



Agilent JetClean

작동 설명서

통지

© Agilent Technologies, Inc. 2024

본 설명서의 어떤 부분도 미국 및 국제 저작권법의 통제에 따라, Agilent Technologies, Inc. 의 사전 합의 및 서면 동의 없이 어떤 형태나 어떤 수단으로든 (전자 저장 및 검색 또는 외국 언어로 번역 포함) 복제할 수 없습니다.

설명서 부품 번호

G7077-99052

버전

제 1 판, 2024 년 10 월

USA 에서 인쇄

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

보증

이 문서에 포함된 자료는 "있는 그대로" 제공되며 이후 버전에서 통지 없이 변경될 수 있습니다. 나아가 해당 법이 허용하는 최대한의 범위 내에서, Agilent 는 판매성 및 특정 목적의 부합성에 대한 묵시적 보증을 포함하나 이에 국한되지 않고 이 설명서 및 여기에 포함된 모든 정보에 관하여 명시적 또는 묵시적인 모든 보증을 부인합니다. Agilent 는 이 문서 또는 여기에 포함된 정보의 제공, 사용 또는 수행과 관련한 오류나 부수적 또는 결과적 손해에 대해 책임지지 않습니다. Agilent 와 사용자가 이러한 조건과 상충되는 이 문서의 자료에 적용되는 보증 조건으로 별도의 서면 계약을 한 경우에는 별도의 계약에 있는 보증 조건이 적용됩니다.

안전 고지

주의

주의 표시는 위험을 나타냅니다. 이것은 제대로 실시 또는 준수하지 않을 경우 제품이 손상되거나 중요한 데이터가 손실될 수 있는 작동 절차, 관행 등에 대한 주의를 당부합니다. 주의 내용을 완전히 이해하지 못하거나 이 조건을 충족하지 않을 경우 작업을 진행하지 마십시오.

경고

경고 표시는 위험을 나타냅니다. 이것은 제대로 실시 또는 준수하지 않을 경우 작업자의 부상 또는 사망을 초래할 수 있는 절차, 관행 등에 대한 주의를 당부합니다. 경고 내용을 완전히 이해하지 못하거나 이 조건을 충족하지 않을 경우 작업을 진행하지 마십시오.

목차

1 소개

- 일반 개념 6
- 두 가지 작동 모드 6
- 어떤 모드를 사용해야 하나요 ? 7
- JetClean 시스템 작동을 위한 기기 구성 8
- MassHunter 에서 JetClean 시스템에 대한 모드 설정 10

2 청소 전용 모드

- 개념 12
- 배치 시료 후 청소 전용 모드 실행 - 개념 15
- 각 시료 실행 후 Clean Only(청소 전용) 모드 실행 - 개념 16
- Clean Only(청소 전용 모드) 에 대한 JetClean 파라미터 설정 17
- 파라미터 (설정값) 최적화 18
- 기본 분석법 22
 - 7000 " 청소 전용 " 기본 분석법 22
 - 7010 " 청소 전용 " 기본 분석법 23
 - 597X " 청소 전용 " 기본 분석법 23
- 청소 전용 모드에 대한 분석법 예 26

3 획득 및 청소 모드

- 개념 30
- 획득 및 청소 모드에서 JetClean 실행 31
- 획득 및 청소 모드에 대한 JetClean 파라미터 설정 32

4 문제 해결

일반 문제 해결 36

JetClean 문제 해결 36

5 하드웨어

용도 38

지원되는 시스템 38

시스템 작동 및 유지보수 39

일반 경고 39

수소 공급 배관 40

장비 예방조치 41

작동 예방조치 42

수소 배관 43

일반 권장사항 43

수소 가스 공급 튜브 44

수소 공급 시스템 44

압력 조절기 가스 공급 튜브 연결 45

수소 공급 필터 교체 46

획득 및 청소 모드 분석법에 대한 5975/5977 시리즈 MS 튜닝 47

획득 및 청소 모드 분석법에 대한 7000E/7010C 시리즈 Triple Quad MS 튜닝 48

수동으로 이온 소스 청소 49

일반적인 실험실 예방조치 50

1

소개

일반 개념 6

두 가지 작동 모드 6

어떤 모드를 사용해야 하나요? 7

JetClean 시스템 작동을 위한 기기 구성 8

MassHunter 에서 JetClean 시스템에 대한 모드 설정 10

Agilent JetClean 시스템을 사용하면 이온 소스를 수동으로 청소해야 하기 전에 처리할 수 있는 시료 수를 크게 늘릴 수 있습니다. 이 장에서는 JetClean 시스템의 작동 방식에 대한 간략한 개념을 제공합니다.

일반 개념

JetClean 프로세스 중 필라멘트가 전자를 방출하는 동안 이온 소스의 이온 볼륨에 소량의 수소가 유입됩니다. 활성 수소종이 생성됩니다. 이 프로세스가 실행될 때마다 조건과 오염 성격에 따라 이온 소스에서 오염이 제거됩니다. 그 결과는 다음과 같습니다.

- 백그라운드가 감소합니다 (화학적 노이즈).
- "손실된" 화합물 검출 한계를 복구할 수 있습니다.
- 수동 청소가 필요한 경우가 줄어듭니다.

그러나 JetClean 프로세스에도 불구하고 이온 소스 광학에 반응성이 낮은 활성 오염 물질이 점점 쌓일 수 있으며 소스를 수동으로 청소해야 합니다. JetClean에 대한 프로세스를 적용하고 파라미터를 사용하는 데 주의하십시오. 이 수동 프로세스의 빈도가 훨씬 줄어들 수 있습니다.

두 가지 작동 모드

JetClean 애플리케이션에는 다음 두 가지 모드 중 하나를 적용할 수 있습니다.

- **Clean Only(청소 전용)** 모드 – 이 모드에서는 시료를 처리한 후 시스템에 수소를 유입합니다. 이 모드를 사용하면 기존 시료 처리 방법은 변경하지 않은 채로 JetClean 프로세스에서 사용할 새 방법을 생성합니다.
- **Acquire & Clean(획득 및 청소)** 모드 – 이 모드에서는 GC/MS EI 를 통해 시료를 분석하는 동시에 소량의 수소를 이온 볼륨에 유입하여 오염 물질을 제거하고 줄입니다. 이 모드를 사용하면 응용 분야에 적합한 낮은 수소 유속을 포함하도록 기존 획득 방법을 수정합니다.

각 모드에는 다음과 같은 시스템의 변수에 따라 장점과 단점이 있습니다.

- 처리 중인 시료와 시료의 정제, 오염 및 매트릭스의 정도
- 대상 분석물질
- 기존 표준 작동 절차
- 현재 워크플로 및 배치 시료

JetClean 을 이해함에 따라 명확해질 기타 고려 사항.

1 소개

어떤 모드를 사용해야 하나요 ?

어떤 모드를 사용해야 하나요 ?

가장 적합한 JetClean 모드 (Clean Only(청소 전용) 또는 Acquire & Clean(획득 및 청소)) 를 결정하려면 시스템에 특정한 변수 (예 : 시료 유형 , 정제 유효성 , 분석물질의 화학 성질) 를 고려하고 각 모드가 해당 워크플로에 미칠 영향을 평가해야 합니다 .

상황마다 다르지만 , 몇 가지 고려할 주요 항목을 아래에서 열거합니다 .

1 분석 중인 화합물은 무엇인가요 ?

산소 , 질소 , 황 또는 인을 함유하는 화합물인 **극성화합물**은 JetClean 프로세스에 따른 미량의 수소 유속에 반응하여 검출 한계 또는 스펙트럼 일치률 훼손할 수 있습니다 . 이 경우에는 Acquire & Clean(획득 및 청소) 모드가 적합하지 않습니다 . Clean Only(청소 전용) 모드가 더 좋은 솔루션일 수 있습니다 .

반면 **비극성화합물**과 그 밖의 매우 안정적인 화합물 (PAHs, PCBs 등) 은 수소에서 반응성이 제한되므로 , Acquire & Clean(획득 및 청소) 모드에서 잘 작동할 수 있습니다 .

2 표준 작동 절차를 수정해야 하나요 ?

Acquire & Clean(획득 및 청소) 모드를 사용할 때 시료 분석 중 수소를 포함하여 GC/MS 분석법을 수정해야 합니다 . 따라서 , 검증된 SOP 에 사용자의 분석법이 포함된 경우 SOP 를 수정하고 다시 검증해야 할 수 있습니다 .

반면 Clean Only(청소 전용) 모드에서는 새 획득 방법이 필요하지 않으며 사내 운영에 따라 시스템 유지보수 SOP 에만 추가될 수 있습니다 . 그러나 기존 획득 방법 및 SOP 는 계속 유지할 수 있고 다시 검증할 필요가 없습니다 .

1 소개

JetClean 시스템 작동을 위한 기기 구성

JetClean 시스템 작동을 위한 기기 구성

어떤 모드를 사용할지 정하면 여기에 설명된 대로 시스템을 구성해야 합니다 .

- 1 Instrument control(기기 제어) 보기에서 **Instrument > Configure MS Gases(기기 > MS 가스 구성)** 를 선택하여 Gas Control Configuration (가스 제어 구성) 대화 상자를 표시합니다 . (그림 1 참조)

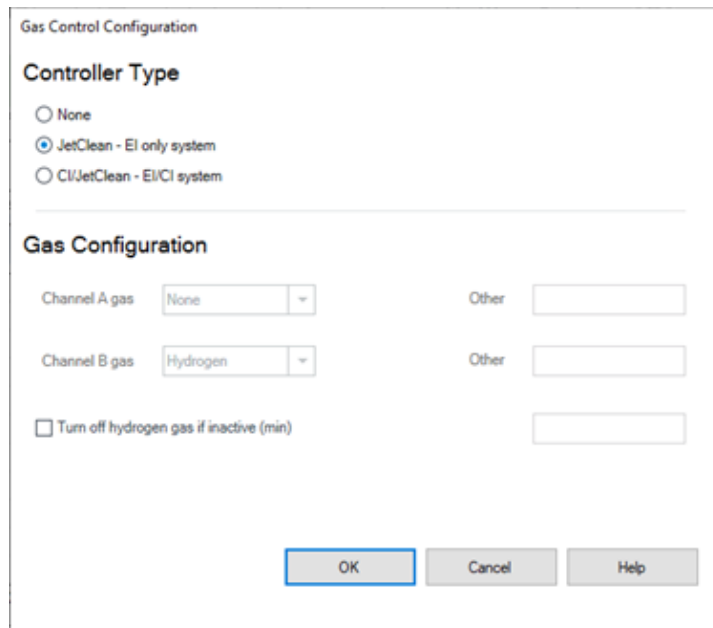
The image shows a 'Gas Control Configuration' dialog box. It has two main sections. The first section, 'Controller Type', contains three radio buttons: 'None', 'JetClean - EI only system' (which is selected), and 'CI/JetClean - EI/CI system'. The second section, 'Gas Configuration', contains two rows of gas selection. 'Channel A gas' is set to 'None' and 'Channel B gas' is set to 'Hydrogen'. Each has an 'Other' text box next to it. There is also a checkbox labeled 'Turn off hydrogen gas if inactive (min)' with an empty text box next to it. At the bottom are 'OK', 'Cancel', and 'Help' buttons.

그림 1 가스 제어 구성 패널

- 2 **Controller Type**(컨트롤러 유형) 을 선택합니다 .
- 3 유속 제어 시스템이 CI(화학적 이온화) 를 지원하지 않으면 **Jet Clean - EI only system(Jet Clean - EI 전용)** 을 선택합니다 .Chemical ionization, 화학적 이온화 이 설정은 수소를 채널 B 가스로 구성합니다 .
- 4 시스템이 CI 및 JetClean 시스템을 모두 지원하도록 설계된 경우 **CI / JetClean - EI/CI system(CI / JetClean - EI/CI 시스템)** 을 선택합니다 . 이 설정을 통해 JetClean 시스템에서 수소 사용을 위한 채널 B 가스와 CI 반응 가스에 대한 채널 A 를 구성할 수 있습니다 .

1 소개

JetClean 시스템 작동을 위한 기기 구성

5 제공된 수소 기체를 구성합니다 .

