

EI モードでの漏れ個所の特定

カラム交換やイオン源の洗浄などで一旦 MS を大気開放した後、再立ち上げをした際に[空気と水のチェック]で空気(N₂, m/z 28)が 10%以上検出されて MS 側に漏れがあると疑われる場合は、マニュアルチューンを利用して漏れ個所を特定することが出来ます。

【準備するもの(試薬ガス)】

アルゴンガス(Ar)または代替フロンガス(HFC-152A、PC のほこり除去用のエアードスターを使います)

1. チューニングアイコンをクリックしてチューニング画面に入ります。



2. [マニュアルチューニング]の[MS1]タブを開き、[プロファイル]を選択し、<質量(m/z)>に Ar ガスであれば 40 を、HFC-152A であれば 51 を入力し、<ウィンドウ>に 5(amU)を入力します。

下の画面は HFC-152A の場合です。



オートチューニング | 詳細オートチューニング | マニュアルチューニング | 追加パラメータ | ファイルとレポート

イオン源 MS1 | コリジョンセル MS2 | 検出器 | 測定 | 真空制御

TIT
 SIM
 スキャン
 プロファイル

カットオフ: 50.00 amu
 質量: 222.00 amu
 開始: 35.00 終了: 550.00 ステップ: 11.0

| 質量 (m/z) | ウィンドウ |
|----------|-------|
| 51 | 5 |
| 51 | 5 |
| 51 | 5 |

ピーク幅: ユニット 0.7
 MS1 マス軸ゲイン: F810
 MS1 マス軸オフセット: ダイナミック amu
 MS1 幅ゲイン: 288 amu
 MS1 幅オフセット: ダイナミック amu
 MS1 四重極 DC: 7.4 V
 六重極フィルター DC: 7.4 V
 MS1 四重極温度: 150 °C 150

MS モード
 MS1 SDM
 MS1 スキャン
 MS1 プロファイル
 MS2 SDM
 MS2 スキャン
 MS2 プロファイル
 MRM

測定 開始 終了 ステップ パラメータ値

ランプパラメータ
 MS1 四重極 DC 開始: 5 終了: 20 ステップ: 0.2 ドwellタイム: 25 デフォルト設定 ランプの実行 適用

測定 開始 停止 サンプリング MS オン MS オフ

3. [MS2]タブを開き、次のように[TIT]を選択し、<カットオフ>の値を Ar ガスであれば 30 程度、HFC-152A であれば 40 程度を入力します。

次ページの画面は HFC-152A の場合です。



オートチューニング | 詳細オートチューニング | マニュアルチューニング | 追加パラメータ | ファイルとレポート

イオン源 MS1 | コリジョンセル MS2 | 検出器 | 測定 | 真空制御

TIT
 SIM
 スキャン
 プロファイル

カットオフ: 40.00 amu
 質量: 222.00 amu
 開始: 35.00 終了: 550.00 ステップ: 11.0

| 質量 (m/z) | ウィンドウ |
|----------|-------|
| 414 | 20 |

ピーク幅: ユニット 0.7
 MS2 マス軸ゲイン: 7.84
 MS2 マス軸オフセット: ダイナミック amu
 MS2 幅ゲイン: 148 amu
 MS2 幅オフセット: ダイナミック amu
 MS2 四重極 DC: -3.6 V
 プレフィルター DC: -13.6 V
 MS2 四重極温度: 150 °C 150

MS モード
 MS1 SDM
 MS1 スキャン
 MS1 プロファイル
 MS2 SDM
 MS2 スキャン
 MS2 プロファイル
 MRM

MS2 SIM mass 開始: 10.00 終了: 1050.00 ステップ: 0.05 222.00

ランプパラメータ
 MS1 四重極 DC 開始: 5 終了: 20 ステップ: 0.2 ドwellタイム: 25 デフォルト設定 ランプの実行 適用

測定 開始 停止 サンプリング MS オン MS オフ

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンターまで(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

