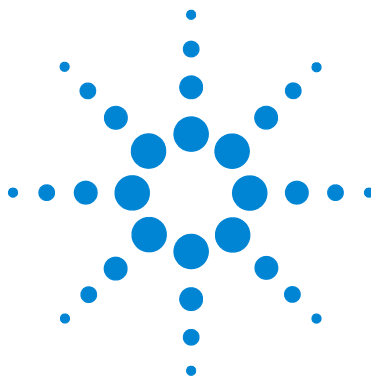




# **Agilent JetClean OpenLAB 用**

操作マニュアル



**Agilent Technologies**

## 注意

© Agilent Technologies, Inc. 2017

本マニュアルの内容は米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、本書の一部または全部を複製することはいかなる形態や方法（電子媒体への保存やデータの抽出または他国語への翻訳など）によっても禁止されています。

## マニュアル番号

G7077-96118

## エディション

第1版、2017年9月

Printed in USA

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

## 保証

このマニュアルの内容は「現状有姿」提供されるものであり、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。Agilent は、法律上許容される最大限の範囲で、このマニュアルおよびこのマニュアルに含まれるいかなる情報に関しても、明示黙示を問わず、商品性の保証や特定目的適合性の保証を含むいかなる保証も行いません。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、使用または実行に関連して生じた過誤、付随的損害あるいは間接的損害に対する責任を一切負いません。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、このマニュアルの内容に対する保証条項がここに記載されている条件と矛盾する場合は、別に合意された契約の保証条項が適用されます。

## 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、製品の破損や重要なデータの損失に至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至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。

# 目次

## 1 はじめに

|                                       |    |
|---------------------------------------|----|
| 一般的な概念                                | 6  |
| 2つのオペレーションモード                         | 7  |
| どちらのモードを使用するのがいいのか                    | 8  |
| OpenLABでのMSのコンフィグレーション                | 9  |
| JetCleanを使用するCIイオン源のコンフィグレーション        | 12 |
| JetCleanを使用するHESまたはEIイオン源のコンフィグレーション  | 13 |
| JetCleanを使用しないHESまたはEIイオン源のコンフィグレーション | 14 |

## 2 クリーニングのみモード

|                                    |    |
|------------------------------------|----|
| 概念                                 | 16 |
| サンプルのバッチ後にクリーニングのみモードを実行する<br>- 概念 | 20 |
| 各サンプルの分析後にクリーニングのみモードを実行する<br>- 概念 | 21 |
| パラメータ（設定値）を最適化する                   | 21 |
| JetClean クリーニングのみメソッドの作成と実行        | 29 |

## 3 測定とクリーニングモード

|                             |    |
|-----------------------------|----|
| 概念                          | 36 |
| JetCleanを測定とクリーニングモードで実行    | 37 |
| JetClean測定とクリーニングメソッドの作成と実行 | 38 |

## 4   トラブルシューティング

|                         |    |
|-------------------------|----|
| 一般的なトラブルシューティング         | 44 |
| JetClean をトラブルシューティングする | 45 |

## 5   ハードウェア

|                   |    |
|-------------------|----|
| 使用目的              | 48 |
| サポートするシステム        | 48 |
| システム操作とメンテナンス     | 49 |
| 一般的な警告            | 49 |
| 水素供給配管            | 50 |
| 機器に関する警告          | 51 |
| 操作上の注意事項          | 52 |
| 水素配管              | 53 |
| 一般的な推奨事項          | 53 |
| 水素ガス用の供給配管        | 54 |
| 水素供給システム          | 54 |
| レギュレータとガス供給配管間の接続 | 55 |
| 水素供給フィルターを交換する    | 56 |
| イオン源を手作業で洗浄する     | 57 |
| 設置場所での一般的な注意事項    | 57 |



# 1 はじめに

|                                            |    |
|--------------------------------------------|----|
| 一般的な概念                                     | 6  |
| 2つのオペレーションモード                              | 7  |
| どちらのモードを使用するのがいいのか                         | 8  |
| OpenLAB での MS のコンフィグレーション                  | 9  |
| JetClean を使用する CI イオン源のコンフィグレーション          | 12 |
| JetClean を使用する HES または EI イオン源のコンフィグレーション  | 13 |
| JetClean を使用しない HES または EI イオン源のコンフィグレーション | 14 |

Agilent JetClean システムを使用することで、イオン源洗浄が必要になるまでの、処理できるサンプルの数を大幅に増やすことができます。この章では、JetClean システムの仕組みに関する簡単な概念について説明します。



### 一般的な概念

**JetClean** プロセスでは、フィラメントが電子を放出している間に極微量の水素ガスをイオン源に導入することで、反応性の高い水素イオン種を生成します。このプロセスを実行することで、条件と汚染の性質に応じて、イオン源から汚染が除去されます。その結果：

- バックグラウンドの低減（化学的ノイズ）
- （汚れにより）低下した化合物検出能力を回復することができる
- イオン源洗浄の回数を減らすことができる

ただし、時間の経過に伴い、反応性の低い汚染物質はイオン源の光学系に蓄積していくので、**JetClean** プロセスを行ってもイオン源を手動でクリーニングする必要は発生します。しかし、**JetClean** プロセスを使用することにより、このマニュアル処理の頻度をはるかに少なくすることができます。

## 2つのオペレーションモード

JetClean プロセスには以下の2つのモードがあります。

- **クリーニングのみモード** – このモードでは、サンプルを分析した後に水素をシステムに導入します。このモードを使用する場合、既存のサンプル分析のメソッドはそのまま変更せずに、JetClean プロセスで使用するメソッドを新しく作成してください。
- **測定とクリーニングモード** – このモードでは、GC/MS EI によるサンプル分析と同時に、少量の水素をイオン源に導入することで、汚染物質を除去、低減させます。このモードを使用する場合、既存の測定メソッドを変更して、アプリケーションに影響しないような低流量の水素を設定してください。

各モードには、以下にあげるシステムの条件に基づく、長所と短所がそれぞれあります。

- 分析するサンプルとそれらのクリーンアップ、汚染、マトリックスの度合
- ターゲットとする分析対象物
- 既存の標準の操作手順
- 現在のワークフローまたはサンプルバッチ

JetClean を使用していくうちに明らかになるその他の検討事項もあります。

## どちらのモードを使用するのがいいのか

どちらの **JetClean** モード（クリーニングのみを行うのがいいのか、または測定とクリーニングを行うのがいいのか）について最適な判断を下すには、システムに固有の変数（サンプルタイプやクリーンアップの有効性、分析対象物の化学的性質など）を考慮し、各モードがワークフローに及ぼす影響について評価する必要があります。

それぞれの状況は異なりますが、考慮すべき主な項目をいくつか以下に記載します。

### 1 どのような化合物を分析するか？

酸素、窒素、硫黄、またはリンを含む**極性化合物**は、**JetClean** プロセスにより供給される微量（少量）の水素と反応して、検出限界やスペクトル一致を低下させる場合があります。この場合、測定とクリーニングモードは妥当でない場合があります。クリーニングのみモードのほうが良好なソリューションである可能性があります。

一方、**無極性化合物**、およびその他の高度に安定した化合物（PAH、PCB など）は、水素中での反応性は限られたものであるため、測定とクリーニングモードを用いると有効であると思われます。

### 2 標準の操作手順を変更する必要があるか？

測定とクリーニングモードを使用する場合、サンプル分析時に水素を組み込むので、GC/MS 分析メソッドを変更することが必要となります。メソッドがすでに検証してある SOP に含まれている場合は、SOP の変更および再検証が必要となる場合があります。

一方で、クリーニングのみモードでは新規に測定メソッドを作成する必要はありませんが、社内のオペレーションによっては、システムメンテナンス SOP にクリーニングのみのメソッドを追加する必要があります。ただし、既存の測定メソッドと SOP は変更しないため、再検証する必要はありません。

## OpenLAB での MS のコンフィグレーション

以下の手順で、MS 機器をコンフィグレーションします。

- 1 コントロールパネルで MS を追加します。
- 2 機器の電源が入っており、OpenLAB コントロールパネルと同じネットワークに接続されていることを確認します。
- 3 コントロールパネルで、機器を選択し (図 1 では GCMS 12)、**[機器コンフィグレーション]** をクリックします。



図 1 OpenLAB コントロールパネル

- 4 **[Agilent 597x MSD]** をダブルクリックしてから、**[Agilent 597x MSD (未設定)]** をダブルクリックします。(図 2 を参照してください)。コンフィグレーションボックスが表示されます。(10 ページの図 3 を参照してください)。

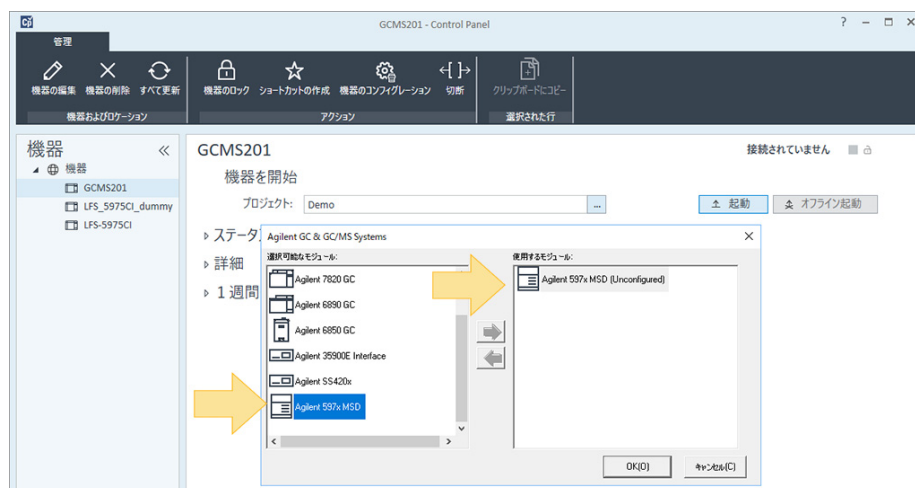
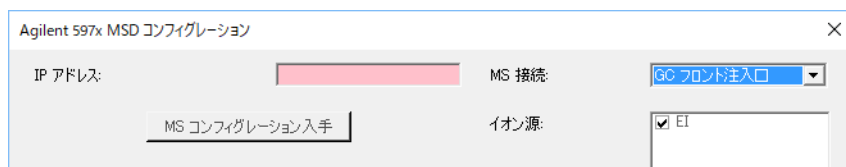


図 2 機器のコンフィグレーションコントロールパネル

## 1 はじめに

- 5 強調表示されているボックスに、機器の **IP アドレス** を入力します。



The dialog box titled "Agilent 597x MSD コンフィグレーション" contains the following fields and controls:

- IP アドレス:** A text input field with a red highlight box.
- MS 接続:** A dropdown menu showing "GC フロント注入口".
- イオン源:** A list box with "EI" selected and checked.
- MS コンフィグレーション入手:** A button.

