

Agilent 5975
質量選択検出器

ハードウェアマニュアル



Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2005

アメリカ合衆国著作権法および国際著作権法に定められているとおり、本書のいかなる部分も、Agilent Technologies, Inc. による事前の合意および書面による承諾なしに、いかなる形態であれ、いかなる方法によっても（電子記憶装置および検索、または外国語への翻訳を含む）複製することはできません。

マニュアル部品番号

G3170-96003

エディション

第 1 版 2005 年 6 月

Printed in USA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95052

商標

Micro-Ion® は Helix Technology Corporation の登録商標です。

安全上の注意点

注意

注意に関する記載事項は、危険を表します。正確に実行または順守しないと、製品の損傷や重要なデータの消失を引き起こす恐れがある操作手順や実行方法などに対して注意を促します。当該状況を把握し、対処するまで、**注意**に関する記載事項を無視して続行しないでください。

警告

警告に関する記載事項は、危険を表します。正確に実行しない、または順守しないと、けがや生命の危険を引き起こす恐れがある操作手順や実行方法などに対して注意を促します。示された状態を完全に理解し、対処するまで、**警告**に関する記載事項を無視して続行しないでください。

本マニュアルについて

本ハードウェアマニュアルには、Agilent 5975 シリーズ質量選択検出器 (MSD) システムの操作、トラブルシューティングおよびメンテナンスに関する情報が記載されています。

1 はじめに

第 1 章では、ハードウェアの説明、一般的な安全上の警告および水素の安全上の情報など、5975 シリーズ MSD に関する一般的な情報を記載します。

2 GC カラムの取り付け

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

3 電子衝撃 (EI) モードの操作

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

4 化学イオン化 (CI) モードでの操作

第 4 章では、CI モードの操作に必要な作業についてさらに説明します。

5 一般的なトラブルシューティング

第 5 章では、装置の性能低下あるいは異常の原因を特定するクイックリファレンスを記載します。

6 CI トラブルシューティング

第 6 章では、CI MSD に固有な問題を特定するクイックリファレンスを記載します。CI 装置では第 5 章に記載された問題も発生する可能性がある点に注意してください。

7 通常のメンテナンス

第 7 章では、EI および CI 装置に共通するメンテナンス手順について説明します。

8 CI メンテナンス

第 8 章では、CI MSD に固有なメンテナンス手順を説明します。

9 真空システム

第 9 章では、機械的なフォアラインポンプおよび 2 つの高真空ターボモレキュラーポンプなど、真空システムのコンポーネントについて説明します。

10 分析器

第 10 章では、分析器（イオン源、質量フィルタおよび検出器）の操作について説明します。

11 電子機器

第 11 章では、MSD を制御する電子機器について説明します。

A 化学イオン化理論

付録 A は化学イオン化理論の概要です。

B 部品

付録 B には、部品を識別するための図と部品番号を記載します。

その他のユーザー情報

さらに詳細な情報は、以下のドキュメントに掲載されています。

- 『5975 シリーズ質量選択分析器ハードウェアマニュアル』。この CD-ROM に収録。
- 『5975 シリーズ質量選択分析器設置準備ガイド』。この CD-ROM に収録。
- 6890 シリーズ GC マニュアル
- GC アクセサリ（自動サンプラなど）マニュアル
- G1701DA/G1732AA MSD ChemStation ソフトウェアマニュアルおよびオンラインヘルプ
- 『5975 Series Mass Selective Detector Specifications』。Agilent Technologies ウェブサイト（下記参照）で入手可能。
- 『5973N/5975 MSD/ChemStation 入門』マニュアル

更新情報については、以下の Agilent Technologies ウェブサイトを参照してください。

<http://www.agilent.com/chem>

目次

1 はじめに

5975 シリーズ MSD の種類	14
使用する略語	15
5975 シリーズ MSD	17
CI MSD ハードウェアの説明	19
重要な安全上の警告	21
水素の安全性	24
安全および規制に関する認証	29
製品のクリーニング / リサイクル	32
液体の流出	32
MSD の移動と保管	32

2 GC カラムの取り付け

カラム	34
キャピラリーカラムの取り付け準備をするには	36
スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリーカラムを取り付けるには	38
キャピラリーカラムを調整するには	40
GC/MSD 接続部にキャピラリーカラムを取り付けるには	41

3 電子衝撃 (EI) モードの操作

データシステムから MSD を操作する	45
ローカル制御パネルから MSD を操作する	45
EI GC/MSD 接続部	46
MSD のスイッチを入れる前に	48
真空排気	49

温度を制御する	49
カラム流量を制御する	49
MSD を通気する	50
MSD 分析器の温度および真空の状態を表示するには	51
MSD の温度および真空状態のモニタを設定するには	53
MSD 分析器の温度を設定するには	55
ChemStation から GC/MSD 接続部の温度を設定するには	58
高真空圧を監視するには	60
カラム流量線速度を測定するには	62
カラム流量を計算するには	63
MSD をチューニングするには	64
システム性能を検証するには	65
高質量テスト	66
MSD カバーを取り外すには	69
MSD を通気するには	71
分析器部分を開けるには	73
分析器部分を閉めるには	76
MSD を真空排気するには	80
マイクロイオンゲージに接続するには	82
MSD を移動または保管するには	84
GC から 接続部の温度を設定するには	86

4 化学イオン化 (CI) モードでの操作

一般的なガイドライン	88
CI GC/MSD 接続部	89
CI MSD を動作させるには	91

EI ソースから CI ソースに切り換えるには	92
CI MSD を真空排気するには	93
CI 動作用にソフトウェアを設定するには	94
試薬ガス流量制御モジュールを動作させるには	96
メタン試薬ガス流量を設定するには	99
他の試薬ガスを使用するには	101
CI ソースから EI ソースに切り換えるには	105
CI オートチューニング	106
PCI オートチューニングを実行するには（メタンのみ）	108
NCI オートチューニングを実行するには（メタン試薬ガス）	110
PCI 性能を検証するには	112
NCI 性能を検証するには	113
高真空圧を監視するには	114

5 一般的なトラブルシューティング

トラブルシューティングのヒントとコツ	118
一般的な症状	119
クロマトグラフの症状	121
マススペクトルの症状	126
圧力の症状	130
温度の症状	133
エラーメッセージ	135
空気漏れ	141
汚染	142

6 CI トラブルシューティング

CI に固有な共通問題	146
トラブルシューティングのヒントとコツ	147
空気漏れ	148
圧力に関連する症状	152
圧力に関連する症状	156
圧力に関連する症状	165

7 通常のメンテナンス

始める前に	172
真空システムのメンテナンス	177
フォアラインポンプのオイルを確認し追加する	178
フォアラインポンプのオイルを抜く	180
フォアラインポンプにオイルを補充する	181
MSD を GC から分離する	182
MSD を GC に再接続する	184
EI キャリブレーションバイアルを補充する	185
キャリブレーションバルブから不純物を除去する	187
EI キャリブレーションとベントバルブアセンブリを取り外す	188
EI キャリブレーションとベントバルブアセンブリを再び取り付ける	189
高真空ポンプ用ファンを交換する	190
マイクロイオンゲージを取り外す	192
マイクロイオン真空ゲージを再び取り付ける	193
サイドプレートの O リングに注油する	194
ベントバルブの O リングに注油する	196

分析器のメンテナンス	198
GC/MSD 接続部のメンテナンス	225
電子機器のメンテナンス	229

8 CI メンテナンス

概要	236
CI 動作用に MSD をセットアップする	237

9 真空システム

真空システムのコンポーネント	248
真空システムに関する一般的な問題	249
フォアラインポンプ	250
ターボポンプシステム	252
分析器部分	253
サイドプレート	254
真空シール	256
ターボポンプとファン	259
キャリブレーションバルブとベントバルブ	260
マイクロイオン真空ゲージ	263

10 分析器

概要	266
EI イオン源	268
CI イオン源	270
フィラメント	272
その他のイオン源の要素	274
四重極質量フィルタ	276
検出器	280

分析器ヒーターとラジエータ 282

11 電子機器

ローカル制御パネルと電源スイッチ 288

サイドボード 289

電子機器モジュール 290

LAN/MS コントロールカード 293

電源 294

バックパネルとコネクタ 295

外部装置への接続 298

A 化学イオン化理論

化学イオン化の概要 302

正 CI 理論 304

負の CI 理論 311

B 部品

部品を注文するには 318

電子機器 319

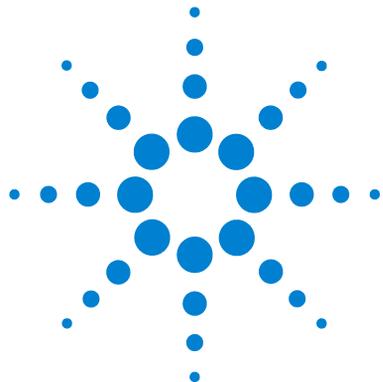
真空システム 324

分析器 329

EI GC/MSD 接続部 337

消耗品およびメンテナンス品 338

CI 部品 343



1 はじめに

5975 シリーズ MSD の種類	14
使用する略語	15
5975 シリーズ MSD	17
CI MSD ハードウェアの説明	19
重要な安全上の警告	21
MSD の多くの内部部品では電圧が危険なほど高くなる	21
静電放電は MSD 機器を損傷する原因となる	21
多くの部品は非常に高温となる	22
フォアラインポンプの下のオイルパンは引火する恐れがある	22
水素の安全性	24
GC/MSD 操作に特有な危険性	25
MSD 内の水素の蓄積	25
注意事項	27
安全および規制に関する認証	29
情報	29
シンボル	30
電磁両立性	31
騒音排出に関する申告	31
製品のクリーニング / リサイクル	32
液体の流出	32
MSD の移動と保管	32

本マニュアルには、Agilent Technologies 5975 シリーズ質量選択検出器 (MSD) の操作、トラブルシューティング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

5975 シリーズ MSD の種類

5975 シリーズ MSD には、2 種類のターボモレキュラー（ターボ）ポンプのいずれかを取り付けることができます。シリアルナンバーラベルには、お使いの MSD の種類を示す製品番号（表 1）が表示されます。

表 1 使用可能なターボポンプ

モジュール名	製品番号	説明	イオン化モード
5975 inert MSD	G3171A	標準ターボ MSD	電子衝撃 (EI)
	G3172A	高性能ターボ MSD	電子衝撃 (EI)
5975 inert XL MSD	G3174A	CI 高質量性能 ターボポンプ	電子衝撃 (EI) 負化学イオン化 (NCI) 正化学イオン化 (PCI)

使用する略語

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

表 2 略語

略語	定義
AC	交流
ALS	自動液体サンブラ
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	直接挿入プローブ
EI	電子衝撃イオン化
EM	電子増倍管（検出器）
EMV	電子増倍管電圧
EPC	電子空圧制御
eV	エレクトロンボルト
GC	ガスクロマトグラフ
HED	高エネルギーダイノード（検出器とその電源を示す）
id	内径
LAN	ローカルエリアネットワーク
LCP	ローカル制御パネル（MSD 上）
m/z	質量対電荷比
MFC	質量流量コントローラ
MSD	質量選択検出器
NCI	負の CI

表 2 略語 (続き)

略語	定義
OFN	オクタフルオロナフタレン (キャリブ兰特)
PC	プリント基板 (ボード)
PCI	正の CI
PFDTD	ペルフルオロ -5, 8- ジメチル -3, 6, 9- トリオキシドデカン (キャリブ兰特)
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 (キャリブ兰特)
PFTBA	ペルフルオロトリブチルアミン (キャリブ兰特)
Quad	四重極質量フィルタ
RF	無線周波数
RFPA	無線周波数電力増幅器
Torr	圧力単位 1 mm Hg
Turbo	ターボモレキュラー (ポンプ)

5975 シリーズ MSD

5975 シリーズ MSD はスタンドアロン型のキャピラリー GC 検出器で、Agilent 6890 シリーズガスクロマトグラフと共に使用します（表 3）。MSD の特長は以下のとおりです。

- MSD をその場で監視、操作できるローカル制御パネル（LCP）
- 2 種類の高真空ポンプから選択可能
- ロータリーベーンフォアラインポンプ
- 独立して MSD 加熱が可能な電子イオン化イオン源
- 独立して MSD 加熱が可能な双曲線四重極質量フィルタ
- 高エネルギーダイノード（HED）電子増倍管検出器
- 独立して GC 加熱が可能な GC/MSD 接続部
- 化学イオン化（EI/PCI/NCI）モードが利用可能

外形説明

5975 シリーズ MSD は長方形のボックスの形状をしており、およそ、高さ 42 cm、幅 26 cm、奥行き 65 cm です。重量は標準ターボポンプの筐体で 26 kg、高性能ターボポンプの筐体で 29 kg です。フォアライン（粗引き）ポンプを装着すると、さらに 11 kg 重くなります。

装置の基本コンポーネントは、フレーム / カバーの組立部品、ローカル制御パネル、真空システム、GC 接続部、電子機器および分析器です。

ローカル制御パネル

ローカル制御パネルを使用すると、その場で MSD の監視と操作ができます。MSD のチューニング、メソッドまたはシーケンスの実行、および装置の状態監視ができます。

真空ゲージ

5975 シリーズ MSD には、マイクロイオン真空ゲージを装備することができます。MSD ChemStation は真空マニホールドの圧力（高真空）の読み取りに使用できます。ゲージコントローラの取り付けと操作方法は本マニュアルに記載されています。

このゲージは化学イオン化（CI）操作には**必須**です。

表 3 5975 シリーズ MSD モデルとその機構

機構	G3171A	G3172A	G3174A
高真空ポンプ	標準ターボ	高性能ターボ	高性能ターボ
最適ヘリウムカラム流量 mL/分	1	1 ~ 2	1 ~ 2
推奨最大ガス流量 mL/分*	2.0	4.0	4
最大ガス流量 mL/分†	2.4	6.5	6.5
最大カラム id	0.32 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)
CI 機能	なし	なし	あり
DIP‡ 機能 (サードパーティ 製)	あり	あり	あり

* MSD へのトータルガス流量：カラム流量 + 試薬ガス流量（該当する場合）

† スペクトル性能および感度の劣化を予測。

‡ 直接挿入プローブ。

CI MSD ハードウェアの説明

図 1 代表的な化学イオン化 (CI) システムの外観です。

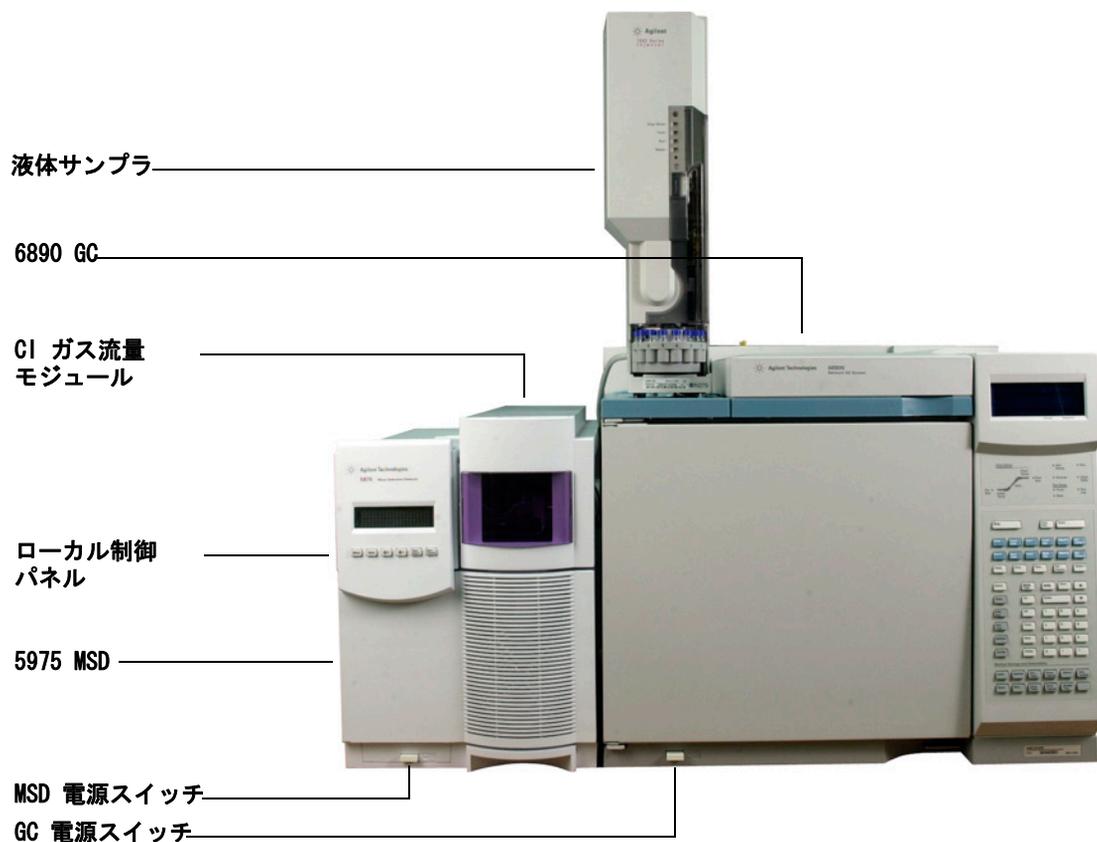


図 1 5975 GC/MSD システム

CI ハードウェアによって、5975 シリーズ MSD は、分子付加イオンを含む、高品質で最高級の CI スペクトルを生成することができます。さまざまな試薬ガスが使用できます。

1 はじめに

本マニュアルでは、用語「CI MSD」とは、G3174A MSD ならびにアップグレードした G3171A および G3172A MSD を示します。特に明記されない限り、これらの装置の流量モジュールにも当てはまります。

5975 シリーズ CI システムには、以下の 5975 シリーズ MSD が増設できます。

- EI/CI GC/MSD 接続部
- CI イオン源および接続部先端シール
- 試薬ガス流量制御モジュール
- PCI および NCI 運転のためのバイポーラ HED 電源

メタン/イソブタンガス清浄機が搭載され、**必須**となっています。酸素、水、炭化水素および硫黄を除去します。

高真空ゲージコントローラ (G3397A) は、CI MSD には**必須**であり、EI にも推奨されます。

MSD CI システムは、CI に必要な比較的高ソース圧を得る一方で、四重極および検出器で高真空を維持するように最適化されています。試薬ガスの流量パス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、イオン化量におけるソースガスを、適切な反応が起こるために十分な時間維持することができます。

CI 接続部には試薬ガス用に特別な配管があります。バネ仕掛けの絶縁シールを接続部の端にはめ込みます。

CI および EI ソース間の前後の切り換えにかかる時間は 1 時間未満ですが、試薬ガスラインの浄化と、水分や他の汚染物質のベークアウトには、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

5975 シリーズ 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 の多くの内部部品では電圧が危険なほど高くなる

MSD が電源に接続されている場合、電源のスイッチがオフであっても、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。

- MSD 電源コードと AC 電源間の配線、AC 電源自体、および AC 電源から電源スイッチへの配線。

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。

- 装置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ワイヤーおよびケーブル。
- ヒーター（オープン、検出器、注入口、またはバルブボックス）用ワイヤー。

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、または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、電源コードを交換します。Agilent Technologies サービス担当者に連絡をしてください。

静電放電は MSD 機器を損傷する原因となる

MSD 内のプリント (PC) 基板は、静電放電によって損傷する可能性があります。やむを得ない場合を除き、PC 基板には触らないでください。PC 基板を取り扱う必要がある場合は、接地されたリストストラップを着用し、その他の帯電防止措置を取ってください。MSD の右サイドカバーを取り外す必要がある場合、接地されたリストストラップを必ず着用してください。

多くの部品は非常に高温となる

GC/MSD の部品の多くは非常に高温で稼動しており、触れると重度のやけどを負う恐れがあります。次のような部品が高温になりますが、これがすべてではありません。

- ・ 注入口
- ・ オープンとその内容物
- ・ 検出器
- ・ カラムを注入口または検出器に取り付けるカラムナット
- ・ バルブボックス

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

装置の背面で作業を行う場合は注意してください。GC の冷却中に高温の排気が放出され、やけどの原因となる恐れがあります。

警告

注入口、検出器、バルブボックス、および絶縁カップを取り巻く絶縁体には、耐熱セラミック繊維が使用されています。繊維粒子を吸引しないように、次の安全手順を守ることをお勧めします。作業場所を換気してください。長袖、手袋、保護めがね、使い捨て防塵マスクを着用してください。絶縁体はビニールの袋に封をして処理してください。絶縁体を扱ったら、低刺激性の石鹼と冷水で手を洗ってください。

フォアラインポンプの下のオイルパンは引火する恐れがある

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

警告

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

水素の安全性

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 (H₂) を使用する場合、水素ガスが GC オープンに流入して爆発の危険があることに注意してください。したがって、すべての接続が完了するまでは供給をオフにしてください。また水素ガスが装置に供給される時には、必ず GC 吸入口および検出器のカラムフィッティングがカラムに取り付けられていること、または栓が閉まっ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、装置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。装置の作業は、必ず水素供給を元栓で止めてから実施します。

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

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

GC/MSD 操作に特有な危険性

水素には多くの危険性があります。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カラムに取り付けられていること、またはキャップや栓が閉まっていることが非常に重要です。

すべてのユーザーは、水素が（表 4）蓄積するメカニズムに注意を払い、水素が蓄積したと疑われる場合に取りるべき措置を知っておく必要があります。これらのメカニズムは、MSD をはじめ、すべてのマススペクトロメータ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
マススペクトロメータがオフ	マススペクトロメータは意図的に停止できません。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。マススペクトロメータが停止しても、キャリアガスの流入が止まることはありません。このため、水素はマススペクトロメータ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
<p>マススペクトロメータの分離バルブの自動閉鎖</p>	<p>マススペクトロメータの中には自動拡散ポンプの分離バルブを備えているものがあります。これらの装置では、オペレータの意図的な処置やささまざまな障害により分離バルブが閉じる場合があります。分離バルブが閉じても、キャリアガスの流入が止まることはありません。このため、水素はマススペクトロメータに徐々に蓄積する可能性があります。</p>
<p>マススペクトロメータの遮断バルブの手動閉鎖</p>	<p>マススペクトロメータの中には拡散ポンプの手動分離バルブを備えているものがあります。これらの装置では、オペレータが分離バルブを閉じることができます。分離バルブが閉じても、キャリアガスの流入が止まることはありません。このため、水素はマススペクトロメータに徐々に蓄積する可能性があります。</p>
<p>GC オフ</p>	<p>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。Electronic Pressure Control (EPC) を備えた 6890 GC が停止すると、EPC がキャリアガスの流入を止めます。キャリアガスの流入が EPC によって制御されない場合、流量は最大値まで増大します。複数のマススペクトロメータが排出可能な量を超える流量であると、マススペクトロメータ内に水素が蓄積してしまいます。同時にマススペクトロメータが停止した場合、急速に蓄積されます。</p>

表 4 水素蓄積メカニズム（続き）

メカニズム	結果
電源障害	電源に障害が発生すると、GC およびマスペクトロメータは停止します。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、水素がマスペクトロメータ内に蓄積する可能性があります。

警告

マスペクトロメータ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。水素が充満したマスペクトロメータ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、マスペクトロメータが起動して自動的に真空排気処理を開始する場合があります。しかし、このことは水素がシステムからすべて除去されたことや、爆発の危険が去ったことを保証するものではありません。

注意事項

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

装置に関する注意

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

警告

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

実験室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。漏れ確認装置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。
- 実験室からで発火源（直火、火花を出す装置、静電気の発生源など）をできるだけ取り除いてください。
- 高圧シリンダ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）。
- ビン入りの水素を使用せず、水素発生装置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、必ず水素の元栓を閉めてください。
- MSD の排気を行うときは、常に水素の元栓を閉めてください（キャリアガスを流さずにキャピラリーカラムを熱しないでください）。
- MSD の分離バルブを閉めるときは、必ず水素の元栓を閉めてください（キャリアガスを流さずにキャピラリーカラムを熱しないでください）。
- 電源障害が発生した場合、水素の元栓を閉めてください。
- GC/MSD システムが無人運転されている間に電源異常が発生した場合は、システムが自動再開始していても、以下の処置をしてください。
 - 1 すぐに水素の元栓を閉めます。
 - 2 GC をオフにします。
 - 3 MSD をオフにし、1 時間そのままにして冷却します。
 - 4 室内にある発火源をすべて取り除きます。
 - 5 MSD の真空マニホ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 を正常な状態として開始します。

水素ガスを使用するときには、漏れがないかシステムをチェックして、地域の環境衛生（EHS）要件に基づいて火災および爆発の危険を回避してください。常に漏れを確認してからタンクの変更やガスラインのメンテナンスをしてください。排気管がヒュームフードに取り付けられていることを常に確認します。

安全および規制に関する認証

5975 シリーズ質量選択検出器は、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

5975 シリーズ質量選択検出器は、次の電磁両立性（EMC）および無線周波妨害（RFI）に関する規制に適合しています。

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

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



5975 シリーズ質量選択検出器は、ISO 9001 に登録された品質システムで設計および製造されています。

情報

Agilent Technologies 5975 シリーズ質量選択検出器は、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

Agilent Technologies 5975 シリーズ質量選択検出器は、広く認められた諸々の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。5975 シリーズ質量選択検出器の安全保護機能が低下した場合は、すべての電源から装置を外して、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。

シンボル

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。



熱面を表します。



危険電圧を表します。



アース（接地）ターミナルを表します。



爆発の危険を表します。



放射能の危険を表します。



静電放電の危険を表します。



電磁両立性

このデバイスは、CISPR 11 要件に準拠しています。操作は、次の条件のもとで実施されるものとします。

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

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

- 1 ラジオやアンテナの位置を動かす。
- 2 ラジオまたはテレビからデバイスを遠ざける。
- 3 デバイスを別のコンセントに差し込んで、ラジオまたはテレビとは別の電気回路を使用する。
- 4 すべての周辺機器についても電磁両立性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。

騒音排出に関する申告

Sound pressure

Sound pressure $L_p < 70$ dB according to EN 27779:1991.

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $L_P < 70$ dB am nach EN 27779:1991.

1 はじめに

製品のクリーニング / リサイクル

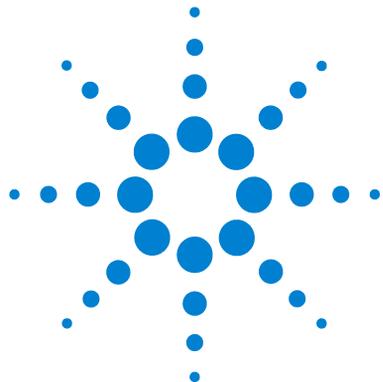
このユニットをクリーニングする場合は、電源を外して、水気のない柔らかい布で拭いてください。製品のリサイクルについては、最寄りの Agilent 営業所にお問い合わせください。

液体の流出

分析器のカバーが開いているときに 5975 MSD の上に液体をこぼさないでください。

MSD の移動と保管

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 を移動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 は長い間大気へ通気した状態のままではなりません。



2 GC カラムの取り付け

カラム	34
カラムの調整	34
口輪の調整	35
ヒント	35
キャピラリーカラムの取り付け準備をするには	36
スプリット/スプリットレス注入口にキャピラリーカラムを取り付けるには	38
キャピラリーカラムを調整するには	40
GC/MSD 接続部にキャピラリーカラムを取り付けるには	41

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、調整が必要です。本章ではカラムの取り付けおよび調整方法を説明します。正しくカラムと流量を選択するには、使用する MSD の真空システムの種類を知ることが必要です。左サイドパネルの前側下部にあるシリアルナンバーのタグにモデルナンバーが記載されています。



カラム

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

調整またはデータ測定中は、MSD へのカラム流速が推奨最大値を超えてはなりません。したがって、カラムの長さや流量に制限があります。推奨する流量を超えると質量スペクトルおよび感度性能が劣化します。

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。使用するカラムの実際の流量を測定する方法については、62 ページ「[カラム流量線速度を測定するには](#)」を参照してください。流量計算ソフトウェアおよび表 5 を使用して、カラムが実際のヘッド圧での流量で使用可能か判断します。

表 5 ガス流量

機構	G3171A	G3172A	G3174A
高真空ポンプ	標準ターボ	高性能ターボ	高性能ターボ
最適ガス流量 mL/分*	1	1 ~ 2	1 ~ 2
推奨最大ガス流量、mL/分	2	4	4
最大ガス流量、mL/分	2.4	6.5	6.5
最大カラム id	0.32 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)

* MSD への合計ガス流量 = カラム流量 + 試薬ガス流量（該当する場合）
・ スペクトル性能および感度の劣化を予測。

カラムの調整



カラムを GC/MSD 接続部に接続する前に調整が必要です。

キャピラリーカラムの固定相の一部が、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。カラムブリードは微量の固定相を MSD イオン源に堆積させます。カラムブリードによって MSD 感度は落ち、必要なイオン源を洗浄してしまいます。

カラムブリードは、一般的に新しいカラムや正しく相互接続されていない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、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ーカラムを調整してから GC/MSD 接続部に取り付けてください。

口輪の調整

口輪を取り付ける前に想定動作温度の最大値まで何回も加熱すると、口輪の化学ブリードを減らすことができます。

ヒント

- 5975 MSD のカラム取り付け手順は、以前の MSD の手順とは異なります。他の装置の手順で取り付けを行うと、動作せず、カラムまたは MSD に損傷を与える場合があります。
- 普通の押しピンを使ってカラムナットから古い口輪を取り外すことができます。
- 99.999% 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口輪が緩むことがあります。2、3 回加熱した後に、固く締まっているか確認してください。
- カラムを取り扱うとき、特に GC/MSD 接続部にカラムの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。24 ページ「水素の安全性」を参照してください。

警告

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

キャピラリーカラムの取り付け準備をするには

必要な材料

- キャピラリーカラム
- カラムカッター (5181-8836)
- 口輪
 - 0.27-mm id、0.10-mm id カラム用 (5062-3518)
 - 0.37-mm id、0.20-mm id カラム用 (5062-3516)
 - 0.40-mm id、0.25-mm id カラム用 (5181-3323)
 - 0.47-mm id、0.32-mm id カラム用 (5062-3514)
 - 0.74-mm id、0.53-mm id カラム用 (5062-3512)
- 手袋、無菌
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- 注入口カラムナット (5181-8830)
- 拡大鏡
- セプタム (使用されて古くなった注入口セプタムでも可)

手順

- 1 セプタム、カラムナットおよび調整された口輪をカラムの自由端にはめ込みます (図 2)。口輪の先細った端をカラムナットから離れた方に向けてはめ込みます。

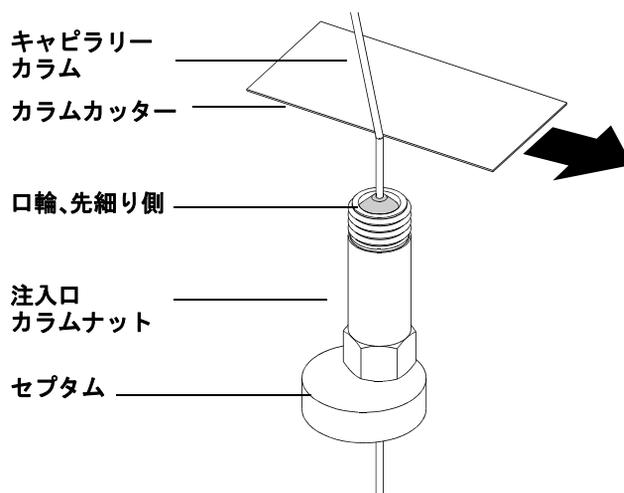


図 2 キャピラリーカラムの取り付け準備

- 2 カラムカッターを使用してカラムの端から 2 cm のところに印を付けます。
- 3 カラムの端を折ります。カラムカッターに対して親指でカラムを押さええます。カラムカッターの端でカラムを折ります。
- 4 端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、手順 2 および 3 を繰り返します。
- 5 カラムの自由端の外側をクリーニングする場合は、メタノールで湿らせた柔らかい布で拭いてください。

スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリーカラムを取り付けるには

必要な材料

- ・ 手袋、無菌
 - ・ 大 (8650-0030)
 - ・ 小 (8650-0029)
- ・ メートル定規
- ・ レンチ、開放端、1/4 インチ × 5/16 インチ (8710-0510)

他のタイプの注入口にカラムを取り付けるには、『Gas Chromatograph Operating Manual』を参照してください。

手順



- 1 カラムの取り付け準備をします (36 ページ)。
- 2 カラムを口輪の端から 4 ~ 6 mm 出るように調整します (図 3)。

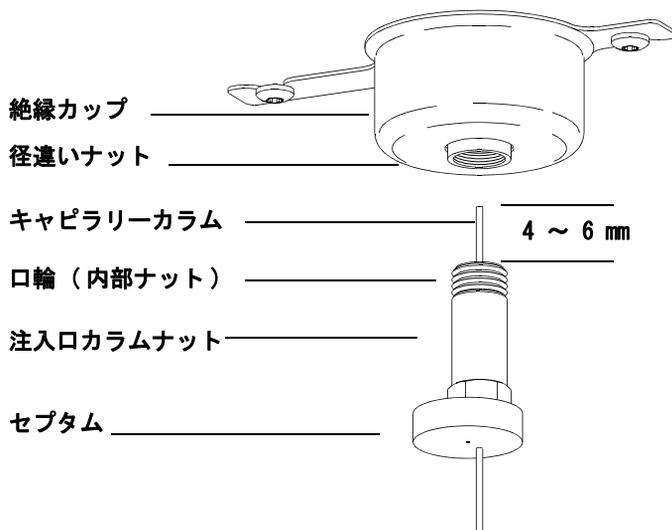


図 3 スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリーカラムの取り付け

- 3 セプタムをずらしてナットと口輪を正しい位置にします。
- 4 カラムを注入口に挿入します。
- 5 ナットをスライドさせてカラムを注入口の底まで上げ、ナットを指で締めます。
- 6 セプタムがカラムナットの底と等しくなるようにカラム位置を調整します。
- 7 カラムナットをさらに 1/4 から 1/2 回転締めます。軽くたたいてもカラムがずれないようにします。
- 8 キャリアガスの流入を開始します。
- 9 カラムの自由端をイソプロパノールに入れて流量を検証します。泡が出ているか確認します。

キャピラリーカラムを調整するには

必要な材料

- ・ キャリアガス（純度 99.999% 以上）
- ・ レンチ、開放端、1/4 インチ × 5/16 インチ（8710-0510）

警告

水素を使って、使用するキャピラリーカラムを調整しないでください。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）の不活性ガスで調整してください。

手順



- 1 カラムを GC 注入口に取り付けます（38 ページ）。
- 2 GC オープンを加熱せずに 5 分間キャリアガスをカラムに流します。
- 3 オープンの温度を 5 °C/分の割合で、使用する分析温度の最高値より 10 °C 高い温度まで上げます。
- 4 オープン温度が 80 °C を超えたら、5 μ L のメタノールを GC に注入します。5 分間隔で 3 回以上繰り返します。このような処置を行ってカラムから汚染物質を除去してから、GC/MSD 接続部にカラムを取り付けてください。

注意

カラムの温度定格の最大値を超えないでください。

- 5 この温度を保ちます。キャリアガスを数時間流し続けます。
- 6 GC オープン温度を低い待機温度に戻します。

参考資料

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

GC/MSD 接続部にキャピラリーカラムを取り付けるには

必要な材料

- カラムカッター (5181-8836)
- 口輪
 - 0.3-mm id、0.10-mm id カラム用 (5062-3507)
 - 0.4-mm id、0.20-mm id および 0.25-mm id カラム用 (5062-3508)
 - 0.5-mm id、0.32-mm id カラム用 (5062-3506)
 - 0.8-mm id、0.53-mm id カラム用 (5062-3538)
- 懐中電灯
- ルーペ (拡大鏡)
- 手袋、無菌
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- 接続部カラムナット (05988-20066)
- 保護めがね
- レンチ、開放端、1/4 インチ × 5/16 インチ (8710-0510)

注意

5975 MSD のカラム取り付け手順は、以前の MSD の手順とは異なります。他の装置の手順で取り付けを行うと、感度がさがり、MSD に損傷を与える場合があります。

手順

- 1 カラムを調整します (40 ページ)。
- 2 MSD の通気 (71 ページ) を行い、分析器部分を開きます (73 ページ)。GC/MSD 接続部の端が見えることを確認してください。
- 3 CI 接続部が取り付けられている場合、接続部の MSD の端からバネ仕掛けの先端シールを取り除いてください。
- 4 接続部ナットおよび調整された口輪を GC カラムの自由端にはめ込みます。口輪の先細った端はナットの方向を向いている必要があります。



2 GC カラムの取り付け

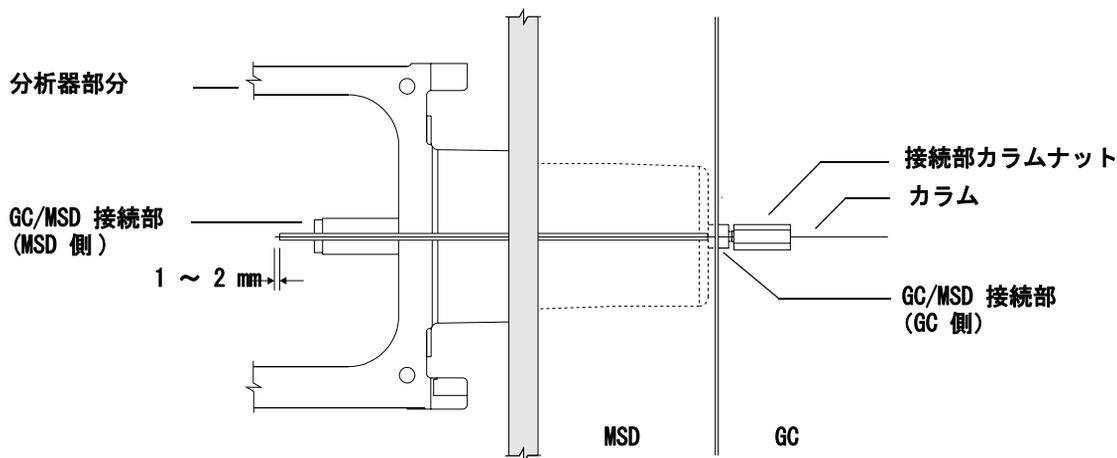


図 4 GC/MSD 接続部へのキャピラリーカラムの取り付け

- 5 分析器部分からカラムを引きだせるまで、GC/MSD 接続部（図 4）にカラムを挿入してください。
- 6 カラムの端から 1 cm のところで折ります（36 ページ）。カラムの破片を分析器部分の内部に落とさないようにしてください。ターボポンプが破損する可能性があります。
- 7 カラムの自由端の外側をクリーニングする場合は、メタノールで湿らせた柔らかい布で拭いてください。
- 8 カラムを接続部の端から 1 ~ 2 mm 突き出すように調整します。
分析器部分の内側にあるカラムの端を見る場合、必要があれば懐中電灯と拡大鏡を使用してください。指でカラムの端を触って調べることはしないでください。
- 9 ナットを手で締めます。ナットを締めるときにカラムの位置が変わらないか確認します。バネ仕掛けの先端シールが取り外されていた場合は再度取り付けてください。
- 10 GC オープンを調べて、カラムがオープンに壁に触れていないか確認します。
- 11 ナットを 1/4 から 1/2 回転締めます。1、2 回加熱を繰り返した後、固く締まっているか確認してください。



3

電子衝撃 (EI) モードの操作

データシステムから MSD を操作する	45
ローカル制御パネルから MSD を操作する	45
EI GC/MSD 接続部	46
MSD のスイッチを入れる前に	48
真空排気	49
温度を制御する	49
カラム流量を制御する	49
MSD を通気する	50
MSD 分析器の温度および真空の状態を表示するには	51
MSD 分析器の温度および真空の状態を表示するには	51
MSD の温度および真空状態のモニタを設定するには	53
MSD 分析器の温度を設定するには	55
ChemStation から GC/MSD 接続部の温度を設定するには	58
高真空圧を監視するには	60
カラム流量線速度を測定するには	62
カラム流量を計算するには	63
MSD をチューニングするには	64
システム性能を検証するには	65
高質量テスト	66
MSD カバーを取り外すには	69
MSD を通気するには	71
分析器部分を開けるには	73
分析器部分を閉めるには	76
MSD を真空排気するには	80
マイクロイオンゲージに接続するには	82
MSD を移動または保管するには	84
GC から 接続部の温度を設定するには	86



3 電子衝撃 (EI) モードの操作

MSD の基本操作手順の実施方法

注意

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

データシステムから MSD を操作する

データシステムから真空排気、圧力の監視、温度設定、チューニングおよび通気の準備などの作業を実行できます。これらの作業は本章で説明します。データ測定およびデータ分析については、MSD ChemStation ソフトウェアに添付のマニュアルおよびオンラインヘルプで説明されています。

ローカル制御パネルから MSD を操作する

5975 シリーズ MSD のローカル制御パネルを使用すると、ChemStation が実行するものと同じ作業の多くが実行できます。詳細については、『5973N/5975 MSD/ChemStation 入門』マニュアル (G1701-90056) を参照してください。

EI GC/MSD 接続部

GC/MSD 接続部 (図 5) 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導管です。分析器部分の右側に、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 接続部の一方の端は、ガスクロマトグラフの側面を通して GC オープンに達します。この端はねじ山状で、ナットおよび口輪でカラムを接続できます。接続部のもう一方の端はイオン源にはめ込まれます。キャピラリーカラムの端の 1 から 2 mm が、ガイドチューブの端を通してイオン室に達しています。

GC/MSD 接続部は電気カートリッジヒーターによって加熱されます。ヒーターは、6890 シリーズ GC の加熱部、Thermal Aux #2 から電源が供給され、制御されます。接続部温度は MSD ChemStation またはガスクロマトグラフのキーパッドから設定できます。接続部のセンサー (熱電対) が温度を監視します。

GC/MSD 接続部は、250 °から 350 °の範囲内で動作させる必要があります。この制限に従って、接続部温度を GC オープン温度の最大値よりわずかに高くしますが、決してカラム温度の最大値を超えないようにしてください。

EI GC/MSD 接続部は EI イオン源とのみ使用できます。一方、CI GC/MSD 接続部はどちらのソースでも使用できます。

参照

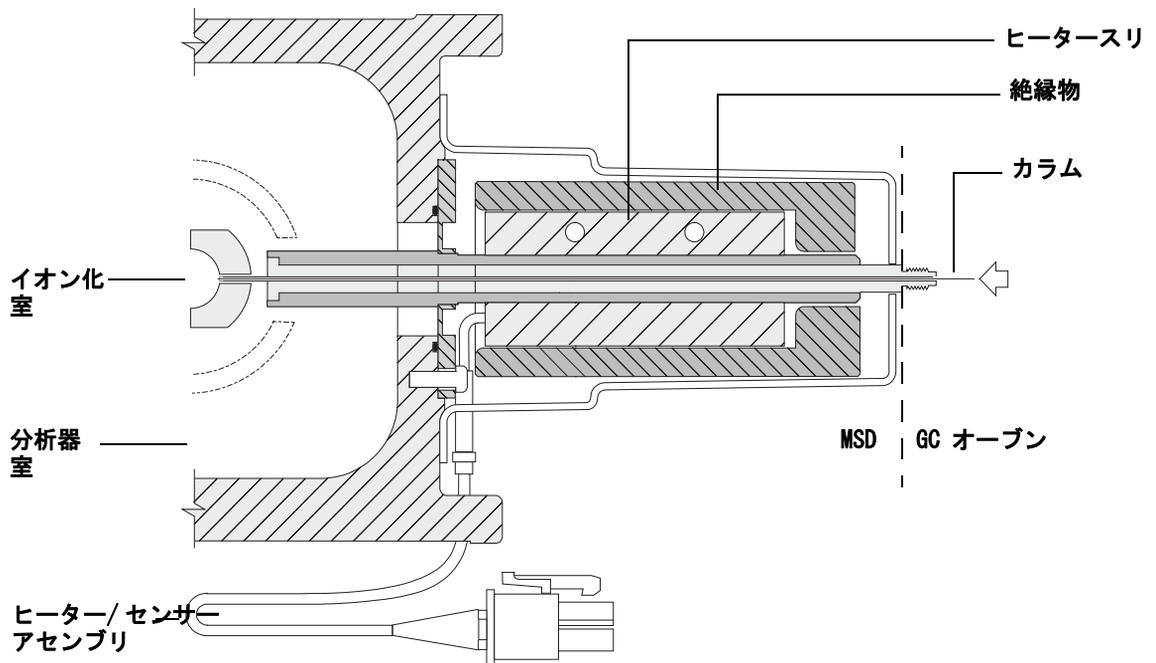
41 ページ「GC/MSD 接続部にキャピラリーカラムを取り付けるには」

注意

接続部、GC オープンのどちらも、カラム温度の最大値を超えてはなりません。

警告

GC/MSD 接続部は高温で動作します。高温時に触れると火傷を負います。



カラムの端は、1 から 2 mm イオン化室に突き出ています。

図 5 EI GC/MSD 接続部

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こと（ノブが時計回りに最後まで回っていること）。
- 他の真空シールおよびフィッティングすべてが所定の位置にあり、正しく固定されていること。（危険なキャリアガスあるいは試薬ガスを使用しているのではない限り、サイドプレートの前側のネジが締まっていないこと）。
- MSD が接地された電源に接続されていること。
- GC/MSD 接続部が GC オープン内に達していること。
- 調整されたキャピラリーカラムが GC 注入口および GC/MSD 接続部に取り付けられていること。
- GC はオンであるが、GC/MSD 接続部の加熱部、GC 注入口、およびオープンがオフであること。
- 99.999% 以上の純度のキャリアガスが推奨トラップで GC に配管されていること。
- 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蝶ねじがゆるく締められていること。
- フォアラインポンプの排気が適切に通気されていること。

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。また、微量のポンプオイルも残留しています。供給オイルトラップが止めるのはポンプオイルのみです。有毒な化学物質を止めたり濾過したりはしません。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。ホース (11 mm id) を取り付け、フォアラインポンプの排気を外部かヒュームフード (排気) に誘導してください。

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、MSD 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。24 ページ「**水素の安全性**」を読んでから、水素キャリアガスで MSD を動作させてください。

真空排気

データシステムまたはローカル制御パネルから MSD の真空排気を行います。ほとんどの処理は自動です。ベントバルブを閉じ、メイン電源スイッチ（サイドパネルを押しながら）を入れるとすぐに、MSD は自動的に真空排気を開始します。データシステムのソフトウェアは真空排気中のシステムの状態を監視、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質量フィルタのヒーターを入れ、プロンプトを表示して GC/MSD 接続部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。

データシステムは、ターボポンプ MSD のモーター速度を表示します。MSD にはオプションの G3397A マイクロイオンゲージコントローラが装備されている場合があります。このゲージはデータシステムから監視できる分析器部分の圧力を測定します。

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質量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制御パネルから設定値の調整や温度の表示ができます。

GC/MSD 接続部のヒーターは、6890 シリーズ 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 接続部の温度は データシステムまたは GC キーパッドから設定や監視ができます。

カラム流量を制御する

キャリアガスの流量は GC のヘッド圧で制御されます。ヘッド圧が一定の場合、GC のオープン温度が上がるにつれてカラム流量が増加します。電子空圧制御 (EPC) でカラムモードが **【コンスタントフロー (Constant Flow)】** に設定されていると、温度に関係なくカラム流量が一定に保たれます。

MSD は実際のカラム流量の測定に使用できます。少量の空気または他の保持されていない化学物質を注入し、MSD に到達するまでの時間を測定します。この時間を測定すると、カラム流量を算出できます。62 ページを参照してください。

MSD を通気する

データシステムのプログラムによって、通気処理の制御ができます。プログラムは、正確な時間に GC および MSD のヒーターとターボポンプをオフにします。MSD の温度の監視や MSD の通気時間の指示もできます。

MSD は誤った通気によって損傷を受ける**場合**があります。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通気されると、損傷を受ける場合があります。

警告

GC/MSD 接続部および分析器部分が冷却 (100 °C 未満) されたことを確認してから MSD を通気してください。100 °C は十分に火傷をする温度であり、分析器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

キャリアガスとして水素を使用する場合、MSD の電源を切る前にキャリアガスの流入をオフにする必要があります。フォアラインポンプがオフの場合、水素が MSD に蓄積して爆発が起こる可能性があります。24 ページ「**水素の安全性**」を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。

注意

フォアラインホースの両端から空気を入れる方法で MSD を通気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します。

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

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。18 ページの「5975 シリーズ MSD モデルとその機構」を参照。

MSD 分析器の温度および真空の状態を表示するには

これらの作業はローカル制御パネルを使用しても実行できます。詳細については、『5973N/5975 MSD/ChemStation 入門』マニュアル (G1701-90056) を参照してください。

手順

- 1 [装置コントロール (Instrument Control)] ビューで、[装置 (Instrument)] メニューから [チューニングパラメータ編集 (Edit Tune Parameters)] を選択します (図 6)。

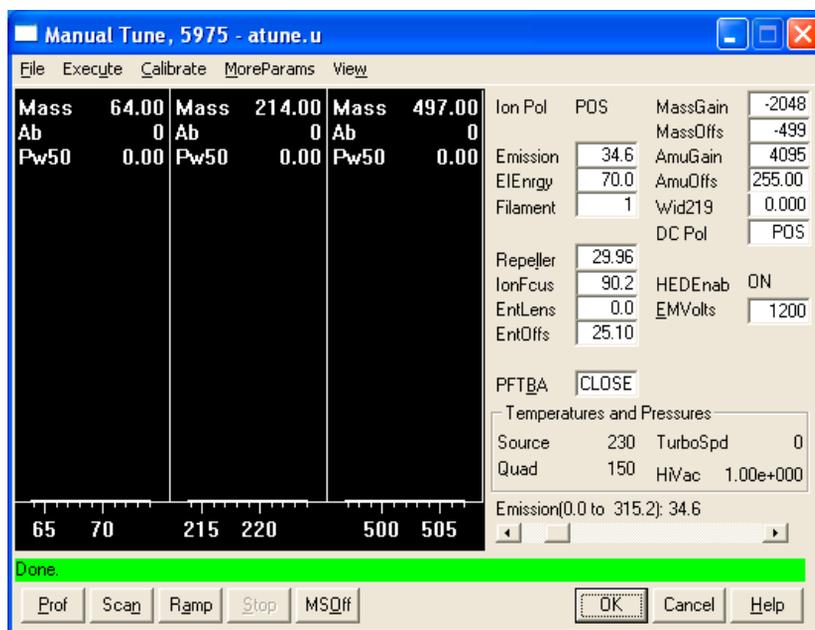


図 6 チューニングパラメータ

- 2 [MS チューニングファイル読み込み (Load MS Tune File)] ダイアログボックスからメソッドで使用する予定のチューニングファイルを選択します。
- 3 分析器の温度および真空の状態は [ゾーン (Zone)] フィールドに表示されます。

3 電子衝撃 (EI) モードの操作

真空排気処理を始めたばかりでない限り、ターボポンプは 80% 以上の速度で動作しているはずです。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、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、通気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 の温度および真空状態のモニタを設定するには

1 つのモニタに、1 台の装置パラメータの現在値が表示されます。標準の装置コントロールウィンドウに追加できます。モニタに対し、実際のパラメータが設定値からユーザーが定めた制限値を超えて変化した場合に色が変わるように設定できます。

手順

- 1 [装置 (Instrument)] メニューから [MS モニタ (MS Monitors)] を選択します。
- 2 [タイプ (Type)] の下の [MS モニタ編集 (Edit MS Monitors)] ボックスで、[ゾーン (Zone)] を選択します。
- 3 [パラメータ (Parameter)] の下で [MS イオン源 (MS Source)] を選択してから [追加 (Add)] をクリックしてください。
- 4 [パラメータ (Parameter)] の下で [MS 四重極 (MS Quad)] を選択してから [追加 (Add)] をクリックします。
- 5 設定したい他のモニタを選択して**追加** します。
- 6 [はい (OK)] をクリックします。新しいモニタは [装置コントロール (Instrument Control)] ウィンドウの右下部にあるウィンドウの上にスタックされます。すべてのウィンドウが見れるように移動できます。

3 電子衝撃 (EI) モードの操作

- 7 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。図 7 は、モニタ配置の一例です。

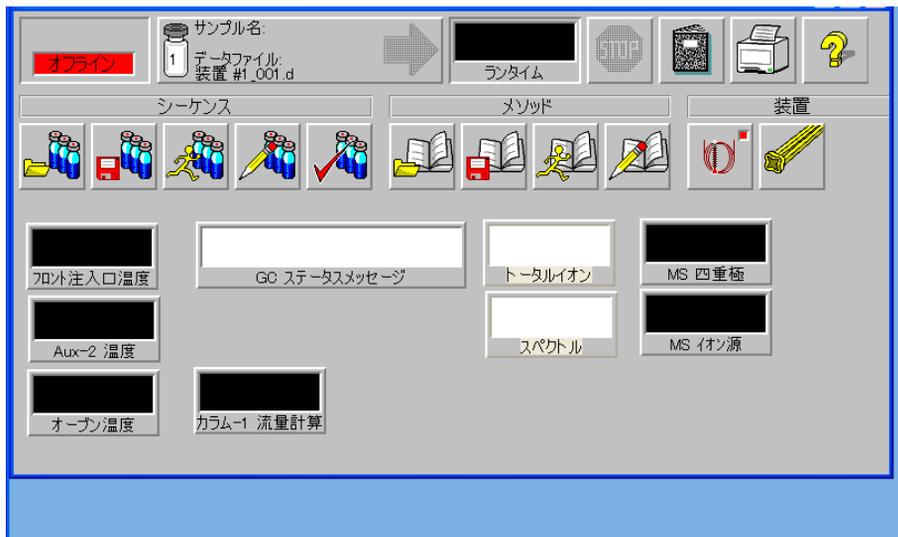


図 7 モニタの配置

- 8 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 [保存 (Save)] を選択します。

MSD 分析器の温度を設定するには

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

手順

- 1 [装置コントロール (Instrument Control)] ビューで、[装置 (Instrument)] メニューから [チューニングパラメータ編集 (Edit Tune Parameters)] を選択します。
- 2 [パラメータ (MoreParams)] メニューから [温度 (Temperatures)] を選択します (図 8)。

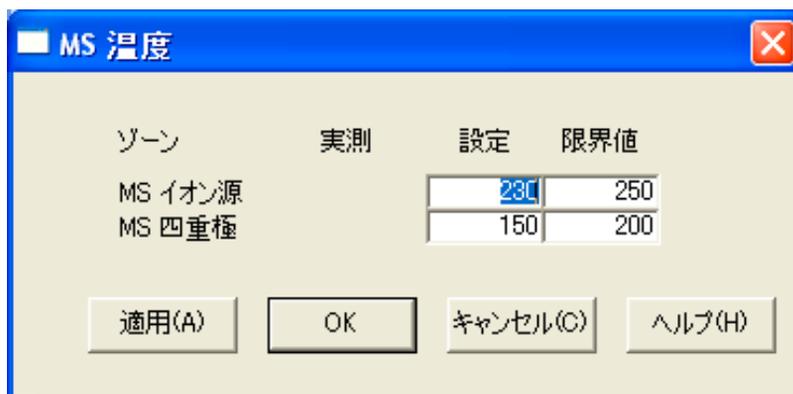


図 8 温度の設定

- 3 設定フィールドに希望するイオン源および四重極（質量フィルタ）の温度を入力します。推奨設定値については、57 ページの表 6 を参照してください。

GC/MSD 接続部、イオン源、四重極の加熱部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、分析器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 電子衝撃 (EI) モードの操作

警告

四重極は 200 °C、イオン源は 300 °C を超えないでください。

- 4 画面を終了するには、以下のボタンをクリックします。
- ・ **[適用 (Apply)]** をクリックして新規の温度設定値を MSD に送ります。
 - ・ **[はい (OK)]** をクリックすると、現在ロードされているチューニングファイルを変更しますが、MSD には何もダウンロードしません (**[適用 (Apply)]** を使用)。
 - ・ **[キャンセル (Cancel)]** をクリックすると、現在ロードされているファイルのチューニングファイルを変更せず、MSD にも何もダウンロードしないで、パネルを終了します。
- 5 **[MS チューニングファイル保存 (Save Ms Tune File)]** ダイアログボックスが表示されたら、**[はい (OK)]** をクリックして変更内容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 **[はい (OK)]** をクリックして保存します。

表 6 推奨温度設定値

	EI 運転	PCI 運転	NCI 運転
MS イオン源	230	250	150
MS 四重極	150	150	150

ChemStation から GC/MSD 接続部の温度を設定するには

これらの作業はローカル制御パネルを使用しても実行できます。詳細については、『5973N/5975 MSD/ChemStation 入門』マニュアル (G1701-90056) を参照してください。

