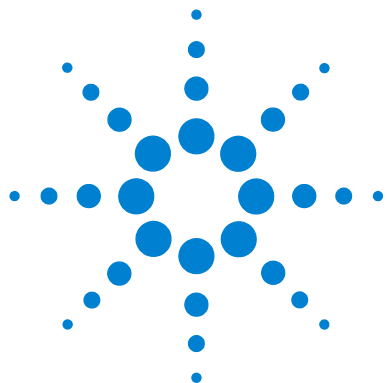




Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS システム

クイックスタートガイド

詳細情報の入手先	1
コンフィグレーションダイアグラム	4
ChemStation のビュー	6
基本操作	20
操作のヒント	27
トラブルシューティングのヒント	29

このマニュアルは、OpenLAB CDS ChemStation Edition ソフトウェア（バージョン C.01.03 以降）および Agilent 6100 シリーズ LC/MS の機器に適用されます。

詳細情報の入手先

オンラインヘルプ この『クイックスタートガイド』に記載されていない詳細情報については、オンラインヘルプをご利用ください。オンラインヘルプは、以下のいずれかの方法で表示できます。

- ツールバーの **[ヘルプ]** ボタンをクリックします。
- **[ヘルプ]** メニューから **[ヘルプトピック]** を選択します。
- タスク関連のヘルプを表示するには、ほとんどのダイアログボックス上にある **[ヘルプ]** ボタンをクリックします。



Agilent Technologies

ユーザーガイド このクイックスタートガイドに加えて、お使いのシステムには以下のガイドが付属しており、インストールディスク上で PDF 形式でも参照できます。

- ・『Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS システムファミリアリゼーションガイド』
- ・『Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS システムコンセプトガイド』
- ・『Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS システムインストールガイド』
- ・『Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS システムメンテナンスガイド』

C.01.03 の新機能

- ・ 32 ビットおよび 64 ビット版 Windows 7 (Service Pack 1 付き) のサポート
- ・ G6120B での高速スキャンのサポート
- ・ G6120B での高速極性スイッチングのサポート (ハードウェアアップグレードが必要)
- ・ G6130B での ESI with Agilent Jet Stream Technology のサポート (ハードウェアアップグレードが必要)

C.01.02 の新機能

- ・ 32 ビットおよび 64 ビット版 Windows 7 のサポート
- ・ OpenLAB CDS ChemStation Edition での 6100 シリーズ LC/MS のサポート

B.04.03 の新機能

- ・ 32 ビット版 Windows 7 のサポート

B.04.02 SP1 の新機能

- ・ 新しい G6120B、G6130B、および G6150B シングル四重極 LC/MS システムのサポート
- ・ 6150 での Agilent Jet Stream Technology のサポート
- ・ 32 ビット版 Microsoft Windows XP Professional (Service Pack 3 付き) のサポート
- ・ 32 ビット版 Microsoft Windows Vista Business (Service Pack 2 付き) のサポート
- ・ イージーシーケンス (シーケンスの計画、生成、および待ち行列用の新型インタフェース)

