

Agilent 5975T LTM GC/MSD

操作マニュアル





© Agilent Technologies, Inc. 2010

本書または本書の一部は、米国および 国際的な著作権に関する法律の定める とおり、いかなる形式またはいかなる 手段によっても(電子的な保管や検索 または外国語への翻訳を含めて)、 Agilent Technologies, Inc. による事前の 契約および書面による同意なしに複製 することを禁じられています。

マニュアル番号

G4360-96007

エディション

第1版2010年12月

Printed in USA

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

保証

このマニュアルに記載されて いる内容は、「現時点」の状況 を前提としており、以後の改 訂版では事前の通知なしに変 更されることがあります。ま た、適用法が許容する最大限 の範囲において、Agilent はこ のマニュアルおよびこのマ ニュアルに記載されているす べての情報に関し、商品性や 特定用途への適合性について の黙示保障など、明示または 黙示を問わず、一切の保証は いたしません。Agilent は、こ のマニュアルまたはこのマ ニュアルに記載されている情 報の提供、使用または行使に 関連して生じた過失、あるい は付随的損害または間接的損 害に対し、責任を負わないも のとします。このマニュアル に記載されている要素に関し て保証条件付きの書面による 合意が Agilent とお客様との間 に別途にあり、その内容がこ こに記載されている条件と矛 盾する場合、別途に合意され た保証条件が優先されるもの とします。

安全にご使用いただくために

注意

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

警告

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

本マニュアルについて

本マニュアルには、Agilent 5975T LTM GC/MSD システムの操 作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性の情報など、5975T LTM GC/MSD に関する一般的な情報を記載します。

2 "LTM カラムの取り付け"

第2章では、MSD で使用する LTM カラムモジュールの準備方法、機器への取り付け方法、および注入口と GC/MSD インターフェイスへの接続方法について説明します。

3 "電子イオン化(EI)モードの操作"

第3章では、温度設定、圧力モニタ、チューニング、ベントお よび真空排気などの基本的な作業について説明します。

4 "通常のメンテナンス"

第4章では、5975Tの通常動作中に実行する日常メンテナンス 作業(カラムの焼き出し、イオン源の変更など)について説明 します。

ヘルプ情報

Agilent では本マニュアルの他に、Agilent 5975T LTM GC/MSD システムのインストール、操作、メンテナンス、およびトラブ ルシューティングの方法について文書化した複数のラーニング プロダクトを提供しています。

機器の操作を行う前に、必ず『Agilent GC and GC/MS Hardware User Information & Utilities』DVD に含まれる安全お よび規制に関する情報をお読みください。機器での作業時にもっ とも一般的な安全上の問題は、以下のとおりです。

- 機器または機器内の加熱部に触れることにより生じるやけど
- 注入口の開口により生じる、危険な化学化合物を含む加圧ガ スの解放
- 鋭利なキャピラリカラムの端による切り傷または刺し傷
- GC キャリアガスとしての水素の使用

オンラインユーザーマニュアル

これで Agilent 機器のマニュアルが揃い、すぐ使用できます。



機器に同梱されている『Agilent GC and GC/MS Hardware User Information & Utilities』DVD では、現在の Agilent ガスクロマ トグラフ、質量選択検出器、および GC サンプラに関する幅広 いオンラインヘルプ、ビデオ、および書籍がご利用いただけま す。ここには、次のような、もっとも必要な情報のローカライ ズ版が含まれています。

- 初心者向けマニュアル
- 安全および規制に関するガイド
- サイト準備情報
- 据付に関する情報
- 操作ガイド
- メンテナンス情報
- トラブルシューティング詳細

Agilent お客様ポータル

Agilent では、お客様ポータルを通じてご使用の製品に関するカスタマイズ情報も提供しています。本 Web サイトでは、カスタマイズ可能な数多くのサービス、および Agilent の製品と注文に直接関連する情報を提供しています。ポータルサイト www.agilent.com/chem/jp にログオンしてください。



1 はじめに

使用する略語 12 GC/MSD 14 GC/MSD ハードウェアの説明 16 重要な安全上の警告 18 水素の安全性 20 安全および規制に関する認証 24 製品のクリーニング / リサイクル 27 液体の流入 27 GC/MSD の移設と保管 27

2 LTM カラムの取り付け

概要 30

カラム 31

- 注入ロガードカラムをスプリット / スプリットレス注入口 に取り付けるには 33
- MSD ガードカラムを GC/MSD インターフェイスに取り付け るには 38
- LTM モジュールアセンブリを機器に取り付けるには 42
- LTM モジュールアセンブリを機器から取り外すには 47
- LTM CFT ユニオンにガードカラムを取り付けるには 52
- LTMカラムモジュールをコンディショニングするには 56

3 電子イオン化(EI)モードの操作

データシステムから GC/MSD を操作する 61

LCP から GC/MSD を操作する 61

LCP ステータスメッセージ 63

LCP メニュー 65

GC/MSD インターフェイス 70

GC/MSD のスイッチを入れる前に 72

真空排気 74

温度を制御する 75

カラム流量を制御する 75

MSD をベントする 76

MSD アナライザ温度と真空状態を表示するには 77

MSD 温度および真空状態のモニタを設定する 80

MSD アナライザの温度を設定する 81

ChemStation から GC/MSD インターフェイスの温度を設定するには 83

高真空圧をモニタするには 85

LTM カラムをコンフィグレーションするには 87

カラム流量線速度を測定するには 90

カラム流量を確認するには 91

MSD をチューニングするには 92

システム性能を検証する 93

高質量テスト(5975T LTM GC/MSD) 94

LTM/ ガードカラムオーブンドアを開くには 97

LCP/ アナライザウィンドウを開くには 97

アナライザの上部カバーを取り外すには 98

MSD をベントするには 100

アナライザを開けるには 103

アナライザを閉じるには 106

MSD を真空排気するには 110

機器を移設または保管するには 112

4 通常のメンテナンス

始める前に 116

真空システムのメンテナンス 121

アナライザのメンテナンス 122

メンテナンス方法 124

- スプリット / スプリットレス注入口のセプタムを交換するに は 126
- スプリット / スプリットレス注入口のライナーと O- リングを交換するには 128

カラム流量パスを焼き出しするには 133

スプリット / スプリットレス注入口から汚染物質を焼き出すに は 136

EIイオン源を取り外すには 137

EIイオン源を再び取り付けるには 140



Agilent 5975T LTM GC/MSD 操作マニュアル

はじめに

1

使用する略語 12 GC/MSD 14 GC/MSD 八ードウェアの説明 16 重要な安全上の警告 18 水素の安全性 20 安全および規制に関する認証 24 製品のクリーニング/リサイクル 27 液体の流入 27 GC/MSD の移設と保管 27

本章では、Agilent Technologies 5975T LTM GC/MSD に関する機器ハードウェ アの概要、水素の安全性、およびその他の一般的な安全上の注意を掲載してい ます。



使用する略語

本製品の説明では表1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。

略語	定義
AC	交流
ALS	オートサンプラ
BFB	ブロモフルオロベンゼン(キャリブラント)
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)
EI	電子イオン化
EM	電子増倍管(検出器)
EMV	電子増倍管電圧
EPC	Electronic pneumatic control(エレクトロニックニューマティ クスコントロール)
eV	電子電圧
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	ローカルコントロールパネル
LTM	Low thermal mass
m/z	質量電荷比
MSD	質量選択検出器
OFN	オクタフルオロナフタレン(キャリブラント)
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 (キャリブラント)

表1 略語

表1 略語(続き)

略語	定義
PFTBA	パーフルオロトリブチルアミン(キャリブラント)
Quad	四重極マスフィルタ
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(1.33322x100 kPa)
Turbo	ターボモレキュラー(ポンプ)

1 はじめに

GC/MSD

GC/MSD の機能:

- 急速な加熱および冷却機能を備えた LTM GC カラム
- LTM カラムの汚染を最低限に抑える キャピラリガードカラム
- ローカルモニタリング用ローカルコントロールパネル(LCP)
- フォアラインポンプ ロータリーベイン(ウェット)、スクロール(ドライ)、またはダイヤフラム(ドライ)から選択
- 加熱電子イオン化イオン源
- 加熱ハイパボリック四重極マスフィルタ
- 高エネルギーダイノード(HED)電子増倍管検出器
- 加熱 GC/MSD インターフェイス
- ChemStation 制御による GC/MSD 操作

外観説明

5975T LTM GC/MSD は長方形のボックスの形状をしており、およそ、高さ 41 cm、幅 60 cm、奥行き 54 cm です。 重量は筐体で 46.5 kg です。 フォアライ ンポンプ(粗引き)を装着すると、ウェットでさらに 15 kg (標準ポンプ)、 ドライで 4.5kg 重くなります。

機器の基本コンポーネントは、フレーム / カバーのアセンブリ、ローカルコン トロールパネル、真空システム、EPC、GC/MSD インターフェイス、注入口、 LTM カラムモジュール、電子機器、およびアナライザです。

ローカルコントロールパネル

ローカルコントロールパネルでは、機器のステータスとエラーメッセージの表示、および Agilent 5975T LTM GC/MSD の機器パラメータの設定と表示を行うことができます。これらのパラメータは通常、Agilent ChemStation を使用して制御されます。

真空ゲージ

MSD には、オプションの外部真空ゲージを装備することができます。ゲージコントローラの操作方法は本マニュアルに記載されています。

表2 5975T LTM GC/MSD モデルとその機能

機能	
高真空ポンプ	標準ターボ
最適 He カラム流量 mL/min	1
推奨最大カラムガス流量 mL/min	2
最大ガス流量、mL/min [*]	2.4
最適真空に向けた推奨連続流量	5

* スペクトル性能および感度の劣化が予測されます。

GC/MSD ハードウェアの説明

図 1 は 5975T LTM GC/MSD システムの概要です。



図1 5975T LTM GC/MSD システム

はじめに 1



図2 ALS パーキングポストを使用した 5975T の平面図

重要な安全上の警告

GC/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。

GC/MSD 内部で高電圧がかかる部品

GC/MSD が電源に接続されている場合、電源スイッチが切れていても、危険な 電圧が以下の箇所に残留している可能性があります。

 GC/MSD 電源コードと AC 電源間の配線、AC 電源本体、および AC 電源 と電源スイッチ間の配線。

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

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

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 警告 位置にあれば、危険な電圧に間違っ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、またはオーブンをオフにしない でカバーを取り外すことのないようにしてください。

警告 電源コードの絶縁体が擦り切れたり磨耗したりした場合は、電源コードの 交換をお願いします。不明な点は弊社カスタマコンタクトセンターにお問 い合わせください。

静電気による GC/MSD の損傷

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

非常に高温となる部品

GC/MSD の部品の多くは非常に高温で稼動しており、触れると重度のやけどを 負う恐れがあります。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
- ガードカラムオーブンとその内容
- ガードカラムを注入口、LTM カラム、および MSD に装着するガードカラムナット
- アナライザ
- フォアラインポンプ

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。高温部分でのメンテナンスが必要な場合は、手袋を着用してレンチを使用します。できる限り、機器のメンテナンスを行う部分を冷却してから作業を実施してください。

警告 注入口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

標準の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ります

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 GC/MSD の他の部品を損傷する恐れがあります。

さい。絶縁体を扱ったら、低刺激性の石鹸と冷水で手を洗ってください。

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

キャリアガスに水素(H₂)を使用すると、危険な場合があります。

警告

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 ガードカラムオーブ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。また水素ガスが機器に供給される時には、必ず注入口、MSD、および カラムフィッティングにカラムが正しく取り付けられていること、または 密栓されていることを確認してください。

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

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

- 水素は幅広い濃度で可燃性を示します。大気圧下では、体積中に 4% から 74.2%の濃度で可燃性を示します。
- 水素はガスの中で最も早い燃焼速度を持っています。
- 水素は非常に小さいエネルギーで発火します。
- 高圧によって急速に膨張する水素は、自然発火することがあります。
- 水素は、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。
- ガードカラムオーブン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 3) 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、すべての質量分析計に適用されることに 注意してください。

表3 水素蓄積メカニズム

メカニズム	結果
質量分析計がオフ	質量分析計は意図的に停止できます。内部ま たは外部の障害によって偶発的に停止するこ ともあります。外部の障害によって質量分析 計が停止しても、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、水素は質量 分析計に徐々に蓄積する可能性があります。 ただし外部の電源障害では、EPCはオフにな り、ガスの流入は停止します。