図 3 コンフィグレーションボックス

- 6 **[MS コンフィグレーション入手]** をクリックします。
- 7 カラムが適切な注入口にコンフィグレーションされていることを確認してください。GC が MS と一緒にコンフィグレーションされていない場合は、このボックスでは **[その他]** を必ず選択してください。
- 8 機器に現在取り付けられている **イオン源** を選択します (EI、CI、HES)。
- 9 アナライザのサイドドアに記載された **四重極の DC 極性** が、このイオン源に対して正しいことを確認します。
- 10 **[ガスコントロールのコンフィグレーション]** をクリックして、コントローラタイプとガスコンフィグレーションを定義します。(図 4 を参照してください)。



The dialog box titled "Agilent 597x MSD コンフィグレーション" is shown with the "ガスコントロールのコンフィグレーション" tab selected. The fields and controls are as follows:

- IP アドレス:** Text input field containing "130.27.109.106".
- MS 接続:** Dropdown menu showing "GC フロント注入口".
- イオン源:** List box with "EI", "CI", and "HES" (checked).
- MS コンフィグレーション入手:** Button.
- モデル:** Text input field containing "5977".
- シリアル番号:** Text input field containing "US1438N502".
- ファームウェアバージョン:** Text input field containing "5977: 6.00.34".
- 四重極の DC 極性:** Dropdown menu showing "ポジティブ (+)".
- ガスコントロールのコンフィグレーション:** Tab label.
- その他:** Text area containing hardware details:
  - スマートカード: SC88
  - メインボード: 5977 MAINBOARD
  - サイドボード: 5975HL SIDEBOARD
  - 真空タイプ: ターボ
  - 真空ゲージ: HIVEGAUGE
  - アプリ: LOG02,121,51,2,CAL, Brian#255
- ゲージ:** Table with 2 columns: "ゲージ" and "圧力単位".

| ゲージ    | 圧力単位  |
|--------|-------|
| フォアライン | mTorr |
| 高真空    | Torr  |

Buttons at the bottom: OK, キャンセル, ヘルプ.

図 4 ガスコントロールのコンフィグレーション

- 11** 表示される [ガスコントロールのコンフィグレーション] ダイアログは、イオン源に基づいています。

イオン源のコンフィグレーションの詳細については、以下のいずれかを参照してください。

- 12 ページの「**JetClean** を使用する **CI** イオン源のコンフィグレーション」
- 13 ページの「**JetClean** を使用する **HES** または **EI** イオン源のコンフィグレーション」
- 14 ページの「**JetClean** を使用しない **HES** または **EI** イオン源のコンフィグレーション」

- 12** ガスコントロールのコンフィグレーションを完了すると、再度この画面に戻ります。**[OK]** をクリックして、コンフィグレーションを完了します。

## JetClean を使用する CI イオン源のコンフィグレーション

CI イオン源の場合、図 5 に示すようなダイアログが表示されます。**JetClean 機能を使用するために機器をコンフィグレーションするには：**

- 1 **【JetClean - EI/CI システム】** が自動的に選択されます。**【なし】** と **【JetClean - EI システム】** は利用できません。
- 2 **【チャンネル A】** に対して、CI 試薬ガスを選択します。
- 3 **【チャンネル B】** に対して、以下を選択します。
  - **JetClean システムを使用する場合は【水素】。**
  - JetClean システムを使用しない場合は**その他の** CI 試薬ガス。
- 4 チャンネル B に対して **【水素】** を選択した場合、アクティブでない場合に水素ガスをシャットオフにするまでの時間を分単位で入力します。（この例では 10 分を示しています。）
- 5 チャンネル A または B で **【その他】** を選択した場合、適切なガス名を所定の場所に入力します。
- 6 **【OK】** をクリックして、**【597xMSD のコンフィグレーション】** ダイアログに戻ります。

ガスコントロールのコンフィグレーション

コントローラタイプ

☐ なし  
☐ JetClean - EI システム  
☒ CI/JetClean - EI/CI システム

ガスコンフィグレーション

チャンネル A ガス:  その他:

チャンネル B ガス:  その他:

機器がアクティブでない場合、水素ガスをオフにするまでの時間 (分):

図 5 コントローラタイプ - CI/JetClean - EI/CI システム

## JetClean を使用する HES または EI イオン源のコンフィグレーション

イオン源が EI または HES の場合、以下のようなダイアログが表示されます。  
**JetClean 機能を使用するために機器をコンフィグレーションするには：**

- 1 **【JetClean - EI システム】** を選択します。ガスコンフィグレーションが自動的に変更され、チャンネル A は **【なし】**、チャンネル B は **【水素】** にコンフィグレーションされます。これらは変更できません。(図 6 を参照してください)。
- 2 アクティブでないときに水素ガスをシャットオフにするまでの時間を分単位で入力します。(この例では 10 分を示しています。)
- 3 **【OK】** をクリックして、**【597xMSD のコンフィグレーション】** ダイアログに戻ります。

ガスコントロールのコンフィグレーション

コントローラタイプ

☐ なし

☒ JetClean - EI システム

☐ CI/JetClean - EI/CI システム

ガスコンフィグレーション

チャンネル A ガス  その他

チャンネル B ガス  その他

機器がアクティブでない場合、水素ガスをオフにするまでの時間 (分)

OK キャンセル ヘルプ

図 6 コントローラタイプ - JetClean EI システム

# JetClean を使用しない HES または EI イオン源のコンフィグレーション

イオン源が EI または HES の場合、以下のようなダイアログが表示されます。  
**JetClean 機能を使用しないで動作する機器をコンフィグレーションするには：**

- 1 **【なし】** を選択します。チャンネル A とチャンネル B のコンフィグレーションオプションは **【なし】** に設定され、変更できません。(図 7 を参照してください)。
- 2 **【OK】** をクリックして、[597xMSD のコンフィグレーション] ダイアログに戻ります。

ガスコントロールのコンフィグレーション

コントローラタイプ

☒ なし

☐ JetClean - EI システム

☐ CI/JetClean - EI/CI システム

ガスコンフィグレーション

チャンネル A ガス  その他

チャンネル B ガス  その他

機器がアクティブでない場合、水素ガスをオフにするまでの時間 (分)

OK キャンセル ヘルプ

図 7 コントローラタイプ - なし



## 2 クリーニングのみモード

概念 16

サンプルのバッチ後にクリーニングのみモードを実行する -

概念 20

各サンプルの分析後にクリーニングのみモードを実行する -

概念 21

パラメータ（設定値）を最適化する 21

JetClean クリーニングのみメソッドの作成と実行 29



## 2 クリーニングのみモード

### 概念

JetClean の**クリーニングのみ**モードは、標準的なサンプル測定から独立しており、サンプル測定メソッドとは異なる別のメソッドを使用します。既存のサンプル測定メソッドを変更する必要はありません。

JetClean の**クリーニングのみ**モードでは、JetClean **クリーニングのみ**メソッドを実行するまでの、測定サンプル数と JetClean メソッドで適用するパラメータの調査が必要となります。一般的に、すべての分析で以下のような傾向があります。システムに汚れがなく漏れもない場合、サンプルを分析しても化合物レスポンス、検出限界（化合物の検出能力）は適切なままです。しかし、ある時点で検出限界が低下し始め、メンテナンスが必要となります。セプタムやライナの交換、カラムを切る、フェラルを締めなおすなどを行うことなどのメンテナンスを行うことにより検出限界は回復します。オートチューニングファイルを注意深く検討することで、漏れ以外のイオン源固有の問題や、GC 関連の問題を確認できます。通常、このタイミングで、イオン源の焼き出しや、ゲイン係数の更新、手作業でのイオン源洗浄を行う必要があります。システムがこの段階に達する前に、短時間の簡単な JetClean **クリーニングのみ**メソッドを実行することで、イオン源の劣化を防止することができます。つまり、JetClean **クリーニングのみ**メソッドは、イオン源の焼き出しに類似した、汚染を除去するための追加ツールとして考えることができます。JetClean **クリーニングのみ**メソッドは、焼き出しのみを行うよりもはるかに効果的です。この状況の説明を 16 ページの図 8 に示しています。

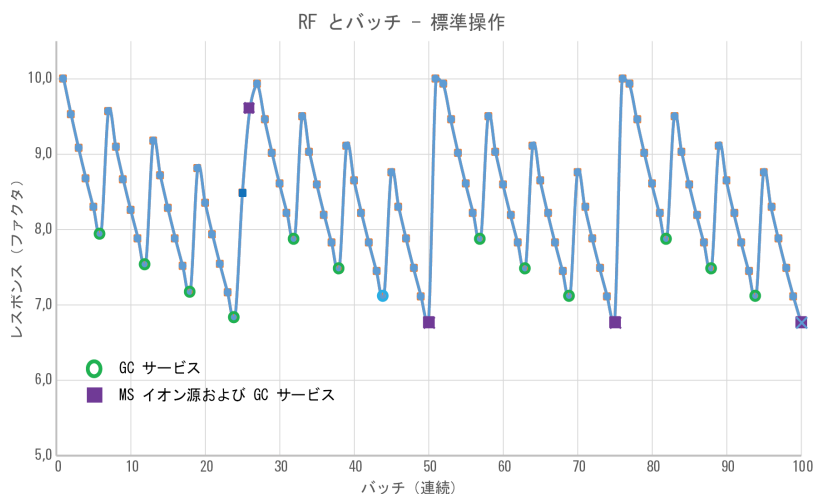


図 8 レスポンスファクタとバッチ - 標準のオペレーション条件

図 8 は、連続的なサンプルバッチを実行している際の、標準サンプルのレスポンス結果に対する分析状況を示しています。左から右へ、サンプルバッチ数が増加するのに伴い、一番最初 (バッチ 0) から 6 つめのバッチにむかって、レスポンス (ファクタ) に明らかな減少が見られます。6 セットのバッチの間に、レスポンスは 20% 以上低下します。これは、GC のメンテナンスが必要であることを示しており、それが図中では (緑色の) 円で示されています (カラムバックフラッシュは使用していないと仮定しています)。

GC のメンテナンス後にレスポンスは戻りますが、元の値には戻りません (バッチ 0 の 10 までしか戻りません)。これは、イオン源 (とそれが起因して) レスポンスにある程度の劣化が生じたことを表しています。