B.04.02 の新機能

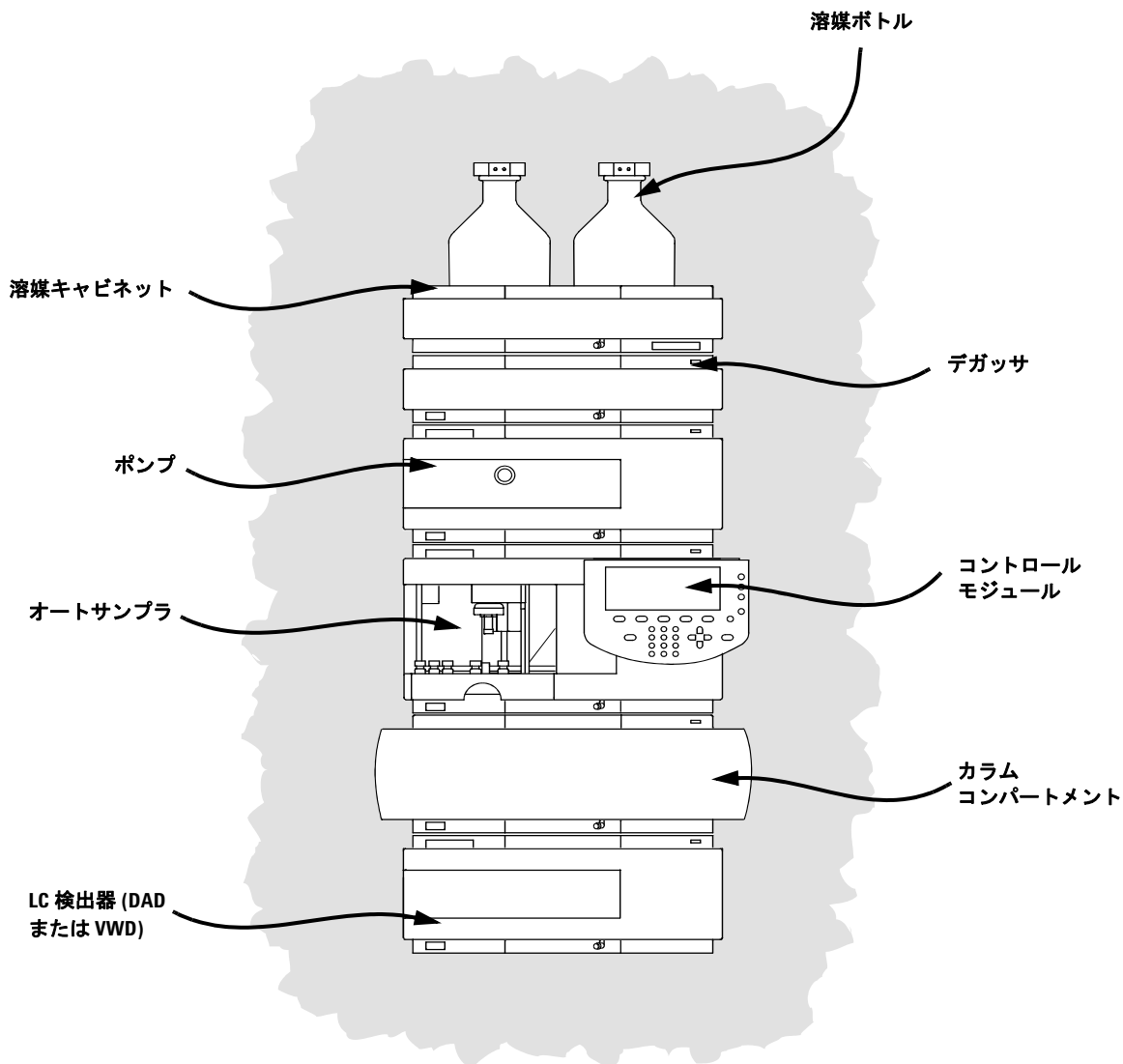
ChemStation ソフトウェア の新機能

Agilent 1100 /1200 LC システムの ユーザー向け

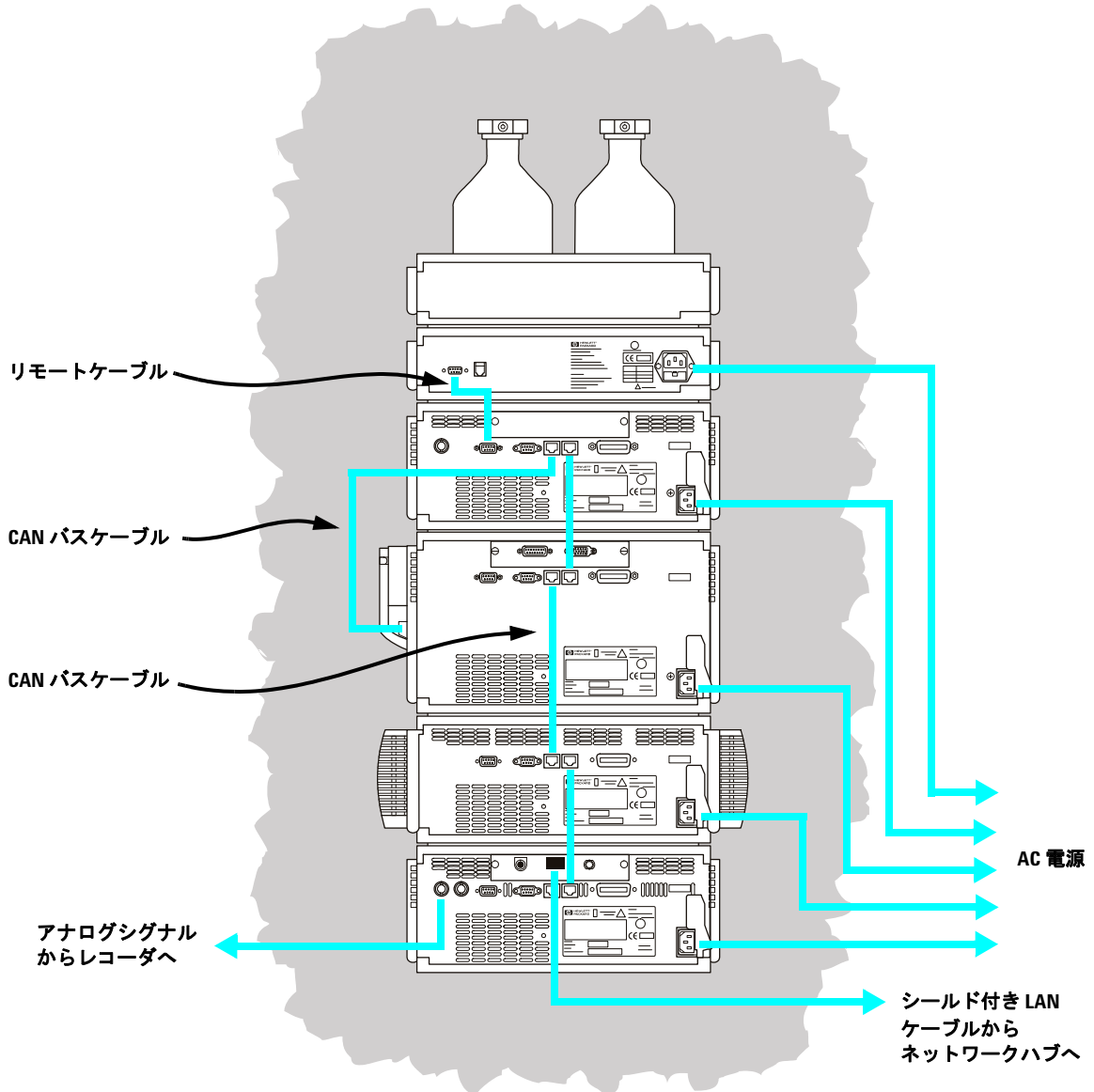
- ・ イージーシーケンス: 計画、生成、および待ち行列用の使いやすい新型ユーザーインタフェース
- ・ Agilent 1200 迅速分離用 SL LC システムおよび新しい Agilent 1290 Infinity LC システムを含む、Agilent 1200 LC シリーズのすべてのモジュールを完全サポート。これは、次のハードウェアモジュールから構成されます。
 - ・ Agilent G4220A 1290 バイナリポンプ
 - ・ Agilent G4226A 1290 高性能オートサンブラ
 - ・ Agilent G1316C 1290 サーマスタット付きカラムコンパートメント
 - ・ Agilent G4212A 1290 DAD
 - ・ Agilent G4227A Infinity FlexCube
- ・ 次の機能を含む、[メソッド&ランコントロール] 画面にある LC 機器コントロール用の新しいユーザーインタフェース:
 - ・ 利用可能なデスクトップ空間を最大限に活用するために [機器コントロール] パネルのサイズを柔軟に変更可能。
 - ・ 最重要の情報のみ表示されるように制限するための表示/非表示機能。
 - ・ 複数の同種デバイス (例: 2 つのポンプ) をグラフィカルに表示。
 - ・ すべてのバルブをグラフィカルに表示。
 - ・ メソッドのパラメータおよび各モジュールのすべてのインポート機能への直接アクセス。
 - ・ 個別モジュール用のステータス表示と全体的な機器の結果ステータス。
 - ・ ツールチップに特定機能に関する最も重要な情報を表示。
 - ・ 現在の分析またはシーケンスラインに関するサンプル情報を表形式で表示。
 - ・ データ解析パラメータおよび OpenLAB ECM (G2189BA ChemStation OpenLAB オプションを使用する場合のみ) の設定への直接アクセス。

コンフィグレーションダイアグラム

1100/1200/1260/1290 シリーズ LC



LC の配線



ChemStation のビュー

LC/MS ChemStation ソフトウェアは、いくつかのビューで構成されています。別のビューに切り換えるには、画面の左下隅か、**[ビュー]** メニューから、いずれかのビューボタンをクリックします。



[メソッド&ランコントロール] ビュー サンプルを注入して一度に 1 つのサンプルまたは自動シーケンスのどちらかでデータを取り込むように、メソッドを設定し機器パラメータを調整できます。詳細については、次のページを参照してください。

[データ解析] ビュー 積分、定量、ピーク純度の確認、デコンボリューション、およびレポート作成などのクロマトグラムとスペクトルに関するさまざまなデータ解析のタスクを実行できます。詳細については、[11 ページ](#)を参照してください。