メカニズム	結果
質量分析計のシャットオフバルブの 手動閉鎖	質量分析計の中には、フォアラインポンプ の手動シャットオフバルブを備えているも のがあります。これらの機器では、オペ レータがシャットオフバルブを閉じること ができます。シャットオフバルブが閉じて も、キャリアガスの流入が止まることはあ りません。このため、水素は質量分析計に 徐々に蓄積する可能性があります。

表3 水素蓄積メカニズム(続き)



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

トラブル防止措置

警告

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

機器に関する注意

サイドプレートの前側の蝶ねじを指で確実に締めてください。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。

はじめに 1

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。リークディテクタを使用して定期的に水素漏れが発生していないか確認してください。
- 実験室から発火源(直火、火花を出す機器、静電気の発生源など)をできるだけ取り除いてください。
- 高圧ボンベから水素を直接大気に排気しないでください(自然発火の危険)。
- ビン入りの水素を使用せず、水素発生機器を使用してください。

操作上の注意事項

- 機器を停止するときは、必ず水素の元栓を締めてください。
- MSD のベントを行うときは、必ず水素の元栓を締めてください(キャリ アガスを流さずにキャピラリカラムを熱しないでください)。
- MSD のシャットオフバルブを締めるときは、必ず水素の元栓を締めてく ださい(キャリアガスを流さずにキャピラリカラムを熱しないでください)。
- 電源障害が発生した場合、水素の元栓を締めてください。
- 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締めます。
 - 2 機器をオフにし、1時間そのままにして冷却します。
 - 3 室内にある発火源を**すべて**取り除きます。
 - 4 MSD の真空マニフォールドを大気に向けて開きます。
 - 5 水素が拡散するまで少なくとも 10 分間待ちます。
 - 6 機器を通常通り開始します。

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

安全および規制に関する認証

5975T LTM GC/MSD は、以下の安全基準に適合しています。

- Canadian Standards Association (CSA) : CAN/CSA-C222 No. 61010-1
- International Electrotechnical Commission (IEC) : 61010–1
- EuroNorm (EN) : 61010–1

5975T LTM GC/MSD は、次の電磁両立性(EMC)および無線周波数干渉 (RFI)に関する規制に適合しています。

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

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.

CE

5975T LTM GC/MSD は、ISO 9001 に登録された品質システムで設計および製 造されています。

情報

Agilent Technologies 5975T LTM GC/MSD は、次の IEC (国際電気標準会議) の規格を満たしています。安全クラス 1、実験機器、設置カテゴリ II、汚染度 2。

Agilent Technologies 5975T LTM GC/MSD は、認証された安全基準に準拠して 設計、テストされており、据え置きまたはモバイルでの使用を目的として設計 されています。本機器が製造者の指定以外の方法で使用された場合、本機器に 装備された安全保護機能が低下します。MSD の安全保護機能が低下した場合 は、すべての電源から機器を外して、意図しない動作が発生しないようにして ください。

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

警告ラベル

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

詳細については、付随情報を参照してください。

高温部を表します。

危険電圧を表します。

アース(接地)ターミナルを表します。

火災・爆発の危険性を表します。

放射能の危険を表します。

静電気の危険を表します。

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



1 はじめに

電磁環境両立性(EMC)

このデバイスは、CISPR 11 要件に準拠しています。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。
- ラジオまたはテレビからデバイスを遠ざける。
- 3 デバイスを別のコンセントに差し込んで、ラジオまたはテレビとは別の電 気回路を使用する。
- 4 すべての周辺機器についても電磁環境両立性(EMC)が認証されているか 確認する。
- 5 適切なケーブルでデバイスを周辺機器に接続しているか確認する。
- 機器の販売店、Agilent Technologies、または実績のある技術者に相談して 支援を求める。
- 7 Agilent Technologies が明示的に認めた以外の変更または改造が行われた 場合、機器を操作するユーザー権限が無効になることがあります。

放射音圧レベル

音圧

音圧(Lp) < 70 dB(1991 年 EN 27779)

製品のクリーニング / リサイクル

外装をクリーニングする場合は、電源を外して、水気のない柔らかい布で拭い てください。製品のリサイクルについては、所在地域の弊社営業所にお問い合 わせください。

液体の流入

機器に液体をこぼさないでください。

GC/MSD の移設と保管

GC/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。GC/MSD を移設あるいは保管する計画が ある場合、さらにいくつかの予防措置が必要となります。GC/MSD は常に必ず 直立した状態を維持しなければならず、移動中はこの点に特に注意が必要で す。GC/MSD は長い間ベントした状態のままであってはなりません。ユニット の安全確保、梱包、輸送、および通常設定の方法については、『Hardware Installation Manual for Field Transportable Units』を参照してください。

1 はじめに



Agilent 5975T LTM GC/MSD 操作マニュアル

LTM カラムの取り付け

概要 30

2

カラム 31

- 注入ロガードカラムをスプリット / スプリットレス注入口に取り付けるには 33
- MSD ガードカラムを GC/MSD インターフェイスに取り付けるに は 38
- LTM モジュールアセンブリを機器に取り付けるには 42
- LTM モジュールアセンブリを機器から取り外すには 47
- LTM CFT ユニオンにガードカラムを取り付けるには 52
- LTM カラムモジュールをコンディショニングするには 56

お使いの GC/MSD システムを稼動させる前に、GC カラムの選択、取り付け、 コンディショニングが必要です。本章ではカラムの取り付けおよびコンディ ショニング方法を説明します。



概要

5975T LTM GC/MSD の LTM セクションは、加熱された LTM カラムモジュール、および LTM をスプリット / スプリットレス注入口と MSD トランスファラインに接続する 2 つのガードカラムで構成されています。これらのガードカラムは、LTM および MSD の汚染を制限するために役立ちます。

サンプルは、注入口を通り、第一のガードカラム(注入口ガードカラム)から LTM へ、さらに第二のガードカラム(MSD ガードカラム)、MSD トランス ファラインを通って MSD に流れ込みます。図3 を参照してください。



図3 5975T LTM GC/MSD カラム図

カラム

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

チューニングまたはデータ取り込み中は、MSD へのカラム流速が MSD の推奨 最大値を超えてはなりません。したがって、カラムの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、"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4を使用して、 カラムが実際の注入口のヘッド圧での流量で使用可能か判断します。

機能	
高真空ポンプ	標準ターボ
最適ガス流量 mL/min [*]	1.2
推奨最大ガス流量、mL/min	2
最大ガス流量、mL/min [†]	2.4
最大カラム id	0.32 mm (30 m)

表4 ガス流量

* MSD へのトータルガス流量 = カラム流量

† スペクトル性能および感度の劣化が予測されます。

カラムのコンディショニング



カラムを GC/MSD インターフェイスに接続する前にコンディショニングが必要です。

キャピラリカラムの液相の一部が、キャリアガスによって流されることがよくあります。この現象をカラムブリードと言います。カラムブリードが MSD イオン源に付着すると MSD の感度が低下します。これを回復させるには MSD イオン源の洗浄が必要となります。

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

フェラルのコンディショニング

フェラルを取り付ける前に最高使用温度まで数回加熱すると、フェラルからの 化学物質によるブリードを減らすことができます。

ヒント

- 5975T LTM GC/MSD のカラム取り付け手順は、通常の MSD の手順とは異なります。他の機器の手順で取り付けを行うと、動作せず、カラムまたは MSD に損傷を与える場合があります。
- ・ 普通の押しピンを使ってカラムナットから古いフェラルを取り外すことが できます。
- 99.9995% 以上の純度のキャリアガスを常に使用してください。
- 何回も加熱と冷却を繰り返すと、熱膨張によって新しいフェラルが緩むこ とがあります。2、3回加熱した後に、締まり具合を確認してください。
- カラムを取り扱うとき、特に GC/MSD インターフェイスにカラムの先端 を挿入するときは常に清潔な手袋を着用してください。





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

注入ロガードカラムをスプリット / スプリットレス注入口に 取り付けるには

以下の手順で、注入口ガードカラムを注入口に取り付けます。図3を参照して ください。

準備するもの

- キャピラリガードカラム
- カラムカッター、セラミック製(5181-8836)またはダイヤモンド製 (5183-4620)
- フェラル (Vespel)
 - 0.40-mm id、0.25-mm id カラム用(5181-3323)
 - 0.5-mm id、0.32-mm id カラム用(5062-3514)
- フェラル (SilTite)
 - 0.3-mm id、< 0.25 mm id カラム用(5188-5361)
 - 0.4-mm id、< 0.32 mm id カラム用(5188-5362)
- 清潔な手袋
 - •大 (8650-0030)
 - ・ /」、 (8650-0029)
- 注入ロカラムナット
- ルーペ
- セプタム(使用されて古くなった注入口セプタムでも可)
- 定規
- 両口スパナ、1/4-インチおよび 5/16-インチ(8710-0510)

手順



警告

- LTM モジュールやガードカラムオーブンを冷却するためにメンテナンス用 メソッドをロードします。124 ページの「カラムメンテナンス方法」を参 照してください。
- オーブンにより加熱されたガードカラムまたは内部アクセサリは高温に なっていて、やけどの原因となる恐れがありますので注意してください。 そのいずれかが高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護す るか、または作業を開始する前に部品を冷却します。



- 注意 清潔なリントフリー手袋を着用して、部品の汚染を防ぎます。
 - 2 セプタム、カラムナットおよびコンディショニングされたフェラルをカラムの固定されていない方の端に突き通します(図4)。フェラルのテーパー側を上に向けて通します。



図4 キャピラリカラムの取り付け準備

3 カラムカッターの鋭利な端を使用して、カラムの端から 2 cm のところに 傷を付けます。図 5 を参照してください。



図5 カラムカッターの端

- 4 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ます。カラムカッターの端でカラムを折ります。
- 5 端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、ス テップ 3 および 4 を繰り返します。
- 6 カラムの先端の外側をクリーニングする場合は、メタノールで湿らせた柔 らかい布で拭いてください。
- **7** カラムをフェラルの端から4~6mm出るように調整します(図6)。



- 図6 スプリット/スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り 付け
- 8 セプタムをずらしてナットとフェラルを正しい位置にします。
- 9 カラムを注入口に挿入し、ナットを指で締めます。
- 10 カラムナットをさらに 1/4 から 1/2 回転締めます。軽く引っ張ってもカラ ムがずれないようにします。
- 11 3 つのカラムブラケットの周囲に、ガードカラムを時計回りに慎重に巻き ます。図 7 を参照してください。
- 12 ガードカラムオーブン内で、カラムがオーブンの壁に触れていないことを 確認します。


図7 カラムブラケット

MSD ガードカラムを GC/MSD インターフェイスに取り付けるには

以下の手順で、MSD ガードカラムを LTM から GC/MSD インターフェイスに取り付けます。図 3 を参照してください。

準備するもの

- ガードカラム
- カラムカッター、セラミック製(5181-8836)またはダイヤモンド製 (5183-4620)
- フェラル (Vespel)
 - 0.40-mm id、0.25-mm id カラム用(5181-3323)
 - 0.5-mm id、0.32-mm id カラム用(5062-3514)
- フェラル (SilTite)
 - 0.3-mm id、< 0.25 mm id カラム用(5188-5361)
 - 0.4-mm id、< 0.32 mm id カラム用(5188-5362)
- 懐中電灯
- ルーペ(拡大ルーペ)
- 清潔な手袋
 - 大 (8650-0030)
 - リ、(8650-0029)
- インターフェイスカラムナット(G2855-20555)
- 保護めがね
- 両口スパナ、1/4-インチおよび 5/16-インチ(8710-0510)

注意

5975T LTM GC/MSD のカラム取り付け手順は、通常の MSD の手順とは異なります。他の機器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



警告

注意

- LTM モジュールやガードカラムオーブンを冷却するためにメンテナンス用 メソッドをロードします。124ページの「カラムメンテナンス方法」を参 照してください。
- オーブンにより加熱されたガードカラムまたは内部アクセサリは高温に なっていて、やけどの原因となる恐れがありますので注意してください。 そのいずれかが高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護す るか、または作業を開始する前に部品を冷却します。



清潔なリントフリー手袋を着用して、部品の汚染を防ぎます。

- 2 MSD のベント(ページ 100)を行い、アナライザを開きます(ページ 103)。GC/MSD インターフェイスの端が見えることを確認してください。
- インターフェイスナットおよびコンディショニングされたフェラルをガードカラムの先端に通します。フェラルのテーパー側をナットの方向に向けます。