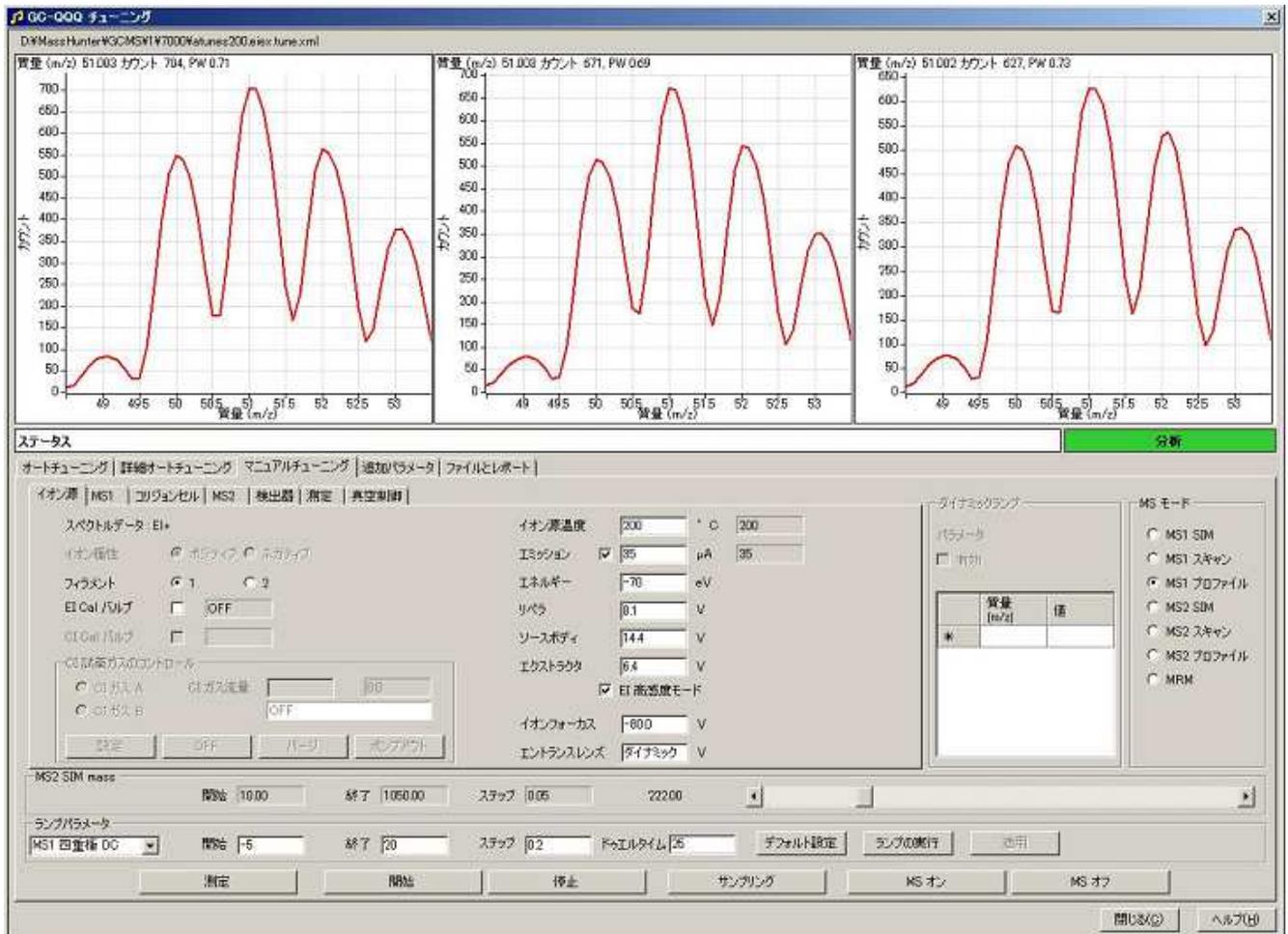
FAX  0120-565-154

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

4. [イオン源]タブを開き、[EI Cal バルブ]のチェックボックスにチェックがないこと(OFF であること)を確認し、[エミッション]のチェックボックスにチェックを入れます。