- JetClean 시스템 사용을 위한 Jet Clean - EI 전용 시스템 컨트롤러의 경우 , **비활성인 경우 수소 기체 차단** 필드에 시간을 입력합니다 . 이것은 JetClean 방법 실행을 완료한 후 JetClean 시스템에 수소 공급을 종료하기 전의 대기 시간입니다 .
- JetClean 시스템 작동을 위한 CI / JetClean - EI/CI 시스템 컨트롤러의 경우 , 채널 B 가스 드롭다운 메뉴에서 수소를 선택하고 **비활성인 경우 수소 기체 차단** 필드에 시간을 입력합니다 . 이 시간이 GC 실행 간격 시간을 초과하여 수소가 계속 공급되도록 하십시오 .

MassHunter 에서 JetClean 시스템에 대한 모드 설정

사용할 모드를 결정했고 시스템을 구성했으면 다음과 같이 적절한 모드를 선택할 수 있습니다.

- 1 **Instrument Control(기기 제어)** 보기에서 **MS Parameters(MS 파라미터)** 아이콘을 클릭합니다.
- 2 **JetClean** 을 클릭합니다. ([그림 2](#) 참조)
- 3 **Operation(작동)** 드롭다운 메뉴에서 모드를 선택합니다. ([그림 2](#) 참조)
 - **No Cleaning(청소 없음)** – JetClean 시스템이 꺼집니다. JetClean 시스템에 대한 수동 수소 차단 밸브를 닫습니다. 일정 기간 동안 수동 밸브가 닫혔으면 사용하기 전에 MFC 를 소거해야 합니다.
 - **Clean Only(청소 전용)** – "Clean Only"(청소 전용) 작동 모드 중에는 시료 분석이 일어나지 않습니다. 이 유지보수 기간에만 소스에 수소가 유입됩니다. 시료 분석은 보통 순수한 헬륨 운반 가스에서 발생합니다. (17 페이지의 [“Clean Only\(청소 전용 모드\)에 대한 JetClean 파라미터 설정”](#) 참조)
 - **Acquire & Clean(획득 및 청소)** – 이온 소스에 도착하는 시료에 끊임 없이 수소를 유입시킵니다. (32 페이지의 [“획득 및 청소 모드에 대한 JetClean 파라미터 설정”](#) 참조)

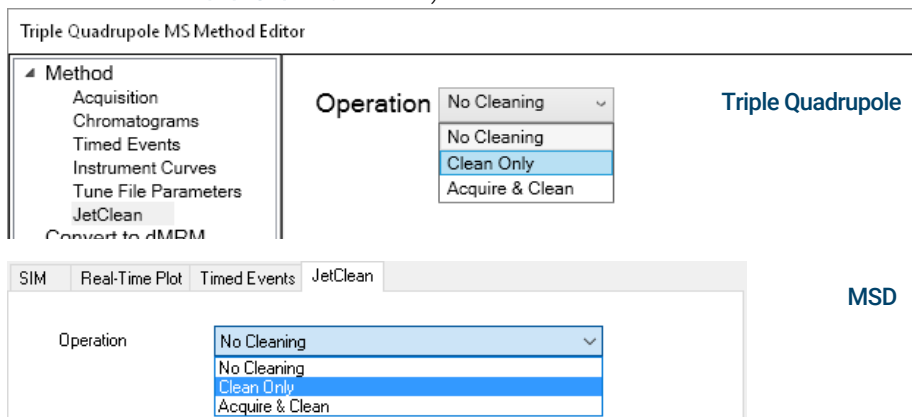


그림 2 분석법 편집기 – JetClean 모드 선택 패널 (Triple Quadrupole 는 위, MSD 는 아래)

분석법에 해당되는 것으로 표시되는 화면을 완료합니다. (자세한 내용은 17 페이지의 [“Clean Only\(청소 전용 모드\)에 대한 JetClean 파라미터 설정”](#) 및 32 페이지의 [“획득 및 청소 모드에 대한 JetClean 파라미터 설정”](#) 을 참조하십시오.)

2

청소 전용 모드

개념 12

배치 시료 후 청소 전용 모드 실행 - 개념 15

각 시료 실행 후 Clean Only(청소 전용) 모드 실행 - 개념 16

Clean Only(청소 전용 모드) 에 대한 JetClean 파라미터 설정 17

파라미터 (설정값) 최적화 18

기본 분석법 22

청소 전용 모드에 대한 분석법 예 26

개념

JetClean **Clean Only(청소 전용)** 모드는 표준 시료 획득과 무관하며, 사용자의 시료 획득 방법과 완전히 다른 별도의 분석법을 사용합니다. 기존 시료 획득 방법을 수정할 필요가 전혀 없습니다.

JetClean **Clean Only(청소 전용)** 모드에서는 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 분석법을 실행하기 전에 실행할 수 있는 시료 수와 JetClean 분석법에서 적용할 파라미터를 결정하기 위한 조사가 필요합니다. 일반적으로 모든 분석가는 동일한 일반 경향을 경험합니다. 시스템이 깨끗하고 누출이 차단된 경우, 화합물 반응 및 검출 한계는 시료가 실행될 때 적합하게 유지됩니다. 어느 지점에서는 검출 한계가 발생하기 시작하고 유지보수가 필요합니다. 유지보수는 격막 및 라이너의 교체, 컬럼 컷백, 페룰 조임 등일 수 있으며, 검출 한계가 복원될 수 있습니다. 자동 튜닝 파일을 면밀히 살펴보면 소스 누출과 관련된 문제나 GC 관련 문제가 보일 수 있습니다. 일반적으로, 소스의 베이킹, 게인 팩터 업데이트 또는 수동 청소가 필요한 경우입니다. 시스템이 이 단계에 도달하기 전에 분석가는 경험을 바탕으로 짧고 가벼운 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 분석법을 적용하여 소스 열화를 방지할 수 있습니다. 실제로, JetClean **Clean Only(청소 전용)** 분석법을 고려하는 데 필요한 것은 소스를 베이킹하여 오염 물질을 제거하는 분석법과 유사한 추가 도구입니다. JetClean **Clean Only(청소 전용)** 분석법은 베이킹만을 사용하는 경우보다 훨씬 더 효과적입니다. **그림 3**에 이러한 상황에 대한 묘사가 나와 있습니다.

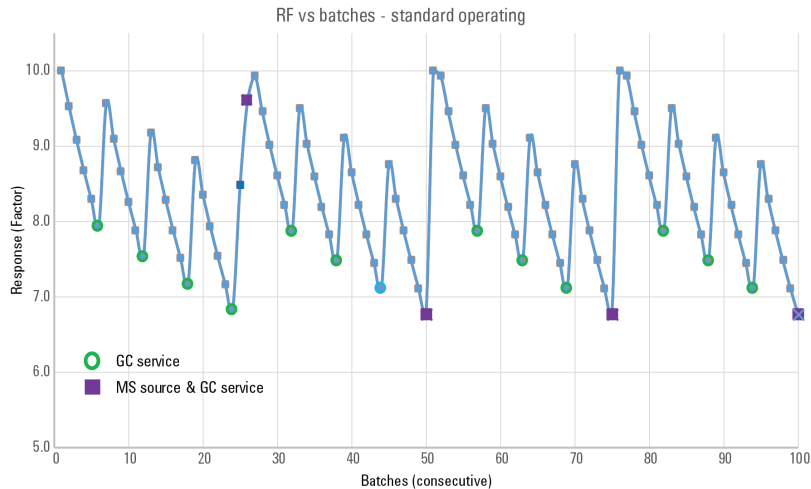


그림 3 반응 계수 대 배치 - 표준 작동 조건

2 청소 전용 모드 개념

12 페이지의 **그림 3** 은 순차적 배치 시료의 과정을 실행할 때 표준 반응의 결과에 대한 분석 상황을 보여줍니다. 배치 시료 수를 획득할 때, 시작 반응 (0 에 있음) 에서 여섯 번째 세트까지 반응 (계수) 처리에서 확연한 감소가 보입니다 (왼쪽에서 오른쪽). 여섯 번째 세트에서 반응은 20% 이상 떨어졌고 그림에서 (녹색) 원으로 표시되어 GC 서비스가 필요함을 나타냅니다 (신속한 컬럼 내 백플러싱을 사용하지 않는 것으로 보임).

GC 유지보수 후, 반응은 이전 값 (배치 0 의 경우 10 중) 으로 돌아가지 않았습니다. 이것은 소스의 일부 열화 (및 그 기여) 반응이 발생했음을 나타냅니다.

또 다른 6 개 세트를 획득하고 다른 GC 유지보수가 (배치 12 에서) 발생하며, 이 과정은 배치 18 에서 24 까지 계속됩니다.

그러나 배치 24 에서 유지보수 후, 25 번째 배치의 반응은 초기 반응보다 15% 이상 낮게 나타나 허용 수치를 벗어나므로 MS 를 환기하고 소스를 청소합니다. 이는 배치 26 에서 정사각형 마커로 표시됩니다.

반응이 거의 돌아오고 소스는 연속 주입에 의해 "샷인 (shot in)" 되면서 배치 0 에서는 초기 반응으로 돌아옵니다.

배치 순서는 GC 서비스와 MS 소스 청소를 모두 50, 75 그리고 이후에서 수행해야 할 때까지 반응 손실과 일치하는 6 개 배치마다 GC 서비스와 함께 계속됩니다.

그림 4 는 이전과 같은 상황이지만 각 배치 후 JetClean **Clean Only**(청소 전용) 모드가 작동하는 경우를 보여줍니다.

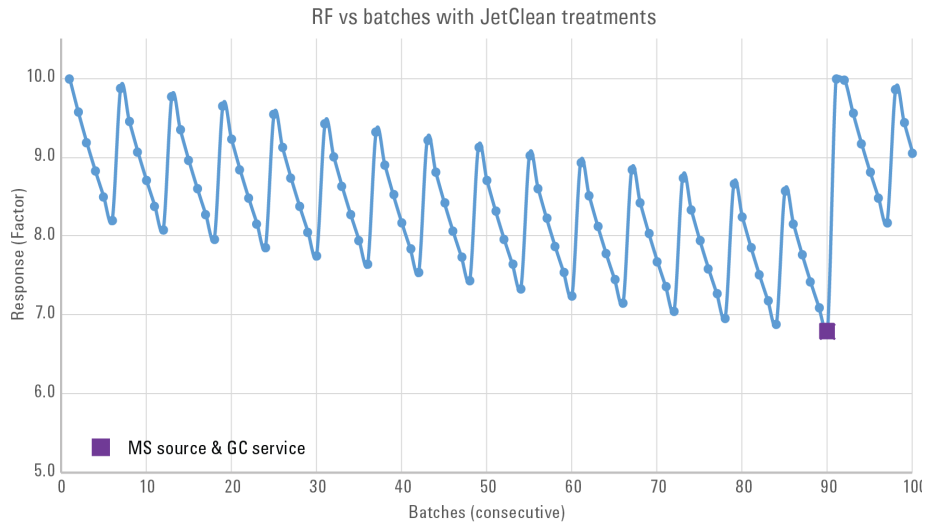


그림 4 각 배치 이후 JetClean Clean Only(청소 전용) 모드에서 배치 대비 반응 계수

2 청소 전용 모드 개념

6 개 배치마다 GC 유지보수는 여전히 필요하지만 (표시되어 있지는 않지만 이 전과 같이 보임), 이제 배치 90 이후까지 GC 및 MS 유지보수가 필요하지 않습니다 .25 배치부터 90 배치까지는 MS 서비스가 크게 감소합니다 . 이것은 JetClean 이 무엇을 제공할 수 있는지 보여줍니다 .

이 제어 차트 접근방식은 널리 적용되었더라도 완전히 정확하지는 않으며 사실과 다른 경우도 있음을 유의하십시오 . 신호 대 노이즈가 좋은 메트릭이 아닌 것과 마찬가지로 , 이 접근방식은 분석법 검출 한계에 중점을 두는 접근방식으로 대체해야 합니다 .

시료 조사의 결과와 필요한 유지보수 빈도에 따라 다음을 만족할 때 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 모드를 구현할 수 있습니다 .

- 배치 시료 실행 후
- 단일 시료 실행 후 (이러한 시료가 획득된 직후 성능 저하가 보이는 경우)

다음 섹션에서는 이 개념에 대해 조금 더 자세히 설명합니다 . 조사 테스트는 특정 시료 유형을 실행할 때 이온 소스 수동 청소 주기를 연장하기에 가장 좋은 솔루션을 결정하는 데 도움이 됩니다 .