さらに 6 セットのバッチのデータ取り込みと GC のメンテナンスを実施 (バッチ 12) します。同じ作業をバッチ 18 からバッチ 24 まで繰り返します。

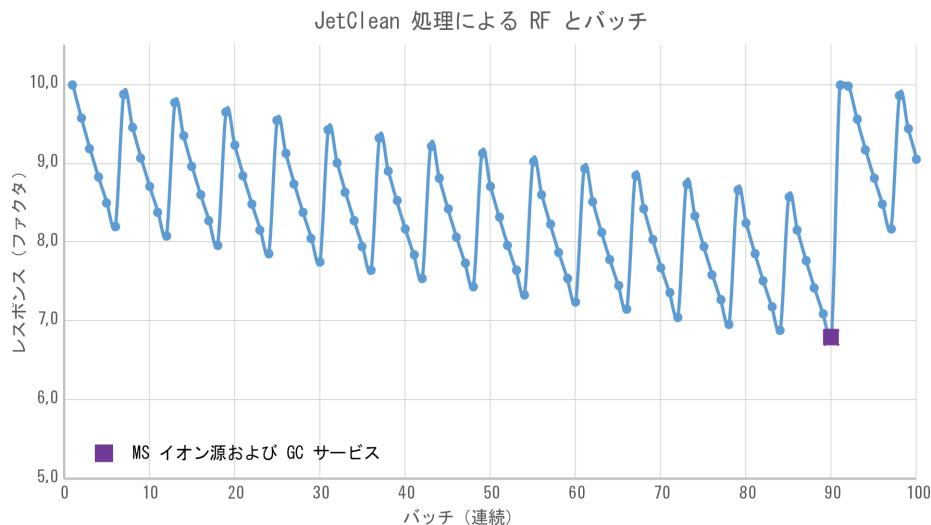
バッチ 24 でメンテナンスをした後のバッチ 25 では、最初のレスポンスより 15% 以上低いレスポンスを示します。これは許容範囲外と見なされるため、MS をベントし、イオン源のクリーニングを行っています。バッチ 26 の四角いマーカーがこれを意味します。

イオン源のレスポンスはほぼ戻ります。継続的に注入してみると、バッチ 0 の最初のレスポンスまで戻ります。

レスポンスが減少するので、6 セットのバッチごとに GC のメンテナンスを行います。そして、GC のメンテナンスと MS のイオン源クリーニングの両方を実行するまで (バッチ 50、75 など)、そのレスポンスは減少しつづけます。

図 9 は、前と同じ状況で、各バッチ後に JetClean クリーニングのみモードを実行した状況を示しています。

## 2 クリーニングのみモード



**図 9** レスポンスファクタとバッチ - 各バッチ後に JetClean クリーニングのみモードを実行

この場合も GC のメンテナンスが 6 バッチごとに必要ですが（示していませんが、図から前と同様なことが確認できます）、GC と MS のメンテナンスはバッチ 90 まで不要です。25 バッチごとから 90 バッチへと、MS のメンテナンス回数が大幅に減少しています。これは、JetClean を使用する利点を示しています。

このコントロールチャートのアプローチは、幅広く適用されているものですが、厳密に正しいものではなく、誤解を招く場合もあることに中注意してください。シグナル/ノイズ（SN 比）が良好な指標ではないのと同様に、このアプローチはメソッドの検出限界を重視したアプローチに置き換える必要があります。

サンプル数とメンテナンスが必要になる頻度の調査結果に応じて、JetClean クリーニングのみモードは以下のように実施することができます。

- サンプルのバッチの実行後
- シングルサンプルの分析後（サンプル測定直後に、このようなパフォーマンスの低下が確認された場合）

次の章では、この概念についてもう少し詳しく説明します。調査テストを行うことで、特定のサンプルタイプを分析する場合、手作業でのイオン源の洗浄サイクルをどれだけ延長できるかのソリューションを決定するのに役立ちます。

JetClean は適切なサンプル準備などの作業や、漏れなどの GC の問題のメンテナンスに代わるものではないことを認識することが重要です。そして、バックフラッシュ (Agilent G1472A Universal GC/MS PCT Backflush Kit) を実施することも検討してください。バックフラッシュは、イオン源の化合物検出限界の低下を防止することについて、大きな信頼性を得ています。

# サンプルのバッチ後にクリーニングのみモードを実行する - 概念

サンプルのバッチの実行後に JetClean **クリーニングのみ**モードを適用するための一般的な手順について説明します。

- 1 標準の JetClean **クリーニングのみ** 測定メソッドを作成します。  
最も簡単なコンディショニングメソッドから開始します。これについては以下で説明します。
- 2 標準のサンプル測定メソッドで通常通り、サンプルを分析します。
- 3 シグナルロスやバックグラウンドノイズが確認されたら、標準のトラブルシューティングルーチン（GC ライナーおよびカラムのメンテナンス、リークテスト、ゲイン係数の更新、アナライザの焼き出し、オートチューニングなど）を実行します。（43 ページの「トラブルシューティング」を参照してください）。
  - a ルーチンのトラブルシューティングやメンテナンス後に、シグナルが回復するか、バックグラウンドノイズが除去された場合、サンプル分析を通常通り再開します。
  - b トラブルシューティングによって結果が改善しなかった場合は、JetClean **クリーニングのみ**メソッドを実行します。
- 4 JetClean **クリーニングのみ**メソッドを実行したら、サンプルを分析して、JetClean の適用がどのくらい効果があったかを確認します。
  - a 満足できる水準まで結果が改善した場合、サンプル分析を通常通り再開します。
  - b 結果は改善したが十分ではない場合は、JetClean **クリーニングのみ**メソッドの設定値をごくわずかに調整し、JetClean メソッドを再度実行します。（たとえば、水素流量、継続時間を増やします。）
  - c 結果がさらに悪化した場合、手作業でイオン源洗浄を行うタイミングかもしれません。クリーニングしたイオン源に共通の別の問題である可能性もあります。これについては後で説明します。

「結果」とは、システムが対象化合物（シグナルのみでも S:N でもありません!）を検出する能力や、スペクトルの信頼性、システムのバックグラウンドなどの検討事項を指すことを覚えておいてください。

## 各サンプルの分析後にクリーニングのみモードを実行する - 概念

一般的に、各サンプルの分析後に JetClean **クリーニングのみ** モードを実行するには、以下のことを行います。

- 1 各サンプルの分析後に実行する、ごく短時間の JetClean **クリーニングのみ** メソッドを作成します。
- 2 サンプル 1 を標準のサンプル測定メソッドで通常通り分析します。
- 3 JetClean メソッドを実行します。
- 4 サンプル 2 を通常通り分析します。
- 5 JetClean メソッドを実行します。
- 6 検出限界を改善する必要があるまで、JetClean メソッドの実行と標準サンプルの分析を交互に行います。
- 7 検出限界が下がってきたら、標準のトラブルシューティングとメンテナンスルーチン（リークテスト、ゲイン係数の更新、焼き出し、オートチューニング）を実行します。（43 ページの「トラブルシューティング」を参照してください）。
  - ・ **結果が改善した場合**、上記の通りに、サンプル分析と JetClean メソッドの実行を交互に再開します。
  - ・ **結果が改善しなかった場合**、イオン源をマニュアルでクリーニングするか、JetClean メソッドの水素流量を変更してみてください。

## パラメータ（設定値）を最適化する

水素はフィラメントに対して刺激が強いことがあるため、JetClean **クリーニングのみ** メソッドではフィラメント 2 を使用し、フィラメント 1 は分析用フィラメントとします。（CI 操作では、フィラメントは 1 つしか使用できません。）

イオン源の損失を最小限に抑えて最良のサンプルスループットを得るために、JetClean **クリーニングのみ** メソッドの開発時に、最適な結果を得るために複数のパラメータを調整、テスト、および再調整します。これらのパラメータには以下のものがあります。

- ・ 継続時間
- ・ 水素流量
- ・ エミッション
- ・ イオン源温度

## 2 クリーニングのみモード

- JetClean を行うまでに処理するサンプルの数
- サンプルのタイプ
- その他

水素流量を最小限に抑えながら、良好な結果が得られるようにすることが重要です。効果的であると考えられる最小の設定を用いて開始してください。結果が満足のいくものでない場合、流量を増加して再テストしてください。

- 水素が少なすぎると、イオン源が十分にクリーニングされません。
- 水素が多すぎると、イオン源が「オーバーコンディショニング」されます。これについては後で検討します。

**クリーニングのみ**プロセスを、マニュアルで、またはシーケンスで実行されるメソッドとして適用すると、コンディショニングプロセスのスキャンデータファイルが作成されます。このデータファイルには、コンディショニングの度合についての見解が得られる貴重な情報が含まれます。

### 注記

このスキャンデータを機器に適した範囲にわたって取り込みを行うように、メソッドを設定しなければなりません。これについて以下で説明しています。

図 10 は、5977B で HES イオン源を使用して測定された、JetClean クリーニングのみデータファイルの EIC の例を示しています。55、57、91 の抽出イオンは、バックグラウンドの汚染を示すイオンです。55 と 57 は炭化水素、91 は芳香族を表しています。

これらのイオンは、すべてのイオン種がまったく同じ動きや、最初と最後のアバンダンスを有しているわけではないことを示しています。使用する化合物や分析に適した処理を決定することができます。

1.5 分以下に迅速で簡単な処理を行う、3.5 分以降により広範囲に処理を行う、またはさらに長時間の処理を行う、といった選択が可能です。パラメータを操作することで、短時間の処理でさまざまな度合の汚染を除去することができます。