- 図8 GC/MSD インターフェイスへのガードカラムの取り付け
 - 4 アナライザ側からカラムを引き出せるまで、GC/MSD インターフェイス (図 8) にカラムを挿入してください。
 - 5 カラムの端から1 cm のところで折ります。カラムの破片をアナライザ内に 落とさないようにしてください。高真空ポンプが破損する可能性がありま す。
 - 6 カラムの先端の外側をクリーニングする場合は、メタノールで湿らせた柔 らかい布で拭いてください。
 - 7 カラムをインターフェースの端から1~2 mm 突き出すように調整します。

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

- 8 ナットを手で締めます。ナットを締めるときにカラムの位置がずれないように注意します。
- 9 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。
- **10** 3 つのカラムブラケットの周囲に、ガードカラムを時計回りに慎重に巻き ます。図 7 を参照してください。
- 11 ガードカラムオーブン内で、カラムがオーブンの壁に触れていないことを 確認します。

LTM モジュールアセンブリを機器に取り付けるには

LTM モジュールはファンに取り付けられており、ガードカラムに接続できるよう、CFT ユニオンとともに事前に加工されています。パッケージからモジュールを取り出した後、そのまま取り付けできます。

警告 オーブンにより加熱されたガードカラムまたは内部アクセサリは高温に なっていて、やけどの原因となる恐れがありますので注意してください。 そのいずれかが高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護す るか、または作業を開始する前に部品を冷却します。





- 1 GC/MSD 右側の LTM ドアを開きます。
 - 2 トランスファラインとカラムモジュールケーブル(モジュールごとに計3 本のケーブルを接続)をカラムオーブンに通し、電子機器ハウジング左上の長方形のスロットに入れます。図9を参照してください。
 - 3 スロット上のブッシングにケーブルの束を押し込み、束を固定します。
 図 9 を参照してください。



図9 ケーブルの取り回し

- 4 緑のカラムケーブルコネクタを、カード左側の一番上にある J1 コネクタ (10 ピン)の小さな回路基板に接続します。コネクタの回路基板側が外側 を向きます。これ以外の方法でコネクタを基板上のコネクタに接続することはできません。
- 5 その下にある8ピンコネクタ2か所(J2,J3)に、青いトランスファラインケーブルコネクタ2つを接続します。トランスファラインケーブルコネクタ2つを接続します。トランスファラインケーブルコネクタは、どちらのコネクタへの接続も可能です。トランスファラインコネクタの接続の向きも一方向からだけ可能です。トランスファラインコネクタには細かい線が複数あるため、コネクタを基板から取り外す場合はコネクタを持つようにし、ケーブルを引っ張らないようにします。図10を参照してください。



図10 LTM ケーブル接続

- 6 ファンケーブルを一番下のコネクタに接続します。
- 7 ファンと向き合うようにして LTM モジュールを持ち、機器前面の開口部 に合わせてユニットを調整します。
- 8 LTM モジュールを位置にずらし、機器に確実に設置します。
- 9 ファンプレート外側の4つの留めネジでモジュールを固定します。図 11 を参照してください。

モジュールアセンブリに留めるネジに抵抗がある場合は、無理に締めずに、 ネジを緩めて外し、絶縁体のくずが付いていないかどうか確認します。ネジ はペーパータオルできれいに拭き、グラファイトパウダーか抗固着化合物 (Loctite Heavy Duty Antiseize, P/N 51609 (Loctite Corporation, Rocky Hill, CT) または Sprayon Dry Graphite Lube, P/N S00204 (Sherwin Williams, Solon, OH) など) でグリースアップします。

注意

モジュール固定では、ネジを締め付け過ぎないでください。



図11 5975T に取り付けた LTM モジュール

10 ケミステーションから、LTM モジュールのカラムを編集し、キャリアガス を切り替えた場合、必要に応じて、キャリアガスタイプのコンフィグレー ションを変更してください。

必要に応じて、LTM カラムモジュールをコンディショニングすることができま す。56 ページの「LTM カラムモジュールをコンディショニングするには」を 参照してください。

MSD および注入口のガードカラムをモジュールの CFT ユニオン接続に取り付けるには、33 ページの「注入口ガードカラムをスプリット/スプリットレス注入口に取り付けるには」、38 ページの「MSD ガードカラムを GC/MSD インターフェイスに取り付けるには」、および 52 ページの「LTM CFT ユニオンにガードカラムを取り付けるには」を参照してください。

LTM モジュールアセンブリを機器から取り外すには

以下の手順を使用して、交換または機器の保管に向けて LTM カラムモジュー ルを取り外します。

準備するもの

- 清潔な手袋
 - •大(8650-0030)
 - ・ /」、 (8650-0029)
- 内部カラムナット(G2855-20530)
- フェラル (SilTite)
 - 0.3-mm id、< 0.25 mm id カラム用(5188-5361)
 - 0.4-mm id、< 0.32 mm id カラム用(5188-5362)
- プラグ用ワイヤ(G2855-60593)
- ユニオン (G3182-60580)
- 保護めがね
- 両口スパナ、1/4-インチおよび 5/16-インチ(8710-0510)

手順

- LTM モジュールやガードカラムオーブンを冷却するためにメンテナンス用 メソッドをロードします。124 ページの「カラムメンテナンス方法」を参 照してください。
- 2 機器ステータスが [レディ] に変わったら、注入口と LTM カラムを ChemStation からオフにします。

アナライザのメンテナンスを実行している場合を除き、アナライザの真空 状態は維持します。

警告

オーブンにより加熱されたガードカラムまたは内部アクセサリは高温に なっていて、やけどの原因となる恐れがありますので注意してください。 そのいずれかが高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護す るか、または作業を開始する前に部品を冷却します。

3 GC/MSD 右側の LTM ドアを開きます。

注意 清潔なリントフリー手袋を着用して、部品の汚染を防ぎます。

- 4 LTM カラム出口ユニオンから MSD ガードカラムを取り外し、必要ならば、 すぐにガードカラムの CFT フィッティングにキャップをして真空状態を 維持します。キャップには、ユニオンの一方にカラムナットとブランク フェラルを取り付けたもの用い、もう一方をガードカラムに取り付けま す。
- 5 LTM カラム注入口ユニオンから注入口ガードカラムを取り外します。
- 6 機器をオフにし、電源コードを電源から外します。

警告 機器につないだ電源コードを電源から外します。カラムモジュール交換時 には、機器に電源を入れないでください。電源接続時には、機器内に危険 な電圧が生じます。



図 12 5975T に取り付けた LTM モジュール

- 7 ファンプレートの4つの留めネジを緩めます。図12を参照してください。
- 8 手前に引いて、LTM カラムモジュールを取り外します。
- 9 ケーブルを取り外す間、機器の前のベンチスペースに LTM カラムモジュールを置きます。図 13 を参照してください。



図13 ケーブルの取り外し



10 緑のカラムケーブルコネクタを小さな回路基板コネクタ J1 から取り外します。

図 14 LTM ケーブル接続

- 11 コネクタを持って、2 つの青いトランスファラインケーブルコネクタをコ ネクタ J2 と J3 から取り外します。コネクタ内に破損する可能性のある細 いワイヤがあるため、ケーブルを引っ張らないでください。図 14 を参照 してください。
- 12 ファンケーブルを下部のコネクタから取り外します。
- 13 ケーブルの束がフレーム上の接続ポイントの外側になるようにブッシング をずらし、カラムモジュールアセンブリの取り外しを完了します。図 13 を参照してください。
- 14 カラムの端にキャップを付け、カラムモジュールアセンブリを保管コンテ ナに入れます。

LTM CFT ユニオンにガードカラムを取り付けるには

以下の手順を使用して、注入口と MSD ガードカラムを LTM 上の CFT Ultimate ユニオンに取り付けます。図3を参照してください。

準備するもの

- カラムカッター、セラミック製(5181-8836)またはダイヤモンド製 (5183-4620)
- フェラル (SilTite)
 - 0.3-mm id、< 0.25 mm id カラム用(5188-5361)
 - 0.4-mm id、< 0.32 mm id カラム用(5188-5362)
- ルーペ(拡大ルーペ)
- 清潔な手袋
 - •大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- 内部カラムナット(G2855-20530)
- 保護めがね
- 両口スパナ、1/4-インチおよび 5/16-インチ(8710-0510)

手順

 LTM モジュールやガードカラムオーブンを冷却するためにメンテナンス用 メソッドをロードします。124 ページの「カラムメンテナンス方法」を参 照してください。

警告 オーブンにより加熱されたガードカラムまたは内部アクセサリは高温に なっていて、やけどの原因となる恐れがありますので注意してください。 そのいずれかが高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護す るか、または作業を開始する前に部品を冷却します。

注意 清潔なリントフリー手袋を着用して、部品の汚染を防ぎます。

2 カラムの端を内部ナットと SilTite フェラルに通し、フューズドシリカカ ラムをフェラルから約1 cm 出します。スエージナットまたはスエージ ツールを、カラムが突き出るように内部ナットに通します。



3 2本のスパナを使用して、2つのナットを少しずつ締め、フェラルにカラ ムがかみ合っているかどうかを時折確認します。フェラルがかみ合い始め たら、一方のナットをさらに 45 ~ 60 度締めます(1 フラット)。



4 スエージナットまたはスエージツールを外します。



5 ウェハカラムカッターの鋭利な先を使用して、フェラルの小さな端でカラムを切り落とします。図5を参照してください。フェラルの先にカラムを約0.3 mm残します。カラムはフェラルの端から0.5 mm以上残すことができません。ルーペを使ってカラムの端を確認します。カラムの端が、きっちりと直角である必要はありませんが、フェラルの下で割れが拡大しないようにします。



- 6 組み立てたフェラルとナットを LTM カラムアセンブリに取り付けた CFT ユニオンに挿入します。スパナを 15 ~ 20 度回転して締めます。
- **7** 2 つの LTM ブラケット上の 2 つのネジを締め、CFT フィッティングを固定します。
- 8 必要に応じて、ガードカラムの先端を注入口または GC/MSD トランス ファラインに取り付けます。33ページの「注入口ガードカラムをスプリッ ト/スプリットレス注入口に取り付けるには」または 38ページの「MSD ガードカラムを GC/MSD インターフェイスに取り付けるには」を参照し てください。



図15 取り付けられたガードカラム

LTM カラムモジュールをコンディショニングするには

以下の手順を使用して、5975T GC/MSD 上で使用する新しい LTM カラムモ ジュールを準備します。

準備するもの

- カラムカッター、セラミック製(5181-8836)またはダイヤモンド製 (5183-4620)
- フェラル (SilTite)
 - 0.3-mm id、< 0.25 mm id カラム用(5188-5361)
 - 0.4-mm id、< 0.32 mm id カラム用(5188-5362)
- ルーペ(拡大ルーペ)
- 清潔な手袋
 - •大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- 内部カラムナット(G2855-20530)
- ユニオン (G3182-60580)
- 保護めがね
- 両口スパナ、1/4-インチおよび 5/16-インチ(8710-0510)

警告 水素を使って、LTM カラムモジュールをコンディショニングしないでくだ さい。ガードカラムオーブンに水素が蓄積すると爆発の危険性があります。 キャリアガスとして水素を使用する場合、最初に、ヘリウム、窒素または アルゴンなどの超高純度(純度 99.999%以上)の不活性ガスでコンディ ショニングしてください。

注意 清潔なリントフリー手袋を着用して、部品の汚染を防ぎます。



- 6 このガードカラムを LTM カラムモジュール注入口ユニオンに接続します。 52 ページの「LTM CFT ユニオンにガードカラムを取り付けるには」を参照してください。
- ケミステーションから、LTM モジュールのカラムを編集し、キャリアガス を切り替えた場合、必要に応じて、キャリアガスタイプのコンフィグレー ションを変更してください。
- 8 注入口をオンにし、モードをスプリットレスに設定して、カラム流量を 30 cm/s に設定します。
- 9 リークを検査します。
- 注意 キャリアガスの流入なしにカラムを加熱しないでください。カラムに損 傷を与えます。
 - **10** LTM カラムまたはガードカラムのオーブンを加熱せずに5分間キャリアガ スをカラムに流します。
 - **11** LTM モジュールドアを閉じます。
 - 12 ガードカラムオーブン温度を LTM カラムの最高使用温度の 10 ℃ 下に設定 します。
 - 13 LTM カラムの温度を 5 ℃/min の割合で、使用する分析温度の最高値より 10 ℃ 高い温度まで上げます。