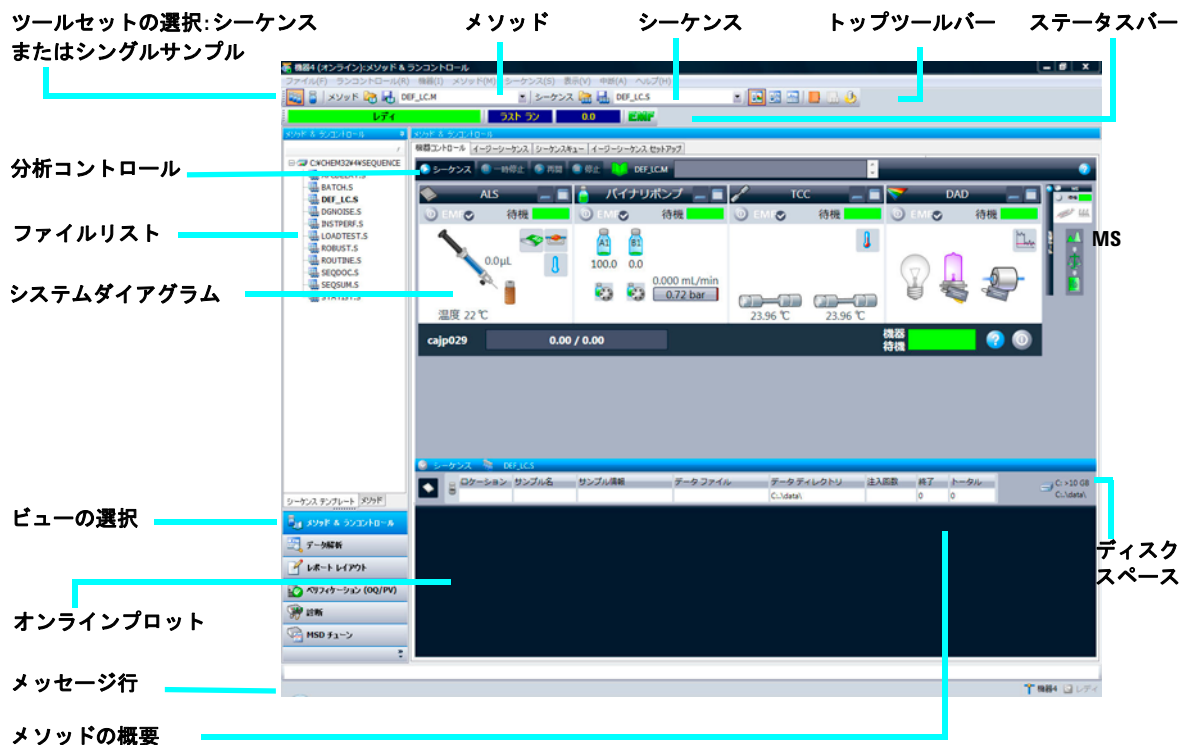
[レポートレイアウト] ビュー ChemStation によって生成されたデータを使用するためのカスタムレポートテンプレートをデザインできます。詳細については、[14 ページ](#)を参照してください。

[ベリフィケーション (OQ/PV)] ビュー 予測可能な方法でシステムが動作しているかどうかについて、Agilent サービスエンジニアが判断するのに使用します。このビューは、医薬品安全性試験実施基準（GLP）のコンプライアンスを示す場合に有用で、一部の政府機関で必要となる場合があります。詳細については、[16 ページ](#)を参照してください。

[診断] ビュー 機器の問題を診断するためのテストを実行したり、それらの問題の解決方法に関する情報にアクセスしたりできます。アーリーメンテナンスフィードバック (EMF) 機能は、問題が発生する前にシステムメンテナンスを実行する時期について通知できます。詳細については、[18 ページ](#)を参照してください。

[MSD チューン] ビュー このビューでは、お使いの LC/MS を自動的にキャリブレーションできます。特定のモジュールタイプに対してマニュアルで MS パラメータを設定することもできます。詳細については、[19 ページ](#)を参照してください。

[メソッド&ランコントロール] ビュー



注記

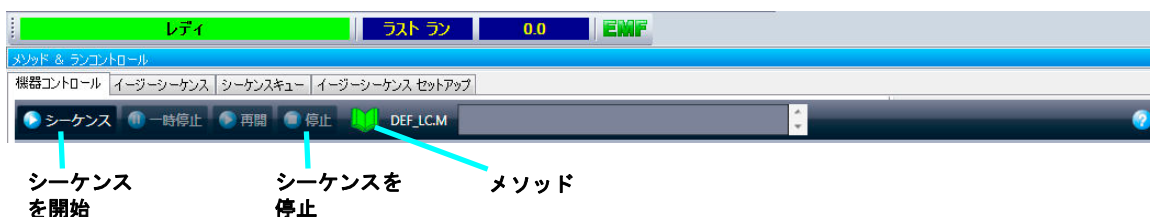
[メソッド & ランコントロール] 用のユーザーインターフェースは2種類あり、インストールの際にどちらかを選択して設定します。インストールとコンフィグレーションの詳細については、『Agilent 6100 シリーズシングル四重極 LC/MS システムインストールガイド』を参照してください。

クラシックユーザーインターフェースを使用して機器を設定する場合、ChemStation のオンラインヘルプと ChemStation のディスクにある次のマニュアルを参照してください。

- ・ 『Agilent 6100 シリーズシングル四重極 LC/MS システムクイックスタートガイド』
- ・ 『Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS システムファミリアリゼーションガイド』
- ・ 『Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS システムコンセプトガイド』

**ステータスバーと
ランバー:
メインタブ**

[メソッド] アイコンを右クリックし、次のコマンドを表示します。
ランタイム チェックリスト、メソッド情報、メソッド全体の編集、メソッド監査証跡、メソッド印刷、およびヘルプ。



システム ダイアグラム

システムダイアグラムの各アイコンは、システムにある 1 つのコンポーネントまたはモジュールを表します。メソッドパラメータを編集したり、その特定のコンポーネントに関するオンラインヘルプに移動したりするには、アイコンをクリックします。

インジェクタ

ポンプ & 溶媒

カラム

検出器



積分
キャリブレーション
レポート作成

[シングルサンプル] ツールセット

このツールセットを使用すると、メソッドの作業と、シングルサンプル用の分析を行うことができます。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



[シングルサンプル] アイコンをクリックすると、このツールセットが表示されます。



シーケンス ツールセット

このツールセットを使用すると、シーケンスの作業と、複数のサンプルの自動分析を行うことができます。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



[シーケンス] アイコンをクリックすると、このツールセットが表示されます。



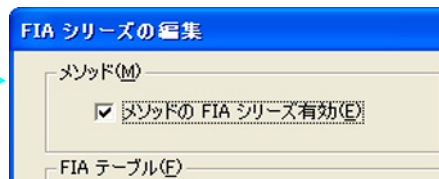
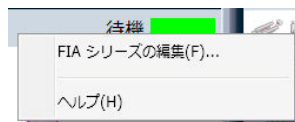
フローインジェク ションアナリシス (FIA)

このツールセットを使用すると、クロマトグラフカラムをバイパスして、複数のサンプルを検出器に直接注入できます。この結果はシングルデータファイルに送信されます。FIA は、メソッドの開発や、クロマトグラフが不要なアプリケーションにおいて使用できます。



システムダイアグラムから FIA を有効にする方法:

- [FIA] アイコンをクリックします。
- [FIA シリーズの編集] を選択します。
- [メソッドの FIA シリーズを有効] オプションをマークして、FIA テーブルを編集します。



[データ解析] ビュー

ナビゲーションツール カーソルツール

ファイルリスト

ツールセットの選択

シグナルビューの選択

グラフィック表示ツール

DAD シグナル

LC/MS シグナル

メッセージ行

Ready メソッド: DEF_LCM を読み込みました!