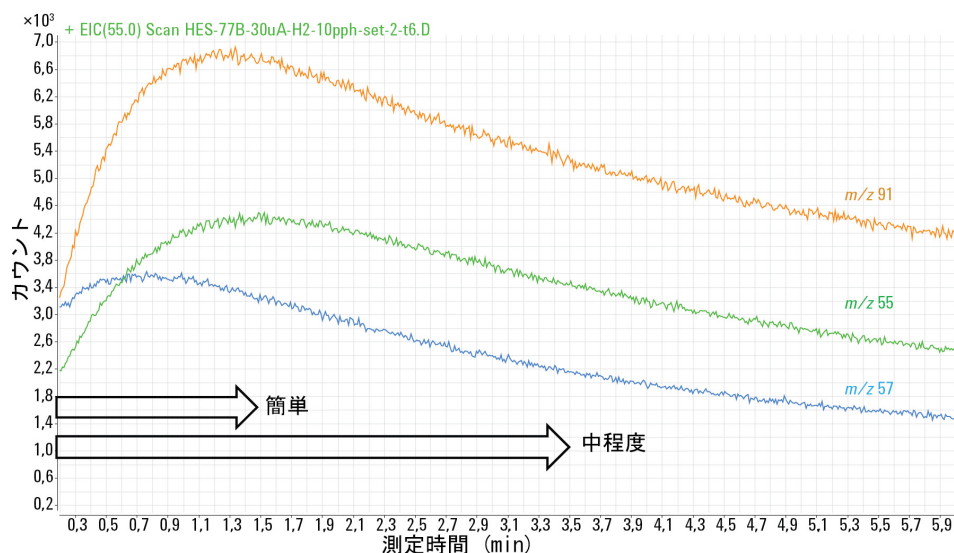


図 10 5977B SQ-HES の場合の 0 分 ~ 6 分間の JetClean クリーニングのみモードの EIC

## 2 クリーニングのみモード

これを調査するためのアプローチを、以下で順番に説明しています。

まず、デフォルトパラメータで開始し、汚染されたイオン源を処理してからオペレーションを続けます。処理が不十分であると判断されたら、最初に処理時間を延長します。約 10 分の実行時間まで時間を増やしていきます。この段階で処理時間が長くなりすぎているため、時間を 1 分か 2 分短くし、水素流量を 2 倍または 3 倍に増やします。水素流量の設定値が、そのイオン源タイプに対して推奨される最大流量の半分近くになるまで、この作業を続けます。次に、処理時間と流量を元の値まで減らして、エミッションを増加させます。

最後に実施するパラメータとして、イオン源温度を上昇させます。これは、非常に処理しにくい堆積物を除去するのに役立ちますが、イオン源を動作温度まで冷却させる必要があるため、処理に時間がかかることから、通常は最後に行う手段としてください。

標準の手作業でのイオン源洗浄と同様に、アナライザが安定するまでにかかる時間を設定します。手作業でのイオン源洗浄後に行うプロセスは焼き出しと再チューニングですが、**JetClean クリーニングのみ**モードの場合は、他にも追加のアプローチがあります。このうち最もうまくいくものが「アナライザに注入する」方法です。安定化時間を長く設定する代わりに、安定時間を短く設定し、標準またはマトリックスの複数回注入を行ったり、分析対象物の保護剤（農薬アプリケーションと同様に）を追加して、システムを安定させます。このプロセスが終了して、サンプルバッチが実行されるまえに、チューニングを再度実行する必要があります。

イオン源を「オーバーコンディショニング」する可能性があり、この結果、GC の問題とは関連しない化合物のピークテーリングが発生する可能性があります。これらの状況や **JetClean クリーニングのみ** パラメータに注意して、こうした状況が発生しないようにしてください。

25 ページの表 1、26 ページの表 2、27 ページの表 3 に、デフォルトおよび重要なパラメータの範囲が示されています。**JetClean 「クリーニングのみ」** メソッドを開発する際は、これらの表を参照してください。

表 1 5975、5977A/B、7000A、7000B、7000C、7000D の JetClean パラメータの範囲

| パラメータ /<br>開始設定値                         | 下限値         | 上限値            | コメント                                                                                                                         |
|------------------------------------------|-------------|----------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 水素流量 :<br>クリーニングのみ<br>モード<br>0.67 mL/min | 0.13 mL/min | 3.52           | 流量ステップは 0.069 sccm 単位です。<br>標準の 3 mm のドロアアウトレンズコン<br>フィギュレーションでは、どのような<br>「クリーニングのみ」の設定値でも 3.5<br>mL/min を超えないようにしてくださ<br>い。 |
| エミッション (μA)<br>10 μA                     | 10          | 35             | エミッションと水素流量を増加させる<br>ことは、イオン源クリーニングに最も<br>大きな効果があります。時間を短くし<br>たい場合、これら 2 つのパラメータを<br>増加させます。                                |
| 継続時間 (分)<br>1 min                        | 1 min       | 120            | 上限値は高い値ですが、JetClean にお<br>ける長所は時間の節約であることから、<br>より短い時間で実行できるパラ<br>メータを調査することをお勧めしま<br>す。                                     |
| イオン源温度<br>チューニングファ<br>イルでの設定値を<br>使用。    | 150 °C      | 350 °C         | 測定メソッドのチューニングファイル<br>のイオン源温度で開始することで、時<br>間が節約できます。<br>四重極温度の場合も同じです。                                                        |
| 水素流量 : 測定と<br>クリーニングモー<br>ド 0.13         | 0.13 mL/min | 0.49<br>mL/min | 大部分のアプリケーションでは、測定<br>とクリーニングモードの場合は非常に<br>低い設定を使用し (<0.5 mL/min)、この<br>パラメータを少しずつ増やしていきま<br>す。                               |

## 2 クリーニングのみモード

表 2 5977B HES および 7010 HES JetClean パラメータの範囲

| パラメータ /<br>開始設定値                         | 下限値         | 上限値            | コメント                                                                                     |
|------------------------------------------|-------------|----------------|------------------------------------------------------------------------------------------|
| 水素流量 :<br>クリーニングのみ<br>モード<br>0.67 mL/min | 0.13 mL/min | 3.52           | 流量ステップは 0.069 sccm 単位です。<br>どのような「クリーニングのみ」メ<br>ソッドの設定値でも、3.5 mL/min を<br>超えないようにしてください。 |
| エミッション (μA)<br>10 μA                     | 10          | 100            | 推奨される最大値は 50 μA です。設<br>定値が低いと、安定するのに時間が<br>かかります。                                       |
| 継続時間 (分)<br>1 min                        | 1 min       | 120            | 上限値は高い値ですが、JetClean にお<br>ける長所は時間の節約であることか<br>ら、より短い時間で実行できるパラ<br>メータを調査することをお勧めしま<br>す。 |
| イオン源温度。チュー<br>ニングファイルでの設<br>定値を使用。       | 150 °C      | 350 °C         | 測定メソッドのチューニングファイ<br>ルのイオン源温度で開始すること<br>で、時間が節約できます。四重極温<br>度の場合も同じです。                    |
| 水素流量 :<br>測定とクリーニング<br>モード               | 0.13 mL/min | 0.53<br>mL/min |                                                                                          |

**表 3** 機器とイオン源タイプごとの JetClean クリーニングのみモードの  
スキャンパラメータ

| パラメータ       | 5975<br>5977A/B | 5977B HES<br>7000A/B/C/D | 7010A HES<br>7010B HES |
|-------------|-----------------|--------------------------|------------------------|
| • eV        | 70 eV           | 70 eV                    | 70 eV                  |
| • ゲイン係数*    | 1               | 0.2                      | 0.2                    |
| • モード       | スキャン            | スキャン /MS1<br>スキャン        | MS1 スキャン               |
| • 開始質量†     | 29              | 29 / 45                  | 29 / 45                |
| • 終了質量      | 300             | 300                      | 300                    |
| • 時間 / サンプル | 2^5             | 2^5 / 250 msec (5)       | 250 msec (5)           |
| • スレッシュホールド | 25              | 25                       | 25                     |

\* ゲイン係数はパラメータに基づいて調整して、1つのイオン電流に対して合計  
カウント <  $10^5$  になるようにしてください (EM セーバーをオンにします)。電  
流および  $H_2$  流量が増加すると、イオンカウントも増加します。

† 開始質量を 29 にすると、 $N_2H^+$  の存在が示されます。これは  $H_2$  が流れていて、  
プロセスが動作中であることを確認できます。その後、質量の下限は対象範囲  
を網羅するために、おそらく 50 以上に上昇されますが、ここでは下限値 45  
( $CO_2$  の上) を使用しています。

## 2 クリーニングのみモード

表 4 クリーニングのみモード - デフォルトメソッドパラメータ

| メソッド                    | タイプ                | H <sub>2</sub> 流量 | エミッ<br>ション | フィラ<br>メント | イオン<br>源 | アナラ<br>イザ | 時間  | 安定化 |
|-------------------------|--------------------|-------------------|------------|------------|----------|-----------|-----|-----|
| CleanOnly.atune.m       | クリー<br>ングのみ<br>モード | 0.7               | 20         | 2          | 230      | 150       | 1.3 | 10  |
| CleanOnly.etine.m       | クリー<br>ングのみ<br>モード | 0.7               | 20         | 2          | 230      | 150       | 1.3 | 10  |
| CleanOnly.HES_Atune.m   | クリー<br>ングのみ<br>モード | 0.7               | 10         | 2          | 230      | 150       | 1.3 | 10  |
| CleanOnly.El-Clsource.m | クリー<br>ングのみ<br>モード | 0.7               | 20         | 1          | 230      | 150       | 1.3 | 10  |

メソッドで指定されたチューニングファイルは変更できます。

すべてのメソッドには 6 つの MS モニターが設定されています。これらのモニターは以下のとおりです。

- MS イオン源
- MS 四重極
- クリーニングオペレーション
- H<sub>2</sub> 流量 (mL/min)
- エミッション (μA)
- フィラメント

GC はこのメソッドに関与していないため、GC モニターはすべてオフになります。

GC メソッドは、[注入口と注入のパラメータ] でコンフィグレーションします。サンプル注入口は「その他 / なし」、注入ソースは「バルブ / 直接スタート」にします。カラム流量やその他の GC パラメータ（トランスファーライン、注入口温度など）は、変更せずにしておくことができます。既存の GC-MS メソッドからクリーニングのみメソッドを作成するには、[注入口と注入のパラメータ] を上述の通りに変更し、変更を確認してからメソッドを保存してください。クリーニングのみメソッドの実行中に GC でサンプルを注入をする場合、これらのコンフィグレーションパラメータを確認する必要があります。

メソッドが読み込まれると、モニターに機器の現在の状態が表示されます。メソッドが実行されると、表 4 のパラメータが有効になります。**クリーニングと安定化時間**（ポストラン時間）は、**リテンションタイムクロック**を表示することでモニタできます。

## JetClean クリーニングのみメソッドの作成と実行

JetClean メソッドを作成、実行するには、MSD に JetClean または CI ガス流量コントローラが装備、コンフィグレーションされており、水素ガスがポート B に接続されている必要があります。

- 1 **【メソッド】**  をクリックし、標準のクロマトグラフ分析を行うためのメソッドを開き  ます。
- 2 現在の測定を新しいファイルで保存  します。
- 3 **【JetClean】** をクリックし、**【オペレーション】** ドロップダウンから、**【クリーニングのみ】** を選択します。MSD が JetClean ガスフローコントローラをコンフィグレーションしていない場合、このオプションは使用できません。(  11 を参照してください)。

