

Agilent MS ワークステーション

入門



Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2011

この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、このマニュアルの一部または全部をいかなる形態（電子データやデータの抽出または他国語への翻訳など）あるいはいかなる方法によっても複製することが禁止されています。

マニュアル番号

G1431-96002

エディション

第1版、2011年3月

Printed in USA

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

保証

このマニュアルの内容は「現状のまま」提供されることを前提としており、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。また、Agilent は適用される法律によって最大限許される範囲において、このマニュアルおよびそれに含まれる情報に関し、商品の適格性や特定用途に対する適合性への暗黙の保障を含み、また、それに限定されないすべての保証を明示的か暗黙的かを問わず、一切いたしません。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。

テクノロジーライセンス

本書で言及されているハードウェア / ソフトウェアはライセンスに基づいて供与されるものであり、かかるライセンスの条項に従った使用または複製しか許可されません。

制限付き権利について

米国政府の制限付き権利。州政府に付与されるソフトウェア / テクニカルデータ権利には、エンドユーザー顧客に通常提供される権利しか含まれません。Agilent は、FAR 12.211（テクニカルデータ）と 12.212（コンピュータソフトウェア）、および国防総省の DFARS 252.227-7015（テクニカルデータ - 商用アイテム）と DFARS 227.7202-3（商用コンピュータソフトウェアまたはコンピュータソフトウェアドキュメンテーションにおける権利）に従って、ソフ

トウェアおよびテクニカルデータの通常の商用ライセンスを提供します。

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、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、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。

目次

1	はじめに	
	このマニュアルの内容	6
	ヘルプ情報	7
	今回の改訂内容	10
	ハードウェア	11
	安全上の注意事項	13
2	MS Workstation Views and Toolbars.fm	
	[MS Workstation Startup] アイコン	16
	MS ワークステーションのメインツールバー	16
	[System Control] ビュー	18
	システムコントロールツールバー	19
	システムコントロールのモジュールウィンドウ	21
	MS データレビューのツールバー	24
3	一般的な作業	
	Agilent 220 GC/MS Ion Trap でサンプルを実行する前に	32
	Agilent 240 GC/MS Ion Trap でサンプルを実行する前に	34
	GC/MS システムシャットダウン	36
	GC/MS システムスタートアップ	36
	[System Control] でデータを取り込むには	38
	MS データを解析するには	41

目次

	操作上のヒント	42
4	基本トラブルシューティング	
	基本トラブルシューティング	44
5	通常メンテナンス	
	通常メンテナンス	48



1 はじめに

このマニュアルの内容	6
ヘルプ情報	7
今回の改訂内容	10
ハードウェア	11
安全上の注意事項	13

このマニュアルの内容

このマニュアルでは、お使いのシステムに装備されているアイテムについて概要を説明します。GC/Ion Trap システムを初めて使用するときに役立つように構成されています。

以下のような内容があります。

- 追加のヘルプを見つけるための詳細手順
- ハードウェアの写真
- MS ワークステーションソフトウェアの各ツールバー
- 一般的な MS ワークステーション操作手順
- 基本トラブルシューティングの簡単な説明
- メンテナンススケジュールの概要

詳細については、付属のディスクに含まれているオンラインヘルプ、電子マニュアル、およびビデオを参照してください。

ヘルプ情報

ユーザー情報 DVD



システムには、各機器に付属する個別の DVD に収容されたオンラインヘルプファイル、電子マニュアル、およびビデオなどの幅広い参照資料が付属しています。



各機器に同梱されている『**Agilent Technologies GC & GC/MS Hardware User Information and Utilities**』DVD は、現在の Agilent ガスクロマトグラム、質量選択検出器、イオントラップ、および GC サンプラに関する詳細な参照およびメンテナンス用資料で、本マニュアル（MS ワークステーション入門）のコピーがご利用いただけます。

これらの DVD には、次の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
- 設置準備チェックリスト
- 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

オンラインヘルプ (F1)

据付を行った各機器について、関連するオンラインヘルプファイルには、以下のトピックに関する詳細な MS ワークステーションの説明が含まれます。

- 新機能
- 診断
- スタートアップとシャットダウンの手順
- 分析の実行
- MS 操作パラメータの設定

オンラインヘルプにアクセスするには、**F1** を押すか、または **[Help]** メニューから **[Help]** トピックを選択します。

ヘルプアイコン



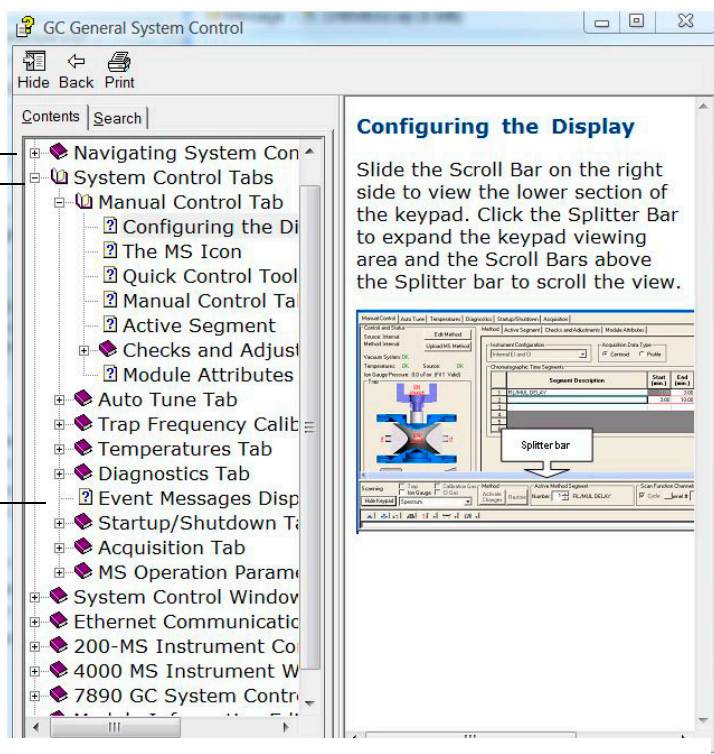
詳細なヘルプトピックを含むブックを示します。ブックを開くには、ダブルクリックします。



開かれているヘルプトピックのブックを示します。ブックを閉じるには、ダブルクリックします。



単一のヘルプトピックを示します。トピックを開くには、クリックします。

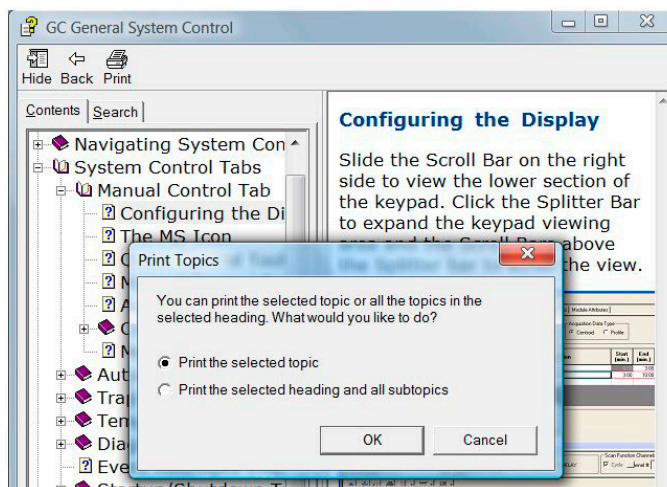


機能

- [Hide/Show] ヘルプトピックのリストの表示 / 非表示を切り替えます。
- [Back] 前のヘルプトピックに戻ります。
- [Print] 現在のブックまたはヘルプトピックを印刷できます。
- [Contents] ヘルプトピックのリストを表示します (上記を参照)。
- [Search] 語または句を入力すると、オンラインヘルプ内のそれらの語句を含むトピックすべてのリストを表示します。