[データ解析] ビューで利用できるさまざまなツールセットが次のページに表示されます。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。

[一般] ツールセット このツールセットは [データ解析] 画面に常に表示されます。



[グラフィック] ツールセット グラフィック表示を操作できます。



[積分] ツールセット クロマトグラムに関する積分とレポートを実行できます。



[キャリブレーション] ツールセット 定量に関するキャリブレーションタスクを実行できます。



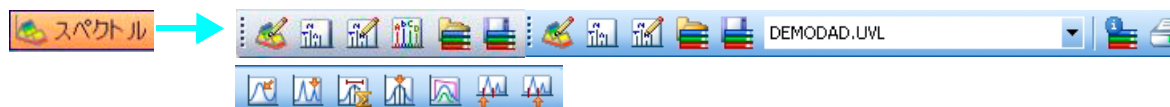
[シグナル] ツールセット UV シグナルまたは MS シグナルをグラフィカルに操作できます。



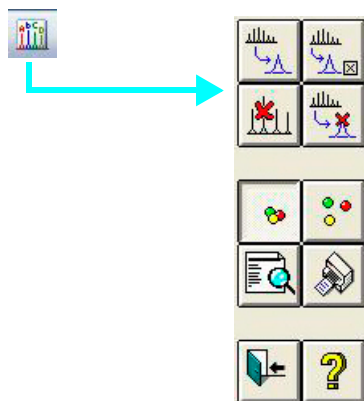
[純度] ツールセット ピュリフィケーションデータをグラフィカルに操作できます。



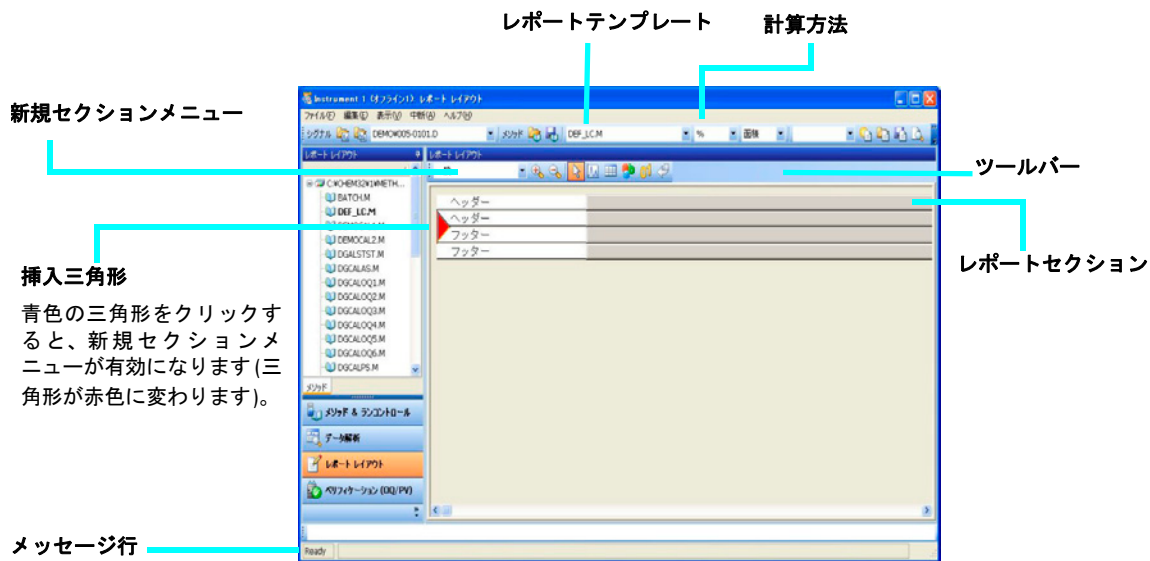
[スペクトル] ツールセット スペクトル解析タスクを実行できます。



デコンボリューションツールセット マススペクトルを多価イオンから分子量計算値に変換できます。



[レポートレイアウト] ビュー



レポートレイアウト

ツールセット このツールセットは[レポートレイアウト]ビューに表示されます。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



- ヒント**
- ・ レポートレイアウトの編集や作成は、オンラインヘルプの説明に従ってください。
 - ・ レポートレイアウトをテストするには、ドロップダウンリストボックスから計算方法を選択して、結果を計算する方法を定義します。
 - ・ データファイルを読み込みます。結果は、選択した計算方法によって、レポートテンプレートに読み込まれます。
 - ・ **[ファイル] > [レポートスタイル追加]** を選択すると、使用できるレポートスタイルのリストに、完了したレポートテンプレートが追加されます。これにより、メソッド内でカスタマイズレポートを使用できます。