JetClean 이 적절한 시료를 준비하거나 누출과 같은 GC 문제를 유지보수하는 것과 같은 일을 대체할 수 없음을 인식해야 하고 , 사용자는 화합물 검출 한계의 소스 관련 열화를 방지하는 데 있어서 가장 뛰어난 안정성을 보였던 (신속한 컬럼 내) 백플러싱 (Agilent G1472A Universal GC/MS PCT 백플러싱 키트) 을 구현할 것을 고려해야 합니다 .

2 청소 전용 모드

배치 시료 후 청소 전용 모드 실행 - 개념

배치 시료 후 청소 전용 모드 실행 - 개념

다음은 배치 시료를 실행한 후 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 모드를 적용하기 위해 따르는 일반적인 절차를 설명합니다.

- 1 표준 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 획득 방법을 생성합니다.
아래에서 설명할 가장 가벼운 컨디셔닝 방법으로 시작합니다.
 - 2 표준 시료 획득 방법으로 시료를 평소와 같이 실행합니다.
 - 3 신호 유실 또는 백그라운드 노이즈가 관찰되면 표준 문제 해결 루틴을 수행합니다 (GC 라이너 및 컬럼 유지보수, 누출 테스트, 게인 팩터 업데이트, 분석기 베이카아웃, 자동 튜닝 등). (35 페이지의 "**문제 해결**" 참조)
 - a 만약 일상적인 문제 해결 및 유지보수 후 신호가 복원되거나 백그라운드 노이즈가 제거되면 평소와 같이 시료 처리를 재개합니다.
 - b 문제 해결로 결과가 개선되지 않았으면 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 분석법을 실행하십시오.
 - 4 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 분석법을 실행한 후, 시료를 실행하여 JetClean 애플리케이션의 효과를 확인하십시오.
 - a 결과가 만족스럽게 향상되었으면 평소와 같이 시료 처리를 재개합니다.
 - b 결과가 향상되었지만 충분하지는 않았다면 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 분석법의 설정값을 아주 조금 조정하고 JetClean 분석법을 다시 실행합니다. (예를 들어, 추가되는 수소량이나 노출 시간을 늘립니다.)
 - c 결과가 안좋아졌다면 수동 청소를 수행해야 할 수 있습니다. 이것은 청소된 소스에 흔하며 문서의 뒷부분에서 거론할 또 다른 문제일 수도 있습니다.
- "결과"는 스펙트럼 충실도, 시스템 배경 등의 고려 사항뿐만 아니라 관심 있는 화합물을 검출하는 시스템의 능력도 의미한다는 점에 유의해야 합니다.

2 청소 전용 모드

각 시료 실행 후 Clean Only(청소 전용) 모드 실행 - 개념

각 시료 실행 후 Clean Only(청소 전용) 모드 실행 - 개념

일반적으로, 각 시료를 실행한 후 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 모드를 실행하는 방법은 다음과 같습니다.

- 1 각 시료 실행 후 실행하려는 아주 짧은 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 분석법을 생성합니다.
- 2 평소와 같이 일반적인 시료 획득 방법으로 시료 1 을 실행합니다.
- 3 JetClean 분석법을 실행합니다.
- 4 평소와 같이 시료 2 를 실행합니다.
- 5 JetClean 분석법을 실행합니다.
- 6 검출 한계 상승을 관찰할 때까지 JetClean 분석법 실행과 일반적인 시료 실행을 번갈아 계속합니다.
- 7 상승을 관찰하면 표준 문제 해결 및 유지보수 루틴 (누출 테스트, 게인 팩터 업데이트, 브레이크아웃, 자동 튜닝) 을 수행합니다. (35 페이지의 “ **문제 해결** ” 참조)
 - **결과가 향상되면** 위에서처럼 시료 처리와 JetClean 분석법 실행을 번갈아 재개합니다.
 - **결과가 향상되지 않았다면** 이온 소스를 수동으로 청소하거나 JetClean 분석법의 강도를 증가해야 할 수 있습니다.

2 청소 전용 모드

Clean Only(청소 전용 모드) 에 대한 JetClean 파라미터 설정

Clean Only(청소 전용 모드) 에 대한 JetClean 파라미터 설정

JetClean **Clean Only(청소 전용)** 모드를 사용 중인 경우 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 파라미터에 액세스하고 사용자의 분석법에 적절하게 완료합니다 .

- 1 **Instrument Control(기기 제어)** 보기에서 **MS Parameters(MS 파라미터)** 아 이콘을 클릭합니다 .
- 2 **JetClean** 을 선택합니다 . (10 페이지의 **그림 2** 참조)
- 3 **Operation(작동)** 드롭다운 메뉴에서 **Clean Only(청소 전용)** 를 선택합니다 . (10 페이지의 **그림 2** 참조)
- 4 분석법 개발업체가 제공한 파라미터를 입력합니다 . (**그림 5** 참조)
- 5 분석법을 저장합니다 .

Triple Quadrupole

The screenshot shows the 'Triple Quadrupole MS Method Editor' window. On the left is a sidebar with a tree view containing: Method, Acquisition, Chromatograms, Timed Events, Instrument Curves, Tune File Parameters, JetClean, and Convert to dMRM. The 'Method' section is expanded. The main area is titled 'Operation' with a dropdown menu set to 'Clean Only'. Below this is the 'Cleaning' section with the following parameters: Hydrogen Flow (mL/min) set to 0.67 (with a note '(Limited to steps of 0.0666 mL/min)'), Filament set to 2 (via a dropdown), Emission (μA) set to 10, Source Temperature (°C) set to 230, Quadrupole Temperature (°C) set to 150, and Duration (min) set to 1.3. Below the 'Cleaning' section is the 'Post Cleaning' section with a text box stating: 'For Post Cleaning, the Source and Quadrupole temperatures are derived from the temperature settings in the Tune File associated with this method.' and a 'Stabilization Duration (min)' field set to 10. At the bottom are buttons for 'Apply', 'Ok', 'Reset', 'Cancel', and 'Help'.

MSD

The screenshot shows the 'JetClean' window. At the top is a tab labeled 'JetClean'. Below it is the 'Operation' dropdown menu set to 'Clean Only'. The 'Cleaning' section contains: Hydrogen flow set to 0.13 mL/min (with a note '(limited to steps of 0.0666 mL/min)'), Filament set to 'Filament 2' (via a dropdown), Emission set to 10 μA, Source Temperature set to 230 °C, Quadrupole Temperature set to 150 °C, and Duration set to 1.3 min. Below this is the 'Post Cleaning' section with a text box stating: 'For Post Cleaning, the Source and Quadrupole temperatures are derived from the temperature settings in the Tune File associated with this method.' and a 'Stabilization Duration' field set to 10.0 min.

그림 5 JetClean Clean Only(청소 전용) 모드

파라미터 (설정값) 최적화

수소는 필라멘트에 무리를 줄 수 있으므로 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 분석법은 필라멘트 2 번을 사용하여 분석 필라멘트를 필라멘트 1 번으로 둡니다 .
(CI 작동에서는 필라멘트 하나만 사용할 수 있습니다 .)

JetClean **Clean Only(청소 전용)** 방법을 개발하는 동안 소스 훼손을 최소화하면서 최상의 시료 처리량을 얻기 위해 , 여러 가지 파라미터를 조정 , 테스트 및 재조정하여 최적의 결과를 얻을 수 있습니다 . 이러한 파라미터 중 일부는 다음과 같습니다 .

- 시간
- 수소 유속
- 방출
- 소스 온도
- JetClean 응용 분야 간 시료 수
- 시료 유형
- 등

좋은 결과를 관찰하면서 최대한 낮은 수소 유속을 확보하는 것이 중요합니다 . 먼저 , 효과적이라고 생각되는 가장 낮은 설정을 사용하십시오 . 결과가 만족스럽지 않으면 유속을 늘리고 다시 테스트합니다 .

- **Too little hydrogen(수소가 너무 적음)** 은 소스를 충분히 청소하지 못합니다 .
- **Too much hydrogen(수소가 너무 많음)** 은 소스를 " 과잉 상태 " 로 만듭니다 . 이 항목은 나중에 언급할 것입니다 .

Clean Only(청소 전용) 프로세스를 수동으로 또는 시퀀스로 실행되는 분석법으로 적용하면 컨디셔닝 프로세스의 스캔 데이터파일이 생성됩니다 . 이 데이터파일에는 컨디셔닝 정도를 파악할 수 있는 귀중한 정보가 들어 있습니다 .

참고

기기에 적합한 범위에서 이 스캔 데이터를 수집하도록 분석법을 구성해야 하며 , 이에 대해서는 아래에서 설명합니다 .

19 페이지의 **그림 6** 은 HES 소스를 사용한 5977B 에서 수집된 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 데이터파일에 대한 EIC 의 예를 보여줍니다 . 55, 57, 91 의 추출된 이온은 백그라운드 오염을 나타내는 이온의 예로 , 55 와 57 은 탄화수소를 반영하고 91 은 방향족을 나타냅니다 .

2 청소 전용 모드 파라미터 (설정값) 최적화

이온은 모든 종이 정확히 동일한 운동학이나 초기 또는 최종 존재비를 가지지 않음을 나타냅니다. 사용자의 화합물 및 분석에 적합한 처리 정도를 결정할 수 있습니다.

~1.5 분 동안 신속한 광선 처리, ~3.5 분 동안 또는 훨씬 더 오랜 기간 더 광범위한 광선 처리가 가능합니다. 파라미터를 조정하면 짧은 기간의 처리를 사용해서 다양한 정도의 오염을 제거할 수 있습니다.

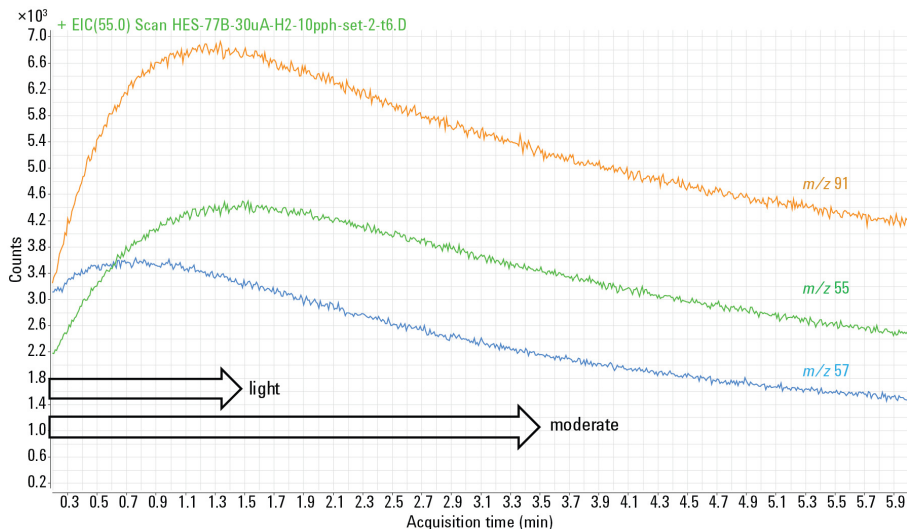


그림 6 0~6 분 범위에서 5977B SQ-HES 에 대한 JetClean 청소 전용 모드용 EIC

이를 탐색하기 위한 접근방식은 다음 논리에서 순차적입니다.

기본 파라미터로 시작해서, 오염된 소스를 처리한 다음 작동을 계속합니다. 이것으로 충분하지 않다고 판단되면 먼저 처리 시간을 연장하고 시간을 약 10 분 실행 시간까지 계속 증분합니다. 그 단계에서는 처리 기간이 너무 길어지므로 시간을 1 분 또는 2 분으로 단축하고 양을 두 배 또는 세 배로 늘려 수소 유속을 늘립니다. 수소 유속 설정값이 해당 소스 유형에 권장되는 최대 유속의 거의 절반이 될 때까지 이를 계속합니다. 그런 다음 시간과 유속을 다시 줄이고 방출을 늘립니다.