1つのヘルプトピックを印刷するには

- 1 印刷するトピックをハイライトします（**[Configuring the display]** など）。
- 2 右クリックし、**[Print...]** を選択します。
- 3 **[Print the selected topic]** を選択して、**[OK]** をクリックします。
- 4 選択されているプリンタを確認し、**[Print]** をクリックします。
- 5 その 1 つのトピックに含まれる情報が印刷されます。それにリンクしているトピックは印刷されません。



1つの見出しに含まれるサブトピックを一度にすべて印刷するには

- 1 印刷するトピックをハイライトします（**[Configuring the display]** など）。
- 2 右クリックし、**[Print...]** を選択します。
- 3 **[Print the selected heading and all subtopics]** を選択して、**[OK]** をクリックします。
- 4 選択されているプリンタを確認し、**[Print]** をクリックします。
- 5 選択したトピックの見出しに含まれるすべてのトピックについての情報が印刷されます。この場合、**[Manual Control Tab]** というブックの下にあるすべてのトピック（約 8 ページの情報）が印刷されます。

今回の改訂内容

MS ワークステーションは、Agilent 7890A GC および 7693A ALS 機器のサポートを提供するようになりました。今回のリビジョンは、MS ワークステーション 7.0.0 のプレリリースと考えられています。MS ワークステーション 7.0.0 の最終版がリリースされると、ご使用のソフトウェアのプレリリース版はアップグレードされます。

提供されているソフトウェアおよびハードウェアの機能に関する具体的な情報は、『**プレリリースノート**』を参照してください。

ハードウェア

Agilent 240 Ion Trap MS、Agilent 7890 GC、7693 オートサンプラ



7890 GC 用キーパッド

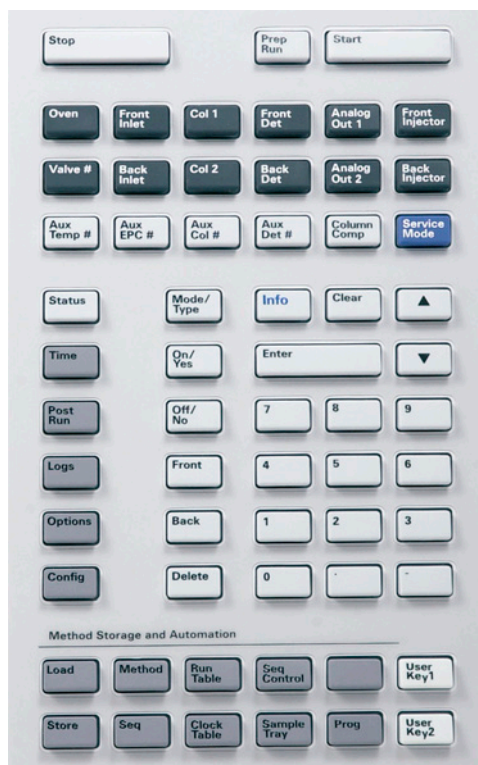
MS ワークステーションソフトウェアは、7890 GC 用の機器コントロール機能を提供します。これにより、GC キーパッドの代わりにソフトウェアを使用して機器をプログラムすることができます。ただし、キーパッドを使用すると一部の機能にすばやくアクセスできる場合もあります。

実行キー

GC コンポーネント
キー

サポートキー

メソッドの保管と
自動化のキー



全般データ入力キー

安全上の注意事項

警告

Ion Trap に付属するマニュアルで特に指示されない限り、Ion Trap をオンにした状態または Ion Trap を電源に接続した状態でメンテナンスを行わないでください。

Ion Trap がオフになっていても、Ion Trap インターフェイスがオンになり、危険なほど高温に達することがあります。オフになった後、Ion Trap インターフェイスが冷却されるまで時間がかかります。必ずすべての部品が冷却されてから処理を行ってください。

GC の背後で作業するときは注意してください。オーブンの冷却中、高温の排気が放出され、やけどの原因となる恐れがあります。

有毒な化学物質を分析したり、有毒な溶媒を使用している場合は、ホースを使用してポンプの排気を設置場所の外に誘導してください。標準のフォアラインポンプに付属のオイルトラップが阻止できるのは、フォアラインポンプオイルのみです。有毒な化学物質をトラップしたり、濾過したりすることはできません。

ポンプのオイルを交換するときは、耐薬液手袋と保護めがねを着用します。決してオイルに触れないようにしてください。

注入口、検出器、バルブボックス、および断熱カップの周辺の断熱材には耐熱セラミック繊維（RCF）が使用されています。RCF の粒子を吸い込まないようにしてください。作業場所を換気し、長袖、手袋、保護めがね、および使い捨てマスクを着用してください。断熱材はビニール袋に入れ、密閉して廃棄します。RCF を扱ったら、石けんと冷水で手を洗ってください。

1 はじめに



2 MS Workstation Views and Toolbars.fm

[MS Workstation Startup] アイコン	16
MS ワークステーションのメインツールバー	16
[System Control] ビュー	18
システムコントロールツールバー	19
システムコントロールのモジュールウィンドウ	21
MS データレビューのツールバー	24



[MS Workstation Startup] アイコン



インストール時に、**[Workstation Toolbar]** ショートカットがデスクトップに配置されます。アイコンをクリックすると、**[MS ワークステーション]** ツールバーが表示されます。

MS ワークステーションのメインツールバー

MS ワークステーションのメインツールバーには、以下が表示されます。

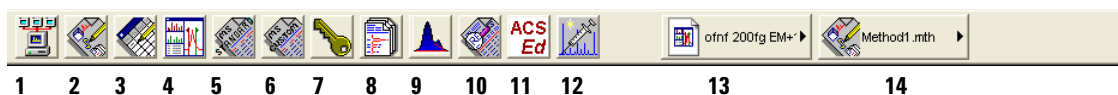
- **アプリケーションボタン** (以下の **1 ~ 12**) と
- **クイックリンクボタン** (以下の **13 と 14**)。