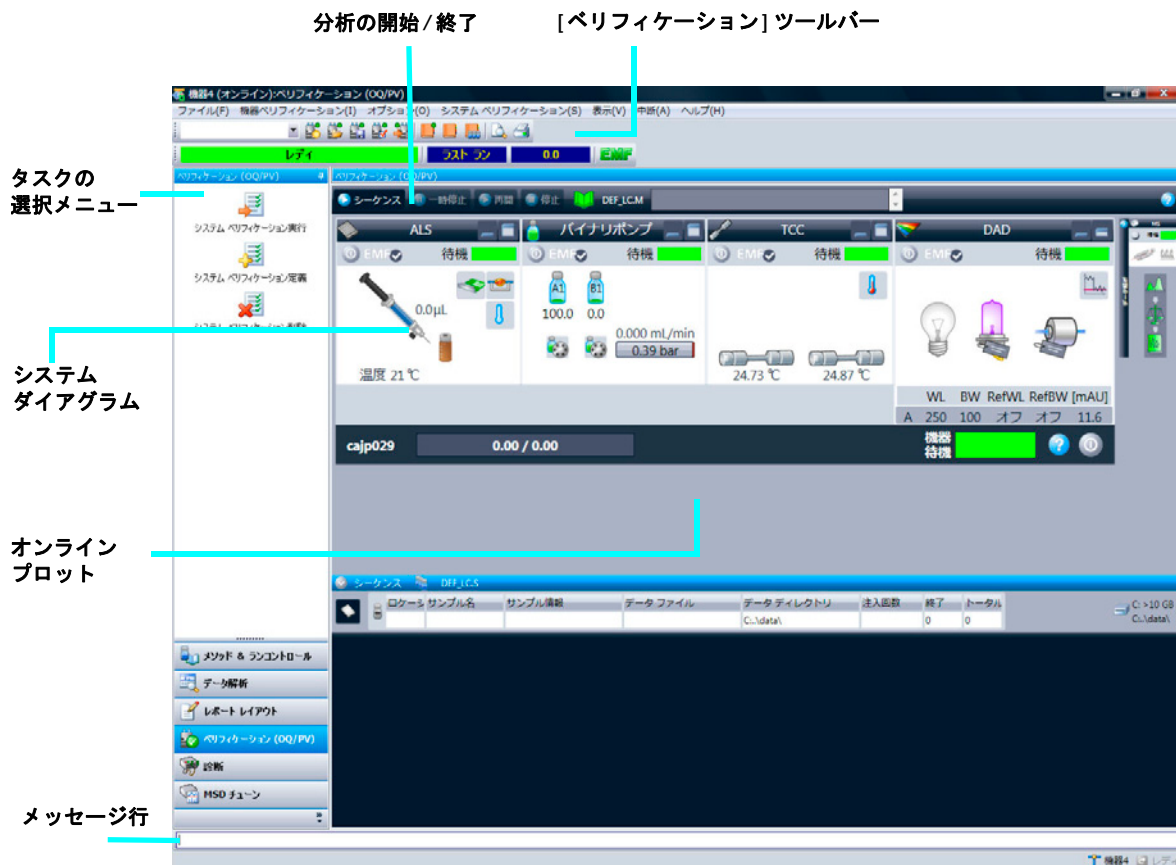
レポートレイアウトのサンプル (\CHEM32\REPSTYLE)

テンプレート	説明
SIMPLE.FRP	クロマトグラム、およびキャリブレーションされた化合物ごとの検量線を含みます。
NESTED.FRP	サブセクションをネストする方法を示します。
SPECTRA.FRP	スペクトルを含める方法を示します。
PURITY.FRP	ピーク純度データを含める方法を示します。
ESTD.FRP	外部標準レポートをカスタマイズできるように、標準的な ESTD レポートと同じエレメントを使用します。
AREAPCT.FRP	面積パーセントレポートをカスタマイズできるように、標準的な面積パーセントレポートと同じエレメントを使用します。
LIBRARY.FRP	ライブラリサーチ結果を使用するカスタマイズされたレポートです。スペクトルライブラリを指定するメソッドを読み込む必要があります。

[印刷プレビュー] ボタン



[ベリフィケーション (OQ/PV)] ビュー



[ベリフィケーション (OQ/PV)] ビューは、お使いの分析機器と ChemStation ソフトウェアが定義された性能基準に従って正確に動作しているかどうかをテストするために、Agilent サービスエンジニアが使用します。

運転時適格性評価 (OQ) 運転時適格性評価 (OQ) とは、機器関連のシステムやサブシステムが典型的な範囲または予測された動作範囲内で目的どおりに動作していることを文書で確認することです。

性能ベリフィケーション (PV) 性能ベリフィケーション (PV) とは、プロセスや全体プロセスに関連するシステムがすべての予測動作範囲内で目的どおりに動作していることを文書で確認することです。

システムダイアグラム システムダイアグラムの各アイコンは、システムにある 1 つのコンポーネントまたはモジュールを表します。

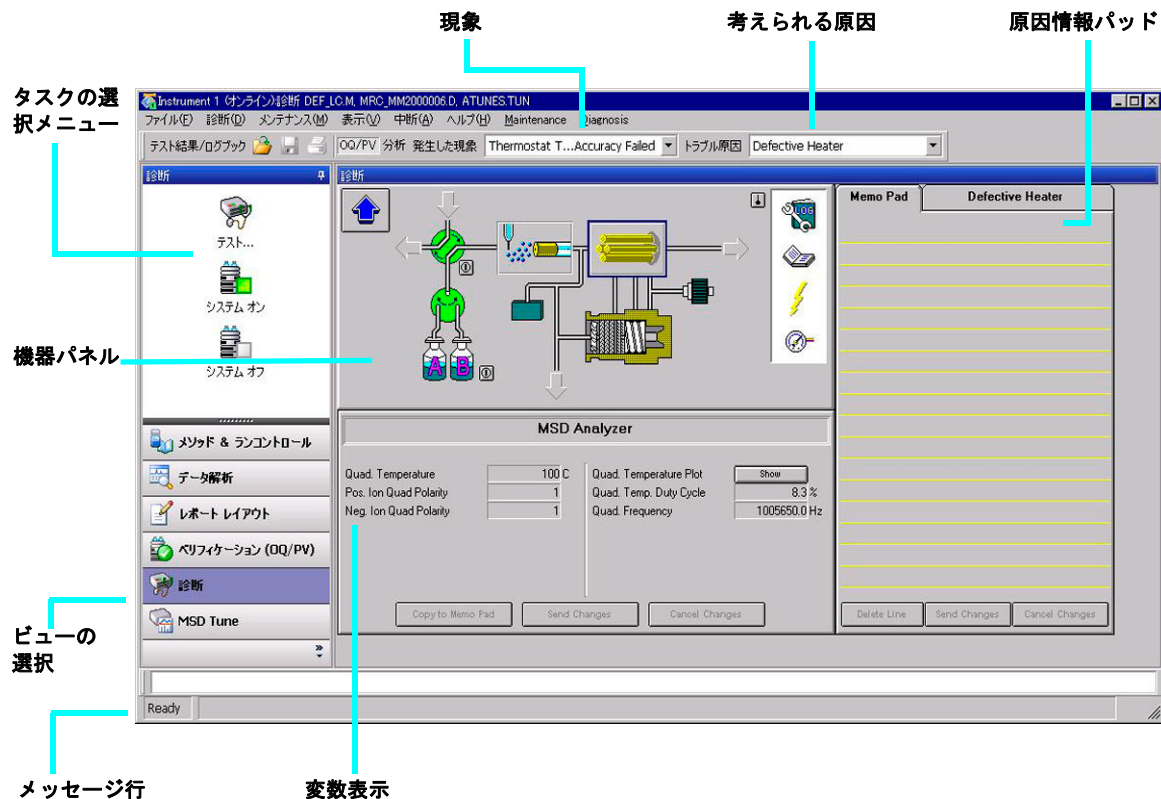
[ベリフィケーション] ツールバー [ベリフィケーション] ツールバーを表示するには、[ビュー] メニューから [トップツールバー表示] を選択します。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