5. [開始]ボタンをクリックすると設定したイオンプロフィールの測定が始まり、次のような画面が表示されます。



注意！ 画面は、HFC-152A モニター用の m/z 51 を真ん中に質量幅 5amu のウィンドウを 3 つ表示させたものです。左側のウィンドウから右側のウィンドウへ順に表示がフラッシュされ、現在の値に入れ替わります。

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

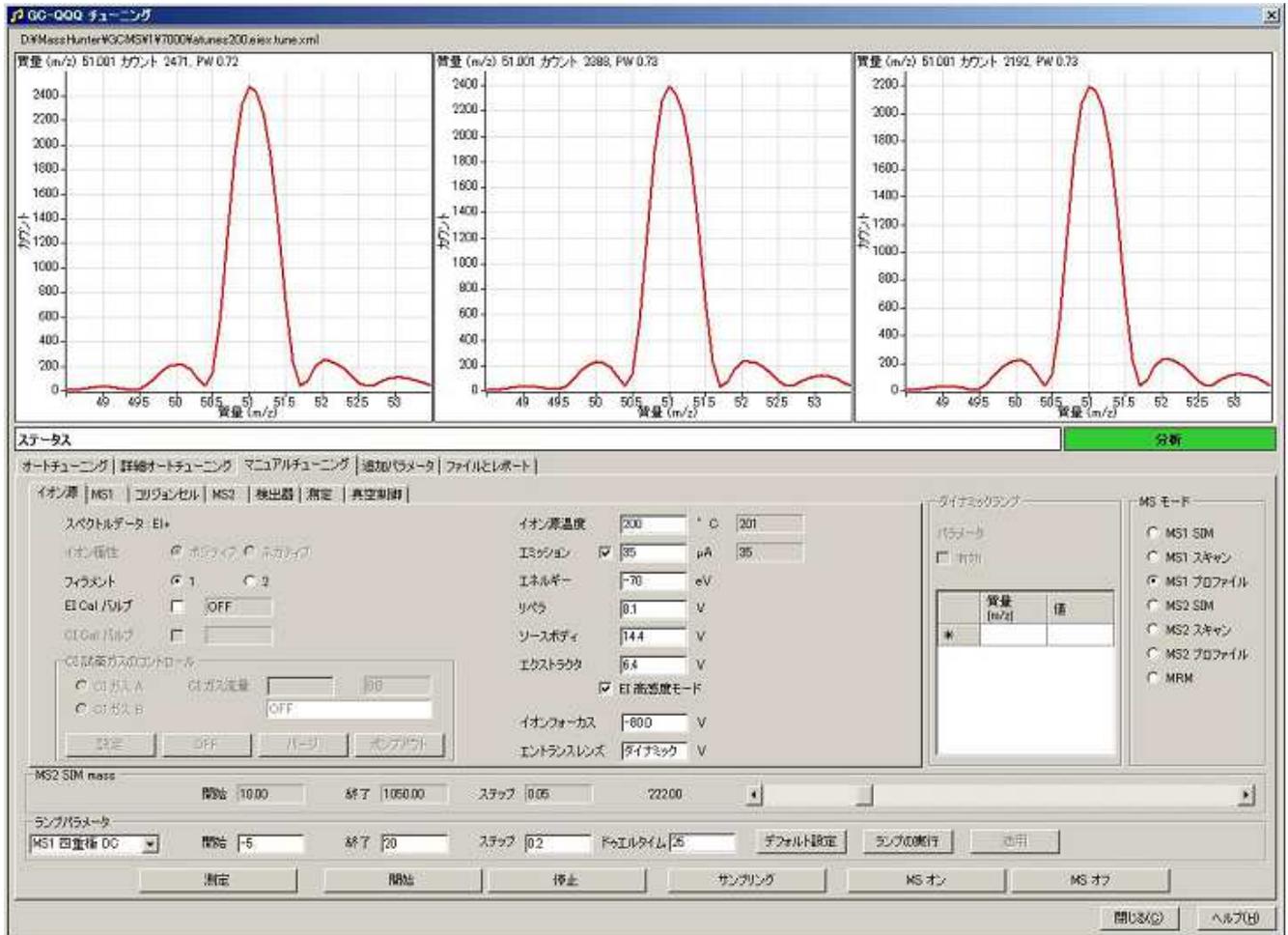
E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

