



GC/MS におけるリークの探し方

GC/MS では、スペクトルを見ることにより、リークが発生している場所を絞り込む事ができます。ここでは、下記の2つの方法を紹介いたします。

- ①空気(窒素 $m/z=28$ 、酸素 $m/z=32$)の強度を見て、リーク発生場所を絞り込む方法
- ②代替フロン(HFC152a (CHF₂CH₃) $m/z=51$ 、HFC134a (CF₃CH₂F) $m/z=83$)を使用する方法
(バージョンの違いにより、メニューの表記方法が若干違う場合がございます)

①空気(窒素 $m/z=28$ 、酸素 $m/z=32$)の強度を見て、リーク発生場所を絞り込む方法

配管経路のリークを確認します。GC 本体に入る前のキャリアガス銅配管経路の途中にトラップがついています。空気は窒素と酸素の存在比がおおよそ4:1ですので、空気スペクトルを見ると $m/z=28$ と $m/z=32$ のイオン強度比がおおよそ4:1程度になります。

トラップより配管経路の上流側にリークしている場所がある場合、トラップで酸素が取り除かれます。その為、酸素のイオン強度が減って比率が10:1等の様に窒素比率が高くなります。従って、酸素強度比率が小さい場合、トラップより上流側にてリークが発生している可能性が高いです。ポンベ交換直後やキャリアガスをしばらく止めていた場合に、この様な症状が発生する事が多いです。

また、スプリット/スプリットレス注入口使用時、注入口へのカラム接続部よりガスの上流側でリークが発生している場合は、スプリット流量を一時的に増やしてやることにより、カラムより上流でリークが発生しているか確認できます。例えば、現在のスプリットベント流量が 100ml/min の時に、スプリットベント流量を 500ml/min に変更した場合、リークの量は変わらない為、注入口内での空気はキャリアガスで薄められて濃度が約 1/5 に減ります。カラムの中を流れるキャリアガス流量は変わりませんのでMSD に入っていく空気量も約 1/5 に減ります。注入口のガスがMSD に到達するまで 30m カラムで通常 2 分弱かかりますので、設定を変更して 2 分弱経過したら急に $m/z=28$ のイオン強度がおおよそ 1/5 程度になったらカラム注入口側接続部より上流でのリークが原因だと考えられます。

1. マニュアルチューニング画面に入ります。「装置」メニュー > 「チューニングパラメータ編集」をクリックします。



ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話 0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX 0120-565-154

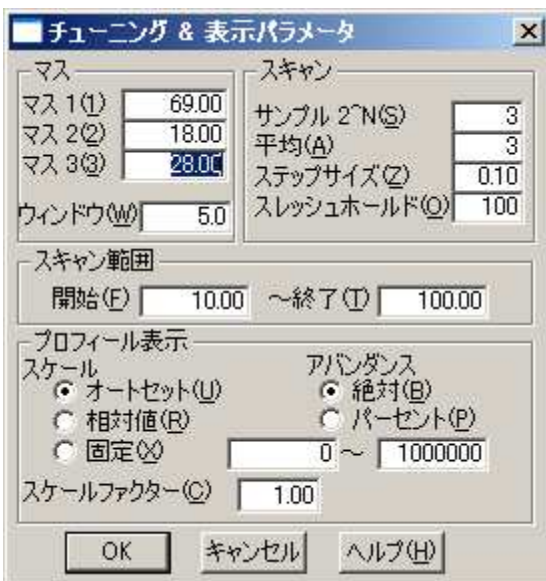
<http://www.agilent.com/chem/jp>



2. イオン表示設定画面に入ります。「パラメータ」メニュー > 「チューニングパラメータ」をクリックします。



3. $m/z=69,18,28$ のイオンを表示します。



マス 2 を 18 に、
マス 3 を 28 に、
スキャン範囲の終了を 100 に
変更します。

4. マニュアルチューニング画面の PFTBA を「CLOSE」に変更します。

左下の、「プロフィール」ボタンをクリックします。 $m/z=69,18,28$ のイオンが表示されます。

また、「スキャン」ボタンをクリックすると、 $m/z=10\sim 100$ のスペクトルが表示されます。

マニュアルチューニング画面の PFTBA を「OPEN」に変更すると、チューニング時と同じように PFTBA の $m/z=69$ に対する水($m/z=18$) と 窒素($m/z=28$) の比率も確認できます。

5. 注入口トータルフロー流量を、GC キーボードから変更して、イオン強度の変わり具合を観察します。

(注意: ガスセーバー機能が ON に設定されていると、流量が変わらないことがあります)

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話 0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX 0120-565-154

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

②代替フロン(HFC152a, HFC134a)の強度を見て、リーク発生場所を絞り込む方法

代替フロンガスを用いる方法は、特にMSD周辺でのリーク場所の特定に便利です。
 他にはArガスを使用しても同様のチェックをすることが可能です。

HFC152a(CHF ₂ CH ₃)	m/z=51
HFC134a(CF ₃ CH ₂ F)	m/z=83
Ar	m/z=40

ガスがリーク場所に吹きかけられると、大きく反応しますので、非常にわかりやすいです。
 GC注入口等に用いる場合は、吹きかけたガスがMSDに到達するまで時間がかかりますので、注意してください。
 カラムに代替フロンが保持されるとわかりづらい為オープンに問題ない程度の温度を掛けておくことをお勧めします。

空気の強度を観察した場合、基本的に設定方法は同様です。

1. マニュアルチューニング画面に入ります。「装置」メニュー > 「チューニングパラメータ編集」をクリックします。



2. イオン表示設定画面に入ります。「パラメータ」メニュー > 「チューニングパラメータ」をクリックします。



ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

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



3. $m/z=51$ あるいは 83 のイオンを表示します。



全てのマスを 51 あるいは 83(HFC134a の場合)に変更します。

4. マニュアルチューニング画面の「PFTBA」を「CLOSE」に変更します。
左下の、「プロフィール」ボタンをクリックします。 $m/z=51$ あるいは 83 のイオンが表示されます。

5. リークが考えられる場所に代替フロンガスを吹きかけ反応が現れないか確認します。

以上です。

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

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