使用可能なテスト ChemStation ソフトウェアには、Agilent サービスエンジニアが使用できるように以下のベリフィケーションテストが付属しています。これらのテストの詳細については、オンラインヘルプを参照してください。

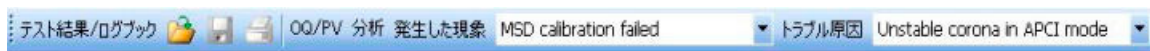
- VWD 波長真度
- 強度
- ホルミウム
- 温度真度
- ノイズ、流量、温度
- DAD 波長真度
- インジェクタ精度
- 検出器直線性/キャリーオーバー
- インジェクタ直線性
- グラジエント組成

[診断] ビュー



このビューでは、システムに関する診断およびメンテナンスを実行できます。

[診断] ツールバー [診断] ツールバーを表示するには、[ビュー] メニューから [トップツールバー表示] を選択します。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



[MSD チューン] ビュー



[MSD チューン] ツールセット

このツールセットは [MSD チューン] ビューに表示されます。



LC/MS チューニングファイルを読み込みます。



マス軸をキャリブレーションします。



現在のチューニングファイルを保存します。



スプレーチャンバパラメータを変更します。



プロフィールとスキャンレポートを作成します。



LC/MS パラメータをマニュアルチューン用に編集します。



LC/MS をオートチューンしてチューンレポートを印刷します。



複数のスキャンを取り込み、データファイルに結果を送信します。

基本操作

システムの起動とシャットダウン

タスク	説明	コメント
システムを起動する	1 [メソッド & コントロール] ビューで、システムステータスバーにある  ボタンをクリックします。ボタンの上にマウスを移動させると、システムが現在アイドル状態の場合はボタンが緑色に変化します。 2 LC の条件 (ポンプ、カラムヒーター、検出器) を設定します。 3 LC/MS スプレーチャンバの条件の設定は、オンラインヘルプの「[MSD スプレーチャンバ] ダイアログボックス」トピックの記載に従ってください。 システムのウォームアップには 15 分かかります。	この手順は、システムが真空中にあり、LC および LC/MS が正しく接続されていることを前提としています。流路が正しく設定されていることも前提となります。
システムをスタンバイモードにする	1 精製された移動相でシステムをフラッシュして、流路でバッファが除去されるようにします。これにより、ネブライザの詰まりが回避されます。ネブライザが詰まると、背圧が高くなり LC フローセルが損傷する可能性があります。 カラムを含む流路をフラッシュするには、50:50 水/アセトニトリルなどのバッファなし移動相で 5 ~ 10 分間行うことをお勧めします。 2 システムステータスバーにある  ボタンをクリックします。すべてのモジュールがスタンバイモードに設定されます (システムダイアグラムでは灰色で示されます)。	終夜または長時間サンプルを分析しない場合は、システムをスタンバイモードにしておいてください。LC/MS のスタンバイ状態によって、ネブライザとドライガスが低流量のオンの状態に保たれます。 LC/MS のスタンバイは次のとおりです。 • ネブライザ: 137.8940 kPa (1 kPa = 0.1450 psi) • ドライガス: 3 L/min • ドライガス温度: 300 °C • APCI ペボライザ: 325 °C (存在する場合のみ) • MS ストリーム選択バルブ: [LC -> 廃液] に設定

LC/MS のチューニング

LCD/MS が LC の検出器として使用される場合、マススペクトルは LC クロマトグラムの各データポイントに関連付けられます。高品質で正確なマススペクトルを得るには、以下のように LC/MS を最適化します。

- 感度を最大にする
- 満足できる分解能を維持する
- 精密質量の割り当てを確保する

チューニングとは、これらの目標を達成するために LC/MS パラメータを調整するプロセスです。LC/MS パラメータを最適化したら、それらをチューニングファイル（.tun）に保存する必要があります。そうすると、このチューニングファイルが、使用サンプルについてのデータを取り込む際に使用されるメソッドで指定されます。

周波数のチューニングは自動でもマニュアルでも必要ありません。一旦チューニングされると、LC/MS は安定します。チューニングは、毎月 1 回、多くても毎週 1 回で十分です。

LC/MS をチューニングまたは操作するには、真空排気後最大で 12 時間待機します。アナライザは、熱平衡になるまで約 12 時間かかります。LC/MS が熱平衡になる前に作成されたチューニングファイルや取り込まれたデータは、不正確な質量割り当てや、その他の誤差を持っている可能性があります。

タスク	指示	コメント
オートチューンを使用する	1 [MSD チューン] ビューで、[チューン] メニューから [オートチューン] を選択するか、[オートチューン] ツールバーボタンをクリックします。 2 チューンレポートを見直します。このレポートは、チューニング完了後自動的に印刷されます。	LC/MS 性能の自動調整には、オートチューンを使用してください。

タスク	指示	コメント
チューンチェックを使用する	1 [チューン] メニューから [チューン チェック] を選択します。 2 チューンチェックのレポートを見直します。許容範囲外の値に対して調整を行うことをお勧めします。	チューンチェックを使用すると、LC/MS が正確にチューニングされているかどうかをすばやく判定できます。これによって、チューン質量のシングルプロファイルスキャンが実行され、ピーク幅とマス軸が目標値と比較されます。
マニュアルチューニングを使用する	1 [チューン] メニューから [マニュアル チューン] を選択します。 2 目的のマス分離度を設定します (幅のゲインと幅のオフセットを調整します)。 3 マス軸をキャリブレーションします (質量のゲインと質量のオフセットを調整します)。 4 イオン源イオン光学系 (フラグメンタ、スキマー、レンズ 1、レンズ 2、およびオクタポールピーク) によって、イオン伝播を最適化します。 5 シグナル強度を調整します (Iris を設定してマルチブライアのゲインを調整します)。 フラグメンタとゲインはメソッドパラメータです。フラグメンタはイオンの伝播やフラグメント化に影響します。詳細については、オンラインヘルプを参照してください。	マニュアルチューニングは、以下を行う場合に使用します。 • 分解能をいくらか犠牲にして最大の感度を獲得する場合 • 非常に低いマスレンジのローエンド (<150 amu) に対して、明確にチューニングする場合 • 標準キャリブレーション化合物以外の化合物を使用してチューニングする場合

LC/MS データの取込

データ取込のモード

データ取込には、以下の 3 つのモードがあります。

- 単一のサンプルに対するメソッドの分析
- 複数のサンプルに対するシーケンスの分析
- **FIA** シリーズの分析

データ取込については、以下の点に注意してください。

- すべての取込モードで適切なメソッドが必要です。
- サンプルは、手動または **ALS** のいずれかで注入できます。
- 分析は常にソフトウェアから開始します。
- **FIA** メソッドはシーケンスでは使用できませんが、マルチ **FIA** メソッドはシーケンスで分析できます。