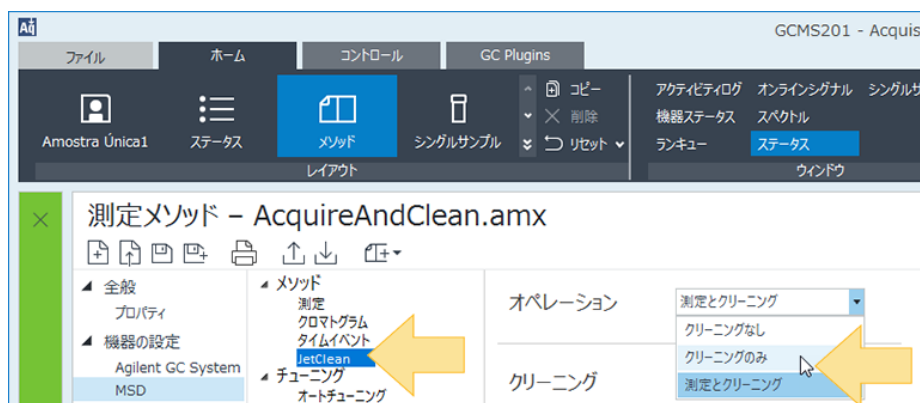


図 11 クリーニングのみ JetClean メソッド

- 4 **クリーニングのみ**メソッドを開発するときは、水素流量を最小限に抑えながら、良好な結果が得られるようにすることが重要です。
  - ・ 水素が少なすぎると、イオン源が十分にクリーニングされません。
  - ・ 水素が多すぎると、イオン源が「オーバーコンディショニング」されます。

JetClean **クリーニングのみ**メソッドを開始するには、まず、デフォルトパラメータを使用してください。( 30 ページの  12 を参照してください)。

## 2 クリーニングのみモード

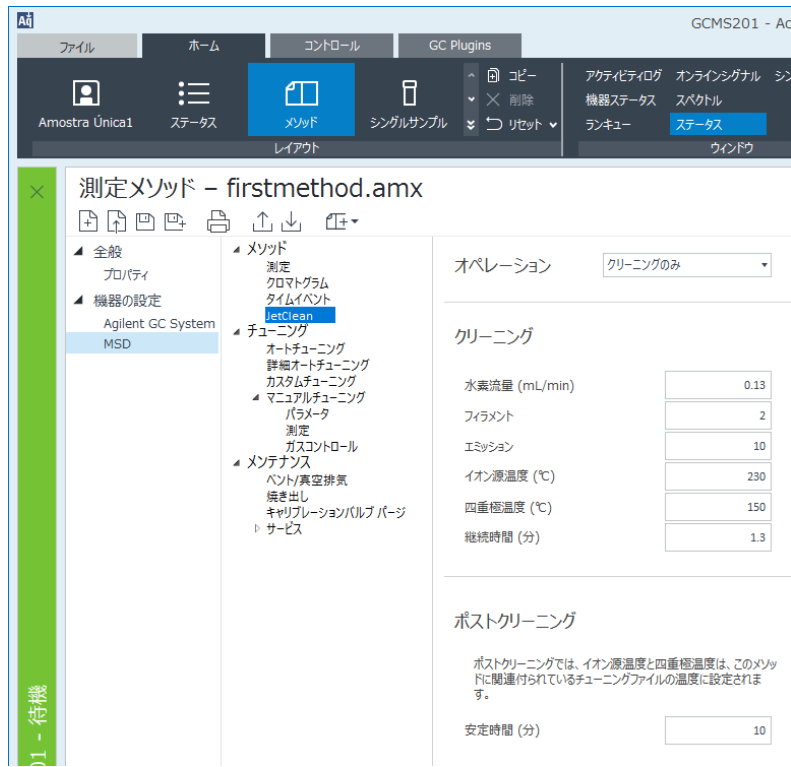


図 12 JetClean クリーニングのみデフォルトパラメータ

- 5 [機器の設定] > [GC] > [オープン] を選択し、その [ホールド時間] と [ポストラン時間] を [MSD JetClean クリーニング] ウィンドウの設定と対応するように変更します ( 31 ページの図 13 に示した例では 1.3 分)。

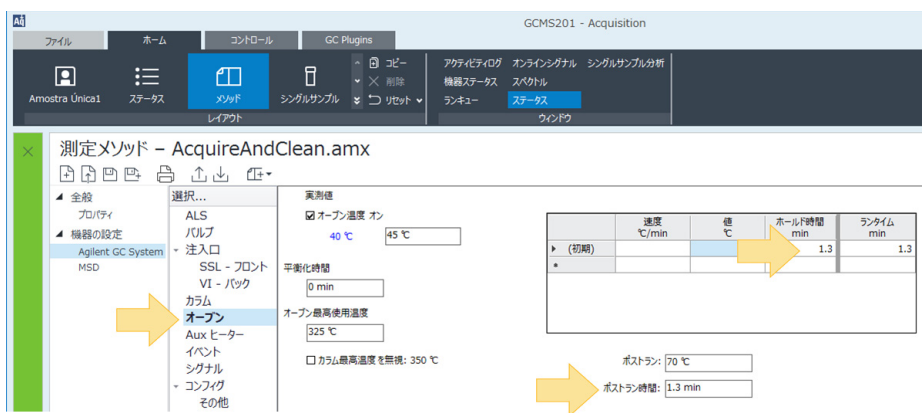


図 13 ホールド時間とポストラン時間の設定

- 6 メソッドを保存  します。メソッドを保存すると、GC パラメータと MS パラメータの両方がメソッドの説明とともに保存されます。
- 7 **[シングルサンプル]** ウィンドウにアクセスします。
- 8 **[注入ソース]** では**[注入なし / ブランクラン]**を選択します。このモードにより、サンプルを注入することなく、GC と MS の両方で指定のメソッドを実行することができます。( 32 ページの図 14 を参照してください)。
- 9 クリーニングプロセスを開始するには、メソッドを**実行**します。

## 2 クリーニングのみモード

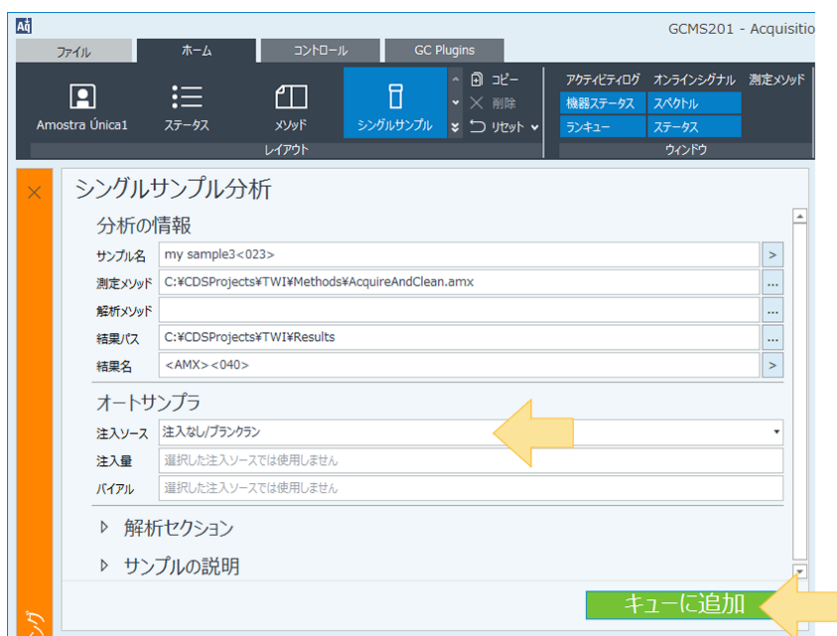


図 14 [シングルサンプル] ウィンドウ

- 10 ダッシュボードのカウントダウンタイマー（図 15 でハイライトされている部分）から、機器のステータスをモニタできます。

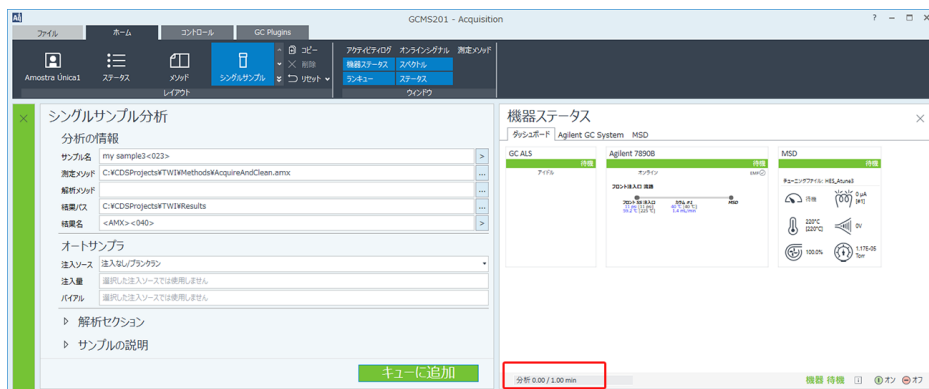
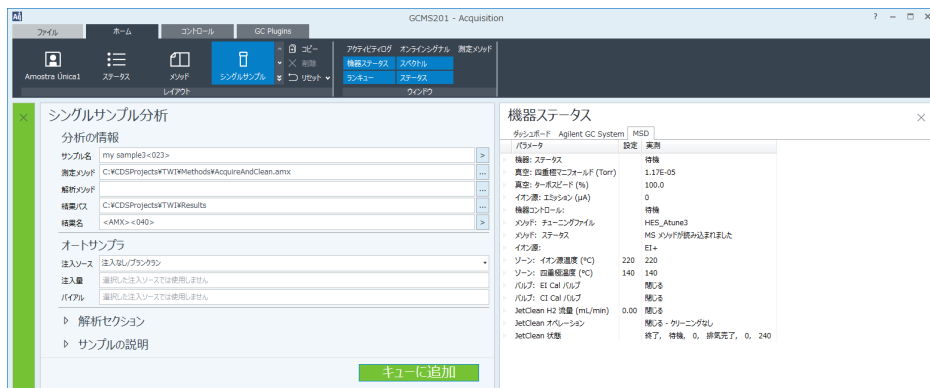


図 15 カウントダウンタイマー

また、**MSD** の詳細ページでも機器のステータスをモニタできます。



**図 16** MSD 詳細ページ

- 11** 安定時間中に、機器は標準のメソッド設定値に戻ります。プロセスが完了したら、結果をレビューします。

満足できる水準まで結果が改善した場合、サンプル分析を通常通り再開します。

結果は改善したが十分ではない場合は、JetClean クリーニングのみメソッドの設定値をごくわずかに調整し、JetClean メソッドを再度実行します。(たとえば、水素流量、継続時間を増やします。)