手順

- 1 [ビュー (View)] メニューから [装置コントロール (Instrument Control)] を選択します。
- 2 [Aux] をクリックすると [装置 (Instrument)] | [編集 (Edit)] | [Aux:]

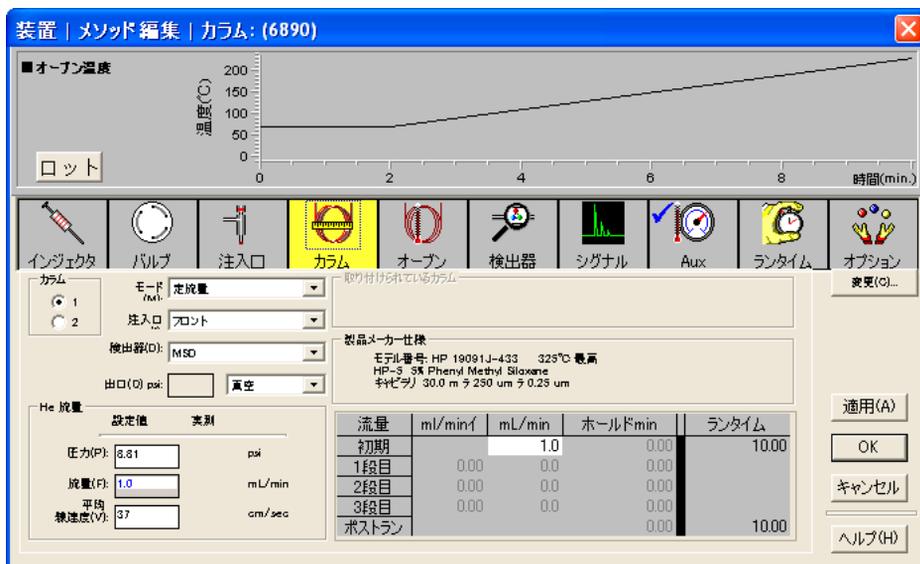


図 9 接続部温度の設定

(6890) ウィンドウ (図 9) が表示されます。

- 3 [タイプ (Type)] に [MSD] が選択され、[Aux チャネル (Aux Channel)] に [温度 (Thermal Aux #2)] が選択されていることを確認してください。
- 4 ヒーターの電源を入れて [次の温度 (Next °C)] 列に設定値を入力します。温度ランプを設定しないでください。

5 代表的な設定値は 280 °C です。

設定できる範囲は 0 °C から 350 °C です。設定値が室温より低いと接続部のヒーターがオフになります。

注意

カラムの最大許容温度を超えてはなりません。

6 **[適用 (Apply)]** をクリックして設定値をダウンロードするか、**[はい (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。

7 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 **[保存 (Save)]** を選択します。

注意

キャリアガスがオンになり、カラムから空気が除去されたことを確認してから、GC/MSD 接続部あるいは GC オープンを加熱してください。

高真空圧を監視するには

圧力の監視にはオプションの G3397A マイクロイオン真空ゲージが必要です。

必要な材料

- ・ マイクロイオン真空ゲージ (G3397A)

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、水素が分析器部分に蓄積した可能性があるときは、マイクロイオン真空ゲージのスイッチを入れしないでください。24 ページ「**水素の安全性**」を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。

手順

- 1 MSD を開始し、真空排気します (80 ページ)。
- 2 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] ビューで、[真空 (Vacuum Gauge)] メニューから [真空ゲージのチューニングオン/オフ (Tune Vacuum Gauge on/off)] を選択します。
- 3 [装置コントロール (Instrument Control)] ビューで、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 (Manual Tune)] 画面で読み取ることができます。

EI モードで動作圧力に最も大きな影響を与えるのはキャリアガス (カラム) の流量です。表 7 に、ヘリウムキャリアガスのさまざまな流量に対する代表的な圧力値の一覧を記載しています。これらの圧力値は概算値で、装置によって 30% も変わります。

表 7 マイクロイオン真空ゲージ読み取り

カラム流速 (mL/分)	ゲージ読み取り、Torr 高性能ターボポンプ	ゲージ読み取り、Torr 標準ターボポンプ
0.5	3.18E-06	1.3E-05
0.7	4.42E-06	1.83E-05
1	6.26E-06	2.61E-05
1.2	7.33E-06	3.11E-05
3	1.86E-05	8.01E-05
3	1.86E-05	8.01E-05
4	2.48E-05	
6	3.75E-05	

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

カラム流量線速度を測定するには

MSD で使用されたキャピラリーカラムなどでは、容積流速よりも線速度がよく測定に使用されます。

手順

- 1 スプリットレス手動注入および m/z 28 の選択イオンモニタ (SIM) について [データ測定 (Data Acquisition)] を設定します。
- 2 GC キーパッドの [準備運転 (Prep Run)] を押します。
- 3 1 μ L の空気を GC 注入口に注入し、[運転開始 (Start Run)] を押します。
- 4 m/z 28 でピークが溶出するまで待ちます。リテンションタイムを書き留めます。
- 5 平均線速度を計算します。

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

ここでは：

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)

必ずカラムの折った部分の長さを計算に入れてください。25 メートルのカラムから 1 メーター欠けると、4% の誤差が生じることになります。

- 6 ここで計算した速度を使って、MSD ChemStation による流量計算値を検証します (63 ページ)。

数値が合わない場合は、[変更 (Change)] をクリックして、カラムの寸法を調整します。

- 7 容積流速を計算するには

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

ここでは：

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)

カラム流量を計算するには

カラムの寸法が分かれば、容積流速はカラムヘッド圧から計算できます。

手順

- 1 [装置コントロール (Instrument Control)] ビューで、[カラム (Columns)] アイコンをクリックします (図 10)。
- 2 入力したカラムの寸法が正しいかチェックします。
- 3 圧力フィールドに必要な値を入力します。

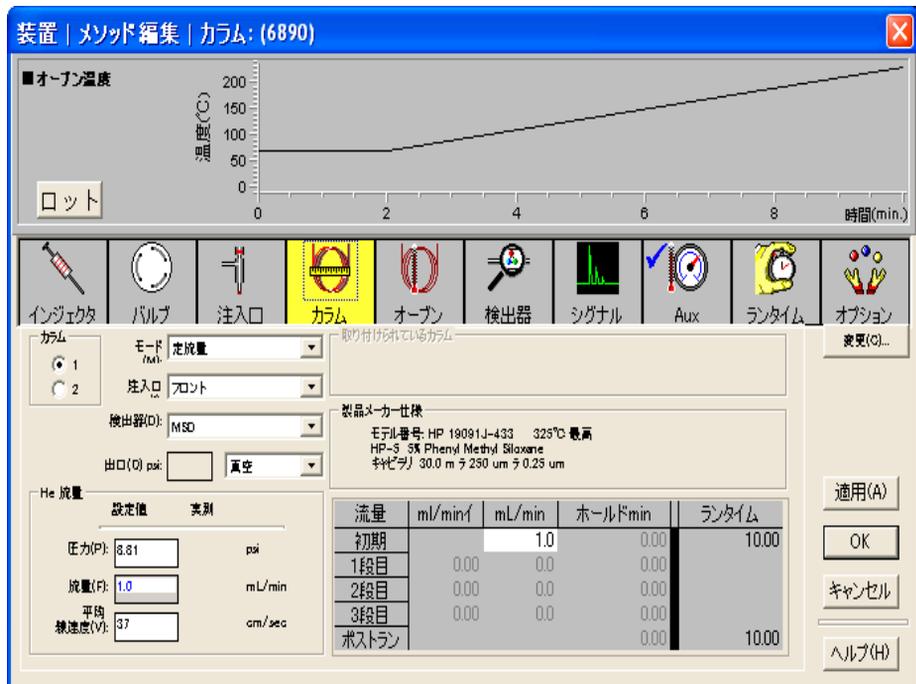


図 10 カラム流量を計算する

- 4 表示された [平均線速度 (Average Velocity)] が 62 ページで求めた値と異なる場合、[変更 (Change)] をクリックしてカラムの寸法を修正します。

MSD をチューニングするには

ローカル制御パネルを使用しても、PC メモリに現在ロードされているオートチューニングが実行できます。詳細については、『5973N/5975 MSD/ChemStation 入門』マニュアル (G1701-90056) を参照してください。

手順

- 1 [装置コントロール (Instrument Control)] ビューで、[装置 (Instrument)] メニューから **[MS オートチューニングの実行 (Perform MS Autotune)]** を選択します。
- 2 使用するチューニングの種類を選択します。

チューニングはすぐに開始します。多くの場合、**オートチューニング (ATUNE.U)** で最良の結果が得られます。**標準チューニング (STUNE.U)** は感度が低下する可能性があるのでお勧めしません。**クイックチューニング** は、イオン比率を変えずにピーク幅、質量指定、およびアバランダンスを調整するために使用されます。お使いのシステムが化学イオン化 (CI) 用に構成されている場合、このボックスから CI チューニングパネルにアクセスできます。常に同じ GC オープン温度およびカラム流量で MSD のチューニングを行い、データ取得では同じ分析器温度を使用します。

- 3 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。

チューニングレポートを保存します。チューニング結果の履歴を表示するには、[チェックアウト (Checkout)] メニューの **[チューニング表示 ... (View Tunes...)]** をクリックします。

- 4 使用する MSD を手作業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、[ビュー (View)] メニューから **[マニュアルチューニング (Manual Tune)]** を選択します。

[チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] ビューで、特別な要件に合わせ、ほとんどのチューニングパラメータを手作業で調整することができます。

[装置コントロール (Instrument Control)] から使用できるチューニングに加えて、[チューニング (Tune)] メニューから、特定のスペクトル結果を得るために、**DFTPP チューニング (DFTPP Tune)**、**BFB チューニング (BFB Tune)**、または**ターゲットチューニング (Target Tune)** の特別なオートチューニングを選択できます。

チューニングに関するさらに詳しい情報については、MSD ChemStation ソフトウェアに添付のマニュアルまたはオンラインヘルプを参照してください。

システム性能を検証するには

必要な材料

- ・ 1 pg/オL (0.001 ppm) OFN サンプル (5188-5348)

チューニング性能の検証

- 1 少なくとも 60 分間システムが真空排気していることを確認します。
- 2 GC オープン温度を 150 °C に、カラム流量を 1.0 mL/分に設定します。
- 3 [装置コントロール (Checkout Tune)] ビューで、[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 **[チューニング評価 (Tune Evaluation)]** を選択します。

ソフトウェアでは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 (System Verification - Tune)」レポートを出力します。

感度性能の検証

- 1 1 μ L の OFN の注入を、ALS または手動で設定します。
- 2 [装置コントロール (Instrument Control)] ビューで、[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。
- 3 [装置 (Instrument)]|[編集 (Edit)] ウィンドウの該当するアイコンをクリックして注入タイプのメソッドを編集します。
- 4 **[はい (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 信号対雑音比が公開されている仕様を満たしているか検証します。

参考資料

- ・ 『Agilent 5975 Inert GC/MS System Data Sheet』 (5989-3012EN)

高質量テスト

条件のセットアップ

- 1 PFHT のサンプル (5188-5357) を入手します。
- 2 ATUNE.U を実行します。
- 3 x¥5975¥PFHT.M (x は使用する装置番号) の下にある PFHT.M メソッドを解決します。
- 4 メソッドを更新して保存します。

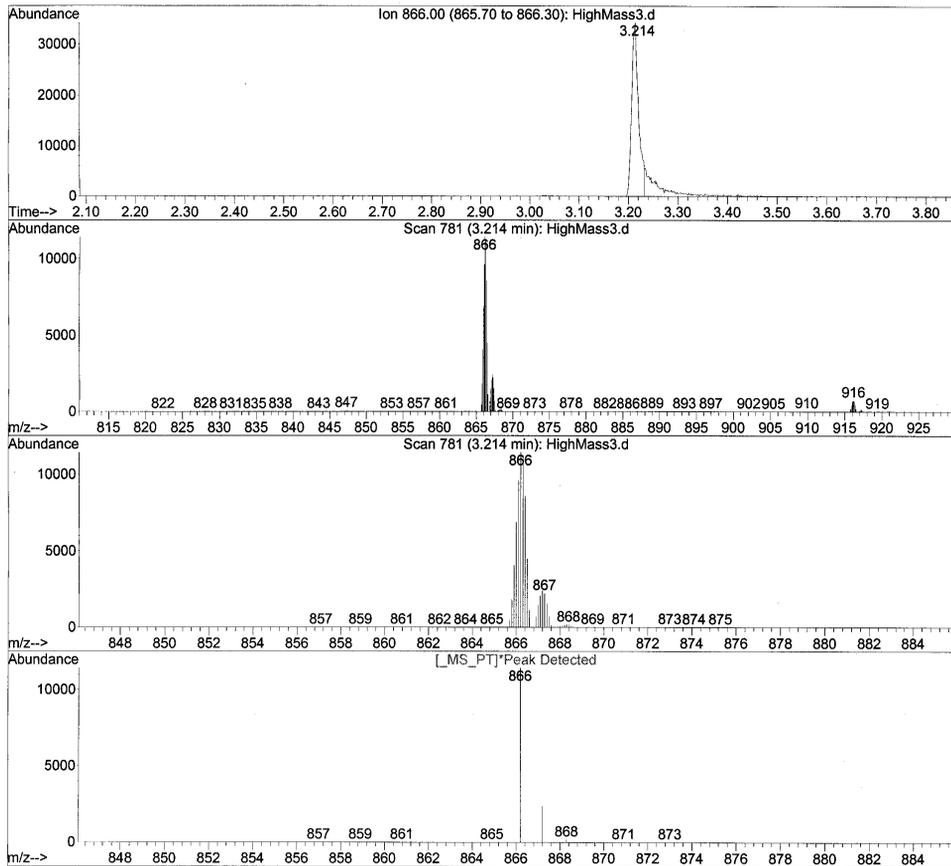
高質量チェックアウト

- 1 バイアルにサンプルをロードして、位置 2 に置きます。
- 2 [**チェックアウト (Checkout)**] メニューから [**高質量のチェック (High Mass Check)**] を選択します。
- 3 画面上の指示に従います。
- 4 実行が完了すると、結果が 5 分以内に出力されます。

結果

*PFHT HIGH MASS REPORT

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



* MASS	ACTUAL	ISOTOPE	ABUND	ISOTOPE	RATIO	RELATIVE	WIDTH
866.00	866.20	867.20	11439	2402	21.00	100.00	0.512
867.00	867.20	868.30	2402	171	7.12	21.00	0.512
916.00	916.20	917.20	742	155	20.89	6.49	0.553

図 11 PFHT 高質量レポート

3 電子衝撃 (EI) モードの操作

結果は、高質量の AMU オフセットを調整するための推奨量を示します。結果がターゲットとした量の 5 単位以内であれば、調整を行う必要はありません。

調整

- 1 ATUNE.U がロードされていることを確認します。
- 2 [装置コントロール (Instrument Control)] ビューで、[装置 (Instrument)] メニューから **[チューニングパラメータ編集 (Edit Tune Parameters)]** を選択します。
- 3 **[パラメータ (MoreParams)]** をクリックし、**[ダイナミック ランプ パラメータ... (DynamicRamping Params...)]** を選択します。
 - a ドロップダウンボックスから AMU オフセットを選択します。
 - b 右側の値が淡色表示されている場合は、**[このレンズに対してダイナミック ランプを有効にする (Enable Dynamic Ramping For This Lens)]** チェックボックスを選択します。
 - c 推奨するオフセットを入力し、**[はい (OK)]** をクリックします。
- 4 **[パラメータ編集 (Edit Parameters)]** ボックスの **[はい (OK)]** をクリックします。[MS チューニングファイル保存 (Save MS Tune File)] ダイアログボックスが表示されます。

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

注

ATUNE.U が実行されると常に、入力された AMU オフセットが上書きされます。このため、チューニングの名前を変更します。

- 5 PFHT.M と保存されたチューニングをロードし、メソッドを保存します。
- 6 テスト用の混合を再分析します (高質量チェックアウトを繰り返す)。訂正結果が 5 単位以内の場合、それ以上の調整は必要がありません。

MSD カバーを取り外すには

必要な材料

- ・ ねじ回し、Torx T-15 (8710-1622)

MSD のカバーを取り外す場合、以下の手順に従ってください (図 12)。

分析器の上部カバーを取り外すには



5 つのねじを外して、カバーを持ち上げて取り外します。

左サイドカバーを取り外すには

- 1 分析器のカバーを開けます。
- 2 ローカル制御パネルの背面から細いリボンケーブルを切り離します。
- 3 左サイドカバーを所定の位置に固定している 3 つのねじを取り外します。
- 4 カバーを左にわずかに引いて右側の 2 つのつめを外してからまっすぐに引きます。



分析器の窓カバーを取り外すには



- 1 窓の上部にある丸くなった部分を押しします。
- 2 窓を前方に持ち上げて MSD から離します。

警告

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

3 電子衝撃 (EI) モードの操作

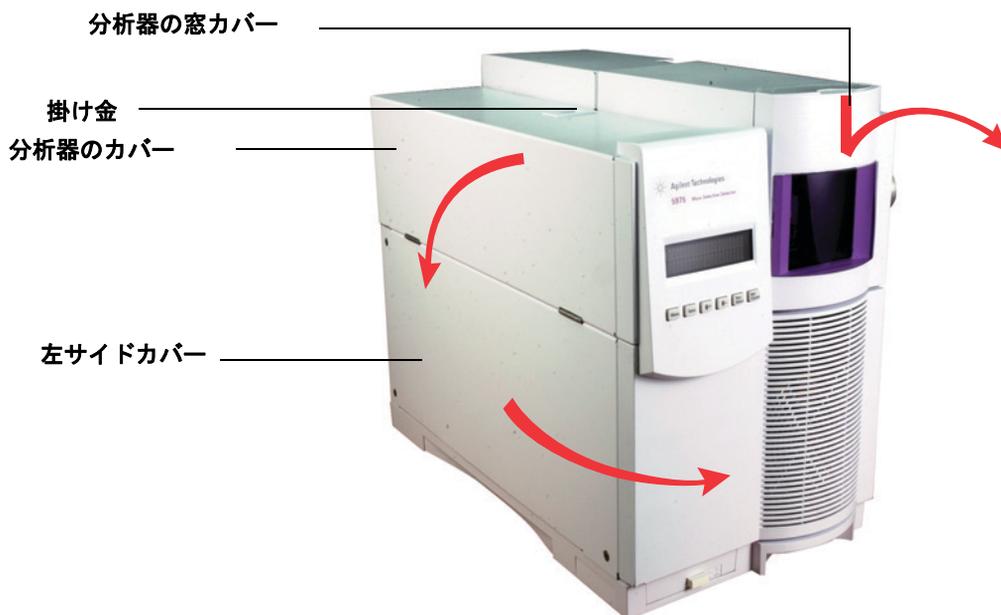


図 12 カバーの取り外し

注意

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

MSD を通気するには

手順

- 1 ソフトウェアの [真空 (Vacuum)] メニューから [ベント (Event)] を選択します。表示された指示に従います。
- 2 GC/MSD 接続部のヒーターおよび GC オープンの温度を外気 (室温) に設定します。

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、MSD の電源を切る前にキャリアガスの流入をオフにする必要があります。フォアラインポンプがオフの場合、水素が MSD に蓄積して爆発が起こる可能性があります。24 ページ「[水素の安全性](#)」を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。

注意

GC オープンおよび GC/MSD 接続部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。

- 3 指示が出たら MSD の電源スイッチを切ってください。
- 4 MSD 電源コードを抜いてください。

警告

MSD が通気中の場合、ChemStation を [装置コントロール (Instrument Control)] ビューにしないでください。そうすると接続部ヒーターのスイッチが入ります。

3 電子衝撃 (EI) モードの操作

- 5 分析器の窓カバーを取り外します (69 ページ)。

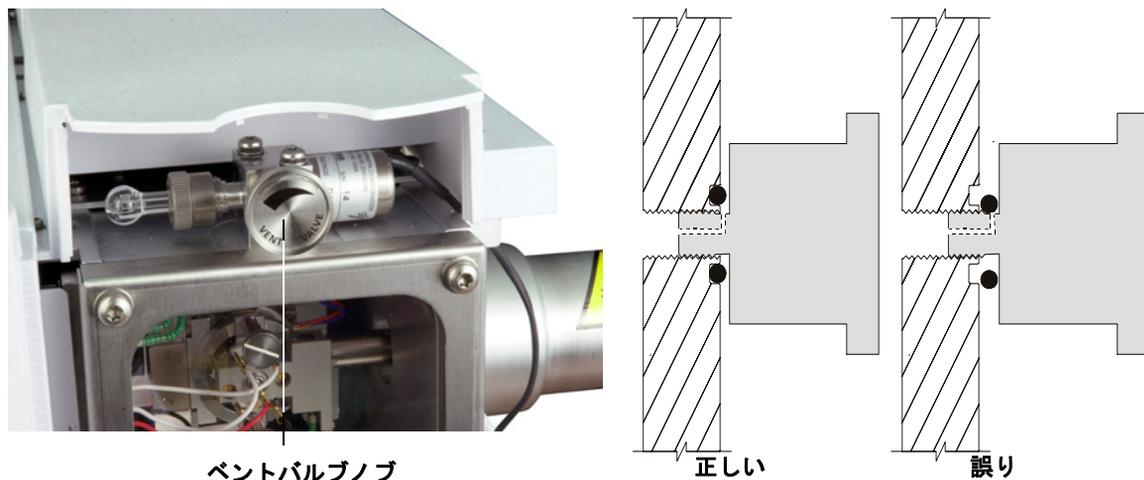


図 13 MSD を通気する



- 6 ベントバルブノブ (図 13) を 3/4 回転だけ、あるいは空気が分析器部分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。
ノブを必要以上に回さないでください。O-リング が溝から落ちる可能性があります。ノブを確実に締めなおしてから真空排気をしてください。

警告

室温近くまで分析器を冷却してから触れてください。

注意

分析器部分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

MSD が通気中の場合、ChemStation を [装置コントロール (Instrument Control)] ビューにしないでください。そうすると接続部ヒーターのスイッチが入ります。

分析器部分を開けるには

必要な材料

- ・ 手袋、無菌、リントフリー
 - ・ 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 (9300-09870)

注意

分析器のコンポーネントの静電放電はサイドボードに導かれます。静電放電は静電気に弱いコンポーネントを破損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 (175 ページ参照) 分析器部分を開けます。

手順



- 1 MSD を通気します (71 ページ)。
- 2 サイドボード制御ケーブルと電源ケーブルをサイドボードから切り離します。
- 3 サイドプレートの蝶ねじ (図 14) がきつく締まっている場合、緩めます。

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

注意

抵抗を感じたら、次の段階で止めてください。無理やりサイドプレートを開こうとしないでください。MSD が通気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。

3 電子衝撃 (EI) モードの操作

警告

分析器、GC/MSD 接続部、および分析器部分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。

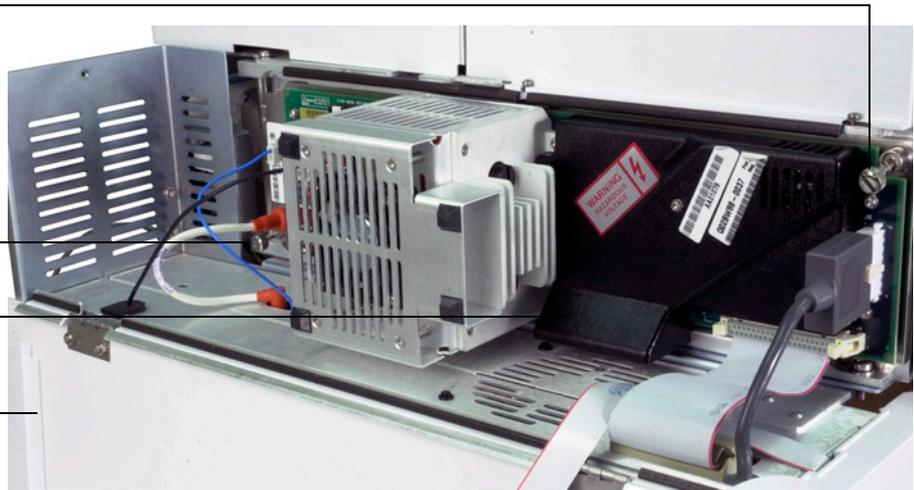
注意

分析器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。

蝶ねじ

サイドプレート

分析器のカバー



分析器部分が閉じた状態

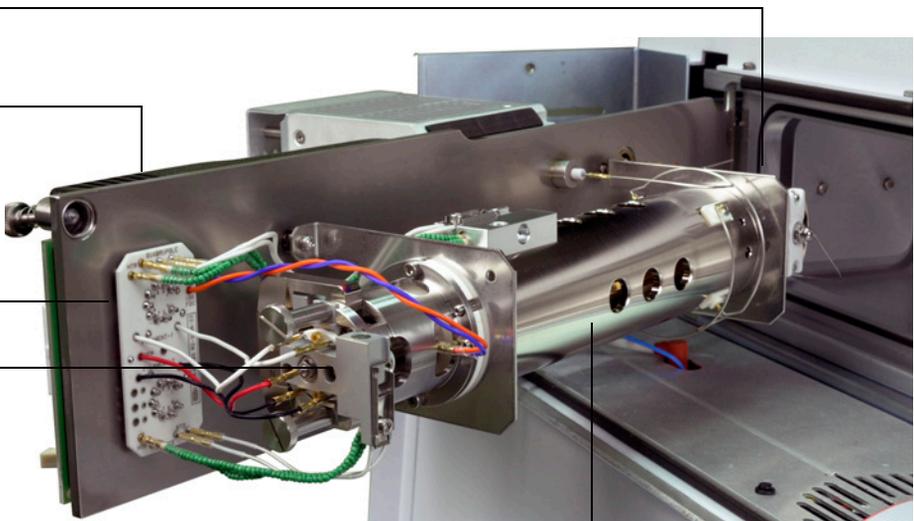
検出器

サイドプレート

フィード
スルーボード

イオン源

分析器



分析器部分が開いた状態

図 14 分析器部分

分析器部分を閉めるには

必要な材料

- ・ 手袋、無菌、リントフリー
 - ・ 大 (8650-0030)
 - ・ 小 (8650-0029)

手順

- 1 分析装置の内部導線がすべて正しく取り付けられているか確認します。配線は EI および CI 源のどちらでも同じです。

配線は表 8、および図 15 と図 16 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 8 分析器の配線

線の種類	取り付け元	接続先
グリーンビーズ (2)	四重極ヒーター	ボード、左上 (HTR)
ホワイト、組みひもカバー付き (2)	四重極センサー	ボード、上 (RTD)
ホワイト (2)	ボード、中央 (FILAMENT-1)	フィラメント 1 (上)
レッド (1)	ボード、中央左 (REP)	リペラ
ブラック (2)	ボード、中央 (FILAMENT-2)	フィラメント 2 (下)
オレンジ (1)	ボード、右上 (ION FOC)	イオンフォーカスレンズ
ブルー (1)	ボード、右上 (ENT LENS)	エントランスレンズ
グリーンビーズ (2)	イオン源ヒーター	ボード、左下 (HTR)
ホワイト (2)	イオン源センサー	ボード、下 (RTD)

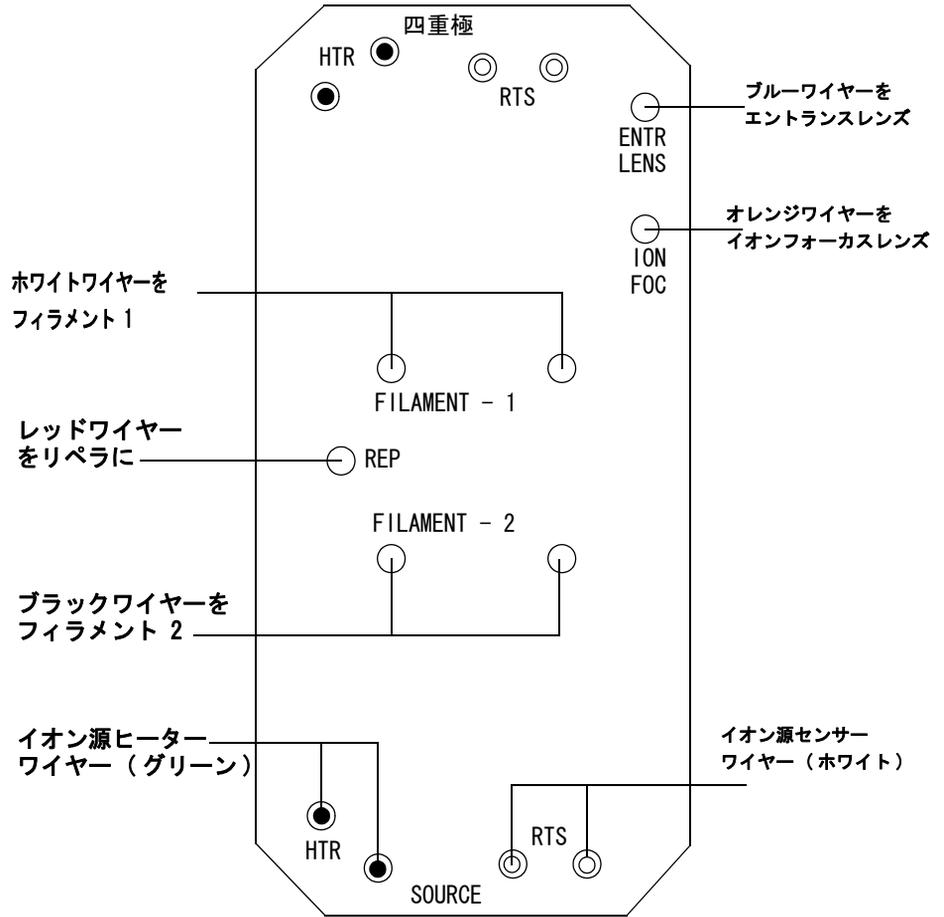


図 15 フィードスルーボード配線

3 電子衝撃 (EI) モードの操作

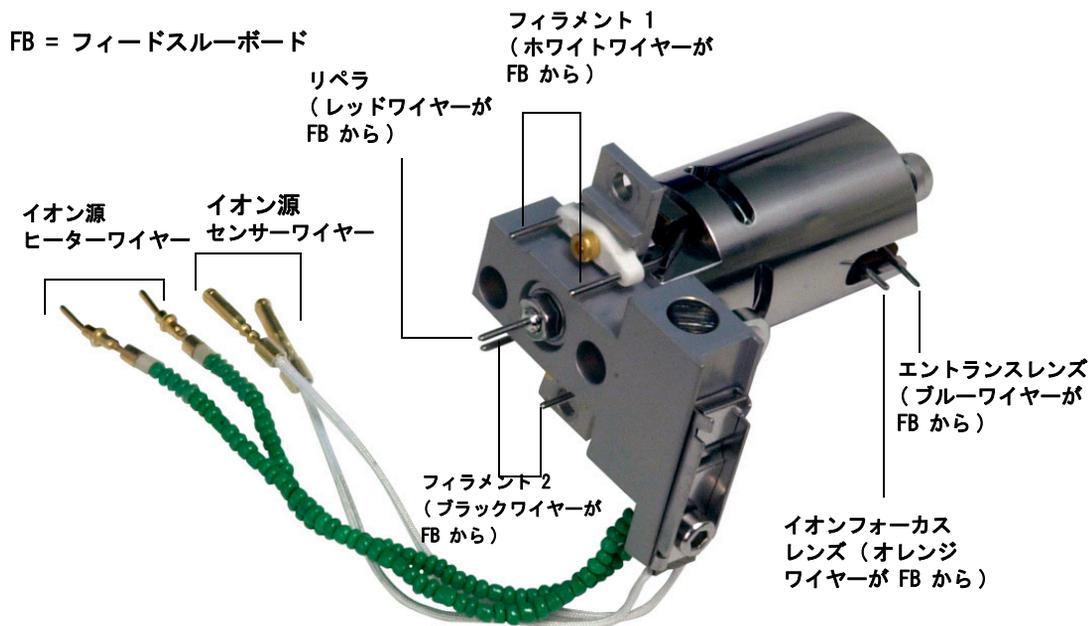


図 16 イオン源の配線

- 2 サイドプレートの O-リングを確認します。

O-リングにアピエゾン L 高真空グリースのごく薄い皮膜があることを確認してください。O-リングが乾燥しすぎていると十分に密封されないことがあります。O-リングが光って見える場合、グリースが多すぎます。サイドプレートの O-リングを滑らかにする方法については、194 ページを参照してください。

- 3 サイドプレートを閉じてください。
- 4 サイドボード制御ケーブルと電源ケーブルをサイドボードに再度接続します。
- 5 ベントバルブが閉まっているか確認してください。
- 6 MSD を真空排気します (80 ページ)。
- 7 CI モードで動作しているか、水素または他の引火性が高いか毒性がある物質をキャリアガスとして使用している場合、前面サイドプレートの蝶ねじを静かに手で締めてください。

警告

CI で動作している場合、あるいは水素（または他の危険なガス）が GC キャリアガスとして使用されている場合は、前面の蝶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、サイドプレートが空しくなる場合があります。

注意

蝶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。ねじ回しを使わずに蝶ねじを締めてください。

- 8 MSD が真空排気をしたら、すぐに分析器のカバーを閉めてます。

MSD を真空排気するには

これらの作業はローカル制御パネルを使用しても実行できます。詳細については、『5973N/5975 Series MSD/ChemStation 入門』マニュアルを参照してください。

警告

お使いの MSD が本章の導入部 (46 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。確認しないと人体に損傷を与える場合があります。

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。24 ページ「**水素の安全性**」を読んでから、水素キャリアガスで MSD を動作させてください。

手順



- 1 ベントバルブを閉じます。
- 2 MSD 電源コードを差し込みます。
- 3 [ビュー (View)] メニューから [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] を選択してください。
[真空 (Vacuum)] メニューから [真空排気 (Pump Down)] を選択してください。
- 4 指示が出たら MSD のスイッチを入れてください。
- 5 サイドボードを軽く押して適切に封印されているか確認してください。サイドボードの金属ボックスを押してください。

フォアラインポンプはごぼごぼという騒音を出します。この騒音は 1 分以内に止まります。騒音が続く場合、お使いのシステム、おそらくはサイドパネルシール、接続部カラムナット、またはベントバルブで大きな空気漏れが発生しています。

- 6 PC との通信が確立したら、すぐに **[はい (OK)]** をクリックします。

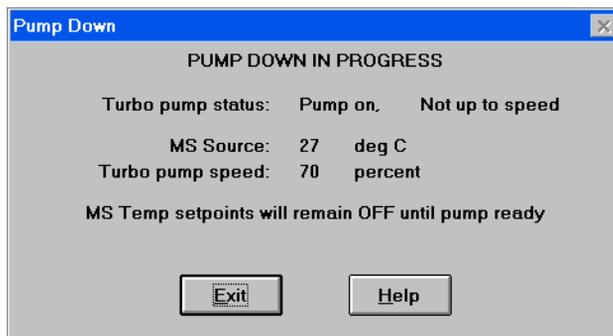


図 17 真空排気

注意

10 から 15 分以内にターボポンプ速度が 80% まで上がります (図 17)。ポンプ速度は最終的には 95% に達します。達しない場合、MSD 機器はフォアラインポンプをシャットオフします。この状態を回復するには MSD の電源を切ってすぐに入れ直す必要があります。MSD が正常に真空排気しない場合、空気漏れおよび他の真空問題に関するトラブルシューティング情報を参照してください。

- 7 指示が出たら GC/MSD 接続部のヒーターおよび GC オープンの電源スイッチを入れてください。電源スイッチを入れたら **[はい (OK)]** をクリックしてください。

ソフトウェアはイオン源および質量フィルタ (四重極) ヒーターの電源を入れます。温度の設定値は最新のチューニング (*.u) ファイルに保存されています。

注意

キャリアガスの流入がオンになるまで GC 加熱部のスイッチを入れないでください。キャリアガスを流さずにカラムを加熱するとカラムの破損につながります。

- 8 「稼動 OK」のメッセージが表示されたら、MSD が熱平衡状態になるまで 2 時間待ちます。MSD が熱平衡に達する前に測定されたデータは再現できない場合があります。

マイクロイオンゲージに接続するには

マイクロイオン真空ゲージは、EI 運転ではオプションです。CI モードの MSD 運転では**必須** です。

必要な材料

- マイクロイオン真空ゲージ (G3397A)
- 電源コード
- マイクロイオン真空ゲージケーブル (G3170-60805)
- CI 流量モジュールケーブル (CI 流量モジュール - スマートカード) (G3170-60802)

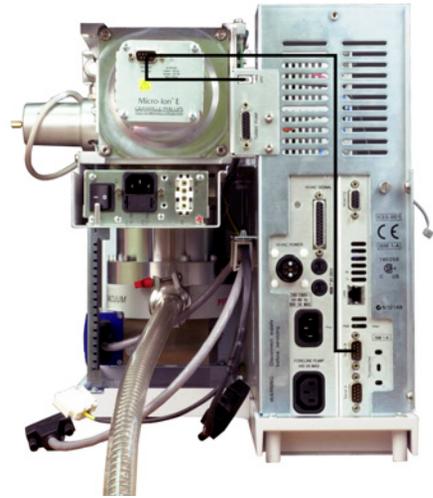
手順



- 1 付属の KF-16 留め具を使用してマイクロイオン真空ゲージを分析器部分の背面に取り付けます。
- 2 [図 18](#) で示すようにゲージケーブルを接続してください。
- 3 MSD を真空排気します ([80 ページ](#))。



GI およびアップグレードした MSD



EI のみの MSD

図 18 マイクロイオン真空ゲージケーブル

MSD を移動または保管するには

必要な材料

- ・ 口輪、ブランク (5181-3308)
- ・ 接続部カラムナット (05988-20066)
- ・ レンチ、開放端、1/4- インチ × 5/16- インチ (8710-0510)

手順

- 1 MSD を通気します (71 ページ)。
- 2 カラムを取り外してブランクの口輪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 を移動します (182 ページ)。
- 5 GC/MSD 接続部のヒーターケーブルを GC から引き抜きます。
- 6 ブランクの口輪で接続部ナットを取り付けます。
- 7 分析器のカバーを開きます (69 ページ)。
- 8 サイドプレートの蝶ねじを指で締めます (図 19)。

注意

サイドプレートの蝶ねじを締めすぎないでください。締めすぎると分析器部分のねじ山をつぶす場合があります。また、サイドプレートがゆがんで漏れの原因となることがあります。

- 9 MSD 電源コードを差し込みます。
- 10 MSD のスイッチを入れて大まかに真空にします。ターボポンプ速度が 50% を超えていることを確認します。
- 11 MSD のスイッチを切ります。
- 12 分析器部分を閉じます。
- 13 LAN、リモート、および電源の各ケーブルを切り離します。

前面の蝶ねじ

背面の蝶ねじ



図 19 サイドプレートの蝶ねじ

MSD は、保管または移動できるようになりました。フォアラインポンプは、MSD と一体となって移動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あればなりません。MSD を別の場所に輸送する必要がある場合、Agilent Technologies サービス担当者に連絡して梱包や輸送のアドバイスを受けてください。

GC から 接続部の温度を設定するには

必要に応じて、接続部の温度は GC で直接設定できます。

手順

- 1 GC キーパッドの **[Aux #]** を押します。
- 2 「2」を押します。

デフォルトでは、GC/MSD 接続部には、6890 シリーズ GC の加熱部、Thermal Aux #2 から電力が供給されます。ディスプレイに「**THERMAL AUX 2 (MSD)**」と表示されることを確認してください。

- 3 数字キーを使用して新しい温度設定値を入力します。

体表的な設定値は 280 °C です。設定できる範囲は 0 °C から 350 °C です。設定値が大気温度より低いと接続部のヒーターがオフになります。

注意

お使いのカラムの最大許容温度を超えてはなりません。

注意

キャリアガスがオンになり、カラムから空気が除去されたことを確認してから、GC/MSD 接続部あるいは GC オープンを加熱してください。

- 4 **[Enter]** を押して新しい設定値をダウンロードします。

新しい設定値を現在のメソッドの一部にする場合、[メソッド (Method)] メニューの **[保存 (Save)]** をクリックしてください。それ以外の場合は、最初にメソッドが読み込まれたときに、メソッドのすべての設定値は GC キーボードから入力された設定値で上書きされます。

4

化学イオン化 (CI) モードでの操作

一般的なガイドライン	88
CI GC/MSD 接続部	89
CI MSD を動作させるには	91
EI ソースから CI ソースに切り換えるには	92
CI MSD を真空排気するには	93
CI 動作用にソフトウェアを設定するには	94
試薬ガス流量制御モジュールを動作させるには	96
メタン試薬ガス流量を設定するには	99
他の試薬ガスを使用するには	101
CI ソースから EI ソースに切り換えるには	105
CI オートチューニング	106
PCI オートチューニングを実行するには (メタンのみ)	108
NCI オートチューニングを実行するには (メタン試薬ガス)	110
PCI 性能を検証するには	112
NCI 性能を検証するには	113
高真空圧を監視するには	114

本章では化学イオン化 (CI) モードでの 5975 シリーズ CI MSD の操作に関する説明と情報を掲載しています。前章の情報の多くも関連しています。

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

ソフトウェアには、試薬ガス流量の設定および CI オートチューニングの実行のため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正の CI (PCI)、任意の試薬ガスを使用する負の CI (NCI) に対して提供されています。



一般的なガイドライン

- 常に最高純度のメタン（該当する場合は他の試薬ガス）を使用する。メタンは純度 99.99% 以上でなければならない。
- 常に MSD が EI モードで正常に稼動することを確認してから CI に切り替える。65 ページの「システム性能を検証するには」を参照。
- CI イオン源および GC/MSD 接続部の先端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、メタンの事前チューニング後に m/z 32 を確認します。

CI GC/MSD 接続部

CI GC/MSD の接続部 (図 20) 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導管です。分析器部分の右側に、O-リングシールを使ってボルトで固定されており、所定の位置に保護カバーがついています。

接続部の一方の端は、GC の側面を通してオープン内部に達します。この端はねじ山状で、ナットおよび口輪でカラムを接続できます。接続部のもう一方の端はイオン源にはめ込まれます。キャピラリーカラムの端の 1 から 2 mm が、ガイドチューブの端を抜けてイオン化室に達しています。

試薬ガスは接続部へと配管されます。接続アセンブリの先端はイオン化室まで達します。バネ仕掛けのシールは先端から試薬ガスが漏れるのを防ぎます。試薬ガスは接続部本体に入り、キャリアガスやイオン源のサンプルと混合されず。

接続部は、電気カートリッジヒーターによって加熱され、6890 シリーズの加熱部分 Thermal Aux #2 によって電源が供給され、制御されます。接続部温度は MSD ChemStation またはガスクロマトグラフのキーパッドから設定できます。接続部のセンサー (熱電対) が温度を監視します。

この接続部は CI MSD の EI 操作にも使用できます。

接続部は、250 °C から 350 °C の範囲内で動作させる必要があります。この制限に従って、接続部温度を GC オープン温度の最大値よりわずかに高くしますが、決してカラム温度の最大値を超えないようにしてください。

参照

41 ページ「GC/MSD 接続部にキャピラリーカラムを取り付けるには」。

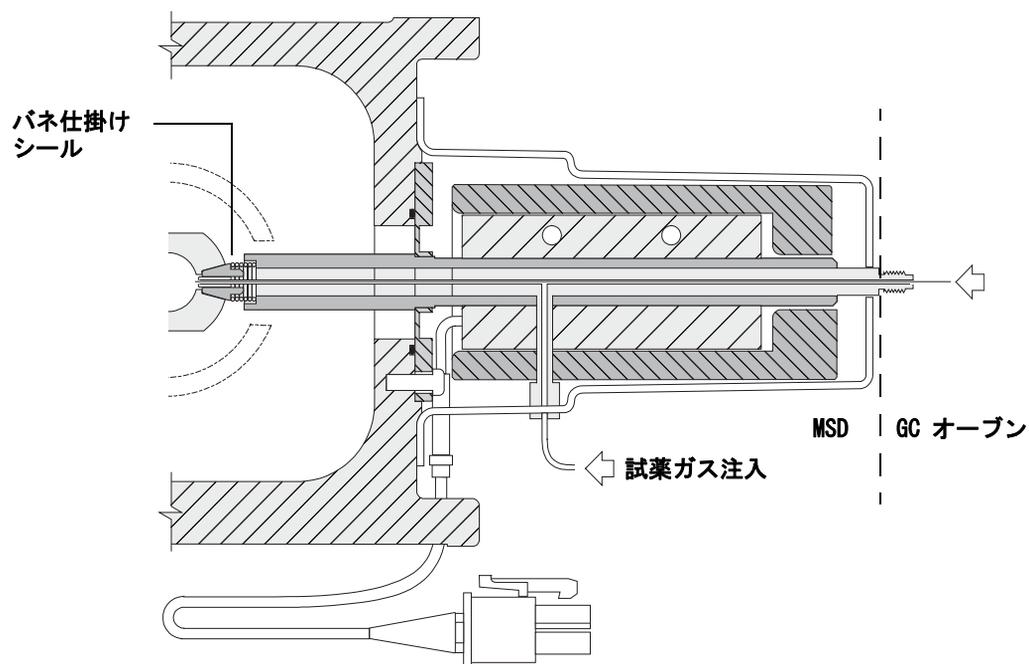
注意

接続部、GC オープンのどちらも、カラム温度の最大値を超えてはなりません。

警告

GC/MSD 接続部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) モードでの操作



カラムの端は、1 から 2 mm イオン化室に突き出しています。

図 20 CI GC/MSD 接続部

CI MSD を動作させるには

MSD を CI モードで動作させるのは、EI モードよりわずかに複雑です。チューニング後に、特定の検体に対する、ガス流量、ソース温度 (表 9)、および電子エネルギーの最適化が必要となる場合があります。

表 9 CI 動作の温度

	イオン源	四重極	GC/MSD 接続部
PCI	250 °C	150 °C	320 °C
NCI	150 °C	150 °C	280 °C

PCI モードでのシステムの開始

最初に PCI モードでシステムを立ち上げると、以下のことができます。

- 別の試薬ガスを使用する場合でも、最初はメタンで MSD をセットアップします。
- m/z 28 と 27 の比率 (メタン流量調整パネル) を見て接続部先端シールを確認します。
- m/z 19 (プロトン化した水) および 32 でイオンを監視してひどい空気漏れがあるか見分けます。
- MS が「実際の」イオンを発生し、バックグラウンドノイズを発生させていないことを確認します。

NCI モードでシステムの診断を行うのはほとんど不可能です。NCI モードでは、監視す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、また接続部とイオン容積部の間が十分に密封されているか見分けるのは困難です。

EI ソースから CI ソースに切り換えるには

注意

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

手順

- 1 MSD を通気します。71 ページ参照。
- 2 分析器を開きます。
- 3 EI イオン源を取り除きます。200 ページ参照。

注意

分析器のコンポーネントの静電放電はサイドボードに導かれます。静電放電は静電気に弱いコンポーネントを破損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。
175 ページの「[静電放電](#)」を参照。静電防止の予防措置を取ってから分析器部分を開けます。

- 4 CI イオン源を取り付けます。238 ページ参照。
- 5 接続部先端シールを取り付けます。239 ページ参照。
- 6 分析器を閉じます。
- 7 MSD を真空排気します。93 ページ参照。

CI MSD を真空排気するには

これらの作業はローカル制御パネルを使用しても実行できます。詳細については、『5973N/5975 Series MSD/ChemStation 入門』マニュアルを参照してください。

手順

- 1 EI MSD の説明に従います。80 ページの「MSD を真空排気するには」を参照。
ソフトウェアから接続部のヒーターおよび 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 真空ゲージがある場合は、調べて圧力が減少していることを確認します。
- 3 [シャットオフバルブ (Shutoff Valve)] を押して、ガスの供給と分離バルブを閉じます。
- 4 PCI4.U がロードされていることを確認し、温度設定値を受け入れます。
常に 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 接続部を 320 °C に設定してください。
- 6 ガス A を 20% に設定します。
- 7 少なくとも 2 時間システムをバークアウトして浄化します。NCI を稼動する場合、最良の感度を得るには、一晩中バークアウトをしてください。

CI 動作用にソフトウェアを設定するには

手順

- 1 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] ビューに切り換えます。
- 2 [ファイル (File)] メニューから [**チューニング読み込み (Load Tune Values)**] を選択します。
- 3 チューニングファイル **PCICH4.U** を選択します。
- 4 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。

チューニング値は 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、特定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 10 を参照してください。

注

これらの制限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でください。

表 10 デフォルトのチューニング制御の制限値 (CI オートチューニングでのみ使用)

試薬ガス	メタン		イソブタン		アンモニア	
	正	負	正	負	正	負
イオン両極性	正	負	正	負	正	負
アバundance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
最大放射電流、 μA	240	50	N/A	50	N/A	50
最大電子エネルギー、 eV	240	240	N/A	240	N/A	240

表 10 の注記：

- **N/A** 使用不可。メタン以外の試薬を使用して PCI モードで形成される PFDTD イオンはありません。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。
- **イオン両極性** 最初は必ずメタンを使用して PCI モードを開始し、その後、必要なイオン両極性および試薬ガスに切り換えてください。
- **アバundanceターゲット** 必要な信号アバundanceを得るため高低を調整します。信号アバundanceが高くなるとノイズアバundanceも高くなります。これは、メソッドに EMV を設定することにより、データ測定用に調整されます。
- **ピーク幅ターゲット** ピーク幅の値が高いと感度が高くなり、低いと解像度が高くなります。
- **最大放射電流** NCI の最適放射電流の最大値は化合物によって大きくかわるため、経験的に選択する必要があります。たとえば、農薬の最適放射電流は約 200 μA です。

試薬ガス流量制御モジュールを動作させるには

試薬ガス流量はソフトウェア（図 21）で制御できます。

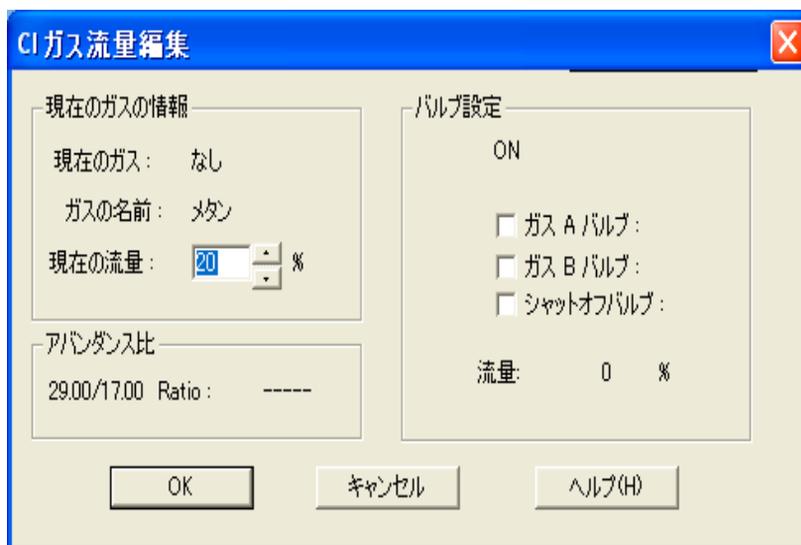


図 21 CI 流量制御

バルブ設定には以下の効果があります。

ガス A（または B）バルブ 現在のガス流量がある場合は、オフになります。システムでは現在のガスを 6 分間ガスラインから排出して、選択したガス（A または B）をオンにします。これによりライン内でのガスの混合が減少します。

シャットオフバルブ シャットオフバルブが選択されると、システムは現在のガス流量をオフにする一方で、分離バルブを（図 22）開いたままにします。これは、ラインに残存するガスを取り除くために行います。通常の排出時間は 6 分で、その後分離バルブは閉じられます。

流量制御ハードウェアは各ガスの流量設定値を記憶しています。どちらかのガスが選択された場合、制御ボードはそのガスが前回使用した同じ流量を自動的に設定します。

流量制御モジュール

CI 試薬ガス流量制御モジュール (図 22 および表 11) は CI GC/MSD 接続部への試薬ガスの流入を調整します。流量モジュールは、質量流量コントローラ (MFC)、ガス選択バルブ、CI キャリブレーションバルブ、分離バルブ、制御電子機器、および配管から構成されています。

背面パネルには、メタン用 (CH₄)、および **もう 1 つ**の試薬ガス用の Swagelok 注入口フィッティングがあります。ソフトウェアではそれぞれ **ガス A** および **ガス B** と表します。2 番目の試薬ガスを使用しない場合、分析器に空気が余分に入らないように **もう 1 つ**のフィッティングに栓をしてください。試薬ガスを 25 から 30 psi (170 から 205 kPa) で供給します。

分離バルブは、MSD 通気中は大気によって、また EI 動作中は PFTBA によって発生する、流量制御モジュールの汚染を防ぎます。

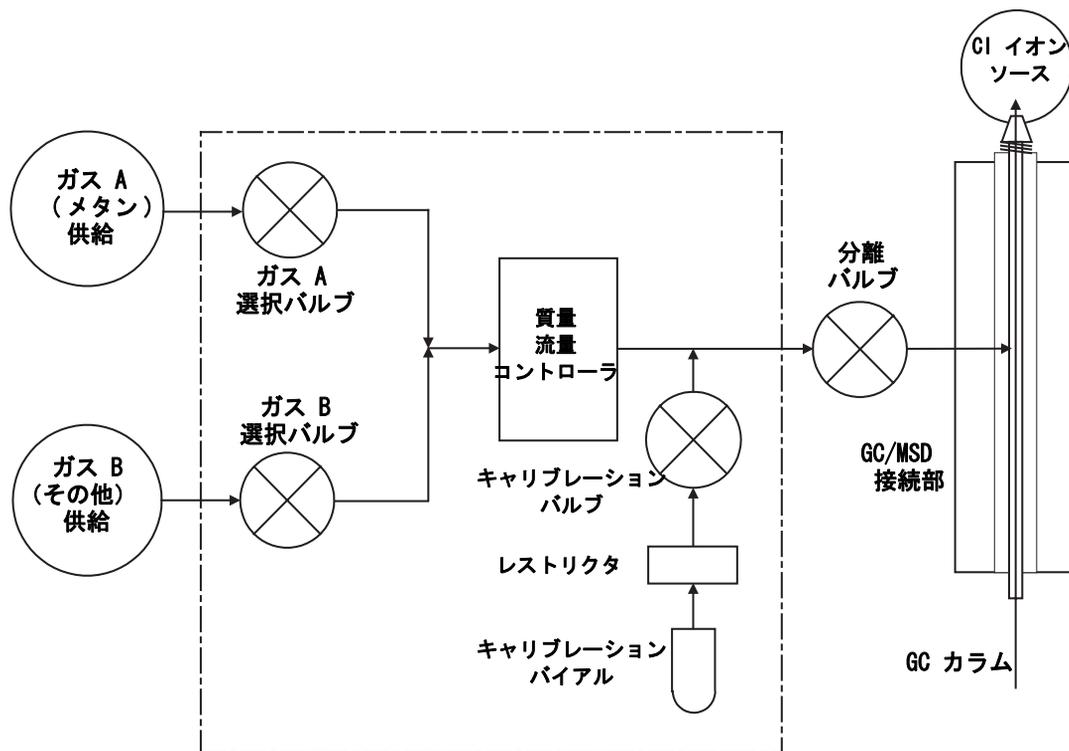


図 22 試薬ガス流量制御モジュール図

4 化学イオン化 (CI) モードでの操作

表 11 流量制御モジュール状態図

結果	ガス A 流量	ガス B 流量	浄化 ガス A で	浄化 ガス B で	排出 流量モ ジュール	予備、通気、 または EI モード
ガス A	オン	オフ	オン	オフ	オフ	オフ
ガス B	オフ	オン	オフ	オン	オフ	オフ
MFC	オン → 設定値	オン → 設定値	オン → 100%	オン → 100%	オン → 100%	オフ → 0%
分離バルブ	開	開	開	開	開	閉

メタン試薬ガス流量を設定するには

試薬ガス流量は CI システムのチューニング前に最大限安定するように調整されなければなりません。正化学イオン化モード (PCI) でメタンを使用して**初期**設定してください。負の試薬イオンは形成されることがないため、NCI で流量調整手順は利用できません。

メタン試薬ガス流量の調整は 3 段階で行います。流量制御を設定する、試薬ガスイオンを事前チューニングする、安定した試薬イオン比、たとえばメタンの場合、 m/z 28/27 に流量を調整する、の 3 段階です。

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。

注意

システムが 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通気された後は、MSD はチューニング前少なくとも 2 時間はベークアウトする必要があります。

手順

- 1 **[ガス A (Gas A)]** を選択します。チューニングウィザードからの指示に従ってください。
- 2 PCI/NCI MSD に対して流量を 20% に設定します。
- 3 真空ゲージコントローラを調べて正確な圧力を確認します。114 ページ参照。
- 4 [設定 (Setup)] メニューから **[メタンプレチューニング (Methane Pretune)]** を選択します。