メソッドを編集して分析を開始する

使用する取込モードが分かったら、適切なメソッドを設定する必要があります。メソッドの設定は、[メソッド & ランコントロール]で行います。

指示	コメント
1 ツールバーにある  ボタンをクリックしてシングルサンプルツールセットを有効にします。	
2 [メソッド]>[メソッド読み込み]を選択するか、ツールバーにある  ボタンをクリックしてリストからメソッドを選択し、メソッドを読み込みます。	
3  ボタンをクリックし、メソッドの編集を開始します。また、[メソッド]メニューから[メソッド全体の編集]を選択するか、ランコントロールバーにある  アイコンを右クリックして開始することもできます。	
4 編集するメソッドセクションを選択し (すべてのセクションを選択すると、使用できるメソッドパラメータが分かるようになります)、[OK]をクリックします。	メソッドおよび機器のパラメータを設定するための一連のダイアログボックスが表示されます。
5 レポートに表示させるメソッドのコメントがあれば追加します。	それぞれで利用できる項目に関する説明情報については、以下のいずれかのダイアログボックスにある[ヘルプ]ボタンをクリックします。
6 ポンプ、インジェクタ、DAD または VWD、カラムサーモスタット、MS シグナル、および MS スプレーチャンバなどの機器パラメータを設定します。	
7 シグナル詳細、積分イベント、レポートパラメータ、機器カーブ、検量線、キャリブレーションテーブル、イオンパラメータなどのデータ解析パラメータを設定します。	
8 ランタイムチェックリストを完了します。	
9 別名でメソッドを保存します。[名前を付けてメソッド保存]を選択するか、ツールバーの  ボタンをクリックします。	使用できるオプションが分かったら、システムダイアグラムのメニューを使用して特定のメソッドパラメータにクイックアクセスします。
10 分析の開始準備が完了したら、[開始] ボタンをクリックします。	

デコンボリューションの使用（オプション - 追加のライセンスが必要）

デコンボリューションとは、マスマスペクトルを多価イオンから分子量計算値に変換するためのプロセスです。

マスマスペクトルをデコンボリュートする

指示	コメント
1 [データ解析] 画面で、エレクトロスプレー MS データファイルを読み込みます。TIC が表示されます。	
2 デコンボリュートする MS スペクトルを生成します（[スペクトルタスク] ツールセットを選択して、スペクトル選択ツールを使用して目的のスペクトルを選択します）。	これらの操作は、フルスキャンモードで取り込まれたデータに対して実行されます。
3 [デコンボリューションの入カツール] ボタンをクリックして、デコンボリューション表示領域を設定します。	
4 スペクトルが表示されている状態で、[ラベルイオン] ボタンをクリックして、デコンボリューションに使用するマスを検索します。	
5 見つかったイオンを調べます。非常にノイズの多いデータまたは未分離領域を持つデータは、イオンを検索するために特別な設定が必要がよくあります。	見つかったイオンの集まりを最適化するために、[イオンラベルのオプション] ボタンを使用できます。
6 [デコンボリューションパラメータの編集] ボタンをクリックして、いずれかのパラメータを変更します。	
7 [デコンボリューションの実行] ボタンをクリックして、デコンボリューションプロセスを開始します。	 デコンボリューションが完了すると、右上のウィンドウにコンポーネントが表示されます。電荷状態は、右下のウィンドウに表示されます。
8 [コンポーネント] リストから特定のコンポーネントを選択することで、個々のコンポーネントまたはコンポーネントのグループを見ることができます。	状況に応じて、[デコンボリューションレポートのプレビュー] ボタンをクリックします。 あるいは、[レポートの印刷] ボタンをクリックします。
9 状況に応じて、[コンポーネント] リストボックスからコンポーネントを選択してから [コンポーネントの削除] ボタンをクリックします。	 この処置により、オリジナルスペクトルから、選択されたコンポーネントのピークが削除されます。次に、この新しいスペクトルを使用すると、手順 4（前述）を続行できます。
10 このプロセスを繰り返します。	

デコンボリューションレポート

デコンボリューションレポートには、選択されている各コンポーネントについてのサマリ情報と、コンポーネント内にある各ピークがコンポーネントの分子量にどのように影響するかの詳細情報が含まれます。レポートの最初の部分には、パーセント相対存在量でコンポーネントがランクされており、これが不純物質のパーセントの評価に役立ちます。

データがガウス曲線に完全に一致する場合でも、マス軸割り当てのエラーや未分離の化学不純物質などのその他のエラーによって、実際の分子量が計算された分子量と異なることがあります。

デコンボリューションソフトウェアはオプションのソフトウェアですが、**G2720BA** (ChemStation A.0X & B.0x) または **M8363AA** (ChemStation C.0x) バイオアナライザソフトウェアパッケージに含まれています。

操作のヒント

- データとメソッドを**定期的に**バックアップすることで、ファイルを誤って上書きまたは削除したり、ディスクドライブにハードウェアの問題が発生した場合に、データの損失を避けることができます。
- システムは、終夜または長時間サンプルを分析している場合は常に、スタンバイモードにしておいてください。
- 使用しているチューニングファイルがサンプルに適していることを確認します。
- 今後参照できるように、**MS** ログブックにチューンレポートを保存します。
- 定期的システムメンテナンスによって、問題の発生を減らすことができます。メンテナンスの記録を保存しておいてください。
- [診断] ビューにあるメンテナンスログブック機能と **EMF** 機能を使用すると、メンテナンスが必要な時期を常に追跡したり、オンラインのメンテナンス記録を保存したりすることができます。
- サンプル経路のフラッシュと、スプレーチャンバ、キャピラリチップ、スプレイシールドの洗浄は毎日または各シフトの終わりに行ってください。フォアラインポンプの液体は、毎週チェックしてください。
- スプレーチャンバのベントホースは、イオン源に**だけ**使用されるラボベントに接続する必要があります。ベントホースは、フォアラインポンプ用のベントホースとは完全に別にする必要があります。そうでない場合、廃液物がスプレーチャンバのベントに入り込み化学的ノイズが発生する可能性があります。
- サンプルはフィルタする必要があります。クロマトグラフを使用しない場合には塩分や洗剤が含まれないようにします。
- UV 検出器が使用できる場合には、この検出器を **LC/MS** と直列に使用します。低分散チューブを使用して、クロマトグラフピークの拡大を最小限に抑えてください。
- クロマトグラフバンドの拡大を避けるため必ず、すべてのチューブ接続にデッドボリュームがないことを確認してください。可能であれば、ゼロデッドボリューム (ZDV) フィッティングを使用してください。
- LC 注入口ユニオンには、手締めフィッティングを使用してください。スウェジのフィッティングを使用すると、フリットが圧縮される可能性があります。
- APCI を使用する場合に最適な流量は 1.0 mL/min です。範囲は 0.5 ~ 1.5 mL/min です。