アプリケーションボタン上にカーソルを置くと、以下が表示されます。

- アプリケーション名 (ボタンのすぐ下にツールチップとして表示)。
- アプリケーションの簡単な説明 (ボタンの右側)。

アプリケーションボタンを右クリックすると、メニューが表示され、そこからそのアイテムのヘルプを表示したり、アプリケーションを実行することができます。

クイックリンクボタン (以下の **13 および 14** など) をクリックすると、リストに記載されたファイルで実行できるタスクのメニューが表示されます。

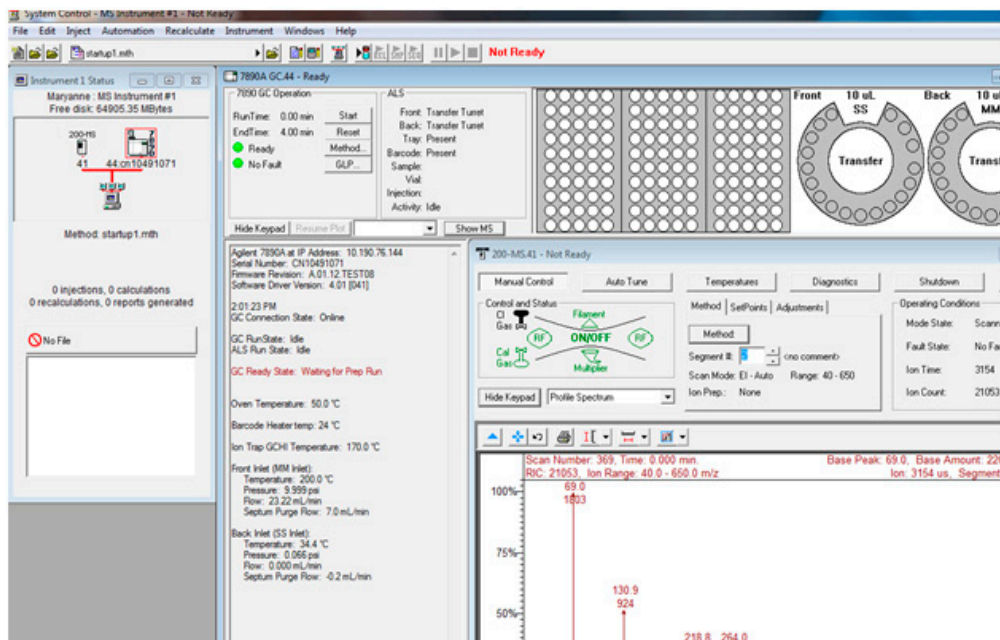


-  **System Control/Automation (システムコントロール / オートメーション)**
機器ステータスのモニタ、自動注入の実行、バッチの再計算を実行します。
-  **View/Edit Methods (表示 / メソッドの編集)**
機器の操作、データ取得、およびデータ処理メソッドの表示と編集を行います。
-  **Edit Automation Files (自動ファイルの編集)**
サンプルリスト、再計算リスト、およびシーケンスをオフラインで編集できます。

- 4  **Review/Process MS Data (レビュー /MS データの処理)**
クロマトグラムとスペクトルのレビュー、ライブラリサーチの実行、および定量結果のレビューと処理を行います。
- 5  **Standard MS Reports (標準 MS レポート)**
標準 MS レポートの作成、編集、および表示を行います。
- 6  **Custom MS Reports (カスタム MS レポート)**
カスタマイズ MS レポートの作成、編集、および表示を行います。
- 7  **Security Administration (セキュリティ管理)**
MS ワークステーションのセキュリティオプションとパスワードを設定します。
- 8  **Batch Reporting (バッチレポート)**
[Batch Report] ウィンドウ上でドラッグアンドドロップすることにより、データファイルグループの標準レポートを作成します。
- 9  **View/Edit Chromatograms (表示 / クロマトグラムの編集)**
標準 GC クロマトグラムのレビュー、対話形式によるデータ処理パラメータの編集、および結果の再計算を行います。
- 10  **Standard Chrom Reports (標準クロマトグラムレポート)**
標準クロマトグラムおよび結果レポートのプレビューを表示します。
- 11  **ACSEd**
アクティブ化合物設定エディタ。化合物セットをアクティブ化します。
- 12  **Quick Start! (クイックスタート!)**
サンプルリストを使用せずにサンプルを分析することができます。
- 13  **もっとも最近使用したデータファイルに簡単にアクセスできます。**
- 14  **もっとも最近使用したメソッドに簡単にアクセスできます。**

[System Control] ビュー

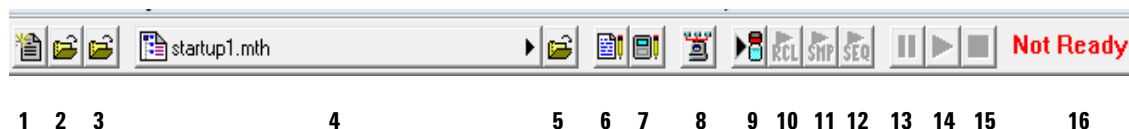
[System Control] ビューは、MSワークステーションの起動時に表示されます。このウィンドウには、コンフィグレーションされた機器とそのパラメータが表示されます。




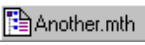






[Instrument Status] ウィンドウには、インストールされたモジュール、アクティブメソッド、および自動化情報（注入や計算の回数など）の概要が表示されます。

システムコントロールツールバー

[システムコントロール] ツールバーは、オートメーションの実行とメソッド編集に必要な一般的なアクションを含みます。



- | | | |
|---|--|---|
| 1 |  | オートメーションファイル（再計算リスト（RecalcList）、サンプルリスト（SampleList）、またはシーケンス（Sequence））を新規作成します。新しいファイルの名前の入力を求められます。 |
| 2 |  | 既存の自動化ファイルを開きます。[Open Automation] ダイアログボックスが表示されます。 |
| 3 |  | メッセージログファイルを開きます。 |
| 4 |  Another.mth | [Active Method QuickLink] ボタン。現在アクティブになっているメソッド内容の表示やメソッドの re-activation（取り付けられている機器にメソッドを再ダウンロード）を行うことができます。 |
| 5 |  | メソッドを有効にします。[Active Method] ダイアログボックスを表示します。 |
| 6 |  | [Edit Notes] ダイアログボックスを表示します。[Open File] ダイアログボックスで [Notes] に記入した内容が表示され、その内容はオートメーションファイルの印刷時にも出力されます。 |
| 7 |  | [Module Information Editor] ダイアログボックスを表示します。モジュール情報は機器の作成したデータファイルに記録され、レポートに含めることができます。 |
| 8 |  | [Instrument Status] ウィンドウを表示します。 |