メタン事前チューニングは、メタン試薬イオン比 m/z 28/27 の最適な監視となるように装置をチューニングします。

- 5 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 (図 23)。
 - m/z 32 でピークが現れないことを確認します。この場合のピークは空気漏れを意味します。そのようなピークがある場合、漏れを見つけて修繕してから次に進んでください。空気漏れの状態で CI モードの運転をすると、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) でのピークが m/z 17 でのピークの 50% 未満であることを確認します。
- 6 メタン流量調整を実行します。

4 化学イオン化 (CI) モードでの操作

注意

MSD に空気漏れあるいは大量の水があるにもかかわらず CI オートチューニングを続けると、イオン源がひどく汚染されます。汚染された場合、**MSD を通気し、さらにイオン源をクリーニングする必要があります。**

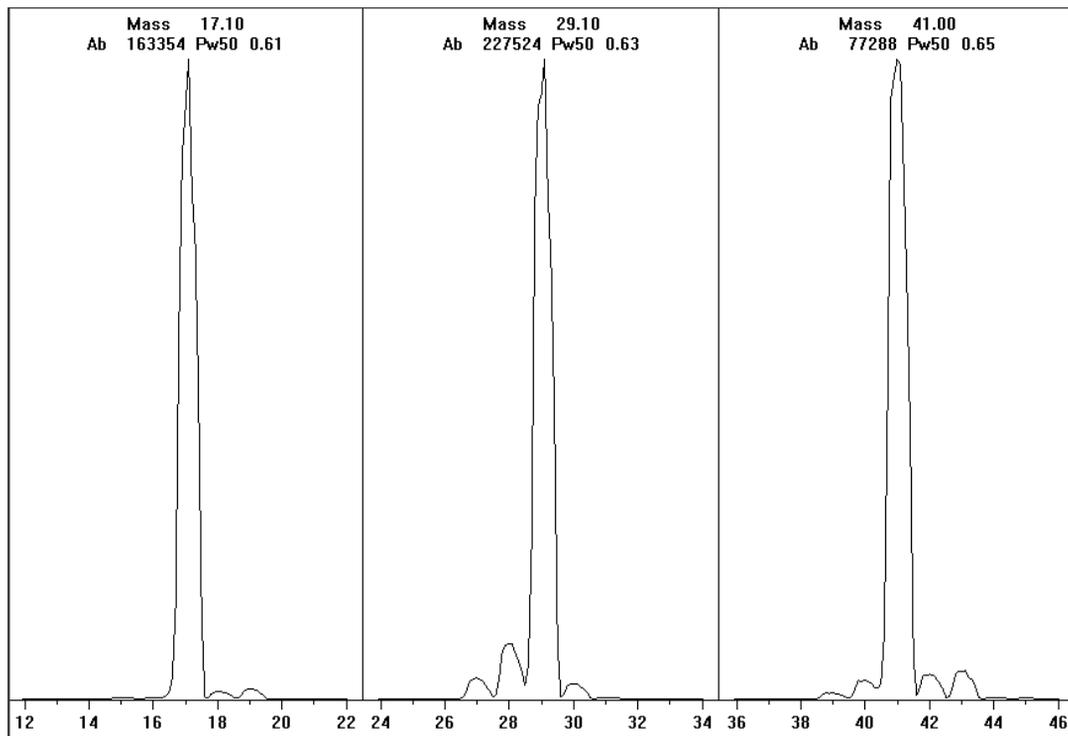


図 23 試薬イオンスキャン

ベークアウトを 1 日以上続けた後のメタンの事前チューニング

m/z 19 のアバンダンスが低いこと、 m/z 32 でピークが出現しないことに注目します。お使いの MSD はおそらく最初は水を多く示しますが、それでも m/z 19 のアバンダンスは m/z 17 の 50% 未満であるはずです。

他の試薬ガスを使用するには

本節では、試薬ガスとしてイソブタンまたはアンモニアを使用する場合の説明をします。メタン試薬ガスを使用した CI 装備の 5975 シリーズ MSD の操作に慣れてから、他の試薬ガスの使用を試みるようにしてください。

注意

試薬ガスとして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速に縮めることとなります。

メタンからイソブタンまたはアンモニアのどちらかに試薬ガスを変更すると、イオン化プロセスの化学反応が変化し別のイオンが生じます。発生する主な化学イオン化反応の概要については、付録 A「化学イオン化理論」で説明しています。化学イオン化の経験がない場合、上記の付録 A を読んでから次に進むことをお勧めします。

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 12 を参照してください。

4 化学イオン化 (CI) モードでの操作

表 12 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 EI/PCI/NCI MSD 高性能ターボポン 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。
- ・ 負試薬ガスイオンは形成されません。負モードで事前チューニングを行うには、17 (OH⁻)、35 (Cl⁻)、および 235 (ReO₃⁻) のバックグラウンドイオンを使用します。これらのイオンは試薬ガス流量の調整には使用できません。NCI に対して流量を 40% に設定し、必要なだけ調整をして使用するアプリケーション用に受け入れ可能な結果を得てください。

イソブタン CI

通常、イソブタン (C₄H₁₀) は、化学イオン化スペクトルに分裂が少ない方が望ましい場合、化学イオン化用に使用されます。これは、イソブタンのプロトン親和力がメタンより高いためです。このため、イオン化反応で変換されるエネルギーが少なくなります。

付加およびプロトン変換は、多くの場合イソブタンに関連するイオン化メカニズムです。サンプルそのものが、最優先されるメカニズムに影響を与えます。

アンモニア CI

通常、アンモニア (NH_3) は、化学イオン化スペクトルに分裂が少ない方が望ましい場合、化学イオン化に使用されます。これは、アンモニアのプロトン親和力がメタンより高いためです。このため、イオン化反応で変換されるエネルギーが少なくなります。

対象の化合物の多くがプロトンの親和力が不十分なため、アンモニア化学イオン化スペクトルは、 NH_4^+ の付加と、その後、場合によっては水が失われた結果、生じます。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 $\text{NH}_4(\text{NH}_3)_2^+$ に対応して m/z 18、35、および 52 で主なイオンを持ちます。

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

手順

- 1 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] ビューから、メタンと PFDTD を使用して標準の正 CI オートチューニングを実行します。
- 2 [設定 (Setup)] メニューで、**[CI チューニングウィザード (CI Tune Wizard)]** を選択し、プロンプトが表示されたら **[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 **[ガス B (Gas B)]** を選択します。チューニングウィザードからの指示とプロンプトに従って、ガス流量を 20% に設定します。
既存のチューニングファイルを使用する場合、既存値を上書きしたくないときは必ず新しい名前でもファイルを保存します。デフォルト温度および他の設定値を受け入れます。
- 4 [設定 (Setup)] 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ロードします。

4 化学イオン化 (CI) モードでの操作

注

以下のアプリケーションノートを必ず読んでください。『Implementation of Ammonia Reagent Gas For Chemical Ionization On 5973 MSDs』(5968-7844)。

注意

アンモニアを使用すると、MSD のメンテナンス要件に影響を与えます。詳細については、235 ページの「CI メンテナンス」を参照。

注意

アンモニア供給圧力は 5 psig 未満でなければなりません。圧力が高いとアンモニアが気体から液化します。

常にアンモニアを入れたタンクを、流量モジュールより低い位置で直立した状態に保ってください。カンあるいはビンにアンモニアを供給するチューブを巻いて、複数の垂直ループにします。これにより液体状のアンモニアが流量モジュールに入らないようになります。

アンモニアは真空ポンプの流動体やシールを破壊しがちです。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。

参考資料

242 ページ「アンモニアによるフォアラインポンプの損傷を最小限にする」

注意

1 日に 5 時間以上アンモニアを流している場合、ポンプシールへの損傷を最小限にするため、フォアラインポンプは少なくとも 1 日 1 時間、バラスト（空気で勢いよく流す）させなければなりません。アンモニアを流した後は、常にメタンで MSD を洗浄してください。

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% メタンを混合したものが、CI 試薬ガスとしてよく使用されます。これはアンモニアの化学イオン化を達成するには十分でありながら、アンモニアのマイナスの影響を最小限にします。

二酸化炭素 NCI

二酸化炭素は CI の試薬ガスとしてよく使用されます。可溶性、安全性に明らかな利点があります。

CI ソースから EI ソースに切り換えるには

手順

- 1 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] ビューから、MSD を通気します。71 ページ参照。ソフトウェアは適切な処理を指示します。
- 2 分析器を開きます。
- 3 CI 接続部先端シールを取り外します。239 ページ参照。
- 4 CI イオン源を取り除きます。238 ページ参照。
- 5 EI イオン源を取り付けます。212 ページ参照。
- 6 CI イオン源および接続部先端シールをイオン源収納箱に収納します。
- 7 MSD を真空排気します。80 ページ参照。
- 8 EI チューニングファイルを読み込みます。

注意

分析器または分析器部分の内側にある他の部品を扱うときは常に清潔な手袋を着用してください。

注意

分析器のコンポーネントの静電放電はサイドボードに導かれます。静電放電は静電気に弱いコンポーネントを破損する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを身に付け、その他の静電防止の予防措置を取ってから分析器部分を開けます。
175 ページ参照。

CI オートチューニング

試薬ガス流量を調整した後、MSD のレンズおよび電子機器をチューニングする必要があります (表 13)。ペルフルオロ-5,8-ジメチル-3,6,9-トリオキシドデカン (PFDTD) がキャリブメントとして使用されます。PFDTD は真空区域全体に溢れさせずに、ガス流量制御モジュールによって GC/MSD 接続部を通して直接イオン化室に導かれます。

注意

ソースが 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通気された後は、MSD はチューニング前に洗浄して、少なくとも 2 時間はベークアウトする必要があります。最適な感度が要求されるサンプルを分析する前には、長めにベークアウトすることをお勧めします。

正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。

チューニング性能の基準はありません。CI オートチューニングが完了したら、成功です。

しかし、2600 V 以上の EM 電圧 (電子増倍管電圧) には問題があります。使用するメソッドが +400 の EM 電圧設定を必要とする場合、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

常に EI での MSD 性能を確認してから CI 動作に切り換えてください。[65 ページ](#)を参照してください。NCI を実行する場合でも、最初は常に PCI モードで CI MSD をセットアップしてください。

表 13 試薬ガス設定

試薬ガス	メタン		イソブタン		アンモニア		EI
イオン両極性	正	負	正	負	正	負	N/A
放射	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	70 eV					
フィラメント	1	1	1	1	1	1	1 or 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	90 V					
入射ロレンズオフセット	20 V	25 V					
EM 電圧	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200
分離バルブ	Open	Open	Open	Open	Open	Open	Closed
ガス選択	A	A	B	B	B	B	None
推奨流量	20%	40%	20%	40%	20%	40%	N/A
ソース温度	250 $^{\circ}$ C	150 $^{\circ}$ C	250 $^{\circ}$ C	150 $^{\circ}$ C	250 $^{\circ}$ C	150 $^{\circ}$ C	230 $^{\circ}$ C
四重極温度	150 $^{\circ}$ C						
接続部温度	320 $^{\circ}$ C	280 $^{\circ}$ C	320 $^{\circ}$ C	280 $^{\circ}$ C	320 $^{\circ}$ C	280 $^{\circ}$ C	280 $^{\circ}$ 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。

PCI オートチューニングを実行するには (メタンのみ)

注意

常に EI での MSD 性能を確認してから CI 動作に切り換えてください。[65 ページ](#)を参照してください。NCI を実行する場合でも、最初は常に PCI モードで CI MSD をセットアップしてください。

手順

- 1 最初に MSD が EI モードで正しく稼働することを確認します。[65 ページ](#)参照。
- 2 **PCI CH4.U** チューニングファイル (または使用する試薬ガス用の既存チューニングファイル) をロードします。

既存のチューニングファイルを使用する場合、既存値を上書きしたくないときは必ず新しい名前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。[99 ページ](#)参照。
- 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。

注意

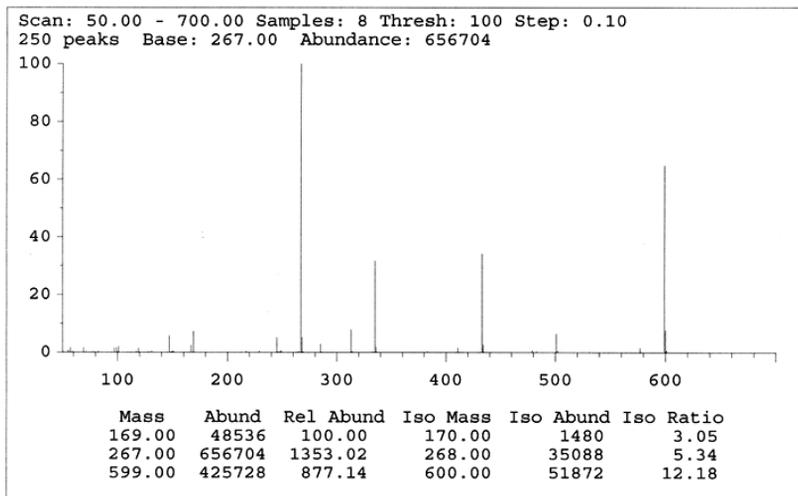
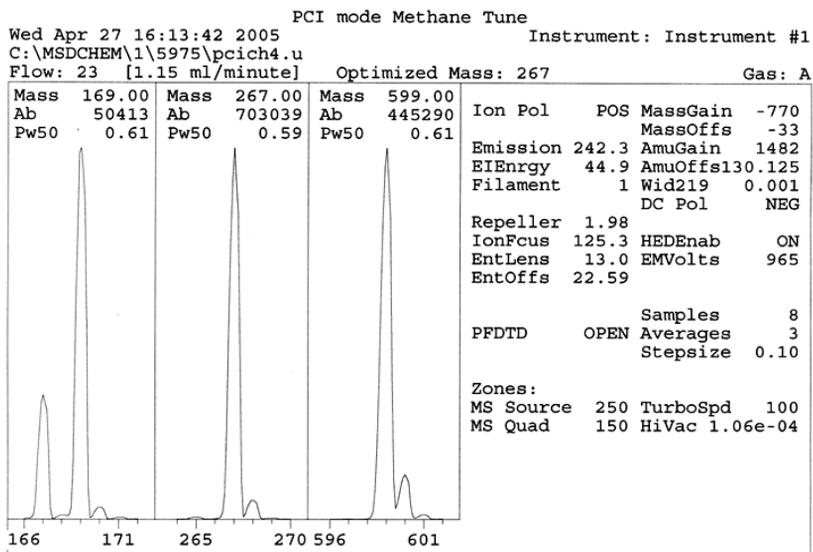
必要以上に頻繁にチューニングを行わないでください。PFDTD バックグラウンドノイズを最小限に抑え、イオン源の汚染を防ぐことができます。

チューニング性能の基準はありません。オートチューニングが完了したら、成功です (図 24)。しかし、チューニングで電子増倍管電圧 (EM 電圧) に 2600 V 以上の値を設定する場合、使用するメソッドが EM 電圧に「+400」以上の値を設定すると、データ測定がうまくいかないことがあります。

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せん。

19/29 比は水のアバンダンスを示します。

32/29 比は酸素のアバンダンスを示します。



CI Reagent Ions: 17/29 Ratio: 0.43 19/29 Ratio: 0.09 32/29 Ratio: 0.00
 28/27 Ratio: 4.0 28/29 Ratio: 0.08
 41/29 Ratio: 0.36 29 Abundance: 1223168 counts

図 24 PCI オートチューニング

NCI オートチューニングを実行するには (メタン試薬ガス)

注意

常に EI での MSD 性能を確認してから CI 動作に切り換えてください。65 ページ参照。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)] ビューから、**NCI CH4. U** (または使用する試薬ガス用の既存チューニングファイル) をロードします。
- 2 [設定 (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ときは必ず新しい名前でも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

絶対に必要な場合を除いて、チューニングを行わないでください。PFDTD バックグラウンドノイズを最小限に抑え、イオン源の汚染を防ぐことができます。

チューニング性能の基準はありません。オートチューニングが完了したら、成功です (図 25)。しかし、チューニングで電子増倍管電圧 (EM 電圧) に 2600 V 以上の値を設定する場合、使用するメソッドが EM 電圧に「+400」以上の値を設定すると、データ測定がうまくいかないことがあります。

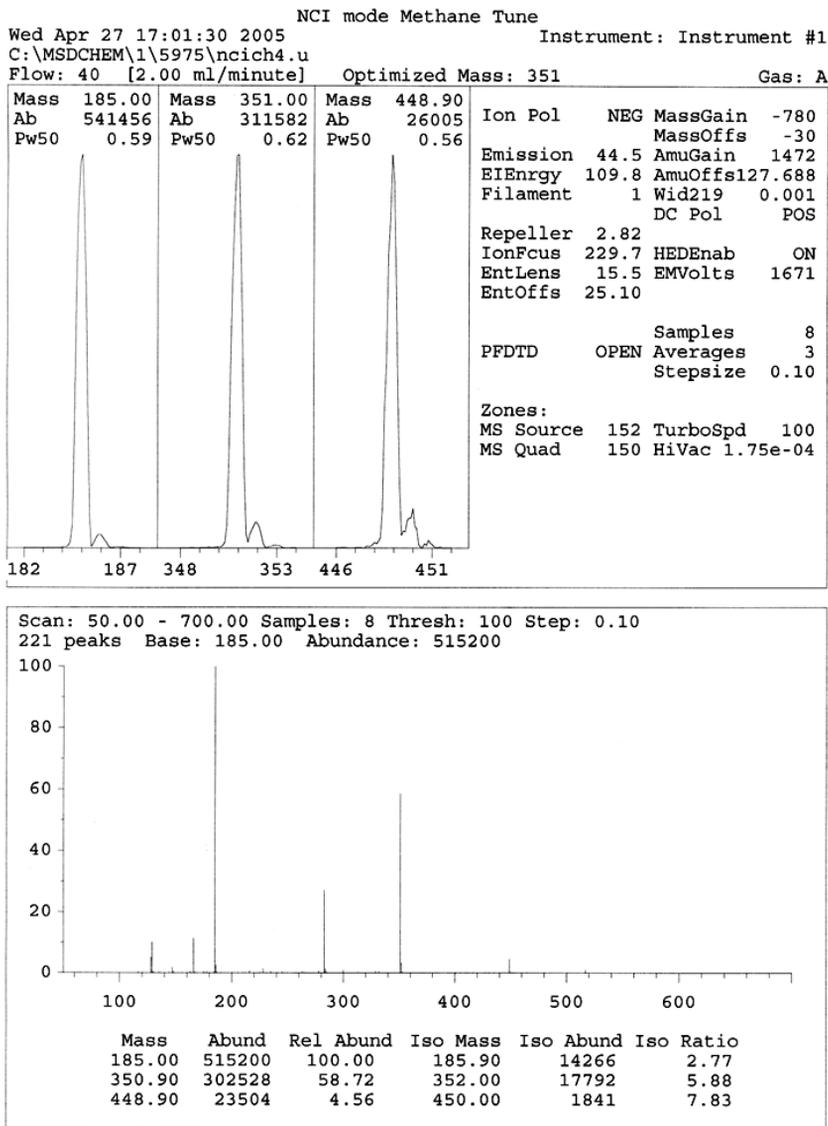


図 25 NCI オートチューニング

PCI 性能を検証するには

必要な材料

- ・ ベンゾフェノン、100 pg/ μ L (8500-5440)

注意

常に EI での MSD 性能を確認してから CI 動作に切り換えてください。65 ページ参照。NCI を実行する場合でも、最初は必ず CI モードで CI MSD をセットアップします。

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 **PCI04.U** チューニングファイルがロードされていることを確認します。
- 3 **[ガス A (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 (Tune and Vacuum Control)]** ビューで CI 設定を実行してください。106 ページ参照。
- 5 CI オートチューニングを実行してください。106 ページ参照。
- 6 100 pg/ μ L ベンゾフェノンを 1 μ L 使用して、PCI 感度メソッド **BENZ_PCI.M** を実行します。
- 7 システムが公開されている感度の仕様に準拠していることを確認します。

参考資料

- ・ 『Agilent 5975 Inert GC/MS System Data Sheet』 (5989-3012EN)

NCI 性能を検証するには

この手順は EI/PCI/NCI MSD のみに有効です。

必要な材料

- ・ オクタフルオロナフタレン (OFN)、1 pg/μL (5188-5348)

注意

常に EI での MSD 性能を確認してから CI 動作に切り換えてください。65 ページ参照。NCI を実行する場合でも、最初は必ず CI モードで CI MSD をセットアップします。

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 **NCI.CH4.U** チューニングファイルをロードし、温度設定値を受け入れます。
- 3 **[ガス A (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 (Tune and Vacuum Control)]** ビューで CI オートチューニングを実行します。110 ページ参照。

CI モードのオートチューニングには「成功」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、成功です。

- 5 1 pg/μL OFN を 1 μL 使用して、NCI 感度メソッド OFN_NCI.M を実行します。
- 6 システムが公開されている感度の仕様に準拠していることを確認します。

参考資料

『Agilent 5975 Inert GC/MS System Data Sheet』 (5989-3012EN)

高真空圧を監視するには

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、水素が分析器部分に蓄積した可能性がある間は、マイクロイオン真空ゲージをオンにしないでください。24 ページ「[水素の安全性](#)」を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。

手順

- 1 MSD を立ち上げ、真空排気します。93 ページ参照。
- 2 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] ビューで、[真空 (Vacuum)] メニューから **[真空ゲージのチューニングオン/オフ (Tune Vacuum Gauge On/Off)]** を選択します。
- 3 [装置コントロール (Instrument Control)] ビューで、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 (Manual Tune)] 画面で読み取ることができます。

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

動作圧力に最も大きな影響を与えるのはキャリアガス (カラム) の流量です。[表 14](#) に、ヘリウムキャリアガスのさまざまな流量に対する代表的な圧力値の一覧を記載しています。これらの圧力は概算値で、装置によって変わります。

代表的な圧力値

G3397A マイクロイオンゲージを使用します。質量流量コントローラはメタン用に補正され、真空ゲージは窒素用に補正されている点に注意してください。これらの値は正確ではありませんが、代表的な測定値の指針とするために記載されています。(表 14)。これらの値は以下の条件の組み合わせで必要とされます。これらは代表的な PCI 温度である点に注意してください。

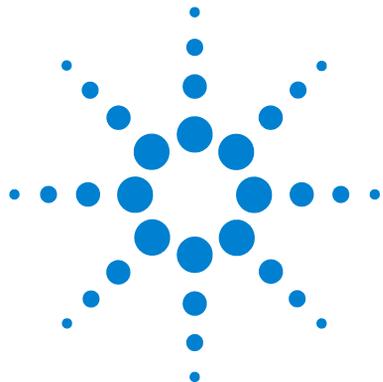
ソース温度	250 °C
四重極温度	150 °C
接続部温度	320 °C
ヘリウムキャリアガス流量	1 mL/分

表 14 流量値および圧力値

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

使用するシステムの動作条件下での測定に習熟して、真空またはガス流量の問題を示唆する変化を監視してください。測定値は MDS およびゲージコントローラによって 30% も異なります。

4 化学イオン化 (CI) モードでの操作



5

一般的なトラブルシューティング

トラブルシューティングのヒントとコツ	118
一般的な症状	119
クロマトグラフの症状	121
マススペクトルの症状	126
圧力の症状	130
温度の症状	133
エラーメッセージ	135
空気漏れ	141
汚染	142

使用する MSD で発生する問題の症状および原因を特定する方法です。

本章は、5975 シリーズ MSD を使用するユーザーが経験する多くの共通する症状および考えられる原因を説明するクイックリファレンスです。CI に固有の問題に対するヘルプは 145 ページ「[CI トラブルシューティング](#)」を参照してください。各症状に対して、考えられる 1 つ以上の原因が記載されています。一般的に、最初に記載されている原因は、最も可能性の高い原因**または** 確認、修正しやすい原因です。

注

本章には、記載した可能性のある原因に対する修正処置は含まれていません。必要な修正処置によっては、正しく実行されないと危険な場合があるからです。正しい手順と関連する危険性に確信がない場合、修正処置を行わないでください。詳細な情報については、オンラインヘルプの「[トラブルシューティング](#)」の節および本マニュアルの他の章を参照してください。

本章およびオンラインヘルプの内容では問題の診断には不十分と分かった場合は、Agilent Technologies サービス担当者に連絡をしてください。



トラブルシューティングのヒントとコツ

ルール 1: 「何が変わったかを探す」

多くの場合、問題点は人間の行動によって偶発的にもたらされます。システムに支障が出るたびに、あらたな問題点が発生する可能性があります。

- メンテナンス後に MDS を真空排気した場合、空気漏れまたは誤ったアセンブリを疑ってください。
- キャリアガスまたはヘリウムガスの清浄機を交換したばかりであれば、空気漏れ、あるいは汚染されたまたは正しくないガスを疑ってください。
- GC カラムを交換したばかりであれば、空気漏れ、あるいは汚染されたまたはブリードしているカラムを疑ってください。

ルール 2: 「複雑にしてわからない場合は単純に戻る」

複雑な作業は実行が困難であるだけでなく、トラブルシューティングも困難です。サンプルの検出が難しければ、オートチューニングがうまくいっているか確認します。

ルール 3: 「分割すればうまくいく」

この方法は「折半法」トラブルシューティングとして知られています。問題をシステムの部分に分離さえできれば、より容易に問題を発見できます。

- 空気漏れの原因が GC あるいは MSD のどちらである調べるために、MSD を通気し、カラムを取り除き、空の接続部口輪を取り付けることができます。漏れがなくなれば、GC に原因があったことが分かります。

一般的な症状

この節では GC/MSD システムを最初に調整するときに見られる症状について説明します。これらのすべての症状はシステムの動作を妨げるものです。

GC が動作しない。

GC のスイッチを入れても何の動作もしません。GC ファンが動作せず、キーパッドの表示も点灯しません。

- GC 電源ケーブルが外れている
- 電気コンセントに電圧がかかっていない、あるいは不適當な電圧
- GC のヒューズが飛んでいる
- GC 電源が正常に動作していない

MSD が動作しない

MSD のスイッチを入れても何の動作もしません。フォアラインポンプが開始しません。高真空ポンプ用の冷却ファンが動作しません。ローカル制御パネルが作動しません。

- MSD 電源ケーブルが切り離されている
- 電気コンセントに電圧がかかっていない、あるいは不適當な電圧
- 主要なヒューズが飛んでいる
- MSD 電子機器が正常に動作していない

フォアラインポンプが動作していない

MSD には電源が供給されている（ファンが動作しコントロールパネルが点灯している）が、フォアラインポンプが動作していません。

- 大規模な空気漏れ（通常分析器のドアが開いている）が原因で真空排気が不成功。249 ページの「[真空排気の失敗による停止](#)」を参照。MSD の電源を入れ直してこの状態の回復が必要。
- フォアラインポンプの電源コードが切り離されている
- フォアラインポンプの異常
- フォアラインポンプの電源スイッチを確認する

MSD は動作するが次はフォアラインポンプが停止する

システムが正常に真空排気しない場合、MSD はフォアラインポンプおよび高真空ポンプの両方を停止します。これは通常大規模な空気漏れが原因です。側板が正しくシールされていないか、通気バルブが開いています。この機能は、フォアラインポンプが、分析器およびポンプを損傷する可能性のあるシステムからのエアの吸引をしないよう、防止するのに役立っています。

249 ページの「[真空排気の失敗による停止](#)」を参照。MSD の電源を入れ直してこの状態の回復が必要。

ローカル制御パネルに「サーバーが見つからない」と表示

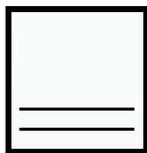
- MSD と ハブ間、あるいはハブと PC 間の LAN ケーブルが接続されていない
- PC が動作していない
- [いいえ / 取り消し (No/Cancel)] キーを 5 秒間押さえると、エラーを迂回してユーザーはローカル制御パネルを見ることができます。

クロマトグラフの症状

データ測定で発生したクロマトグラムの中で発見できる症状があります。一般に、これらの症状によってお使いの GC/MSD システムが動作できなくなるものではありません。しかし、測定しているデータが最良のデータではないことを意味しています。これらの症状は装置の故障が原因である場合もありますが、多くは不正確なクロマトグラフ技術が原因です。

感度が低い、再現性が乏しい、の 2 つの症状がある場合、マススペクトルデータにも適用してください。

ピークがない



分析結果にクロマトグラフのピークが見られず、フラットなベースラインノイズまたは小さなノイズだけが見られる場合、自動チューニングプログラムの 1 つを実行します。MSD のチューニングが成功する場合、問題はほとんど GC に関係します。MSD のチューニングが成功しない場合、問題の多くは MSD にあります。

チューニングは成功

- サンプルの濃度が正しくない
- 検体がない
- ALS からシリンジが欠けている、あるいは正しく取り付けられていない
- スプリットレスモードではなく、スプリットモードで誤って行われた注入
- 空、あるいはほとんど空のサンプルバイアル
- GC 注入口の汚れ
- GC 注入口の漏れ*
- GC 注入口のカラムナットの緩み*

* これらは GC の障害状態の原因となる可能性があり、GC が動作しなくなります。

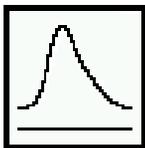
チューニングは失敗

- キャリブレーションバイアルが空
- フォアライン または分析器部の過度の圧力

5 一般的なトラブルシューティング

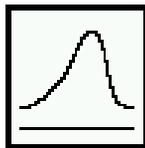
- ・ イオン源が非常に汚れている
- ・ キャリブレーションバルブが正しく動作していない
- ・ 信号ケーブルの接続が不良
- ・ フィラメントが機能していない、あるいは正しく接続されていない
- ・ イオン源配線接続が不良
- ・ 検出器の配線接続が不良
- ・ 電子増倍管電圧ホーンが機能していない

ピークのテーリング



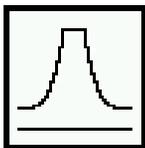
- ・ サンプルパスに活動中の部位がある
- ・ 注入が多すぎる
- ・ GC 注入口温度が正しくない
- ・ カラム流量が不十分
- ・ GC/MSD 接続部温度が低すぎる
- ・ イオン源温度が低すぎる

ピークのフロンティング



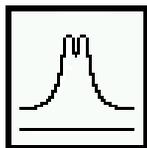
- ・ カラムフィルムの厚さが検体の凝縮度と合っていない (カラム過負荷)
- ・ 初期オープン温度が低すぎる
- ・ サンプルパスに活動中の部位がある
- ・ 注入が多すぎる
- ・ GC 注入口圧力が高すぎる
- ・ カラム流量が不十分

ピークの頂上が平ら



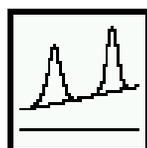
- ・ 溶媒の遅延が不十分
- ・ 表示のメモリが不適當
- ・ 注入が多すぎる
- ・ 電子増倍管電圧が高すぎる

ピークの頂上が割れている



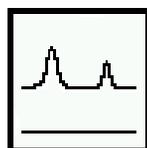
- ・ 注入方法が不適切
- ・ 注入が多すぎる

ベースラインの傾きが上がっている



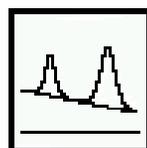
- ・ カラムブリード
- ・ 他の汚染

ベースラインが高い



- ・ カラムブリード
- ・ 他の汚染
- ・ 電子増倍管電圧が高すぎる

ベースラインの傾きが下がっている

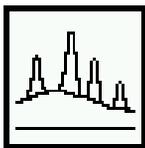


ベースラインの傾きが下がっているのは汚染が押し流されていることを示しています。ベースラインが許容レベルになるまで待ちます。共通する原因は以下のとおりです。

- ・ 前の通気で残った空気と水
- ・ カラムブリード
- ・ セプタムブリード
- ・ スプリットレス注入時間が長すぎる（注入口が適切に掃きだされていないため、カラムの溶媒が過剰になり、溶媒の崩壊が遅くなる）

5 一般的なトラブルシューティング

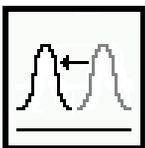
ベースラインがぶらつく



- キャリアガス供給圧力が不十分*
- 流量または圧力の調整器が故障*
- GC 注入口の断続的な漏れ

* これらは GC の障害状態の原因となる可能性があり、GC が動作しなくなります。

すべてのピークのリテンションタイム短く横滑り



- カラムが短くなった
- オープンの初期温度が上がった
- カラムが古くなった

すべてのピークのリテンションタイム長く横滑り



- カラム流量が減少した
- オープンの初期温度が下がった
- サンプルパスに活動中の部位がある
- GC 注入口の漏れ*

* これは GC の障害状態の原因となる可能性があり、GC が動作しなくなります。

感度の低下

- チューニングが不適當
 - チューニングファイルが分析の種類に合わない
 - リペラ電圧が低すぎる
 - 不適切な温度（オープン、GC/MSD 接合部、イオン源または質量フィルタ）
 - サンプルの濃度が正しくない
 - GC 注入口の漏れ*
 - GC 注入口の汚れ
 - スプリット比が不適切
 - スプリットレスモードの浄化時間が短すぎる
 - MSD の圧力超過
 - 汚れたイオン源
 - 空気漏れ
 - フィラメント動作の劣化
 - 検出器（HED 電子増倍管電圧）が正常に働かない
 - 質量フィルタの両極性が不適切
- * これは GC の障害状態の原因となる可能性があり、GC が動作しなくなります。

再現性が乏しい

- 汚れたシリンジの針
 - GC 注入口の汚れ
 - GC 注入口の漏れ*
 - 注入が多すぎる
 - カラム接続が緩んでいる
 - 圧力、カラム流量および温度の変動
 - 汚れたイオン源
 - 分析器の接続の緩み
 - グラウンドループ
- * これは GC の障害状態の原因となる可能性があり、GC が動作しなくなります。

マススペクトルの症状

この節ではマススペクトルで見られる症状について説明します。これらの症状はサンプルのマススペクトルで現れるものもあります。チューニングレポートでのみ見られるものもあります。これらの症状の中にはオペレータが修正できる原因もあります。しかし、Agilent Technologies サービス担当者が必要な症状があります。

クロマトグラフの症状で掲載された 2 つの症状、*感度が低い場合* および *再現性が低い場合*は マススペクトルにも適応してください。

ピークがない

- ・ イオン源ケーブルが接続されていない
- ・ 検出器との接続が不良
- ・ HED 電源出力ケーブルが機能していない
- ・ 他の電子機器が機能しない

同位元素が欠損している、または同位元素比が正しくない

- ・ ピークが広すぎる、または狭すぎる
- ・ スキャン速度が速すぎる (スキャンモード)
- ・ 滞留時間が短すぎる (SIM モード)
- ・ 電子増倍管電圧が高すぎる
- ・ リペラ電圧が高すぎる
- ・ 高いバックグラウンド
- ・ 汚れたイオン源

高いバックグラウンド

- ・ 分析器部分の圧力が高すぎる
- ・ 空気漏れ
- ・ 汚染

m/z 18、28、32、および 44 または m/z 14 および 16 で高アバンドランス

- ・ システムは最近通気された（空気および水の残余）
- ・ 空気漏れ。 m/z 14 および 16 の大きなピークが、特に大きなリークの症状を示す。

質量の指定が不適切

質量ピークの頂上で形が少し変化すると質量の指定で、0.1 m/z 移動する原因になります。0.2 m/z より大きく移動すると故障の可能性を示しています。

- ・ MSD が熱平衡に達するには十分な時間でない
- ・ 実験室温度の大きな変化
- ・ MSD は最近チューニングされていない、または動作中の温度でチューニングされていない
- ・ 不適当なチューニングファイル（不適当なパラメータ）

ピークに前駆物質がある

チューニングレポートにはチューニング質量の前駆物質の大きさが掲載されます。前駆物質が少ないのは異常ではありません。前駆物質が使用するアプリケーションで受け入れられないほど多い場合、以下の原因のどれかである可能性があります。

- ・ リペラ電圧が高すぎる
- ・ ピークが広すぎる
- ・ 四重極質量フィルタの DC 両極性が誤っている
- ・ 四重極質量フィルタが汚れている

ピーク幅が一定でない

- ・ MSD が熱平衡に達するには十分な時間でない
- ・ 実験室温度の大きな変化
- ・ チューニングが不適当
- ・ キャリブレーションバイアルが空かほとんど空
- ・ キャリブレーションバルブが正しく動作していない
- ・ 汚れたイオン源

5 一般的なトラブルシューティング

- 電子増倍管の有効寿命がつきようとしている
- グラウンドループの問題

m/z 502 の相対アバンダンス が 3% 未満

オートチューニングでは、 m/z 502 相対アバンダンスを 3% より大きくする必要があります。しかし m/z 502 の相対アバンダンスは、カラム流量、イオン源温度および他の変数によって大きく異なります。相対アバンダンスが 3% より大きいのであれば、相対アバンダンスの安定性が絶対値より重要です。動作パラメータを固定しても m/z 502 の相対アバンダンスに大きな変化が見られる場合、問題が発生している可能性があります。MSD ChemStation ソフトウェアのチャートが変化を特定する際に有効です。[装置コントロール (Instrument Control)] ビューの [チェックアウト (Checkout)] メニューから [チューニング表示 (View Tunes)] を選択します。

m/z 502 の低い*相対*アバンダンスと、高質量での*絶対*アバンダンスを混同しないでください。たとえ m/z 502 の相対アバンダンスが 3% に近ければ、高質量での感度が優れていることがあります。お使いの MSD が高質量で低い絶対アバンダンスを生成する場合、*高質量感度が低い*の症状を参照してください。

オートチューニング以外のチューニングプログラムは異なる相対アバンダンスターゲットを持ちます。 m/z 502/69 の比率が約 0.8% を達成するために、DFTPP および BFB ターゲットチューニングプログラムが 5975 シリーズ MSD をチューニングします。

- チューニングプログラムおよびチューニングファイルは異なる相対アバンダンスターゲットを持ちます (3% だけオートチューニングを適用)
- MSD のウォームアップおよび真空排気をする時間が十分でない
- 分析器部分の圧力が高すぎる
- イオン源の温度が高すぎる
- カラム (キャリアガス) 流量が高すぎる
- フィラメント動作の劣化
- 汚れたイオン源
- 空気漏れ
- 四重極質量フィルタの DC 両極性が誤っている

スペクトルが他の MSD で得たスペクトルと異なるように見える

イオン比率は、旧モデルの MSD のイオン比率とは異なります。これは HED 検出器が原因ですが、正常です。旧型の MSD に似たスペクトルを得るには、[マニュアルチューニング (Manual Tune)] ビューにある**標準スペクトルチューニング**を使用してください。このチューニングの実行には、[オートチューニング (Autotune)] よりはるかに時間がかかる点に注意してください。

高質量感度が低い

これは質量範囲の上限値で**絶対**アバンダンスが低い状態を表しています。絶対アバンダンスは m/z 502 から m/z 69 の**相対**アバンダンス (パーセント) と混同しないでください。たとえ m/z 502 の相対アバンダンスが低い場合でも、高質量での感度は良い場合があります。

- 間違ったチューニングプログラム
- 間違ったチューニングファイル
- リペラ電圧が低すぎる
- MSD のウォームアップおよび真空排気をする時間が十分でない
- 分析器部分の圧力が高すぎる
- カラム (キャリアガス) 流量が高すぎる
- フィラメント動作の劣化
- 汚れたイオン源
- 空気漏れ
- 四重極質量フィルタの DC 両極性が誤っている

圧力の症状

本節では異常な圧力値およびその考えられる原因について説明します。本節での説明の症状は代表的な圧力に基づいています。代表的なカラム流量 (0.1 ~ 2.0 mL/minute) では、フォアライン圧力はおよそ 20 から 100 mTorr です。分析器部分の圧力はおよそ 1×10^{-6} から 1.4×10^{-4} Torr です。これらの圧力は装置によって大きく異なります。このため、所定のキャリアガス流量で使用する装置の一般的な圧力に精通していることが大変重要です。

ターボポンプはその速度によって制御され、フォアライン圧力ゲージを持っていません。お使いのシステムにオプションでゲージコントローラが取り付けられている場合は、分析器部分の圧力だけが測定できます。

フォアライン圧力が高すぎる

所定のカラム流量が見られる圧力が時間とともに増大した場合、以下のことを確認してください。

- カラム (キャリアガス) 流量が高すぎる
- 空気漏れ (通常側板が押し込まれていない、またはベントバルブが開いている)
- フォアラインポンプのオイルレベルが低い、またはオイルが汚染されている
- フォアラインホースが締め付けられている
- フォアラインポンプが正常に動作しない

分析器部の圧力が高すぎる (EI 動作)

観測した圧力がおよそ 1.0×10^{-4} Torr である場合、あるいは所定のカラム流量で観測した圧力が時間とともに増加した場合、以下のことを確認してください。

- カラム (キャリアガス) 流量が高すぎる
- 空気漏れ
- フォアラインポンプが正常に動作しない (「フォアライン圧力が高すぎる」を参照)
- ターボポンプが正常に動作しない

フォアライン圧力が低すぎる

観測した圧力が 20 mTorr より低い場合、以下のことを確認してください。

- ・ カラム（キャリアガス）流量が低すぎる
- ・ ナットの締めすぎでカラムが押し込まれて碎かれた
- ・ キャリアガスの供給が止まる、または不十分*
- ・ キャリアガスチューブが曲がり、あるいは締め付けられた*
- ・ フォアラインゲージが正常に動作しない

* これらは GC の障害状態の原因となる可能性があり、GC が動作しなくなります。

分析器部の圧力が低すぎる

観測した圧力が 1×10^{-6} Torr より低い場合、以下のことを確認してください。

- ・ カラム（キャリアガス）流量が低すぎる
- ・ ナットの締めすぎでカラムが押し込まれて碎かれた
- ・ キャリアガスの供給が止まる、または不十分*
- ・ キャリアガスチューブが曲がり、あるいは締め付けられた*

* これらは GC の障害状態の原因となる可能性があり、GC が動作しなくなります。

ゲージコントローラが 9.9+9 と表示後に画面が消える

分析器部分の圧力がおよそ 8×10^{-3} Torr であることを示しています。

- ・ オンカラム注入の溶媒ピーク
- ・ MSD は真空排気する時間が十分でない
- ・ フォアライン圧力が過度
- ・ 真空ゲージが故障した
- ・ 線間電圧が低すぎる
- ・ ターボポンプが正常に動作しない

5 一般的なトラブルシューティング

ゲージコントローラのパワーインジケータが点灯しない

- ゲージコントローラの電源コードが引き抜かれている
- 電圧が不適當 (24V 電源)
- ゲージコントローラのヒューズが機能しない

温度の症状

MSD には 3 つの加熱部があります。

- ・ イオン源 (MSD ChemStation ソフトウェアでは**ソース**)
- ・ 質量フィルタ (MSD ChemStation ソフトウェアでは**四重極**)
- ・ GC/MSD 接続部 (MSD ChemStation ソフトウェアでは**Thermal Aux #2**)

各加熱部にはヒーターおよび温度センサがあります。イオン源および質量フィルタは MSD から電源が供給され、制御されます。GC/MSD 接続部は GC から電源が供給され、制御されます。

イオン源が温まらない

- ・ 高真空ポンプが停止しているか、通常の動作条件に達していない*
- ・ 温度設定値が不適當
- ・ イオン源が温度設定値に達する時間が十分でない
- ・ イオン源ヒーターカートリッジが接続されていない*
- ・ イオン源温度センサが接続されていない*
- ・ イオン源ヒーターが機能しない (焼きついた、あるいはグラウンドにショートした)
- ・ イオン源温度センサが機能しない*
- ・ ソース電源ケーブルが側板に接続されていない*
- ・ MSD 電子機器が正常に動作していない

* これらはエラーメッセージを出す原因となります。

質量フィルタ (四重極) のヒーターが温まらない

- ・ 高真空ポンプが停止しているか、通常の動作条件に達していない*
- ・ 温度設定値が不適當
- ・ 質量フィルタが温度設定値に達する時間が十分でない
- ・ 質量フィルタのヒーターカートリッジが接続されていない*
- ・ 質量フィルタの温度センサが接続されていない*
- ・ 質量フィルタのヒーターが機能しない (焼きついた、あるいはグラウンドにショートした)

5 一般的なトラブルシューティング

- 質量フィルタの温度センサが機能しない*
 - ソース電源ケーブルが側板に接続されていない*
 - MSD 電子機器が正常に動作していない
- * これらはエラーメッセージを出す原因となります。

GC/MSD 接続部が温まらない

- 不適切な設定値
 - 間違った加熱部に入力された設定値
 - GC/MSD 接続部が温度設定値に達する時間が十分でない
 - GC が停止
 - GC に障害が発生してリセットが必要*
 - GC/MSD 接続部のヒーター / センサケーブルが接続されていない*
 - GC/MSD ヒーターが機能していない（焼きついた）
 - GC/MSD センサが機能していない*
 - GC 電子機器が正常に動作していない*
- * これらは GC のエラーメッセージを出す原因となります。GC のエラーメッセージは お使いの GC に添付された資料に記述されています。

エラーメッセージ

お使いの MSD の問題が原因でエラーメッセージが MSD ChemStation に表示されることがときどきあります。エラーメッセージの中にはチューニング中にだけ表示されるメッセージがあります。チューニング中またはデータ測定中の表示されるメッセージもあります。

エラーメッセージの中には「ラッチ」されたメッセージがあります。メッセージの原因となった状態が自ら訂正された場合でも、ラッチされたメッセージはデータシステムで引き続きアクティブです。原因が取り除かれた場合、データシステムで装置の状態を確認して、これらのメッセージを削除することができます。

質量フィルタの電子機器の問題

- 分析器部分の圧力が高すぎる
- RFPA が正しく調整されていない
- 質量フィルタ（四重極）の接点がシートしている、あるいは正しく動作していない
- 質量フィルタが正しく動作していない
- MSD 電子機器が正常に動作していない

電子増倍管電圧の供給の問題

- たとえば、分析器が動作中に溶媒のピークが溶出したような大きなピーク
- 分析器部分の圧力が高すぎる
- MSD 電子機器が正常に動作していない

ファンの問題

冷却ファンに障害が発生した場合、真空制御電子機器が動的に高真空ポンプ、イオン源、および質量フィルタのヒーターを停止させます。このため、「システムは通気状態です」のメッセージも表示されます。高真空ポンプが停止していたとしても、実際には分析器部分は通気されていない場合がある、という点に注意することが重要です。本節の「システムが通気状態」を参照して注意事項を確認してください。

- ファンの 1 つが接続されていない
- ファンの 1 つが機能しない

5 一般的なトラブルシューティング

- MSD 電子機器が正常に動作していない

HED 供給の問題

このエラーが発生する時は、唯一、電源供給の出力が目的の箇所（HED）に達することができない場合です。

- たとえば、分析器が動作中に溶媒のピークが溶出したような大きなピーク
- 分析器部分の圧力が高すぎる
- 検出器が正常に動作していない
- MSD 電子機器が正常に動作していない

高真空ポンプの問題

ターボポンプ付き MSD で、ポンプが 7 分以内に全速力の 50% に達しない、あるいはポンプに故障が発生したことを表しています。

MSD のスイッチを切り、スイッチを入れ直してこのメッセージを削除する必要があります。ターボポンプが減速してから MSD のスイッチを切ってください。基本的な問題が訂正されないと、このメッセージは再度表示されます。

- 真空漏れが大きいと、ターボポンプの速度は全速力の 50% に達しない
- フォアラインポンプが正常に動作しない
- ターボポンプが正常に動作しない
- ターボポンプコントローラが正常に動作しない
- MSD 電子機器が正常に動作していない

フォアライン圧力

- キャリアガス流量が過剰（通常は >5 mL/min）
- 注入された溶媒の量が過剰
- 真空漏れが大きい
- フォアラインポンプの低下が激しい
- フォアラインホースの崩壊またはねじれ
- フォアラインポンプが正常に動作しない

内部 MS 通信障害

- ・ MSD 電子機器が正常に動作していない

レンズ供給障害

- ・ 分析器のショート
- ・ MSD 電子機器が正常に動作していない

増幅器 ADC エラーの記録

- ・ MSD 電子機器が正常に動作していない

ピークが見つけられない

- ・ 放射電流が 0 に設定されていた
- ・ 電子増倍管電圧が低すぎる
- ・ 原子質量単位の増幅率またはオフセットが高すぎる
- ・ マス軸のキャリブレーションが不十分
- ・ 原子質量単位の増幅率またはオフセットが高すぎる
- ・ キャリブレーションバイアルが空かほとんど空
- ・ 分析器部分の圧力が過度
- ・ 空気漏れ
- ・ 電子増倍管電圧が低すぎる
- ・ 信号ケーブルが接続されていない
- ・ 検出器へのリード線が正しく接続されていない
- ・ HED 電源供給の出力ケーブルが機能していない
- ・ イオン源へのリード線が正しく接続されていない
- ・ フィラメントがソース本体にショートしている

温度制御が無効

- ・ ヒーターファンの 1 つが機能しない
- ・ MSD 電子機器が正常に動作していない

温度制御の障害

イオン源または質量フィルタ（四重極）のヒーターのどちらかの温度制御に不具合な箇所があることを示しています。[チューニングと真空制御（Tune and Vacuum Control）] ビューの **[ステータス (Status)]/[MS 温度コントローラステータス (MS Temp Ctrlr Status)]** を選択して、さらにこの原因を細分化することができます。原因として以下のメッセージの 1 つが表示されます。

- ・ ソース温度センサが開いている
- ・ ソース温度センサが短絡している
- ・ 質量フィルタ（四重極）温度センサが開いている
- ・ 質量フィルタ（四重極）温度センサが短絡している
- ・ ヒーター電圧がかかっていない（おそらくヒーターのヒューズが機能していない）
- ・ ヒーター電圧が低すぎる
- ・ 温度区域がタイムアウト（ヒーターが機能していない、ヒーターの配線が不良、あるいは温度センサが開放されている）
- ・ 温度制御電子機器が問題
- ・ ソースヒーターが開いている
- ・ ソースヒーターが短絡している
- ・ 質量フィルタのヒーターが開いている
- ・ 質量フィルタのヒーターが短絡している

高真空ポンプの準備ができていない

- ・ ターボポンプは動作中であるが、通常の動作速度の 80% に達するには時間が十分（5 分）でない
- ・ ターボポンプが正常に動作しない
- ・ MSD 電子機器が正常に動作していない

システムが待機中

このメッセージはリモート開始ケーブル上のシャットダウン信号によって表示されます。通常、GC 障害、ALS 障害、あるいはケーブル接続の不良が原因です。いったん障害の原因が訂正されると、**[MS オン (MS ON)]** を選択するか MSD の状態を確認すると、メッセージが削除されます。

システムが通気状態

このメッセージはシステムが通気されたことを表しています。しかし、障害が発生した場合、システムは真空状態が継続しており、ターボポンプは高速で動作している場合があります。このメッセージを見たあと少なくとも 30 分は待ってから、実際に MSD の通気を行ってください。

注意

このメッセージが出てからすぐに MSD の通気をすると、ターボポンプに損傷を与えることがあります。

- ・ システムは意図的に通気された（問題なし）
- ・ ファンの障害が発生すると高真空ポンプを停止する（MSD の電源を切りすぐに入れ直して障害を取り除く）
- ・ 高真空ポンプのヒューズが機能しない
- ・ MSD 電子機器が正常に動作していない

放射電流がない

- ・ フィラメントが適切に接続されていない。他のフィラメントを試してください。
- ・ フィラメントが機能しない。他のフィラメントを試してください。
- ・ MSD 電子機器が正常に動作していない

チューニングを始めるための信号が十分でない

- ・ チューニングファイルが破壊
- ・ マス軸のキャリブレーションが不十分
- ・ 原子質量単位の増幅率またはオフセットが高すぎる
- ・ キャリブレーションバイアルが空かほとんど空
- ・ 分析器部分の圧力が過度
- ・ 空気漏れ
- ・ 電子増倍管電圧が低すぎる
- ・ 信号ケーブルが接続されていない
- ・ 検出器へのリード線が正しく接続されていない

5 一般的なトラブルシューティング

- イオン源へのリード線が正しく接続されていない
- フィラメントがソース本体にショートしている

空気漏れ

空気漏れは動作するために真空が必要な装置はどれにもある問題です。一般に漏れは、損傷を受けたあるいは正しく固定されていない真空シールが原因です。漏れの症状は以下のとおりです。

- 正常な分析器部分の圧力あるいはフォアラインの圧力より高い
- 正常なバックグラウンドより高い
- 空気のピーク特性 (m/z 18、28、32、および 44 または m/z 14 および 16)
- 感度の低下
- m/z 502 (使用するチューニングプログラムによって変化) の相対アバンドランスが低い

リークは GC または MSD のどちらかで発生します。空気漏れが最も起き易い箇所は最近開いたシールです。

GC では、以下の箇所で多くの漏れが発生します。

- GC 注入口セプタム
- GC 注入口カラムナット
- キャピラリーカラムの破損あるいはひび割れ

漏れは MSD の多くの場所で発生します。

- GC/MSD 接続部カラムナット
- 側板の O-リング (どこでも)
- ベントバルブの O-リング
- キャリブレーションバルブ
- GC/MSD 接続部の O-リング (接続部が分析器部分に取り付けられている箇所)
- 前面および背面の側板の O-リング
- ターボポンプの O-リング

汚染

汚染は通常マススペクトルの過度のバックグラウンドによって特定します。汚染は GC または MSD から発生します。汚染物質を特定することで汚染の原因を決定できることがたまにあります。汚染物質のなかには GC で作り出される可能性が高いものがあります。MSD で作り出される可能性の高い汚染物質もあります。

GC で作り出される典型的な汚染は以下の原因の中から発生します。

- カラムまたはセプタムブリード
- GC 注入口の汚れ
- GC 注入口ライナ
- シリンジの汚染
- キャリアガスの品質が悪い
- キャリアガスチューブの汚れ
- 指紋（無菌部品の取り扱いが不適當）

MSD で作り出される典型的な汚染は以下のソースの中から発生します。

- 空気漏れ
- 洗浄用溶媒および材料
- フォアラインポンプオイル
- 指紋（無菌部品の取り扱いが不適當）

表 15 には、いくつかの一般的な汚染物質、そのイオン特性、および汚染物質の可能性のあるソースを表にしています。

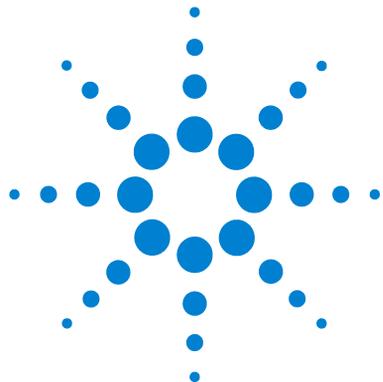
表 15 一般的な汚染物質

イオン (m/z)	化合物	可能性のあるソース
18, 28, 32, 44 または 14, 16	H ₂ O、N ₂ 、O ₂ 、CO ₂ または N、O	残った空気および水、空気漏れ、Vespel 口輪から抜けたガス
31, 51, 69, 100, 119, 131, 169, 181, 214, 219, 264, 376, 414, 426, 464, 502, 576, 614	PFTBA および関係するイオン	PFTBA（化合物のチューニング）

表 15 一般的な汚染物質（続き）

イオン (m/z)	化合物	可能性のあるソース
31	メタノール	洗浄溶媒
43, 58	アセトン	洗浄溶媒
78	ベンゼン	洗浄溶媒
91, 92	トルエンまたはキシレン	洗浄溶媒
105, 106	キシレン	洗浄溶媒
151, 153	トリクロロエタン	洗浄溶媒
69	フォアラインポンプオイル または PFTBA	フォアラインポンプオイル 蒸気またはキャリブレーションバルブ漏れ
73, 147, 207, 221, 281, 295, 355, 429	ジメチルポリシロキサン	セプタムブリードまたはメチルシリコーンのカラムブリード
77, 94, 115, 141, 168, 170, 262, 354, 446	拡散ポンプの流動および 関連イオン	拡散ポンプの流動
149	可塑剤（フタル酸類）	真空シール（O-リング） 高温による損傷、ビニール 製手袋
14 m/z 間隔のあいたピーク	炭化水素類	指紋、フォアラインポンプ オイル

5 一般的なトラブルシューティング



6

CI トラブルシューティング

CI に固有な共通問題	146
トラブルシューティングのヒントとコツ	147
空気漏れ	148
圧力に関連する症状	152
圧力に関連する症状	156
圧力に関連する症状	165

本章では化学イオン化 (CI) 源を備えた 5975 シリーズ MSD のトラブルシューティングの概要を説明します。前章のトラブルシューティング情報の多くは CI MSD にも適用されます。