14 LTM カラム温度が 80 ℃ を超えたら、5 µL のメタノールを注入口に注入します。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 インターフェイスにカラムを取り付けてください。



15 カラム流量を 30 cm/s にし、使用する分析温度の最高値より 10 ℃ 高い温度で 3 時間維持します。

警告 オーブンにより加熱されたガードカラムまたは内部アクセサリは高温に なっていて、やけどの原因となる恐れがありますので注意してください。 そのいずれかが高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護す るか、または作業を開始する前に部品を冷却します。

- **16** オーブンを冷却し、MSD ガードカラムを LTM カラムモジュール出口ユニ オンに取り付けます。
- 17 リークを検査します。
- 18 メソッドに水素キャリアガスが必要な場合は、機器からの現在のキャリアガス供給を切断し、水素供給をアタッチします。水素供給ラインを開く前に、アナライザが真空状態であること、および真空ポンプが動作していることを確認します。ChemStationから、コンフィグレーションしたキャリアガスを水素に変更します。
- **19** 30 cm/s のカラム流量で、5~10分待ってから LTM カラム温度を低いスタンバイ温度に高めます。

参考資料

キャピラリ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。



Agilent 5975T LTM GC/MSD 操作マニュアル

3

電子イオン化(EI)モードの操作

データシステムから GC/MSD を操作する 61 LCP から GC/MSD を操作する 61 LCP ステータスメッセージ 63 LCP メニュー 65 GC/MSD インターフェイス 70 GC/MSD のスイッチを入れる前に 72 真空排気 74 温度を制御する 75 カラム流量を制御する 75 MSD をベントする 76 MSD アナライザ温度と真空状態を表示するには 77 MSD 温度および真空状態のモニタを設定する 79 MSD アナライザの温度を設定する 80 ChemStation から GC/MSD インターフェイスの温度を設定するに (t 82 高真空圧をモニタするには 84 LTM カラムをコンフィグレーションするには 86 カラム流量線速度を測定するには 89 カラム流量を確認するには 90 MSD をチューニングするには 91 システム性能を検証する 92 高質量テスト(5975T LTM GC/MSD) 93 LTM/ ガードカラムオーブンドアを開くには 96 LCP/ アナライザウィンドウを開くには 96 アナライザの上部カバーを取り外すには 97 MSD をベントするには 99 アナライザを開けるには 102 アナライザを閉じるには 105 MSD を真空排気するには 109 機器を移設または保管するには 111



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 GC/MSD を操作する

データシステムから真空排気、圧力のモニタ、温度設定、チューニングおよび ベント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。

LCP から GC/MSD を操作する

ローカルコントロールパネル(LCP)では、GC/MSD のステータスを表示したり、Agilent GC/MSD ChemStation にアクセスせずに MSD 上でタスクを開始することができます。

GC/MSD ChemStation は、サイトローカルエリアネットワーク(LAN)により任意の場所に配置できるため、GC/MSD ChemStation は機器自体の近くになくてもかまいません。また、LCP は LAN を介して GC/MSD ChemStation と通信するため、MSD から直接、チューニングや実行の開始などの GC/MSD ChemStation ソフトウェア機能を利用できます。

LCP からは特定の機能のみを利用できます。GC/MSD ChemStation は、機器制御 操作のほとんどを実行できるフル機能コントローラです。

操作モード

注記

LCP には、ステータスとメニューの2つの操作モードがあります。

ステータスモードは、MSD機器またはその各種の通信接続に関する現在のステータスが表示されるだけです。 [メニュー]を選択して [いいえ / キャンセル]を選択すると、ステータスモードに戻ります。

メニューモードを使用すると、GC/MSD のさまざまな面について照会して、メ ソッドまたはシーケンスの実行や、システムベントの準備などのアクションを 開始することができます。

特定のメニューオプションにアクセスするには:



必要なメニューが表示されるまで**[メニュー]**を押します。



必要なメニュー項目が表示されるまで【アイテム】を押します。

必要に応じて次のキーのどれかを使用し、プロンプトに答えるか、またはオプ ションを選択します。



[**上へ**]を使用して表示された値を増やすか、または上にスクロールします(メッセージリストの場合と同様)。



[下へ]を使用して表示された値を減らすか、または下にスクロールします (メッセージリストの場合と同様)。

Yes/ Select

[はい / 選択] を使用すると、現在の値を受け入れます。



[いいえ / キャンセル] を使用すると、ステータスモードに戻ります。

選択を行うか、または使用可能なメニューすべてを一巡すると、表示は自動的 にステータスモードに戻ります。

[メニュー]を押し、次に [いいえ / キャンセル]を押すと、必ずステータス モードが表示されます。

[いいえ / キャンセル] を 2 回押しても、常にステータスモードに戻ります。

LCP ステータスメッセージ

次のメッセージは LCP に表示されて、システムのステータスを知らせます。 LCP が現在メニューモードにある場合は、メニューを一巡させてステータス モードに戻ります。

注記 オンライン機器セッションが現在 GC/MSD ChemStation で実行されていない場合、メッセージは表示されません。

ChemStation Loading <timestamp>

Agilent MSD Productivity ChemStation ソフトウェアを起動しています。

Executing <type>tune

チューニング操作が進行中です(タイプ = QuickTune または Autotune)。

Instrument Available <timestamp>

Agilent MSD Productivity ChemStation ソフトウェアが起動していません。

Loading Method <method name>

メソッドパラメータをシステムに送信しています。

Loading MSD Firmware

MSD のファームウェアを初期化しています。

次のメッセージは、MSD がその起動手順を正常に完了できなかった場合に、 LCP 上に交互に表示されます。

Server not Found Check LAN Connection

Seeking Server Bootp Query xxx

これらのメッセージは、MSD が一意の IP アドレスを受け取っていないことを 示します。これらのメッセージが、GC/MSD ChemStation のアカウントのログ オン後も表示される場合は、ソフトウェアのインストールマニュアルのトラブ ルシューティングに関する章を参照してください。

Loading OS

機器コントローラのオペレーティングシステムを初期化しています。

<method> Complete <timestamp>

実行とその後のデータ処理が終了しました。分析が完了せずに途中で終了した 場合でも同じメッセージが表示されます。

Method Loaded <method name>

メソッドパラメータがシステムに送信されました。

MS locked by <computer name>

MS パラメータは、GC/MSD ChemStation からしか変更できません。

Press Sideplate

適切な真空シールを確保するために、スタートアップ中に MSD サイドプレー トを押すように注意するメッセージです。

Run:<method> Acquiring <datafile>

分析が進行中です。指定されたデータファイルのデータを取り込みしています。

スタートアップ中に表示されるシステムのステータスメッセージ

スタートアップ中に、次のメッセージが LCP ディスプレイに表示されます。

- Loading OS
- Loading MSD Firmware

MSD Ready メッセージが表示されるまで MSD のサイドプレートを押し続けて ください。これにより、機器の真空排気が短時間で行われます。

LCP メニュー

特定のメニューオプションにアクセスするには、必要なメニューが表示される まで【メニュー】を押して、必要なメニュー項目が表示されるまで【アイテ ム】を押します。表 5 から 表 10 は、これらのメニューと選択項目を示してい ます。

注記 多数のメニュー項目、特に ChemStation、MS パラメータ、および メンテナンス の各メニューの項目は、機器がデータを取り込みしているときには無効です。

アクション	説明
メソッドの実行	現在のメソッド名を表示して、測定を開始します。
シーケンスの実行	現在のシーケンスを表示して、シーケンスを開始しま す。
現在のチューニングの実 行	現在のチューニングファイルを表示して、オートチュー ニングを開始します。
メッセージの数	メッセージの数と最新メッセージのテキストを表示しま す。矢印キーを使用して、以前のメッセージをスクロー ルしてください(最大 20)。
ChemStationの解放	GC/MSD ChemStation を MSD から解放します。
接続ステータス	MSD の LAN 接続ステータスを表示します。
	Remote = GC/MSD ChemStation オンラインセッションに接 続しています
	Local = GC/MSD ChemStation オンラインセッションに接続 していません
機器の名前	GC/MSD ChemStation オンラインセッションに接続してい る場合は、機器の名前を表示します。機器の名前は、 GC/MSD ChemStation コンフィグレーションダイアログに よって割り当てられた名前になります。

表5 ChemStation メニュー

表6 メンテナンスメニュー

アクション	説明
ベントの準備	GC のシャットダウンを促し、さらに [はい / 選択] を押 すと機器のベントを準備します。
真空排気	真空排気シーケンスを開始します。

表7 MS パラメータメニュー

アクション	説明
ターボポンプ速度	ターボポンプ速度を表示します。
MSD フォールトステー タス	考えられるすべてのフォールトの組み合わせを示す、Fault ステータスコード(数字)を 'dec'(10 進)および 'hex'(16 進)形式で報告します。
イオン源温度、℃	イオン源温度を表示して設定します。
四重極温度、℃	四重極温度を表示して設定します。

注記

MS パラメータは、オンライン GC/MSD ChemStation セッションが MSD に接続されている間、LCP から設定できません。

表8 ネットワークメニュー

アクション	説明
キーボード経由の MSD IP	MSD の IP アドレスを表示します。
ゲートウェイ IP アドレ ス	MSD のゲートウェイ IP アドレスを表示します。
サブネットマスク	MSD のサブネットマスクを表示します。
ChemStation IP	GC/MSD ChemStation の IP アドレスを表示します。
GC IP アドレス	GC の IP アドレスを表示します。
Ping ゲートウェイ	ゲートウェイとの通信をチェックします。
Ping ChemStation	GC/MSD ChemStation との通信をチェックします。

表8 ネットワークメニュー (続き)

アクション	説明
Ping GC	GCとの通信をチェックします。
MS コントローラ MAC	MSD のスマートカードの MAC アドレスを表示します。

表9 バージョンメニュー

アクション	説明
ファームウェアのコン トロール	MSD ファームウェアのバージョンを表示します。
オペレーティングシス テム	GC/MSD ChemStation オペレーティングシステムのバージョン を表示します。
フロントパネル	LCP のバージョンを表示します。
ログアンプ	バージョン情報を表示します。
サイドボード	サイドボードのタイプを表示します。
メインボード	メインボードのタイプを表示します。
シリアル番号	GC/MSD ChemStation コンフィグレーションダイアログに よって MSD に割り当てられています。

表10 コントローラメニュー

アクション	説明
コントローラのリブー ト	LAN/MS コントロールカードを起動します。
LCP のテスト	2 行ディスプレイの診断テストを開始します。
GC/MSD ChemStation へ の HTTP リンクのテスト	HTTP サーバーのステータスをチェックします。

表 11 と 12 に記載されたパラメータの特定のメニュー項目にアクセスするに は、必要なメニューが表示されるまで [メニュー] を押し、さらに [アイテ ム] を一度押します。LCP が自動でパラメータを一つずつスクロールします。 [アイテム] を再度押して、目的のパラメータで停止します。

表11 GC 機器ステータスメニュー

アクション	説明
GC注入ロヒーター	GC 注入口ヒーターのステータスを表示します(レディ / ノットレディ)。
GC-MSD インターフェイ ス	GC-MSD インターフェイス温度のステータスを表示します。
GC 接続ゾーンヒーター	ガードカラムオーブンヒーターのステータスを表示しま す。
GC カラムヒーター	LTM ヒーターのステータスを表示します。
GC 注入口流量	注入口ガス流量のステータスを表示します。
GC注入口圧力	注入口圧力コントローラのステータスを表示します。
GC 注入ロセプタムパー ジ	注入ロセプタムパージのステータスを表示します。
ChemStation 接続	ChemStation ソフトウェアのステータスを表示します。
GC-APG リモート	HTTP サーバーのステータスをチェックします。

表12 GC パラメータ値メニュー

アクション	説明
GC 注入口 T	注入口温度を表示し。
GC カラム T	LTM 温度を表示し。
GC 接続ゾーン温度	ガードカラムオーブンの温度を表示し。
GC-MSD インターフェイ スT	GC-MSD インターフェイスの温度を表示し。
GC 注入口流量	注入口ガス流量を表示し。

以下の GC ネットワークパラメータにアクセスするには、目的のパラメータが 表示されるまで **[メニュー]** ボタンを押します。

表13 GC ネットワークパラメータ

アクション	説明
GC IP アドレス	GC の IP アドレスを表示します。
GC ゲートウェイ IP アド レス	GC のゲートウェイ IP アドレスを表示します。
GC サブネットマスク	GC のサブネットマスクを表示します。
LTM GC を今すぐリブー トしますか?	LTM GC をリブートすることができます。
GC MAC アドレス	GC の MAC アドレスを表示します。
ChemStation IP	ChemStation の IP アドレスを表示します。