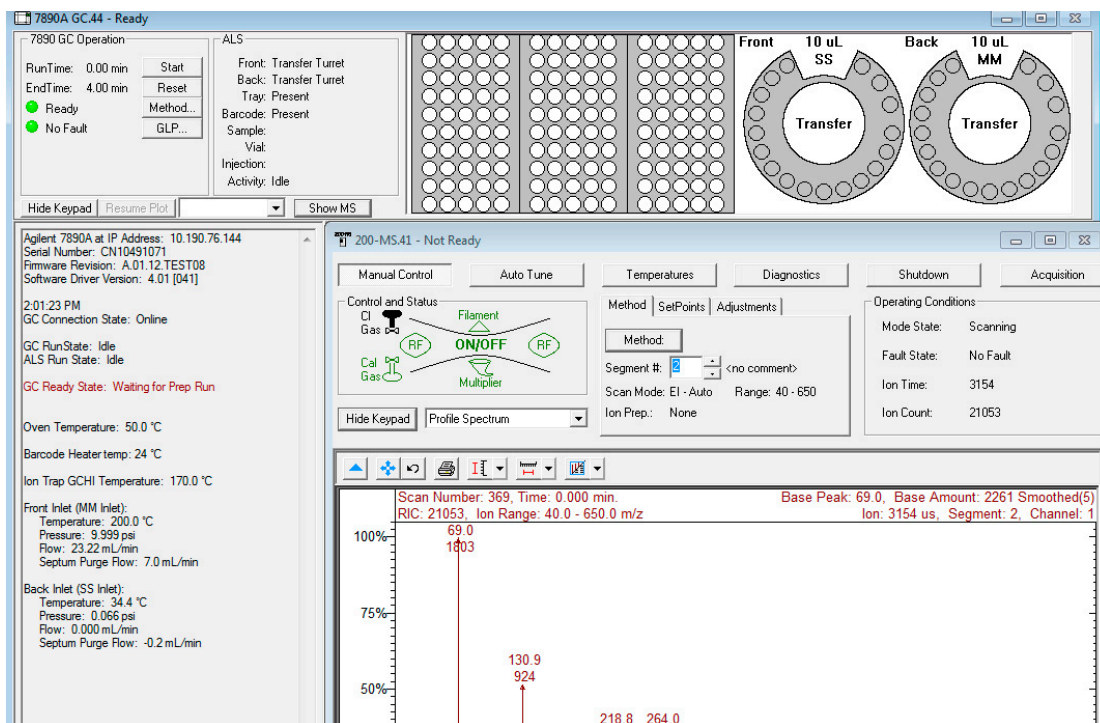
- | | | |
|----|--|--|
| 9 |  | [Inject Single Sample] ダイアログボックスを表示し、シングルサンプル注入ができます。 |
| 10 |  | 機器で現在開いている再計算リストを開始します。この項目は、再計算リストが開いている場合以外は無効になっています。 |
| 11 |  | 機器で現在開いているサンプルリストを開始します。この項目は、サンプルリストが開いている場合以外は無効になっています。 |
| 12 |  | 機器で現在開いているシーケンスを開始します。この項目は、シーケンスが開いている場合以外は無効になっています。 |
| 13 |  | オートメーションを休止します。現在の分析が完了した時点でオートメーションは中断されます。 |
| 14 |  | 休止状態からオートメーションを再開します。オートメーションは休止した時点から続行されます。 |
| 15 |  | オートメーションを停止します。現在の分析を停止し、すべてのモジュールを同時にリセットして、シーケンスを中断します。 |
| 16 |  | 機器ステータスのインジケータ。機器の次のステータスを表示します。
Not Ready (ノットレディ) - Waiting (待機中) - Running (実行中) - Computing (計算中) - Printing (印刷中)
機器がレディであるのに実行されていない (アイドル) 場合、ステータスは表示されません。 |

システムコントロールのモジュールウィンドウ

機器の各モジュールには、[System Control] で表示可能な個別のウィンドウがあります。以下は、7890A/7693 モジュールウィンドウ、220 GC/MS Ion Trap モジュールウィンドウ、および 240 GC/MS Ion Trap モジュールウィンドウの概要です。

7890 モジュールウィンドウ

7890A GC をコンフィグレーションすると、以下のウィンドウが [システムコントロール] に表示されます。

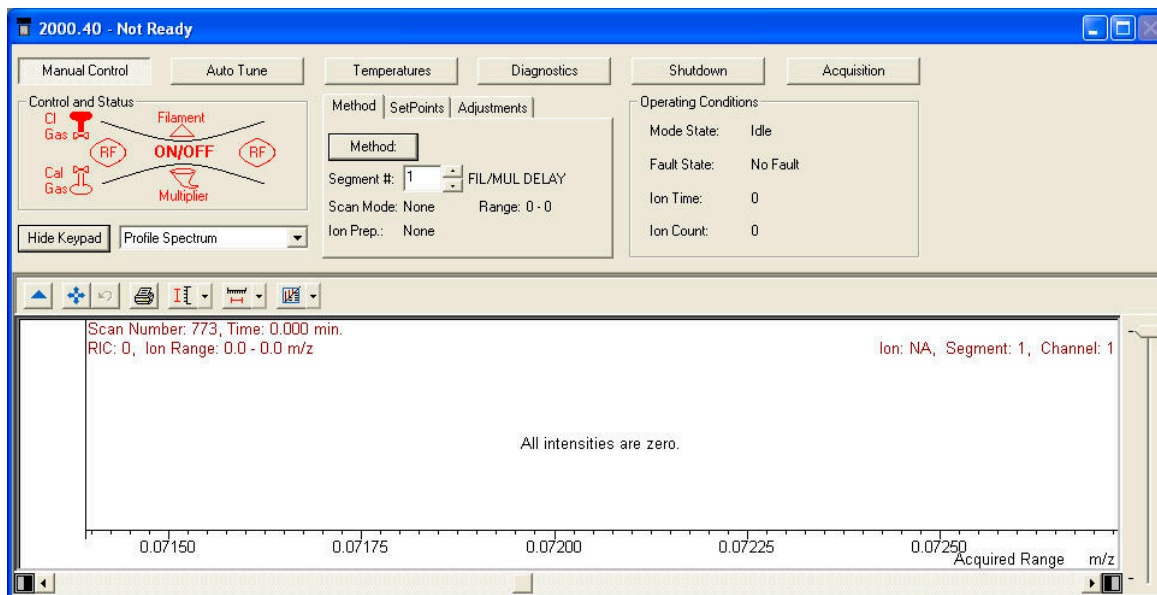


このモジュールウィンドウには、GC ステータス（左列）および ALS ステータスとコンフィグレーション（上部）が表示されます。

[7890 GC Operation] セクション (左上) には、メソッドのランタイム、終了時間、レディまたは障害のステータスが表示されます。このセクションから、以下が実行できます。

- GC のみの開始 ([Start] ボタン)
- GC モジュールのリセット ([Reset] ボタン)
- アクティブメソッドの GC セクションの編集 ([Method] ボタン)
- GLP 情報の表示 ([GLP] ボタン)

[220 GC/MS Ion Trap モジュール] ウィンドウ



[220 GC/MS Ion Trap モジュール] ウィンドウには、220MS の一般ステータスが表示されます。このウィンドウから、[Auto Tune]、[Temperatures]、[Diagnostics]、[Shutdown]、[Acquisition] の機能にアクセスできます。

[240 GC/MS Ion Trap モジュール] ウィンドウ

Manual Control | Auto Tune | Temperatures | Diagnostics | Startup/Shutdown | Acquisition

Control and Status
 Source: Internal
 Method: Internal
 Vacuum System: OK
 Temperatures: OK Source: OK
 Ion Gauge Pressure: 0.0 uTorr (Fil 1 Valid)

Method | Active Segment | Checks and Adjustments | Module Attributes

Instrument Configuration: Internal EI and CI
 Acquisition Data Type: Centroid Profile

Segment	Segment Description	Start (min.)	End (min.)	Scan Description
1	FIL/MUL DELAY	0.00	3.00	Ionization Off
2		3.00	10.00	EI Auto - Full
3				
4				
5				
6				