CI に固有な共通問題

CI に必要な部品が追加されて複雑になったため、起こりうる問題が増えています。CI が起こす問題で群を抜いて多く、最も深刻な問題は、試薬ガス導入システムの漏れまたは汚染に関連した問題です。NCI は空気存在に特に敏感で、PCI では問題とならないほどの小さな漏れでも NCI の感度を破壊することがあります。

EI と同様に、MSD のチューニングが正常に行われ、空気漏れがない場合、最初に GC 注入口のメンテナンスを行って、サンプルの感度の問題に対処すべきです。

- 間違った試薬ガス
- 試薬ガスが接続されなかった、または間違った試薬ガスの注入口の引き込み口に接続された
- チューニングファイルに入力されたイオンが間違い
- 選択されたチューニングファイルが間違い
- 通気後のバークアウトの時間経過が十分でない（バックグラウンドが高すぎる）
- 間違ったカラム位置（接続部の端を越えて >2 mm 伸ばした位置）
- 接続部先端シールが取り付けられていない
- EI ソースが CI モードで取り付けられていない
- CI イオン源に EI フィラメントまたは他の EI ソースの部品がある
- 試薬ガスフローパスに空気漏れがある
- CI フィラメントが伸びてたるんでいる
 - 高 EMV
 - 線形（変曲点がない）電子エネルギー（EIEnergy）傾斜

トラブルシューティングのヒントとコツ

ルール 1: 「何が変わったかを探す」

多くの場合、問題点は人間の行動によって偶発的にもたらされます。システムに支障が出るたびに、あらたな問題点が発生する可能性があります。

- メンテナンス後に MDS を真空排気した場合、空気漏れまたは誤ったアセンブリを疑ってください。
- 試薬ガスビンまたはガス清浄機を交換したばかりであれば、漏れ、あるいは汚染されたまたは正しくないガスを疑ってください。
- GC カラムを交換したばかりであれば、空気漏れ、あるいは汚染されたまたはブリードしているカラムを疑ってください。
- イオン両極性または試薬ガスを変えたばかりであれば、メモリに読み込んだチューニングファイルを疑ってください。使用する動作モードに適したファイルですか。

ルール 2: 「複雑にしてわからない場合は単純に戻る」

複雑な作業は実行が困難であるだけでなく、トラブルシューティングも困難です。たとえば、CI では EI に比べて、正常に動作するために多くの部品が必要です。

- NCI で問題がなければ さらに PCI が機能しているか確認してください。
- 他の試薬ガスで問題がなければ さらに メタン が機能しているか確認してください。
- CI で問題がなければ さらに EI が機能しているか確認してください。

ルール 3: 「分割すればうまくいく」

この方法は「折半法」トラブルシューティングとして知られています。問題をシステムの部分に分離さえできれば、より容易に問題を発見できます。

- 空気漏れを隔離させるには、[シャットオフバルブ (Shutoff Valve)] を選択してください。 m/z 32 のアバンダンスが減少した場合、問題は流量モジュール内にはありません。

空気漏れ

空気漏の発見法



大きな空気漏れは次ぎの真空の症状によって検出できます。フォアラインポンプからゴボゴボという大きな騒音、ターボポンプが 95% の速度に達しない、あるいは漏れがより小さい場合に、高真空ゲージコントローラで高い圧力値を示す、などです。

質量流量コントローラはメタン用に補正され、高真空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。これらの値は完全には正確ではありませんが、代表的な測定値の指針を目的としています。(表 16)。これらの値は以下の条件の組み合わせで必要とされます。

ソース温度	250 °C
四重極温度	150 °C
接続部温度	320 °C
ヘリウムカラム流量	1 mL/分

表 16 流量および圧力

MFC (%)	圧力 (Torr)	
	メタン	アンモニア
	高性能ターボポンプ	高性能ターボポンプ
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}

動作条件下で、**使用する**システムの測定に習熟してください。真空またはガス流量の問題を示唆する**変化**を監視してください。

メタンの流量を設定する場合、**常に**小さな空気漏れを探してください。メタンの事前チューニングを実行して、正しい PCI チューニングファイルで開始してください（図 26）。 m/z 19（プロトン化した水）のアバンダンスは、許容できる PCI 性能を得るために、 m/z 17 のアバンダンスの 50% 未満である必要があります。NCI については、 m/z 19（プロトン化した水）のアバンダンスは、 m/z 17 のアバンダンスの 25% 未満である必要があります。MSD が真空排気されたばかりの場合、 m/z 19 のアバンダンスが減少していることを確認してください。

m/z 32 (O_2) で現れるピークはありません。ほとんどの場合、空気漏れを示します。

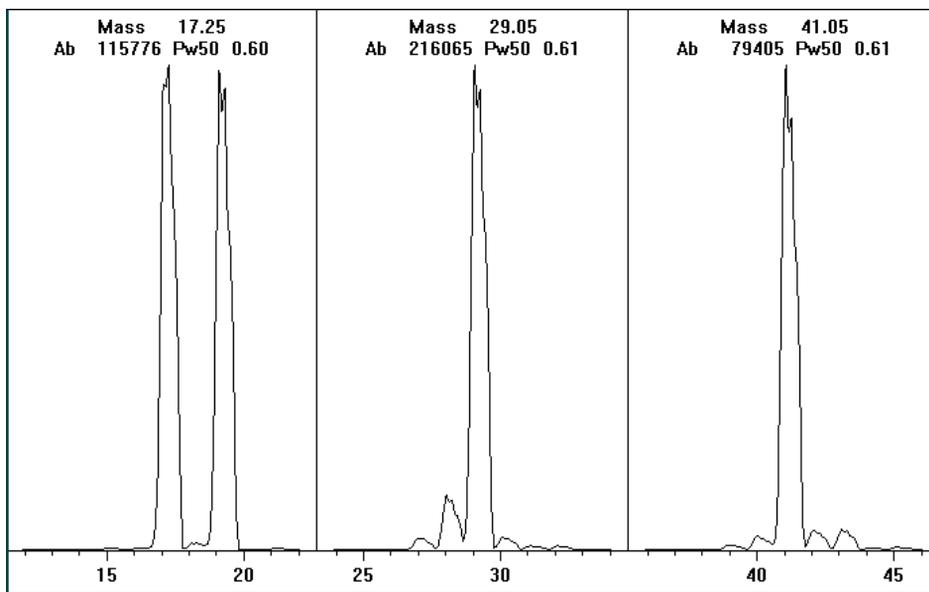


図 26 空気漏れを探す

NCI の特別な注意

NCI は非常に感度が良いため、EI または PCI で検知できない空気漏れでも NCI では感度で問題を起こす原因となる場合があります。この種の NCI の空気漏れを確認するには、OFN を注入します。ベースピークは m/z 272 の所です。 m/z 238 のアバンダンスが m/z 272 のアバンダンスより大きければ、空気漏れがあります。

空気漏れの発見法

- 1 [図 27](#) および [表 17](#) を参照。
- 2 支障をきたした直前のシールを探します。
 - ・ MSD の真空排気をしたばかりであれば、側板を押して適切に密封されているか確認します。分析器および GC/MSD 接続部のシールの位置が合っていないと側板が密封できません。
 - ・ 試薬ガスビンまたはガス清浄機を交換したばかりであれば、開けた後再度固定したばかりのフィッティングを確認してください。
- 3 GC 注入口および接続部カラムナットにあるシールの強度を確認してください。キャピラリーカラムの口輪は加熱サイクルを数回行った後に緩むことがよくあります。接続部のナットを締めすぎないでください。
- 4 流量モジュール (VCR フィッティング) の内側にあるフィッティングがどれか緩められて再び締められた場合、ガスケットを交換する必要があります。これらのガスケットは 1 度だけの使用に有効です。

注意

ガスケットを交換しないのであれば、VCR フィッティングのナットは緩めないでください。緩めると、空気漏れを引き起こすことがあります。

- 5 CI モードで見られる最も小さな空気漏れは、キャリアガスまたは試薬ガスのどちらかのフローパスで見つけられることを記憶しておいてください。分析器部分への漏れは CI では見られません。これはイオン化室の内側の圧力が高いからです。
- 6 システムを半分に分割する
 - ・ まず、ガス選択バルブ (**ガス A**、続いて**ガス B**)、続いて分離バルブ (**シャットオフバルブ**) を閉じます。[図 27](#) および [表 17](#) を参照。
 - ・ MSD を冷却および通気し、GC カラムを取り除いて接続部にふたをします。

空気漏れを見つけるためにアルゴンまたは他の導入ガスを使う場合、試薬ガスフローシステムには機能しないことに注意してください。漏れが流量モジュールへの注入口で起こる場合、ピークがイオン源に到達するのに 15 分かかります。

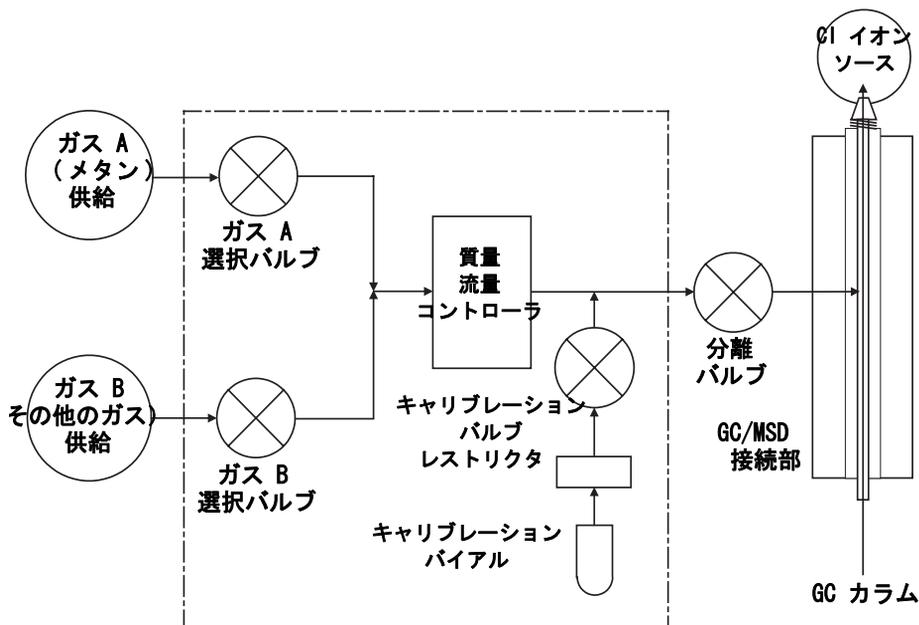


図 27 CI 流量制御モジュール図

表 17 流量モジュールバルブ状態図

結果	ガス A 流量	ガス B 流量	浄化 ガス A で	浄化 ガス B で	排出 流量モ ジュール	待機、通気、 あるいは EI モード
ガス A	オン	閉	オン	閉	閉	閉
ガス B	閉	オン	閉	オン	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%
分離バルブ	開	開	開	開	開	閉

圧力に関連する症状

以下の症状はすべて高真空圧力に関係しています。各症状の詳細は次ページ以降で詳細に説明されています。

質量流量コントローラはメタン用に補正され、高真空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。これらの値は完全には正確ではありませんが（表 18）、代表的な測定値の指針を目的としています。これらの値は以下の条件の組み合わせで必要とされます。

ソース温度 250 °C
 四重極温度 150 °C
 接続部温度 320 °C
 ヘリウムキャリアガス流量 1 mL/min

表 18 圧力測定値

MFC (%)	圧力 (Torr)	
	メタン	アンモニア
	高性能ターボポンプ	高性能ターボポンプ
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}

試薬ガス流量がなく真空度が低い

バックグラウンドの水が過剰

10 から 40 m/z までスキャンします。 m/z 19 ($>m/z$ 17) での大きなピークはバックグラウンドの水を示します。水がある場合、装置はベークアウトしてから試薬ガスをラインに流して蓄積された水を取り除きます。

空気漏れ

メタンの事前チューニングを実行します。106 ページ参照。 m/z 32 で現れるピークはシステムの空気を意味します。漏れがないか確認して修正します。本章の初めの「空気漏れ」の節を参照してください。

フォアラインポンプが正常に機能しない

ポンプオイルを交換します。それでも機能しない場合、ポンプの交換が必要な場合があります。最寄りの Agilent Technologies カスタマエンジニアに連絡をしてください。

ターボポンプが正常に機能しない

ポンプの速度を確認します。少なくとも 95% は必要です。最寄の Agilent Technologies サービス担当者に連絡をしてください。

注意

試薬ガスとしてアンモニアを使用する場合、フォアラインポンプオイルの寿命を縮め、さらにはフォアラインポンプ自体の寿命を縮める可能性があります。242 ページ「アンモニアによるフォアラインポンプの損傷を最小限にする」を参照してください。

試薬ガス流量があり圧力が高い

試薬ガス流量が高すぎる

流量コントローラで、試薬ガスの流量を下げて適切な量にしてください。試薬イオン比率が正しいか確認してください。

空気漏れ

メタンの事前チューニングを実行します。106 ページ参照。m/z 32 で現れるピークはシステムの空気を意味します。漏れがないか確認して修正します。本章の初めの「空気漏れ」の節を参照してください。

接続部先端シールが取り付けられていない

ソース収納箱を確認します。シールが収納箱にない場合、MSD を通気してからシールが正しく取り付けられていることを確認します。

試薬流量が変化しても圧力は変化しない

試薬ガス調整器が閉じられている

確認をして、必要に応じて試薬ガス調整器を開けます。

試薬ガス調整器が間違った圧力に設定されている

試薬ガス調整器の圧力を、メタンには 10 psi (70 kPa)、あるいはイソブタンまたはアンモニアには 3 から 10 psi (20 - 70 kPa) に設定します。

試薬ガスビンのバルブが閉じられている

確認をして、必要に応じて試薬ガスビンのバルブを開けます。

試薬ガスの供給がない

確認をして、必要に応じて試薬ガスの供給を元に戻します。

試薬ラインがねじれ、曲がり、締め付けられ、切り離された

試薬ラインを調べて不具合な箇所を修理します。特に、試薬ラインが流量モジュールの後ろに間違いなく接続されていることを確認します。確実にメタンラインをガス A の注入口に接続します。

GC/MSD 接続部が詰まり、または損傷を受けた

流れを確認し、指示に従って部品を修理または交換してください。

圧力に関連する症状

本節では信号に関連した症状について説明します。症状には、信号が多すぎる、少なすぎる、ノイズが入った信号、あるいは誤った信号などがあります。信号に関連した症状は一般にはチューニング中に見られますが、データ測定中に見られる場合もあります。

不適切な信号によるオートチューニングのエラーメッセージは変化する場合があります。

以下の症状は本節で詳細に説明します。

- ピークがない (157 ページを参照)
- 試薬ガス信号がない、または低い (159 ページを参照)
- PFDTD 信号がない、または低い (161 ページを参照)
- 過度の雑音 (162 ページを参照)
- 信号対雑音比が低い (162 ページを参照)
- m/z 19 のピークが大きい。 (163 ページを参照)
- m/z 32 のピーク。 (164 ページを参照)

ピークがない

「ピークがない」という問題を解決するときは、どの動作モードを使用しているか、予想したピークが見られないのはどのピークかを明確にすることが重要です。常にメタン PCI で始め、試薬イオンの存在を確認します。

PCI で試薬ガスのピークがない

MSD は正常に動作しており、しかも何の変化も見られない場合

- 間違ったチューニングファイルが読み込まれた、あるいはチューニングファイルが壊れている
- 誤ったイオン両極性 (NCI で見られる試薬イオンがない)
- 試薬ガスフローがない、バックグラウンドイオンを探して圧力を確認する
- チューニングファイルで選択された試薬ガスが誤り (誤ったイオンを探す)
- 大きな空気漏れ
- イオン源の汚れ
- 真空度が低い (ポンプの問題) [152 ページ参照](#)。

MSD が最近 EI から CI に切り替わった場合

- 接続部先端シールが取り付けられていない
- 試薬ガスフローがない
- 分析器が密封されていない (大きな空気漏れ)
- 間違ったチューニングファイルが読み込まれた、あるいはチューニングファイルが壊れている
- イオン源が正しく組み立てられていない、または接続されていない
- チューニングファイルで選択された試薬ガスが誤り (誤ったイオンを探す)

PCI で PFDTD ピークがない

- 誤った試薬ガス イソブタンまたはアンモニアで作成された PCI PFDTD ピークがない。メタンへ切り替えます。
- 分析器が密封されていない (大きな空気漏れ)
- バイアルにキャリブレーションがない
- 欠陥のあるキャリブレーションバルブ

6 CI トラブルシューティング

- ・ キャリアまたは試薬ガスのパスに空気漏れがある

NCI で試薬ガスのピークがない

- ・ NCI で試薬ガスがイオン化しない。代わりにバックグラウンドイオンを探す。
- ・ チューニングパラメータを確認
- ・ バックグラウンドイオンが現れる場合、メタン PCI に戻る

NCI で PFDTD キャリブ란トのピークがない

- ・ バックグラウンドイオンを探す 17 (OH)、35 (Cl)、および 235 (ReO3)
- ・ チューニングパラメータを確認
- ・ メタン PCI に戻る

NCI でサンプルのピークがない

- ・ バックグラウンドイオンを探す 17 (OH)、35 (Cl)、および 235 (ReO3)
- ・ メタン PCI に戻る
- ・ 低品質の試薬ガス (純度 99.99% に満たない)

NCI OFN スペクトル の m/z 238 で大きなピーク

- ・ バックグラウンドイオンを探す 17 (OH)、35 (Cl)、および 235 (ReO3)
- ・ 小さな空気漏れを探して修理する

試薬ガス信号がない、または低い

CI イオン源が取り付けられたばかりで、システムに空気漏れまたは大量の水があり、1 回以上オートチューニングが実行された場合、イオン源は現在汚れている可能性があります。

空気漏れを修理します。イオン源を清掃します。続いて、チューニングの前に 2 時間ベークアウトします。237 ページの「[CI 動作用に MSD をセットアップする](#)」を参照。

間違った試薬が流れている

使用するチューニングファイルに適した正しい試薬ガスを開きます。

イオン両極性が負に設定されている。NCI で試薬ガスイオンが形成されない。

正イオン化モードに切り換えます。

試薬ガス流量の設定が低すぎる

試薬ガス流量を増やします。

試薬ガスの供給チューブが遮断され、ねじれ、締め付けられ、あるいは切り離された

確認をして、必要に応じて試薬ガスの供給チューブを修理、交換します。

間違ったフィラメント線がフィラメントに接続されている

フィラメント線 1 は CI イオン源のフィラメントに、フィラメント線 2 はダミーのフィラメントに接続されていることを確認します。

炭素がフィラメント上に蓄積している、あるいはフィラメントがたるみ、一直線になっていない

フィラメントを調べます。必要に応じてフィラメントを交換します。

システムに多くの空気または水がある

メタンの事前チューニングを行います。通常、 m/z 32 および 19 でのピークは、それぞれ空気および水を示します。 m/z 32 でピークが現れなくなり、 m/z 19 でのピークが非常に低いレベルになるまで、装置をベークアウトして浄化します。 m/z 32 でのピークが減少しない場合、空気漏れの可能性があります。詳細情報は 148 ページ「[空気漏れ](#)」を参照してください。

信号ケーブルが接続されていない

確認をして、必要に応じて信号ケーブルを再接続してください。

フィラメントまたはフィラメント支持材がイオン源の本体またはリペラにショートしている

フィラメントを調べます。必要に応じて、フィラメント支持材のアームを再調整します。

電子注入口の穴が詰まっている

電子注入口の穴を調べます。必要に応じて、清潔な爪楊枝、酸化アルミニウム粉の懸濁液およびメタノールで清掃します。電子注入口が汚れている場合、イオン源全体を清掃が必要となる可能性があります。詳細情報は 171 ページ「[通常のメンテナンス](#)」を参照してください。

イオン源の線が接続されていない、または正しく接続されていない

リペラを調べます。リペラのリード線がしっかりとリペラに取り付けられていることを確認してください。イオン源および入射口レンズにつながる線を調べます。接続が逆転している場合、問題点を修正します。

検出器のリード線（分析器部分）のいずれかが接続されていない

確認して、必要に応じて電子増倍管のリード線を再接続します。

飽和したメタン / イソブタンガスの清浄機

ガス清浄機を交換します。

低品質のメタン（純度 99.99% より悪い）

高純度のメタンに交換します。必要に応じて、試薬ガスラインを清掃、浄化し、イオン源を清掃します。

PFDTD 信号がない、あるいは低い しかし試薬イオンは正常

PCI で、メタンガス以外の試薬ガスを使用している

メタンへ切り替えます。

読み込んだチューニングファイルが間違い、または壊れている

チューニングファイルを確認します。

キャリブレーションバイアルに PFDTD がない

フローコントローラの後ろにあるキャリブレーションバイアルを調べます。必要に応じて、PFDTD でバイアルを満たします。バイアルを満杯にしないでください。少なくとも バイアルの上端から 0.5 cm の所までにします。

フローコントローラに入れるメタンの圧力が高すぎる

メタンの供給の調整器が 10 psig (70 kPa) に設定されていることを確認します。

CI イオン源が汚れている。

イオン源を清掃します。詳細情報は 235 ページ「CI メンテナンス」を参照してください。

キャリブレーションバルブが、バイアルを再度満たした後に、浄化されていない

187 ページ「キャリブレーションバルブから不純物を除去する」の説明に従ってキャリブレーションバルブを浄化します。続いて、イオン源を清掃します。

キャリブレーションバイアルが満杯になっていた。過度の PFDTD が化学イオン化反応を抑えることができる。

キャリブレーションバイアルの PFDTD のレベルを確認します。バイアル内の内部チューブの端より下回る必要があります。

低品質のメタン（純度 99.99% より悪い）

高純度のメタンに交換します。必要に応じて、試薬ガスラインを清掃、浄化し、イオン源を清掃します。

過度の雑音または低い信号対雑音比

GC 注入口にメンテナンスが必要

GC マニュアルを参照します。

CI イオン源が汚れている。

イオン源を清掃します。詳細情報は 240 ページ「[EI イオン源を洗浄する](#)」を参照してください。

真空度が低い

高真空ゲージコントローラの圧力を確認します。

空気漏れ

メタンの事前チューニング (PCI で) を実行します。m/z 32 に現れる大きなピークはシステムの空気を意味します。漏れがないか確認して修正します。本章の初めの「[空気漏れ](#)」の節を参照してください。

飽和したメタン / イソブタンガスの清浄機

ガス清浄機を交換します。

低品質のメタン (純度 99.99% より悪い)

高純度のメタンに交換します。必要に応じて、試薬ガスラインを清掃、浄化し、イオン源を清掃します。

試薬ガス流量が高すぎる (EI/PCI MSD で)

試薬ガスの設定が正しいことを確認します。

m/z 19 のピークが大きい。

m/z 19 でピークのアバンダンスが、 m/z 17 でのピークのアバンダンスの半分より大きい場合が、システムに多くの水がある可能性があります。

システムは、最後に通気された後、十分にベークアウトされていない

本書のメンテナンスに関する章に説明されているとおりにシステムをベークアウトしてください。

試薬ガスの供給チューブおよび流量モジュールに水分が残っている

試薬ガスの供給ラインを、60 分間以上浄化します。

汚染された試薬ガスの供給

試薬ガスの供給を元に戻し、ラインおよび流量モジュールを浄化します。

飽和したメタン / イソブタンガスの清浄機

ガス清浄機を交換します。

m/z 32 のピーク

メタンの事前チューニングで、 m/z 32 に現れるピークは、しばしばシステムの空気を意味します。

最近の通気で残った空気。以下の値で大きなピークを示す水があるかどうか確認。

m/z 19。

真空下でシステムをベークアウトし、水を除去します。

試薬ガスの供給チューブが新しい、または汚れている

試薬ガスの供給ラインおよび流量モジュールを、少なくとも 60 分間浄化します。237 ページの「[CI 動作用に MSD をセットアップする](#)」を参照。

空気漏れ

漏れを確認してすべて修正します。148 ページの「[空気漏れ](#)」を参照。すべての漏れが修正された後、イオン源を清掃します。

汚染された試薬ガスの供給。ガスタンクを最近交換した、および空気漏れを無視した場合に疑う

試薬ガスの供給を元に戻します。

キャピラリーカラムが壊れた、または接続されていない

キャピラリーカラムを調べます。壊れておらず、正しく取り付けられていることを確認します。

飽和したメタン / イソブタンガスの清浄機

ガス清浄機を交換します。

圧力に関連する症状

本節ではチューニングに関連した症状について説明します。多くの症状にはチューニングの問題、またはチューニング結果の問題があります。本節では以下の症状が説明されています。

- CI イオン比率の調整が難しい、または安定していない
- 電子増倍管電圧が高い
- オートチューニングを完了できない
- ピーク幅が安定していない

試薬ガスのイオン比率の調整が難しい、または安定していない

接続部先端シールが正しく取り付けられていない、損傷を受けている、またはなくなっている

接続部先端シールを調べます。必要に応じて、シールを取り外してから再度取り付けて、CI イオン源に有効なシールが取り付けられていることを確認します。損傷を受けている場合は交換します。なくなっている場合は取り付けます。

MSD または試薬ガスの供給ラインに、空気および水が残っている

メタンの事前チューニングを行います。空気の場合、 m/z 32 でピークが、過剰な水は m/z 19 \rightarrow m/z 17 でピークが現れます。どちらの状態も存在する場合、試薬ガスの供給ラインを浄化して MSD をベークアウトします。244 ページ参照。 m/z 32 で大きなピークが連続して存在する場合、空気漏れを示す場合があります。問題の修正後に、イオン源の清掃が必要となる場合があります。

空気漏れ

メタンの事前チューニング (PCI で) を実行します。 m/z 32 に現れる大きなピークはシステムの空気を意味します。漏れがないか確認して修正します。148 ページの「[空気漏れ](#)」を参照。

試薬ガスが間違った圧力で供給されている

試薬ガスの供給について調整器を確認します。20 psi (140 kPa) に調整される必要があります。

試薬ガスの送付パスでの漏れ。メタンの流れが通常より高く設定され、比率が依然として低いすぎる場合に特に起こり得る。

試薬ガスのパスを確認します。フィッティングを締めます。

CI イオン源が汚れている。

イオン源を清掃します。詳細情報は 240 ページ「[EI イオン源を洗浄する](#)」を参照してください。

電子増倍管電圧が高い

電子増倍管電圧は数百ボルトから 3000 V の範囲です。CI オートチューニングプログラムが電子増倍管電圧を一貫して 2600 V 以上に設定して、ピークが見つかりチューニングを完了することができる場合、問題がある可能性があります。

フィラメントは磨耗している。CI フィラメントは実際には壊れないで磨耗する場合があります。電子エネルギー傾斜、その曲線に変曲点を持つ明確な最大値があるということを確認する。カーブが正の傾きで変曲点を持たない直線であり、EMV が高い場合、フィラメントはイオン源の本体の穴にぴったり合っていない点まで伸びて、多くの電子がソースの中に入り込まない。

フィラメントを交換します。

分析器は適切な動作温度でない

イオン源および四重極の温度を確認します。デフォルトのソース温度は PCI の場合 250 °C、NCI の場合 150 °C です。四重極の温度はどちらの CI モードでも 150 °C です。

CI イオン源が汚れている。

イオンソースをクリーニングします。詳細情報は 240 ページ「[EI イオン源を洗淨する](#)」を参照してください。

電子増倍管（検出器）は機能していない EI モードに切り替えて確認する

電子増倍管を交換します。

オートチューニングを完了できない

チューニングファイルが間違い、または壊れている

チューニングパラメータを確認します。

m/z 28/27 イオン比率 (メタン) が正しくない。正しい比率は 1.5 と 5.0 の間にする必要があります。

イオン比率が間違っている場合は訂正してください。113 ページ参照。

CI イオン源が汚れている。

イオン源を清掃します。詳細情報は 240 ページ「EI イオン源を洗浄する」を参照してください。

システムに多くの空気または水がある

148 ページの「空気漏れ」を参照。これらの問題点を解決した後にイオン源を清掃してください。

ピーク幅が安定していない

チューニングファイルが間違い、または壊れている

チューニングパラメータを確認します。

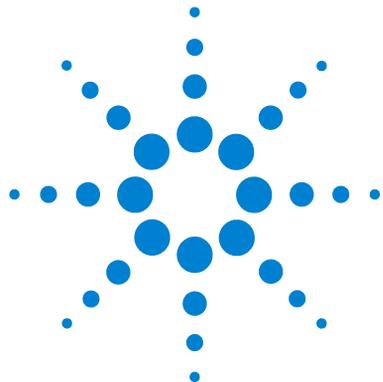
CI イオン源が汚れている。

イオン源を清掃します。詳細な情報は本書のメンテナンスに関する章を参照してください。

空気漏れ

メタンの事前チューニング (PCI で) を実行します。 m/z 32 に現れるピークはシステムの空気を意味します。漏れがないか確認して修正します。本章の初めの「空気漏れ」の節を参照してください。すべての漏れをなくした後にイオン源を清掃してください。

6 CI トラブルシューティング



7 通常のメンテナンス

始める前に	172
真空システムのメンテナンス	177
フォアラインポンプのオイルを確認し追加する	178
フォアラインポンプのオイルを抜く	180
フォアラインポンプにオイルを補充する	181
MSD を GC から分離する	182
MSD を GC から分離する	182
MSD を GC に再接続する	184
EI キャリブレーションバイアルを補充する	185
キャリブレーションバルブから不純物を除去する	187
EI キャリブレーションとベントバルブアセンブリを取り外す	188
EI キャリブレーションとベントバルブアセンブリを再び取り付ける	189
高真空ポンプ用ファンを交換する	190
マイクロイオンゲージを取り外す	192
マイクロイオン真空ゲージを再び取り付ける	193
サイドプレートの O リングに注油する	194
ベントバルブの O リングに注油する	196
分析器のメンテナンス	198
GC/MSD 接続部のメンテナンス	225
電子機器のメンテナンス	229



始める前に

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

定期メンテナンス

通常のメンテナンス作業は、表 19 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、全体の運転費を軽減できます。

システムの作業状況（チューニングレポート）と、実行されたメンテナンス操作を記録してください。それにより、通常動作との違いを知り、修正作業を行うのが容易になります。

表 19 メンテナンスのスケジュール

作業	毎週	6 カ月に 1 回	必要時
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	
イオン源の洗浄			X
GC のキャリヤーガストラップを確認			X
古くなった部品の交換			X
サイドプレートやベントバルブの O リングに注油する ¹			X

- * アンモニア試薬ガスを使用している CI MSD で 3 カ月ごと
- ・ サイドプレートの O リングとベントバルブの O リング以外の真空密封材に、注油する必要はありません。他の密封材に注油すると、正常に機能しなくなることがあります。

工具、予備の部品、支給品

必要な工具、予備の部品、支給品の一部は、GC の発送キット、MSD の発送キット、MSD の道具キットに入っています。その他のものは、使用者自身が調達する必要があります。メンテナンスの各手順は、その手順に必要な用具の一覧に書かれています。338 ページ「消耗品およびメンテナンス品」に要約が載っています。

高電圧への予防策

MSD がコンセントにつながれている時はいつでも、電源スイッチがオフであっても、危険な電圧（AC120 V、または、AC200/240 V）が存在している可能性がある場所

- 電源コードが装置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、危険な電圧が存在している可能性がある場所

- 電子回路基盤
- トロイダルトランス
- これらの基盤の間にある線やケーブル
- これらの基盤と MSD のバックパネルにあるコネクタの間にあるワイヤーやケーブル
- 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、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。

警告

本章の手順で指示されていない限り、MSD がチューニングオンされていたり、電源にプラグが差し込まれている状態でメンテナンスを行わないでください。

本章に書かれている手順のいくつかは、電源スイッチがオンの状態で、MSD の内部に触れる必要があります。こうした手順の際に、電子機器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。

危険な温度

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

- ・ GC/MSD 接続部
- ・ 分析器の部品
- ・ 真空ポンプ

警告

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

警告

GC/MSD 接続部ヒーターは、GC にある Thermal Aux #2 の加熱部が熱源となっています。接続部ヒーターは、MSD がオフであってもオンにでき、危険なほど高い温度にすることが可能です。GC/MSD 接続部はしっかりと断熱されています。オフになった後も、冷却されるまで時間がかかります。

警告

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

GC の注入口とオープンも、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。

化学物質の残留物

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ます。真空システムによって吸い上げられます。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。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、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、オイル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からの排気を、屋外や屋外排出用のヒュームフードに排出してください。地域の大气非汚染度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のオイルだけを止めます。有毒な化学物質を止めたり濾過したりはしません。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、屋外やヒュームフードに排出してください。

フォアラインポンプの流体には、分析されたサンプルの残留物が集まっています。使用されているポンプの流体はすべて、危険だとみなして扱う必要があります。使用済みの流体は、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

ポンプの流体を交換する際は、適切な耐化学物質手袋と安全メガネを着用してください。絶対に流体に触れないでください。

静電放電

MSD にあるプリント回路基盤の部品はすべて、静電放電 (ESD) で損傷する可能性があります。絶対に必要な場合を除いて、こうした基盤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盤に ESD を起こす可能性があります。これは特に質量フィルタ (四重極) と接触しているワイヤーに当てはまります。こうしたワイヤーは、サイドプレート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、MSD の性能と安定性を低下させます。

プリント回路基盤上や近くで作業する時、または、プリント回路基盤と接続している配線、接触部、ケーブルにつながっている部品上で作業する時には、接地された静電防止リストストラップを常に使用し、その他にも静電気防止策を行ってください。リストストラップは、正しく接地されたアースと接続してい

7 通常のメンテナンス

る必要があります。それが不可能な場合、製作途上のアセンブリで伝導性のある（金属の）部分と接続している必要があります。しかし、電子部品、絶縁されていないワイヤーやトレース、コネクタ上のピンと**接続してはいけません**。

MSD から取り外された部品やアセンブリ上で作業しなければならない場合は、接地された静電防止マットのような、追加の予防策を行ってください。これには分析器も含まれます。

注意

効果を上げるため、静電防止リストストラップはサイズが合っている（きつくはない）必要があります。ゆるいストラップだと、ほとんど、あるいはまったく保護の用をなしません。

静電防止の予防策は、100% 効果的ではありません。電子回路基盤になるだけ触れないようにし、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

冒頭の表 19 に記載されているように、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。それには以下のものがあります。

- フォアラインポンプの流体の確認（毎週）
- キャリブレーションバイアルの確認（6 カ月ごと）
- フォアラインポンプのバラスト（アンモニア試薬ガスを使用している MSD で毎日）
- フォアラインポンプのオイル交換（6 カ月ごと、アンモニア試薬ガスを使用している CI MSD で 3 カ月ごと）
- フォアラインポンプのオイルボックスのねじを締める（取り付け後初のオイル交換）

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。

その他の手順

マイクロイオン真空ゲージの交換などの作業は、必要な時にだけ行ってください。117 ページの「[一般的なトラブルシューティング](#)」を参照。この種のメンテナンスが必要なことを現している症状に関しては、MSD ChemStation ソフトウェアのオンラインヘルプを参照してください。

更に多くの情報が参照できます。

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、247 ページの「[真空システム](#)」を参照。

本章の手順の大半は、『5975 Series MSD Manual CD-ROM』のビデオクリップで説明されています。

フォアラインポンプのオイルを確認し追加する

必要な材料

- ・ フォアラインポンプオイル (6040-0621)
- ・ じょうご

手順

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。ユーザーが触れないように安全カバーがついています。



- 1 オイルレベル窓を確認します (図 28)。

窓の左にある、ポンプの 2 本の線に注意してください。オイルレベルは、その線の間にある必要があります。フォアラインポンプオイルは、ほぼ透き通った状態である必要があります。オイルレベルが下の線の近くか下である場合、手順 2 から 6 に従い、フォアラインポンプオイルを追加してください。

警告

フォアラインポンプがオンの状態で、オイルを加えないでください。

MSD が、フォアラインポンプオイル交換の予定時期に近づいている場合、オイルを追加するのではなく、オイルを交換してください。オイルが濁ったり黒ずんでいたら、交換してください。フォアラインポンプオイルの交換方法は、180 ページの「[フォアラインポンプのオイルを抜く](#)」を参照。

- 2 MSD を通気します。71 ページを参照。
- 3 フォアラインポンプの給油口のキャップを外します。
- 4 窓のオイルレベルが上の線に近づくまで、しかし超えない程度に、ポンプ用の流体を加えます。
- 5 給油口のキャップを再び取り付けます。
- 6 MSD を真空排気します。80 ページを参照。

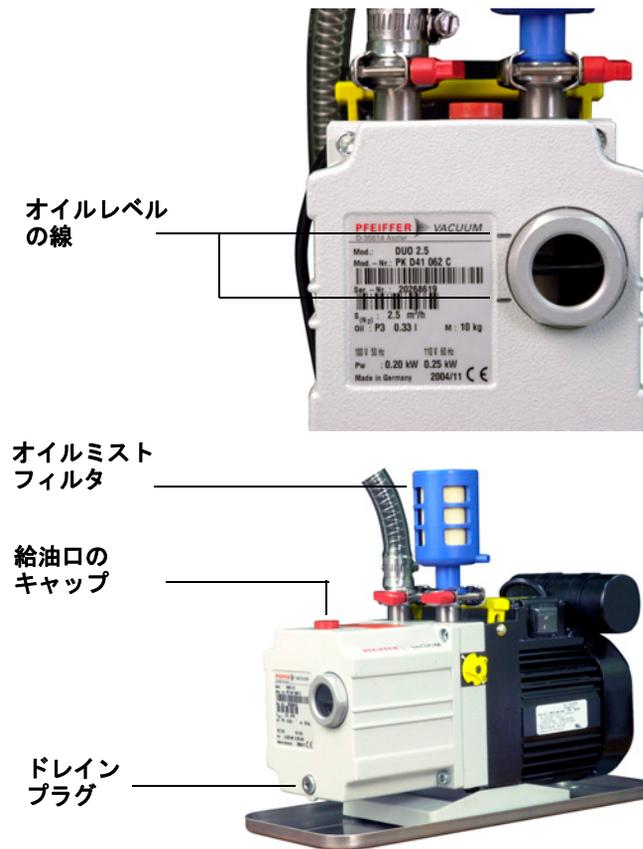


図 28 フォアラインポンプ

フォアラインポンプのオイルを抜く

必要な材料

- ・ 本などの固体、厚さ 5 cm ほど
- ・ 古いポンプオイルを受けるための容器、500 mL
- ・ 手袋、耐オイルおよび耐溶媒のもの
- ・ マイナスドライバー、大 (8730-0002)

手順

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。ユーザーが触れないように安全カバーがついています。

- 1 MSD を通気します。71 ページを参照。
- 2 必要に応じて、フォアラインポンプを安全で作業しやすい位置までずらしてください。
フォアラインポンプは、床上、MSD の横や後ろにある実験用作業台に置くようにしましょう。

警告

フォアラインポンプは、熱くなっている場合があります。



- 3 本などの固体をポンプモータの下に置き、少しだけ傾けます。給油口のキャップを外します。図 28 を参照してください。
- 4 ドレインプラグの下に容器を置きます。
- 5 ドレインプラグを外します。ポンプオイルを排出します。オイルがまだ温かければ、それだけ速く排出します。

警告

古いポンプオイルには、有毒な化学物質が含まれている場合があります。有害廃棄物として処理してください。

- 6 オイルを抜いた後、ドレインプラグを交換します。
- 7 オイルレベルが、サイト窓にある 2 つの補充マークの間になるまでフォアラインポンプにオイルを補充します。
- 8 給油口のキャップを交換します。

フォアラインポンプにオイルを補充する

必要な材料

- ・ フォアラインポンプオイル (6040-0621) – 約 0.28 L が必要
- ・ じょうご
- ・ 手袋、耐オイルおよび耐溶媒のもの
- ・ マイナスドライバー、大 (8730-0002)
- ・ ドレインプラグ O リング (必要な場合) (0905-1515)

手順

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。ユーザーが触れないように安全カバーがついています。



- 1 フォアラインポンプのオイルを抜きます (図 28)。180 ページを参照。
- 2 ドレインプラグを再び取り付けます。古い O リングが摩耗や損傷しているように見える場合、交換してください。
- 3 ポンプモータの下から、支えになっている物体を外します。
- 4 窓のオイルレベルが上の線に近づくまで、しかし超えない程度に、フォアラインポンプオイルを加えます。フォアラインポンプには、約 0.28 L のオイルが必要です。
- 5 オイルが安定するまで、数分間待ちます。オイルレベルが下がったら、オイルを追加して、オイルレベルを上線の近くまで上げてください。
- 6 給油口のキャップを再び取り付けます。
- 7 必要に応じて、フォアラインポンプを分析器部分の下から引き出してください。

フォアラインポンプは、床上、MSD の隣や後ろに置かれた実験用作業台の上に置くとよいでしょう。

- 8 MSD を真空排気します。80 ページを参照。

MSD を GC から分離する

必要な材料

- ・ 片ロスパナ、1/4 インチ × 5/16 インチ (8710-0510)

手順

- 1 MSD を通気します。71 ページを参照。
- 2 GC をオフにします。
- 3 GC/MSD 接続部からキャピラリーカラムを取り外します。

警告

GC/MSD 接続部と GC のオープンが冷めていることを確認してから、カラムを取り外してください。

- 4 フォアラインポンプは、床上、MSD の横や後ろにある実験用作業台に置くようにしてください。
- 5 GC/MSD 接続部ケーブルに届くまで、MSD を GC から離します (図 29)。
- 6 カラムのナットを、接続部の端にある空いた口輪に置きます。これによって、MSD を汚染から守ります。
- 7 GC/MSD 接続部ケーブルを外します。GC がオンの状態でケーブルを外すと、故障の原因となる可能性があります。

- 8 メンテナンスが必要な部分に届くまで、MSD を移動し続けます。 .



図 29 MSD と GC の分離 / 接続

MSD を GC に再接続する

必要な材料

- ・ レンチ、開放端、1/4 インチ × 5/16 インチ (8710-0510)

手順



- 1 /MSD 接続部の端が GC の近くに来るよう、MSD を置きます (図 29)。
- 2 GC/MSD 接続部ケーブルを再接続します。
- 3 MSD を、GC の隣の通常位置へと動かします。

GC を通過する時、GC/MSD 接続部が損傷しないよう注意してください。
GC/MSD 接続部の端が GC オープンへと届いているか確認してください。

- 4 フォアラインポンプは、床上、MSD の横や後ろにある実験用作業台に置くとよいでしょう。
- 5 キャピラリーカラムを再び取り付けます。38 ページ参照。
- 6 MSD を真空排気します。71 ページを参照。
- 7 GC をオンにします。GC/MSD 接続部と GC オープンのために、適切な温度設定値を入力します。

EI キャリブレーションバイアルを補充する

必要な材料

- ・ PFTBA (05971-60571)

手順

- 1 チューニングとデータ測定をすべて止めます。
- 2 分析器をオフにします。これにはいくつかの方法があります。
 - ・ [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] ビューで、[実行 (Execute)] メニューから **[MS オフ (MS OFF)]** を選択します。
 - ・ [パラメータ編集 (Edit Parameters)] ダイアログボックスの [装置コントロール (Instrument Control)] ビューで、[実行 (Execute)] メニューから **[MS オフ (MS OFF)]** を選択します。
- 3 MSD に真空ゲージが付属している場合、ゲージをオフにします。
- 4 分析器の窓カバーを外します。69 ページを参照。
- 5 キャリブレーションバイアルの留め輪をゆるめます (図 30)。留め輪を外さないでください。
- 6 キャリブレーションバイアルを引き抜きます。真空状態が残っているため、抵抗を感じる場合があります。



キャリブレーションバイアル

留め輪

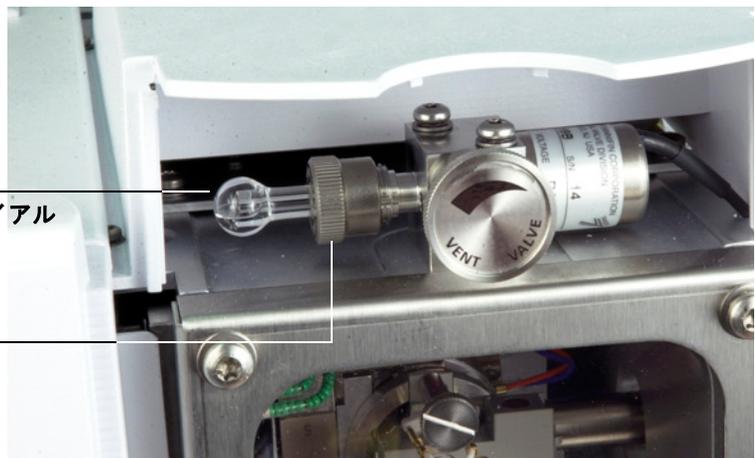


図 30 EI キャリブレーションバイアルの取り外し

7 通常のメンテナンス

- 7 バイアルに PFTBA をシリンジかピペットで移します。バイアルが垂直の状態、液体は内部管の端のちょうど下、サンプルの約 70 μL の位置にきます。
- 8 キャリブレーションバイアルを、バルブにできる限り押し込みます。
- 9 バイアルを 1 mm 引き抜きます。これにより、留め輪を締めた時の損傷を避けられます。
- 10 留め輪を時計回りに回して締めます。

留め輪は適度に締め、必要以上にきつくしないでください。留め輪を締めるのに、工具を**使用しないでください**。それほど強い力はありません。
- 11 分析器の窓カバーを再び取り付けます。
- 12 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] ビューの [真空 (Vacuum)] メニューから、[校正バルブのパーズ (Purge Calibrant Valve)] を選択します。

注意

キャリブレーションバルブから不純物を除去するのに失敗すると、フィラメントや検出器の損傷の原因となります。

キャリブレーションバルブから不純物を除去する

注意

キャリブレーションバイアルを取り外した後、キャリブレーションバルブから不純物を**除去する必要があります**。そうしないと、フィラメントや電子増倍管の損傷の原因となります。

EI キャリブレーションバルブ

キャリブレーションバイアルに新しい PFTBA を加えた後、バイアルとバルブから空気を抜く必要があります。

- 1 真空ゲージコントローラがオンの場合、オフにします。
- 2 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] ビューで、[真空 (Vacuum)] メニューの下から [校正バルブのページ (Purge Calibrant Valve)] を選択します。

これにより、分析器の全電圧がオフになった状態で、EI キャリブレーションバルブが数分開きます。

CI キャリブレーションバルブ

キャリブレーションバイアルに新しい PFTBA を加えた後、バイアルとバルブから空気を抜く必要があります。

- 1 真空ゲージコントローラがオンの場合、オフにします。
- 2 [ÉKÉX A (Gas A)] を選択します。
- 3 PCICH4.U がロードされていることを確認します。
- 4 [診断 / 真空制御 (Doagnostics and Vacuum Control)] ビューで、[真空 (Vacuum)] メニューの下から [校正バルブのページ (Purge Calibrant Valve)] を選択します。

これにより、分析器の全電圧がオフになった状態で、CI キャリブレーションバルブが数分開きます。

EI キャリブレーションとベントバルブアセンブリを取り外す

必要な材料

- ねじ回し、Torx T-15 (8710-1622)

手順



- 1 MSD を通気します。71 ページを参照。
- 2 キャリブレーションバルブケーブルをファンの隣のコネクタまでたどっていき、取り外します。
- 3 留め輪をゆるめ、キャリブレーションバイアルを取り外します (図 30)。留め輪はゆるめるだけにして、外さないでください。

注意

取り付けられているバイアルといっしょにバルブを外すと、液体キャリブラントがバルブのレストリクタに流れ込む可能性があります。レストリクタの液体は、PFTBA がチューニング用分析器部分に流れ込むのを防いでいます。このようなことになった場合、バルブを交換してください。

- 4 バルブアセンブリを留めている 2 本のねじを、分析器部分の上へと移します。その下の O リングをなくさないようにしてください。

EI キャリブレーションとベントバルブアセンブリを再び取り付ける

必要な材料

- キャリブレーションバルブ (G3170-60204)
- キャリブレーションバルブ用 O リング (0905-1217)
- PFTBA(05971-60571) などのチューニング化合物
- ねじ回し、Torx T-15 (8710-1622)

手順



- 1 古いバルブアセンブリを取り外します。188 ページ および 図 30 を参照。
- 2 バルブ O リングが適切な位置にあるよう注意してください。摩耗や損傷している場合、交換してください。
- 3 キャリブレーションとベントバルブアセンブリを取り付け、ねじを締めて適切な位置に留めてください。
- 4 キャリブレーションバルブケーブルを、ファンの隣のコネクタに再びつなぎます。
- 5 新しいキャリブレーションバルブからバイアルを取り外します。185 ページを参照。バルブは、既に取り付けられているバイアルに付属しています。
- 6 キャリブレーションバイアルを充填し、再び取り付けます。185 ページを参照。
- 7 MSD を真空排気します。80 ページを参照。
- 8 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] ビューの [真空 (Vacuum)] メニューから、[校正バルブのパーズ (Purge Calibrant Valve)] を選択します。

注意

キャリブレーションバルブから不純物を除去するのに失敗すると、フィルメントや検出器の損傷の原因となります。

高真空ポンプ用ファンを交換する

必要な材料

- ・ ファン (G1099-60564)
- ・ ねじ回し、Torx T-15 (8710-1622)

手順

- 1 MSD を通気します。71 ページ参照。
- 2 左側の MSD カバーを取り外します。69 ページを参照。
- 3 MSD フレームのコネクタから、ファンの配線を外します (図 31)。
- 4 ファンの 4 本のねじと安全グリルを外します。ファンを外します。ねじを取っておきます。

警告

高真空ポンプに触らないでください。ポンプがまだ熱く、火傷をおこす可能性があります。

- 5 古いファンからファンの配線を外します。ファンの配線は、ファンの後ろにある小さなコネクタにつながっています。
- 6 ファンの配線を、新しいファンに接続します。
- 7 ポンプ方向を示している側面の流れの矢印に従い、新しいファンを取り付けます。ワイヤーは左上部、コネクタの近くに置いてください。
- 8 安全グリルと 4 本のねじを取り付けます。ねじをしっかりと締めます。

警告

ファンの羽根をおおっている安全グリルが、適切な位置にあることを確認してください。

- 9 MSD フレームのファンコネクタに、ファンの配線を接続します。
- 10 MSD カバーを再び取り付けます。
- 11 MSD を真空排気します。80 ページを参照。

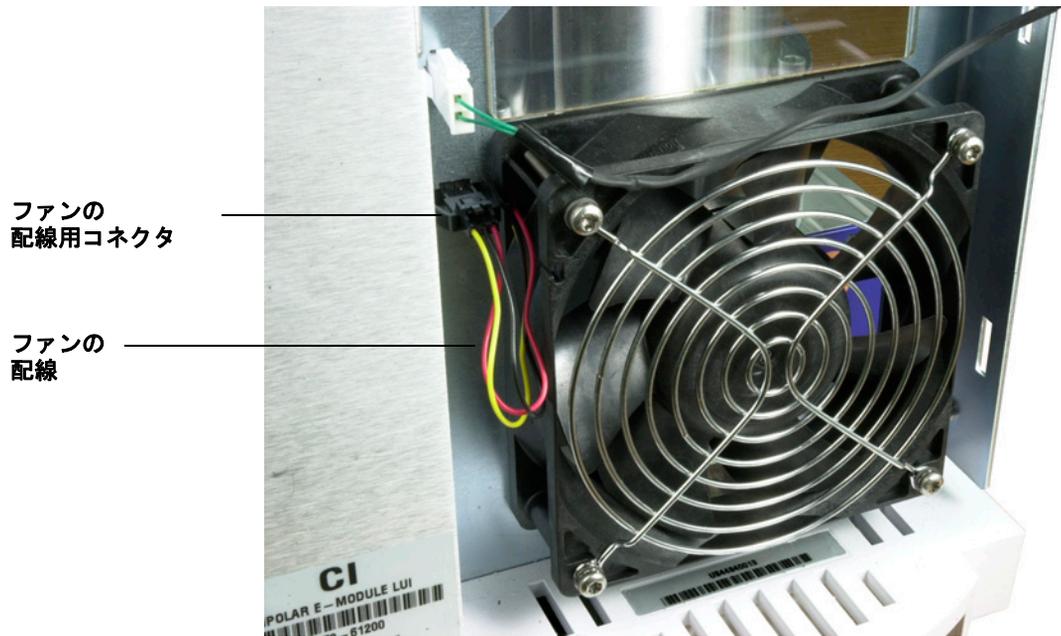


図 31 ポンプファンの交換

マイクロイオンゲージを取り外す

手順



- 1 MSD を通気します。71 ページ参照。
- 2 マイクロイオン真空ゲージの後ろにあるケーブルを外します。
- 3 ゲージの留め具にある赤いプラスチックのつまみナットを、ゆるめて外します。
- 4 留め具から長いねじを外します。
- 5 ゲージ本体を支えながら、固定用のフランジから留め具を外します。
- 6 ゲージを外します。
- 7 ゲージをすぐに交換しない場合、ゲージに備え付けの目隠し板を取り付け、留め具、ねじ、つまみナットで固定します。

マイクロイオン真空ゲージを再び取り付ける

必要なもの

- ・ KF16 0 リング 0905-1463

手順



- 1 KF16 0 リングを、分析器部分フランジの溝にはめます。0 リングが摩耗や損傷している場合、交換します。
- 2 0 リングとともに、ゲージのフランジを分析器部分のフランジに押し当てます。両方のフランジに留め具を押し込みます。
- 3 長いねじを挿入し、つまみナットを入れて締めます。
- 4 ゲージの裏側にケーブルを付けます。

サイドプレートの O リングに注油する

必要な材料

- ・ クロス、無菌 (05980-60051)
- ・ 手袋、無菌、リントフリー
 - ・ 大 (8650-0030)
 - ・ 小 (8650-0029)
- ・ グリース、アピエゾン-L、高真空 (6040-0289)

真空密封状態を良好に保つため、サイドプレートの O リングに薄くグリースを塗る必要があります。サイドプレートの O リングが乾いているようだったり、正常に密封していない場合、以下の手順に従って注油してください。メタノールでサイドプレートを拭いてから分析器部分を閉じると、うまく試すことができます。O リングにグリースが十分塗られていると、サイドプレートにわずかな痕跡が残ります。

注意

サイドプレートの O リングとベントバルブの O リング以外の真空密封材に、注油する必要はありません。他の密封材に注油すると、正常に機能しなくなることがあります。

手順

- 1 MSD を通気します。71 ページ参照。
- 2 分析器部分を開けます。73 ページを参照。
- 3 けばの出ない清潔な布か手袋を使用し、O リングの露出している表面にのみ、高真空グリースを薄く広げます (図 32)。



注意

推奨されている真空グリース以外のものを使用しないでください。グリースを使いすぎると、空気やほこりがトラップされる可能性があります。露出している表面以外の O リングの表面にグリースを使用すると、空気をトラップし、稼働中にエアスパイクが起こる可能性があります。

- 4 清潔でけばの出ない布か手袋を使用し、余分なグリースを拭き取ります。O リングが光って見える場合、グリースの量が多すぎます。

- 5 分析器部分を閉じます。76 ページを参照。
- 6 MSD を真空排気します。80 ページを参照。

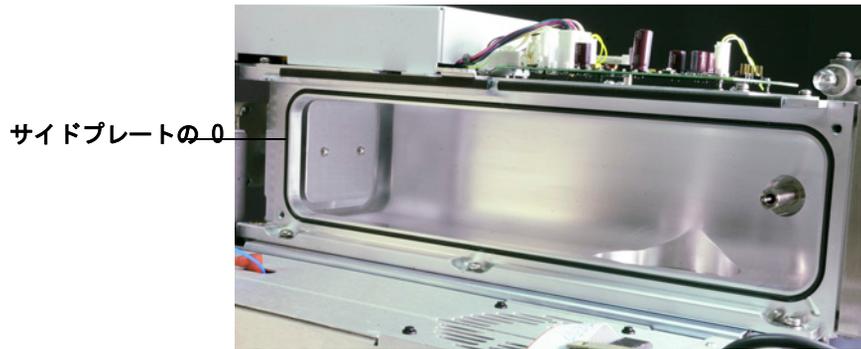


図 32 サイドプレートの O リング

ベントバルブの O リングに注油する

必要な材料

- ・ クロス、無菌 (05980-60051)
- ・ 手袋、無菌、リントフリー
 - ・ 大 (8650-0030)
 - ・ 小 (8650-0029)
- ・ グリース、アピエゾン-L、高真空 (6040-0289)
- ・ ベントバルブ用 O リング (0905-1217) 古い O リングが摩耗や損傷している場合、交換してください。

真空密封状態を良好に保ち、滑らかな稼働状態を維持するため、ベントバルブの O リングに薄くグリースを塗る必要があります。ベントバルブの O リングが滑らかに回らなかったり、正常に密封していない場合、以下の手順に従って注油してください。

注意

サイドプレートの O リングとベントバルブの O リング以外の真空密封材に、注油する必要はありません。他の密封材に注油すると、正常に機能しなくなることがあります。