GC/MSD インターフェイス

GC/MSD インターフェイス (図 16) は、MSD 内部にキャピラリカラムを通す ための加熱された導管です。アナライザの右側に、O-リングシールを使ってボ ルトで固定されています。保護カバーがついてます。

GC/MSD インターフェイスの一方の端は、ガスクロマトグラフの側面を通って ガードカラムオーブンに達します。この端の部分はねじ山状になっていて、 ナットおよびフェラルでカラムを接続します。インターフェイスのもう一方の 端はイオン源に挿入されています。キャピラリカラムの端の 1、2 mm が、ガ イドチューブの端を通ってイオン化チャンバに達しています。

GC/MSD インターフェイスは電気カートリッジヒーターによって加熱されます。インターフェイスの温度は MSD ChemStation から設定され、インターフェイスのセンサー(白金抵抗体)が常に温度をモニタします。

GC/MSD インターフェイスは、250 ℃ から 350 ℃ の範囲内で動作されます。こ の範囲内で、インターフェイス温度をガードカラムオーブン温度の最大値よりわ ずかに高くしますが、絶対に ガードカラムの最高使用温度を超えないようにして ください。

参照

"MSD ガードカラムを GC/MSD インターフェイスに取り付けるには"。

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



図 16 GC/MSD インターフェイス

GC/MSD のスイッチを入れる前に

以下のことを確認してから GC/MSD のスイッチを入れて運転を試みてください。



- ベントバルブが閉まっている(つまみが時計回りに最後まで回っている)。
- 他の真空シールおよびフィッティングすべてが所定の位置にあり、正しく 固定されている(危険なキャリアガスあるいは試薬ガスを使用しているの でない限り、サイドプレートの前側のネジが締まっていない)。
- 機器が接地された電源に接続されている。
- コンディショニングされた LTM カラムモジュールとガードカラムが GC 注入口と GC/MSD インターフェイスに取り付けられている。
- 機器はオンであるが、GC/MSD インターフェイスの加熱部、GC 注入口、 LTM カラムモジュール、およびガードカラムオーブンがオフである。
- 純度 99.9995% 以上のキャリアガスが、推奨トラップを使用して注入口に 配管されている。
- キャリアガスとして水素を使用する場合、キャリアガス流入はオフになっていて、サイドプレートの前側のつまみねじがゆるく締められている。
- キャリアガスに水素を使用している場合、オプションのマイクロイオン真 空ゲージはオフにする必要がある。
- フォアラインポンプの排気が適切にベントされている。
- 警告 フォアラインポンプからの排気には分析対象の溶媒および化学物質が含まれていることがあります。標準のフォアラインポンプを使用している場合には、微量のポンプオイルも残留しています。有毒な溶剤を使用する場合、または有毒化学薬品を分析する場合は、オイルトラップ(標準のポンプ)を取り外してホース(10-mmid)を取り付け、フォアラインポンプの排気を取り外してホース(10-mmid)を取り付け、フォアラインポンプの排気を取り外してホース(10-mmid)を取り付け、フォアラインポンプの排気を取り外してホース(10-mmid)を取り付け、フォアラインポンプの排気を取り付してホース(10-mmid)を取り付け、フォアラインポンプの排気を使用する場合は、スプリットベントとパージベントの出口をこの排気システムに取り付けます。所在地域の規制に従っていることを確認してください。標準のポンプ用のオイルトラップは、ポンプオイルのみを止めます。 有毒な化学物質を止めたり除去することはありません。
- 警告 キャリアガスとして水素を使用する場合、MSD が真空排気されるまでキャ リアガスを流入させないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が機 器に蓄積して爆発が起こる可能性があります。"水素の安全性"を読んで から、水素キャリアガスで機器を作動させてください。
- 警告 キャリアガスとして水素を使用する場合、水素がアナライザ内部に蓄積した可能性があるときは、Micro イオン真空ゲージとコントローラのスイッチを入れないでください。"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。25 分間真空排気を行ってから、真空ゲージをオンにします。

真空排気

データシステムまたはローカルコントロールパネルから 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 モニタ、表示します。圧力が十分に低くなると、データシステムはイオン源お よびマスフィルタのヒーターを入れ、プロンプトを表示して GC/MSD インター フェイスのヒーターを入れるように指示します。真空排気が正常に行われない と、MSD はシャットダウンします。

メニューまたは MS モニタを使用して、データシステムはターボポンプ MSD のモーター速度(回転速度のパーセント)を表示します。

このデータは、LCP にも表示できます。

警告 キャリアガスとして水素を使用する場合、水素がアナライザ内部に蓄積し た可能性があるときは、Micro イオン真空ゲージとコントローラのスイッ チを入れないでください。"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。25 分間真空排気を行ってから、真空ゲー ジをオンにします。

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温度センサーが、イオン源およびマスフィルタにあります。データシステムまたはローカルコントロールパネルから設定値の調整や温度の表示ができます。

GC/MSD インターフェイスの温度はデータシステムから設定やモニタができます。

カラム流量を制御する

キャリアガスの流量は GC 注入口のヘッド圧で制御されます。ヘッド圧が一定の場合、LTM カラム温度が上がるにつれてカラム流量が減少します。EPC でカラムモードが [コンスタントフロー]に設定されていると、温度に関係なくカラム流量が一定に保たれます。

MSD は実際のカラム流量の計測に使用できます。**少量**の空気または他の保持されない化学物質を注入し、MSD に到達するまでの時間を測定します。 この時間を測定すると、カラム流量を算出できます。ページ 89 を参照して ください。

MSD をベントする

データシステムのプログラムが、ベントプロセスをガイドします。ヒーターまたはターボポンプを適切な時間にオフにします。MSD内の温度をモニタし、ベント可能な時が来ると通知します。

MSD は誤ったベントによって損傷を受ける場合があります。ターボポンプは、 標準運転速度の 50% を超えて回転している間にベントされると、損傷を受ける 場合があります。

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

警告 水素をキャリアガスとして使用している場合、電源をオフにする前にキャ リアガスの流入をオフにしておく必要があります。フォアラインポンプが オフの場合、水素が MSD 内に蓄積し、爆発する危険性があります。"水素の 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 をベントする ことは絶対に行わないでください。ベントバルブを使用するか、カラム ナットとカラムを取り外すようにしてください。

ターボポンプの回転が通常の 50% を超えている間は、ベントしないでく 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。15ページの表 2、「5975T LTM GC/MSD モデルとその機能」を参照してください。

MSD アナライザ温度と真空状態を表示するには

これらの作業はローカルコントロールパネルを使用しても実行できます。詳細 については、『G1701EA GC/MSD *ChemStation* 入門』マニュアルを参照して ください。

手順

1 [機器コントロール] 画面で、[機器] メニューから [チューニングパラ メータ編集] を選択します(図 17)。

🔳 Mar	Manual Tune, 5975 - atune.u								
File E	xecute C	alibrate	MorePara	ms Viev	v				
Mass Ab Pw50	69.00 1037011 0.65	Mass Ab Pw50	218.90 955911 0.66	Mass Ab Pw50	502.00 127722 0.65	Ion Pol Emission ElEnrgy Filament Repeller IonFcus EntLens EntDffs PFTBA Temperal MS Source	Pos 34.6 69.9 1 31.63 80.7 19.0 18.07 19.0 18.07 Upen tures and R 230 T	MassGain MassOffs AmuGain AmuOffs Wid219 DC Pol HEDEnab EMVolts Pressures urbo Speed	-554 -40 2322 116.94 -0.011 Pos On 1106
	//	╵╌╌┦	<u>.</u>	/	<u>η</u>		1.00 11		0.000700
65	70	215	220	500	505	E mission[U	.0 to 315. 	2): 34.6	•
Acquiring data									
Profi	le Sca	an l	Ramp	Stop	MS Off			Cancel	Help

図17 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] 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 アナライザの温度および真空の状態は [ゾーン] フィールドに表示されます。

真空排気処理の開始直後である場合を除き、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、ターボポンプ速度は 100% です。

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

MSD 温度および真空状態のモニタを設定する

1 つのモニタに、1 台の機器パラメータの現在値が表示されます。標準の機器 コントロールウィンドウで追加できます。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 [機器] メニューから [MS モニタ] を選択します。
- 2 [MS モニタ編集] ボックスの [タイプ] で、[ゾーン] を選択します。
- 3 [パラメータ] 下で [MS イオン源] を選択し、[追加] をクリックします。
- 4 [パラメータ] 下で [MS 四重極温度] を選択し、[追加] をクリックしま す。
- 5 [パラメータ]下で [ターボ速度]を選択し、[追加]をクリックします。
- 6 設定したい他のモニタを選択して [追加] をクリックします。
- 7 [OK] をクリックします。新しいモニタは [機器コントロール] ウィンド ウ右下に重なって表示されます。すべてのウィンドウが見られるように移 動できます。
- 8 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 18 は、モニタ配置の一例です。



図18 モニタの配置

9 新規の設定をメソッドの一部とするには、[メソッド] メニューから [上 書き保存] を選択します。

MSD アナライザの温度を設定する

MSD イオン源およびマスフィルタ(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 [機器コントロール] 画面で、[機器] メニューから [チューニングパラ メータ編集] を選択します。
- 2 [パラメータ] メニューから [温度] を選択します (図 19)。

MS Temperatures		×
Zone	Actual Setpoir	nt Limit
MS Source MS Quad	230 23 150 15	250 50 200
Apply 0	K Cancel	Help

図19 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(マスフィルタ)の温度 を入力します。推奨設定値については、表 14 を参照してください。

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

警告

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

- 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]をクリックして新規の温度設定値を MSD に送ります。
 - **[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。
 - [キャンセル] をクリックすると、現在ロードされているチューニング ファイルを変更せず、または MSD に何もダウンロードせずに、パネル を終了します。
- 5 [MS チューニングファイル保存] ダイアログボックスが表示されたら、 [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 [OK] をクリックして保存します。

表 14 推奨温度設定値

	EI動作
MS イオン源	230
MS四重極	150

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

手順

- 1 [表示] > [機器コントロール]を選択します。
- 2 [機器] > [GC 編集パラメータ] を選択します。
- 3 [Aux] アイコンをクリックしてインターフェイス温度を編集します (図 20)。



図20 インターフェイス温度の設定

- 4 ヒーターがオンであることを確認して、【値 ℃】列に設定値を入力します。 代表的な設定値は 280 ℃ です。設定できる範囲は 0 ℃ から 350 ℃ です。設 定値が周囲温度より低いとインターフェイスのヒーターがオフになります。
- 5 【適用】をクリックして設定値をダウンロードするか、【OK】をクリックして設定値をダウンロードしてからウィンドウを閉じます。
- 6 新規の設定をメソッドの一部とするには、[メソッド] メニューから [上 書き保存] を選択します。

注意 キャリアガスがオンになり、カラムから空気がパージされたことを確認 してから、GC/MSD インターフェイスまたは LTM カラムを加熱してくだ さい。

高真空圧をモニタするには

圧力のモニタにはオプションの外部 G4363A イオンゲージとコントローラ。このゲージの読み取り値は、機器の一番上にマウントされます。

準備するもの

• イオンゲージとコントローラ(G4363A)

警告 キャリアカ た可能性か

キャリアガスとして水素を使用する場合、水素がアナライザ内部に蓄積し た可能性があるときは、イオンゲージとコントローラのスイッチを入れな いでください。"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。25 分間真空排気を行ってから、真空ゲージをオン にします。

手順

- **1** MSD を開始し、真空排気します(ページ 109)。
- アナライザカバーの一番上にマウントされたゲージコントローラをオンに します。
- 3 真空読み取り値は、オプションの真空コントローラの前部に表示されま 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 15 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、個々の機器に よって 30% 程度変動します。

He カラム流速(mL/min)	ゲージ値(Torr) 標準ターボポンプ
0.5	1.3E–05
0.7	1.83E–05
1	2.61E–05
1.2	3.11E–05
2	5.25E–05
3	8.01E–05