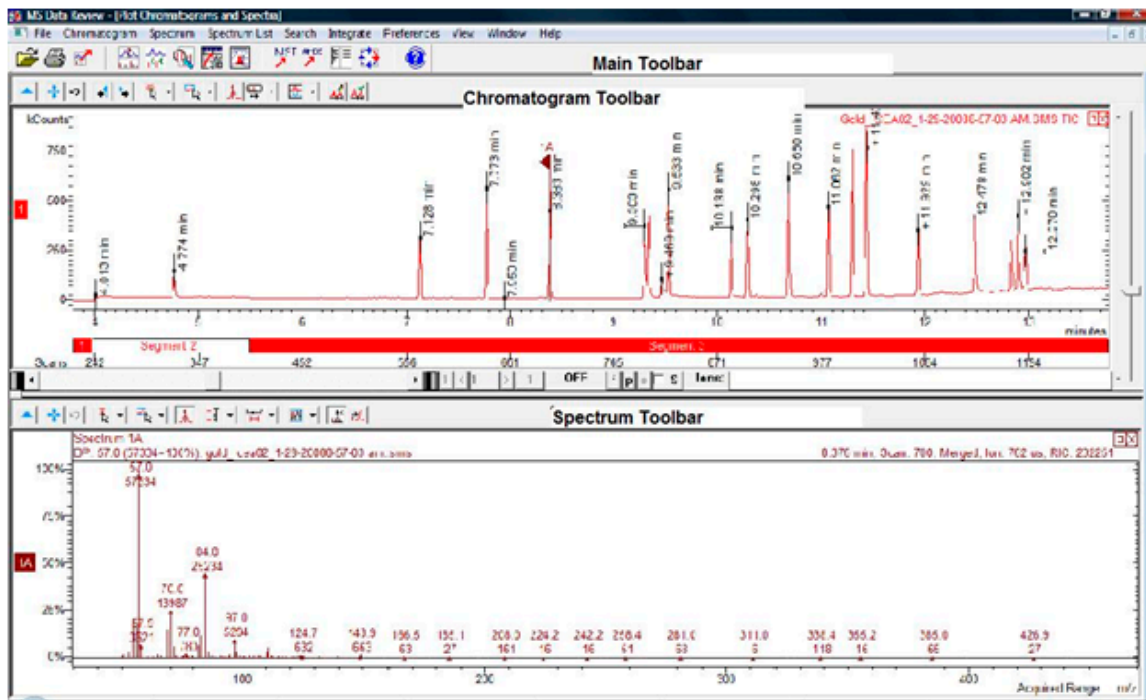
Scanning: Trap Ion Gauge Calibration Gas Cl Gas
 Hide Keypad Spectrum
 Method: Activate Changes Restore
 Active Method Segment: Number: 1 FIL/MUL DELAY
 Scan Function Channels: Cycle Inlet #: 1

Acquired Range m/z

[240 GC/MS Ion Trap モジュール] ウィンドウには、240MS の一般ステータスが表示されます。このウィンドウから、オンラインメソッドの編集、または [Auto Tune]、[Temperatures]、[Diagnostics]、[Shutdown]、[Acquisition] の機能へのアクセスができます。

MS データレビューのツールバー

以下のセクションでは、[MSDR] ツールバーのアイコンを説明します。
 詳細は、オンラインヘルプを参照してください。



メインツールバー



プロットするデータファイルを選択し、質量または質量範囲を選択できます。



クロマトグラム、スペクトルなどのさまざまな印刷オプションを備えた [Make Reports] ウィンドウを開きます。



クロマトグラム、スペクトル、およびさまざまなビューを関連するアプリケーション（ASCII、クリップボード、およびスペクトルリストなど）にエクスポートするメニューを開きます。



[Plot Chromatogram and Spectra] ビューを開きます。

以下の検索を選択できます。



- アクティブスペクトルのライブラリサーチ
- アクティブスペクトルのターゲットリストサーチ
- アクティブクロマトグラムのターゲットリストサーチ



[Process Data] ビューを開きます。



[Results] ビューを開きます。

2 MS Workstation Views and Toolbars.fm



NIST MS 検索アプリケーションを開き、アクティブスペクトルの NIST ライブラリサーチを開始します。



アクティブクロマトグラムの AMDIS アプリケーションを開きます。



[Plot] ビュー右側のクロマトグラムとスペクトルのペインを全画面表示に切り替えます。このアイコンをもう一度クリックすると、元のビューに戻ります。



プロットとスペクトルを回転します（左右から上下へ）



[Help] メニューを開きます。

【クロマトグラム】 ツールバー



ツールバーを非表示にします。



X 軸と Y 軸上で、クロマトグラムをフルスケールに展開します。



クロマトグラムの前のスケールに戻ります。



マーカーをスキャンごとに後方に移動し、各ポイントでスペクトルを表示します。



マーカーをスキャンごとに前方に移動し、各ポイントでスペクトルを表示します。



メニューを開いて、クロマトグラムウィンドウでマウスを 1 回クリックする動作を設定します。



メニューを開いて、クロマトグラムウィンドウでマウスをクリックアンドドラッグする動作を設定します。



ピークをクリックしたときに、以下のビュー間を切り替えます。

- マウスでクリックしたポイントのピークのスペクトル
- ピークの頂点のスペクトル



ピーク上で選択したポイントのスペクトルまたは平均スペクトルを表示します。最大 7 つのスキャンを表示できます（選択したポイント、およびその両側の最大 3 つのスキャン）。



プロットのスタック、重ね描き、または各プロットの最大ピークにノーマライズしたすべてのピークの上塗り描きのメニューを開きます。



バックグラウンド補正の編集：ユーザーの選択に従ってベースラインをピークから分離できるようにメニューを開き、ベースラインコンポーネントを分析対象物のスペクトルから除去します。



バックグラウンド補正マーカー：ベースラインをピークから分離するマーカーを表示するか、または非表示にします。



高分解能プロットで、高分解能クロマトグラムとスペクトルを表示します。デフォルトでは、高分解能データが表示されます。



非 DDS モード：[Base Peak (BP)] アイコンは、TIC プロットでのみ動作します。[Base Peak] アイコンをクリックすると、ベースピークの強度が表示されます。[Base Peak] アイコンを押したときに、抽出イオンまたはその他のスキャンディスクリプタが表示される場合、これらのプロットは変更されていません。

DDS モード：[Base Peak] アイコンをクリックすると、すべてのスキャンディスクリプタ RIC プロットがベースピークの強度に変更されます（またはその逆）。サーベイスキャンまたはその他の MS レベルも表示される場合は、同じモードで、すべてのスキャンディスクリプタ（RIC または基準ピークの強度）プロットとともにサーベイスキャンも表示されます。

[スペクトル] ツールバー



ツールバーを非表示にします。



X 軸と Y 軸上で、スペクトルをフルスケールに展開します。



前のスペクトルのスケールに戻ります。



メニューを開いて、スペクトルウィンドウでマウスを 1 回クリックする動作を設定します（[クロマトグラム] ツールバーを参照）。



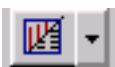
メニューを開いて、スペクトルウィンドウでマウスをクリックしてドラッグする動作を設定します（[クロマトグラム] ツールバーを参照）。



スペクトルの Y 軸をオートスケールに設定し、ベースイオンのフルスケールまたは固定を選択できるようにします（固定を選択する場合、Y 軸はベースイオンのフルスケールより小さくする必要があります）。



質量範囲の設定：スペクトルは、選択した測定範囲または固定範囲を表示します。現在および前回の最大値を選択すると、測定範囲は表示されますが、基準ピークにノーマライズされることはなくなります。



スペクトル表示の設定：イオンの質量対強度のプロット、イオンと強度のテーブル（基準ピークの %）、またはスペクトルに関する情報のサマリ（データファイル名、ランタイム、測定範囲など）を選択できます。