結果がさらに悪化した場合、手作業でイオン源洗浄を行うタイミングかもしれません。

## 2 クリーニングのみモード



### 3

## 測定とクリーニングモード

概念 36

JetClean を測定とクリーニングモードで実行 37

JetClean 測定とクリーニングメソッドの作成と実行 38



## 概念

JetClean を使用しない場合、通常のオペレーションでサンプルを分析するたびに、ある程度の汚染がイオン源に堆積します。時間の経過に伴い、システムを止めて、イオン源を手作業で洗浄しなければならないレベルまで汚れが蓄積します。

JetClean を**測定とクリーニング**モードで使用すると、サンプル分析のたびに少量の水素がシステムに同時に導入されます。水素がイオン源に到達すると、化学反応が発生し、イオン源からサンプルの汚染が一部除去されます（すべてではありません）。この場合も時間の経過に伴い、イオン源を手作業で洗浄する必要がありますが発生します。ただし、サンプルを分析するたびにイオン源から少量の汚染が除去されているので、イオン源を全面的に手作業で洗浄する必要が生じるまでに分析できるサンプルの量は大幅に増加します。

このプロセスでは、サンプル分析メソッドを変更する必要があるので、開始する前にいくつか考慮すべきことがあります。

- 酸素、窒素、硫黄、またはその他の高極性グループを含まず、水素との反応性をほとんどまたはまったく示さない**無極性化合物をテストする場合**、JetClean の**測定とクリーニング**モードをワークフローに組み込むことができます。
- 酸素、窒素、硫黄、またはその他の高極性グループを含み、水素との反応性を示す可能性のある**極性化合物をテストする場合**、水素を導入しても質的および量的要件を満たすことを確認してください。条件を満たさない場合、JetClean の**クリーニングのみ**モードを用いるほうが有効な場合があります。
- サンプル分析メソッドを変更する必要があるので、再検証が必要な場合があります。一方、クリーニングのみモードでは、既存のサンプル分析メソッドを変更する必要はありません。

## 警告

**このプロセスで塩素化溶媒を使用する場合、溶媒待ち時間が十分であることを確認する必要があります。溶媒を除去しない状態で JetClean を操作した場合、GC/MS システムの保証が無効になる場合があります。**

フィラメントを使用する前に、すべての溶媒が溶出しているか除去されていることを入念に確認してください。以下に、フィラメントが点灯する前に除去することが重要な溶媒の例をあげます。

- ジクロロメタン (DCIM)
- クロロホルム
- 四塩化炭素
- 二硫化炭素

## JetClean を測定とクリーニングモードで実行

一般的に、JetClean のオンラインでの処理ワークフローは以下のようになります。

- 1 JetClean **測定とクリーニング**分析メソッドを作成します。
  - a 汚れないイオン源を用いて開始してください。
  - b 最小限の水素で測定が終了するように、サンプル分析メソッドを変更します。
  - c スタンダードを通常通り分析し、結果を確認します。ゲイン係数や、場合によってはイオン比の再調整が必要な場合もあります。
    - ・ 化合物の結果が満足のいくものである場合（新しいイオンの干渉によって化合物のイオンシグナルが劣化または低下しておらず、化合物のテーリングやその他のクロマトグラフの問題などがない場合）、水素を増やしてみて、結果を再度レビューしてください。この目的は、これによって最も確かなイオン源コンディショニングが得られるような、結果を損なわない最大の水素流量を使用することです。
    - ・ 結果が悪化し、分析基準を満たさなくなり、分析中に水素流量を追加できない場合は、クリーニングのみモードを検討してください。
  - d **測定とクリーニング**メソッドがスムーズに実行されているようであれば、サンプル分析を通常通り行います。
- 2 JetClean **測定とクリーニング**メソッドを使用してサンプルを測定します。結果が妥当であれば、サンプル分析を通常通り行います。
- 3 シグナルロスやバックグラウンドノイズが確認されたら、標準のトラブルシューティングルーチン（GC 注入口およびカラムのメンテナンス、リークテスト、ゲイン係数の更新、アナライザの焼き出し、GF 更新、オートチューニング）を実行します。（43 ページの「**トラブルシューティング**」を参照してください）。
- 4 トラブルシューティングで結果が改善しない場合、イオン源のクリーニングのみモードにしてみるか、手作業でのクリーニングを実行するタイミングかもしれません。

水素流量は、スペクトルの劣化や、ピークテーリング、検出限界の低下など、分析に悪影響を与えない範囲で増加できます。最小値に近い低流量の水素設定でも (0.15、0.21、0.28 mL/min)、分析の品質を損なうことなく、手作業でのイオン源洗浄の間隔を延長するのに効果的です。

## JetClean 測定とクリーニングメソッドの作成と実行

GC/MS JetClean 測定とクリーニングメソッドを作成、実行するには、MSD に JetClean または CI ガス流量コントローラが装備、コンフィグレーションされており、水素ガスがポート B に接続されている必要があります。

1 MS メソッド測定パラメータを設定します。

- a **[メソッド]** をクリックしてから  を開き、使用するデータ測定メソッドを開きます。
- b 測定メソッドを新しいファイルとして保存します  (この例では、AcquireAndClean)。
- c **[JetClean]** をクリックし、**[オペレーション]** ドロップダウンから、**[測定とクリーニング]** を選択します。MSD がガスフローコントローラをコンフィグレーションしていない場合、このオプションは使用できません。(  を参照してください)。
- d 表示される水素流量は、デフォルト流量の 0.13 です。ここに表示される水素流量は、チューニングパラメータで入力した水素流量と一致している必要があります (入力方法は以下の **ステップ 2** で説明)。



図 17 メソッド測定パラメータ

- e 測定メソッドを保存します。

- 2 チューニングパラメータを設定し、機器をチューニングします。
- a [チューニング] > [オートチューニング] を選択し、[チューニングコントロールの要求]  をクリックします。現在読み込まれているメソッドに関連付けられたチューニングファイルが読み込まれ、ファイル名とタイプが表示されます。( [図 18](#) を参照してください)。

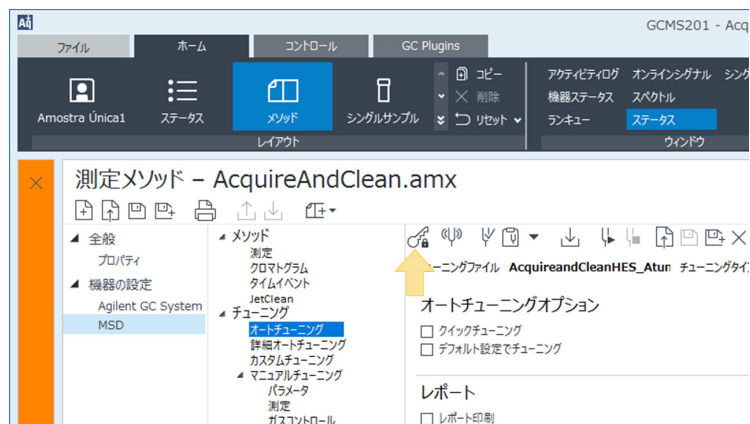


図 18 オートチューニングの選択

- a [チューニング] > [マニュアルチューニング] > [パラメータ] を選択し、水素ガス流量パラメータを 0.13 に設定します。測定とクリーニングメソッドを開発するときは、水素流量を最小限に抑えながら、良好な結果が得られるようにすることが重要です。( 40 ページの [図 19](#) を参照してください)。
- 水素が少なすぎると、イオン源が十分にクリーニングされません。
  - 水素が多すぎると、イオン源が「オーバーコンディショニング」されます。

### 3 測定とクリーニングモード

デフォルトパラメータは、水素流量 0.13 です。JetClean メソッドを開始するには、まず、デフォルトパラメータを使用してください。ここで設定する水素流量は、38 ページのステップ 1 で説明した MS メソッドパラメータの流量と一致している必要があります（デフォルトは 0.13 です）。

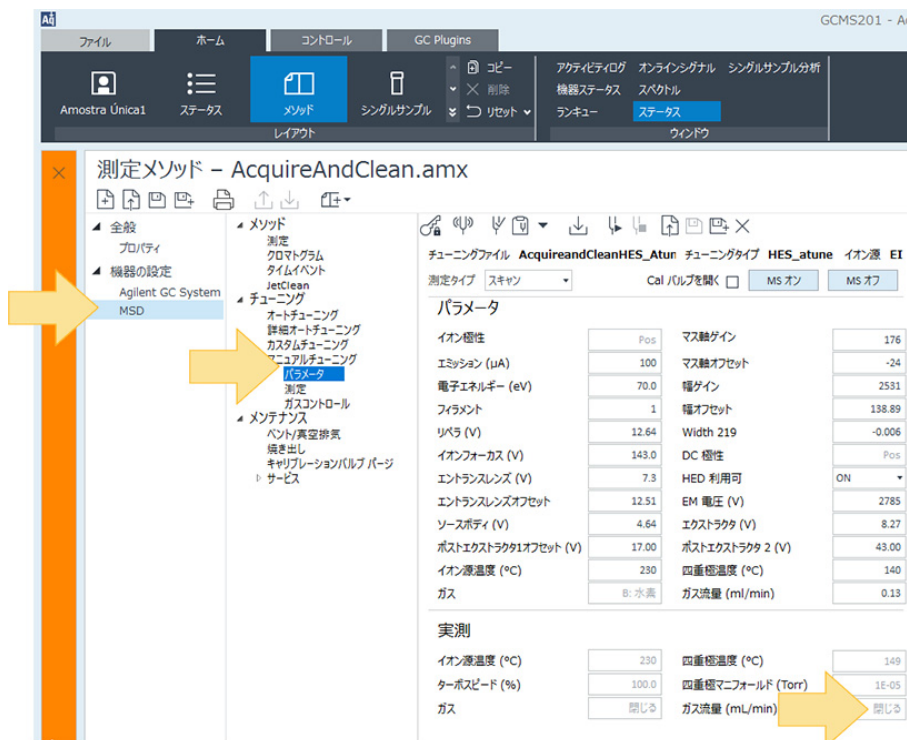


図 19 マニュアルチューニングパラメータ

- 測定とクリーニングのチューニングファイルとして認識できる名前でチューニングファイルを保存します（この例では AcquireandCleanHES\_Atune）。
- 「機器のオートチューニング」 をクリックします。
- オートチューニング手順が完了したら、チューニングコントロールの解放 します。