手順

- 1 MSD を通気します。71 ページ参照。
- 2 ベントバルブのノブを完全に取り外します (図 33)。
- 3 O リングを点検します。O リングが損傷しているように見える場合、交換してください。
- 4 清潔でけぼの出ない布か手袋を使用し、O リングの露出している表面に、高真空グリースを薄く広げます。

注意

グリースを使いすぎると、空気やほこりがトラップされる可能性があります。露出している表面以外の O リングの表面にグリースを使用すると、空気をトラップし、稼働中にエアスパイクが起こる可能性があります。

- 5 清潔でけばの出ない布か手袋を使用し、余分なグリースを拭き取ります。Oリングが光って見える場合、グリースの量が多すぎます。

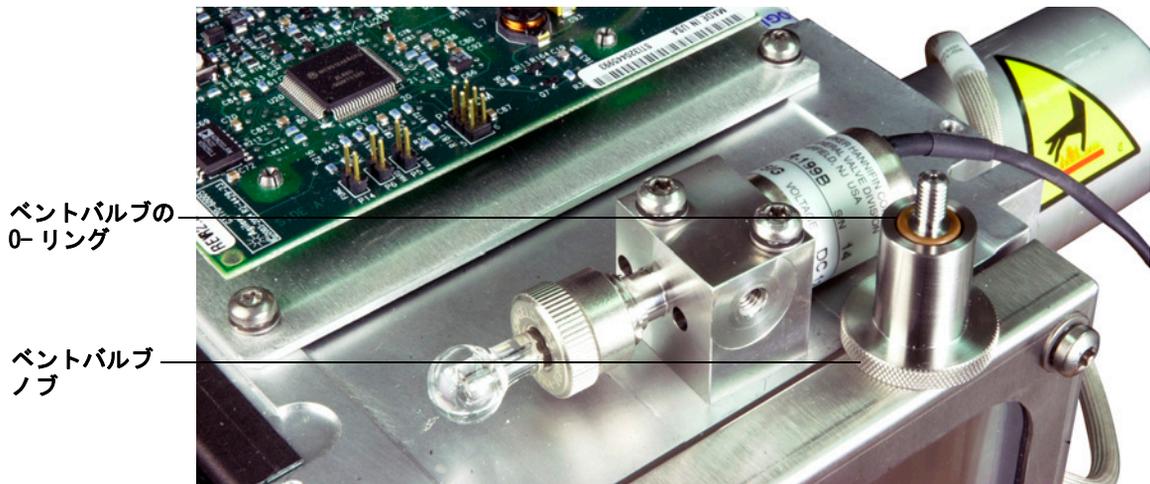


図 33 ベントバルブの O リング

- 6 ベントバルブのノブを再び取り付けます。

注意

ベントバルブのノブを再び取り付け際には、十分注意してください。ノブを斜めに装着すると、バルブ本体のねじ山を損傷する恐れがあります。バルブ O リングが適切な位置にあるよう注意してください。

- 7 MSD を真空排気します。80 ページを参照。

分析器のメンテナンス

スケジューリング

分析器の部品で、定期的なメンテナンスが必要な箇所はありません。しかし、MSD の動作によって必要だとわかった場合、いくつかの作業を実行する必要があります。それには以下のものがあります。

- ・ イオン源の洗浄
- ・ フィラメントの交換
- ・ 電子増倍管ホーンの交換

117 ページ「一般的なトラブルシューティング」に、分析器のメンテナンスの必要性を示す症状に関する情報が記載されています。MSD ChemStation ソフトウェアにあるオンラインヘルプのトラブルシューティングに関する部分に、詳しい情報があります。

注意事項

清潔に保つ

分析器のメンテナンス中は、部品を清潔に保ってください。分析器のメンテナンスには、分析器部分を開け、分析器から部品を取り外す作業が含まれます。分析器のメンテナンス中は、分析器や分析器部分の内部が汚染されないよう注意してください。分析器のメンテナンス中は、清潔な手袋を常にはめてください。洗浄後、部品は完全にベークアウトしてから、再び取り付けてください。洗浄後、分析器の部品は、清潔でけぼの出ない布の上以外には置かないでください。

注意

適切に行われないと、分析器のメンテナンスによって、MSD が汚れる可能性があります。

警告

分析器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。

静電放電によって損傷する可能性がある部品

分析器の部品に接続している配線、接触部、ケーブルは、接続している電子基盤に静電放電 (ESD) を起こす可能性があります。これは特に質量フィルタ (四重極) と接触しているワイヤーに当てはまります。こうしたワイヤーは、サイドプレート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。詳細情報は [175 ページ](#) を参照してください。

注意

分析器のコンポーネントの静電放電はサイドボードに導かれます。静電放電は静電気に弱いコンポーネントを破損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。[\(175 ページを参照\)](#)。分析器部分を開ける *前* に、その他の静電気防止策を行ってください。

いじってはいけない分析器の部品

質量フィルタ (四重極) に、定期的なメンテナンスは必要ありません。通常、質量フィルタをいじる必要はありません。極度に汚れた際には、洗浄する場合があります。しかしそうした洗浄は、Agilent Technologies の訓練を受けたサービス担当者だけが行うべきものです。HED セラミック絶縁体には決して触れないでください。

注意

質量フィルタを不適切に扱ったり洗浄したりすると、損傷が起こり、機器の動作に深刻で悪い影響を及ぼす可能性があります。HED セラミック絶縁体に触れないでください。

更に多くの情報が参照できます。

分析器の部品の位置や機能に関する詳細は、[第 10 章](#)、265 ページ「[分析器](#)」を参照してください。

本章の手順の大半は、ビデオクリップで説明されています。

EI イオン源を取り外す

必要な材料

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

手順



- 1 MSD を通気します。71 ページを参照。
- 2 分析器部分を開けます。73 ページを参照。

分析器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、その他の静電気防止策を行っていることを確認してください。

- 3 イオン源から 7 本のワイヤーを外します。ワイヤーを必要以上に曲げないでください (図 34、表 20)。

表 20 イオン源のワイヤー

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 (上のフィラメ ント)	2
赤	リペラ	1
黒	フィラメント 2 (下のフィラメ ント)	2

注意

コネクタを手にして引き抜いてください。ワイヤーから抜かないでください。

- 4 イオン源ヒーターと温度センサーに向けて、フィードスルーボードへとワイヤーをたどります。そこでワイヤーを外します。
- 5 イオン源を適切な位置に留めている蝶ねじを外します。
- 6 イオン源のラジエータからイオン源を引き抜きます。

警告

分析器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。

7 通常のメンテナンス

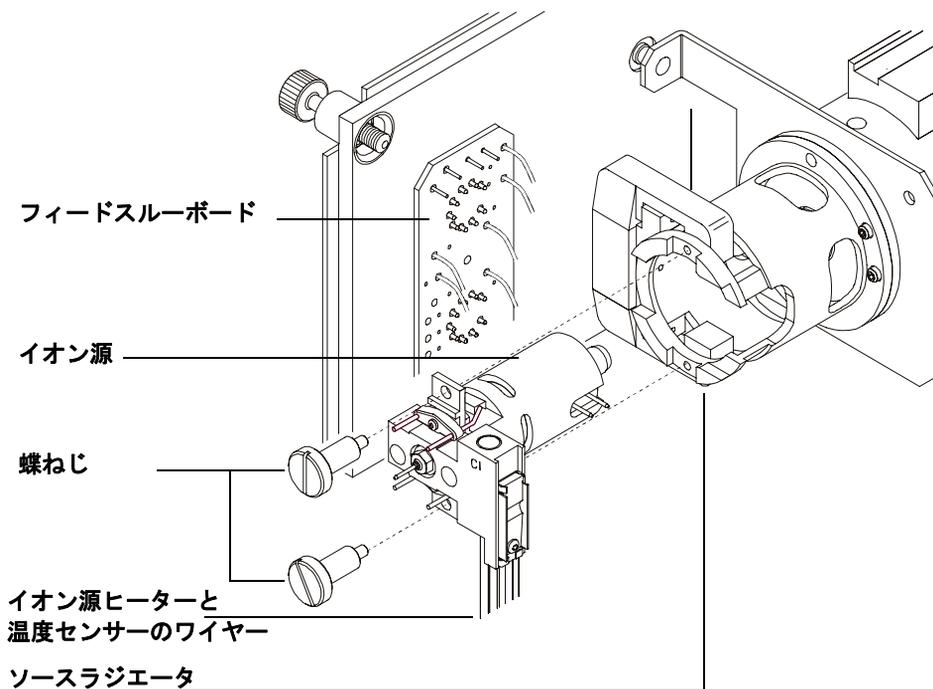


図 34 イオン源の取り外し

E1 イオン源を分解する

必要な材料

- ・ 手袋、無菌、リントフリー
 - ・ 大 (8650-0030)
 - ・ 小 (8650-0029)
- ・ ヘックスボールドライバー、1.5 mm (8710-1570)
- ・ ヘックスボールドライバー、2.0 mm (8710-1804)
- ・ ヘックスナットドライバー、5.5 mm (8710-1220)
- ・ 片口スパナ、10 mm (8710-2353)

手順



- 1 イオン源を取り外します。200 ページを参照。
- 2 フィラメントを取り外します (図 35)。
- 3 イオン源本体からリペラアセンブリを外します。リペラアセンブリには、イオン源ヒーターアセンブリ、リペラ、関連部品が含まれます。
- 4 リペラを外します。
- 5 接続部のソケットのねじをゆるめます。10 mm の片口スパナが、接続部ソケットの平らな部分に合います。
- 6 レンズの固定ねじを外します。
- 7 イオン源本体からレンズを押し出します。

注

標準的なイオン源の組立手順は、ビデオで見ることができます。

7 通常のメンテナンス

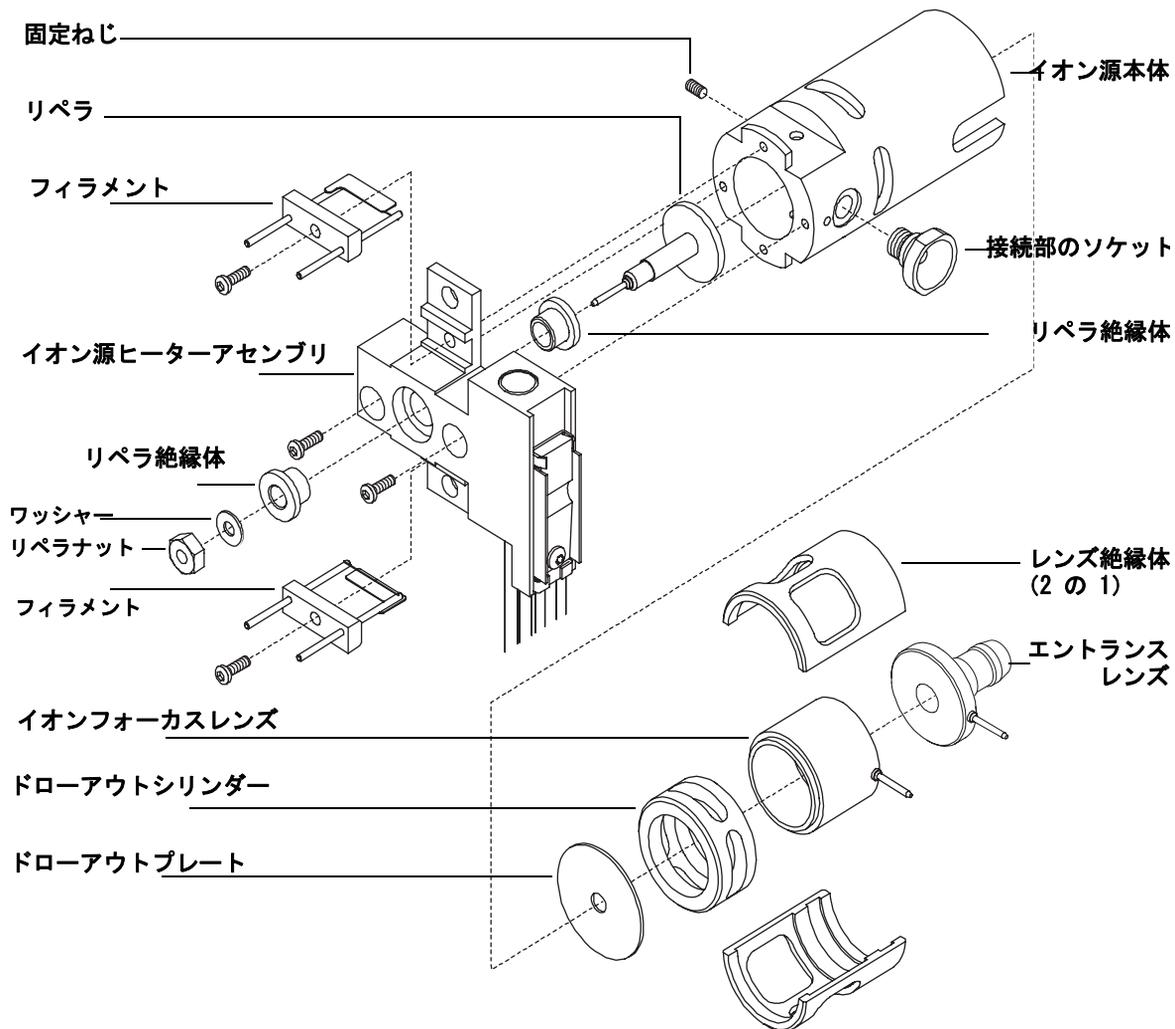


図 35 EI イオン源の分解

E1 イオン源を洗浄する

必要な材料

- ・ 紙やすり (5061-5896)
- ・ アルミナ研磨剤 (8660-0791)
- ・ アルミホイル、清潔なもの
- ・ クロス、無菌 (05980-60051)
- ・ 綿棒 (5080-5400)
- ・ ガラスのビーカー、500 mL
- ・ 手袋、無菌、リントフリー
 - ・ 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
- ・ 超音波槽

準備



- 1 イオン源を分解します。203 ページを参照。
- 2 洗浄するため、以下のパーツを集めます。(図 36)
 - ・ リペラ
 - ・ 接続部のソケット
 - ・ 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ー
 - ・ イオンフォーカスレンズ
 - ・ エントランスレンズ

これらは、サンプルやイオンビームに接触する部品です。他の部品は通常、洗浄の必要がありません。

7 通常のメンテナンス

注意

絶縁体が汚れている時は、試薬用メタノールをふくませた綿棒で洗浄してください。それでも絶縁体がきれいにならない場合は、交換してください。絶縁体を洗浄するのに、研磨したり超音波を使用したりしないでください。

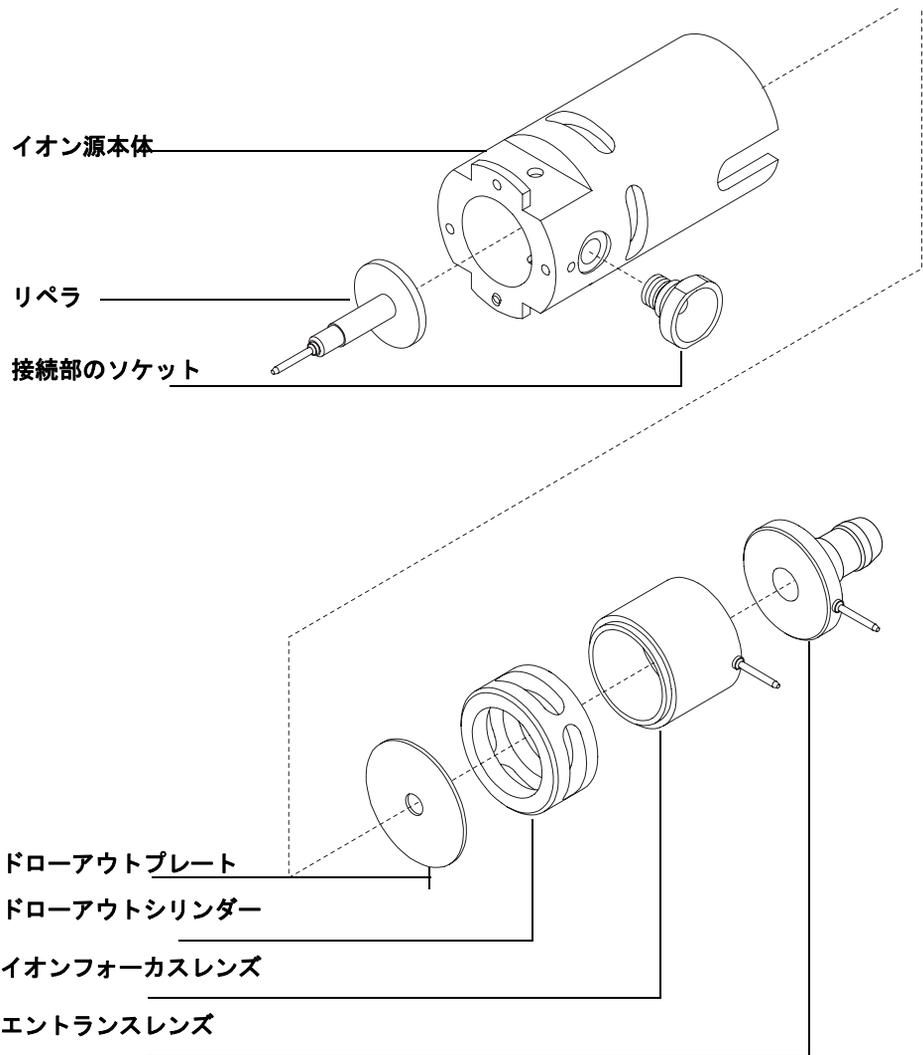


図 36 洗浄するイオン源の部品

7 通常のメンテナンス

手順

注意

フィラメント、イオン源ヒーターアセンブリ、絶縁体は、超音波で洗浄できません。汚れがひどくなった時には、これらの部品を交換してください。

3 分析器へのオイルの逆流といったひどい汚れの場合は、汚れた部品の交換を真剣に検討してください。



4 サンプルやイオンビームに接触する表面を、研磨して洗浄します。

アルミナパウダーの研磨スラリーと、綿棒にふくませた試薬用メタノールを使用してください。十分に力を込め、染みをすべて取ってください。部品を磨く必要はありません。小さなきずで、性能は低下しません。また、フィラメントからの電子がイオン源本体に入る箇所の染みも取ってください。

5 試薬用メタノールで、研磨後の残りかすを洗い流します。

超音波洗浄の**前に**、研磨後の残りかすが**完全に**洗い流されたか確認してください。メタノールがにごったり、目に見える粒があったりする場合、再び洗い流してください。

6 研磨洗浄しなかった部品と、研磨洗浄した部品を分離します。



7 部品を 15 分間、(各グループに分けて) 超音波洗浄します。その際、以下の溶媒を別々に使用します。

- ・ 塩化メチレン (試薬用)
- ・ アセトン (試薬用)
- ・ メタノール (試薬用)

警告

これらの溶媒は、すべて危険です。ヒュームフードのある実験室で作業し、適切な予防策をすべて行ってください。

8 清潔なビーカーの中に部品を置きます。清潔なアルミホイルで (光の鈍い方を下にして)、ビーカーを**ゆるく**おおいます。

9 洗浄した部品を、オーブンをを使って、100 から 150 °C で 30 分間乾燥させます。

警告

部品を冷ましてから、手で触れてください。

注

洗浄して乾いた部品を、再び汚さないよう注意してください。清潔で新しい手袋をはめてから、部品に触れてください。洗浄した部品を、汚れた表面に取り付けしないでください。清潔でけばの出来ない布だけを使って、取り付けてください。

EI イオン源を再び組み立てる

必要な材料

- ・ 手袋、無菌、リントフリー
 - ・ 大 (8650-0030)
 - ・ 小 (8650-0029)
- ・ ヘックスボールドライバー、1.5 mm (8710-1570)
- ・ ヘックスボールドライバー、2.0 mm (8710-1804)
- ・ ヘックスナットドライバー、5.5 mm (8710-1220)
- ・ 片口スパナ、10 mm (8710-2353)

手順



- 1 ドローアウトプレートとドローアウトシリンダーを、イオン源本体の中へ入れます (図 37)。
- 2 イオンフォーカスレンズ、エントランスレンズ、レンズ絶縁体を組み立てます。
- 3 組み立てた部品を、イオン源本体の中へ入れます。
- 4 固定ねじを取り付け、レンズを適切な位置に固定します。
- 5 リペラ、リペラ絶縁体、ワッシャー、リペラナットを、イオン源ヒーターアセンブリに再び取り付けます。

できあがったアセンブリは、リペラアセンブリと呼ばれます。

注意

リペラナットを締めすぎないでください。イオン源が加熱した時、セラミックリペラ絶縁体が壊れます。ナットは「手で締める」程度にしてください。

- 6 リペラアセンブリをイオン源本体に再び取り付けます。リペラアセンブリには、イオン源ヒーターアセンブリ、リペラ、関連部品が含まれます。
- 7 フィラメントを再び取り付けます。
- 8 接続部のソケットを再び取り付けます。

注意

接続部のソケットを締めすぎないでください。締めすぎると、ねじ山がつぶれる可能性があります。

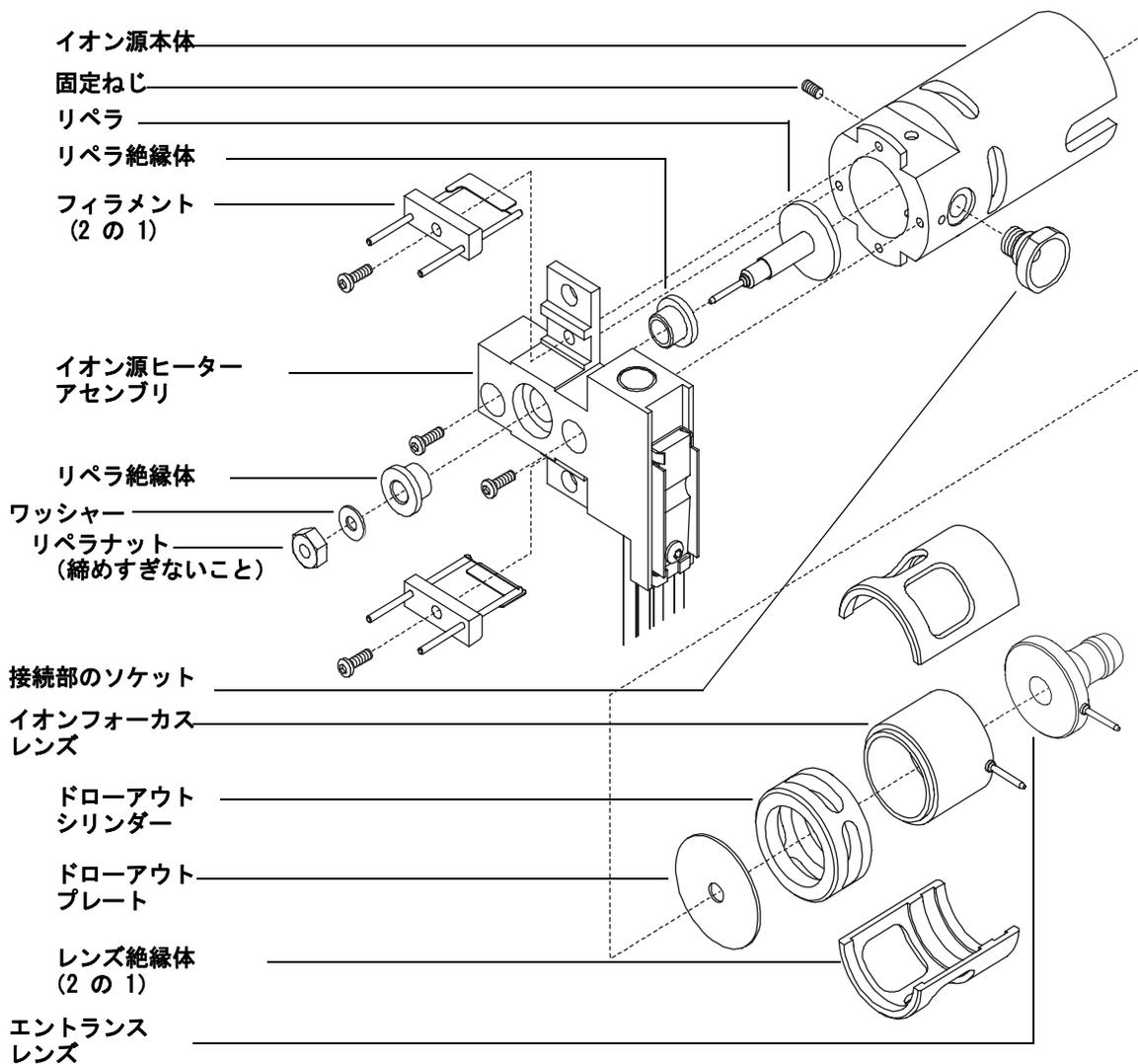


図 37 イオン源の組み立て

EI イオン源を再び取り付ける

必要な材料

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

手順



- 1 イオン源を、イオン源のラジエータの中へ入れます (図 38)。
- 2 イオン源の蝶ねじを取り付け、手で締めます。蝶ねじを締めすぎないでください。
- 3 76 ページ「分析器部分を閉めるには」で示されているように、イオン源のワイヤーを接続します。分析器部分を閉じます。

4 MSD を真空排気します。80 ページ参照。

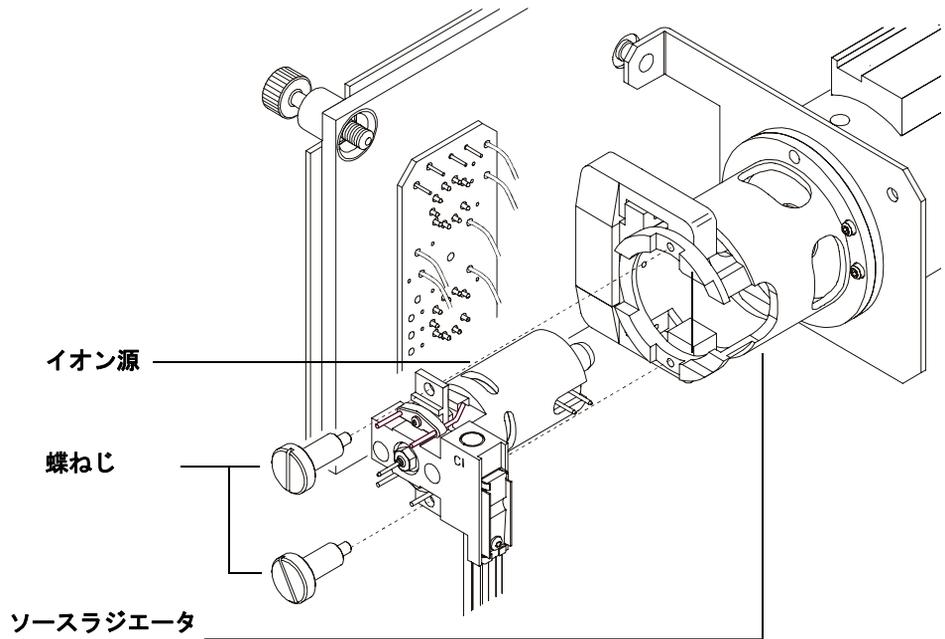


図 38 EI イオン源の取り付け

フィラメントを取り外す

必要な材料

- ・ 手袋、無菌、リントフリー
 - ・ 大 (8650-0030)
 - ・ 小 (8650-0029)
- ・ ヘックスボールドライバー、1.5 mm (8710-1570)

手順

- 1 MSD を通気します。71 ページを参照。
- 2 分析器部分を開けます。73 ページを参照。
- 3 イオン源を取り外します。200 ページを参照。
- 4 交換するフィラメントを取り外します (図 39)。

警告

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

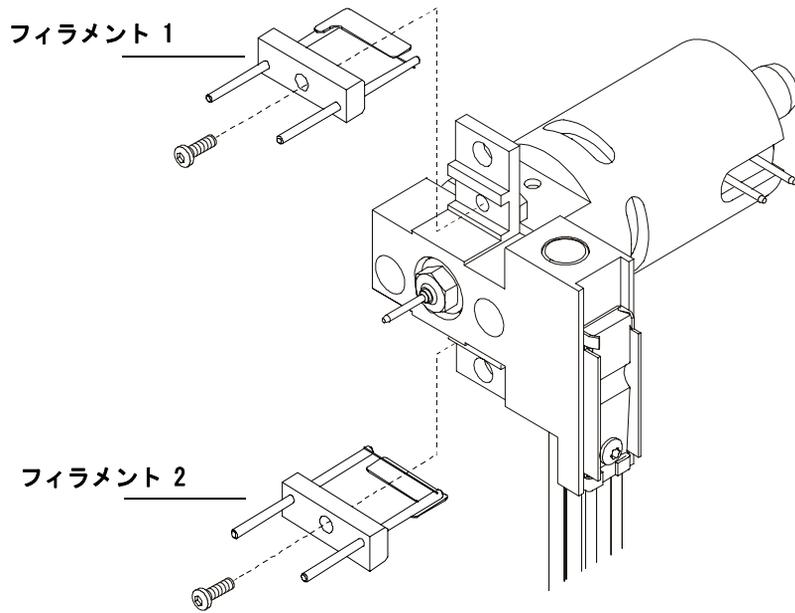


図 39 フィラメントの交換

フィラメントを再び取り付ける

必要な材料

- ・ フィラメントアセンブリ (G2590-60053)
- ・ 手袋、無菌、リントフリー
 - ・ 大 (8650-0030)
 - ・ 小 (8650-0029)
- ・ ヘックスボールドライバー、1.5 mm (8710-1570)

手順



- 1 新しいフィラメントを取り付けます (図 39)。
- 2 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。
- 3 フィラメントアセンブリをスライドさせて外します。
- 4 フィラメントがイオン源本体の横に来るようにアセンブリの向きを変えます。
- 5 イオン源本体へのねじを交換します。
- 6 フィラメントを取り付けた後、イオン源本体をこすっていないことを確認します。
- 7 イオン源を再び取り付けます。212 ページを参照。
- 8 分析器部分を閉じます。76 ページを参照。
- 9 MSD を真空排気します。80 ページを参照。
- 10 MSD をオートチューニングします。64 ページを参照。
- 11 [パラメータ編集 (Edit Parameters)] ダイアログボックス ([装置 (Instrument)]/[MS チューニングパラメータ編集 (Edit MS Tune Parameters)]) で、その他のフィラメントを選択します。
- 12 MSD を再びオートチューニングします。
- 13 最善の結果を出しているフィラメントを選択し、使用します。

最初のフィラメントを使用する場合、再びオートチューニングを実行し、チューニングパラメータがフィラメントと適合していることを確認してください。
- 14 [ファイル (File)] メニューから [チューニングパラメータ保存 (Save Tune Parameters)] を選択します。

イオン源からヒーターとセンサーを取り外す

必要な材料

- ・ 手袋、無菌、リントフリー
 - ・ 大 (8650-0030)
 - ・ 小 (8650-0029)
- ・ ヘックスボールドライバー、1.5 mm (8710-1570)
- ・ ヘックスボールドライバー、2.0 mm (8710-1804)
- ・ ヘックスナットドライバー、5.5 mm (8710-1220)

手順

- 1 MSD を通気します。71 ページ参照。
- 2 分析器部分を開けます。73 ページを参照。
- 3 イオン源を、イオン源のラジエータから取り外します。200 ページを参照。
- 4 フィラメントを取り外します。
- 5 リペラアセンブリを外します (図 40)。リペラアセンブリには、イオン源ヒーターアセンブリ、リペラ、関連部品が含まれます。
- 6 リペラナット、ワッシャー、リペラ絶縁体、リペラを外します。

ヒーター部分からヒーターと温度センサーを外す必要はありません。新しいイオン源ヒーターアセンブリには、組み立て済みの全 3 部品が含まれています。

7 通常のメンテナンス

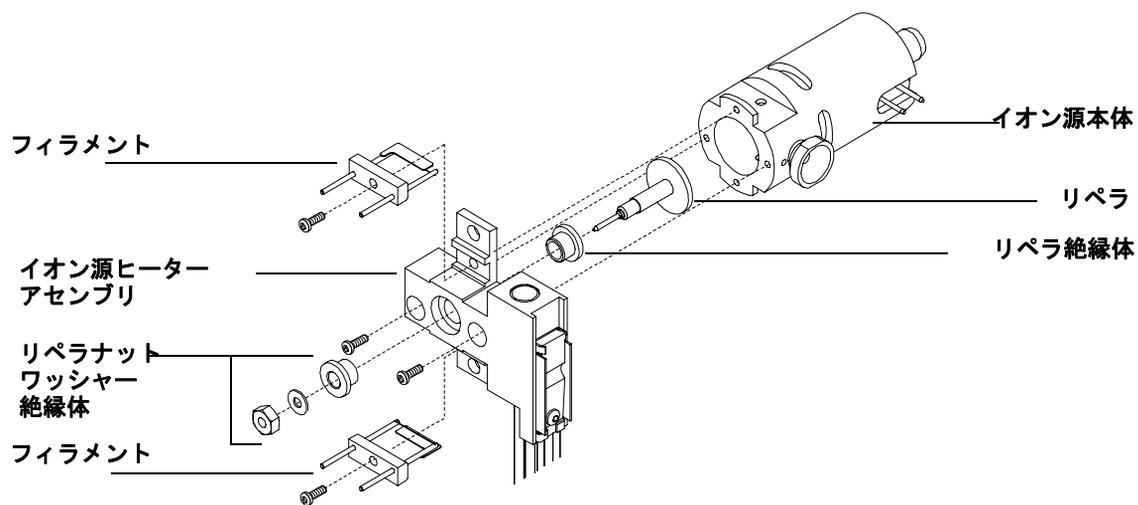


図 40 ヒーターとセンサーの交換

イオン源にヒーターとセンサーを再び取り付ける

必要な材料

- ・ 手袋、無菌、リントフリー
 - ・ 大 (8650-0030)
 - ・ 小 (8650-0029)
- ・ ヘックスボールドライバー、1.5 mm (8710-1570)
- ・ ヘックスボールドライバー、2.0 mm (8710-1804)
- ・ ヘックスナットドライバー、5.5 mm (8710-1220)
- ・ イオン源ヒーターアセンブリ (G2589-60177)

手順

- 1 新しいイオン源ヒーターアセンブリの梱包を解きます。ヒーター、温度センサー、ヒーター部分は既に組み立てられています。
- 2 リペラ、リペラ絶縁体、ワッシャー、リペラナットを再び取り付けます (図 40)。できあがったアセンブリは、リペラアセンブリと呼ばれます。

注意

リペラナットを締めすぎないでください。イオン源が加熱した時、セラミックリペラ絶縁体が壊れます。ナットは手で締める程度にしてください。

- 3 リペラアセンブリをイオン源本体に取り付けます。
- 4 フィラメントを再び取り付けます。
- 5 イオン源を、イオン源のラジエータに再び取り付けます。212 ページを参照。
- 6 フィードスルーボードからイオン源へ、ワイヤーを再びつなぎます。
- 7 ヒーターと温度センサーのワイヤーを、フィードスルーボードに再びつなぎます。
- 8 分析器部分を閉じます。76 ページを参照。
- 9 MSD を真空排気します。80 ページを参照。

質量フィルタからヒーターとセンサーを取り外す

必要な材料

- 手袋、無菌、リントフリー
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- ヘックスボールドライバー、1.5 mm (8710-1570)
- ヘックスボールドライバー、2.0 mm (8710-1804)

手順

- 1 MSD を通気します。71 ページを参照。
- 2 分析器部分を開けます。73 ページを参照。
- 3 質量フィルタヒーターと温度センサーのワイヤーを、フィードスルーボードから外します。
- 4 質量フィルタヒーターアセンブリを、質量フィルタのラジエータから外します。

注意

質量フィルタに接触しているリード線に触れないでください。サイドプレートに ESD 損傷を起こす可能性があります。

質量フィルタにヒーターとセンサーを再び取り付ける

必要な材料

- ・ 手袋、無菌、リントフリー
 - ・ 大 (8650-0030)
 - ・ 小 (8650-0029)
- ・ ヘックスボールドライバー、1.5 mm (8710-1570)
- ・ ヘックスボールドライバー、2.0 mm (8710-1804)
- ・ 質量フィルタヒーターアセンブリ (G1099-60172)

手順

- 1 新しい質量フィルタヒーターアセンブリの梱包を解きます (図 41)。ヒーター、温度センサー、ヒーター部分は既に組み立てられています。
- 2 質量フィルタのラジエータの上部に、ヒーターアセンブリを取り付けます。
- 3 ヒーターと温度センサーのワイヤーを、フィードスルーボードに取り付けます。
- 4 分析器部分を閉じます。76 ページを参照。
- 5 MSD を真空排気します。80 ページを参照。

注意

質量フィルタに接触しているリード線に触れないでください。サイドプレートに ESD 損傷を起こす可能性があります。

7 通常のメンテナンス

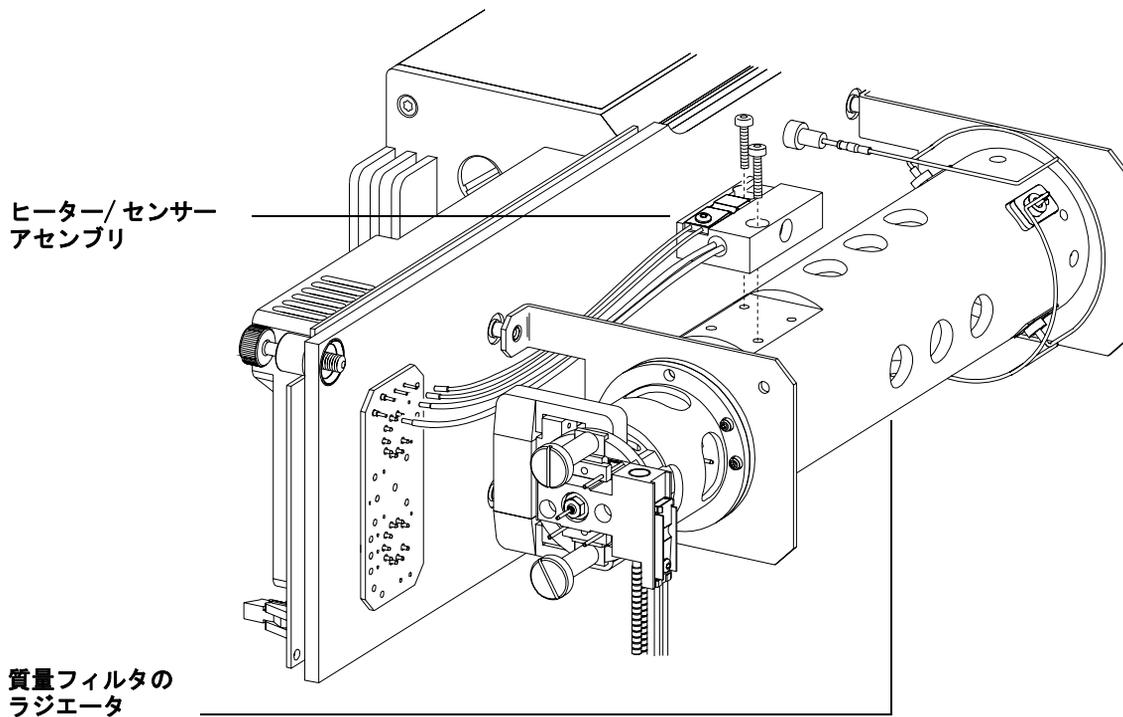


図 41 質量フィルタヒーターとセンサー

電子増倍管ホーンを交換する

必要な材料

- 電子増倍管ホーン (05971-80103)
- 手袋、無菌、リントフリー
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)

手順



- 1 MSD を通気します。71 ページを参照。
- 2 分析器部分を開けます。73 ページを参照。
- 3 固定クリップを開きます (図 42)。クリップの両方の腕を同時につまみ、カップを下に動かします。
- 4 電子増倍管ホーンを外します。
- 5 新しい電子増倍管ホーンを取り付けます。
- 6 固定クリップを閉じます。

ホーンのシグナルピンは、必ず接触部の輪の**外側**に置いてください。シグナルピンを、接触部の輪の内側に**置かない**でください。適切に取り付けられていないと、感度が鈍くなったり、シグナルが出なかったりします。
- 7 分析器部分を閉じます。76 ページを参照。

7 通常のメンテナンス

8 MSD を真空排気します。80 ページを参照。

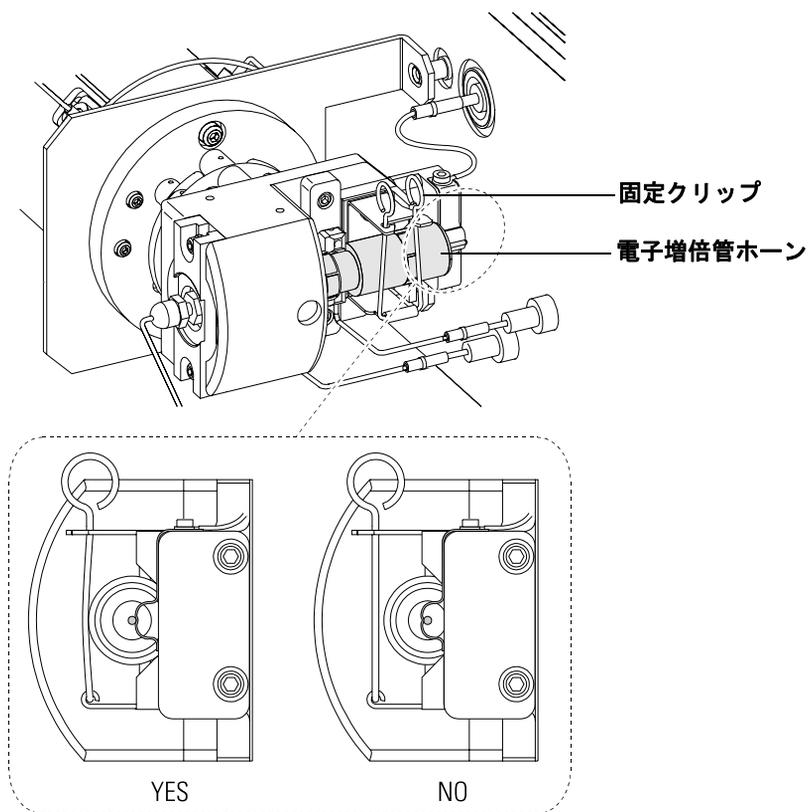


図 42 電子増倍管ホーンの交換

GC/MSD 接続部のメンテナンス

GC/MSD 接続部に定期的なメンテナンスは必要ありません。

GC/MSD 接続部のヒーターカートリッジは、故障することがほとんどありません。その場合、ヒーターとセンサーを交換する必要があります。本章では、ヒーターとセンサーを取り外し、新しいものを取り付ける手順を説明します。
 図 44 を参照してください。

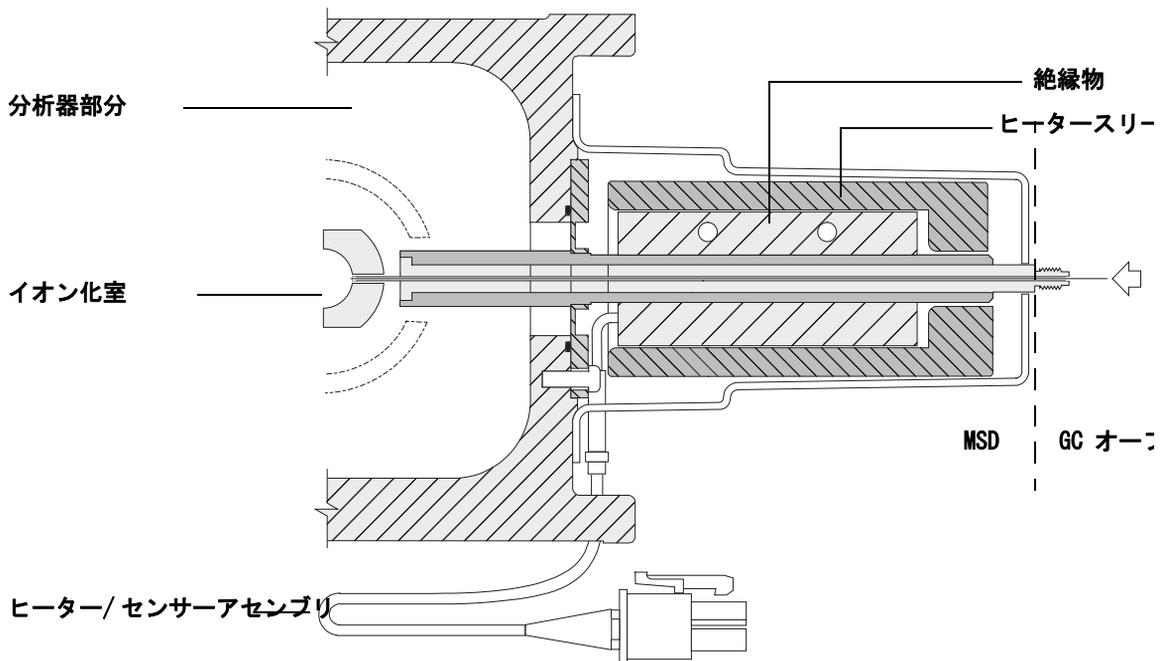


図 43 EI GC/MSD 接続部

GC/MSD 接続部のヒーターとセンサーを取り外す

必要な材料

- ・ ねじ回し、Torx T-15 (8710-1622)
- ・ ヘックスドライバー、1.5 mm(8710-1570)

手順

- 1 MSD を通気します。71 ページを参照。
- 2 GC/MSD 接続部のヒーターがオフになっていることを確認します。このヒーターは、GC によって制御され、動力を供給されています。
- 3 MSD を GC から分離します。182 ページを参照。
- 4 GC/MSD 接続部からカバーを外します。

警告

GC/MSD 接続部は、非常に高温で稼働します。また、十分に断熱されています。触れる前に、接続部が冷めていることを確認してください。

- 5 断熱材を、GC/MSD 接続部から抜き取ります (図 44)。
- 6 ヒータースリーブの 2 本のねじをゆるめます。
- 7 ヒータースリーブを、GC/MSD 接続部から抜き取ります。接続部からヒータースリーブを外すため、ヒータースリーブのスロットを **ゆっくり** こじ開けることになる場合があります。
- 8 固定ねじをゆるめ、ヒーターと温度センサーをヒータースリーブから取り外します。

熱と酸化のため、ヒーターや、より少ない頻度で温度センサーが、ヒータースリーブ内で「溶接される」ことがよくあります。ヒーターやセンサー用の穴が、ヒータースリーブを貫いて開けられています。詰まった部品を取り除くため、棒を差し込むことが可能となっています。しかし、正常な動作のためには、ヒーターやセンサーが穴と正確に接触している必要があります。ヒーターやセンサーを取り外すのが困難な場合、恐らく穴が損傷しており、ヒータースリーブを交換する必要があります。穴を磨くのは、穴を広げてしまうため、適切な解決策ではありません。

注意

損傷したヒータースリーブに新しいヒーターやセンサーを取り付けると、加熱部の性能が低下し、新しい部品の寿命を縮める可能性があります。

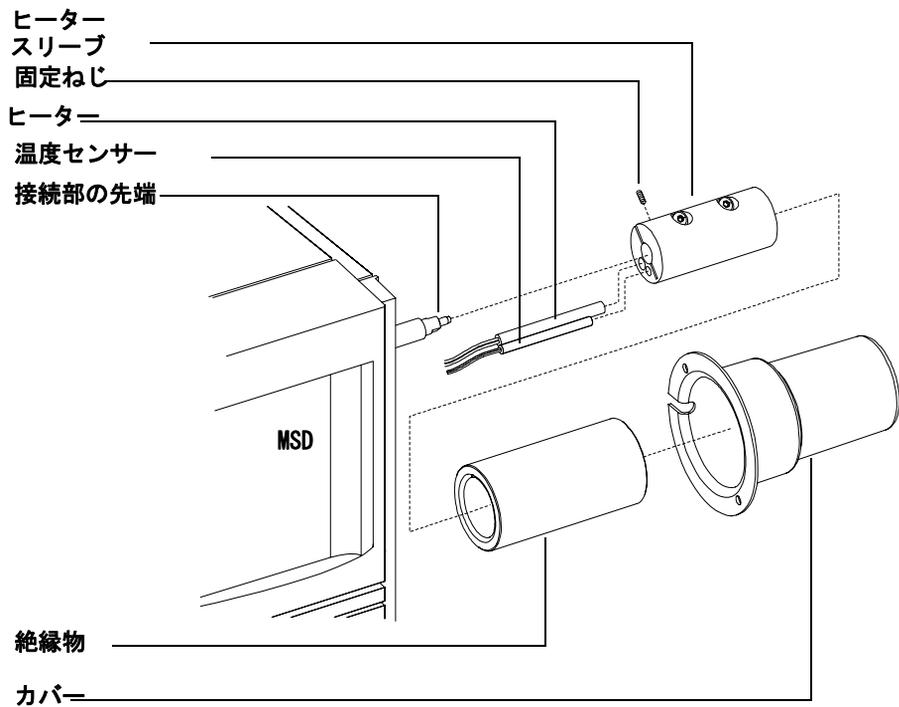


図 44 GC/MSD 接続部のヒーターとセンサーを交換する

GC/MSD 接続部のヒーターとセンサーを再び取り付ける

必要な材料

- GC/MSD 接続部のヒーターアセンブリ (G1099-60107)
- ヒータースリーブ (G1099-20210) 損傷している場合、古いスリーブを交換します。
- ねじ回し、Torx T-15 (8710-1622)
- ヘックスドライバー、1.5 mm (8710-1570)

手順

- 1 新しいヒーターと温度センサーを、ヒータースリーブの中へ入れます (図 44)。
- 2 固定ねじを再び取り付けます。
- 3 ヒータースリーブを、GC/MSD 接続部に取り付けます。ヒータースリーブの位置を調整し、ねじが上にくるようにします。ねじを均等に締めます。
- 4 断熱材を、GC/MSD 接続部に取り付けます。

注意

断熱材の内面に沿って、浅い溝があります。この溝は、ヒータースリーブのねじの頭とぴったり合わせる**必要がありません**。そうでないと、割れるなどの損傷が断熱材に起こる可能性があります。

- 5 GC/MSD 接続部カバーを再び取り付けます。ヒーターとセンサーからのワイヤーが、接続部カバーの切り取られた部分を通っているか確認してください。
- 6 MSD を GC に再接続します。184 ページを参照。
- 7 GC/MSD 接続部ケーブルを GC に再接続します。キャピラリーカラムを再び取り付けます。
- 8 MSD を真空排気します。80 ページを参照。
- 9 GC をオンにします。GC/MSD 接続部と GC オープンのために、適切な温度設定値を入力します。

電子機器のメンテナンス

定期メンテナンス

MSD の電子部品には、通常スケジュールでの交換が必要なものではありません。MSD の電子部品には、通常スケジュールでの調整やキャリブレーションが必要なものではありません。MSD の電子器機を、不必要に触れないでください。

電子部品

電子部品で、ユーザーがメンテナンスできるものはほとんどありません。主なヒューズは、ユーザーが交換することができます。RF コイルは、ユーザーが調整することができます。その他すべての電子器機のメンテナンスは、Agilent Technologies のサービス担当者が行う必要があります。

警告

こうした手順を不適切に行うと、安全面での深刻な問題を起こす可能性があります。こうした手順を不適切に行うと、MSD に深刻な損傷、もしくは異常な動作を起こす可能性もあります。

警告

MSD を通気し、電源コードを外してから、RF コイルを調整する以外のことした手順を行ってください。

静電予防策

MSD にあるプリント回路基盤の部品はすべて、静電放電 (ESD) で損傷する可能性があります。絶対に必要な場合を除いて、こうした基盤に触れないでください。また、配線、接触部、ケーブルも、接続しているプリント回路基盤に ESD を起こす可能性があります。これは特に質量フィルタ (四重極) と接触しているワイヤーに当てはまります。こうしたワイヤーは、サイドプレート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、MSD の性能と安定性を低下させます。

プリント回路基盤上や近くで作業する時、または、プリント回路基盤と接続している配線、接触部、ケーブルにつながっている部品上で作業する時には、接地された静電防止リストストラップを常に使用し、その他にも静電気防止策を取ってください。リストストラップは、正しく接地されたアースと接続してい

7 通常のメンテナンス

る必要があります。それが不可能な場合、製作途上の部品で伝導性のある（金属の）部分と接続している必要があります。しかし、電子部品、絶縁されていないワイヤーやトレース、コネクタ上のピンと **接続してはいけません**。

MSD から取り外された部品やアセンブリ上で作業しなければならない場合は、接地された静電防止マットのような、追加の予防策を行ってください。これには分析器も含まれます。

注意

効果を上げるため、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）必要があります。ゆるいストラップだと、ほとんど、あるいはまったく保護の用をなしません。

注意

静電防止の予防策は、100% 効果的ではありません。電子回路基盤になるだけ触れないようにし、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。

更に多くの情報が参照できます。

電子部品の機能に関する詳細は、[第 11 章](#)、285 ページ「[電子機器](#)」を参照してください。

本章の手順の大半は、ビデオクリップで説明されています。

四重極周波数を調整する

必要な材料

- ・ マイナスドライバー、大 (8730-0002)

手順

- 1 MSD が熱平衡しているか確認します。MSD が熱平衡に達する設定値にすべての加熱部が達した後、少なくとも 2 時間はかかります。
- 2 分析器のカバーを開けます。69 ページを参照。

警告

他のカバーは取り外さないでください。こうしたカバーの下には、危険な状態の電圧があります。



- 3 サイドプレートの RF カバーが固定されており、ねじがなくなっていないことを確認します。RF カバーがゆるんでいたたり、ねじがなくなっていると、コイルの調整に著しく影響を及ぼす可能性があります。
- 4 [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] ビューで、[実行 (Execute)] メニューから [四重極の最適化 (Optimize Quadrupole Frequency)] を選択します。
- 5 m/z 単位で、100 の値を入力します。
- 6 四重極周波数調整ねじをゆっくり回し、表示される電圧を最小にします (図 45)。

調整ねじを交互に回します。それぞれのねじを、1 度に少しだけ回します。等しい伸張範囲でねじを保ちます。最低電圧は通常、70 から 100 mV の間となっています。

注意

ねじを調整するのに、硬貨を使用しないでください。硬貨を落とすと、電子器機のファンに落ち、深刻な損傷の原因となる可能性があります。

- 7 電圧が最小になったら、[停止 (Stop)] をクリックします。

7 通常のメンテナンス

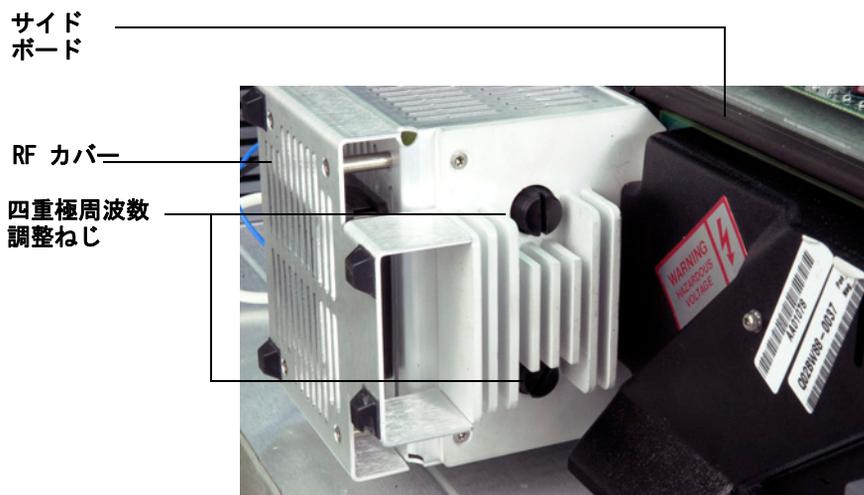


図 45 四重極周波数の調整

- 8 手順 4 から 7 を、 m/z 650 で繰り返します。最小電圧は通常、300 から 340 mV の間となっています。
- 9 四重極の最適化設定プログラムを終了します。
- 10 [実行 (Execute)] メニューから、[MS オフ (MS OFF)] を選択します。
- 11 分析器部分を閉じます。
- 12 MSD のチューニング [64 ページ](#)を参照。

主なヒューズを交換する

必要な材料

- ・ ヒューズ、T8 A、250 V(2110-0969) - 2 個必要
- ・ マイナスドライバー、(8730-0002)

主なヒューズの故障で最もよくある原因は、フォアラインポンプの故障です。MSD の主なヒューズが機能していない場合、フォアラインポンプを確認してください。

手順

- 1 MSD を通気し (71 ページ)、電気コンセントから電源コードを抜きます。

主なヒューズの一つが機能していない場合、MSD は既にオフになっています。しかし安全のため、MSD のスイッチをオフにし、電源コードを抜いてください。分析器部分に空気を入れる必要は、必ずしもありません。