2 MS Workstation Views and Toolbars.fm



バックグラウンド補正スペクトル：オンまたはオフに設定できます。オンにすると、ベースライン外部のイオンが、分析対象物スペクトルの表示から除去されます。



メニューを開いて、単一イオンまたはイオン範囲を入力します。イオン範囲は、マウスでスペクトルの一部を選択することによっても入力できます。イオンを入力した後、**[Plot]** ボタンをクリックすると、選択したイオンのみを含むクロマトグラムを作成します。



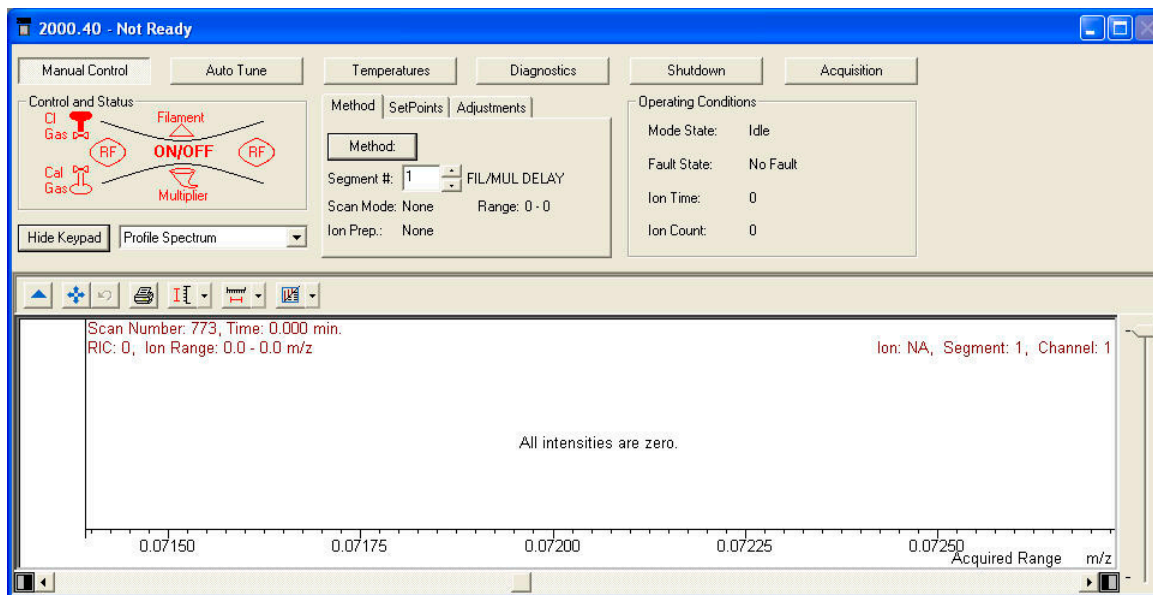
3 一般的な作業

Agilent 220 GC/MS Ion Trap でサンプルを実行する前に	32
Agilent 240 GC/MS Ion Trap でサンプルを実行する前に	34
GC/MS システムシャットダウン	36
GC/MS システムスタートアップ	36
[System Control] でデータを取り込むには	38
MS データを解析するには	41
操作上のヒント	42



Agilent 220 GC/MS Ion Trap でサンプルを実行する前に

Agilent 220 GC/MS Ion Trap でサンプルを実行する前に、[Ion Trap Module] ウィンドウにアクセスし、以下のステップを実行します。



1 温度を確認します。

- a **[Temperatures]** タブをクリックします。
- b トラップ、マニフォールド、および MS トランスファラインがサンプルを実行する温度に設定されていることを確認します (GC ヒーターインターフェイス [GCHI] は、自動的に同じ値に設定されます)。
- c トラップ電極の熱平衡には 2 時間以上を要することに注意してください。システムのチューニングとサンプル分析は、この後に行うことができます。

- 2 機器のマニュアル調整をします。
 - a **[Manual Control]** タブをクリックします。
 - b **[Adjustments]** > **[RF Adjustments]** を選択します。
 - c 正面パネルの一番下にあるネジを回してチューニングし、**[Save Results]** をクリックします。
 - d **[Adjust Cal Gas]** をクリックし、濃度が **[OK]** になるまで値を調整してから、**[Save Results]** をクリックします。
- 3 システムのステータスと障害をチェックします。
 - a **[Diagnostics]** タブをクリックします。
 - b 診断を実行して、システムのステータスと障害をチェックします。
 - c すべてに合格したことを確認するか、または障害の修正作業を行います。
- 4 機器をオートチューンします。
 - a **[Auto Tune]** をクリックします。
 - b **[All]** を選択して、機器をチューニングします（これらは空気 / 水のチェック、マルチプライヤ設定、質量キャリブレーション、およびトラップ機能キャリブレーションを含みます）。
 - c オートチューンのパス、またはサンプルの測定が許可されないことを確認します。

以上のステップの完了後、システムはサンプル分析の準備ができます。

Agilent 240 GC/MS Ion Trap でサンプルを実行する前に

Agilent 240 GC/MS Ion Trap でサンプルを実行する前に、[Ion Trap Module] ウィンドウにアクセスし、以下のステップを実行します。

The screenshot displays the Agilent 240 GC/MS Ion Trap software interface. The main window is titled 'Ion Trap Module' and contains several panels:

- Control and Status:** Shows 'Source: Internal', 'Method: Internal', 'Vacuum System: OK', 'Temperatures: OK', 'Source: OK', and 'Ion Gauge Pressure: 0.0 uTorr (Fil 1 Valid)'. It includes buttons for 'Edit Method' and 'Upload MS Method'.
- Method:** Shows 'Instrument Configuration' set to 'Internal EI and CI' and 'Acquisition Data Type' set to 'Centroid'. It also has 'Active Segment' and 'Checks and Adjustments' tabs.
- Chromatographic Time Segments:** A table with columns for Segment Description, Start (min.), End (min.), and Scan Description. It lists segments 1 through 6, with segment 1 being 'FIL/MUL DELAY' (0.00 to 3.00 min) and segment 2 being 'EI Auto - Full' (3.00 to 10.00 min). Buttons for 'Add', 'Insert', and 'Delete' are on the right.
- Scanning:** Includes checkboxes for 'Trap', 'Ion Gauge', 'Calibration Gas', and 'Cl Gas'. It shows 'Active Method Segment' as 'FIL/MUL DELAY' and 'Scan Function Channels' with a 'Cycle' checkbox and 'Channel #' set to 1.
- Bottom Panel:** A spectrum plot showing 'Acquired Range m/z' from 0 to 1000, with intensity from 0% to 1000%.