마지막으로 구현할 파라미터는 소스 온도 증가입니다. 제거하기 매우 힘든 침전 물을 제거하는 데 유용하지만 소스를 작동 온도로 냉각해야 하므로 프로세스 시간이 늘어납니다. 따라서, 일반적으로 최후의 수단으로 이용합니다.

표준 수동 청소처럼, 분석기가 안정화해야 하는 기간이 있습니다. 프로세스는 수동 청소 후 베이킹되고 재튜닝되지만, JetClean **Clean Only(청소 전용)** 모드 의 경우 다른 추가 접근방식이 있으며 가장 성공적인 방식은 "분석기를 샷 인" 하는 것입니다. 오랜 안정화 시간 설정 대신, 시스템을 안정화하는 (농약 응용

2 청소 전용 모드 파라미터 (설정값) 최적화

분야에서처럼) 표준 또는 매트릭스 또는 분석물질 보호제의 여러 번 주입으로 구성되는 짧은 설정이 있습니다 . 재튜닝은 이 프로세스가 끝날 때 , 그리고 배치 시료가 제출되기 전에 다시 적용해야 합니다 .

GC 문제와 연관되지 않은 화합물에 대해서는 피크 테일링을 초래하는 소스 " 과다 상태 " 가 될 수 있습니다 . 이러한 상황과 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 파라미터를 참고하고 , 향후에 피하십시오 .

20 페이지의 **표 1** , 20 페이지의 **표 2** 및 21 페이지의 **표 3** 은 중요한 파라미터의 기본값과 범위를 제공합니다 . 고유한 JetClean "Clean Only"(청소 전용) 분석법을 개발하면서 이러한 표를 참조하십시오 .

표 1 5975, 5977A/B 및 7000A/B/C/D JetClean 파라미터의 범위

| 파라미터 / 시작 설정값 | 하한 | 상한 | 코멘트 |
|-----------------------------------|------------|------------|--|
| 수소 유속 : 청소 전용 모드 0.67mL/min | 0.13mL/min | 3.52 | 유속 단계는 0.069sccm 단위입니다 . 표준 3mm 드로아웃 렌즈 구성은 청소 전용 모드 설정값에서 ~3.5mL/min 이하여야 합니다 . |
| 방출 (μA) 10 μA | 10 | 35 | 방출 및 유속 증가는 소스 청소 가속화에 가장 큰 영향을 미칩니다 . 시간을 짧게 유지하려면 이러한 두 파라미터를 증분하십시오 . |
| 기간 (분) | 1 분 | 120 | 상한이 높더라도 , JetClean 의 장점은 시간 절약이므로 더 공격적인 파라미터를 살펴보아야 합니다 . |
| 소스 온도 작동 튜파일 설정을 사용 합니다 . | 150°C | 350°C | 획득 방법의 튜파일 소스 온도로 시작하여 시간을 절약합니다 . 4 극자 온도에 대한 시료 . |
| 수소 유속 : 획득 및 청소 모 드 0.13 | 0.13mL/min | 0.49mL/min | 대부분의 응용 분야에서는 획득 및 청소 모드에 대해 매우 낮은 설정 (<0.5mL/min) 을 사용하며 이 파라미터를 작은 증분 단위로 올립니다 . |

표 2 5977B HES 및 7010 HES 및 HES 2.0 JetClean 파라미터의 범위

| 파라미터 / 시작 설정값 | 하한 | 상한 | 코멘트 |
|-----------------------------------|------------|------|---|
| 수소 유속 : 청소 전용 모드 0.67mL/min | 0.13mL/min | 3.52 | 유속 단계는 0.069sccm 단위입니다 . 청소 전용 분석법 설정값에서는 설정값이 ~3.5mL/min 을 초과하지 않아야 합니다 . |
| 방출 (μA) 10 μA | 10 | 100 | 권장된 최대값은 50μA 이며 , 낮은 설정값은 안정화하는 데 약간의 시간이 걸립니다 . |

2 청소 전용 모드 파라미터 (설정값) 최적화

표 2 5977B HES 및 7010 HES 및 HES 2.0 JetClean 파라미터의 범위

| 파라미터 / 시작 설정값 | 하한 | 상한 | 코멘트 |
|-----------------------------------|------------|------------|---|
| 기간 (분) 1 분 | 1 분 | 120 | 상한이 높더라도 , JetClean 의 장점은 시간 절 약이므로 더 공격적인 파라미터를 살펴보아 야 합니다 . |
| 소스 온도 . 작동 튜파일 설정 을 사용합니다 . | 150°C | 350°C | 획득 방법의 튜파일 소스 온도로 시작하여 시 간을 절약합니다 . 4 극자 온도에 대한 시료 . |
| 수소 유속 : 획득 및 청소 모드 | 0.13mL/min | 0.53mL/min | |

표 3 기기 및 소스 유형당 JetClean 청소 전용 모드 스캔 파라미터

| 파라미터 | 5975 5977A/B/C | 5977B/C HES 7000A/B/C/D | 7010 HES 7010 HES 2.0 |
|-----------|-------------------|----------------------------|--------------------------|
| • eV | 70eV | 70eV | 70eV |
| • 게인 팩터* | 1 | 0.2 | 0.2 |
| • 모드 | 스캔 | 스캔 / MS1 스캔 | MS1 스캔 |
| • 시작 질량† | 29 | 29 / 45 | 29 / 45 |
| • 말단 질량 | 300 | 300 | 300 |
| • 시간 / 시료 | 2^5 | 2^5 / 250msec (5) | 250msec (5) |
| • 임계값 | 25 | 25 | 25 |

* 게인 팩터는 하나의 이온 전류에 대해 총 수가 10^5 미만이 되도록 파라미터를 기준으로 조정해야 합니
다 (EM 세이버가 켜져야 함). 전류 및 H_2 유속이 증가할수록 이온 수가 증가합니다.

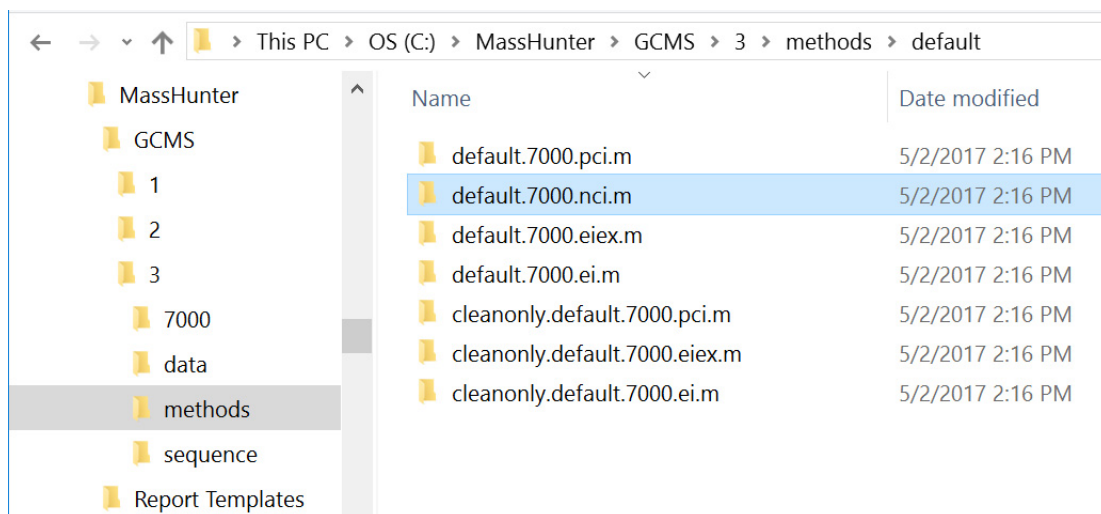
† 29 에서 시작 질량은 N_2H^+ 의 존재를 보여주며 , 이는 H_2 가 켜져 있고 프로세스가 작동 중임을 나타낸
니다 . 그런 다음에는 대략 50 이상의 관심 범위를 포괄하도록 하부 질량을 늘려야 하지만 , 여기에서는
45 의 하위 가장자리 (위의 CO_2) 를 인용합니다 .

기본 분석법

MassHunter에는 자신의 JetClean 청소 전용 분석법을 개발하기 위한 시작점으로 사용될 수 있는 분석법이 포함되어 있습니다. MassHunter가 설치되면 아래 표시된 위치에서 이러한 분석법을 찾을 수 있습니다.

각 분석법에 대한 중요한 파라미터에 대한 자세한 정보와 범위는 20 페이지의 표 1, 20 페이지의 표 2 및 21 페이지의 표 3을 참조하십시오.

7000 " 청소 전용 " 기본 분석법

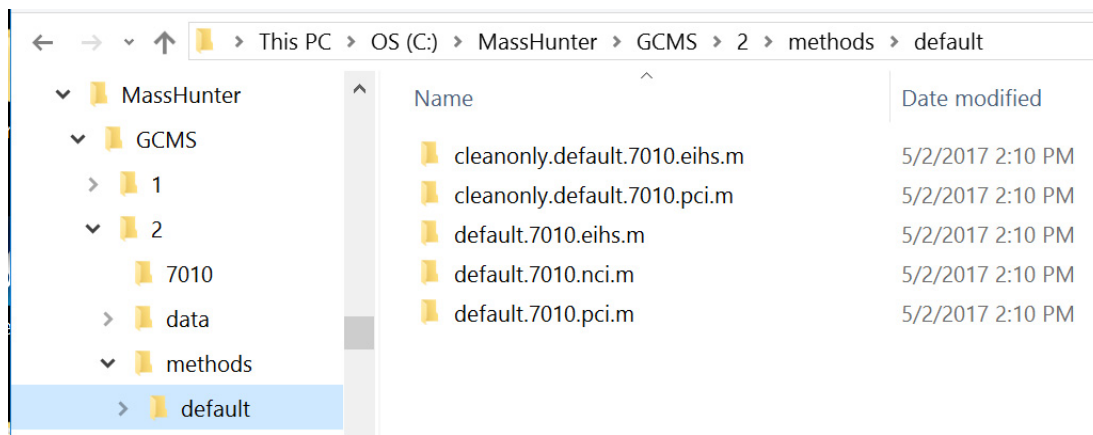


| Name | Date modified |
|-------------------------------|------------------|
| default.7000.pci.m | 5/2/2017 2:16 PM |
| default.7000.nci.m | 5/2/2017 2:16 PM |
| default.7000.eiex.m | 5/2/2017 2:16 PM |
| default.7000.ei.m | 5/2/2017 2:16 PM |
| cleanonly.default.7000.pci.m | 5/2/2017 2:16 PM |
| cleanonly.default.7000.eiex.m | 5/2/2017 2:16 PM |
| cleanonly.default.7000.ei.m | 5/2/2017 2:16 PM |

2 청소 전용 모드

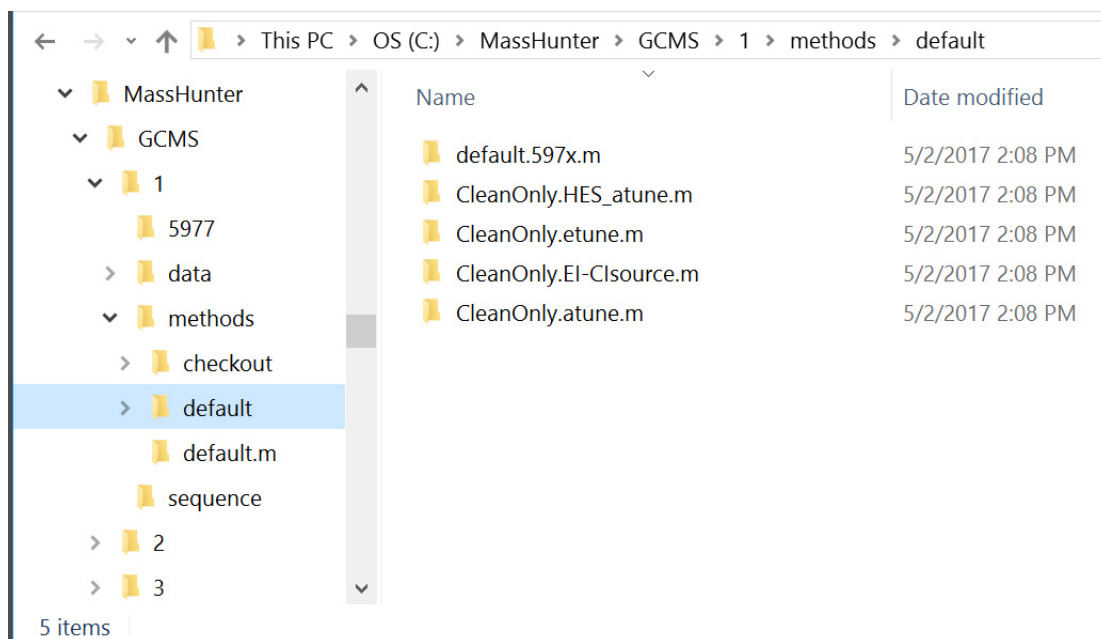
7010 "청소 전용" 기본 분석법

7010 "청소 전용" 기본 분석법



| Name | Date modified |
|-------------------------------|------------------|
| cleanonly.default.7010.eihs.m | 5/2/2017 2:10 PM |
| cleanonly.default.7010.pci.m | 5/2/2017 2:10 PM |
| default.7010.eihs.m | 5/2/2017 2:10 PM |
| default.7010.nci.m | 5/2/2017 2:10 PM |
| default.7010.pci.m | 5/2/2017 2:10 PM |

597X "청소 전용" 기본 분석법



| Name | Date modified |
|-------------------------|------------------|
| default.597x.m | 5/2/2017 2:08 PM |
| CleanOnly.HES_atune.m | 5/2/2017 2:08 PM |
| CleanOnly.etune.m | 5/2/2017 2:08 PM |
| CleanOnly.El-Clsource.m | 5/2/2017 2:08 PM |
| CleanOnly.atune.m | 5/2/2017 2:08 PM |

5 items

2 청소 전용 모드

597X "청소 전용" 기본 분석법

이러한 분석법은 튜파일을 나타내며, 이어서 소스를 지원하는 것을 기술합니다.