操作のヒント

- ・ SIM モード、濃縮スキャンモード、およびフルスキャン取込モードを使用するガイドとして、以下の表をご利用ください。

タスク	モード
大量の多価化合物を含有しているサンプルのエレクトロスプレーデータを取り込む。	フルスキャン
未知のコンポーネント (小分子) を含んでいる混合物を分析する。	スキャン
未知の量の既知の子コンポーネントを含んでいる混合物を分析する (定量する)。	スキャンまたは SIM
混合物内にある低濃度の少数の既知コンポーネントが存在していることを同定する。	SIM
1.0-MHz LC/MS システム (G6120B、G6130B) で、未検出ピークなしに高速クロマトグラフを使用する。	高速スキャン
1.4-MHz LC/MS システム (G6150B) で、未検出ピークなしに高速クロマトグラフを使用する。	超高速スキャン

トラブルシューティングのヒント

ピークがない

- ✓ ネブライザからのスプレーがあることを確認します。
- ✓ キャピラリ電圧が正しく設定されていることを確認します。
- ✓ MS システムが正しくチューニングされていることを確認します。
- ✓ MS の真空度が正常範囲内にあることを確認します。
- ✓ ドライガスの流量と温度を確認します。
- ✓ フラグメンタが正しく設定されていることを確認します。
- ✓ エラーメッセージに電子部品に関する問題が含まれていないかチェックします。
- ✓ バイアルの中に十分なサンプルがあるか確認します。

質量精度が悪い

- ✓ マス軸をリキャリブレーションします。
- ✓ チューニングに使用されるイオンがサンプルイオンのマスレンジにわたっていること、およびそれらのイオンが強力で安定したシグナルを示していることを確認します。

シグナルが低い

- ✓ 溶液の化学組成を確認します。使用している溶媒がサンプルに適していることを確認します。混合サンプルは、1 つ以上のコンポーネントのシグナル抑制を示す可能性があります。
- ✓ サンプルが新鮮で正しく保存されていることを確認します。
- ✓ MS システムが正しくチューニングされていることを確認します。
- ✓ ネブライザの状態を確認します。
- ✓ キャピラリの入口を清掃します。
- ✓ キャピラリの損傷と汚染についてチェックします。
- ✓ ドライガスヒーターやネブライザ圧力などのスプレーチャンバのパラメータが正常に設定されているか確認します。

シグナルが不安定である

- ✓ ドライガスの流量と温度が、使用する溶媒フローに対して正しいことを確認します。
- ✓ 溶媒が完全に脱気されていることを確認します。タンパク質で超音波脱気を使用しないでください。
- ✓ LC の背圧が安定していることを確認します。背圧の安定は、溶媒フローが安定していることを示します。

スペクトルノイズが高い

- ✓ 適切なマスフィルタ値を使用してください。
- ✓ スプレートの形状を確認します。ネブライザが損傷していたり、設定が正しくなかったりする可能性があります。
- ✓ ドライガスの流量と温度が、使用する溶媒フローに対して正しいことを確認します。
- ✓ 溶媒が完全に脱気されていることを確認します。タンパク質で超音波脱気を使用しないでください。
- ✓ LC の背圧が安定していることを確認します。背圧の安定は、溶媒フローが安定していることを示します。
- ✓ 水を移動相の一部として使用する場合には、水が脱イオン化 (>18MΩ) されていることを確認します。

スプレーでなく液滴がネブライザから出てくる

- ✓ ネブライザガスの圧力が、使用している LC 流量に対して十分に高く設定されていることを確認します。
- ✓ ネブライザ内のニードルの位置を確認します。
- ✓ 溶媒フローを停止して、ネブライザアセンブリを取り外します。拡大鏡を使用して、ネブライザの端に損傷がないかどうか調べます。

流量がない

- ✓ LC がオンになっていて、正しい容器内に十分な溶媒があることを確認します。
- ✓ LC のエラーメッセージを確認します。
- ✓ 詰まりがないかどうか確認します。詰まっているコンポーネントがあれば修理または交換を行ってください。
- ✓ リークがないかどうか確認します。
- ✓ MS ストリームの選択バルブが **[LC から MSD]** に設定されていることを確認します。

フラグメント化が目的どおりでない

- ✓ フラグメンタの設定が高すぎます。
- ✓ イオン化が、フラグメント化を引き起こしています (APCI 対エレクトロスプレー)。
- ✓ APCI の温度が高すぎます。

安全性警告

使用目的

LC/MS をメーカーの用途以外で使用することは禁止されています。

安全性クラス

LC/MS は安全性クラス 1 の機器です。IEC Publication 1010-1, Safety Requirements for Electrical Equipment for Measurement, Control, and Laboratory Use に従って設計および検査されています。

スタックコンフィグレーション

警告

LC/MS 機器の最上部に、どんな種類の LC モジュールも 3 つ以上積み重ねないでください。LC モジュールを 3 つ以上積み重ねると、不安定で危険になる可能性があります。

LC/MS の上部に LC モジュールを配置すると、不便にもなります。溶媒ボトルと一部の LC コントロールをすぐ手が届かない場所に置くことになり、LC/MS のメンテナンスを行うには LC スタックを分解して取り外す必要があります。

警告

乾燥およびネブライザのガスには、窒素のみを使用してください。空気、酸素、または他のガスを使用した場合、揮発性の溶媒およびスプレーチャンバ内の高電圧と組み合わせると、爆発が生じる可能性があります。

警告

LC/MS は、保護アース接地の設備がない電源には接続しないでください。オペレータに感電の危険性を与えたり、機器が損傷したりする可能性が生じます。

警告

LC/MS の内部または外部にある保護導体は遮断しないでください。また、保護アース端子の接続を解除しないでください。オペレータに感電の危険性を与えたり、機器が損傷したりする可能性が生じます。

警告

電源を接続している間は、開いている機器に対して調整、メンテナンス、修理を行わないでください。これらの操作は、危険を熟知している訓練された人員のみが行ってください。

警告

エレクトロニクスに対するメンテナンスを行う前には、LC/MS をベントし、オフにして電源コードを外してください。LC/MS の前面にある電源スイッチで、機器の電源を完全に切れるわけではありません。

本書では

本書の内容

- 詳細情報の入手先
- C.01.03 の新機能
- コンフィグレーション
ダイアグラム
- ChemStation のビュー
- 基本操作
- 操作のヒント
- トラブルシューティングの
ヒント
- 安全性警告

© Agilent Technologies, Inc. 2011

Printed in USA

リビジョン A、2011 年 9 月



G1960-96078



Agilent Technologies