警告

MSD が電源に接続されている間は、主なヒューズを決して交換しないでください。

警告

GC のキャリアーガスに水素を使用している場合、電源の故障で、分析器部分に水素が蓄積される可能性があります。そうした場合、追加の予防策が必要です。24 ページ「[水素の安全性](#)」を参照してください。

- 2 ヒューズのホルダーの 1 つ (図 46) を、外れるまで反時計回りに回します。ヒューズのホルダーは、ばねじかけとなっています。
- 3 ヒューズのホルダーから、古いヒューズを取り外します。
- 4 ヒューズのホルダーに、新しいヒューズを取り付けます。
- 5 ヒューズのホルダーを再び取り付けます。

7 通常のメンテナンス

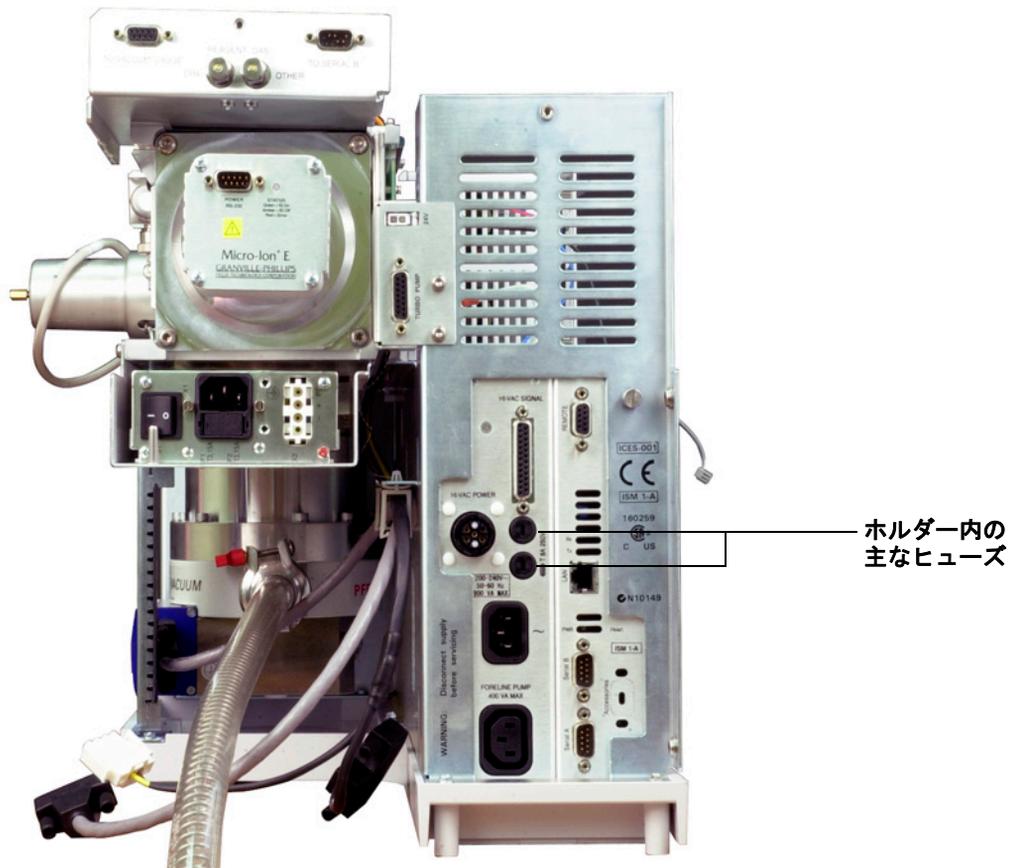
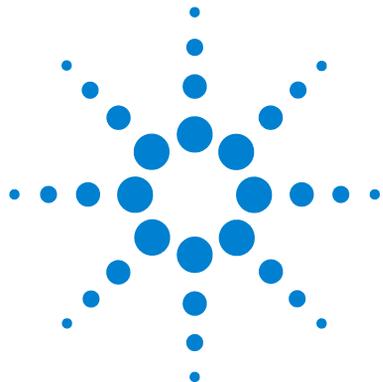


図 46 主なヒューズ

- 6 他のヒューズに対し、手順 3 から 6 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 電気コンセントに MSD 電源コードを再び入れます。
- 8 MSD を真空排気します。80 ページを参照。



8 CI メンテナンス

概要	236
イオン源の洗浄	236
アンモニア	236
CI 動作用に MSD をセットアップする	237
ガイドライン	237
CI イオン源を取り付ける	238
CI 接続部先端シールを取り付ける	239
EI イオン源を洗浄する	240
アンモニアによるフォアラインポンプの損傷を最小限にする	242
メタン/イソブタンガス清浄機を交換する	243
試薬ガス供給ラインを洗浄する	244
CI キャリブレーションバイアルを再充填する	245

本章では、化学イオン化ハードウェアを装備した 5975 シリーズ MSD に特有なメンテナンスの手順と要件を説明します。



概要

イオン源の洗浄

CI モードで MSD を動作させると、イオン源の洗浄をより頻繁に行わなければなりません。CI 動作では、イオン源部分は EI 動作の時より速く汚れる傾向があります。CI の方が、必要とされるイオン源の圧力が高いためです。

警告

危険な溶媒はヒュームフードの下で使用し、すべてのメンテナンス手順を必ず実行してください。必ず十分に換気された部屋で MSD を操作してください。

アンモニア

アンモニアを試薬ガスとして使用すると、フォアラインポンプをメンテナンスする必要性が高まります。アンモニアは、フォアラインポンプのオイルの分解を速める原因となります。そのため、フォアライン真空ポンプのオイルを頻繁に確認し、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。

タンクを直立の状態にして、アンモニアを入れるようにしてください。こうすることで、液体アンモニアがフローモジュールに流れ込むのを防げます。

CI 動作用に 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

- EI モードで排気する前に、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。65 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、(アンモニア対応ではない) ガス清浄機が備え付けられていることを確認してください。
- 超高純度の試薬ガスを使用してください (メタンで 99.99% 以上)。この純度であれば、他の試薬ガスにも使用可能です。

CI イオン源を取り付ける

注意

分析器のコンポーネントの静電放電はサイドボードに導かれます。静電放電は静電気に弱いコンポーネントを破損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。分析器部分を開ける **前に**、その他の静電気防止策を行ってください。

手順

- 1 MSD を通気し、分析器を開けます。71 ページ参照。
- 2 EI イオン源を取り外します。200 ページ参照。
- 3 CI イオン源を収納箱から取り外し、イオン源をラジエータに挿入します。
- 4 蝶ねじを再び取り付けます (図 47)。
- 5 76 ページ「分析器部分を閉めるには」の説明に従って、配線を接続します。

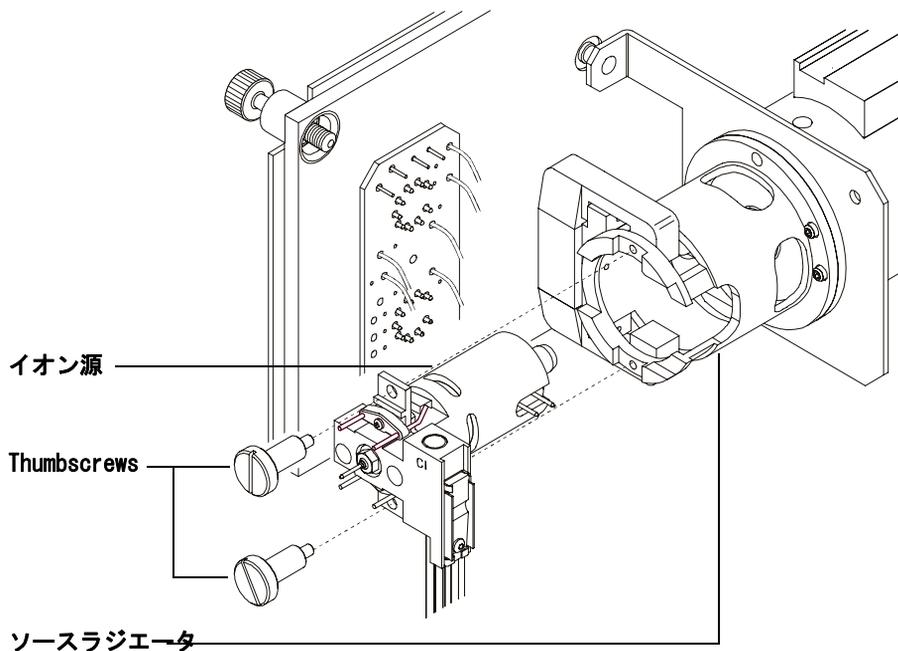


図 47 CI イオン源の取り付け

CI 接続部先端シールを取り付ける

必要な材料

- ・ 接続部先端シール (G1099-60412)

CI 動作のため、接続部先端シールは適切な位置になければなりません。CI に十分なイオン源圧力を実現するために必要です。

注意

分析器のコンポーネントの静電放電はサイドボードに導かれます。静電放電は静電気に弱いコンポーネントを破損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。分析器部分を開ける**前**に、その他の静電気防止策を行ってください。

手順

- 1 イオン源収納箱からシールを取り外します。
- 2 CI イオン源が取り付けられていることを確認します。
- 3 接続部の端にシールを置きます。図 48 を参照してください。シールを取り外すには、上記の手順を逆に行ってください。
- 4 分析器と接続部の位置を**注意**して確認します。



分析器が適切な位置にある場合、接続部先端シールのばね張力以外に抵抗がなければ、分析器を最後まで閉じることができます。

注意

これらの部品の位置が間違った状態で分析器を無理に閉じようとすると、シール、接続部、イオン源が損傷するか、サイドプレートの密封が妨げられます。

- 5 サイドプレートをヒンジのところで揺することで、分析器と接続部の位置を調整することができます。それでも分析器が閉じない場合、Agilent Technologies のサービス担当者に連絡してください。

EI イオン源を洗浄する

CI イオン源は、洗浄の要件が EI イオン源とやや異なります。『5975 Series MSD CD-ROM』のビデオクリップを参照してください。

洗浄の頻度

CI イオン源は EI イオン源よりずっと高い圧力で稼働するため、ほとんどの場合、EI イオン源より頻繁な洗浄が必要になります。イオン源の洗浄は、定期メンテナンスの手順に含まれません。イオン源は、イオン源の汚れに関連した稼働異常があった場合、必ず洗浄してください。イオン源の汚れを示す症状については、145 ページ「[CI トラブルシューティング](#)」を参照してください。

外観では、CI イオン源がきれいであるかどうか十分にわかりません。CI イオン源では、洗浄の必要性を示す変色が、ほとんど、あるいはまったくわかりません。動作から分析して判断してください。

手順



CI イオン源の洗浄 (図 48) は、EI イオン源の洗浄と非常によく似ています。以下に説明する以外は、205 ページ「[EI イオン源を洗浄する](#)」の洗浄手順に従ってください。

- CI イオン源は、汚れているように見えない場合があります。しかし、化学イオン化で残った沈殿物を取り除くのは非常に困難です。CI イオン源を徹底的に洗浄してください。
- 木製の丸いつまようじを使用し、イオン源本体の電子入射孔と、ドローアウトプレート of イオン出射孔をやさしく洗浄してください。
- ハロゲン化溶媒を使用しないでください。最後の洗い流しには、ヘキサンを使用してください。

注意

CI イオン源の洗浄に、ハロゲン化溶媒を使用しないでください。

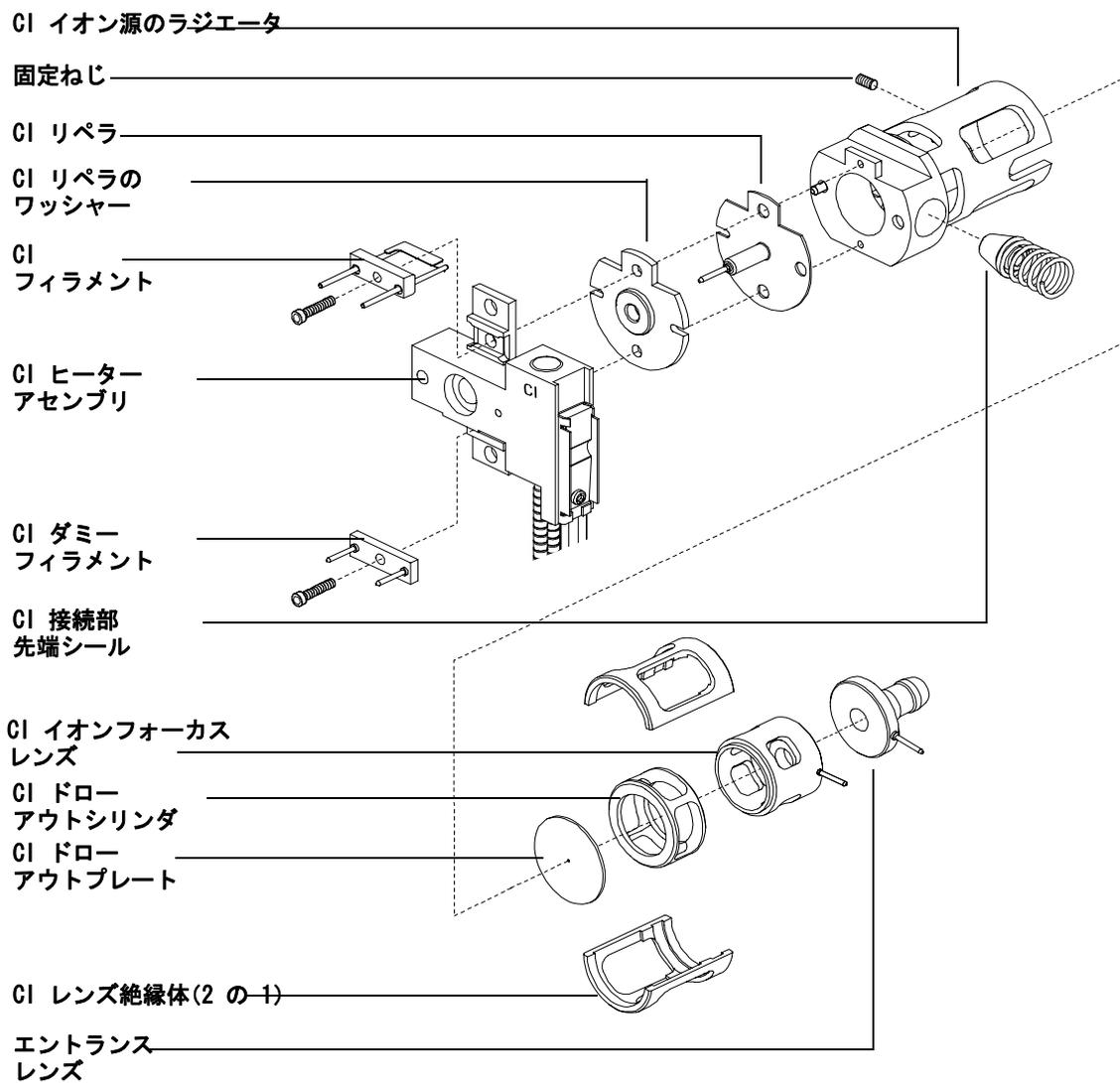


図 48 CI イオン源の分解図

アンモニアによるフォアラインポンプの損傷を最小限にする

毎日 1 時間の空気バラストで、ポンプのオイルからアンモニアの大半を取り除けます。これにより、ポンプの寿命が飛躍的に延びます。

注意

ポンプが通常の稼働温度である場合のみ、この手順を実行してください。ポンプが冷えている場合、空気内の水蒸気によって、バラストバルブのアンモニアが液化する可能性があります。

手順



- 1 フォアラインポンプ上でバラストバルブを、1 が並ぶまで回します (図 49)。ポンプの音はるかに大きくなります。



図 49 アンモニアによる損傷を最小限にする

- 2 バラストバルブを 1 時間、開けたままにします。ポンプがバラストしている間も、サンプルを分析し続けることができます。
- 3 0 を並べ、バラストバルブを閉じます。バラストバルブをずっと開けたままにしておくと、ポンプのオイルの浪費や、ポンプの損傷の原因となります。

注意

アンモニアを流した後は必ず、メタンでフローモジュールの不純物を除去してください。またアンモニア試薬ガスを使用すると、フォアラインポンプのオイルを、通常の 6 カ月ではなく 2、3 カ月ごとに交換する必要があります。

メタン / イソブタンガス清浄機を交換する

必要な材料

- メタン / イソブタンガス清浄機 (G1999-80410)
- 前面の口輪、1/8 インチ管 (5180-4110)
- 背面の口輪、1/8 インチ管 (5180-4116)
- パイプカッター (8710-1709)

メタン / イソブタンガス清浄機は、試薬ガスをタンク 4 本使用したら交換する必要があります。その頻度は、ガスの純度と、ガス清浄機のキャップを取って取り付けた際の処置によって異なる場合があります。ガス清浄機から大量の漏れが逆流すると、酸素や湿気のトラップとなる還元金属が急激に排出される可能性があります。

手順



- 1 メタン / イソブタンガス清浄機を取り付けるには、ラベル上の設置と交換のための指示に従ってください。

注意

ガス清浄機を取り付ける準備ができるまで、キャップを外さないでください。空気による汚染を避けるため、ガスが流れている間にだけ、キャップを外してください。

警告

メタンは引火性の高い気体です。ガスを流す前に、周辺にある火をすべて消してください。

- 2 古いフィルタにあるフィッティングを外します。
- 3 ガス清浄機の出口にある管から口輪を外します。パイプカッターを使用し、管の端を口輪と共に切断します。
- 4 新しいフィルタを取り付けます。
- 5 新しいフィルタの不純物を除去します。
- 6 古いフィルタにキャップをし、再生のために送る準備をします。ラベルの指示を参照してください。

試薬ガス供給ラインを洗浄する

必要な材料

- ・ 純粋で乾燥した窒素
- ・ ヒートガン
- ・ パイプカッター (8710-1709)

手順

試薬ガスラインが汚れている場合、洗浄が必要な場合があります。

- 1 ガス供給源、ガス清浄機、MSD から試薬ガス管を外します。
- 2 ラベルの指示に従い、ガス清浄機にキャップを付けます。
- 3 管の片方の端を純粋で乾燥した窒素につなぎ、ガスを流します。
- 4 ヒートガンを使用して管を温めます。供給源の端から始め、固定されていない端へと作業を進めます。
- 5 洗浄が必要なその他の管に対し、作業を繰り返します。
- 6 ガス供給源、ガス清浄機、MSD に管を再びつなぎます。ガス清浄機のラベルにある指示に従ってください。

警告

試薬ガスが流れている時に、ガス管を熱さないでください。

注意

管に液体を入れないでください。MSD に接続されている状態で、管を熱さないでください。

CI キャリブレーションバイアルを再充填する

必要な材料

- ・ PFDTD キャリブラント (8500-8130)

手順



- 1 試薬ガスの流れを [**ガス オフ (Gas Off)**] に設定します。
- 2 MSD を通気します。71 ページ参照。
- 3 GC/MSD 接続部からキャピラリーカラムを取り外します。
- 4 GC から MSD を引き抜き、キャリブレーションバイアルとバルブを表に出します。182 ページ参照。
- 5 キャリブレーションバイアルを適切な位置に留めている留め輪をゆるめま
す。留め輪を外さないでください。
- 6 キャリブレーションバイアルを取り外します。

注意

バイアルを溶媒で洗い流さないでください。バイアルの内部を、塩素化溶媒、イソプロピルアルコール、水に決してさらさないでください。CI の感度が極端に低下する原因となります。

- 7 新しい PFDTD キャリブラント (8500-8130) で、内部の管の底より高くならないよう、バイアルを充填します。
- 8 バイアルを戻し、留め輪を締めます。
- 9 MSD を GC の隣に移します。182 ページ参照。
- 10 キャピラリーカラムを再び取り付けます。
- 11 MSD を真空排気します。93 ページ参照。
- 12 キャリブレーションバルブの不純物を除去します。187 ページ参照。

注意

キャリブレーションバイアルを取り外した後、キャリブレーションバルブから不純物を除去する必要があります。そうしないと、イオン源の深刻な汚れと、フィラメントおよび電子増倍管の損傷の原因となります。

8 CI メンテナンス

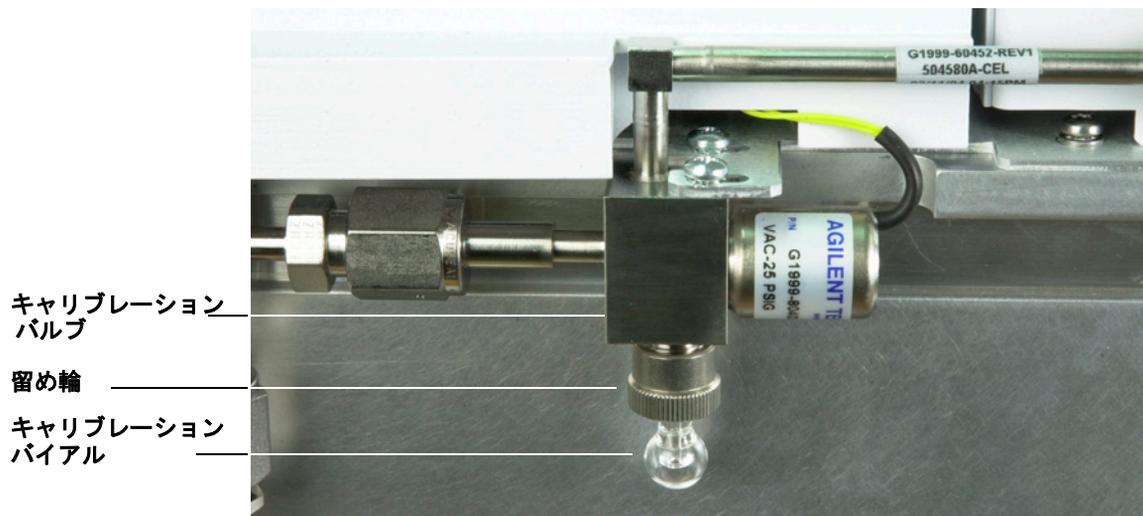


図 50 CI キャリブレーションバルブとバイアル

9

真空システム

真空システムのコンポーネント	248
真空システムに関する一般的な問題	249
フォアラインポンプ	250
ターボポンプシステム	252
分析器部分	253
サイドプレート	254
真空シール	256
面シール	256
KF (NW) シール	256
圧縮シール	257
高圧フィードスルーシール	257
ターボポンプとファン	259
キャリブレーションバルブとベントバルブ	260
マイクロイオン真空ゲージ	263

この章では MSD 真空システムのコンポーネントについて説明します。

MSD 真空システムは、MSD の操作に必要な高真空（低圧）を生成します。高真空が生成されなければ、分子の平均自由行程が非常に短くなり、イオンは検出器に到達する前に空気分子に衝突します。また、高圧で作動させると、分析器のコンポーネントを損傷します。



真空システムのコンポーネント

真空システムの部品は、[図 51](#) に示されています。

- ・ フォアライン（粗引き）ポンプ
- ・ 高真空ポンプ（ターボポンプ）
- ・ 分析器部分
- ・ サイドプレート（分析器のドア）、前面および背面のエンドプレート
- ・ 真空シール
- ・ キャリブレーションバルブ、およびベントバルブ
- ・ 真空制御装置
- ・ 真空ゲージ制御装置、およびゲージ制御装置

上記の各コンポーネントの詳細については、この章で説明します。

マイクロイオン真空ゲージ（存在する場合）

CI 流量コントローラ

ベントバルブ

分析器部分

GC/MSD 接続部

ターボポンプ

ターボポンプ冷却ファン

フォアラインポンプへのホース

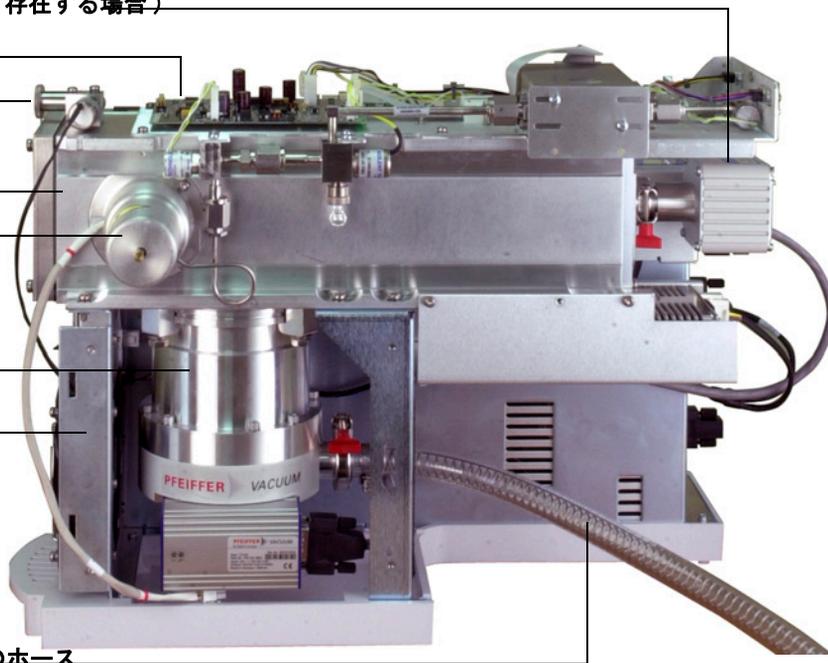


図 51 真空システムのコンポーネント

真空システムに関する一般的な問題

真空システムに関する最も一般的な問題は、空気漏れです。空気漏れの症状には、次のようなものがあります。

- ・ フォアラインポンプからゴボゴボと大きな音がする（大きな空気漏れの場合）。
- ・ ターボポンプ速度が 95% 以上にならない。
- ・ 高真空ゲージコントローラの数値が通常よりも高い。

5975 シリーズ MSD は、MSD の電源を入れた時にサイドプレート（分析器のドア）を押し付けなければ、正常に真空排気しません。フォアラインポンプの音が静まるまで、サイドプレートを押し続けてください。

真空排気の失敗による停止

システムが正常に真空排気できなかった場合、システムは高真空、およびフォアラインポンプの両方を停止させます。ターボポンプ MSD が停止する条件の 1 つに、7 分間ターボポンプ速度が 80% を下回ることが挙げられます。

これは、通常、**大きな**空気漏れが原因です。サイドプレートがきちんと閉じられていない、またはベントバルブが開いたままになってます。この機能は、フォアラインポンプがシステムを通してエアを吸引し、分析器およびポンプを損傷することのないように防止するのに役立っています。

MSD を再起動するには、空気漏れの場所を探して解消します。次に、電源を切ってから入れ直します。MSD を起動する場合、シールを確実にするためにサイドプレートをしっかり押し付けてください。

フォアラインポンプ

フォアラインポンプ（図 52）は、分析器部分の圧力を抑えて、高真空ポンプが作動できるようにします。また、高真空ポンプのガス負荷を低減させます。フォアラインポンプは、フォアラインホースという 130 cm のホースで高真空ポンプに接続されています。

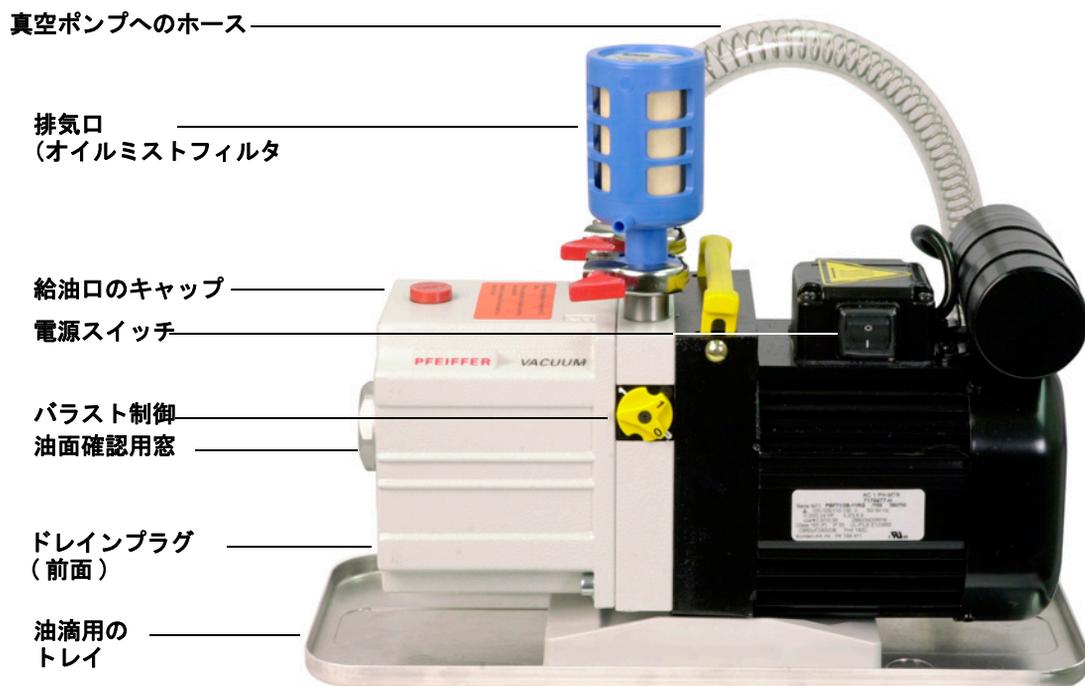


図 52 フォアラインポンプ

フォアラインポンプは、2 段式のロータリーベーンポンプです。MSD の電源を入れると、フォアラインポンプの電源も入ります。フォアラインポンプにはサックバック防止バルブが装備されているので、停電が発生しても逆流しません。

フォアラインポンプは、MSD 背面の分析器部分の下（排気口は背面）、または MSD の下の床面に設置できます。

フォアラインポンプの排気からポンプオイルをろ過するために使用するオイルトラップ（図には表示されていません）もあります。このオイルトラップは、**ポンプオイルのみ**を捕捉します。有毒化学薬品を分析したり、有毒な溶剤を使用して分析する場合、または CI MSD を使用する場合は、オイルトラップを使用しないでください。これらに該当する場合は、オイルトラップの代わりに内径 11 mm のホースを設置して、実験室から排気を排出します。

警告

フォアラインポンプの排気には、微量の溶剤、分析物、フォアラインポンプのオイルが含まれます。オイルトラップは、**ポンプオイルのみ**を捕捉します。有毒な化学物質を止めたり濾過したりはしません。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、オイルトラップを取り外してホースを取り付け、フォアラインポンプの排気を室外またはヒュームフードに排出してください。

注意

フォアラインポンプは、振動に敏感な機器の近くに置かないでください。

注意

バラスト制御ノブは、ポンプに流入させる空気量を制御します。ポンプをバラストするとき以外は、常にバラスト制御を閉じた状態（時計回りに締め切った状態）にしてください。

フォアラインポンプ前面の窓（透明）は、フォアラインポンプオイルの油面を示します。窓の横には、2 つの印がついてます。ポンプオイルの油面は、上の印を超えても、下の印を下回ってもいけません。ポンプオイルの油面が下の印に近い場合は、フォアラインポンプオイルを追加します。

フォアラインポンプの下のオイルパンは引火する恐れがある

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

警告

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

ターボポンプシステム

5975 シリーズ MSD には、2 種類のターボポンプのいずれかが装備されています。どちらのポンプもターボポンプと呼ばれます。選択したポンプによって、MSD が対応する最大カラム流量が決まります (表 21)。

どちらのターボポンプにもポンプへの破片の流入を防ぐ網は装備されていますが、バッフルは必要ありません。ポンプ速度はターボコントローラによって制御され、フォアラインゲージは使用されません。

表 21 ポンプの種類、および最大流量

モデル番号	説明	推奨最大 カラム流量 (mL/分)
G3171A	標準ターボポンプ	2.0
G3172A	高性能ターボポンプ	4.0
G3174A	CI 高性能ターボポンプ	4.0

ほとんどの真空システム操作は自動化されています。オペレータは、データシステム、またはローカル制御パネルを介して操作します。真空システムは、データシステム、ローカル制御パネル、およびオプションのゲージコントローラで監視します。

分析器部分

分析器部分（図 53）は、分析器が作動する場所です。マニフォールドは、アルミ合金を機械加工および押し出し加工したものです。分析器部分の側面、前面、背面の大きな開口部分は、プレートでふさがれています。O-リングは、プレートとマニフォールドの隙間をふさぎます。マニフォールドのポートとプレートは、マイクロイオン真空ゲージ、キャリブレーションバルブ、ベントバルブ、GC/MSD 接続部、およびターボポンプの接続ポイントになります。

ターボポンプ、およびターボコントローラの取付ブラケットは、マニフォールドに直接固定されます。

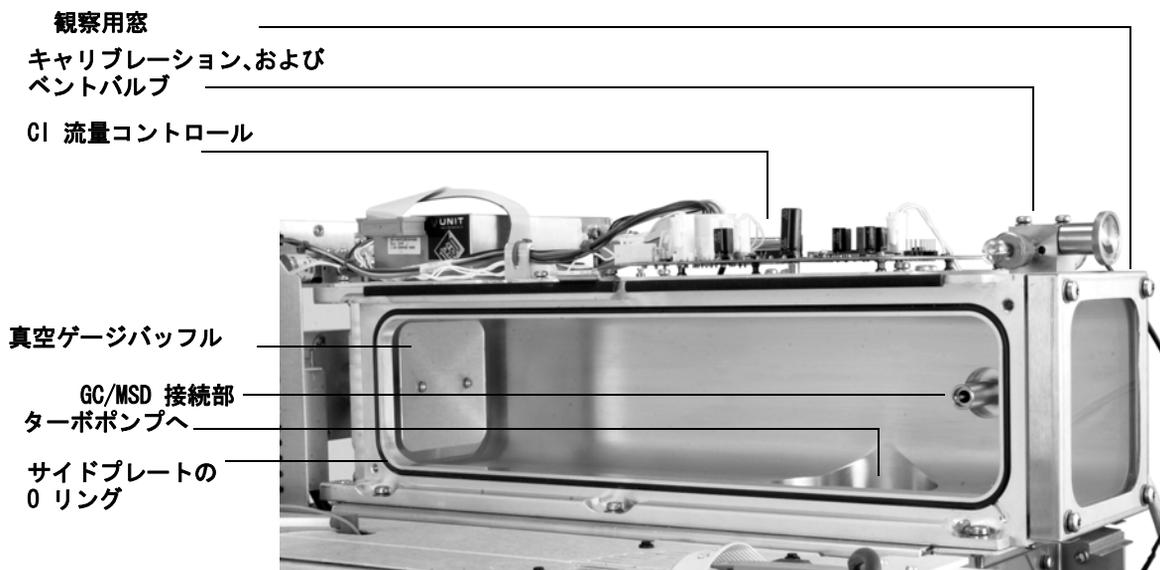


図 53 分析器部分

サイドプレート

サイドプレート (図 54) は、分析器部分側面の大きな開口部をふさぎます。サイドプレートは、ヒンジでマニフォールドに取り付けられます。分析器アセンブリは、分析器部分内側のサイドプレートに取り付けられます。ヒンジを使用することによって、サイドプレートをマニフォールドから取り外して容易に分析器で作業できます。

サイドプレートには、電気フィードスルーが組み込まれています。これらのフィードスルーは、ワイヤーで分析器のコンポーネントに接続されています。側面の電子基板は、サイドプレートの大气側に搭載されています。

蝶ねじは、サイドプレートの各端にあります。

注意

サイドプレートの蝶ねじを両方とも締めるのは、輸送または保管の場合のみです。通常の操作では、どちらの蝶ねじも緩めておきます。水素キャリアガス、可燃性のある CI 試薬ガス、または爆発を起こしやすい CI 試薬ガスを使用する場合は、蝶ねじを指で固く締めてください。きつく締めすぎるとサイドプレートがゆがみ、空気漏れの原因になります。サイドプレートの蝶ねじを締める場合、工具は使用しないでください。

注意

電源を入れて MSD を真空排気する時は、サイドプレートを押し付けて隙間がないようにしてください。

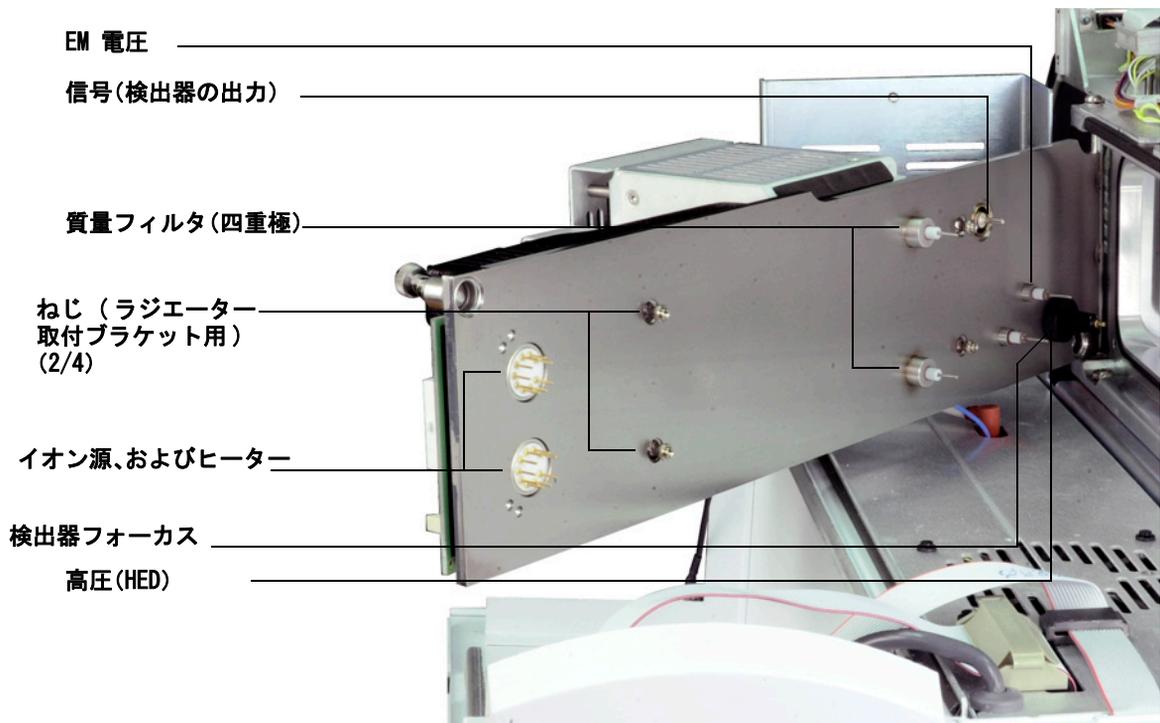


図 54 サイドプレートフィードスルー

真空シール

図 55 に真空シールを示します。

分析器部分への空気漏れを防止するために、数種類のバイトンのエラストマー O-リングシールが使用されています。これらすべての O-リング、およびリングで隙間をふさぐ面は清潔に保ち、切り傷や引っかき傷がつかないようにします。1本の髪の毛、糸くず、または引っかき傷が、深刻な真空漏れを引き起こす可能性があります。2種類の O-リング（サイドプレート O-リング、およびベントバルブ O-リング）は、アピエゾン L 真空グリースで軽く潤滑されています。

面シール

面シールは、浅い溝に取り付ける O-リングです。シール面は、通常、平らな板です。マニフォールドのサイドプレートとエンドプレート O-リングは、分析器部分の大きな開口部の周囲の溝に取り付けられます。サイドプレートはサイドプレート O-リングに押し付けられて所定の位置に設置されます。MSD の電源を入れて真空排気するときは、所定の位置に固定されて隙間が生じないようにする必要があります。

前面、および背面のエンドプレートはマニフォールドにネジで取り付けられており、取り外す必要はありません。GC/MSD 接続部は、3本のネジでマニフォールドに固定されています。

キャリブレーションバルブのアセンブリは、2本のネジで前面のエンドプレートに固定されています。ベントバルブのノブは、前面のエンドプレートに装着されています。前面のエンドプレートの溝に取り付けられた小型の O-リングは、真空シールとして機能します。

KF (NW) シール

高真空ポンプ、フォアラインゲージ、およびフォアラインポンプに使用されるシールの大部分は、KF シールです。KF シールには、センターリングで補強された O-リングがあります。センターリングは、O-リングの内側、または外側のいずれかに装着されます。留め具は 2つのフランジを O-リングに押し付けて、隙間をふさぎます。KF 留め具は、固く締めすぎないでください。

圧縮シール

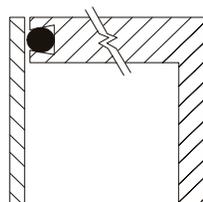
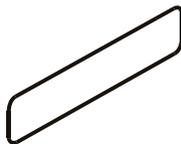
圧縮フィッティングは、分析器部分のネジ込みフィッティング、および口輪や O-リングがついたネジ込み留め輪で構成されます。円筒形の部分が留め輪の内部に取り付けられます。留め輪を締めると口輪が押し付けられ、円筒形の部分を囲む O-リングを圧縮します。キャリブレーションバイアルでは、圧縮シールを使用します。

高圧フィードスルーシール

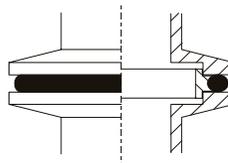
高圧 (HED) フィードスルーシールは、ネジ込み留め輪でサイドプレートに対して圧縮された O-リングです。

9 真空システム

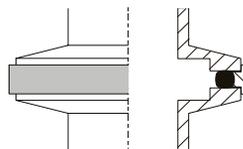
サイドプレート O-リングシール



内側にセンターリングが装着された
KF シール
(留め具は表示されていません。)



外側にセンターリングが装着された
KF シール
(留め具は表示されていません。)



圧縮シール

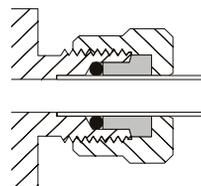


図 55 真空シール

ターボポンプとファン

ターボポンプは、分析器部分の底面に直接固定されます。

ターボポンプは円筒体で、注入口は分析器部分の内部に向かって開いています。ポンプ本体の内部は、中央シャフト、またはシリンダーです。小型のブレード（翼）が中央シャフトから放射状に並んでいます。中央シャフトは、高性能ターボポンプの内部で 1 分間に最高 60,000 回転します。標準ターボポンプでは、90,000 回転します。

ターボポンプは、運動量移動によってガスを移動させます。タービnbrレードは、気体の分子が当たると分子を下向きに押し出すように角度が設定されています。各組のブレードは、ポンプの引き出し口に向けて気体の分子をさらに押し下げます。フォアラインポンプは、ホースでターボポンプの引き出し口に接続されています。フォアラインポンプは、引き出し口に到達した気体の分子を除去します。

コントローラはポンプへの流量を調節して、ポンプモーターの速度と温度を監視します。冷却ファンは、ターボポンプと MSD の前面パネルの間に設置されています。冷却ファンは、MSD の外部から空気を吸い込み、ポンプに吹きかけます。

MSD の電源が入ると、ターボポンプの電源も自動的に入ります。ターボポンプの速度が 80 % を超えると、分析器の電源を入れることができます。ただし、ポンプは、通常、100% の速度で作動します。ターボポンプ MSD は、高性能ターボポンプにおける 4 mL/分までのヘリウムカラム流量、および標準ターボポンプにおける 2 mL/分までのヘリウムカラム流量に対して、通常、表示圧力が 8×10^{-5} を超えないようにします。お使いの MSD にオプションのゲージコントローラが装備されている場合のみ、圧力（真空）を測定できます。

ターボポンプは、瞬時にスピニングアップ（開始）、およびスピニングダウン（停止）します。これによって、真空排気、および排気が簡素化されます。最初に電源を入れてから 5 ~ 10 分で、システムが真空排気して作動圧に達します。

参照

- MSD を真空排気するには (80 ページ)
- MSD を通気するには (71 ページ)
- ターボポンプ制御 (291 ページ)

キャリブレーションバルブとベントバルブ

キャリブレーションバルブ

キャリブレーションバルブ（図 56）は、チューニング化合物を保持するためのバイアルが付いた電気機械バルブです。キャリブレーションバルブが開くと、バイアルに入っているチューニング化合物はイオン源に拡散されます。EI MSD のキャリブレーションバルブは 1 つですが、CI MSD には CI チューニング化合物用に 2 つ目のキャリブレーションバルブが装備されています。バルブは、MSD ChemStation によって制御されます。

EI キャリブレーションバルブ

EI キャリブレーションバルブは、2 本のネジで分析器部分の上に固定されています。小型の O-リングが面シールとして機能します。

標準ターボポンプ MSD のキャリブレーションバルブの制限は、高性能ターボ MSD ほど厳しくありません。したがって、各真空システムのキャリブラントを適切に拡散することができます。

ペルフルオロトリブチルアミン（PFTBA）は、EI モードでの操作で最も一般的に使用されるチューニング化合物です。PFTBA は、MSD のオートチューニングに必要な化合物です。マニュアルチューニングでは、他の化合物も使用できません。

CI キャリブレーションバルブ

CI チューニング化合物は、ペルフルオ -5, 8-ジメチル -3, 6, 9- トリオキシドデカン（PFDTD）です。CI キャリブレーションバルブは、試薬ガス流量制御モジュールの一部です。CI キャリブレーションバルブは、ChemStation ソフトウェアによって制御されます。CI オートチューニング、またはマニュアルチューニング中に自動的に開いて、GC/MSD 接続部を介して PFDTD をイオン源に拡散させます。

ベントバルブ

ベントバルブノブ（図 57）は、キャリブレーションバルブ前面のネジポートに装着されています。O-リングはベントバルブノブとキャリブレーションバルブにはさまれて圧縮され、隙間をふさいでいます。ノブのネジ山の端の内側には気道があり、ノブが部分的に緩められた場合、マニフォールドに空気を流入させることができます。ノブを緩めすぎると、O-リングがスロットから抜ける可能性があります。

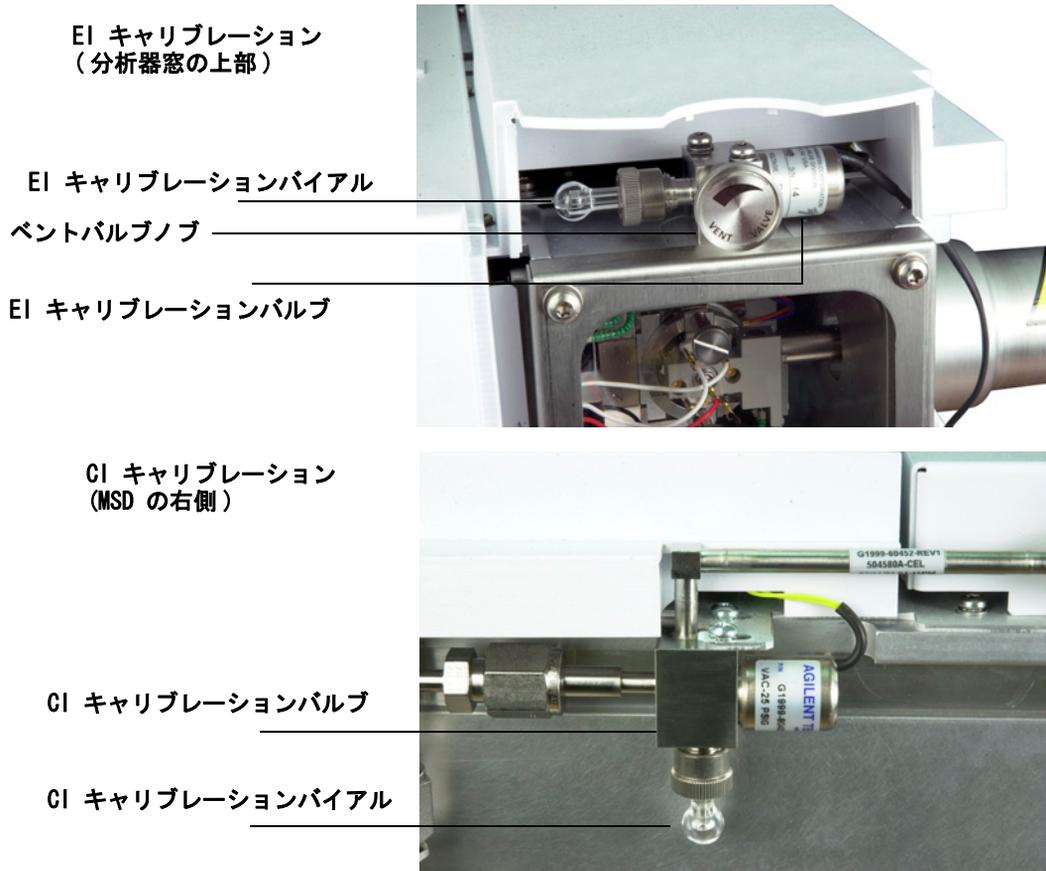


図 56 キャリブレーションバルブ

9 真空システム

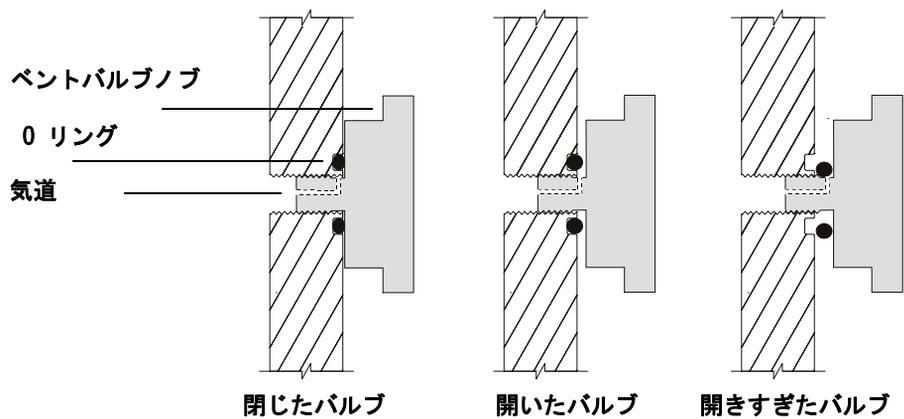


図 57 ベントバルブ

マイクロイオン真空ゲージ

G3397A マイクロイオン真空ゲージは、CI MSD の標準装備です。EI MSD では、オプションです。このゲージは、検出部（イオン化式ゲージ）と検出部に必要な電気装置で構成されています。どちらの部品も 1 箇所まとめて搭載されています。

イオン化ゲージは、帯電した電子が気体の分子に衝突すると、電流を発生させます。電気装置は必要電圧を提供し、発生した電流を測定して、MSD ソフトウェアが使用する出力信号を発信します。

マイクロイオン真空ゲージは分析器部分の端に搭載されており、分析器部分に対して開いています。したがって、通常の操作、およびトラブルシューティングの際に室圧力を監視することができます。

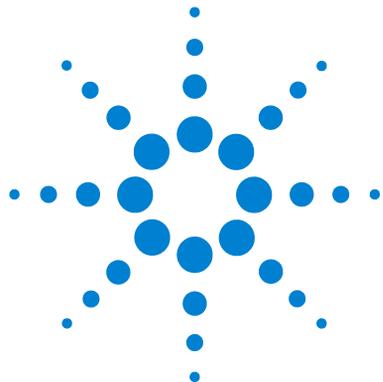
ゲージは、窒素 (N_2) の測定用です。キャリアガスには、通常、窒素ほど早くイオン化しないヘリウムが使用されます。したがって、ヘリウムの表示圧力は、絶対圧力よりも約 6 倍低くなります。例えば、 2.0×10^{-5} Torr の表示に対して、絶対圧力は 1.2×10^{-4} Torr になります。

CI MSD では、表示圧力はキャリアガスと試薬ガスの両方の寄与度を反映します。MSD の通常操作では、表示圧力と絶対圧力の区別は重要ではありません。それ以上に重要なのは、1 時間ごと、または毎日の圧力の変化です。これらの変化は空気漏れ、または真空システムに関する他の問題を示す可能性があります。このマニュアルに記載された圧力は、すべてヘリウムキャリアガスの表示圧力です。ゲージコントローラの設定圧力も、表示圧力です。

参照

高真空圧の監視については、60 ページを参照してください。

9 真空システム



10 分析器

概要	266
EI イオン源	268
CI イオン源	270
フィラメント	272
フィラメントの選択	272
排出流量	272
電子エネルギー	272
フィラメントの手入れ	273
その他のイオン源の要素	274
磁石	274
リペラ	274
ドロアアウトプレートとシリンダー	274
イオンフォーカス	274
エントランスレンズ	275
四重極質量フィルタ	276
AMU ゲイン	277
AMU オフセット	277
219 幅	278
DC 極性	278
マス (軸) ゲイン	278
マス (軸) オフセット	278
四重極のメンテナンス	279
検出器	280
検出器フォーカスレンズ	280
高エネルギーダイノード	280
EM ホーン	280
分析器ヒーターとラジエータ	282

この章では、分析器の各部分について説明します。



概要

分析器（[図 58](#)）は、MSD の心臓部です。分析器は、サンプルをイオン化し、そのイオンをろ過して検出します。GC カラムから排出されたサンプル化合物は、イオン源に流入します。イオン源では、サンプルの分子がイオン化され、粉碎されます。派生したイオンは、イオン源から除去されて四重極質量フィルタへ送られます。質量フィルタは、選択されたイオンがフィルタを通過して、検出器にかけられるようにします。検出器は、検出器にかけられたイオンの数に比例する信号電流を生成します。

分析器は、サイドプレートの真空側に取り付けられています。サイドプレートは、ヒンジで簡単に動くようになっています。イオン源、および質量フィルタは、別々に加熱されます。それぞれがラジエータ内部に搭載され、適切に加熱されます。

分析器の各部品については、以降のマニュアルで説明します。

分析器の 4 つの基本コンポーネント

分析器は、次のコンポーネントで構成されます（[図 58](#)）。

- イオン源
- 質量フィルタ
- 検出器
- ヒーターとラジエータ

検出器

質量フィルタ
ヒーターアセンブリ

質量フィルタ接続部

フィードスルーボード

イオン源
(ラジエータ内)

質量フィルタ
(ラジエータ内)

質量フィルタ
接続ケーブル

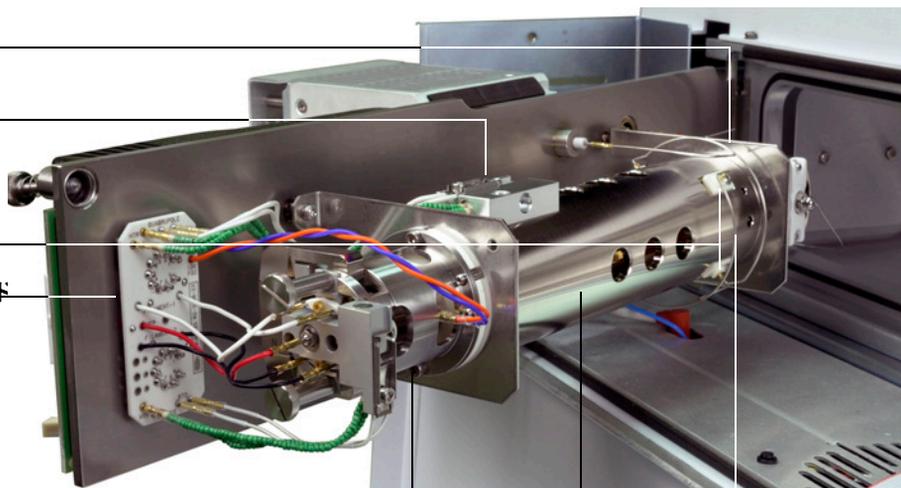


図 58 分析器

EI イオン源

EI イオン源 (図 59) は、電子をイオン化することによって作動します。サンプルは、GC/MSD 接続部からイオン源に入ります。フィラメントによって放出された電子は、磁場に導かれてイオン化室に入ります。高エネルギー電子はサンプルの分子に反応し、サンプルの分子をイオン化して粉碎します。リペラの正の電圧が正のイオンをレンズスタックに押し込みます。レンズスタックでは、正のイオンが複数の静電放電レンズを通過します。これらのレンズはイオンを集中させて固い光線を作り出し、質量フィルタに向けます。

イオン源本体

イオン源本体 (図 59) は、シリンダーです。レンズスタックなどイオン源のその他の部品を収納します。イオン源は、リペラ、およびドローアウトプレートと共にイオン化室を構成します。イオン化室は、イオンが形成される場所です。イオン源本体のスロットは、真空システムによるキャリアガス、および電離していないサンプルの分子や破片のくみ出しを促進します。