- 3 新たに作成したチューニングファイルを MSD 測定パラメータに読み込みます。
- a [MSD] > [メソッド] > [測定] を選択し、[チューニングファイル読み込み] をクリックし、このプロセスに対して作成したチューニングファイルを選択します。（この例では **AcquireandCleanHES\_Atune.**）  
 (図 20 および 図 21 を参照してください)。

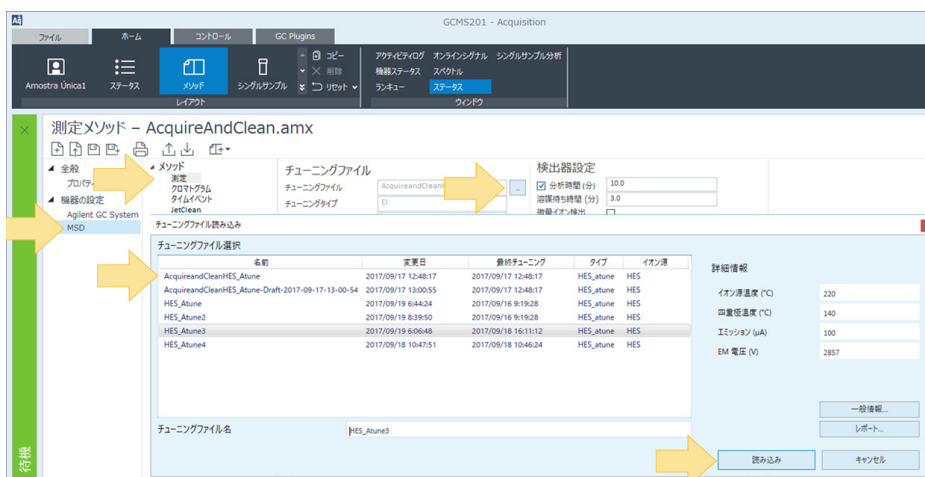


図 20 チューニングファイル選択して読み込み

- b メソッドを保存 (保存) します。メソッドを保存すると、GC パラメータと MS パラメータの両方がメソッドの説明とともに保存されます。

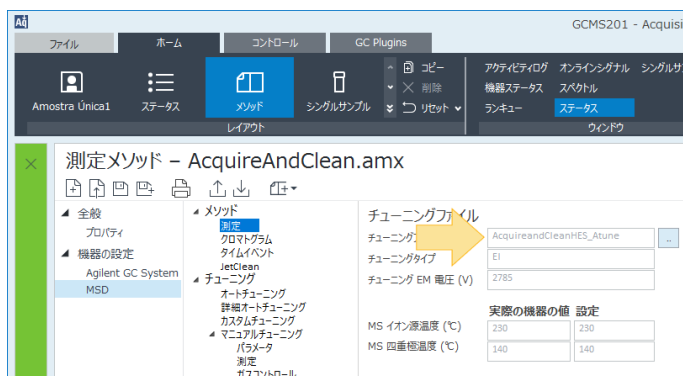


図 21 読み込まれたチューニングファイル

### 3 測定とクリーニングモード

これで新しいチューニングファイルが読み込まれてメソッドが保存されました。この**測定とクリーニング**メソッドを使用して通常通りサンプルを処理できます。



## 4

# トラブルシューティング

|                         |    |
|-------------------------|----|
| 一般的なトラブルシューティング         | 44 |
| JetClean をトラブルシューティングする | 45 |



### 一般的なトラブルシューティング

システムのバックグラウンドノイズやシグナル強度のモニタリングでトラブルシューティングの必要性が示された場合、トラブルシューティングルーチンを以下の手順で実行してください。各ステップの後には、サンプル分析を行って問題が解決されたかどうか確認してください。

- 1    GC 注入口およびカラムのメンテナンスを実行します。
- 2    リークテストを実行し、漏れがあった場合は修正します。システムに水素を導入する前には、必ず空気と水のリークテストを実行してください。水素が漏れると、極めて大きな損傷を引き起こすおそれがあります。
- 3    ゲイン係数を更新します。
- 4    システムを焼き出してから、ゲイン係数を再度確認します。
- 5    機器を再チューニングおよび再キャリブレーションします。

上記のすべてのステップを行っても問題を解決できない場合、手作業でイオン源を洗浄してください。手作業でのイオン源のクリーニング方法の詳細は、システムの操作マニュアルを参照してください。

システムの結果が満足のいくものになったら、**JetClean クリーニングのみ**モードで実行している場合は、**JetClean クリーニングのみ**メソッドを実行してから、通常のサンプル分析を再開してください。

## JetClean をトラブルシューティングする

JetClean を設定するときに、すべてのラインが十分にパージされていることを確認してください。

JetClean をどちらかのモード（**クリーニングのみ**または**測定とクリーニング**）で起動するときには、フローがオンになったときのイオンゲージ設定を確認してください。

低いゲイン係数でスキャン測定を行うことで、水素がイオン源に流入していることを確認できます。

固有のイオンによって、 $\text{H}_2^+$  自体を超える水素の存在が示されます（ $m/z$  3 ( $\text{H}_3^+$ )、5 ( $\text{HeH}^+$ )、19 ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ) 29 ( $\text{N}_2\text{H}^+$ ) など）。 $m/z$  29 イオンの存在が非常に大きい場合、イオン源内部に水素が存在することを意味します。

## 4    トラブルシューティング



## 5 ハードウェア

|                |    |
|----------------|----|
| 使用目的           | 48 |
| サポートするシステム     | 48 |
| システム操作とメンテナンス  | 49 |
| 機器に関する警告       | 51 |
| 操作上の注意事項       | 52 |
| 水素配管           | 53 |
| 水素供給フィルターを交換する | 56 |
| イオン源を手作業で洗浄する  | 57 |
| 設置場所での一般的な注意事項 | 57 |



### 使用目的

Agilent の製品は、弊社製品のユーザーガイドに記載されている方法で使用する必要があります。その他の用途で使用した場合、製品の損傷または怪我につながるおそれがあります。Agilent は、製品の不適切な使用、無認可の改変、製品に対する調整や修正、Agilent 製品ユーザーガイドの手順の不遵守、あるいは関係法令や規制への違反が原因で生じた損傷の全部または一部に対して一切の責任を負わないものとします。

### サポートするシステム

JetClean システムのアクセサリは、Agilent のフィールドエンジニアまたはサービス担当者に取り付けを行います。以下の MS コンフィグレーションと使用する Agilent 7890 および 9000 GC をサポートします。

- 高性能ターボポンプを搭載した Agilent 5975 シリーズまたは 5977 シリーズ MSD。

現在、JetClean システムで EI モードでの CI 操作をサポートしているのは、7890 GC と 9000 GC のみです。

## システム操作とメンテナンス

### 一般的な警告

#### 警告

JetClean システムへの水素供給シャットオフバルブを開く必要がある操作を実行する前に、すべての配管、フィッティング、真空ポンプ排気配管、コントロールに漏れがないことを、電子水素リークテスターを使用して確認してください。

---

#### 警告

常に電子水素リークテスターで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。水素を使用するシステムのリークテストには絶対に石鹼を使用しないでください。

---

#### 警告

圧縮ガスポンベはすべて、固定された構造や永久的な壁にしっかりと固定してください。圧縮ガスは、関連する安全規定に従って保管および取り扱いを行ってください。ガスポンベは、加熱されたオープンの排気経路に配置しないでください。

---

#### 警告

目が負傷するのを防ぐため、圧縮ガスを使用するときは目の保護具を着用してください。

---

## 水素供給配管

図 22 は、JetClean と共に使用する水素フィルター用の配管を示しています。

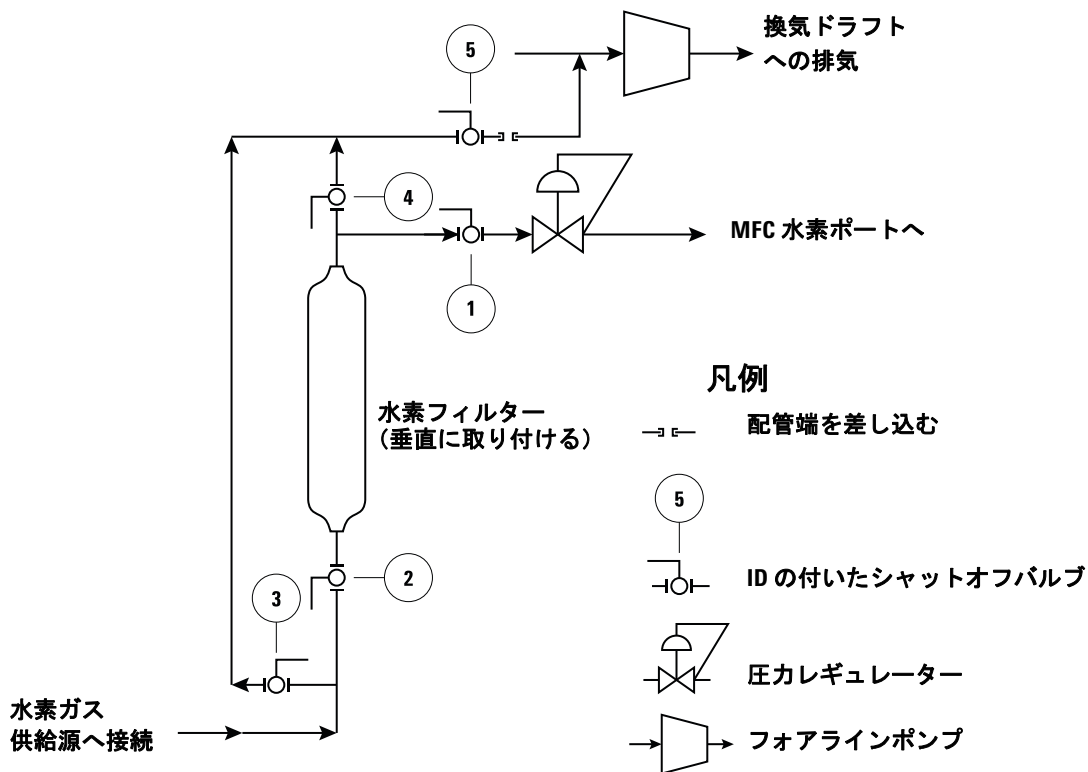


図 22 フィルターされた水素の MS への供給

- 1 H<sub>2</sub> ガスを CI/JetClean MFC の水素ポートに接続します。
- 2 MS ガスをコンフィグレーションします。
- 3 適切なチューニングファイルでチューニングします。
- 4 [注入ソース] を [バルブ / 直接スタート] に設定します。注入口は [GC] に設定しないでください。