表15 イオンゲージとコントローラ

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。

LTM カラムをコンフィグレーションするには

手順

- ChemStation 機器コントロールウィンドウで [機器] > [GC パラメータ]
 を選択し、[GC パラメータの編集] ウィンドウを表示します。
- 2 [コンフィグレーション] アイコンを選択し、さらに [カラム] タブを選択して、現在コンフィグレーションされているカラムを表示する画面を表示します。
- 3 以前に目録に割り当てられたものと別の LTM カラムを選択するには、【目録】ボタンをクリックして、【ローカルカラム目録】 テーブルを表示します。
- 4 このテーブルから、機器に取り付ける LTM カラムを選択します。[選択したカラムの取り付け]ボタンをクリックして、このカラムを使用する機器をコンフィグレーションします。新しく選択したカラムの[コンフィグレーション] 画面が表示されます。
- 5 「1」のラベルの付いた最初のカラムをクリックし(ツールチップ = このカ ラムの追加 / 変更)、【インストール済み GC カラムのプロパティの編集】

ダイアログを表示します。以前に選択したカラムが、【追加情報(オプション】】エリアに指定されます。

Segment	Length, m	Diameter, µm	Film Thickness, µm	Heated By		
In Segment	1	250	0	Thermal Aux 1		
Main Segment	30	250	0.25	LTM 💌		
Segment 2				Oven 🔽		
Out Segment				Oven 💌		
Additional Information (Optional) Manufacturer: Model Number: Anilent 190915-433						
Composite Additional Information (Manufacturer: Agilent	Optional) — Model Nu 190915-4	mber:		325 1		
Composite Additional Information (Manufacturer: Agilent Cescription: HP-5MS 5% Phenyl I	Optional) — Model Nu [190915-4 Methyl Silox	mber: 133				

- 6 [カラムタイプ] エリアで [複合] を選択し、製造元の推奨する最高温度 を [最高温度] フィールドに設定します。
- 7 [複合カラムセグメント] エリアの [セグメント] 列の [メインセグメン ト] 項目で、[加熱元] 列のドロップダウンから [LTM] を選択します。
- 8 【複合カラムセグメント】エリアの【セグメント】列の【セグメント内】 項目で、【加熱元】列のドロップダウンから【Thermal Aux 1】を選択しま す。注入ロガードカラムの長さ、直径、およびフィルムの厚さを入力しま す。
- 9 【複合カラムセグメント】エリアの【セグメント】列の【セグメント外】 項目で、【加熱元】列のドロップダウンから【Thermal Aux 1】を選択しま す。MSD ガードカラムの長さ、直径、およびフィルムの厚さを入力しま す。
- **10 [OK]** ボタンをクリックして、機器のカラムコンフィグレーションを完了 します。

- 11 [コンフィグレーション] 画面から [モジュール] タブを選択し、注入口 のキャリアガスが表示されている画面を表示します。
- 12 [フロント注入口] に、ドロップダウンメニューから使用するキャリアガ スを選択します。
- 13 [OK] ボタンをクリックして、このコンフィグレーションを保存します。

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カラムなどでは、流量よりも線速度がよく測定 に使用されます。

手順

- 1 スプリットレス注入、SIM モードで m/2 28 を測定するように設定します。
- 2 LCP キーパッドの [プレラン] を押します。
- 3 1 µL の空気を GC 注入口に注入し、[測定開始] を押します。
- 4 m/z 28 でピークが溶出するまで待ちます。リテンションタイムを書き留めます。
- 5 平均線速度を計算します。

平均線速度 (cm/s) = 100 L

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 m のカラムから 1 m 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(ページ 90)。

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

 7 流量を計算するには
 流量(mL/min) = 0.785 D² 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)

カラム流量を確認するには

カラムの寸法が分かれば、流量はカラムヘッド圧から計算できます。

手順

- 1 [機器コントロール] 画面で、**[機器] > [GC 編集パラメータ]** を選択しま す。
- 2 [カラム] アイコンをクリックします(例:図21)。
- 3 適切なカラムを選択します。

GC E	dit Parameters					X
Sel .	0100	P	0	Ju 🗙	1.2	
▶ 1	Description Aglent 190915-433: 325 °C: 30 m x 250 µm x 0.25 µm In: Front SS Inlet He Out: Vacuum Auflet 190015 (432, 325 SC, 20 m x	Contro C I	olMode V On - Flow Pressure			
2	In: Back SS Inlet He Out: Front Detector FID		Rate mL/min per min	Value mL/min	Hold Time	Run Time min
		•		0,92726	0	0
		*			·	
			Post Run	: 0.57353 mL/min		
	Apply	ок	Cancel	Help		

図21 カラム流量を計算する

MSD をチューニングするには

ローカルコントロールパネルを使用しても、MSD ChemStation 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。"LCP から GC/MSD を操作す る"を参照してください。

手順

- [機器コントロール]画面で、正しい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。多くの場合、ATUNE.U(Autotune)で良い結果が得られます。STUNE.U(標準チューニング)は感度が低下する可能性があるのでお勧めしません。
- 2 システムを、データを測定する時と同じ状態(LTM カラム温度およびカラム流量、MSD アナライザ温度)に設定します。
- 3 [MSD チューニング] を選択してすべてのチューニングを実行するか、または [クイックチューニング] を選択してイオン比を変えずにピーク幅、 質量数決定、およびアバンダンスを調整します。チューニングはすぐに開 始されます。
- 4 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]>[以前のチューニングを表示...]を選択します。

MSD をマニュアルでチューニングするか、または特定のオートチューニング を実行するには、[チューニングと真空コントロール] 画面に移動します。

[機器コントロール]から使用できるチューニングに加えて、特定のスペクト ル結果が得られる特別なオートチューニング([DFTPP チューニング]や[BFB チューニング]など)を[チューニング]メニューから選択できます。

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

準備するもの

• 1 pg/μL (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 LTM カラム温度を 150 ℃ に、カラム流量を 1.0 mL/min に設定します。
- [機器コントロール]画面で、[チェックアウト]メニューから アウトチューニング]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] メニューから [チューニング 評価] を選択します。

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

感度性能の検証

- **1** 1 μL の OFN の注入を、ALS または手動で設定します。
- 2 [機器コントロール] 画面で、[チェックアウト] メニューから [感度 チェック] を選択します。
- 3 [機器] | [編集] 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 [OK] をクリックしてメソッドを実行します。

メソッドが完了すると、評価レポートが出力されます。

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

高質量テスト(5975T LTM GC/MSD)

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 チューニングファイルを読み込み、さらに MSD のオートチュー ニングを実行します。
- **3** x\5975\PFHT.M (x は使用する機器番号)の下にある PFHT.M メソッド を変換します。
- 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] メニューから [高質量のチェック] 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



図22 PFHT 高質量レポート

94

結果は、高質量のAMUオフセットを調整するための推奨値を示します。結果がターゲットとした値の5 unit 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 [機器コントロール] 画面で、[機器] メニューから [チューニングパラ メータ編集] を選択します。
- 3 [パラメータ]をクリックし、[ダイナミックランプパラメータ…]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 右側の値がグレーアウト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]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、[OK] をクリックします。
- 4 [マニュアルチューニング] ボックスの [OK] をクリックします。[MS チューニングファイル保存] 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。

注記 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。 チューニングファイルの名前を変更するのはこのためです。

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

LTM/ ガードカラムオーブンドアを開くには



LTM/ ガードカラムオーブンのドアの左下隅の下にある掛け金を押して、ドアを開きます。



図23 カバーの取り外し

LCP/アナライザウィンドウを開くには



- 1 LCP の一番上にある 2 つの掛け金を LCP ウィンドウから引き上げて開きます。
- 2 LCP を前に倒して、パネルを開きます。

アナライザの上部カバーを取り外すには

- **1** LCP/アナライザウィンドウを開きます。図 24 を参照してください。 **2** LCP 開口部内側のカバー前面左下および右上にある 2 つのネジを緩め
 - 2 LCP 開口部内側のカバー前面左下および右上にある 2 つのネジを緩めま す。
 - 3 筐体から外れるまでカバーを前にスライドさせ、持ち上げて機器から外しま す。



図 24 アナライザ上部カバーの取り外し



他のカバーは取り外さないでください。他のカバーの内には電圧がかかっ ており危険です。

MSD をベントするには

手順



- 1 ソフトウェアの [真空] メニューから **[ベント]** を選択します。表示された指示に従います。
- GC/MSD インターフェイスのヒーターおよび LTM カラムの温度を外気 (室温)に設定します。

警告 水素をキャリアガスとして使用している場合、MSD の電源をオフにする前 にキャリアガスの流入をオフにしておく必要があります。ターボポンプがオ フの場合、水素が MSD 内に蓄積し、爆発する危険性があります。"水素の安 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。



- 3 プロンプトが表示されたら、電源スイッチをオフにします。
- 4 電源コードを抜きます。
- MSD がベントされているときに、ChemStation を[機器コントロール]画面 にしないでください。インターフェイスヒーターのスイッチが入り温度が 上がってしまいます。
 - 5 LCP ウィンドウを開きます。96 ページの「LCP/アナライザウィンドウを 開くには」を参照してください。



図 25 MSD をベントする

6 ベントバルブつまみ(図 25)を 3/4 回転だけ、あるいは空気がアナライザ 内に流入するシューという音が聞こえるまで、反時計回りに回してください。

つまみを**必要以上に回さない** でください。0- リングが溝からずれる可能性 があります。真空排気の前に、必ずつまみを締め直してください。





MSD がベント中の場合、ChemStation を [機器コントロール] 画面にしない でください。インターフェースヒーターのスイッチが入り温度が上がって しまいます。

アナライザを開けるには

準備するもの

- リントフリー手袋
 - 大 (8650-0030)
 - リ、(8650-0029)
- リストストラップ、帯電防止
 - リ、(9300-0969)
 - 中(9300-1257)
 - •大 (9300-0970)
- 注意 アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電 気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電 防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を取って から(ページ 18 を参照してください)アナライザを開けます。

手順



- **1** MSD をベントします (ページ 76)。
- 2 アナライザの上部カバーを取り外します(97ページの「アナライザの上部カバーを取り外すには」を参照してください)。
 - **3** 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外します。
 - 4 サイドプレートのつまみねじ(図 26)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つまみねじは緩めておい てください。輸送の間だけ締めます。前側サイドプレートのつまみねじは、 水素または他の、引火性が高いか有毒な物質をキャリアガスとして使用す る場合にのみ固く締める必要があります。

- 注意 次のステップで抵抗を感じたら、**止めて**ください。無理やりサイドプ レートを開こうとしないでください。MSD がベントされていることを 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。
 - 5 静かにサイドボードを開きます。

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

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



図26 アナライザ

アナライザを閉じるには

準備するもの

- リントフリー手袋
 - •大 (8650-0030)
 - リ、(8650-0029)

手順

1 分析機器の内部配線機器がすべて正しく取り付けられているか確認しま す。

配線は表 16、および図 27 と図 28 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16 アナライザの配線

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27 フィードスルーボード配線



図28 イオン源の配線

2 サイドプレートの 0- 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く 塗布されていることを 確認してください。O- リングが乾燥しすぎていると十分に密封されないこ とがあります。O- リングが光って見える場合、グリースが多すぎます (グ リースアップの方法については、『5975T LTM GC/MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』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(109 ページの「MSD を真空排気するには」を参照してください。)。
- 7 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、前側サイドプレートにあるつまみねじを手で「静かに」締めます。

警告 水素(または他の危険なガス)が GC キャリアガスとして使用されている 場合は、前面のつまみねじを締めなければなりません。サイドプレートを 開きにくくなりますが、可能性は低くても爆発が起きた時に必要です。

- 注意 つまみねじを強く締めすぎないでください。空気漏れの原因となるか、 真空排気ができなくなることがあります。ドライバを使わずにつまみね じを締めてください。
 - **8** MSD が真空排気をしたら、アナライザーのカバーを取り付け、LCP/アナ ライザウィンドウを閉じます。
MSD を真空排気するには

これらの作業はローカルコントロールパネルを使用しても実行できます。"LCP から GC/MSD を操作する "を参照してください。

警告 お使いの MSD が本章の導入部(ページ 72)で挙げたすべての条件に合うか 確認してから、MSD を開始して真空排気をしてください。満たしていない と、怪我につながる恐れがあります。

警告 キャリアガスとして水素を使用する場合、MSD が真空排気されるまでキャ リアガスを流入させないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が MSD に蓄積して爆発が起こる可能性があります。"水素の安全性"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 LCP/ アナライザウィンドウを開き、ベントバルブを閉めます。
- 2 電源プラグを電源に差し込みます。
- 3 MSD ChemStation の [表示] メニューから [チューニングと真空コント ロール] を選択します。