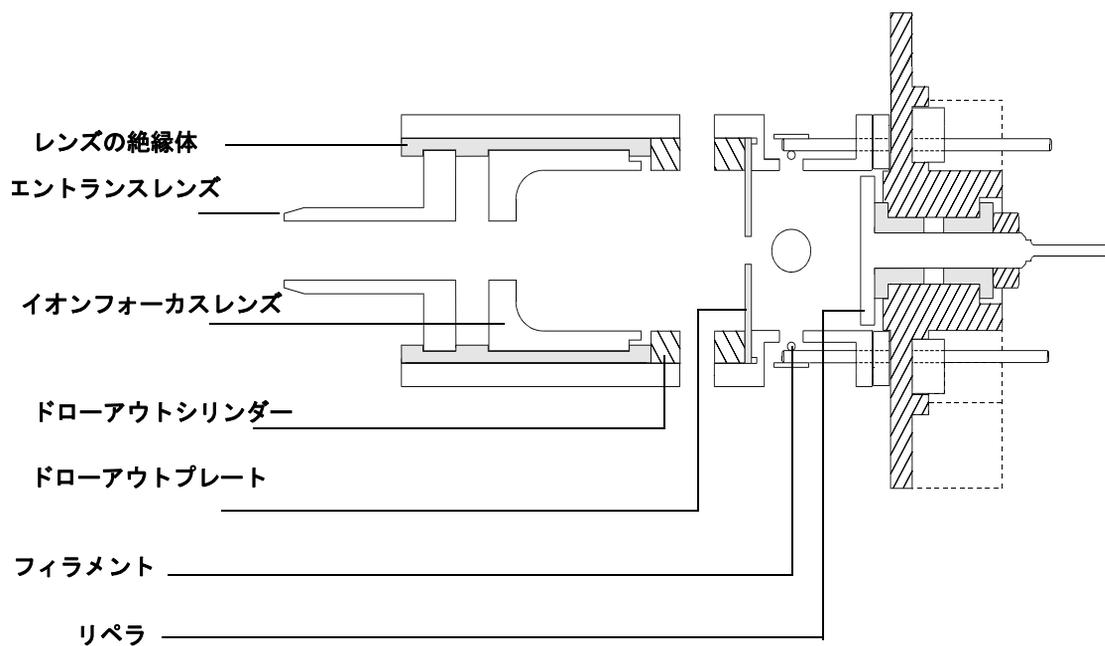


図 59 イオン源の構造

CI イオン源は設計が似ていますが、重要な寸法が異なっています。部品を交換しないでください。

CI イオン源

CI イオン源（図 60 および図 61）は、EI イオン源に似ていますが、共通する部品はエントランスレンズのみです。単一の CI フィラメントには、まっすぐなワイヤーとリフレクタが付いています。「ダミー」フィラメントは、他のワイヤーの接続部になります。

イオン源の穴（電子の入口、およびイオンの出口）は非常に小さい（0.5 mm）ので、イオン化室を加圧できます。イオン源本体、およびプレート（両方がリペラの電位にあるので、ラジエータや CI 接続部の先端とは電気的に分離しています。CI 接続部先端シールは漏れがないようにしっかりと隙間を埋め、CI 接続部とイオン源を電気的に分離します。

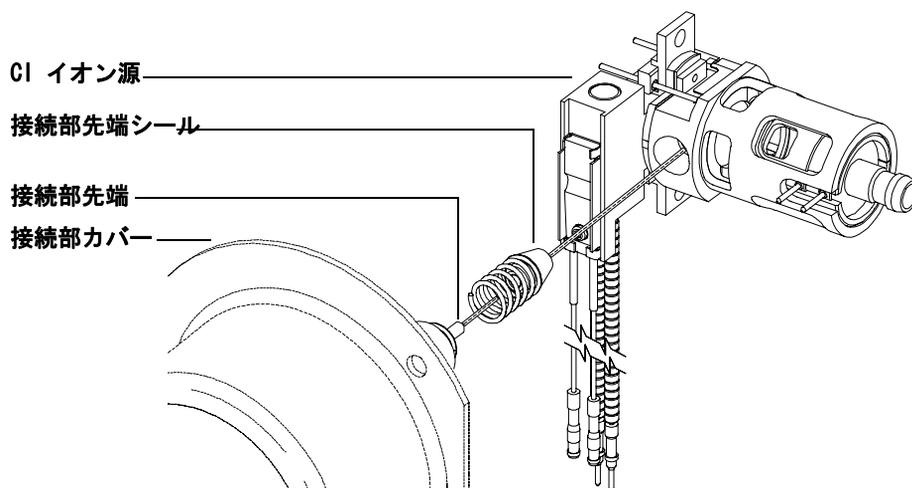


図 60 CI イオン源先端シール

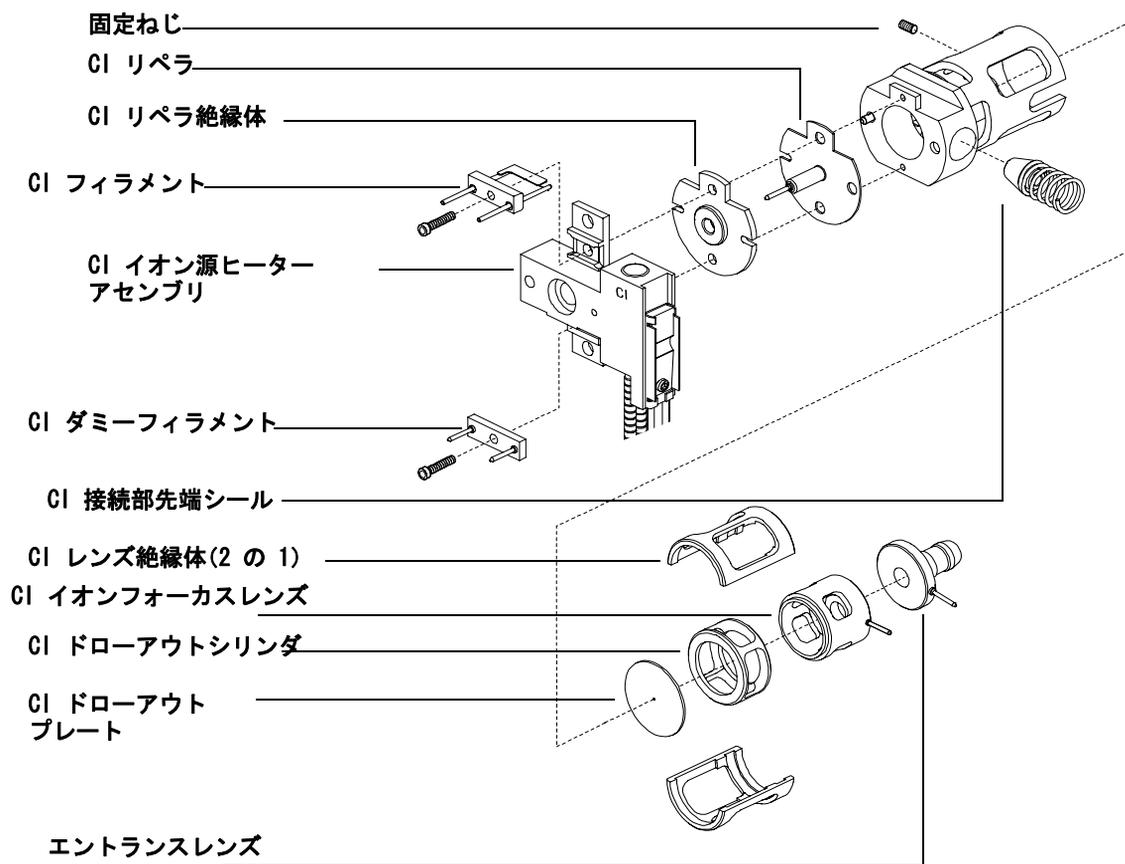


図 61 CI イオン源の分解立体図

フィラメント

2 つのフィラメント (図 61) は EI イオン源の両外側に配置されています。アクティブなフィラメントは、可変 AC 放出電流を運びます。放出電流はフィラメントを加熱して、サンプルの分子をイオン化する電子を放出させます。さらに、**両方**のフィラメントには可変 DC バイアス電圧がかかります。バイアス電圧は、電子のエネルギーを決定します。通常は、 -70 eV です。

CI イオン源のフィラメントは 1 つだけで、EI フィラメントとは設計が異なっています。「ダミー」フィラメントは、フィラメント 2 のワイヤーの接続部になります。

全面的に機器が停止した場合、フィラメントは自動的に遮断されます。フィラメントの選択 (Filament)、フィラメントの排出流量 (Emission)、電子エネルギー (EIEngy) の 3 つのパラメータがフィラメントに影響します。

フィラメントの選択

フィラメントの選択パラメータ (Filament) は、イオン源でアクティブにするフィラメントを選択します。CI 源では、必ずフィラメント 1 を選択します。

片方の EI フィラメントの性能が、もう一方のフィラメントよりも優れている場合もあるでしょう。2 つのフィラメントのうち性能の良い方を選択するには、各フィラメントについて 1 回ずつ、計 2 回のオートチューニングを実行します。良い結果を出したフィラメントを使用してください。

排出流量

フィラメント排出流量 (Emission) は、 $0 \sim -315 \text{ \#xB5;A}$ に設定調整できますが、通常の操作ではソフトウェアのデフォルト値に設定します。

電子エネルギー

電子エネルギー (EIEngy) は、イオン化電子のエネルギー量です。これは、バイアス電圧によって決まります。フィラメントの -70 VDC バイアスは、排出された電子を -70 eV (エレクトロンボルト) にします。この値は、 $-5 \sim -241\text{ VDC}$ に調整できますが、通常の操作ではこのパラメータを 70 に設定します。

フィラメントの手入れ

イオン源のフィラメントは、白熱電球と同様に、最終的には焼きついてしまいます。次の手順を実行して、フィラメントが早く消耗しないようにしてください。

- オプションの G3397A マイクロイオン真空ゲージが装備されている場合は、これを使用して分析器の電源を入れる前にシステムに十分な真空があることを確認します。特に、メンテナンスを実施した後は確認してください。
- パラメータ編集画面から MSD を制御している場合は、フィラメントのパラメータを変更する前に必ず [MS オフ (MS OFF)] を選択します。
- データ取得パラメータを設定する場合は、溶媒ピークの溶出中に分析器の電源が**入らない**ように溶媒待ち時間を設定します。
- ソフトウェアの実行時に「溶媒待ち時間を変更しますか?」と表示された場合は、**必ず** [いいえ (No)] を選択します。
- 排出流量を多く設定すると、フィラメントの寿命が縮まります。
- 電子エネルギーを高く設定すると、フィラメントの寿命が縮まります。
- データ取得中に短期間 (□□1 分) でもフィラメントをつけたままにすると、フィラメントの寿命が縮まります。

その他のイオン源の要素

磁石

磁場は、フィラメントによって排出された電子をイオン化室へ導いて通過させます。磁石アセンブリは、磁場の中央に 350 ガウスの磁力を持つ永久磁石です。

リペラ

リペラ (図 61) は、イオン化室の壁の一面を形成します。リペラの正電荷が正電荷イオンをイオン源から押し出し、一連のレンズを通過させます。リペラ電圧はイオンエネルギーとしても知られています。ただしイオンは、リペラのエネルギーの約 20% しか受け取りません。リペラ電圧は、0 ~ +42.8 VDC に調整できます。リペラ電圧を固定するチューニングプログラムもありますが、リペラ電圧を増減させて最適な設定を検索するプログラムもあります。

- ・ リペラ電圧を低く設定しすぎると、感度と高質量反応が悪くなります。
- ・ リペラ電圧を高く設定しすぎると、前駆物質が発生し (質量フィルタの低下)、低質量の分解機能が低下します。

ドローアウトプレートとシリンダー

ドローアウトプレート (図 61) は、イオン化室の壁の一面を形成します。イオン光線はドローアウトプレートの穴を貫通して、ドローアウトシリンダーに到達します。ドローアウトシリンダーにはスロットがあります。このスロットは、イオン源本体のスロットに一致します。これらのスロットのおかげで、キャリアガス、および電離していないサンプルの分子や破片を真空システムでくみ出すことができます。ドローアウトプレート、およびドローアウトシリンダーは、両方とも接地電位です。

イオンフォーカス

イオンフォーカスレンズ (図 61) の電圧は、0 ~ 127 VDC に調整できます。通常の電圧は、-70 ~ -90 VDC です。一般的には次のことが言えます。

- ・ イオンフォーカス電圧を高くすると、低質量の感度が向上します。
- ・ イオンフォーカス電圧を低くすると、高質量の感度が向上します。
- ・ イオンフォーカスが適切に調整されなければ、高質量反応が悪くなります。

エントランスレンズ

エントランスレンズ (図 61) は、四重極質量フィルタの入り口に配置されます。このレンズは、高質量イオンを識別する四重極のフリンジフィールドを最小化します。エントランスレンズには、常時 +4.4 ボルトの電圧が加えられています。エントランスレンズに加えられる総電圧は、エントランスレンズのオフセット、エントランスレンズのゲイン、および +4.4 ボルトの常時オフセットの合計です。

エントランスレンズの電圧 = +4.4 VDC + オフセット + (ゲイン × 質量)

エントランスレンズのオフセット

エントランスレンズのオフセット (EntOff) は、エントランスレンズに加えられる固定電圧を制御します。電圧は、0 ~ -64 VDC に調整できます (通常、-20 V です)。エントランスレンズのオフセットを上げると、通常、高質量イオンを著しく減少させることなく、低質量イオンを増加させることができます。

エントランスレンズのゲイン

エントランスレンズのゲイン (EntLens) は、エントランスレンズに加えられる可変電圧を制御します。各 m/z に加えられるボルト数を決定します。電圧は、0 ~ -128 mV/ (m/z) に調整できます。通常範囲は、0 ~ -40 mV/amu です。

四重極質量フィルタ

質量フィルタは、イオンの質量対電荷比 (m/z) によってイオンを分離します。一定時間に、設定された質量対電荷比のイオンのみがフィルタを通過して検出器にかけられます。MSD の質量フィルタは、四重極です (図 62)。

四重極は、薄い金の層でコーティングされた石英ガラス (水晶) チューブです。4 つの双曲平面が、質量選択に必要な複雑な電場を作り出します。向かい合う面が接続され、隣接する面は電気的に分離されます。片方には正の電圧、もう一方には負の電圧が加えられます。

直流 (DC)、および無線周波数 (RF) を組み合わせた信号が両方に適用されます。RF 電圧の大きさによって、質量フィルタを通過して検出器に到達するイオンの質量対電荷比が決まります。DC 対 RF 比によって分解機能 (質量ピーク幅) が決まります。DC 電圧、および RF 電圧は複数のパラメータによって制御されます。これらのパラメータは、すべてオートチューニングによって設定されますが、[パラメータ編集 (Edit Parameters)] ウィンドウで手動で調整することも可能です。

- AMU ゲイン (AmuGain)
- AMU オフセット (AmuOffs)
- 219 幅 (Wid219)
- DC 極性 (DC Pol)
- マス (軸) ゲイン (MassGain)
- マス (軸) オフセット (MassOffs)

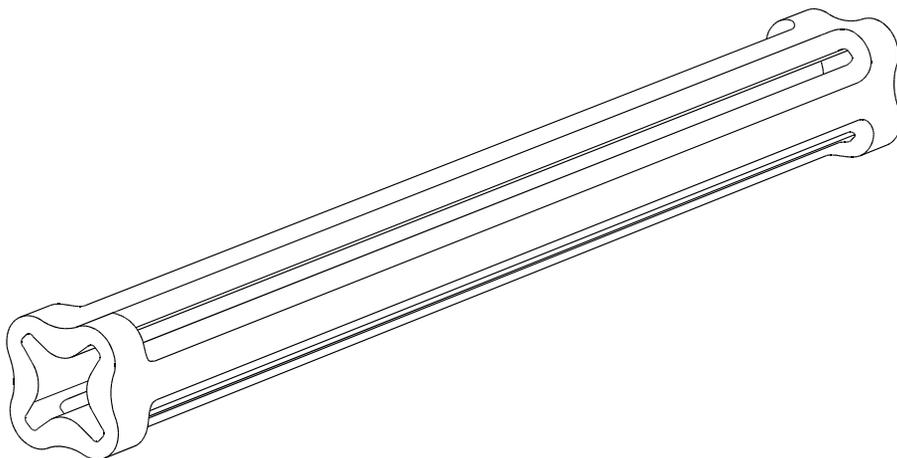


図 62 四重極質量フィルタ

AMU ゲイン

AMU ゲイン (AmuGain) は、質量フィルタにおける DC 電圧対 RF 周波数比に作用します。AMU ゲインは、質量ピーク幅を制御します。

- ゲインを高く設定すると、質量ピーク幅が狭くなります。
- AMU ゲインが与える影響は、低質量のピークよりも高質量のピークの方が大きくなります。

AMU オフセット

AMU オフセット (AmuOffs) も、質量フィルタにおける DC 電圧対 RF 周波数比に作用します。

- オフセットを高く設定すると、質量ピーク幅が狭くなります。
- AMU オフセットは、どの質量のピーク幅に対しても等しく影響を与えます。

219 幅

m/z 219 は、PFTBA の平均質量飛程に近い重要なイオンです。幅パラメータ (Wid219) は、 m/z 219 ピーク幅に多少の修正を加えます。219 幅を変更した場合は、AMU ゲイン、および AMU オフセットを必ず再調整する必要があります。PFTBA 以外の化合物を使用してチューニングする場合は、 m/z 219 のイオンではないかもしれません。その場合は、オートチューニングで 219 幅に表示される最後の数値を設定するか、0 に設定してください。

DC 極性

DC 極性 (DC Pol) パラメータは、四重極質量フィルタに加えられる直流の方向を選択します。お使いの MSD に最適な DC 極性は、工場で決定されます。この DC 極性は、お使いの MSD に同梱の最終テストシートに記載されています。RF コイルのカバーについているラベルにも記載されています。このカバーは、MSD の上カバーを外すと見ることができます。

注意

最適な DC 極性を使用しなければ、性能が低下する可能性があります。必ず、工場で指定された極性を使用してください。

マス (軸) ゲイン

マスゲイン (MassGain) は、質量決定を制御します。つまり、特定のピークを適切な m/z 値に設定します。

- ゲインを高く設定すると、質量決定が高くなります。
- マスゲインが与える影響は、低質量のピークよりも高質量のピークの方が大きくなります。

マス (軸) オフセット

マスオフセット (MassOffs) も質量決定を制御します。

- オフセットを高く設定すると、質量決定が高くなります。
- マスオフセットは、どの質量のピークに対しても等しく影響を与えます。

四重極のメンテナンス

質量フィルタは、定期的にメンテナンスを行う必要がありません。質量フィルタは、ラジエータから取り外してはいけません。どうしても取り外す必要がある場合（交換が必要な場合）は、四重極をクリーニングできます。クリーニングは、必ず Agilent Technologies のサービス員が実施します。

注意

四重極を超音波洗浄器に入れしないでください。

四重極質量フィルタの物理的方向を変更しないでください。

石英ガラスの四重極は壊れやすく、落としたり乱暴に扱ったりすると破損します。

四重極の先端は、非常に吸湿性の高い素材です。水分に触れた場合は、長い時間をかけて乾かして損傷を防いでください。

検出器

MSD 分析器の検出器 (図 63) は、電子増倍管 (EM) に連結された高エネルギー変換ダイノード (HED) です。検出器は、四重極質量フィルタの出口に配置されます。検出器は、質量フィルタを通過したイオンを受け入れます。検出器は、検出器にかけられたイオンの数に比例する電気信号を生成します。検出器には、3 つの主なコンポーネント (検出器フォーカスレンズ、HED、および EM ホーン) があります。

検出器フォーカスレンズ

検出器フォーカスレンズは、軸外に配置されている HED へイオン光線を向けます。検出器フォーカスレンズの電圧は、 -600 V に固定されています。

高エネルギーダイノード

HED は、EI および PCI では $-10,000$ ボルト、NCI では $+10,000$ ボルトで動作します。HED は、四重極質量フィルタの中心から外れて配置され、イオン源からの光子、高温中性子、および電子による信号を最小化します。イオン光線が HED にあたると、電子が放出されます。放出された電子は、正の電圧がより強い EM ホーンに引き付けられます。セラミック絶縁体には触らないでください。

EM ホーン

EM ホーンは、開口部で最高 -3000 ボルト、閉口部で 0 ボルトの電圧を帯びています。HED によって放出された電子は EM ホーンにあたり、ホーンの中を進むにつれてより多くの電子を放出します。ホーンの末端では、電子によって生成された電流が分析器の外側のシールドケーブルを通じて信号増幅ボードに運ばれます。

EM ホーンに加えられる電圧によって、ゲインが決まります。電圧は、 $0 \sim -3000\text{ VDC}$ に調整できます。オートチューニングで設定された EM 電圧を EM 電圧設定の基準として使用します。

- 信号強度を上げるには、EM 電圧を上げます。
- 低い信号強度が必要な高濃度サンプルでは、EM 電圧を下げます。

EM ホーンの使用年数が長くなるにつれて、必要電圧 (EMVolts) が自然に増加します。オートチューニングを完了するためには EM 電圧を常に $-3,000\text{ VDC}$ またはそれ以上に設定しなくてはならない場合、他に考えられる原因がなけれ

ば、交換の必要があるかもしれません。チューニングチャートで、消耗を示す漸進的な劣化が見られないかどうか確認してください。チューニングチャートを表示するには、[装置コントロール (Instrument Control)] ビューの [チェックアウト (Checkout)] メニューから [チューニング表示 (View Tunes)] を選択します。急激な変化がある場合は、通常、別の種類の問題があることを示します。

参照

EM に関する問題の可能性を示す症状についての詳細は、オンラインヘルプの「トラブルシューティング」を参照してください。

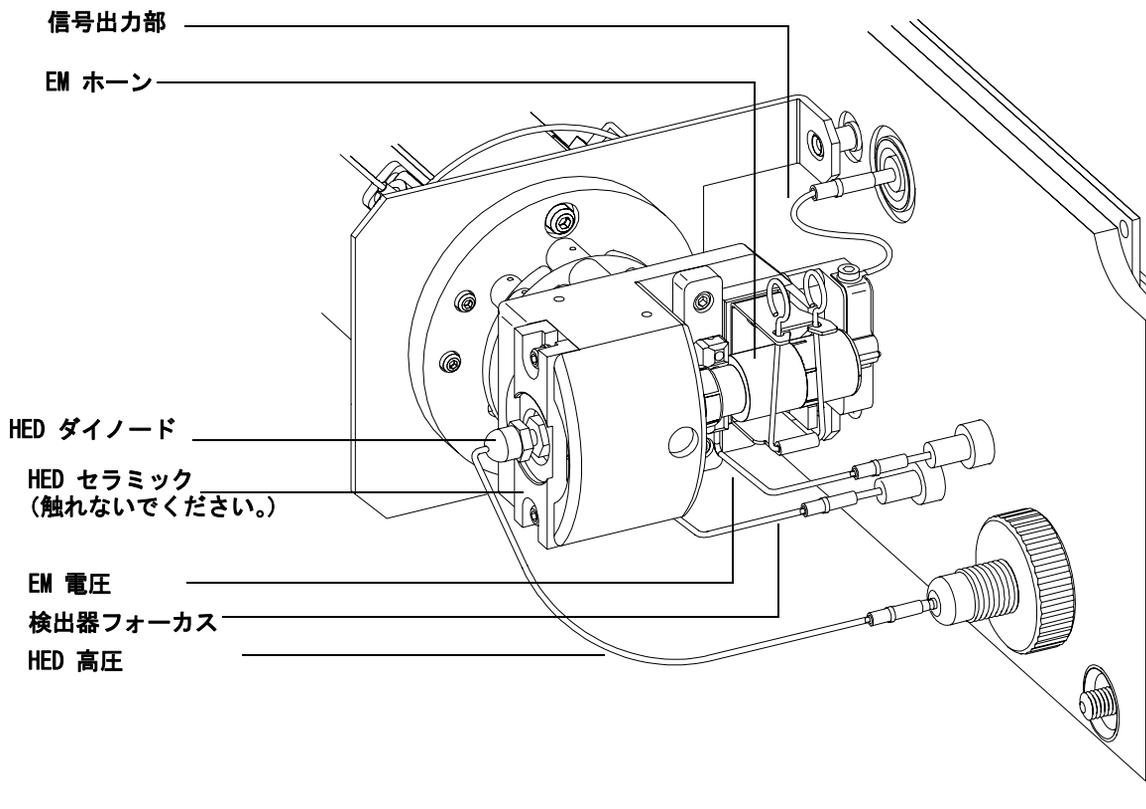


図 63 検出器

分析器ヒーターとラジエータ

イオン源および質量フィルタは、ラジエータ（図 64）と呼ばれる円筒形のアルミチューブに内蔵されています。ラジエータは、分析器内部の熱分布を制御します。分析器のコンポーネントの静電遮へいとしても機能します。イオン源ヒーター、および温度センサーは、イオン源ヒーターブロックに搭載されています。質量フィルタ（四重極）ヒーター、および温度センサーは、質量フィルタのラジエータに搭載されています。分析器の温度は、MSD ChemStation で設定して監視できます。

適用温度を選択する場合は、次の点を考慮する必要があります。

- 高い温度を設定すると、分析器は清潔な状態を長く維持できます。
- イオン源温度を高く設定すると、より細かく粉砕され、高質量感度が低下します。

真空排気が終了してから分析器が熱平衡状態に達するまでには、少なくとも 2 時間かかります。それ以前に取得したデータは、再現性のないデータの可能性があります。

推奨設定 (EI 操作用)

- イオン源 230 °C
- 四重極 150 °C

注意

四重極では 200 °C、またはイオン源で 300 °C を超えないようにしてください。

GC/MSD 接続部、イオン源、および質量フィルタ（四重極）の加熱部分は相互に影響します。ある部分の設定温度が隣接部分よりも低いと、分析器ヒーターが正確に温度を制御できない場合があります。

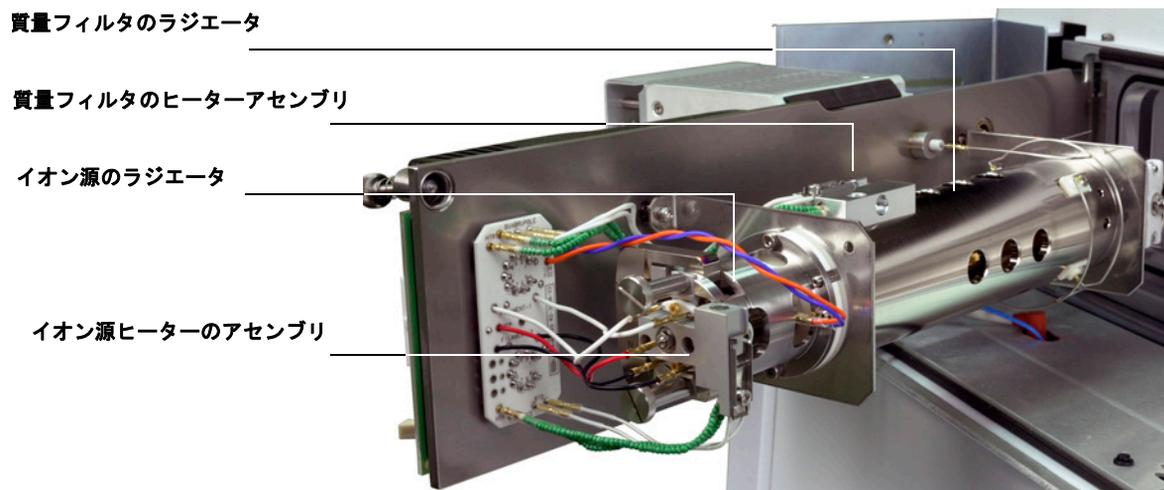


図 64 ヒーターとラジエータ

10 分析器

11 電子機器

ローカル制御パネルと電源スイッチ	288
サイドボード	289
電子機器モジュール	290
LAN/MS コントロールカード	293
電源	294
バックパネルとコネクタ	295
外部装置への接続	298

MSD の電子機器は以下のものから構成されます。

- ・ ローカル制御パネルと電源スイッチ
- ・ サイドボード
- ・ 電子機器モジュール
- ・ メインボード
- ・ 信号増幅器ボード
- ・ AC ボード
- ・ ターボポンプコントローラ
- ・ LAN/MS コントロールカード
- ・ 低電圧 (AC-DC) 電源
- ・ 高電圧 (HED) 電源
- ・ トロイダルトランスアセンブリ
- ・ バックパネルコネクタ

以上の機器について本章では説明します。バックパネルとコネクタ、状態表示画面と電源スイッチ、および他の機器へのインターフェイスを除き、上記の機器のほとんどは MSD の日常の操作には関係がありません。これらは MSD の保守に携わる人にも関係するものです。(図 65)



11 電子機器

警告

安全カバーの下には高電圧があり危険です。安全カバーは取り外さないでください。保守については、Agilent Technologies のサービス担当員にお問い合わせください。

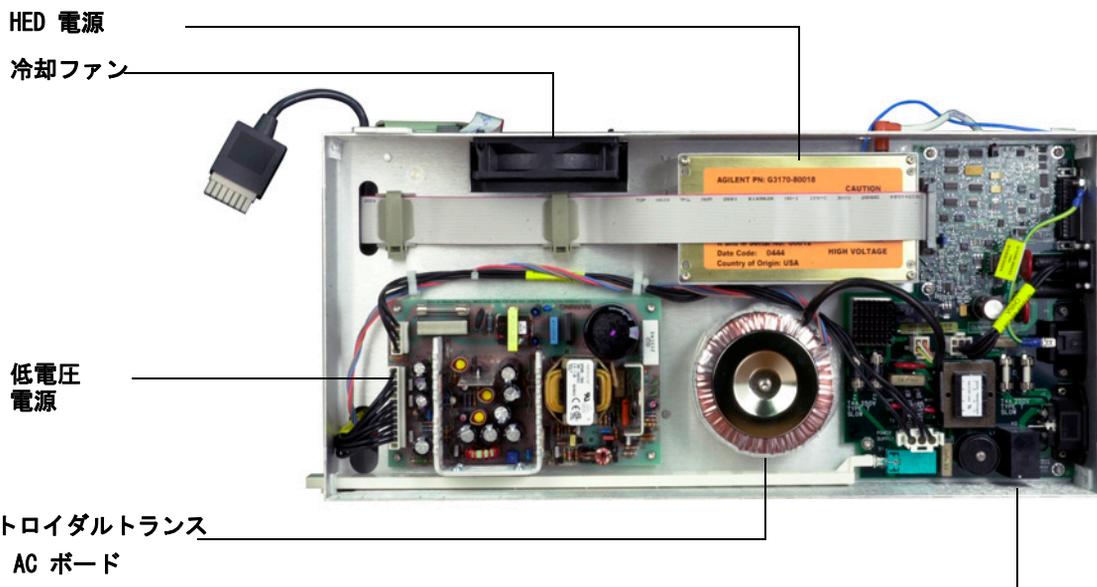
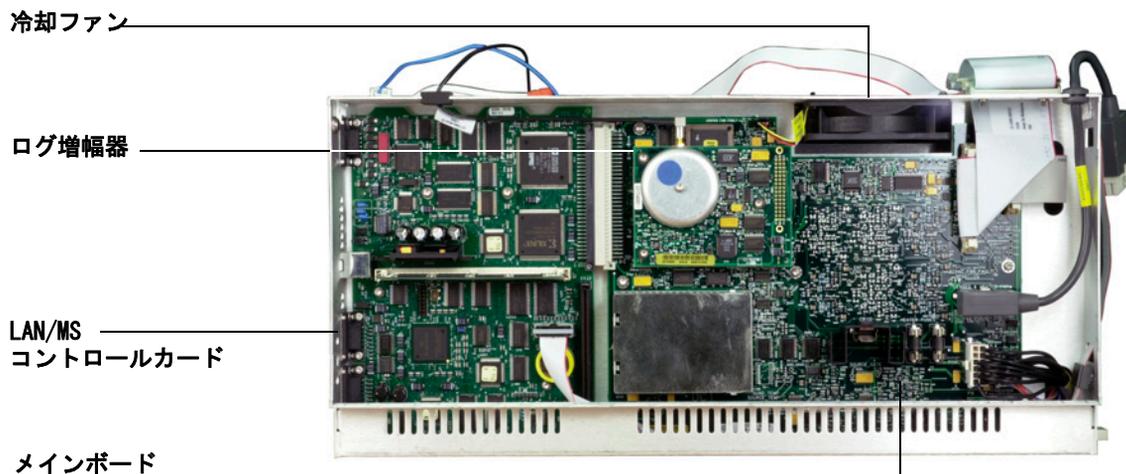


図 65 電子機器モジュール

ローカル制御パネルと電源スイッチ

ローカル制御パネル

装置の前面にあるローカル制御パネルから、MSD システムの状態を見たり、各種の操作を行ったりすることができます。

ローカル制御パネルで使用可能な機能は以下のものです。

- 通気操作（分析器の冷却と高真空ポンプの停止）
- MSD の状態を監視
- オートチューニングの開始
- メソッドの開始
- シーケンスの開始
- 分析器の温度の設定と監視

参考資料

『5973N/5975 MSD/ChemStation 入門』マニュアル

電源スイッチ

電源スイッチは電気機器モジュールの一部で、MSD の前面左下にあります。MSD の起動とフォアラインポンプのオンオフを行います。

注意

通気プログラムが終了するまでは、MSD のスイッチをオフにしないでください。誤った方法で停止すると、MSD を損傷する場合があります。

サイドボード

サイドボードはサイドプレートに取り付けられています。機能は以下のとおりです。

- 1 MHz の基準クロックを RF 増幅器に提供します。
- メインボードからの信号に従って、四重極質量フィルタにかけられる電圧を RF コンポーネントに発生させます。この電圧の大きさは選択された質量に比例します。
- 四重極質量フィルタにかけられる電圧を、DC コンポーネントに発生させます。
この電圧の大きさは選択された質量に比例します。
- メインボード上に発生した電圧、および検出器のフォーカス電圧を HED 電源から、検出器とイオン源内のエレメントに通します。
- フィラメントの放出電流および電子エネルギーを、メインボードの制御により発生し調節します。
- フィラメントの電源をあるフィラメントから別のフィラメントに切り替えます。
- RF の誤りを監視し、誤りが検出されると分析器を停止させます。

電子機器モジュール

MSD 内の電子機器のほとんどは、電子機器モジュールに入っています。電子機器モジュールは全体を交換が可能で、必要であれば Agilent Technologies のサービス担当者が行います。

電子機器モジュールは以下のものから構成されます。

- メインボード
- 信号増幅器ボード
- LAN/MS コントロールカード
- AC ボード（電力分配 / 真空コントロールボード）
- 低電圧（AC-DC）電源
- 高電圧（HED）電源
- トロイダルトランスアセンブリ

メインボード

メインボードは電子機器モジュールの外側に搭載されています。メインボードは以下の機能を持っています。

- LAN/MS コントロールカードからのデジタル命令を受け取り解読します。
- LAN/MS コントロールカードにデジタル情報を送ります。
- イオン源のレンズに電圧を発生します。
- フィラメントの選択、フィラメント放出電流、および電子エネルギーのコントロール信号を生成します。四重極 RF ドライブ、四重極周波数の調整、DC 極性の選択、およびすべての検出器の電圧のための、制御信号を生成します。
- Ditect 信号、イオン源と質量フィルターの温度信号、およびフォアラインポンプの圧力またはターボポンプの速度信号のため、アナログからデジタルへの変換を行います。
- 真空システムとファンからの信号、サイドボードからの HV と RF の故障の信号、およびフィラメントの状態を監視します。分析器の電子機器を停止しなければならない場合に、停止回線を起動します。
- 高真空ポンプとキャリブレーションバルブ用の AC ボードで使用するコントロール信号（オンとオフ）を生成します。
- メインボード レンズ増幅器とサイドボード DC 増幅器用に、直流 ± 280 VDC（標準）電力を生成します。

- ・ イオン源と四重極（質量フィルター）ヒーター用の電源を供給し制御します。
- ・ クーリングファン用に、直流 24 V 電力を供給します。

信号増幅器ボード

信号増幅器ボードは検出器の出力を増幅します。直流 0 から 10 ボルトの出力電圧を生成しますが、これは 3 ピコアンペアから 50 マイクロアンペアの入力電流の対数に比例します。

アナログ-デジタル変換機はこの増幅器の出力電圧をデジタル情報に変換します。LAN/MSD コントロールカードは、このデータを検出器の信号電流に比例する多量の数字に置き換えます。

AC ボード

AC ボードは LAN/MSD コントロールカードの反対側の電子機器パネルに取り付けられています。AC ボードは、電力分配あるいは真空制御ボードとも呼ばれます。機能は以下のとおりです。

- ・ MSD に対して、一定入力電圧を供給します。
- ・ AC 電気を、AC/DC 電源、フォアラインポンプ、およびターボポンプコントローラに分配します。
- ・ メインボードからの指示によりキャリブレーションバルブをオンオフします。
- ・ キャリブレーションバルブに電圧を供給します。
- ・ ターボコントローラにロジックインターフェイスを提供します。
- ・ フォアラインゲージからのフォアライン圧力信号、あるいはターボポンプの速度およびその他の真空状態情報をメインボードに送ります。
- ・ 真空排気にかかわる問題が発生した場合は、フォアラインポンプを停止します。

ターボポンプコントローラ

使用している MSD には、集積コントローラ付のターボポンプが装着されています。

AC ボードは、このターボポンプ コントローラに制御信号を送り、ターボポンプの状態についての情報を受け取ります。ターボポンプ コントローラはターボポンプに電力を供給し、ポンプスピードを一定にします。真空排気を開始し

その後 7 分以内に 80 %までポンプがスピードを落とした場合、あるいは作動中にスピードが 50 %以下に落ちた場合、コントローラはターボポンプを停止し、AC ボードはフォアラインポンプを停止します。

真空排気の失敗による停止

システムが真空排気を正しく行うことができない場合、AC ボードは高真空およびフォアラインポンプの両方を停止します。停止を引き起こす状態として、7 分後の 80 %以下へのターボポンプのスピードダウンがあります。

これは通常、**大量**の空気漏れによるものです。サイドプレートが正しく密封されていないか、ベントバルブが開いています。この機能は、フォアラインポンプがシステムを通してエアを吸引し、分析器およびポンプを損傷することのないように防止するのに役立っています。

問題を解決するには、MSD をもう一度起動し、トラブルシューティングをします。システムが再び停止するまで、空気漏れを見つけて修正するのに 7 分使うことができます。MSD を起動する場合、シールを確実にするためにサイドプレートをしっかり押し付けてください。

LAN/MS コントロールカード

LAN/MS コントロールカードは電子機器パネルのメインボードの左にあります。LAN/MS コントロールカードには、2 つの主な機能があります。

- MSD とデータシステムとの間で通信インターフェイスとなります。
- MSD のリアルタイム制御を行い、データシステムが他のタスクができるようにします。

LAN/MS コントロールカードの機能部分は以下から構成されます。

- 装置コントローラ
- データプロセッサ
- メインプロセッサ
- シリアルコミュニケーションプロセッサ
- ネットワークコミュニケーションコントローラ
- 遠隔起動プロセッサ
- ランダムアクセスメモリ (RAM)
- 状態表示 LED
- ローカル制御パネルのファームウェア

LAN/MS コントロールカード上の LED はリアパネルから見えます。上の 2 つの LED はネットワーク通信を表示します。



下の 2 つの LED は電源 (オン、5V) とハートビート表示です。ハートビート LED の点滅は MSD のオペレーティングシステムが作動していることを示します。フラッシュメモリが著しく減少した場合、ハートビートは「SOS」パターンで点滅します。

電源

低電圧 (AC-DC) 電源

低電圧電源は電子機器モジュール内のトロイダルトランスの隣に取り付けられています。共通入力電源は、AC 回線電圧を、電子機器の他の部分で使用する DC 電圧に変換します。この電源は以下の DC 電圧を生成します。

- +24 V (標準)
- +15 V (標準)
- -15 V (標準)
- +5 V (標準)

高電圧 (HED) 電源

高電圧電源は直流 -10,000 ボルトを EI MSD 用検出器内の高エネルギーダイノード (HED) のために生成します。EI/PCI/NCI MSD (G3174A) は、NCI 作動用の +10,000 ボルトを供給することのできるバイポーラ電源を必要とします。HED 電源は、検出器のフォーカス レンズ用の直流 600 V も提供します。この回路は高インピーダンスのため、携帯用の電圧計で検出器のフォーカス電圧を測ると、90 から 100V を示すことがありますが、これは電圧計の極性が HED 電圧の極性と同じであるためです。

トロイダルトランス

トロイダルトランスは AC ボードの隣に取り付けられています。これは交流 24V を、質量フィルターとソースヒーター サーキットに提供します。入力線は交流 120V または 200 から、260V を AC ボードから取得します。AC ボードは回線の電圧をサンプリングし、リレーを使用して適切にトロイダルトランスの 1 次側に固定します。出力線はメインボードに接続します

バックパネルとコネクタ

バックパネルはいくつかのコネクタ、1 次ヒューズ、および状態表示 LED から構成されます。(図 66) この構成のほとんどは、AC ボードあるいは LAN/MS コントロールカードの一部で、バックパネルから突き出しています。

高真空コントロール (HIVAC SIGNAL) コネクタ

高真空信号コネクタは AC ボード上にあります。291 ページ「ターボポンプコントローラ」を参照してください。

高真空電源 (HIVAC POWER) コネクタ

高真空電源コネクタは AC ボードからターボ コントローラ用の電源を提供します。

1 次ヒューズ

1 次ヒューズは、MSD 内への電流を制限して、フォアラインポンプ内のショートに備えます。1 次ヒューズは AC ボード上にあります。

電源コードコンセント

AC 電源コードは MSD 用のすべての電源を供給します。電源コードは MSD から外すことができます。

フォアラインポンプ電源コードコンセント

フォアラインポンプ電源コード コンセントは AC 電源をフォアラインポンプ用に提供します。電源スイッチがオフの場合、フォアラインポンプには電気は供給されません。

リモート起動コネクタ

遠隔起動コネクタは LAN/MS コントロールカード上の遠隔起動回路用の外部コネクタです。これは GC から遠隔起動信号を受け取ります。

RS-232 シリアル A コネクタ

現在使用されていません。

RS-232 シリアル B コネクタ

The RS-232 シリアル B コネクタは、MSD に CI 流量モジュールまたはマイクロイオン真空ゲージが取り付けられているかに応じて、そのどちらかに接続します。これは GC と MSD 間のデータ通信を処理します。

LAN (I/O) コネクタ

データシステムからの LAN ケーブルは I/O LAN コネクタにつながります。このケーブルは PC と MSD 間のすべてのデータ通信を行います。

LAN/MSD コントロールカード LED

上の 2 つの LED はネットワーク通信を表示します。下の 2 つの LED は電源とハートビート表示です。

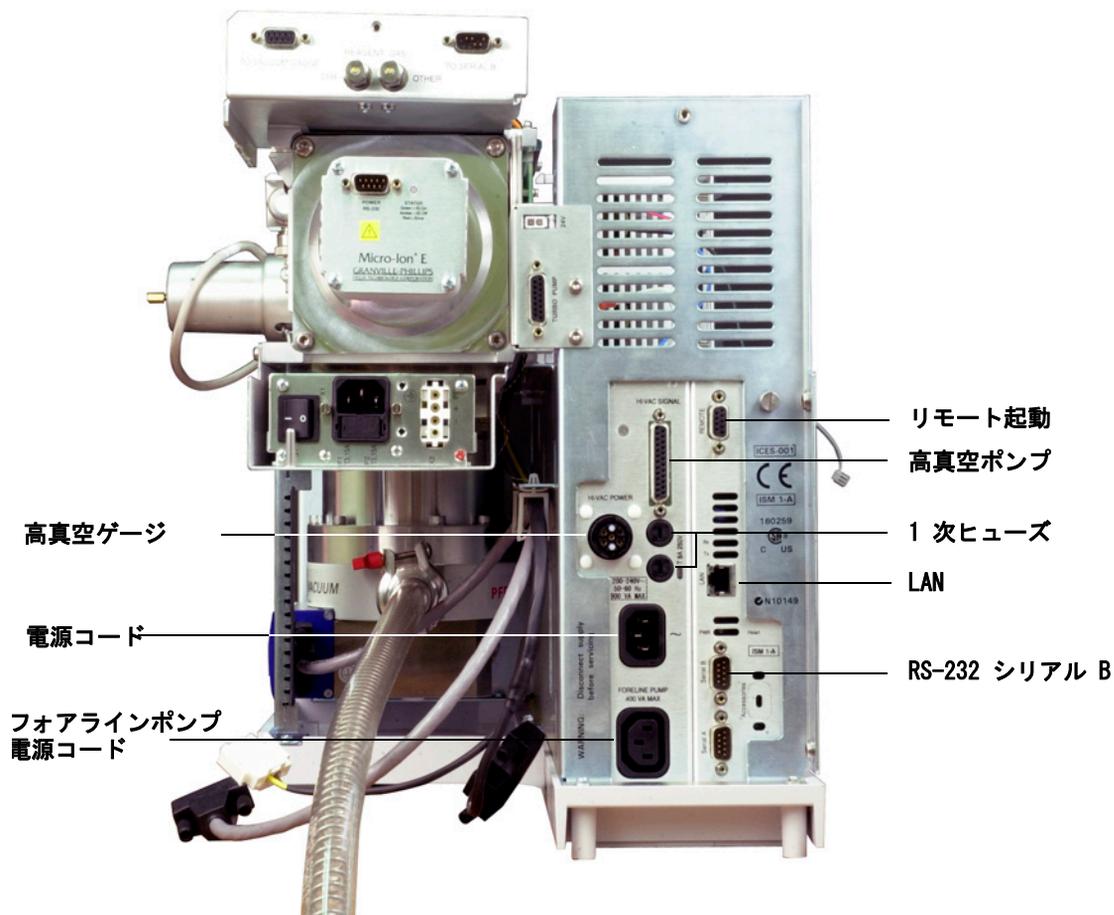


図 66 バックパネルコネクタ

外部装置への接続

リモート制御プロセッサ

リモート制御プロセッサは LAN/MS コントロールカード上にあり、GC およびその他の装置と起動信号を同期させます。リモート制御プロセッサの機能は、MSD のバックパネル上のリモート起動 (Remote) コネクタに伝えられます。(図 67) リモート起動ケーブルは GC と MSD に接続します。

リモート起動信号

これは、たとえばページ&トラップ装置などの外部装置と作動中に交信するのに必要です。通常、交信はシステム準備完了信号を送信するために行なわれます。以下のことも行われます。

- ・ 外部装置からの起動信号を受信する。
- ・ 作動中のイベントのタイミングをプログラムする。

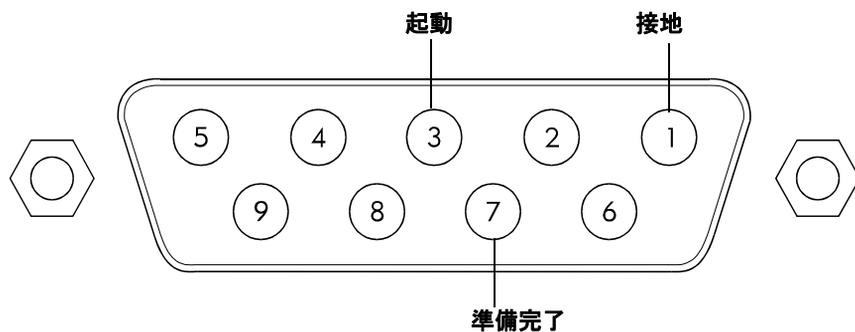


図 67 リモート起動コネクタ

システム準備完了

外部装置へ接続した場合、その装置へシステム準備完了信号を送ることができないことがあります。マルチサンプル Tekmar ページ&トラップ装置の場合、各サンプルは準備完了信号を待っているトラップ上でページされます。準備完了信号を受け取ると、脱着サイクルを開始します。指定された温度に達すると、ページ&トラップ装置は、起動したことを表示するための連絡を中止します。

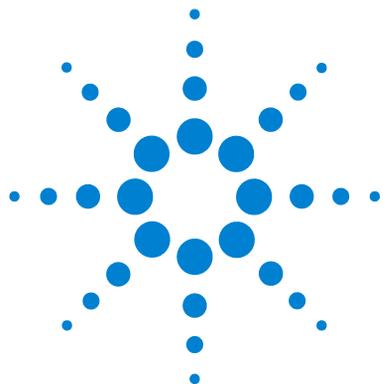
GC 上のリモート起動コネクタの準備完了ピンは GC、MSD、およびデータシステムがすべて準備完了となる時以外は、常にローに保持されます。システムが準備完了になると、直流 5 V のロジックハイがピンと接地間に現れます。このロジックハイが、MSD 上のリモート起動コネクタの準備完了と接地ピンの間に検出されます。

起動入力

起動信号を生成する最良の方法は、GC 上のリモート起動コネクタを使用することです。リモート起動ケーブルは最も一般的な装置用に作成されているので、これが最も簡単な方法でもあります。一般用遠隔起動ケーブル (05890-61080) が、スペード ラグでのみ入手可能です。起動信号が送られる前に、システムが本当に準備完了しているか確認する必要があります。

必要に応じて、MSD の背面上のリモート起動コネクタを、起動信号を送るために使用することができます。システムが準備完了である場合、起動ピンと接地ピンを接触させることにより、起動することができます。

11 電子機器



A 化学イオン化理論

化学イオン化の概要	302
正 CI 理論	304
負の CI 理論	311



化学イオン化の概要

化学イオン化 (CI) は、質量スペクトル分析で使用されるイオンを生成する技術です。CI と電子イオン化 (EI) との間には大きな違いがあります。ここでは、最も一般的な化学イオン化のメカニズムについて説明します。

EI では、比較的高エネルギーの電子 (70 eV) が、分析されるサンプルの分子と衝突します。この衝突は 1 次正イオンを生成します。イオン化では、特定の物質の分子がかなり予測可能なパターンで分解します。EI は直接的な方法で、エネルギーは衝突により電子からサンプルの分子に移動します。

CI では、サンプルとキャリアーガスに加えて、大量の試薬ガスがイオン化室に導入されます。試薬ガスがサンプルより多くあるため、放射された電子のほとんどは試薬ガスの分子と衝突し、試薬ガスイオンを生成します。この試薬ガスイオンは、1 次および 2 次反応プロセスで互いに反応し、平衡状態になります。これらは、いろいろな方法で反応し、サンプルの分子はサンプルイオンとなります。CI イオンの生成は、電子イオン化に比べて低エネルギーで“ゆるやかに”行われます。CI は分裂が少ないという結果となるため、CI のスペクトルは大量の分子イオンを表示します。このため、CI はサンプル集合体の分子重量を測定するためによく使用されます。

メタンは最も一般的な CI 試薬ガスです。これは、ある特徴的なイオン化のパターンをもたらします。他の試薬ガスは、異なったパターンを持ち、サンプルによっては良い感度が得られる場合があります。一般的な代りの試薬ガスとしては、イソブタンとアンモニアがあります。二酸化炭素は、負 CI でよく使用されます。あまり一般的でない試薬ガスとしては、二酸化炭素、水素、フレオン、トリメチルシラン、一酸化窒素、およびメチルアミンがあります。それぞれの試薬ガスでは、異なるイオン化の反応が起こります。

警告

アンモニアは毒性および腐食性があります。アンモニアを使用するときは、特別なメンテナンスと安全上の注意が必要です。

試薬ガスに水が混入すると、CI の感度は大きく損なわれます。正 CI における、 m/z 19 (H_3O^+) の大きなピークは水の混入の診断に役立つ徴候です。ひどく集中している場合、特にキャリブラントと結合した場合は、水の混入はイオン源に悪影響を与えます。水の混入は、新たに試薬ガスチューブあるいは試薬ガスシリンダーが結合された後にすぐに発生するのが最も一般的です。この混入は、試薬ガスを数時間流すとたいがい減少し、システムを清浄にします。

化学イオン化の参考資料

Chemical Ionization Mass Spectrometry, 2nd Edition, A. G. Harrison 著、CRC Press, INC., Boca Raton, FL (1992)、ISBN 0-8493-4254-6

“High Pressure Electron Capture Mass Spectrometry”, W. B. Knighton, L. J. Sears, E. P. Grimsrud 共著、*Mass Spectrometry Reviews* (1996)、**14**、327-343

Electron Capture Negative Ion Mass Spectra of Environmental Contaminants and Related Compounds, E. A. Stemmler, R. A. Hites 共著、VCH Publishers, New York, NY (1988)、ISBN 0-89573-708-6

正 CI 理論

正 CI (PCI) は EI と同じ極性の分析器電圧で行われます。PCI の場合、試薬ガスは放射される電子との衝突によってイオン化します。試薬ガスイオンは、サンプルの分子（陽子の提供者として）と化学的に反応して、サンプルイオンを生成します。PCI イオンの生成は、電子イオン化よりゆるやかで、分裂は少なくなります。この反応は通常、多量の分子イオンを生じ、その結果、サンプルの分子重量を測定するのによく使用されます。

最も一般的な試薬ガスはメタンです。メタン PCI は、ほとんどどのサンプルの分子で、イオンを生成します。イソブタンやアンモニアのような他の試薬ガスは、特定のものだけに効果を発揮し、分裂はより少なくなります。試薬ガスイオンが高バックグラウンドを起こすため、PCI は特別に感度が良いというわけではなく、検出限度は一般的に高くなります。

イオン源圧力の範囲 0.8 から 2.0 Torr での、正の化学イオン化の間に発生する、以下のような 4 つの基本的なイオン化プロセスがあります。

- 陽子の移動
- 水素化物の抽出
- 追加反応
- 電荷の交換

使用される試薬ガスによって、この 4 つのプロセスのうち 1 つあるいはそれ以上が、得られる質量スペクトルに見られるイオン化生成物を説明するために使われます。

ステアリン酸メチルの EI、メタン PCI、およびアンモニア PCI スペクトルを [図 68](#) に示します。単純な分裂パターン、多量の $[MH]^+$ イオン、そして 2 つの付加イオンの存在が、試薬ガスとしてメタンを使った正の化学イオン化の特徴です。

システム中、特に PFDTD キャリブレーションの中に、空気または水が存在すると、すぐにイオン源を汚染します。

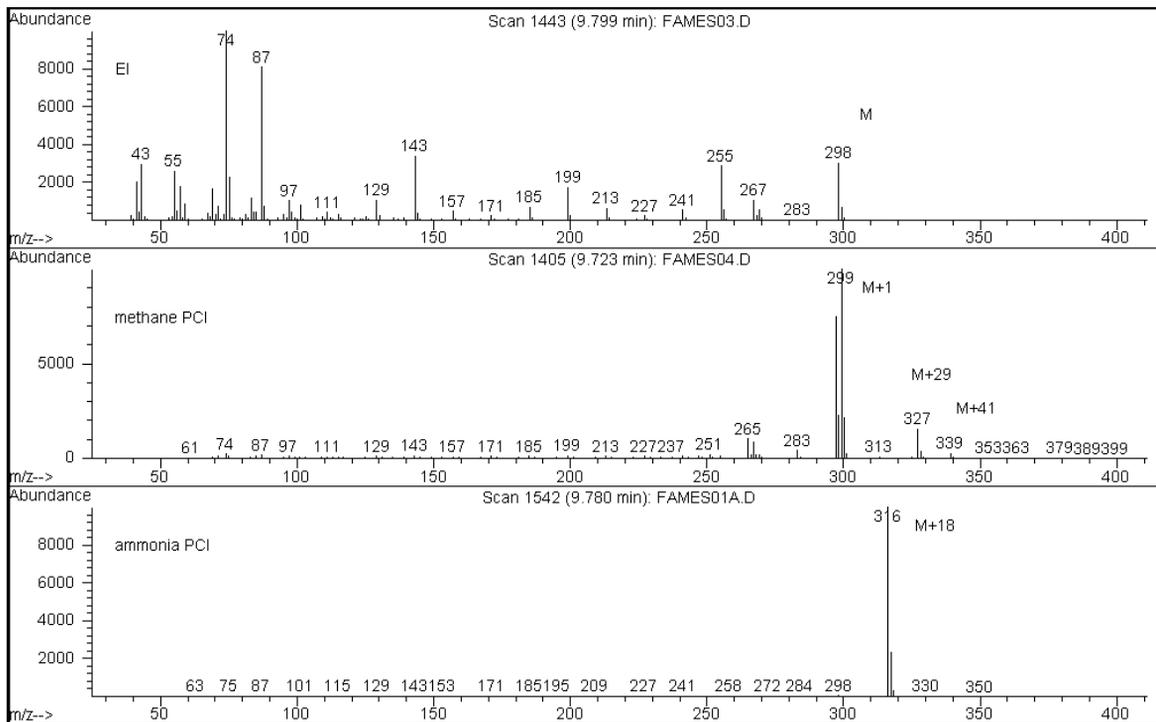
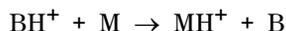


図 68 ステアリン酸メチル (MW = 298): EI、メタン PCI、およびアンモニア PCI

陽子の移動

陽子の移動は次のように説明されます。

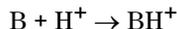


ここでは、試薬ガス B はイオン化を行い陽子が付加されています。検体（サンプル）M の陽子親和性が、試薬ガスより大きい場合、プロトン化した試薬ガスは検体にその陽子を移動させ、正に帯電した検体イオンを生成します。