- SS, 비활성 또는 추출기 소스의 경우 **CleanOnly.atune.m** 분석법을 사용합니다.
- CI 소스의 경우 **CleanOnly.El-CIsource.m** 분석법을 사용합니다.

표 4 청소 전용 모드 - 기본 분석법 파라미터

| 분석법 | 유형 | H2 유속 | 방출 | 필라멘트 | 소스 | 분석기 | 시간 | 안정화 |
|-------------------------|----------|-------|----|------|-----|-----|-----|-----|
| CleanOnly.atune.m | 청소 전용 모드 | 0.7 | 20 | 2 | 230 | 150 | 1.3 | 10 |
| CleanOnly.etune.m | 청소 전용 모드 | 0.7 | 20 | 2 | 230 | 150 | 1.3 | 10 |
| CleanOnly.HES_Atune.m | 청소 전용 모드 | 0.7 | 10 | 2 | 230 | 150 | 1.3 | 10 |
| CleanOnly.El-CIsource.m | 청소 전용 모드 | 0.7 | 20 | 1 | 230 | 150 | 1.3 | 10 |

분석법에 지정된 튜파일을 변경할 수 있습니다.

모든 분석법에는 여섯 개의 MS 모니터가 있습니다. 모니터는 다음과 같습니다.

- MS Source
- MS Quad
- 청소 작동
- H₂ 유속 (mL/min)
- 방출 (uA)
- 필라멘트

GC 는 분석법에 참여하지 않으므로 모든 GC 모니터는 꺼져 있습니다.

GC 분석법은 주입구 및 주입 파라미터에서 시료 주입구에 대해 "Other/None"(기타 / 없음) 으로, 주입 소스로에 대해 "Valve/Immediate Start"(밸브 / 즉시 시작) 로 구성됩니다. 공급된 기본 분석법은 이미 이 구성을 가지지만 청소 전용으로 변환되는 (존재하는) 다른 획득 방법은 청소 전용 모드 중 시료 주입을 방지하기 위해 이 구성으로 변경해야 합니다. 컬럼 유량 및 기타 GC 파라미터 (예 : 이송 라인, 주입구 온도 등) 는 변경되지 않은 상태로 유지될 수 있습니다. 기존 GC-MS 분석법에서 청소 전용 분석법을 생성하려면 위에서 명시된 대로 주입구

2 청소 전용 모드

597X "청소 전용" 기본 분석법

및 주입 파라미터에 변경 사항을 작성하고 확인한 후 분석법을 저장하십시오 .
청소 전용 분석법 실행 중 GC 가 시료 주입을 시도하는 경우 이러한 구성 파라미터를 확인해야 합니다 .

분석법을 로드하면 모니터가 기기의 현재 상태를 반영합니다 . 분석법을 실행하면 표 4 의 파라미터가 우선 적용됩니다 , **Retention Time Clock(보유 시간 시계)** 을 보고 **Cleaning and Stabilization(청소 및 안정화)** 시간 (실행 시간 이후) 을 모니터링할 수 있습니다 .

2 청소 전용 모드

청소 전용 모드에 대한 분석법 예

청소 전용 모드에 대한 분석법 예

26 페이지의 **그림 7**, 27 페이지의 **그림 8** 및 28 페이지의 **그림 9** 는 7000/7010 Triple Quadrupole 기기 및 5977 MSD 기기에 대한 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 분석법 기본 파라미터입니다 .

각 기본 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 분석법은 기기와 이온 소스 결합에 특정한 설정을 가집니다 .

각 분석법에 대한 중요한 파라미터에 대한 자세한 정보와 범위는 20 페이지의 **표 1** , 20 페이지의 **표 2** 및 21 페이지의 **표 3** 을 참조하십시오 .

Triple Quadrupole

Triple Quadrupole MS Method Editor

Method
Acquisition
Chromatograms
Timed Events
Instrument Curves
Tune File Parameters
JetClean
Convert to dMRM

Operation: Clean Only

Cleaning

Hydrogen Flow (mL/min): 0.67
(Limited to steps of 0.0666 mL/min)

Filament: 2

Emission (μA): 10

Source Temperature (°C): 230

Quadrupole Temperature (°C): 150

Duration (min): 1.3

Post Cleaning

For Post Cleaning, the Source and Quadrupole temperatures are derived from the temperature settings in the Tune File associated with this method.

Stabilization Duration (min): 10

Apply Ok Reset Cancel Help

MSD

JetClean

Operation: Clean Only

Cleaning

Hydrogen flow: 0.13 mL/min
(limited to steps of 0.0666 mL/min)

Filament: Filament 2

Emission: 10 μA

Source Temperature: 230 °C

Quadrupole Temperature: 150 °C

Duration: 1.3 min

Post Cleaning

For Post Cleaning, the Source and Quadrupole temperatures are derived from the temperature settings in the Tune File associated with this method.

Stabilization Duration: 10.0 min

그림 7 예제 - JetClean 청소 전용 분석법 - 처리 파라미터

2 청소 전용 모드

청소 전용 모드에 대한 분석법 예

Triple Quadrupole MS Method Editor

Method

- Acquisition
- Chromatograms
- Timed Events
- Instrument Curves
- Tune File Parameters
- JetClean
- Convert to dMRM

Tune File

atunes.eihs Browse...

☐ Run time (min) 1

Solvent Delay (min) 25

Source Parameters

Ion Source EI

Source Temperature (°C) 230

Electron Energy Mode Use Tune Setting

Electron Energy (eV) 70

Detector Setting

☒ Use Gain Factor

☐ Use Delta EMV

☒ EM Saver Limit 1E+08

Time Filter

☒ Off

☐ On

☐ Variable*

Time (min) Peak Width (sec)

☒ Automatically Subtract Baseline

* ☐ Advanced MRM/SIM filtering

* The feature is instrument dependent

Time Segments

| | Time (min) | Scan Type | Electron Energy (eV) | Delta EMV (V) | Calculated EMV (V) | Gain | Data Saved | # of Ions | CanEditStartTime |
|---|------------|-----------|----------------------|---------------|--------------------|------|-------------------------------------|-----------|--------------------------|
| 1 | 25 | MS1 Scan | 70 | | 1045.1 | 2 | <input checked="" type="checkbox"/> | | <input type="checkbox"/> |

4 cycle/sec 247.6 ms/cycle

Scan Segments

| Segment Name | MS1 Start Mass | MS1 End Mass | Scan Time (ms) | Data Samples | Expected ScanTime (ms) |
|--------------|----------------|--------------|----------------|--------------|------------------------|
| 1 Background | 45 | 300 | 250 | 6 | 248 |

Scan Parameters

Step size (amu) 0.1

Threshold 25

☐ Profile Data

Apply Ok Reset Cancel Help

그림 8 예제 -Triple Quadrupole 분석법 편집기 – 획득 파라미터

2 청소 전용 모드

청소 전용 모드에 대한 분석법 예

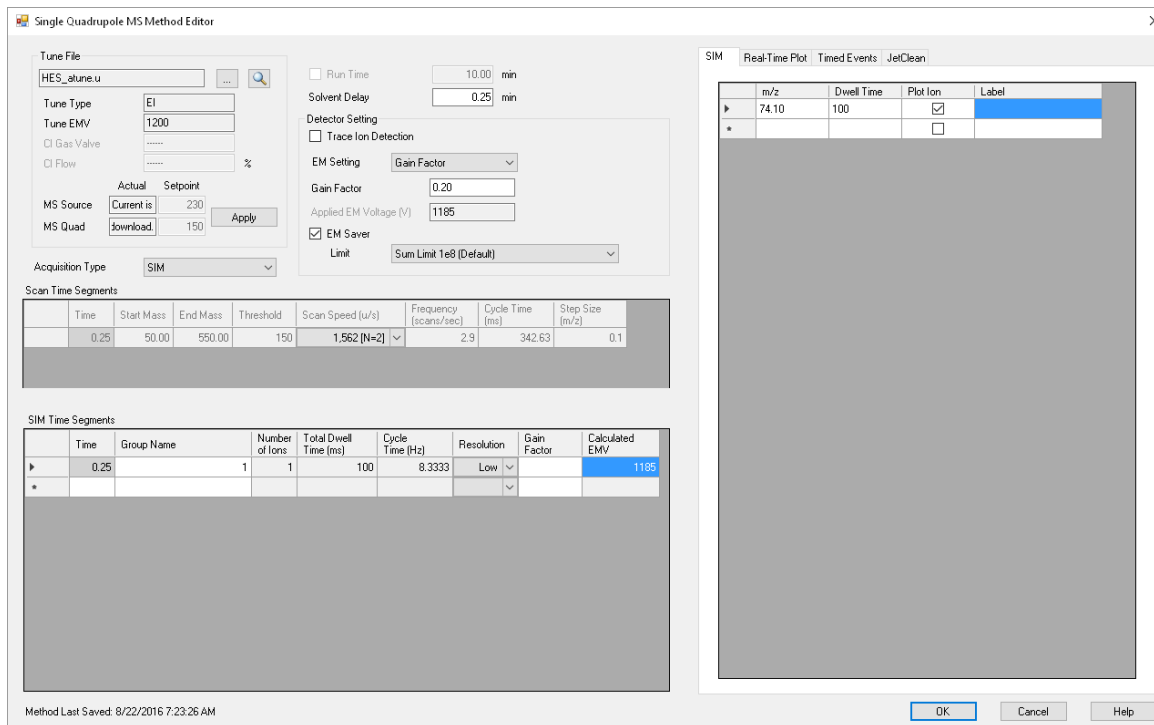


그림 9 예제 - MSD 분석법 편집기 - 획득 파라미터

3

획득 및 청소 모드

개념 30

획득 및 청소 모드에서 JetClean 실행 31

획득 및 청소 모드에 대한 JetClean 파라미터 설정 32

개념

JetClean 이 없다면, 정상적인 작동 중 시료를 처리할 때마다 어느 정도의 오염 물질이 이온 소스에 침착됩니다. 이 침전물은 시간이 지남에 따라 시스템을 종료하 이온 소스를 수동으로 청소해야 할 정도로 쌓입니다.

JetClean 을 **Acquire & Clean(획득 및 청소)** 모드에서 사용하는 경우 시료를 분석할 때마다 소량의 산소가 시료와 함께 시스템에 유입됩니다. 수소가 이온 소스에 도달하면 화학 반응이 일어나 일부 오염물질을 소스에서 제거합니다. 시간이 지남에 따라 이온 소스를 수동으로 청소해야 합니다. 하지만, 시료를 처리할 때마다 소스에서 소량의 오염물질을 제거하면 이온 소스 전체를 수동으로 청소하기 전에 처리할 수 있는 시료 양이 크게 늘어납니다.