[真空] メニューから [真空排気] を選択します。

- 4 プロンプトが表示されたら、機器前面のスタートボタンを押します。
- 5 LCP/アナライザウィンドウの開口部に届いたら、サイドボードを軽く押し て正しく密閉されていることを確認します。サイドボードの金属ボックス を押してください。

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

6 LCP/アナライザウィンドウを閉じます。

3 電子イオン化(EI)モードの操作

7 PC との通信が確立したら、すぐに [OK] をクリックします。

Pump Down	×		
PUMP DOWN IN PROGRESS			
Turbo pump status:	Pump on, Not up to speed		
MS Source:	27 deg C		
Turbo pump speed:	70 percent		
MS Temp setpoints will remain OFF until pump ready			
Exit	Help		

図 29 真空排気

注意 10~15分の間に、ターボポンプの速度は80%に上がるはずです (図 29)。ターボ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。

> 8 プロンプトが表示されたら、GC/MSD インターフェイスヒーター、ガード カラムオーブン、および LTM カラムをオンにします。終わったら[OK] をクリックします。

ソフトウェアがイオン源と四重極ヒーターをオンにします。温度設定は現 在のオートチューニングファイル(*.u)に保存されます。

- キャリアガスを流すまで、全ての GC 加熱部分をオンにしないでください。キャリアガスの流入なしにカラムを加熱すると、カラムに損傷を与えます。
 - 9 「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変動する 場合があります。

注意

機器を移設または保管するには

以下の手順で、同じ場所周辺に移動または保管します。異なる場所で使用する ために機器を輸送する必要がある場合は、『Agilent 5975T LTM GC/MSD フィールド移送可能ユニットのハードウェアインストールマニュアル』の適切 な指示を参照してください。

準備するもの

- フェラル、ブランク(5181-3308)
- インターフェースカラムナット(05988-20066)
- 両口スパナ、1/4-インチおよび 5/16-インチ(8710-0510)

手順

- 1 機器をベントします (ページ 99)。
- ガードカラムを GC/MSD インターフェイスから取り外して、ブランクの フェラルとインターフェイスナットを取り付けます。
- 3 ベントバルブを締めます。
- 4 アナライザの上部カバーを取り外します (ページ 97)。
- 5 サイドプレートのつまみねじを指で締めます(図 30)。

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

- 6 機器の電源コードを差し込みます。
- 機器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% を超えることを確認します。
- 8 機器をオフにします。
- **9** アナライザのカバーを取り付けます。
- **10** LAN、リモート、および電源の各ケーブルを切り離します。
- 11 キャリアガス供給を切断します。

3 電子イオン化(EI)モードの操作



図 30 サイドプレートのつまみねじ

GC/MSD は、保管または移設できます。フォアラインポンプは、MSD と一体 となって移設しなければならないので切り離せません。GC/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 GC/MSD は常に直立の状態でなければなりません。GC/MSD を別の場所 に輸送する必要がある場合、弊社カスタマコンタクトセンターに連絡し て梱包や輸送のアドバイスを受けてください。



Agilent 5975T LTM GC/MSD 操作マニュアル

4

通常のメンテナンス

始める前に 116 真空システムのメンテナンス 121 アナライザのメンテナンス 122 メンテナンス方法 124 スプリット/スプリットレス注入口のセプタムを交換するに は 126 スプリット/スプリットレス注入口のライナーと 0-リングを交 換するには 128 カラム流量パスを焼き出しするには 133 スプリット/スプリットレス注入口から汚染物質を焼き出すに は 136 EIイオン源を取り外すには 137

EIイオン源を再び取り付けるには 140



始める前に

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。

メンテナンス スケジュール

通常のメンテナンス作業は、表 17 に記載されています。これらの作業を定期 的に実行すると、稼働上の問題を減らし、システムの寿命を延ばし、全体コス トを軽減できます。

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

表17 メンテナンススケジュール

	毎週	6 か月ごと	毎年	随時
真空システム				
フォアラインポンプのオイルレベルを確認	Х			
フォアラインポンプのオイル交換		Х		
ドライフォアラインポンプダイヤフラム の確認				Х
スクロールポンプシールの変更			Х	
サイドプレートやベントバルブの 0- リン グへのグリースアップ [*]				Х
MSD				
MSD のチューニング				Х
イオン源の洗浄				Х
キャリブレーションバイアルの確認		Х		
GC				
GCのキャリアガストラップの確認				Х
ガードカラムのトリムまたは交換				Х

表17 メンテナンススケジュール(続き)

作業	毎週	6か月ごと	毎年	随時
注入口セプタム、ライナー、および œ リン グの交換				Х
注入口ゴールドシールの交換				Х
GC キャリアガス配管の交換				Х

* サイドプレートの 0- リングとベントバルブの 0- リング以外の真空シールに、グリースアップする必要はありません。他のシールにグリースアップすると、正常に機能しなくなることがあります。

工具および消耗品

必要な工具および消耗品は、シッピングキットに含まれています。その他のも のは、お客様にてご用意ください。メンテナンスの各手順には、その手順に必 要な用具の一覧が書かれています。

高電圧への注意

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

電源コードが機器に入っている場所と電源スイッチの間にある配線やヒューズ

電源スイッチがオンになっている時、以下に電圧が供給されている可能性があります。

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

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

警告本章の手順で指示されていない限り、機器の電源スイッチがオンになっている時や、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、 GC/MSD の内部に触れる必要があります。こうした手順の際に、エレクトロニ クスの安全カバーを取り外さないでください。感電の危険を減らすため、手順 に従うよう注意してください。

高温部分への注意

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

- GC/MSD インターフェイス
- アナライザの部品
- 真空ポンプ
- 注入口
- LTM カラム
- ガードカラムオーブン





動作中のフォアラインポンプに触れるとやけどをする恐れがあります。触れないように安全カバーがついています。

注入口、ガードカラムオーブン、および LTM カラムも非常に高温で動作します。これらの部分にも、同じように注意してください。

化学物質の残留

スプリットベント出口およびパージベント出口は、キャリアガスとともに分析 する高濃度の化学物質を含みます。危険な化学物質を処理する場合、これらの 出口は設置場所外の安全な場所にベントする必要があります。

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

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

警告

オイルトラップは、フォアラインポンプオイルのみを止めます。有毒な化 学物質を止めたり除去することはありません。有毒な溶剤を使用する場合、 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換気ドラフトに排 出してください。

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

警告

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

静電気

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

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

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

注意

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

静電防止の予防策は、100%効果的という訳ではありません。電子回路 基板になる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

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 (表 17 参照)。それには以下のものがあります。

- フォアラインポンプのオイルの確認(毎週)
- キャリブレーションバイアルの確認(6カ月ごと)
- フォアラインポンプをバラストする
- フォアラインポンプオイルを交換する(6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(オイル交換時、標準フォアラインポンプ)
- ドライフォアラインポンプのダイヤフラムをチェックする(通常3年ごと)
- スクロールポンプチップシールを交換する(毎年)

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

その他の作業

Micro イオン真空ゲージの交換といった作業は、必要な場合のみ実行します。 こうしたメンテナンスが必要な場合の症状については、『Agilent 5975T LTM GC/MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』または 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。

その他の情報

真空システムの部品の位置や機能に関して更に詳しく知りたい場合は、 『Agilent 5975T LTM GC/MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を 参照してください。

本章の手順の大半は、『5975T LTM GC/MSD Instrument Utilities DVD』のビデ オクリップで説明されています。

アナライザのメンテナンス

スケジュール

アナライザのコンポーネントは、定期的なメンテナンスを必要としません。た だし、GC/MSD の動作が示す時期に実行する必要がある作業がいくつかありま す。アナライザのメンテナンスが必要になる場合の症状については、『Agilent 5975T LTM GC/MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』マニュアル に記載されています。ChemStation ソフトウェアのオンラインヘルプにあるト ラブルシューティングの項には、より詳細な情報があります。

トラブル防止措置

清潔

アナライザのメンテナンス中は、コンポーネントを清潔に保って下さい。アナ ライザをメンテナンスするには、アナライザを開けたりアナライザから部品を 取り除くことがあります。アナライザのメンテナンス手順では、アナライザま たはアナライザの内部を汚染しないように注意します。アナライザのメンテナ ンス手順を行う場合は常に、清潔な手袋を着用します。洗浄が終わったら、部 品を再び取り付ける前に、完全に焼き出しします。アナライザの部品を洗浄し た後は、清潔な柔らかい布以外のところに置いてはいけません。使用中のイオ ン源を洗浄する場合は、予備の清潔な EI イオン源を取り付けできるようにし ておくことをお勧めします。EI イオン源の洗浄方法については、『Agilent 5975T LTM GC/MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照して ください。

注意 アナライザのメンテナンスが正しく実行されないと、MSD の汚染につ ながる場合があります。

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

一部の部品は静電気により損傷する可能性があります

アナライザコンポーネントと接続している配線、接触部、ケーブルは、接続している電子基板に静電気(ESD)を起こす可能性があります。これは特にマスフィルタ(四重極)と接触しているケーブルに当てはまります。こうしたケーブルは、サイドボードの傷つきやすい部品に ESD をもたらす可能性があります。ESD による損傷は、すぐに故障の原因にはならないかもしれません。しかし徐々に、性能と安定性を低下させます。詳細は、120ページの「静電気」を参照してください。

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電 気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電 防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を取って から(ページ 120 を参照してください)アナライザを開けます。

一部のアナライザ部品は触れてはいけません

マスフィルタ(四重極)は定期的なメンテナンスを必要としません。通常、マ スフィルタには決して触れてはなりません。万一極端に汚染されたら洗浄する ことはできますが、そのような洗浄は必ず弊社カスタマコンタクトセンターに ご依頼ください。HED セラミックインシュレータには決して触れてはいけま せん。

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

その他の情報

アナライザ部品の位置や機能に関して更に詳しく知りたい場合は、『Agilent 5975T LTM GC/MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照して ください。本マニュアルの手順の多くがビデオクリップで説明されています。

メンテナンス方法

注入口、LTM カラムモジュール、ガードカラムオーブン、および GC/MS トラン スファラインのメンテナンス手順を実行する前に、機器を安全な状態にする必要 があります。Agilent では、以下のメンテナンス手順を作成および保管すること を推奨します。下記の方法は次のような利点があります。

- 機器(電子機器、カラムなど)への損傷防止
- ユーザーの怪我を回避(やけど、感電など)
- 他のコンポーネントで動作温度を維持したまま、特定領域でメンテナンス を実行することが可能

注記

注入口を動作温度からメンテナンス方法の設定値まで冷却するには、12 時間 以上かかります。

カラムメンテナンス方法

注入口と MSD 間のキャピラリカラムシステム上でメンテナンス作業を実行する前に、機器の冷却メソッドを作成します。

- LTM カラム温度を 35℃ に設定します。これにより、LTM カラムモジュー ルファンはすばやくカラムを冷却することができます。
- ガードカラムオーブンのヒーターを [オフ] に設定します。
- MSD トランスファラインヒーターを [オフ] に設定します。
- 注入口温度を 35℃ に設定し、注入口ガス流量を 30 cm/s に設定します。
 - LTM カラムが冷却されるのを待ってから、イオン源のカラムキャリアガス流量をオフにします。カラムを取り外す場合には、カラムの両端にキャップを付けてエアーを遮断します。
 - 可能な場合は、不活性キャリアガスの流量を維持してカラムを保護します。
- アナライザフィラメントと EM をオフにします。

メソッド設定値に到達すると、機器は【**レディ**】になります。通常は、次に ヒーターをオフにし、ガス流量を停止して、メンテナンスを実行するよう指示 されます。



LTM カラム、ガードカラムオーブン、GC/MSD トランスファライン、アナラ イザ、および注入口は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがあり ますので注意してください。高温の場合は、耐熱手袋を着用して手を保護 してください。

スプリット / スプリットレス注入口のセプタムを交換するに は



準備するもの

- リントフリー手袋
 - •大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- セプタムの交換
 - ヘッドスペース用セプタムリテナナット(18740-60830)
 - セプタムリテナナット(18740-60835)
 - •11 mm セプタム、高温、低ブリード、50/pk(5183-4757)
 - 11 mm セプタム、穴あき、長寿命、50/pk(5183-4761)
 - Merlin マイクロシールセプタム(高圧)(5182-3444)
 - Merlin マイクロシールセプタム (30 psi) (5181-8815)
- セプタム交換用六角レンチ
- 0-または 00- 等級スチールウール(オプション)
- ・ ピンセット
- スパナ、キャピラリ注入口(オプション)