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



6. 漏れていると思われる個所に試薬ガス(この例では HFC-152A)を噴きかけます。
 噴きかける場所は手順9を参照下さい。
 漏れている個所があり、噴きかけたガスが MS に吸い込まれると、次の画面のように HFC-152A のイオン (m/z 51) が検出されます。



- 注意!** ①ガスを広範囲に噴きかけると、漏れ個所が分からなくなります。
 ②ガスを噴きかけて、ガスのイオンが検出されるまでの反応時間が遅い場合、ガスが回り込んで異なる場所から吸い込まれている可能性があります。
 漏れていると想定される個所が隣接している場合は、紙や板でガスを遮って特定の部分だけにガスがかかるようにして、場所を特定出来るようにして下さい。

7. 漏れ個所が分かったら(もしくは漏れていないことが分かったら)、[停止]ボタンをクリックしてイオンプロフィールの測定を止め、次に[エミッション]のチェックボックスのチェックを外し、フィラメントを OFF にします。
8. 漏れ個所が特定出来た場合は、増し締め、もしくは装置をベントしてマニホールドを大気開放し、Oリングの清掃や部品交換を行ない、漏れが無いようにします。

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>

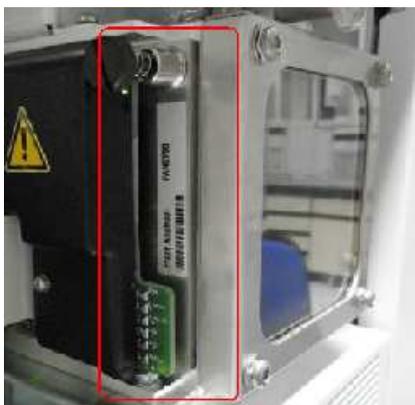
9. カラム交換やイオン源洗浄後などの再立ち上げ時に見られる一般的な漏れ個所を次に示します。

(1) ベントバルブ



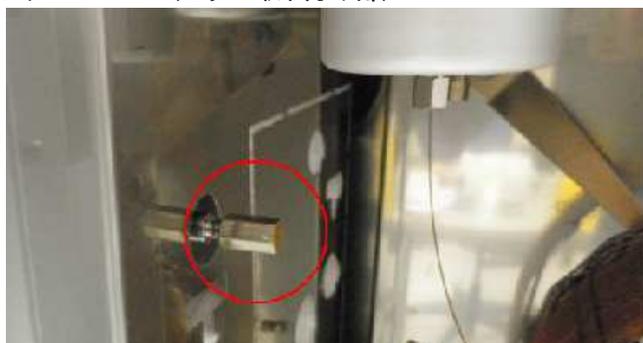
漏れていた場合、MS を停止して大気開放後に内部 O リングを清掃するか交換します。

(2) サイドボード



漏れていた場合、MS を停止して大気開放後にサイドプレートの O リング表面を清掃します。

(3) GCMS インターフェース (カラム取り付け部)



漏れていた場合、カラムナットを増し締めするか、MS を停止して大気開放後、フェラルを交換します。

(4) スプリッターや QuickSwap などがある場合は、これらのデバイスも漏れ個所になります。

漏れていた場合の対応はそれぞれのデバイスの取扱説明書を参照して下さい。

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンターまで(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>