이 프로세스에서는 수정된 시료 처리 방법을 사용하기 때문에 처리하기 전에 고려할 몇 가지 사항이 있습니다.

- **비극성 화합물을 테스트하는 경우**, 즉 산소, 질소, 황 또는 기타 극성이 높은 그룹을 함유하지 않는 화합물을 테스트한다면 JetClean **Acquire & Clean(획득 및 청소)** 모드를 워크플로에 통합할 수 있습니다.
- **극성 화합물을 포함하는 경우**, 즉 산소, 질소, 황 또는 기타 극성이 높은 그룹을 함유하는 화합물을 테스트한다면 수소 유입을 통해 정성적 및 정량적 요구사항을 여전히 충족할 수 있는지 확인합니다. 그렇지 않다면 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 모드로 작업하는 것이 더 좋을 수 있습니다.
- 시료 처리 방법이 수정되기 때문에 다시 검증해야 할 수 있습니다. 반면, 청소 전용 모드에서는 기존의 시료 처리 방법을 수정하지 않습니다.

경고

염소계 용매를 이 프로세스에서 사용하는 경우 용매 지연이 충분하도록 해야 합니다. 용매를 제거하지 않고 JetClean 을 동시에 작동하면 GC/MS 시스템의 보증이 무효화될 수 있습니다.

필라멘트를 결합하기 전에 모든 용매를 용리하거나 제거했는지 주의 깊게 확인하십시오. 필라멘트를 켜기 전에 제거해야 할 가장 중요한 용매 몇 가지는 다음과 같습니다.

- 염화메틸렌 (DCIM)
- 클로로폼
- 사염화탄소
- 이황화탄소

획득 및 청소 모드에서 JetClean 실행

일반적으로 JetClean 온라인 처리 워크플로는 다음과 유사합니다 .

- 1 JetClean **Acquire & Clean(획득 및 청소)** 분석법을 생성합니다 .
 - a 깨끗한 이온 소스로 시작합니다 .
 - b 시료 처리 방법을 수정하여 최소량의 수소를 포함합니다 .
 - c 평소처럼 표준을 실행하고 결과를 관찰합니다 . 게인 팩터 또는 이온 비율을 다시 조정해야 할 수 있습니다 .
 - 화합물 결과가 만족스러우면 (화합물 이온 신호가 새 이온 간섭에 의해 저하되거나 손상되지 않고 화합물 테일링 또는 기타 크로마토그래피 문제가 없음) 수소를 증가시켜 보고 결과를 다시 검토합니다 . 목표는 결과를 손상시키지 않는 선에서 가장 높은 수소 유속을 사용하는 것입니다 . 수소 유속이 높으면 가장 안정된 소스 컨디셔닝을 제공하므로 가장 높은 수소 유속을 사용하는 것입니다 .
 - 결과가 악화되었고 더 이상 분석 기준을 충족시키지 못하며 분석 중 수소 유속을 추가할 수 없다면 청소 전용 모드를 고려하십시오 .
 - d **Acquire & Clean(획득 및 청소)** 분석법이 매끄럽게 실행되고 있는 것 같으면 평소처럼 시료 분석을 시작합니다 .
- 2 JetClean **Acquire & Clean(획득 및 청소)** 분석법을 사용하여 시료를 획득합니다 . 결과가 허용되는 한에서 평소처럼 시료 실행을 계속합니다 .
- 3 신호 손실 또는 백그라운드 노이즈가 관찰되면 표준 문제 해결 루틴 (GC 주입구 및 컬럼 유지보수 , 누출 테스트 , 게인 팩터 업데이트 , 베이크아웃 , GF 업데이트 , 자동 튜닝) 을 수행하십시오 . (35 페이지의 " 문제 해결 " 참조)
- 4 문제 해결로 결과가 개선되지 않은 경우 , 소스에 청소 전용 모드를 적용하거나 수동 청소를 수행해야 할 수 있습니다 .

분광 저하 , 피크 테일링 , 검출 한계 손상 등과 같은 부작용이 분석에 영향을 줄 때까지 수소 유속을 늘릴 수 있습니다 . 낮은 유속 설정에도 , 허용되는 가장 낮은 값 (0.15, 0.21, 0.28mL/min) 근처에서 실제적인 분석 저하 없이 수동 청소 간 시간을 연장하는 데 유효하다는 것을 확인해야 합니다 .

3 획득 및 청소 모드

획득 및 청소 모드에 대한 JetClean 파라미터 설정

획득 및 청소 모드에 대한 JetClean 파라미터 설정

Acquire & Clean(획득 및 청소) 모드와 연관된 수소 유속 한계 파라미터는 아래에 나오는 화면에 있습니다.

- 1 **Instrument Control(기기 제어)** 보기에서 **MS Parameters(MS 파라미터)** 아이콘을 클릭합니다.
- 2 이 **Acquire & Clean(획득 및 청소)** 모드에 대해 개발된 튜파일과 함께 분석법을 로드합니다. 이 튜파일의 수소 유속은 이 JetClean 분석법의 수소 유속과 일치해야 합니다.
- 3 **JetClean** 을 선택합니다. (33 페이지의 **그림 10** 참조)
- 4 **Operation(작동)** 드롭다운 메뉴에서 **Acquire & Clean(획득 및 청소)** 을 선택합니다.
- 5 분석법 개발업체가 제공한 **Hydrogen Flow(수소 유속)** 를 입력합니다. (33 페이지의 **그림 10** 참조) 이 유속은 튜파일에 사용된 수소 유속과 일치해야 합니다.
- 6 분석법을 저장합니다.

3 획득 및 청소 모드

획득 및 청소 모드에 대한 JetClean 파라미터 설정

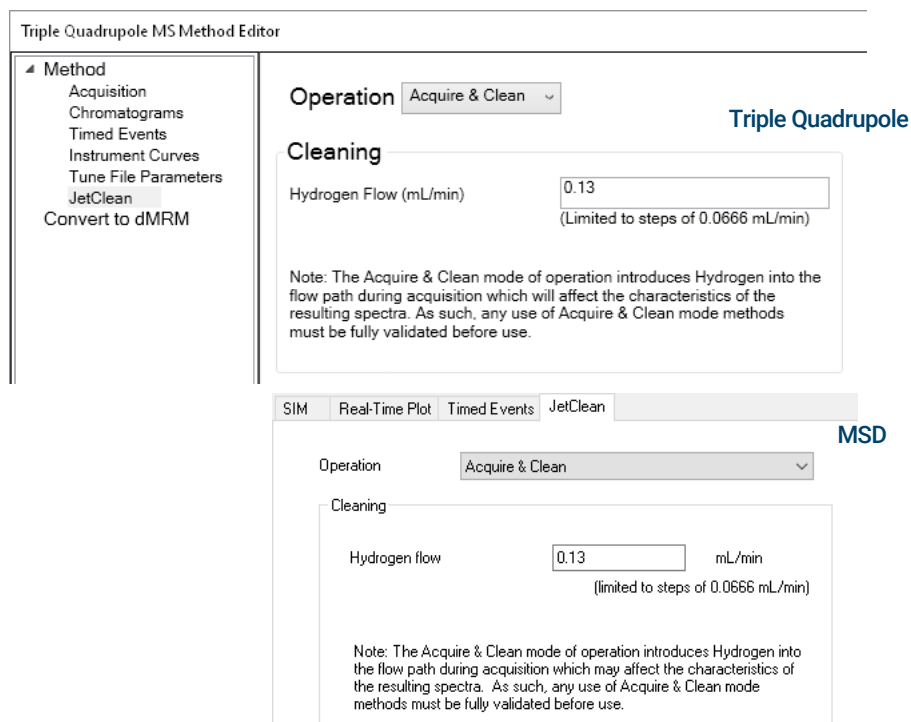


그림 10 획득 및 청소 모드의 수소 유속 제한 화면

3 획득 및 청소 모드

획득 및 청소 모드에 대한 JetClean 파라미터 설정

4

문제 해결

| | |
|----------------|----|
| 일반 문제 해결 | 36 |
| JetClean 문제 해결 | 36 |

일반 문제 해결

시스템 백그라운드 노이즈 및 신호 강도 또는 일관성을 모니터링할 때 문제 해결이 필요해지면 아래에 표시된 순서대로 문제 해결 루틴을 실행하십시오. 각 단계를 마칠 때마다 시료를 실행하여 문제가 해결되었는지 확인하십시오.

- 1 GC 주입구 및 컬럼 유지보수를 수행합니다.
- 2 누출 테스트를 수행하고 누출을 시정합니다. 시스템을 통해 수소를 실행하기 전에 항상 공기 및 물 누출 테스트를 수행합니다. 누출이 있으면 수소가 극심한 손상을 일으킬 수 있습니다.
- 3 게인 팩터를 업데이트합니다.
- 4 시스템을 베이킹한 다음 게인 팩터를 다시 확인합니다.
- 5 기기를 다시 튜닝하고 재보정합니다.

위의 단계로도 문제를 해결하지 못하면, 이온 소스를 수동으로 청소합니다. 이온 소스를 수동으로 청소하는 방법에 대한 자세한 내용은 시스템의 작동 설명서를 참조하십시오.

시스템 결과가 이제 만족스럽고 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 모드에서 실행 중이면 JetClean **Clean Only(청소 전용)** 분석법을 실행한 다음 일반적인 시료 처리를 재개합니다.

JetClean 문제 해결

JetClean 을 설정할 때 모든 라인이 잘 소거되었는지 확인하십시오.

Clean Only(청소 전용) 또는 **Acquire & Clean(획득 및 청소)** 모드에서 JetClean 을 호출할 때 유속이 켜진 경우 이온 게이지 설정을 관찰합니다.

또한 낮은 게인 팩터에서 스캔을 획득하여 수소가 이온 소스로 들어가고 있음을 확인할 수도 있습니다.

고유 이온은 H_2^+ 외의 수소, 즉 m/z 3(H_3^+), 5(HeH^+), 19(H_3O^+) 29(N_2H^+) 등의 존재를 나타냅니다. m/z 29 이온의 확연한 존재는 소스 내 수소가 있음을 나타내는 좋은 징후입니다.

| | |
|--|----|
| 용도 | 38 |
| 지원되는 시스템 | 38 |
| 시스템 작동 및 유지보수 | 39 |
| 장비 예방조치 | 41 |
| 작동 예방조치 | 42 |
| 수소 배관 | 43 |
| 수소 공급 필터 교체 | 46 |
| 획득 및 청소 모드 분석법에 대한 5975/5977 시리즈 MS 튜닝 | 47 |
| 획득 및 청소 모드 분석법에 대한 7000E/7010C 시리즈 Triple Quad MS 튜닝 | 48 |
| 수동으로 이온 소스 청소 | 49 |
| 일반적인 실험실 예방조치 | 50 |

용도

Agilent 제품은 Agilent 제품 사용 설명서에 나온 방식대로만 사용해야 합니다. 그 이외의 방식으로 사용하면 제품이 손상되거나 사용자가 부상을 입을 수도 있습니다. Agilent 는 부적절한 제품 사용, 제품의 무단 변경, 조절, 개조, Agilent 제품 사용 설명서의 절차 미준수, 해당 법률 / 규칙 / 규정을 위반한 제품 사용으로 인해 발생한 손상에 대해서는 전체 또는 일부도 책임을 지지 않습니다.

지원되는 시스템

JetClean 시스템 액세서리는 Agilent 현장 기술자 또는 서비스 담당자가 현장에서 설치할 수 있습니다. 다음 MS 구성을 사용하는 Agilent 8890 및 9000 GC 가 지원됩니다.

- 고성능 터보 펌프가 장착된 Agilent 5975 시리즈 또는 5977 시리즈 MSD.
- HES 또는 HES 2.0 소스를 포함한 Agilent 7000 또는 7010 Triple Quadrupole MS. 모든 7000 시리즈 Triple Quad 는 JetClean 과 호환되도록 업그레이드할 수 있습니다.

현재는 8890 GC 만 JetClean 및 CI 작동을 티 모드에서 지원합니다.