手順

1 注入口圧力を「0」に設定し、GC がレディになるのを待ちます。

オーブンや 注入口は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがありま すので注意してください。注入口が高温の場合は、耐熱手袋を着用して手 を保護してください。

- 2 セプタムリテナナットまたは Merlin キャップを取り外します。
- 3 ピンセットを使用してセプタムまたは Merlin マイクロシールをリテナ ナットから取り外します。セプタムヘッドの内部をえぐったり引っ掻いた りしないようにします。

警告



4 新しいセプタムまたは Merlin マイクロシールをフィッティングに押し付けます。Merlin マイクロシールの場合、取り扱いは注意して緩やかに押し込んで下さい。Merlin マイクロシールの金属部分の側が下(オーブンの方向)になります。





5 セプタムリテナナットまたは Merlin キャップを取り付け、指で締めます。 Merlin マイクロシールのキャップは付属の取扱説明書を参照下さい。セプ タムリテナナットの場合、C-リングがナットから約1 mm 上に来るまで セプタムリテナナットを締めます。



- 6 分析メソッドを復元します。
- **7** セプタムカウンタをリセットします。

スプリット / スプリットレス注入口のライナーと 0- リング を交換するには



準備するもの

- リントフリー手袋
 - •大 (8650-0030)
 - リ、(8650-0029)
- ・ 交換用 0- リング
 - ・焦げ付き防止フルオロカーボン 0- リング(350 ℃の温度で使用)、 10/pk(5188-5365)
 - スプリットライナー用グラファイト 0- リング(350 ℃ を超える温度で 使用)、10/pk(5180-4168)
 - スプリットレスライナー用グラファイト 0- リング(350 ℃ を超える温度で使用)、10/pk(5180-4173)
- 交換用ライナー
 - スプリット低圧力損失、ガラスウール、シングルテイパー、870µL (5183-4647)
 - スプリットガラスウール、990μL(19251-60540)
 - スプリット マニュアルのみ空ピンおよびカップ、800µL (18740-80190)
 - スプリット マニュアルのみパックドピンおよびカップ、800μL (18740-60840)
 - スプリットレスシングルテイパー、ガラスウール、900μL(5062-3587)
 - スプリットレスシングルテイパー、ガラスウールなし、900μL (5181-3316)
 - スプリットレスデュアルテイパー、ガラスウールなし、800μL (5181-3315)
 - スプリットレス 直接注入 2-mm id、クォーツ、250 μL(18740-80220)
 - スプリットレス 直接注入 2-mm id、250 µL(5181-8818)
 - 直接注入 ヘッドスペースまたはパージおよびトラップ 1.5-mm id、 140 µL(18740-8020)
 - 直接カラム接続シングルテイパー、スプリットレス 4-mm id (G1544-80730)
 - 直接カラム接続デュアルテイパー、スプリットレス 4-mm id (G1544-80700)
- ピンセット
- セプタム交換用六角レンチ

• スパナ、キャピラリ注入口(オプション)

手順

警告

1 注入口ヒーターと流量をオフにします。

オーブンや注入口は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがありま すので注意してください。いずれかが高温の場合は、耐熱手袋を着用して 手を保護してください。

2 固定タブを下にずらします(反時計回り)。セプタムアセンブリをまっすぐに起こし、注入口から離して、ライナーが削られたり壊れたりしないようにします。



3 ピンセットで、0-リングをシール表面から緩めます。



4 ピンセットでライナーをつかみ、引き出します。



 5 ゴールドシールの表面に、グラファイトまたはゴム製セプタムの汚れがないかを確認します。必要に応じて、ゴールドシールを交換します (『Agilent 5975T LTM GC/MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照)。



目に見える汚染がある、または汚染の疑いがある場合は、注入口を洗浄します(『Agilent 5975T LTM GC/MSD Troubleshooting and Maintenance Manual』を参照)。

0-リングの残留物をシーリング表面から洗浄します。

注意 清潔なリントフリー手袋を着用して、汚れや皮脂による部品の汚染を防 ぎます。

- 6 新しい 0- リングを交換用ライナーの上にはめ込みます。
- **7** ライナーを注入口に戻し、ライナーがゴールドシールに触れるまで押し込みます。



- 8 スロットがインサートアセンブリ上に来るようにセプタムアセンブリ下部 にタブを置き、押して接続します。固定タブを上方に戻します。
- 9 注入口をオンにします。注入口または LTM カラムを加熱する前に、注入口 とカラムでキャリアガスを 15 分間パージします。
- 10 分析メソッドを復元します。
- 11 ライナーカウンタをリセットします。
- 12 リークを検査します。

カラム流量パスを焼き出しするには

以下の手順を使用して、注入口、ガードカラム、および LTM カラムモジュー ルの汚染物質を焼き出します。

準備するもの

- リントフリー手袋
 - 大 (8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- ラジオペンチ(8710-1094)
- ガードカラム
- カラムナット(5020-8292)
- フェラル (Vespel)
 - 0.40-mm id、0.25-mm id カラム用(5181-3323)
 - 0.5-mm id、0.32-mm id カラム用(5062-3514)

手順

- LTM モジュールやガードカラムオーブンを冷却するためにメンテナンス用 メソッドをロードします。124ページの「カラムメンテナンス方法」を参 照してください。
- 警告 オーブンにより加熱されたガードカラムまたは内部アクセサリは高温に なっていて、やけどの原因となる恐れがありますので注意してください。 そのいずれかが高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護す るか、または作業を開始する前に部品を冷却します。



注意 清潔なリントフリー手袋を着用して、部品の汚染を防ぎます。

- 2 機器をベントします。76ページの「MSD をベントする」を参照してください。
- 3 MSD ガードカラムを GC/MSD トランスファラインから取り外し、 GC/MSD トランスファラインにキャップを付けます。
- 4 必要に応じて、機器に電源を入れる前に新しいライナーとセプタムを注入 口に取り付けます。
- 5 注入口ガードカラムを取り外し、廃棄するか、またはその後の再利用に向 けてトリムします。
- 6 フェラルで MSD ガードカラムの MSD トランスファラインの端をトリムします。ガードカラムのこの端を注入口に取り付けます。33 ページの「注入 ロガードカラムをスプリット / スプリットレス注入口に取り付けるには」 を参照してください。このコンフィグレーションにより、元の MSD ガー ドカラムが注入口に移動し、LTM カラムモジュールのキャリア流量が逆向 きになります。
- **7** 異なるキャリガス供給に切り替える場合は、ChemStation からコンフィグ レーションしたキャリアガスを変更します。
- 8 カラムが以前有毒化学物質の解析に使用されていた場合は、LTM カラムの 開口端を排気システムに取り付けて、安全な場所にベントします。注入口 のスプリットベントおよびパージベントの出口でも同様です。
- 9 注入口をオンにし、モードをスプリットに、カラム流量を 30 cm/s に設定します。
- 10 リークを検査します。

注意 キャリアガスの流入なしにカラムを加熱しないでください。カラムに損 傷を与えます。

- **11** LTM カラムまたはガードカラムのオーブンを加熱せずに 5 分間キャリアガ スをカラムに流します。
- **12** LTM モジュールドアを閉じます。
- 13 ガードカラムオーブン温度を最高 LTM カラム温度の 10 ℃ 下に設定します。
- **14** LTM カラムの温度を 5 ℃ /min の割合で、使用する分析温度の最高値より 10 ℃ 高い温度まで上げます。
- 15 LTM カラム温度が 80 ℃ を超えたら、5 µL のメタノールを注入口に注入します。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 インターフェイスにカラムを取り付けてください。

最高カラム温度を超えないようにします。

16 カラム流量を 30 cm/s にし、使用する分析温度の最高値より 10 ℃ 高い温 度で1時間維持します。



注意

オーブンにより加熱されたガードカラムまたは内部アクセサリは高温に なっていて、やけどの原因となる恐れがありますので注意してください。 そのいずれかが高温になっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護す るか、または作業を開始する前に部品を冷却します。

- **17** LTM モジュールやガードカラムオーブンを冷却するためにメンテナンス用 メソッドをロードします。124 ページの「カラムメンテナンス方法」を参 照してください。
- 18 取り付けた注入口ガードカラムを LTM カラムモジュール注入口ユニオン に取り付けます。
- 19 新しい MSD ガードカラムを MSD トランスファラインと LTM カラム出口 ユニオンの間に取り付けます。38ページの「MSD ガードカラムを GC/MSD インターフェイスに取り付けるには」および 52 ページの「LTM CFT ユニオンにガードカラムを取り付けるには」を参照してください。
- 20 機器を真空排気します。74ページの「真空排気」を参照してください。
- 21 注入口をオンにし、モードをスプリットレスに、カラム流量を 30 cm/s に 設定します。
- 22 リークを検査します。
- 23 メソッドに水素キャリアガスが必要な場合は、機器からの現在のキャリア ガス供給を切断し、水素供給をアタッチします。水素供給ラインを開く前 に、アナライザが真空状態であること、および真空ポンプが動作している ことを確認します。ChemStationから、コンフィグレーションしたキャリ アガスを水素に変更します。
- **24** 30 cm/s のカラム流量で、5 ~ 10 分待ってから LTM カラム温度を低いスタ ンバイ温度に高めます。
- 25 分析メソッドを復元します。

スプリット / スプリットレス注入口から汚染物質を焼き出す には

以下の手順を使用して、主にスプリットベントラインを通じて注入口の汚染物 質を焼き出します。

準備するもの

- リントフリー手袋
 - 大(8650-0030)
 - 小 (8650-0029)
- ラジオペンチ(8710-1094)
- ガードカラム
- カラムナット(5020-8292)
- フェラル (Vespel)
 - 0.40-mm id、0.25-mm id カラム用(5181-3323)
 - 0.5-mm id、0.32-mm id カラム用(5062-3514)

手順

- 1 注入口をスプリットモードに設定します。
- 2 カラム流量を通常の動作値に設定するか、またはキャピラリカラムガス速度を 30 cm/s に設定します。
- 3 注入口スプリットベント流量を 200 mL/min に設定します。
- 4 LTM カラムを加熱する前に、キャリガス流量で 10 分間以上カラムをパージします。
- 5 注入口温度を 300 ℃、または通常の動作温度より 25 ℃ 高い温度に設定します。
- 6 ガードカラムオーブン温度を、カラム製造元の推奨する最高カラム温度に 設定します。
- 7 LTM カラムをメソッドの最終カラム温度より 25 ℃ 高い温度に設定して、 カラムから汚染物質を焼き出します。カラム製造元の最高温度制限を超え ないようにしてください。
- 8 これらのシステム温度と流量を 30 分間維持します。
- 9 分析メソッドを復元します。

EI イオン源を取り外すには

警告 LTM カラム、ガードカラムオーブン、GC/MSD トランスファライン、および注入口は高温になっていて、やけどの原因となる恐れがありますので注意してください。高温の場合は、耐熱手袋を着用して手を保護してください。

準備するもの

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

手順



- 1 MSD をベントします。99 ページの「MSD をベントするには」を参照して ください。
- アナライザのサイドプレートを開けます。102ページの「アナライザを開けるには」を参照してください。

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

3 イオン源から出ている 7本のケーブルを外します。ケーブルを必要以上に 曲げないでください(図 31、表 18)。

表18 イオン源のケーブル

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

ワイヤー の色	接続先	リード線の番号
赤	リペラ	1
黒	フィラメント 2 (下部側のフィ ラメント)	2

表18 イオン源のケーブル(続き)

注意

ケーブルを引き抜く場合は、コネクタ部分を握って引き抜いてください。

- 4 イオン源ヒーターと温度センサーから、ボードにささっているケーブルを 抜きます。
- 5 イオン源を適切な位置に留めているつまみねじを外します。
- 6 イオン源をラジエータから外します。

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



図31 イオン源の取り外し

A

EI イオン源を再び取り付けるには

準備するもの

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

手順

- 1 イオン源を、ソースラジエータの中へ入れます(図 32)。
- 2 イオン源のつまみねじを取り付け、手で締めます。つまみねじを締めすぎ ないでください。
- 3 "アナライザを閉じるには"で示されているように、イオン源のケーブルを 接続します。アナライザのサイドプレートを閉じます。



4 MSD を真空排気します。ページ 109 を参照してください。

図32 EI イオン源の取り付け



© Agilent Technologies, Inc. Printed in USA, December 2010