最も頻繁に使用される例は、 CH_5^+ から検体分子への陽子移動で、これによりプロトン化した分子イオン MH^+ が生成されます。

試薬ガスと検体の陽子親和性の差が、陽子移動反応を左右します。検体が試薬ガスより陽子親和性が大きい場合、陽子の移動が起こります。メタン (CH_4) は、その陽子親和性が非常に低いため、最も一般的な試薬ガスです。

陽子親和性は反応によって決定することができます。



ここでは、陽子親和性は kcal/mole で表します。メタンの陽子親和性は 127 kcal/mole です。表 22 と 23 に、可能な試薬ガスと各種機能グループも含めた有機化合物の陽子親和性を示します。

陽子移動反応によってできる質量スペクトルは、いくつかの規則に従っていません。陽子親和性の差が（メタンのように）大きい場合、かなりの過剰エネルギーがプロトン化した分子イオンの中に存在します。これにより、次々と分裂が起こります。この理由により、陽子親和性が 195 kcal/mole のイソブタンが、分析の種類によってはメタンより優れている場合があります。アンモニアは陽子親和性が 207 kcal/mole のため、多くの検体をプロトン化するということはありません。陽子移動化学イオン化は、通常“ソフトな”イオン化であると考えられていますが、そのソフトさは検体と試薬ガス両方の陽子親和性によります。また、イオン源温度などの他のファクターにも影響されます。

表 22 試薬ガス陽子親和性

種類	陽子親和性 kcal/mole	生成されるイオン 反応物質
H_2	100	H_3^+ (m/z 3)
CH_4	127	H_5^+ (m/z 17)

表 22 試薬ガス陽子親和性 (続き)

種類	陽子親和性 kcal/mole	生成されるイオン 反応物質
C ₂ H ₄	160	C ₂ H ₅ ⁺ (<i>m/z</i> 29)
H ₂ O	165	H ₃ O ⁺ (<i>m/z</i> 19)
H ₂ S	170	H ₃ S ⁺ (<i>m/z</i> 35)
CH ₃ OH	182	CH ₃ OH ₂ ⁺ (<i>m/z</i> 33)
t-C ₄ H ₁₀	195	t-C ₄ H ₉ ⁺ (<i>m/z</i> 57)
NH ₃	207	NH ₄ ⁺ (<i>m/z</i> 18)

表 23 PCI 用の有機化合物の陽子親和性

分子	陽子親和性 (kcal/mole)	分子	陽子親和性 (kcal/mole)
アセトアルデヒド	185	メチルアミン	211
酢酸	188	塩化メチル	165
アセトン	202	シアン化メチル	186
ベンゼン	178	硫化メチル	185
2-ブタノール	197	メチルシクロプロ パン	180
シクロプロパン	179	ニトロエタン	185
ジメチルエーテル	190	ニトロメタン	180
エタン	121	n-プロピルアセ テート	207
ギ酸エチル	198	プロピレン	179
ギ酸	175	トルエン	187
臭化水素酸	140	トランス-2-ブテ ン	180

表 23 PCI 用の有機化合物の陽子親和性 (続き)

分子	陽子親和性 (kcal/mole)	分子	陽子親和性 (kcal/mole)
塩酸	141	トリフルオロ酢酸	167
イソプロピルアル コール	190	キシレン	187
メタノール	182		

水素化物の抽出

試薬イオンを生成するときに、各種の反応物質イオンが生成され、それらは高水素化物イオン (H^-) 親和性を持っています。反応物質イオンの水素化物イオン親和性が、検体の H^- の喪失により生成されるイオンの水素化物イオン親和性より高い場合、熱力学がこの化学イオン化プロセスを説明するのに好都合となります。例として、メタンの化学イオン化におけるアルカンの水素化物抽出などがあります。メタン CI の場合、 CH_5^+ と $C_2H_5^+$ の両方が、水素化物の抽出をする能力があります。これらは、大きな水素化物イオン親和性をもち、一般的な反応としては、長鎖アルカンが H^- を失うということとなります。



メタンの場合、 R^+ は CH_5^+ と $C_2H_5^+$ であり、 M は長鎖アルカンです。 CH_5^+ の場合、この反応は $[M\text{蓬}]^+ + CH_4 + H_2$ を生成します。水素化物抽出によるスペクトルは、 $M-1$ m/z にピークを示しますが、これは H^- の喪失による結果です。この反応は熱を発生するので、 $[M-H]^+$ イオンの分裂がよく観察されません。

しばしば、水素化物抽出とプロトン移動イオン化の両方が、サンプルスペクトルに現れます。ひとつの例として、長鎖メチルエステルの CI スペクトルがありますが、ここで炭化水素の鎖からの水素化物抽出、およびエステル要素へのプロトン移動が起こります。例えばステアリン酸メチルのメタン PCI スペクトルの場合、 MH^+ のピークの m/z 299 は、プロトンの移動によって起こり、 $[M-1]^+$ のピークの m/z 297 は水素化物抽出によって起こります。

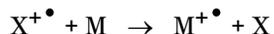
追加反応

多くの検体にとって、プロトンの移動および水素化物抽出の化学イオン化反応は熱力学的に望ましくありません。これらのケースでは、試薬ガスイオンはよく反応して、縮合または結合（追加反応）により検体分子と結合します。結果としてできるイオンは付加イオンと呼ばれます。付加イオンは、 $[M+C_2H_5]^+$ と $[M+C_3H_5]^+$ イオンの存在する状態でのメタン化学イオン化において見られますが、これは $M+29$ と $M+41$ m/z の質量スペクトルピークを示します。

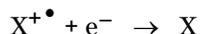
追加反応は特にアンモニア CI で重要です。 NH_3 は高プロトン親和性を持っており、ほとんどの有機化合物はアンモニア試薬ガスではプロトン移動を起こしません。アンモニア CI では、一連のイオンと分子の反応が起こり、 NH_4^+ 、 $[NH_4NH_3]^+$ と $[NH_4(NH_3)_2]^+$ を生成します。特に、アンモニアイオン NH_4^+ は、縮合または結合により $M+18$ m/z で見られる、強い $[M+NH_4]^+$ イオンを発生させます。この結果できるイオンが不安定な場合、続いて分裂が見られます。目立たない H_2O または NH_3 の喪失は一般的なことで、18 または 17 m/z の減少として観察できます。

電荷の交換

電荷交換イオン化は次のような反応によって説明できます。



ここで、 X^+ はイオン化した試薬ガスであり、 M は対象となる検体です。電荷交換イオン化のために使われる試薬ガスの例としては、不活性ガス（ヘリウム、ネオン、アルゴン、クリプトン、キセノン、およびラドン）、窒素、一酸化炭素、水素、および検体と化学的に反応しない他のガスがあります。これらの試薬ガスはそれぞれ、イオン化されると、次のように表現されるエネルギーの再結合を行います。



これは、簡単にいうと電子とイオン化した試薬の再結合であり、中性のものを生成するということです。このエネルギーが、検体から電子を取り去るために必要なエネルギーより大きい場合、上記の最初の反応は発熱性であり熱力学的に可能となります。

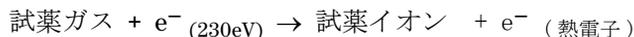
電荷交換化学イオン化は、一般的な分析用途に広く使われることはありません。しかしながら、他の化学イオン化プロセスが熱力学的に望ましくない場合に使われることがあります。

負の CI 理論

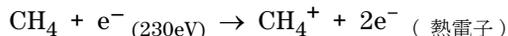
負の化学イオン化 (NCI) は、分析器の電圧極性を反対にして実行され、負イオンを選びだします。NCI にはいくつかの化学メカニズムがあります。すべてのメカニズムが、NCI に良く協同して、感度が飛躍的に向上するというわけではありません。4 つの最も一般的なメカニズム (反応) は以下のものです。

- 電子捕獲
- 分離電子捕獲
- イオン対生成
- イオン-分子反応

イオン-分子反応を除くすべての場合に、試薬ガスは PCI のときにそれが供給する機能とは異なった機能を提供します。NCI の場合、試薬ガスはバッファーガスによくたとえられます。試薬ガスがフィラメントからの高エネルギー電子と衝突する場合、次の反応が起こります。



試薬ガスがメタン (図 69) の場合、反応は以下のようになります。



熱電子は、フィラメントからの電子よりエネルギーレベルが低くなっています。これが、サンプルの分子と反応する熱電子です。

負の試薬ガスイオンは生成されません。これにより、PCI モードで見られような、NCI の検出限度を低下させる原因となるバックグラウンドを防ぎます。NCI での生成物は、MSD が負イオンモードで動作している場合でのみ検出されます。この動作モードは、すべての分析器の電圧の極性を反対にします。

二酸化炭素は、NCI におけるバッファーガスとして良く使用されます。これは、明らかに、他のガスよりもコスト、手に入れやすさ、そして安全性で利点があります。

A 化学イオン化理論

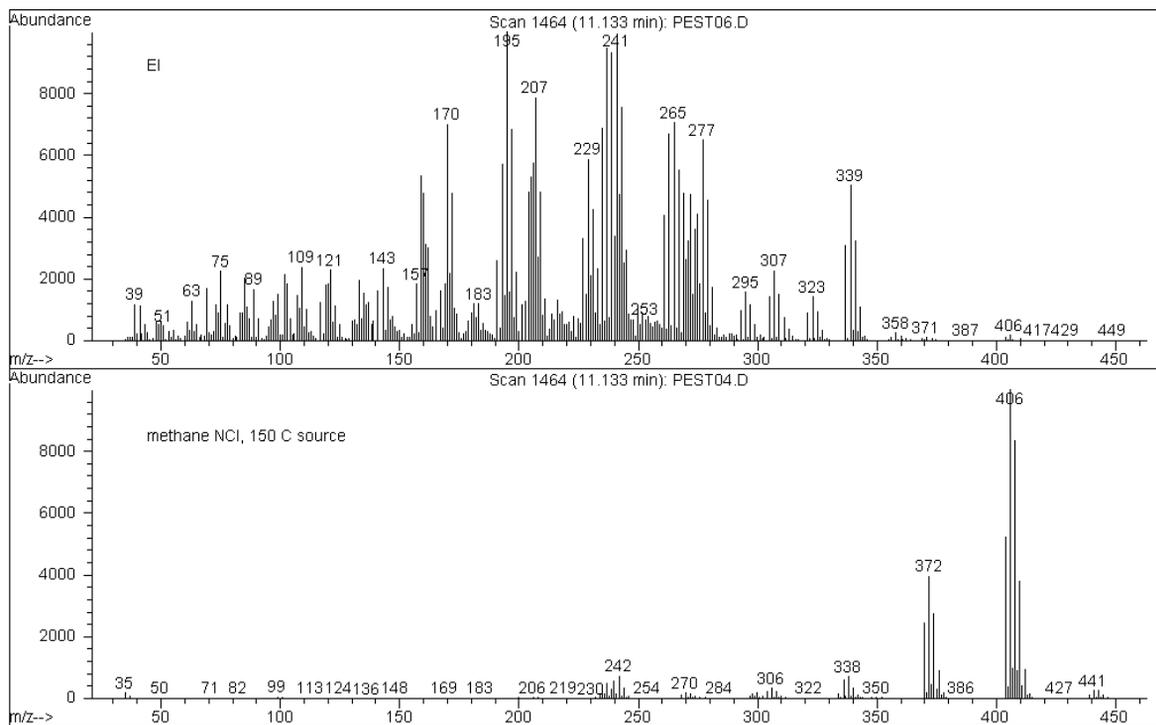


図 69 エンドスルファン (MW = 404): EI とメタン NCI

電子捕獲

電子捕獲は NCI における最も重要なメカニズムです。電子捕獲（高圧電子捕獲質量分光分析・・・HPECMS とも言われます）は、NCI の特徴である高感度をもたらします。理想的な状態でのサンプルでは、電子捕獲は正イオン化より、10 から 1000 倍もの高感度をもたらします。

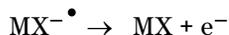
正 CI に関連するすべての反応は、NCI モードでもおこり、通常汚染物質を伴うことに注意してください。生成される正イオンは、レンズ電圧が逆になっているためイオン源を残さず、その存在は電子捕獲反応を抑えることができます。

電子捕獲反応は次のように説明されます。



ここで MX はサンプルの分子であり、ここでの電子は、高エネルギー電子と試薬ガスの間の相互作用により生成される熱（低速）電子です。

場合によっては MX ラジカルアニオンは安定しません。この場合、逆の反応が起こることがあります。



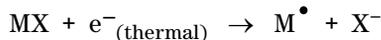
逆反応は、自動脱離とも呼ばれます。この逆反応は、通常非常に早く起こります。このように、不安定なアニオンが、衝突または他の反応を通して安定になる時はほとんどありません。

電子捕獲は、ヘテロ原子を持つ分子にとっては、もっとも望ましいものです。例としては、窒素、酸素、リン、硫黄、ケイ素、そして特にフッ素、塩素、臭素、ヨウ素などのハロゲンがあります。

酸素、水、またはほとんどすべての汚染物質の存在が、電子付着反応を妨げます。汚染物質により、負イオンを生成するイオン-分子反応は遅くなります。これは通常、感度を悪くすることになります。すべての可能性のある汚染物質、特に酸素（空気）および水を含む物、は最小にする必要があります。

分離電子捕獲

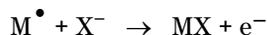
分離電子捕獲は、分離共振捕獲とも呼ばれます。これは電子捕獲に類似したプロセスです。違いは、反応の間はサンプル分子が分裂または分離することです。結果として一般的に、アニオンと中性ラジカルが生じます。分離電子捕獲は次の反応式で表されます。



A 化学イオン化理論

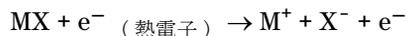
この反応では、電子捕獲のような感度を得ることはできず、生成する質量スペクトルは、一般的に少ない量の分子イオンを示します。

電子捕獲の場合のように、分離電子捕獲の生成物は常に安定しているというわけではありません。逆の反応が起こることがあります。逆反応は、結合性離脱反応とも呼ばれます。逆反応の式は次のようになります。



イオン対生成

イオン対生成は、分離電子捕獲に表面的には似ています。イオン対生成反応は次の式によって表現されます。



分離電子捕獲の場合のように、サンプル分子は分裂します。しかしながら、分離電子捕獲とはちがって、電子はこの分裂により捕獲されません。かわりに、サンプルの分子は分裂して、電子は不規則に分配され、正と負のイオンが生成されます。

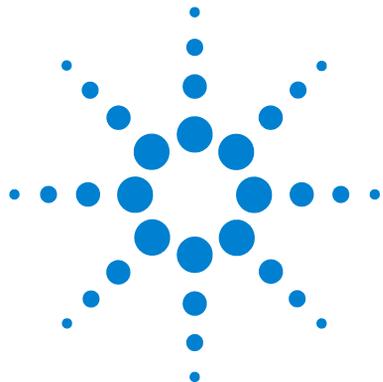
イオンー分子反応

イオンー分子反応が起こり、酸素、水、および他の汚染物質が CI イオン源の中に現れます。イオンー分子反応は、電子付着反応よりも 2 から 4 倍遅く、電子捕獲反応のような高感度をもたらすことはありません。イオンー分子反応は次のような一般式で表されます。



ここで、X は、通常ハロゲンまたはヒドロキシルグループで、これはフィラメントからの電子による汚染物質のイオン化により作りだされます。イオンー分子反応は、電子捕獲反応と競合します。イオンー分子反応が多く起こると、電子捕獲反応は少なくなります。

A 化学イオン化理論



B 部品

部品を注文するには	318
電子機器	319
ケーブル	319
プリント基板ボード	321
ヒューズおよび電源スイッチ	323
真空システム	324
O リングとシール	324
フォアラインポンプと関連部品	325
フォアラインポンプと関連部品	327
分析器	329
EI ソース	334
リペアアセンブリ	336
EI GC/MSD 接続部	337
消耗品およびメンテナンス品	338
CI 部品	343

この章では、5975 シリーズ MSD のメンテナンスに使用するために注文できる部品を一覧表にしています。MSD の部品およびアセンブリ品のほとんどが入っています。この章では、関連する部品はグループにまとまるように構成しています。

部品によってはユーザーが交換できないものもあります。これらは、Agilent Technologies のサービス担当者が使うために、一覧表に入れてあるものです。



部品を注文するには

MSD の部品を注文するには、最寄の Agilent Technologies 営業所に注文するか、お問い合わせください。そのときは、以下の情報をご提供願います。

MSD のモデルナンバーとシリアルナンバー、これは装置の前面近くの左下側にあるラベルに書いてあります。19 ページ参照。

- 必要な部品の部品番号
- 必要な各部品の数量

部品によってはリビルトアセンブリ品として入手可能なものがあります。

リビルトアセンブリ品は、新しい部品とまったく同じ仕様になっており、テストにも合格しています。リビルトアセンブリ品は、その部品番号で識別可能です。その部品番号の 2 番目の部分の最初から 2 桁は 69 または 89 (xxxxx-69xxx または xxxxx-89xxx のように) となっています。リビルトアセンブリ品は、原則として交換でのみ入手可能となっています。リビルトアセンブリ品を受け取ったあと、Agilent Technologies に元の部品返却すると、クレジットを受け取ることができます。

必要な部品が見つからない場合

この章の一覧表に載っていない部品が必要な場合は、『Agilent Technologies Analytical Supplies Catalog』または、ウェブの <<http://www.agilent.com>>にあるオンラインカタログを調べてください。それでも見つからない場合は、最寄の Agilent Technologies サービス代理店、または Agilent Technologies 営業所にお問い合わせください。

電子機器

MSD 中のプリント基板は、完全アセンブリ品としてでのみ入手できます。電子機器のそれぞれの構成部品は入手できません。このセクションは以下の部品を扱います。ケーブル類（表 24 と 25）プリント基板（表 26 と 図 70）、およびヒューズとスイッチ（表 27）。

ケーブル

表 24 外部ケーブル

説明	部品番号
Remote Start-Stop cable*	G1530-60930
Y-Remote Start-Stop Cable*	G1530-61200
H-Remote Start-Stop Cable*	35900-60800
LAN Cable (shielded)	8121-0008
Power cord, Australia, China	8120-1369
Power cord, Denmark	8120-2956
Power cord, Europe	8120-1689
Power cord, India/South Africa	8120-4211
Power cord, Japan 200V	G2025-60189
Power cord, Switzerland	8120-2104
Power cord, UK, Hong Kong, Singapore	8120-1351
Power cord, US	8120-6825

* 同時に使用できるのは 1 本のみです。

表 25 内部ケーブル

説明	部品番号
AC board control cable (AC board to main board)	G1099-60422
Chassis ground wire	G1099-60433
Local Control panel ribbon cable	G1099-60030
Electronics module fan cable	G1099-60560
Fan (high vacuum) cable	G1099-60561
Feedthrough board	G1099-60425
HED control cable	G1099-60430
HED power cable	G1099-60431
High Vacuum power extender cable (AC to back panel)	G1099-60436
Low voltage power supply input cable (AC to LVPS)	G1099-60426
Low voltage power supply output cable (LVPS to main board)	G1099-60427
Mass filter contact cable kit	G3170-60130
Side board control (ribbon) cable (main board to side board)	G1099-60410
Signal cable (signal feedthrough on side plate to signal amp board)	G1099-60416
Source power cable (main board to side board)	G1099-60428
Turbo pump wiring harness cable (back panel to separate turbo controller and ps)	G3170-60034
Turbo pump controller to TMH Card	G3170-60818
CI RS232s to CI Control Board	G3170-60807
CI Flow Module cable – SmartCard to CI Flow*	G3170-60802
Micro-Ion Vacuum Gauge cable – SmartCard to Gauge	G3170-60802
Micro-Ion Vacuum Gauge cable – CI Flow to Gauge	G3170-60805

* 装置上には CI はないため、ケーブルはスマートカードから直接マイクロオン真空ゲージに接続します。

プリント基板ボード

表 26 プリント基板ボード (図 70)

アイテム	説明	部品番号
1	AC board	G3170-65006
2	Fan for electronics module	3160-1038
	Snap-on rivets (4) 取り外し中に古いものが破損した場合に必要になります。	0361-1341
3	HED power supply	G3170-80017
3	Bipolar HED power supply	G3170-80018
4	LAN/MS Control Card ・ SC3+	05990-65430
5	Low voltage (ac-dc) power supply	0950-3067
6	Main board	G3170-65010
	LogAmp Fast Electronics	G3170-65001
7	Toroid transformer	G1099-60229
8	Local Control panel assembly (LCP)	
	a 5975 inert	G3170-60126
	b 5975 inert-XL	G3170-60127
9	Side board, new	G3170-65015
9	Side board, rebuilt	G3170-69015
10	Turbo Pump TMH Control	G3170-65020

B 部品

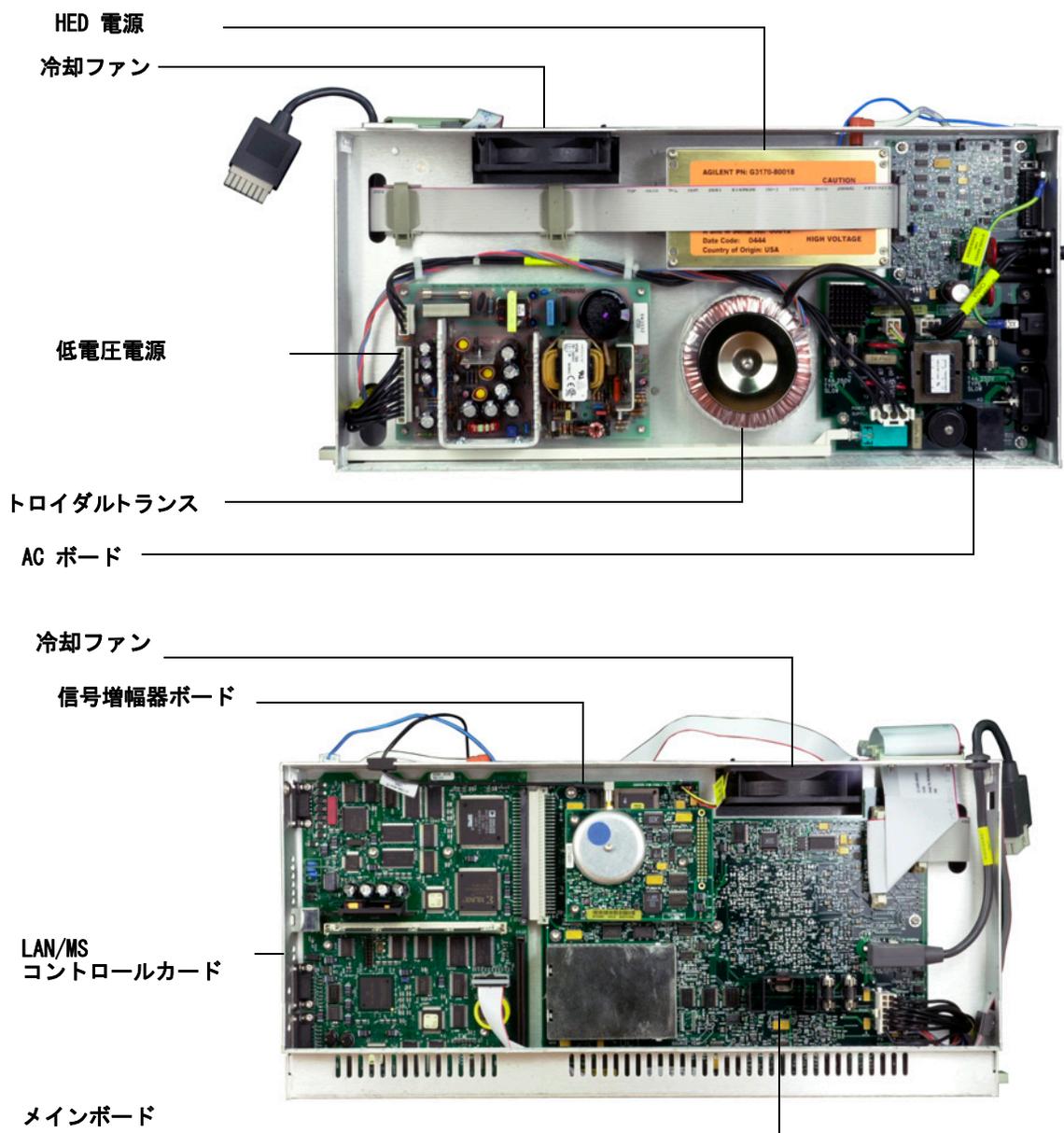


図 70 電子機器モジュール

ヒューズおよび電源スイッチ

表 27 ヒューズおよび電源スイッチ

説明	部品番号
Fuse 8A, 250V	2110-0969
Power button	5041-1203
Power switch extender rod	G3170-40007

真空システム

この節では、真空システムの入手可能な部品を一覧にします。クランプ、Oリングとシール、(表 28)、フォアラインポンプと関連構成品 (表 29)、およびターボポンプ真空システム構成品 (表 30 および 図 72) です。

O リングとシール

表 28 O リングとシール

説明	部品番号
Calibration valve O-ring (1/4-inch)	5180-4182
End plate O-ring (for front and rear end plates)	0905-1441
GC/MSD interface O-ring	0905-1405
HED feedthrough	G1099-80012
HED feedthrough O-ring	0905-0490
KF10/16 seal (foreline pump inlet), Micro-Ion vacuum gauge	0905-1463
KF25 O-ring assembly (turbo pump outlet)	0100-1551
KF elbow adapter for standard turbo pump outlet	G2589-20041
O-ring for standard turbo pump inlet	0905-1443
Seal, performance turbo pump inlet	0100-1879
Side plate O-ring	0905-1442
Vent valve O-ring (1/4-inch)	5180-4182

フォアラインポンプと関連部品

表 29 フォアラインポンプと関連部品

アイテム	説明	部品番号
	Foreline hose assembly (hose and internal spring)	05971-60119
	・ 05971-60119 で使用されるホースクランプ*	1400-3241
1	Foreline pump – 120V – Pfeiffer Duo 2.5	G3170-89025
1	Foreline pump – 220V - Pfeiffer Duo 2.5	G3170-89026
1	Foreline pump – 200V – Pfeiffer Japanese Version	G3170-89024
	Foreline pump inlet seal (KF10/16)	0905-1463
	KF10/16 Clamp (foreline inlet), Micro-Ion vacuum gauge	0100-1397
	KF16 Hose adapter	G1099-20531
	KF25 Clamp (tp end of hose – not shown)	0100-0549
	KF25 Hose adapter (tp end of hose – not shown)	G1099-20532
	Oil drip tray	G1099-00015
	Drain plug for foreline pump	0100-2452
	O-ring for foreline pump drain plug	0905-1619
	Fill plug	0100-2451
	O-ring for foreline fill plug	0905-1620
	Oil mist filter	G1099-80039
	Foreline pump oil	6040-0621
	Safety Cage kit, Foreline pump	G3170-60028
	Safety Cage, Foreline pump Qty. 1	
2	Sheetmetal	
3	Warning sticker	
4	Rubber grommet	
5	Standoff, Pump Cage Qty. 2	G3170-20035
6	M6 Acorn Cap Hex nut Qty. 2	0535-0041
7	M4 Internal Star washer Qty. 2	2190-0009

* ホースクランプは相互に交換することはできませんが、合わせる場合は最適に調整してください。

B 部品

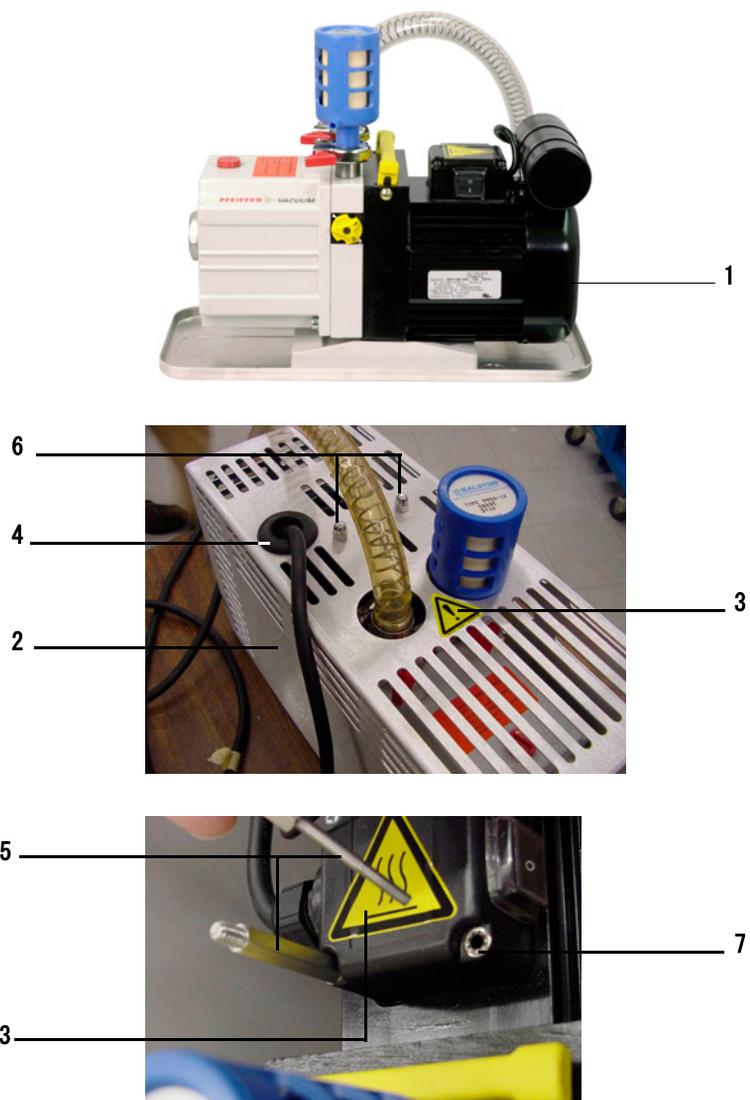


図 71 フォアラインポンプと関連部品

フォアラインポンプと関連部品

表 30 ターボポンプ MSD バキュームシステム構成部品 (図 72)

アイテム	説明	部品番号
	Claw clamps for baffle adapter, standard turbo	0100-1881
	Clamp for vacuum gauging	0100-1397
1	Fan (for high vacuum pump)	G1099-60564
	KF25 clamp (for turbo pump outlet)	0100-0549
	KF25 O-ring assembly (for turbo pump outlet)	0100-1551
4	Micro-Ion Vacuum Gauge vacuum gauging electronics	G3170-89001
2	Performance turbomolecular pump	G3170-89062
2	Standard turbomolecular pump	G3170-89061
	Turbo pump seal with shield	0905-1613
3	Turbo power supply only	G3170-80063
	Turbo separate power supply-control wiring harness	G3170-60034
5	Analyzer chamber (manifold)	G3170-20560
	Manifold EMC gasket	G3170-80031

B 部品

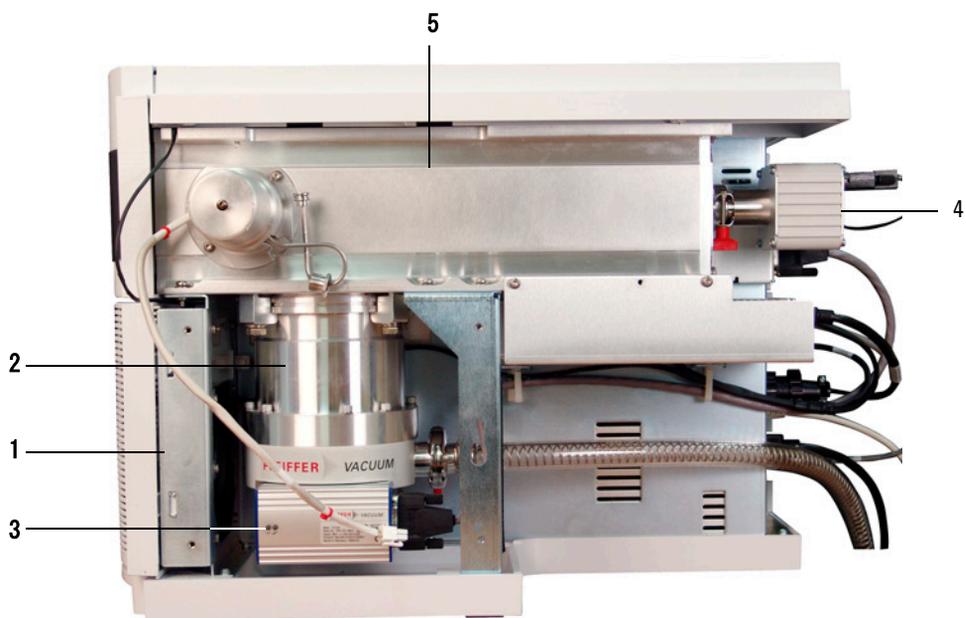


図 72 フォアラインポンプと関連部品

分析器

表 31 および図 73 は分析器の交換部品の一覧表です。

表 31 分析器部分と関連部品 (図 73)

アイテム	説明	部品番号
1	Plate, Micro-Ion Vacuum Gauge Baffle	G3170-00003
	Micro-Ion Vacuum Gauge Baffle	G3170-00015
	・ M3X12 TX T10 PN SQ Cone SS (qty 2)	0515-0664
2	EI Calibration valve assembly	G3170-60204
3	Calibration vial	G3170-80002
4	End plate front glass	G3170-20552
4	End plate front acrylic	G3170-20022
5	End plate front frame	G3170-00001
	End plate rear cap	G3170-20553
	Plate, Micro-Ion Vacuum Gauge Baffle	G3170-00003
	Side plate (includes feedthrough and thumbscrews)	G3170-60021
6	Vent valve knob	G3170-20554

B 部品



図 73 分析器部分と関連部品

表 32 および図 74 は分析器の交換部品の一覧表です。分析器のねじ（表 33）および各イオン源の部品（表 34）がその次に一覧表にしてあります。

表 32 分析器の部品（図 74）

アイテム	説明	部品番号
	Analyzer, new	G3170-65740
	Analyzer, rebuilt	G3170-69740
	・ Detector, HED	G1099-80001
7	・ Electron multiplier horn	05971-80103
	・ Feedthrough board (source board)	G1099-60425
	・ HED feedthrough	G1099-80012
	・ O-ring, Viton for HED feedthrough	0905-0490
4	・ Ion source complete, new	G3170-65710
4	・ Ion source complete, rebuilt	G3170-69710
6	・ Magnet assembly	05971-60160
	・ Mass filter cable kit	G3170-60130

表 32 分析器の部品 (図 74) (続き)

アイテム	説明	部品番号
	・ Mass filter contacts (4)	G1099-60142
	・ Mass filter canted coil support, detector end	G3170-20025
	・ Mass filter canted coil spring	G3170-80005
	・ Mass filter ceramic support, source end	G1099-20123
3	・ Mass filter heater assembly	G1099-60172
	・ Mass filter radiator	G3170-20121
	・ Mounting bracket, detector end	G1099-00002
	・ Mounting bracket, source end	G1099-00001
	・ Pins for source and detector end mounting brackets	G1099-20137
	・ Side plate (includes thumbscrews)	G3170-60021
5	・ Source radiator	G1099-20122
	・ Side board, new	G3170-65015
	Side board, rebuilt	G3170-69015
	RFPA fan assembly	G3170-60023
	Quad Stops (need 2)	G3170-20023

B 部品

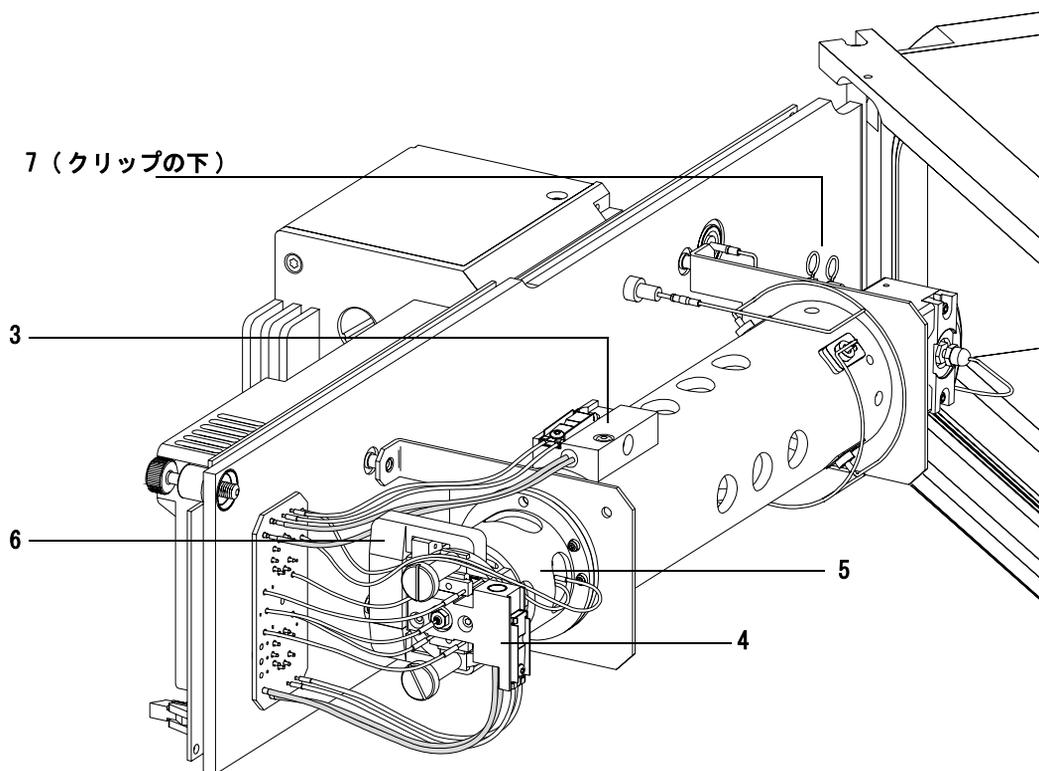


図 74 分析器の部品

表 33 分析器のねじ

説明	部品番号
Heater/Sensor (quad) set screw	0515-1446
Ion source thumbscrew	G1099-20138
Magnet mounting screws	0515-1046
Screw – magnet bracket to source radiator	0515-1602
Screws – source radiator and detector to quad radiator	G3170-20123
Screws – mass filter contact assembly/heater block	G3170-20122
Screws – radiator. Mounting brackets side board	0515-0430
Source radiator screws	0515-1052
Screws for Quad Stop	0515-0221

EI ソース

表 34 EI イオン源 (図 75)

	説明	部品番号
	Ion source, new	G2589-65710
	Ion Source, rebuilt	G2589-69710
11	Drawout cylinder	G1072-20008
12	Drawout plate – 3 mm Inert	G2589-20100
12	Drawout plate – 6 mm Inert*	G2589-20045
9	Entrance lens	G3170-20126
3	EI High Temp Filament	G2590-60053
4	Interface socket	G1099-20136
10	Ion focus lens	05971-20143
8	Lens insulator (set of 2)	05971-20130
5	Anodized Repeller assembly	G3169-60102
7	Screws for filament	G1999-20021
6	Screw to hold repeller assembly on source	G1999-20021
2	Setscrew for lens stack	G1999-20022
1	Source body	G2589-20043

* G2860A および G2860B 線形性拡張キットで使用

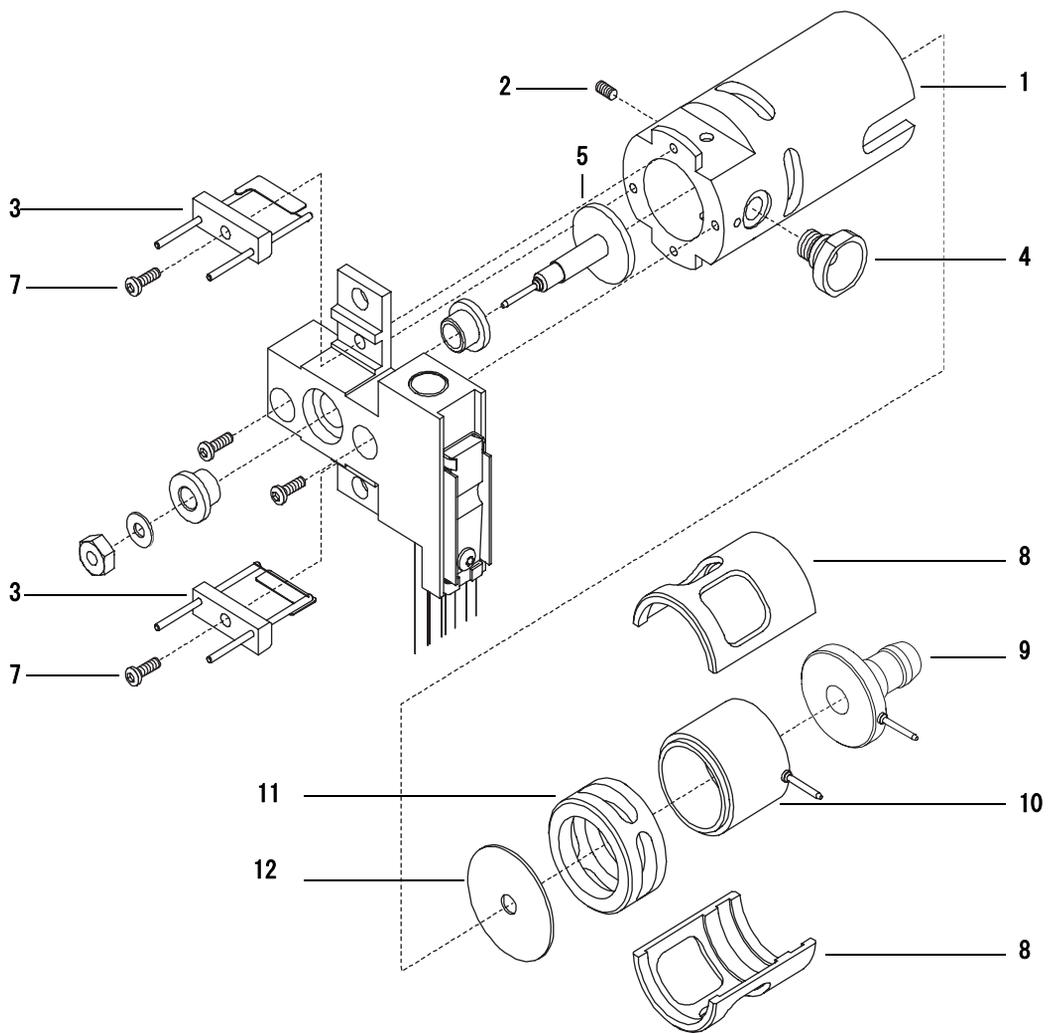


図 75 EI ソース

リペラアセンブリ

表 35 リペラアセンブリ

説明	部品番号
Anodized Repeller assembly	G3169-60102
Insulator (2 required)	G1099-20133
Nut, 5.5-mm	0535-0071
Repeller	G2589-20044
Setscrew	0515-1446
Anodized Source Heater Assembly	G3169-60177
Washer for repeller	3050-0891

ヒーターセンサーアセンブリ

表 36 ヒーターセンサーブロックアセンブリ

説明	部品番号
Anodized Source Heater Assembly	G3169-60177
Set Screw	0515-1446
M3 x 0.56-mm long screw	0515-0430
Anodized Repeller Block*	G3169-20131
Heater, Repeller	G1099-60103
High Temp Source Sensor	G3169-60104

* この部品は設定されていませんが、完全を期するために載せています。

EI GC/MSD 接続部

表 37 では、EI GC/MSD 接続部に関連する交換部品を一覧にします。

表 37 EI GC/MSD 接続部

説明	部品番号
GC/MSD interface (complete)	G1099-60300
Interface column nut	05980-20066
Heater sleeve	G1099-20210
Heater/Sensor assembly	G1099-60107
Insulation	G1099-20301
Setscrew for heater/sensor assembly	0515-0236
Screws, M4x0.7 panhead, for heater sleeve	0515-0383
Welded interface assembly	G1099-60301
RTGA Welded interface assembly	G2589-60060
GC/MSD interface O-ring	0905-1405
Interface cover	G1099-00005
Screws for mounting interface and cover to analyzer chamber	0515-0380

消耗品およびメンテナンス品

この節（表 38 から 41）では、MSD の洗浄およびメンテナンスのために入手可能な部品を一覧にします。

表 38 EI メンテナンス品

説明	部品番号
Abrasive paper, 30 µm	5061-5896
Alumina powder, 1 kg	8660-0791
Cloths, clean (qty 300)	05980-60051
Cloths, cleaning (qty 300)	9310-4828
Cotton swabs (qty 100)	5080-5400
Foreline pump oil, P3, 0.5 liter	6040-0621
Gloves, clean – Large	8650-0030
Gloves, clean – Small	8650-0029
Grease, Apiezon L, high vacuum	6040-0289

表 39 工具

説明	部品番号
Column installation tool	G1099-20030
Tool Kit	G1099-60566
Ball drivers → 1.5-mm	8710-1570
Ball drivers → 2.0-mm	8710-1804
Ball drivers → 2.5-mm	8710-1681
Hex nut driver, 5.5-mm	8710-1220
Pliers, long-nose (1.5-inch nose)	8710-1094
Screwdrivers Flat-blade, large	8730-0002
Screwdrivers Torx, T-10	8710-1623
Screwdrivers Torx, T-15	8710-1622
Screwdrivers Torx, T-20	8710-1615
MSD Shipping kits	G3170-60500
6890 Series GC Shipping kits	G1530-60865
Tweezers, non-magnetic	8710-0907
Wrenches, open-end ¼-inch x 5/16-inch	8710-0510
Wrenches, open-end 10-mm	8710-2353
Wrist strap, antistatic, small	9300-0969
Wrist strap, antistatic, medium	9300-1257
Wrist strap, antistatic, large	9300-0970

表 40 口輪

説明	部品番号
Blank, graphite-vespel	5181-3308
0.3-mm id, 85%/15% for 0.10-mm id columns	5062-3507
0.4-mm id, 85%/15%, for 0.20 and 0.25-mm id columns	5062-3508
0.5-mm id, 85%/15%, for 0.32-mm id columns	5062-3506
0.8-mm id, 85%/15%, for 0.53-mm id columns	5062-3538
0.27-mm id, 90%/10%, for 0.10-mm id columns	5062-3518
0.37-mm id, 90%/10%, for 0.20-mm id columns	5062-3516
0.40-mm id, 90%/10%, for 0.25-mm id columns	5181-3323
0.47-mm id, 90%/10%, for 0.32-mm id columns	5062-3514
0.74-mm id, 90%/10%, for 0.53-mm id columns	5062-3512

表 41 各種 EI および CI 部品とサンプル

説明	部品番号
EM Horn	05971-80103
Filament assembly (EI High Temp)	G2590-60053
Filament assembly (CI)	G1099-80053
Foreline pump oil (1 liter), P3	6040-0621
Foreline exhaust oil mist trap	G1099-80039
Heater/Sensor GC/MSD interface	G1099-60107
Heater/Sensor Ion source	G3169-60177
Heater/Sensor Mass filter	G1099-60172
Benzophenone, 100 pg/μL	8500-5400
Octafluoronaphthalene, OFN, 1pg/μL	5188-5348
Octafluoronaphthalene, OFN, 100 fg/μL	5188-5347
PFHT, 100 pg/μL	5188-5357
PFTBA, 10 gram	8500-0656
PFTBA sample kit	05971-60571
PFDTD calibrant	8500-8130
Foreline pump tray	G1099-00015
Eval A, hydrocarbons	05971-60045
Micro-Ion gauging electronics	G3170-89001
Methane/isobutane gas purifier	G1999-80410
J20' 1/8-inch id stainless steel	7157-0210
Wipes (qty 300)	9310-4828
Swagelok ferrule, front, 1/8-inch, 10/package	5180-4110
Swagelok ferrule, rear, 1/8-inch, 10/package	5180-4116
Swagelok nut, for 1/8-inch fitting, 10/package	5180-4104
Swagelok nut and ferrules, 10 set/package	5080-8751

B 部品

表 41 各種 EI および CI 部品とサンプル (続き)

説明	部品番号
Tubing cutter for SS tubing	8710-1709
Tubing cutter replacement blades	8710-1710
CI shipping kit	G3170-60505

CI 部品

表 42 から 44 および図 76 と 77 には、CI での 5975 シリーズ MSD をメンテナンスするのに必要な部品を一覧にしました。この節の部品は、CI の付属品にのみ関係するもので、MSD 用の他の部品はこの章の前のほうの節で見つけることができます。

表 42 CI 流量調整モジュール (図 76)

アイテム	説明	部品番号
	CI flow control module*	G3170-65460
1	CI calibration valve assembly	G1999-60452
	PFDTD calibrant	8500-8130
2	Calibration sample vial	G3170-80002
	Sample vial O-ring, 1/4-inch Viton	5180-4182
	Solenoid valve and cable	G1999-60452
	CI cable from SC to CI Flow Module	G3170-60802
	Cable, CI to CI Bulkhead	G3170-60807
	CI Flow control PCA	G3170-65005
3	Mass flow controller	0101-1006
4	Isolation valve (shutoff valve)	G1999-80402
	Mass flow controller cable	G1999-60464
5	Reagent gas select valve (Gas A and Gas B)	G1999-80401
	VCR gasket, 1/4-inch	0100-1436
	VCR gasket, 1/8-inch	0100-0468
	Methane/Isobutane gas purifier	G1999-80410
	Stainless steel tubing, 1/8-inch id, 20 feet	7157-0210
	Swagelok ferrule, front, 1/8-inch, 20/package	5180-4110
	Swagelok ferrule, rear, 1/8-inch, 20/package	5180-4116

B 部品

表 42 CI 流量調整モジュール (図 76) (続き)

アイ テム	説明	部品番号
	Swagelok nut, for 1/8-inch fitting, 20/package	5080-8751
	Swagelok nut and ferrules, 20 sets/package	5080-8751

* 未設定

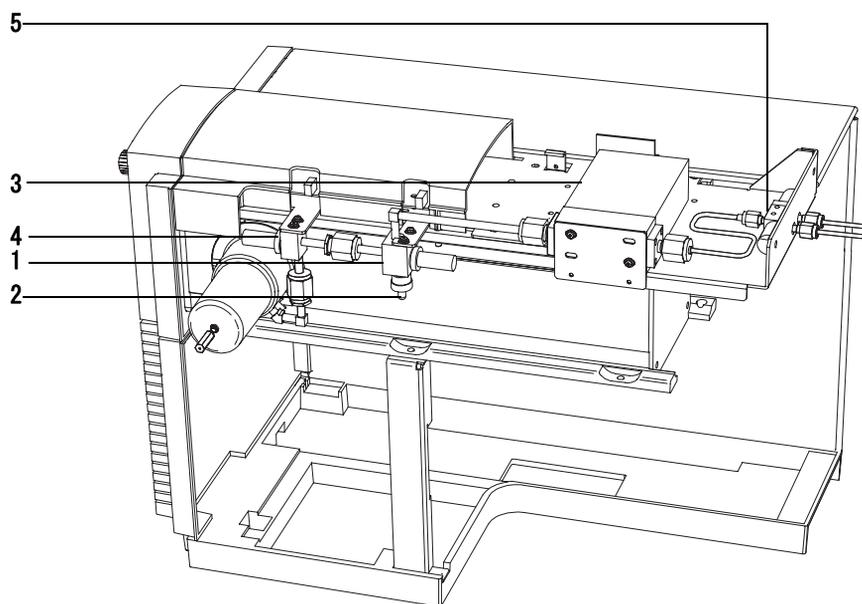


図 76 CI 流量調整モジュール

表 43 Cl イオン源 (図 77)

アイテム	説明	部品番号
	Box for ion source	G1999-65001
	Cl Ion Source, New	G1999-65402
1	Cl drawout cylinder	G1999-20444
2	Cl drawout plate	G1999-20446
3	Cl filament	G1099-80053
4	Cl heater block	G3170-20431
5	Cl interface tip seal	G1999-60412
6	Cl ion focus lens	G1999-20443
7	Cl lens insulators (pair)	G1999-20445
8	Cl repeller	G1999-20432
9	Cl repeller insulator	G1999-20433
10	Cl source body	G1999-20430
11	Cl source heater assembly	G3170-60414
12	Dummy filament	G1999-60454
13	Entrance lens	G3170-20126
14	Screw, filaments	G1999-20021
15	Screw, lens stack	G1999-20022
	Screw M3 × 4 mm socket head for RTD	0515-2903
16	Screw M2 × 8 mm mounts source to radiator (not shown)	0515-1046

B 部品

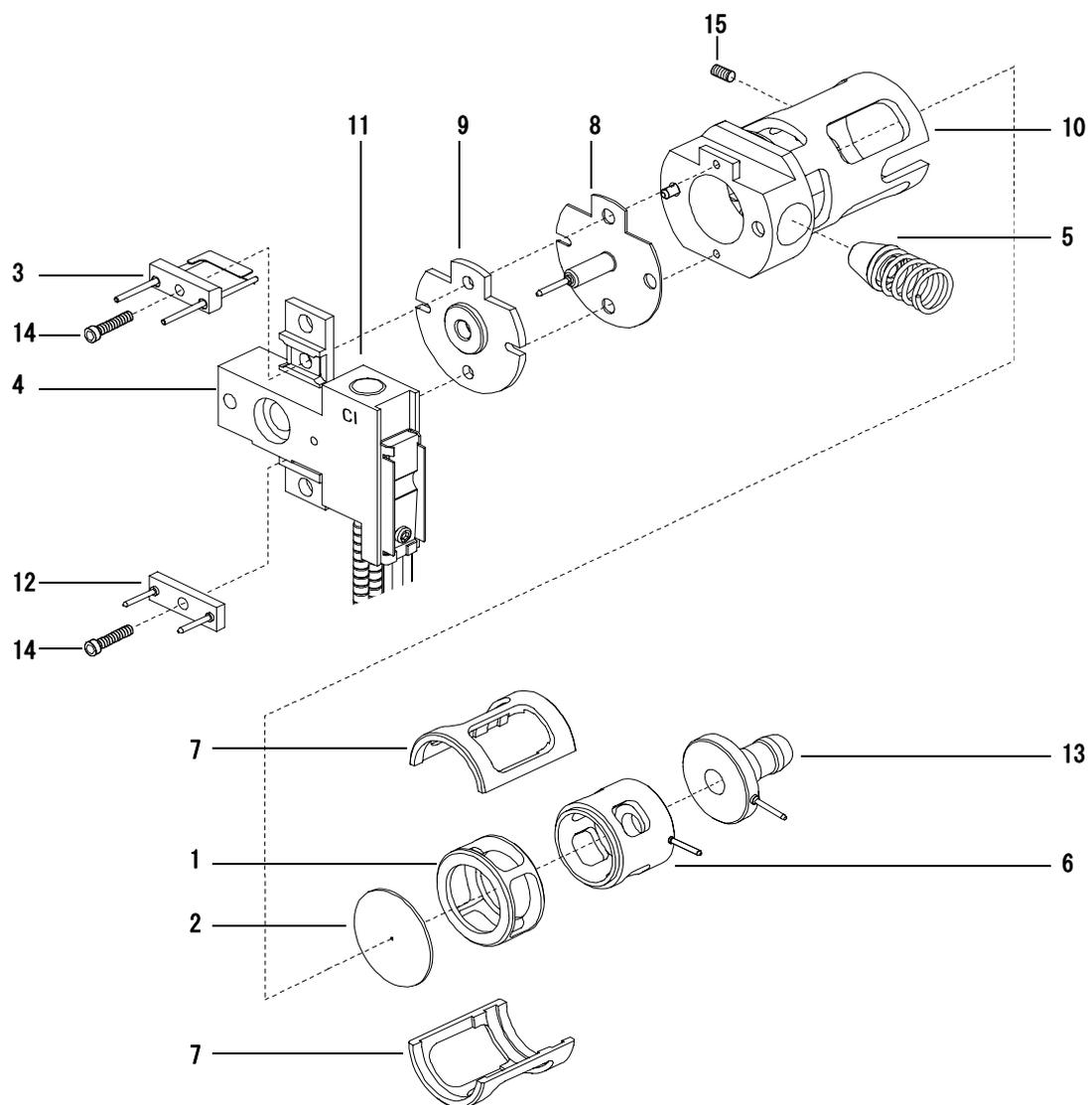


図 77 CI イオン源の分解図

表 44 GC/MSD 接続部

説明	部品番号
CI GC/MSD interface Assembly	G3170-65400
Heater clamp	G1999-20410
Heater/Sensor assembly	G1099-60107
Transfer line cup (cover)	G3170-00405
Interface insulation	G1999-20401
Screws for heater clamp	0515-0383
Screws to attach interface to manifold	0515-0380
Welded interface	G3170-60401
Interface tip seal	G1999-60412

B 部品



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Printed in USA, 6 月 2005