시스템 작동 및 유지보수

일반 경고

경고

JetClean 시스템에 수소 공급 차단 밸브를 열어야 하는 작동을 실행하려면 먼저 모든 튜브, 피팅, 진공 펌프 배출 배관 및 제어 장치를 전자 수소 누출 테스터로 누출을 철저히 점검해야 합니다.

경고

탱크를 교체하거나 가스 라인을 수리한 후에는 항상 전자 수소 누출 테스터로 누출을 확인하십시오. 수소를 사용하는 시스템의 누출을 테스트할 때는 비누를 사용하지 마십시오.

경고

모든 압축 가스 실린더는 움직이지 않는 구조물이나 영구 벽면에 단단히 고정해야 합니다. 압축 가스는 관련 안전 규정에 따라 보관 및 취급해야 합니다. 가스 실린더는 가열된 오븐의 배기 경로에 있지 않아야 합니다.

경고

압축 가스를 사용할 때는 안구 부상을 방지하기 위해 보안경을 착용하십시오.

수소 공급 배관

그림 11 은 JetClean 과 함께 사용된 수소 필터에 대한 배관을 나타냅니다 .

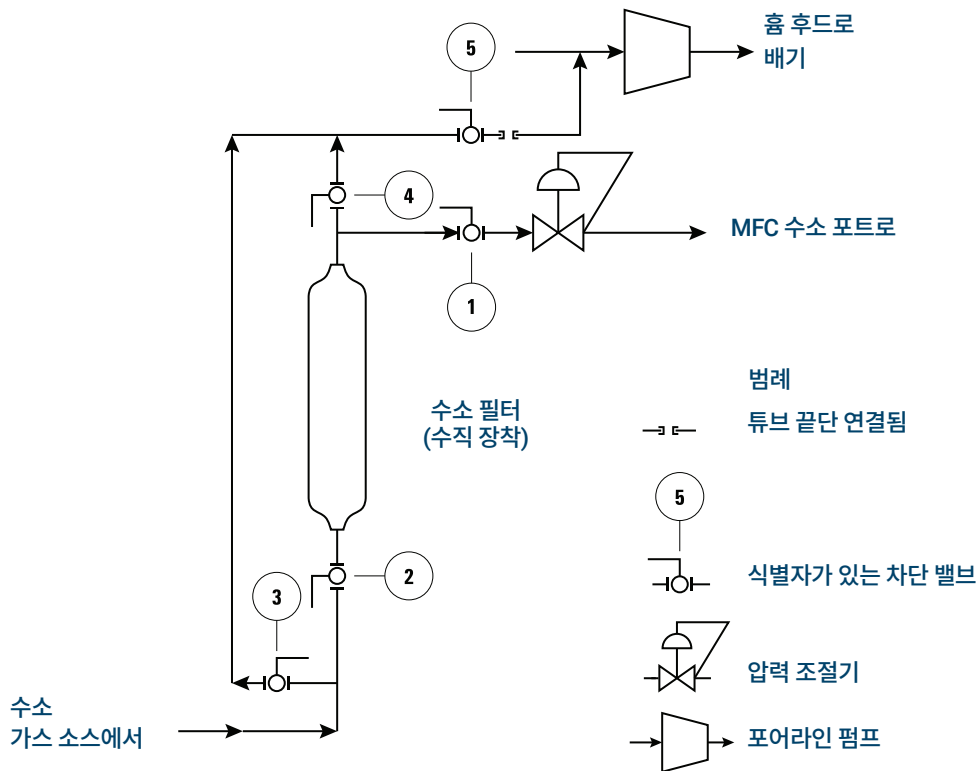


그림 11 MS 에 필터링된 수소 공급

- 1 H₂ 가스를 CI/JetClean MFC 의 수소 포트에 연결합니다 .
- 2 MS 가스를 구성합니다 .
- 3 적절한 튜파일을 튜닝합니다 .
- 4 **Injection Source(주입 소스)** 를 **valve\immediate start(밸브 \ 즉시 시작)** 로 설정합니다 . 주입구가 **GC** 로 설정되어선 안됩니다 .

장비 예방조치

분석기에 있는 유속 컨트롤러에서 MS 에 수소를 공급하는 JetClean 옵션을 사용하는 GC/MS 시스템을 작동할 때에는 다음 예방조치를 취하십시오 .

경고

분석기 측면 플레이트의 상단 나비 나사를 손으로 조여야 합니다 . 나비 나사를 과도하게 조이면 공기가 누출될 수 있습니다 .

분석기 전면의 유리창에서 플라스틱 덮개를 제거해야 합니다 . 만일 폭발이 일어나는 경우에는 이 덮개가 벗겨질 수도 있습니다 .

위에 나열된 경고 단계를 따르지 않으면 폭발 시 부상 발생의 가능성이 크게 높아 집니다 .

작동 예방조치

수소 기체를 사용할 때, 현지의 환경 보건 및 안전 (EHS) 요구사항을 기반으로 화재 및 폭발 위험 가능성을 방지하기 위해 시스템의 누출을 확인하십시오. 탱크를 교체하거나 가스 라인을 수리한 후에는 항상 누출을 확인하십시오. 포어라인 펌프 또는 퍼지 라인에서 시작되는 환기 라인이 흡 후드로 환기되는지 항상 확인하십시오.

- GC 또는 MS 를 끌 때마다 소스에서 수소를 차단하십시오 .
- 충돌 셀 기체로 수소를 사용하지 마십시오 .
- MS 를 배출할 때마다 수소 공급원의 수소를 차단하십시오 .
- MS 의 차단 밸브를 닫을 때마다 수소 공급원의 수소를 차단하십시오 .
- 전원 장애가 발생할 경우 수소 공급원의 수소를 차단하십시오 .
 - a 즉시 수소 공급원의 수소를 차단하십시오 .
 - b GC 를 끄십시오 .
 - c MS 를 끄고 1 시간 동안 냉각시키십시오 .
 - d 실내에 있는 모든 잠재적 발화원을 제거하십시오 .
 - e MS 의 진공 매니폴드를 대기로 방출하십시오 .
 - f 수소가 소멸되도록 10 분 이상 기다리십시오 .
 - g GC 및 MS 를 정상적으로 시작하십시오 .

이 문서에 제공된 정보 외에도 시스템과 함께 제공된 수소 안전 설명서와 작동 설명서의 수소 안전 섹션을 읽고 이해하십시오 .

수소 배관

경고

모든 압축 가스 실린더는 움직이지 않는 구조물이나 영구 벽면에 단단히 고정해야 합니다. 압축 가스는 관련 안전 규정에 따라 보관 및 취급해야 합니다.

가스 실린더는 가열된 오븐의 배기 경로에 있지 않아야 합니다.

압축 가스를 사용할 때는 안구 부상을 방지하기 위해 보안경을 착용하십시오.

일반 권장사항

- JetClean 시스템을 수소 가스 공급 소스에 연결하려면 사전 청소된 1/8 인치 스테인리스강 (SS) 튜브와 다양한 1/8 인치 SS Swagelok 피팅을 공급해야 합니다.
- Agilent 는 압력 서지를 제거하기 위해 2-stage 조절기를 적극 권장합니다. 고품질, 저유속 스테인리스강 격막형 조절기가 특히 권장됩니다.
- 2-stage 조절기의 배출구 피팅에 장착된 커기 / 끄기 밸브는 필수적이지는 않지만 매우 유용합니다. 밸브에 스테인리스강 팩리스 격막이 있는지 확인하십시오.
- Agilent 는 유지보수 및 문제 해결을 위해 MS 를 분리할 수 있도록 각 MS 주입구 공급 피팅에 차단 밸브를 설치할 것을 권장합니다.
- 유속 및 압력 제어 장치는 적절하게 작동하려면 장치 간에 차동 압력이 10psi(138kPa) 이상이어야 합니다.
- MFC 커넥터에 20~25psig 를 제공하도록 가스 압력 조절기를 설정합니다.
- 보조 압력 조절기를 MS 주입구 피팅 가까이 배치합니다. 그렇게 하면 공급 압력이 (소스에서가 아니라) 기기에서 측정되고, 가스 공급 라인이 길거나 좁은 경우 소스에서 압력이 다를 수 있습니다.
- 피팅을 연결하는 데 액체 스레드 실러를 사용하지 마십시오.
- 튜브 또는 피팅을 청소하는 데 염소계 용매를 사용하지 마십시오.

추가 정보는 설치 키트를 참조하십시오.

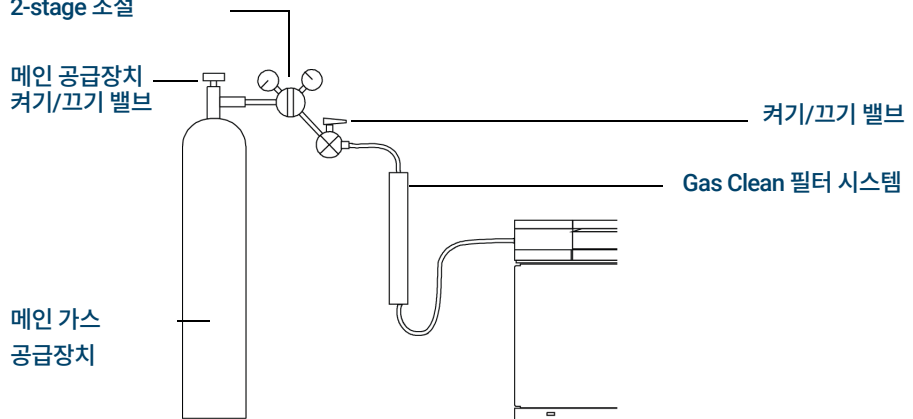
수소 가스 공급 튜브

- Agilent 는 수소를 사용할 때 새로운 크로마토그래피 품질 스테인리스강 튜브 및 피팅을 사용할 것을 권장합니다 .
- 수소 가스 실린더를 설치하거나 수소 가스 실린더로 전환할 때 이전 튜브를 재사용하지 마십시오 . 수소 가스는 이전 기체 (예 : 헬륨) 에 의해 이전 튜브에 남은 오염물질을 제거하는 경향이 있습니다 . 이러한 오염물질은 몇 주 동안 높은 백그라운드 노이즈 또는 탄화수소 오염물질로 출력에 나타날 수 있습니다 .
- 특히 얇은 구리 튜브를 사용하지 마십시오 . 잘 부러질 수 있습니다 .

수소 공급 시스템

압력 서지를 제거하려면 각 수소 가스 실린더가 있는 2-stage 압력 조절기를 사용하십시오 . 스테인리스강 격막형 조절기가 권장됩니다 . JetClean 또는 CI 유속 모듈의 후면까지 압력 유속은 약 25psi 입니다 . (그림 12 참조)

2-stage 조절



Gas Clean 필터 구성은 응용 분야에 따라 달라집니다.

그림 12 수소 가스 실린더 공급 튜브

사용하는 조절기의 유형은 가스 종류와 공급장치에 따라 달라집니다 . Agilent 소모품 및 공급장치 카탈로그에는 미국 압축가스협회 (CGA) 의 결정에 따라 올바른 조절기를 식별하는 데 도움이 되는 정보가 수록되어 있습니다 . Agilent Technologies 에서서는 조절기를 적절하게 설치하는 데 필요한 모든 자료를 포함하는 압력 조절기 키트를 제공합니다 .

5 하드웨어

압력 조절기 가스 공급 튜브 연결

압력 조절기 가스 공급 튜브 연결

압력 조절기 배출구와 가스 튜브를 연결하는 피팅 사이의 파이프 - 스레드 연결 부를 PTFE 테이프를 사용하여 밀봉합니다 .

모든 피팅에는 휘발성이 제거된 기기 등급 PTFE 테이프 (부품 번호 0460-1266) 를 권장합니다 . 파이프 도프를 사용하여 스레드를 밀봉하지 마십시오 . 튜브를 오염시킬 휘발성 물질이 들어 있습니다 .

수소 공급 필터 교체

JetClean 시스템에 연결된 수소 공급장치의 필터를 주기적으로 교체합니다. 시스템이 수소로 가압되면 필터를 제거하기 전에 필터에서 수소를 배출해야 합니다.