1 温度を確認します。

- a **[Temperatures]** タブをクリックします。
- b トラップ、イオン源（外部モードのみ）、マニフォールド、および MS トランスファラインがサンプルを実行する温度に設定されていることを確認します（GC ヒーターインターフェイス [GCHI] は、自動的に同じ値に設定されます）。

- c トラップ電極の熱平衡には 2 時間以上を要することに注意してください。システムのチューニングとサンプル分析は、この後に行うことができます。
- 2 機器マニュアル調整を行い、キャリブレーション用ガスをチェックします。
- a **[Manual Control]** タブをクリックします。
 - b **[Adjustments]** をクリックします。
 - c **[RF Adjustments]** をクリックします。
 - d 正面パネル一番下のネジを回して、調整し、**[Save Results]** をクリックします。
 - e **[Air/Water]** をクリックして許容レベルであることを確認してから、**[Save Results]** をクリックします。
 - f **[Adjust Cal Gas]** をクリックし、濃度が **[OK]** になるまで値を調整してから、**[Done]** をクリックします。
- 3 システムのステータスと障害をチェックします。
- a **[Diagnostics]** タブをクリックします。
 - b 診断を実行して、システムのステータスと障害をチェックします。
 - c すべてに合格したことを確認するか、または障害の修正作業を行います。
- 4 機器をオートチューンします。
- a **[Auto Tune]** をクリックします。
 - b **[All]** を選択して、機器をチューニングします（これらはマルチプライヤ設定、質量キャリブレーション、およびトラップファンクションキャリブレーションを含みます）。
 - c オートチューンのパス、またはサンプルの測定が許可されないことを確認します。

以上のステップの完了後、システムはサンプル分析の準備ができます。

GC/MS システムシャットダウン

- 1 AgilentWS/Service フォルダから、GC シャットダウンメソッドを有効にします。これにより、メンテナンス作業を実行する前に、GC 加熱部が低温に設定されます。
- 2 **[Shutdown]** タブをクリックし、さらに **[Shutdown]** ボタンを押して、真空システムと加熱部を順序正しくシャットダウンします。220-MS および 240-MS で **[Shutdown]** ボタンを押すと、デフォルトでは GCHI が 35 °C に設定されます。
- 3 すべての加熱部が冷却されるまで待ってから、電源をオフにします。

注意

トラップ電極は 100 °C を超えた状態で空気に触れると、破損することがあります。

- 4 ベントを開き、10 分間待機した後でメンテナンスを開始します。
- 5 GC 加熱部が冷却されているのを確認し、電源をオフにしてから、メンテナンスを開始します。

GC/MS システムスタートアップ

- 1 ベントが閉じ、すべての GC および MS の接続がしっかり行われていることを確認します。MS と GC の電源を入れます。
- 2 **[MS ワークステーション]** ツールバーから **[System Control]** を開いて、PC と PC に接続されたすべてのモジュール間の通信を有効にします。
- 3 GC と MS の **[Status]** 画面表示を確認します。ターボ真空ポンプの回転数が上がると、**[Startup/Shutdown]** タブが表示されます。ターボポンプスピードは、1 ~ 2 分で 100 + 1% に達するはずですが、ターボ電流は、ターボが 100% に達したときに 350 mA 未満である必要があります。
- 4 **[Diagnostic]** タブをクリックします。フォアライン圧力の真空レベル (< 100 mTorr)、およびイオンゲージ圧力 (数分後に < 200 μTorr) をチェックします。

- 5 **【Manual Control】** タブをクリックします。トラップをオンにし、高質量ノイズがないかどうかシステムをチェックします。
- 6 **【Temperature】** タブをクリックします。適切なチューニングおよびサンプル分析のために、システムを焼き出しして、過剰な水とバックグラウンドを取り除く必要があります。
- 7 **【Start Bake-out】** をクリックします。
- 8 夜間の焼き出しの後、上記の一般的な作業を実行してから MS でサンプルを分析します。

[System Control] でデータを取り込むには

- 1 [Instrument] > [Setup Ethernet Communications] をクリックして、[System Control] で GC がコンフィグレーションされていることを確認します。
- 2 ALS が GC に接続されている場合は、[Instrument] > [Configuration] をクリックして、[AutoStart] ボックスに GC モジュールがなければそこに配置します。

シングルサンプルを注入するには

- 1 [システムコントロール] ツールバーで、[Inject Single Sample] ア



アイコン をクリックし、以下の [Inject Single Sample] ダイアログを表示します。

Sample Name	Sample Type	Cal. level	Inj.	Injection Notes	AutoLink	Vial	Injection Volume	Position	Read Barcode	Barcode Mismatch	Sample Prep Program
Default Sample	Analysis		1	none	none	1	1.00	Front	No		none

Inject the Sample using the Method:

C:\Agilent\WS\startup1.mth

Clear Coefficients before Calibrating

- 2 サンプルとバイアルの情報を入力します。
このダイアログボックスでは、データファイルを保存する場所と方法 ([Data Files] ボタン) および再計算リストのオプション ([RecalcList] ボタン) などの注入メソッドを変更できます。
- 3 前処理が必要な場合は、[Sample Prep Program] (上の図では「none」になっています) をクリックして、新しいダイアログを開きます。表示されたダイアログボックスにプログラムのステップを入力して、保存します。
- 4 すべてのパラメータを設定した後、[Inject] をクリックしてサンプルを分析します。


サンプルリストを作成するには

- 1 [MS ワークステーション] ツールバーで、**[Edit Automation Files]** をクリックします。
- 2 **[File] > [New] > [SampleList]** をクリックします。適切なサンプルリストタイプを選択します。サンプルとバイアルの情報を入力します。
- 3 前処理が必要な場合は、**[Sample Prep Program]**（上の図では「none」になっています）をクリックして、新しいダイアログボックスを開きます。このダイアログボックスにプログラムのステップを入力して、保存します。
- 4 **[Data Files]** をクリックして、適切なフォルダにファイルを配置します。
- 5 **[RecalcList]** をクリックして、再計算リストを作成します。
- 6 サンプルリストを保存します。これでサンプルリストは、注入を行い、データを収集するようにコンフィグレーションされました。

サンプルリストを実行するには

- 1 [System Control] から、**[File] > [Open Sample List]** を選択し、実行する適切なサンプルリストを選択します。
- 2 [System Control] で、 をクリックして [Sample List] ダイアログボックスを開きます。
- 3 [Sample List] ダイアログボックスで、**[Begin]** を選択してオートメーションを開始します。

メソッド全体を編集するには





- 1 すべてのタイプのオフラインメソッド編集を実行する前に、GC が [System Control] でコンフィグレーションされていることを確認します。これにより、[Method Editor] 内で GC コンフィグレーションが適切に保存されます。
- 2 [システムコントロール] ツールバーで、[Method] アイコン  をクリックしてメソッドエディタを開きます。メソッドエディタは、[MS ワークステーション] ツールバーの [Method Editor] アイコンからもアクセスできます。

3 一般的な作業

- 3 必要に応じてメソッドのセクションを変更します。メソッドエディタでは、機器パラメータと、コンフィグレーションされたすべてのモジュールのポストラン処理を設定できます。
- 4 メソッドへの変更を保存します。

MS データを解析するには

MS データ解析は、MS Data Review (MSDR) アプリケーションで実行されます。

- 1 MS ワークステーションのメインツールバーで、 をクリックして MS データレビューアプリケーションにアクセスします。
- 2 [MS データレビュー] ツールバーで、 をクリックしてデータファイルを開きます。
- 3 データファイルが開いたら、 をクリックして [Process] ビューにアクセスします。
- 4 **[Process]** をクリックして、計算を実行します。
- 5 ファイルが処理されたら、[Results View] アイコン  をクリックします。
- 6 [Results View] では、検量線、結果リスト、レポートを表示できます。