## 機器に関する警告

アナライザにあるフローコントローラから MS に水素を供給する JetClean オプションと共に GC/MS システムを運転する場合、以下の注意事項を守ってください。

### 警告

アナライザのサイドプレートの上側のつまみねじは指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。

アナライザ前面のガラス窓からプラスチックのカバーを取り除く必要があります。万一爆発が起った場合、このカバーが外れる可能性があります。

---

上記の警告に従わないと、爆発によって人体に被害を与える危険性が増大します。

### 操作上の注意事項

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。フォアラインポンプやパージラインからの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。

- GC または MS を停止するときは、必ず水素の元栓を閉めてください。
- 水素をコリジョンセルガスとして使用しないでください。
- MS をベントするときは、必ず水素の元栓を締めてください。
- MS 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。
- 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/MS 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。
  - a すぐに水素の元栓を閉めます。
  - b GC をオフにします。
  - c MS をオフにし、1 時間そのままにして冷却します。
  - d 室内にある発火源をすべて取り除きます。
  - e MS の真空マニフォールドを大気に向けて開きます。
  - f 水素が拡散するまで少なくとも 10 分間待ちます。
  - g GC および MS を正常な状態として開始します。

このドキュメントに記載された情報に加えて、システムに付属の「水素使用時の注意事項マニュアル」内の警告、および操作マニュアルの「水素使用時の注意事項」セクションを読んで理解しておいてください。

## 水素配管

### 警告

圧縮ガスボンベはすべて、固定された構造や永久的な壁にしっかりと固定してください。圧縮ガスは、関連する安全規定に従って保管および取り扱いを行ってください。

ガスボンベは、加熱されたオープンの排気経路に配置しないでください。

目が負傷するのを防ぐため、圧縮ガスを使用するときは目の保護具を着用してください。

### 一般的な推奨事項

- JetClean システムを水素ガス供給源に接続するために、洗浄済みの 1/8 インチ (3.17 mm) のステンレス製配管と 1/8 インチ (3.17 mm) の各種のステンレス製 Swagelok フィッティングを用意する必要があります。
- Agilent では、圧力サージを回避するために二段式レギュレータの使用を強く推奨します。高品質、低流量、ステンレス製ダイヤフラムタイプのレギュレータを特に推奨します。
- 二段式レギュレータの出口フィッティングに取り付けられるオン / オフバルブは、必須ではありませんが、あれば大変便利です。バルブにバックレスのステンレス製ダイヤフラムがあることを確認してください。
- Agilent では、メンテナンスやトラブルシューティングの際に MS を分離できるように、MS の各注入口供給フィッティングにシャットオフバルブを取り付けることを強く推奨します。
- 流量と圧力を制御するデバイスが正しく動作するには、全体で 10 psi (138 kPa) 以上の圧力差を必要とします。
- 20 psig から 25 psig の圧力が MFC コネクタに送られるようにガス圧力レギュレータを設定します。
- Aux 圧力レギュレータは MS 注入口フィッティングの近くに配置します。これで、供給圧力が（供給源ではなく）機器側で確実に計測されるようにします。ガス供給ラインが長い場合や狭い場合には、供給源の圧力と異なることがあります。
- フィッティングの接続にはシール材は絶対に使用しないでください。
- 塩素系溶媒を使って配管やフィッティングをクリーニングすることは絶対に避けてください。

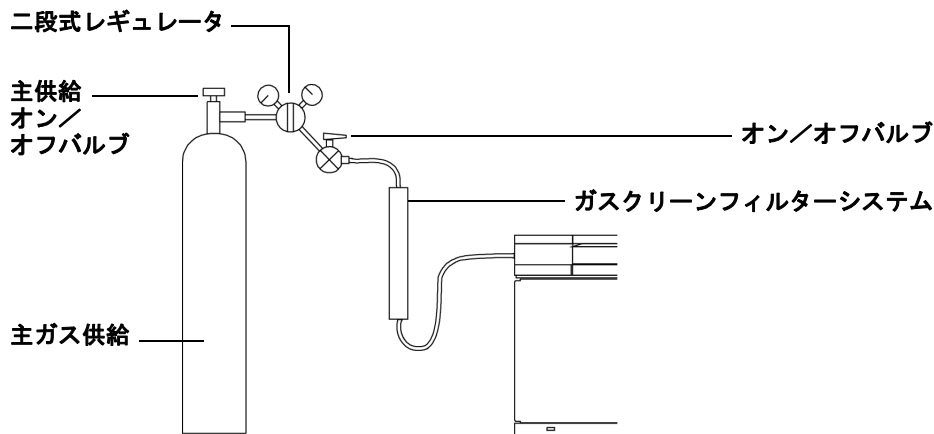
詳細については、据え付けキットを参照してください。

## 水素ガス用の供給配管

- Agilent では、水素を使用する場合、新しいクロマトグラフ品質のステンレス配管およびフィッティングの使用を推奨します。
- 水素キャリアガスの据付または水素キャリアガスへの切り替えの際に、古い配管を再使用しないでください。水素ガスを使用すると、前に使用したガス（ヘリウムなど）によって古い配管内に残された汚染物質がはがれやすくなります。このような汚染物質は、数週間にわたって高いバックグラウンドノイズや炭化水素汚染として出力に現れることがあります。
- 特に、古い銅管はもろくなっていることがあるので使用しないでください。

## 水素供給システム

圧力サージを回避するために、各水素ガスタンクに圧力レギュレータを使用します。ステンレス製、ダイヤフラムタイプのレギュレータを推奨します。JetClean の背面または CI フローモジュールへの圧力フローは約 25 psi です。(図 23 を参照してください)。



ガスクリーンフィルターコンフィグレーションは、アプリケーションによって異なります。

図 23 水素ガスボンベ供給配管

使用するレギュレータのタイプは、ガスタイプとサプライヤによって異なります。**Agilent** の部品カタログには、圧縮ガス協会（CGA）によって指定されている適切なレギュレータを決定するための情報が掲載されています。**Agilent Technologies** では、レギュレータを正しく取り付けのために必要なすべての部品が揃っているレギュレータキットを用意しています。

## レギュレータとガス供給配管間の接続

レギュレータ出口とガス配管を接続するフィッティング間のパイプとネジ山の接続のシールには、PTFE テープを使用します。

すべてのフィッティングに、揮発物質が除去されている、機器グレードの PTFE テープ（部品番号 0460-1266）を推奨します。ネジ山のシールにはパイプドープ塗料は使用しないでください。パイプドープ塗料には、配管を汚染する揮発物質が含まれています。

## 水素供給フィルターを交換する

JetClean システムへの水素供給のフィルターは定期的に交換してください。システムが水素で加圧されている場合、フィルターを取り外す前にフィルターから水素を取り除く必要があります。

- 1 水素というラベルが付けられたマスフローコントローラ (MFC) への水素供給マニュアルシャットオフバルブ ① を閉じます。(50 ページの図 22 を参照してください)。
- 2 水素供給フィルター注入口のマニュアルシャットオフバルブ ② を閉じます。
- 3 測定ソフトウェアプログラムの **[メソッド] > [MSD] > [チューニング] > [ガスコントロール]** から、水素バルブを開きます。
- 4 MS を大気開放します。
- 5 フィルターバイパスラインの出口側のシャットオフバルブ ⑤ が閉じていることを確認し、このバルブからスレッドプラグを取り外します。
- 6 フォアラインポンプ注入口への配管プラグを取り外し、次のステップでフィルターバイパスラインに取り付けられるようにします。
- 7 フィルターバイパスラインの出口側バルブ ⑤ を、フォアラインポンプ注入口の配管に取り付けます。
- 8 MS がオフになっている場合はオンにして、ターボポンプが始動するまで待ちます。これで JetClean システムが真空になります。
- 9 測定ソフトウェアプログラムの **[メソッド] > [MSD] > [チューニング] > [ガスコントロール]** から、水素バルブを開きます。そうすると、圧力レギュレータと MFC の両方も開きます。
- 10 フォアラインポンプ注入口へつながるフィルターの出口側ラインのシャットオフバルブ ⑤ を開きます。これにより、フィルターからフォアラインポンプ、ラボの排気ドラフトまで、水素が除去されます。
- 11 10 分後に、フォアラインポンプ注入口へ接続しているフィルターの出口側ラインのシャットオフバルブ ⑤ を閉じます。
- 12 古いフィルターを取り外し、新しいフィルターと交換します。
- 13 排気管のバルブ ⑤ が閉じた状態で、フォアラインポンプへ接続しているバルブから配管を取り外します。この配管の端を塞ぎ、このバルブも閉じておきます。これにより、誰かが誤ってこのバルブを開いても、水素が実験室に漏れるのを防止します。
- 14 フィルター注入口 ③ とフィルター出口 ④ の排気シャットオフバルブが閉じていることを確認します。

- 15 測定ソフトウェアプログラムの [メソッド] > [MSD] > [チューニング] > [ガスコントロール] から、水素バルブを閉じます。
- 16 真空ポンプが動作している状態で、フィルター注入口 ② とフィルター出口 ① の水素シャットオフバルブを開き、電子水素リークテスターを使用して、システムに漏れがないかテストします。

## イオン源を手作業で洗浄する

手作業でのイオン源のクリーニング方法の詳細は、システムの操作マニュアルを参照してください。

## 設置場所での一般的な注意事項

水素を GC キャリアガスや、JetClean システム用の試薬ガスとして使用すると、危険な場合があります。水素を使用する場合は、危険性が伴います。一般的な危険もありますが、GC あるいは GC/MS 特有の危険もあります。

JetClean システムをお使いになる前に、以下の情報と、機器の操作マニュアルの「水素使用時の注意事項」のセクションを必ずお読みください。

- 1 現地の規定で水素のラベル付けが義務な場合は、JetClean システムの水素配管に明確に記載してください。
- 2 リークディテクタを使用して、JetClean システムに漏れがないか定期的にモニタしてください。これには、水素供給源システム（タンクまたは発生器）、MS の JetClean ガス注入口への水素供給ライン、マスフローコントローラ (MFC) システムの配管、CI キャリブレーションバルブ / バイアルの試薬システムの配管、アナライザへのトランスファラインが含まれます。Agilent では、水素漏れを安全に検出するために、G3388B リークディテクタを強く推奨します。
- 3 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。
- 4 自然発火の危険があるため、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。
- 5 ラインに小さい穴が開いていると炎が発生することがありますが、水素の炎は見えません。また、水素の爆発下限は 4% です。
- 6 水素センサーを、センサーメーカーが推奨する実験室内の場所に設置してください。

## 5 ハードウェア





© Agilent Technologies, Inc.

Printed in USA, 9 月 2017



G7077-96118