- 1 질량 유속 컨트롤러 (MFC) 에 대하여 레이블이 수소로 지정된 수소 공급 수동 차단 밸브 ①를 닫습니다. (42 페이지의 그림 11 참조)
- 2 수소 공급 필터 주입구의 수동 차단 밸브 ②를 닫습니다.
- 3 Tune(튜닝) 보기에서 수소 가스 선택 밸브를 엽니다. 압력 조절기, MFC, 분석기, 터보 및 포어라인 펌프를 통해 외부 수동 차단 밸브 사이에 있는 수소가 배출됩니다.
- 4 MS 를 환기시킵니다.
- 5 필터 바이패스 라인 출구 차단 밸브 ⑤가 닫혔는지 확인하고 이 밸브에서 스레드형 플러그를 제거합니다.
- 6 포어라인 펌프 주입구에 연결된 튜브 라인의 플러그를 제거하여 다음 단계에서 필터 바이패스 라인에 부착할 수 있도록 합니다.
- 7 필터 바이패스 라인 출구 밸브 ⑤를 포어라인 펌프 주입구에 부착된 튜브 라인에 부착합니다.
- 8 MS 가 꺼져 있다면 켜고 터보 펌프가 시작될 때까지 기다립니다. JetClean 시스템은 이제 진공 상태입니다.
- 9 Acquisition 소프트웨어 프로그램에서 Tune(튜닝) 보기로 이동하고 MFC 를 최대 유속으로 설정하여 압력 조절기와 MFC 를 모두 완전히 엽니다.
- 10 포어라인 펌프 주입구로 가는 필터 배출구 라인의 차단 밸브 ⑥를 엽니다. 필터에서 포어라인 펌프를 통해 랩 후드 배기로 수소를 배출합니다.
- 11 10 분 후, 포어라인 펌프 주입구로 가는 필터 배출구 라인의 차단 밸브 ⑥를 닫습니다.
- 12 오래된 필터를 제거하고 새 필터로 교체합니다.
- 13 환기 라인 밸브 ⑥가 닫힌 상태에서, 포어라인 펌프로 이어지는 이 밸브에서 튜브를 제거하고 이 튜브의 끝단과 밸브를 막습니다. 누군가가 밸브를 실수로 열고 수소가 실험실로 직접 유입될 수 없게 하기 위함입니다.
- 14 필터 주입구 ③ 및 필터 배출구 ④의 밸브 차단 밸브가 닫혔는지 확인합니다.
- 15 Agilent MassHunter GC/MS Acquisition 소프트웨어 프로그램에서 Tune (튜닝) 보기로 이동하고 수소 가스 선택 밸브를 닫습니다.
- 16 진공 펌프가 계속 운행될 때, 필터 주입구 ② 및 필터 배출구 ①의 수소 차단 밸브를 열고 전자 수소 누출 테스터를 사용하여 시스템의 누출을 테스트합니다.

획득 및 청소 모드 분석법에 대한 5975/5977 시리즈 MS 튜닝

- 1 Instrument Control(기기 제어) 보기의 **Instrument(기기)** 메뉴에서 **MS Tune File(MS 튜파일)** 을 선택하여 JetClean 분석법에 대한 튜파일을 로드합니다 .
- 2 **Instrument(기기)** 메뉴에서 **Edit Tune Parameters(튜닝 파라미터 편집)** 를 선택하여 Manual Tune(수동 튜닝) 대화 상자를 표시합니다 .
- 3 **JetClean** 탭을 클릭하여 질량 유속 컨트롤러 (MFC) 에서 수행할 수 있는 작업을 봅니다 .
- 4 분석기가 진공 상태인지 확인한 다음 JetClean 수소 공급에 대한 수동 차단 밸브를 엽니다 .
- 5 **Purge Gas(가스 퍼지)** 를 클릭하고 퍼지 시간을 300 초로 설정한 후 , **Apply(적용)** 를 클릭하여 퍼지를 시작하고 퍼지가 완료될 때까지 기다립니다 .
- 6 **Hydrogen flow(수소 유속)** 를 선택하고 사용자의 분석법에 대한 수소 유속을 입력하고 **Apply(적용)** 를 클릭하여 MFC 에 대한 이 유속을 설정합니다 .
- 7 수소 유속이 활성화된 상태에서 자동 튜닝 또는 수동 튜닝을 수행합니다 .
- 8 튜파일을 저장합니다 .

획득 및 청소 모드 분석법에 대한 7000E/7010C 시리즈 Triple Quad MS 튜닝

- 1 기기 제어판에서 **MS Tune(MS 튜닝)** 아이콘을 클릭하여 **MS Tune and Maintenance(MS 튜닝 및 유지보수)** 창을 표시합니다. 현재 튜파일의 이름이 **Tune file(튜파일)** 필드에 표시됩니다.
- 2 **Open a Tune File(튜파일 열기)** 아이콘을 클릭합니다. **Select Tune File(튜파일 선택)** 대화 상자에서 **Show all available tune files(사용 가능한 모든 튜파일 표시)**를 선택하여 구성에 기반하여 이 기기에 사용할 수 있는 모든 파일을 표시합니다. 원하는 튜파일로 이동한 다음 **Select(선택)** 버튼을 클릭합니다. 튜파일이 로드되고 대화 상자가 닫힙니다.
- 3 새로 로드된 튜파일에서 설정을 기기로 보내려면 **Apply tune settings(튜닝 설정 적용)** 아이콘을 클릭합니다.
- 4 분석기가 진공 상태인지 확인한 다음 JetClean 수소 공급에 대한 수동 차단 밸브를 엽니다.
- 5 **Maintenance > Gas Control(유지보수 > 가스 제어)**을 선택하고 **Purge gas B: Hydrogen(가스 B: 수소 퍼지)**을 선택하고 5분을 입력합니다.
- 6 **Start(시작)**를 클릭하여 퍼지를 시작하고 퍼지가 완료될 때까지 기다립니다.

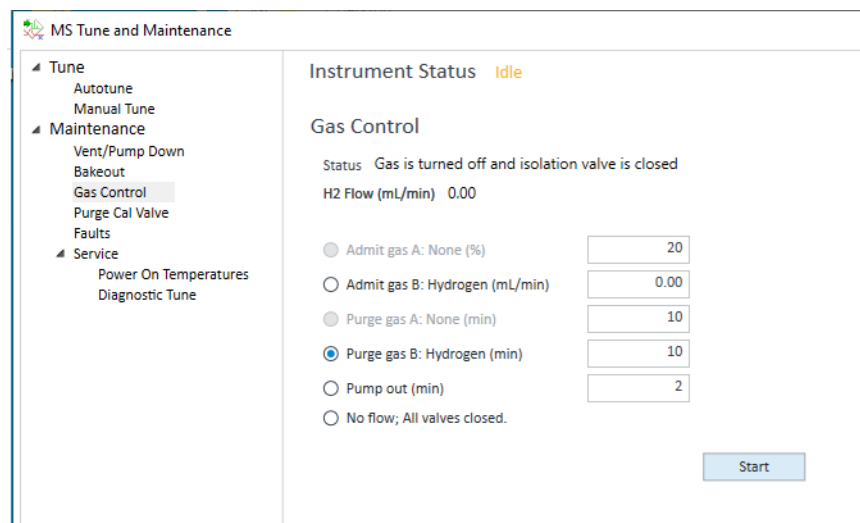


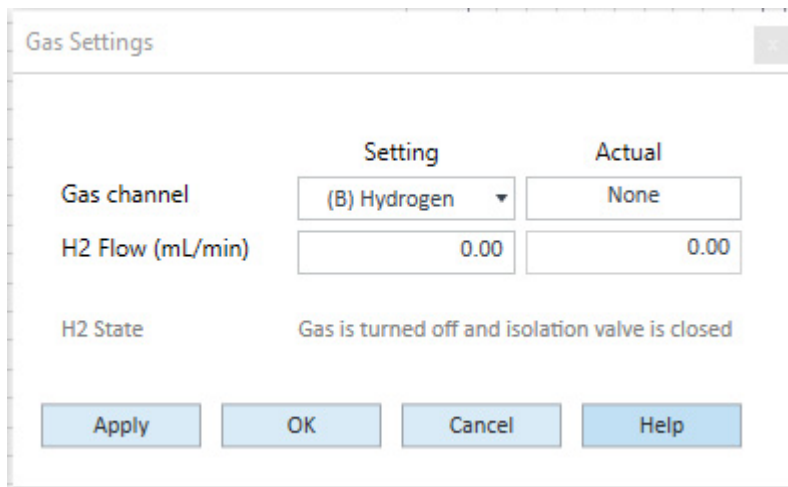
그림 13

수소 가스 유속 경로 퍼지

5 하드웨어

수동으로 이온 소스 청소

- 7 **Tune > Autotune(튜닝 > 자동 튜닝)** 을 선택하고 **Gas Flow Rate(가스 유량)** 아이콘을 클릭합니다 .



The image shows a 'Gas Settings' dialog box. It has a title bar with the text 'Gas Settings' and a close button. Inside, there are two columns: 'Setting' and 'Actual'. The 'Gas channel' row shows '(B) Hydrogen' in the Setting column and 'None' in the Actual column. The 'H2 Flow (mL/min)' row shows '0.00' in both columns. Below these, the 'H2 State' is indicated as 'Gas is turned off and isolation valve is closed'. At the bottom, there are four buttons: 'Apply', 'OK', 'Cancel', and 'Help'.

| | Setting | Actual |
|------------------|--------------|--------|
| Gas channel | (B) Hydrogen | None |
| H2 Flow (mL/min) | 0.00 | 0.00 |

H2 State: Gas is turned off and isolation valve is closed

Buttons: Apply, OK, Cancel, Help

그림 14 가스 설정 입력

- 8 **Gas Channel Setting(가스 채널 설정)** 에서 **(B) Hydrogen(수소)** 을 선택합니다 .
- 9 원하는 **H2 Flow rate Setting(H2 유량 설정)** 을 입력합니다 .
- 10 **Apply(적용)** 를 클릭합니다 . 새 유량이 기기로 전송됩니다 .
- 11 **Start Full Autotune(전체 자동 튜닝 시작)** 아이콘을 클릭하여 자동 튜닝을 실행합니다 .
- 12 **Save Tune parameters(튜닝 파라미터 저장)** 아이콘을 클릭하여 튜파일을 저장합니다 .

수동으로 이온 소스 청소

이온 소스를 수동으로 청소하는 방법에 대한 자세한 내용은 해당 시스템의 작동 설명서를 참조하십시오 .

일반적인 실험실 예방조치

수소를 GC 운반 가스 또는 JetClean 시스템에 대한 반응 가스로 사용하면 위험할 수 있습니다. 수소는 다양한 위험을 야기합니다. 일부는 일반적이고, 또 다른 일부는 GC 또는 GC/MS 작동에 고유한 것입니다.

JetClean 시스템을 작동시키기 전에 다음 정보와 해당 기기의 작동 설명서에 있는 수소 안전에 대한 섹션을 읽으십시오.

- 1 JetClean 시스템 수소 튜브에 현지 규정에 맞는 수소 레이블이 있는지 명확하게 식별합니다.
- 2 누출 점검 장비를 사용하여 주기적으로 JetClean 시스템에 누출이 있는지 모니터링합니다. 여기에는 수소 공급 소스 시스템 (탱크 또는 발생기), MS의 JetClean 가스 주입구로 이어지는 수소 공급 라인, 질량 유속 컨트롤러 (MFC) 시스템 배관, CI 검량 밸브 / 바이얼을 포함한 시약 시스템 배관, 분석기 챔버로 이어지는 이송 라인이 포함됩니다. Agilent는 수소 누출을 안전하게 점검하는 데 G3388B 누출 검출기를 권장합니다.
- 3 실험실에서 가능한 한 점화원 (나화, 불꽃을 일으킬 수 있는 장치, 정전기원 등) 을 제거하십시오.
- 4 고압 실린더의 수소가 바로 대기로 빠져나가지 않도록 하십시오. 자연 발화 위험이 있습니다.
- 5 라인에 작은 구멍이 있으면 불꽃이 일어날 수 있는데, 수소 불꽃은 눈에 보이지 않습니다. 또한, 수소의 폭발 하한은 4% 입니다.
- 6 센서 제조업체에서 권장하는 실험실의 위치에 수소 센서를 설치하십시오.

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2024

2024 년 10 월



G7077-99052