操作上のヒント

- 定期的にデータとメソッドをバックアップします。
- 後で参照できるようにチューニングレポートをノートに記録します。
- このマニュアルの最後、または GC および Ion Trap ハードウェアのマニュアルに記載されているメンテナンススケジュールに従って、システムメンテナンスを実行します。実行したメンテナンスすべての記録を保存しておきます。
- Ion Trap をベントしているときには、冷却された GC を利用して注入口ライナーやセプタム等の交換などのメンテナンスを行います。
- 焼き出しの後、Ion Trap が熱平衡状態になるまで 2 時間以上待ってから、チューニングまたはデータ取得を行います。
- 最適な感度は、一般的に 1.2 mL/min 以下のカラム流量のときに得られます。
- 1 マイクロリットルを超える量を注入するときは、パルスドスプリットレスモードを使用して、オープンの初期温度を 10 ~ 20 °C 上昇させます。
- スプリットレス注入では、パルスドスプリットレスモードによって、より定量的なサンプルがカラムに送られます。パルス圧力は、注入口の初期圧力の 2 倍が一般的です。
- **【Constant Flow】モード**を選択すると、多くの場合最も効果的な分離が得られます。
- 新しいカラムについては、使用を始めてから数回オープンの温度が上下した後、カラムナットが緩んでいないかどうかをチェックします。
- Agilent 7890 GC キーパッドの [Config] [Status] ボタンを使用して、最も重要な 3 つの表示項目を設定します (**残り時間**、**オープン温度**など)。
- オートサンブラ洗浄バイアルを洗浄して補充します。途中まで残っているボトルに溶媒を追加しないでください。



4 基本トラブルシューティング

基本トラブルシューティング 44

基本トラブルシューティング

ハードウェア障害が発生したら、診断を実行します。詳しい手順については、ハードウェアマニュアルを参照してください。

イオンゲージ圧力が > 200 μ Torr

- GC ヘリウム流量が 1 mL/min (圧力パルスなし) であることをチェックします。
- インジェクタとトランスファラインのカラムナットの締め付けをチェックします。
- アナライザが取り外されている場合は、微粒子または繊維が付いていないかどうか O-リングシールをチェックします。
- トランスファラインの O-リングのねじれ、変形、裂け目などをチェックします。必要に応じて、O-リングを交換します。

リークチェック

MS または GC にリークがあるかどうかを確認するには、以下の手順に従います。

- 1 [System Control] に移動し、DailyChecks.mth メソッドを有効にして、[MS module] ウィンドウの [Manual Control Mode] で質量範囲 m/z 10-50 を表示します。
- 2 キャリアガスの流量を 1 mL/min から 2 mL/min に増やします。
 - 28 イオンが増加または減少する場合は、おそらく GC またはラインガスフィルタにリークがあります。
 - 28 イオンアバundanceが引き続き安定している場合は、おそらく MS にリークがあります。

GC またはラインガスフィルタにリークがある場合

インジェクタのメンテナンスを実行し、DailyChecks.mth を使用して再チェックします。リークがなくなる場合は、GC でリークをチェックします。

MS にリークがある場合

- 1 カラムナットの締め付けをチェックします。
 - カラムナットが固定されている場合は、スキャン範囲を m/z 10-100 に設定し、フロンベースのダスティングキャニスタを使用して、さまざまなシール（カラムナット、トランスファライン O-リング、アナライザ O-リングなど）の周囲にスプレーします。
 - これらのスプレーが使用できない場合は、アルゴンガス供給を使用します。
手順よく、シールに向けてアルゴンを一気にスプレーし、40 amu のイオンを探します。
- 2 リークの位置が引き続き不明な場合は、トランスファラインに MS プラグを差し込み、MS のリーク検査を繰り返します。
 - プラグを差し込んだ MS にリークがない場合は、GC を接続して GC のリークをチェックします。

FC43（キャリアレーション用ガス）シグナルがない

診断を実行して、電気的な問題がないかどうかチェックします。シグナルの損失は以下の原因が考えられます。

- フィラメントの焼きつき
- バイアルにキャリアレーション用ガスがない
- 大規模な空気漏れ

サンプル分析でのシグナルの損失

シグナル損失の MS におけるもっとも一般的な理由は以下の通りです。

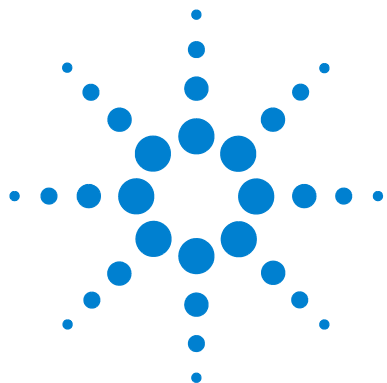
- トラップ電極の汚れ（電極のクリーニング）
- ゲートコンダクタおよびトラップゲートコンダクタの汚れ（コンダクタのクリーニングまたは交換）
- フィラメント付近のトラップオープンのカーボン付着
- クォーツスパーサのひび割れ（交換）

シグナル損失の GC におけるもっとも一般的な理由は以下の通りです。

- シリンジニードルの汚れ
- ブランジャの乾燥または緩み

4 基本トラブルシューティング

- 不適切な注入メソッド
- 不安定またはアクティブな化合物
- 不適切な分析条件



5 通常メンテナンス

通常メンテナンス 48

通常メンテナンス

メンテナンスは、サンプルのロード、マトリックス、および品質管理要件に応じて必要となります。ご使用のアプリケーションが、以下の記載とは異なる頻度のメンテナンスを必要とする場合があります。詳細については、対応するマニュアルを参照してください。

毎日

- チェックを行い、必要に応じてオートサンブラの溶媒洗浄バイアルを補充します。
- オートサンブラのシリンジ、およびストロークカウントをチェックします。必要に応じて交換します。
- DailyChecks.mth の空気 / 水セグメント #1 を実行して、リークをチェックします。
- ガスフィルタとキャリアガス供給をチェックします (レギュレータの高圧ステージで >250 psi)。
- トランスファラインとインジェクタのカラムナットの締め付けをチェックします。

毎週

- キャリブレーション用ガスを調整し、すべてのオートチューン機能を実行します。
- Daily Checks.mth を使用して、高質量ノイズをチェックします。
- 夜間または週末にイオントラップを焼き出しします。

毎月

- マルチプライヤ、RF、およびフィラメントの診断を実行します。
- RF 電圧範囲をチェックし、直線でない場合は調整します。

2～3カ月に一度

- 必要に応じて、カラムを交換します。

- フォアラインポンプのオイルの色をチェックします。黒ずんだり濁ったりしている場合は、オイルとオイルミストカートリッジの交換頻度を増やします。
- 必要に応じてトラップ電極をクリーニングします。
- 壊れている場合、診断に不合格の場合、または感度が低い場合は、フィラメントを交換します。

毎年

フォアラインポンプオイルとオイル排出フィルタを交換します。

不定期

- 空になったら、キャリブレーション用ガスバルブを補充します。
- インジェクタセパタムをチェックして、交換します（注入回数 50 ～ 200 または必要に応じて）。
- カラムを切り取ります（8 ～ 30 cm、頻度はマトリックスに応じて決定）。
- マスズレの場合には、質量キャリブレーションおよびトラップファンクションキャリブレーションを実行します。
- 電圧が 2500V を超える場合は、EM を交換します。
- GC/MS ガスフィルタがきれいであることを確認します。必要に応じてそれらを交換します。

5 通常メンテナンス



© Agilent Technologies, Inc.

Printed in USA, 2011 年 3 月



G1431-96002