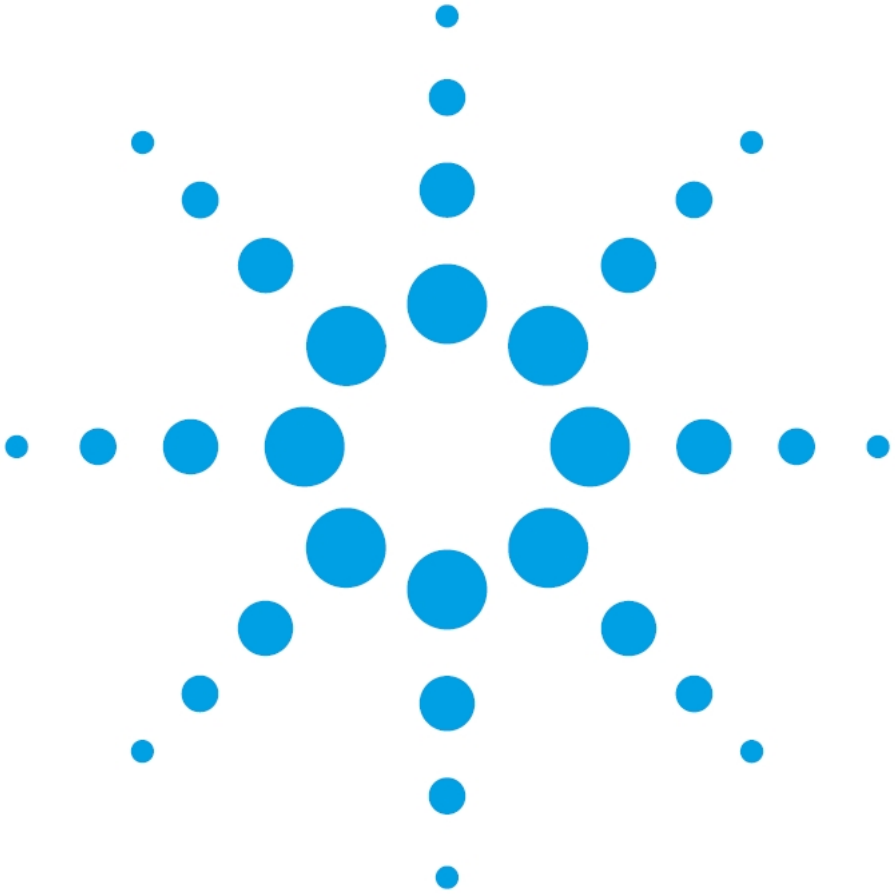
Agilent G1701EA
GC/MSD ChemStation



Agilent 7890GC / 5975MSD

ケミステーション基本操作マニュアル

Agilent Technologies

ご注意

© Agilent Technologies, Inc. 2008
このマニュアル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式や方法（電子媒体による保存や読み出し、外国語への翻訳なども含む）においても、禁止されています。

マニュアル番号

G3170-96008

エディション

第４版, 2008年5月
Printed in Japan
アジレント・テクノロジー株式会社
東京都八王子市高倉町9番1号
192-8510, Japan

ソフトウェアリビジョン

このマニュアルは、
Agilent G1701EA Rev.E.02.xx
GC/MSD ChemStationに対応しています

保証

このマニュアルに含まれる内容は「現状のまま」提供されるもので、将来のエディションにおいて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に許可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の商品性および特定の目的に対する適合性に関する黙示の保障を含めて（ただしそれだけには限定されません）、いかなる明示的または黙示的な保障も行いません。**Agilent**は、このマニュアルまたはそれに含まれる情報の所有、使用、または実行に付随する過誤、または偶然的または間接的な損害に対する責任を一切負わないものとします。**Agilent**とお客様の間に書面による別の契約があり、本マニュアルの内容に対する保証条項が同文書の条項と矛盾する場合は、別の契約の保証条項が適用されます。

技術ライセンス

このマニュアルで説明されているハードウェアおよびソフトウェアはライセンスに基づいて提供され、そのライセンスの条項に従って使用またはコピーできます。

安全に関する注意

注意

注意は、危険を表します。これは、正しく実行されない場合、または指示を順守されない場合に、製品の損害または重要なデータの損失にいたるおそれがある操作手順や行為に対する注意を喚起しています。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、危険を表します。これは、正しく実行されない場合、または指示が順守されない場合に、人身への傷害または死亡にいたるおそれがある操作手順や行為に対する注意を喚起しています。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。

Agilent G1701EA
GC/MSD ChemStation _____

Agilent 7890GC / 5975MSD
ケミステーション基本操作マニュアル

第 4 版，2008 年 5 月

目次

第1章 システムの立ち上げ方

1章－1　GC および MSD の電源を入れる　1－4
1章－2　ケミステーションソフトウェアの起動　1－5
1章－3　真空排気プログラムの実行　1－6
1章－4　チューニングファイルの選択　1－8
1章－5　メソッドの読み込み　1－9

第2章 チューニング

2章－1　チューニングとは　2－3
2章－2　使用する標準物質　2－3
2章－3　ゲインチューンおよびゲイン係数　2－3
2章－4　オートチューニングの実施方法　2－4
2章－5　チューンレポート　2－5
2章－6　チューニング結果の確認　2－6
2章－7　マニュアルチューン　2－8
2章－8　チューニング表示　2－10

第3章 定性のための測定条件作成

3章－1　メソッド編集の開始　3－4
3章－2　メソッド情報とメソッド実行範囲の設定　3－5
3章－3　試料導入方法の設定　3－6
3章－4　GC（Agilent 7890）のパラメータ編集画面　3－7
3章－5　GC コンフィグレーションの確認　3－9
3章－6　オーブン温度条件の設定　3－12
3章－7　カラム流量の設定　3－13
3章－8　注入口条件の設定　3－14
3章－9　オートサンプラ条件の設定　3－15
3章－10　Aux 温度条件の設定　3－17
3章－11　7890GC パラメータ編集画面の終了　3－17
3章－12　GC リアルタイムプロットの設定　3－18
3章－13　MSD チューニングファイルの選択　3－18
3章－14　MSD の測定条件の設定　3－19
3章－15　メソッドの保存　3－22
3章－16　メソッドの印刷方法　3－23

第4章 メソッドの実行とログブック

4章－1 測定に使用するメソッドの読み込み 4－4
4章－2 サンプル情報の入力とランメソッド 4－5
4章－3 測定開始 4－8
4章－4 ログブックを確認する 4－9
4章－5 現在のログブックを印刷する 4－10

第5章 測定とスナップショット

5章－1 解析画面の起動 5－4
5章－2 スナップショット 5－6
5章－3 データ解析画面の終了 5－7

第6章 定性のデータ解析

6章－1 解析画面の起動 6－4
6章－2 データファイルの読み込み 6－5
6章－3 積分 6－7
6章－4 パーセントレポート 6－15
6章－5 イオンクロマトグラムの抽出 6－18
6章－6 スペクトルの取り出し 6－20
6章－7 スペクトルの減算 6－24
6章－8 スペクトルのライブラリサーチ 6－26
6章－9 ズームアウト 6－31
6章－10 自動ライブラリ検索 6－32
6章－11 画面の印刷 6－34
6章－12 データ解析の終了 6－36

第7章 定量のための測定条件設定

7章－1 SIM モードの特徴 7－4
7章－2 ターゲットイオンとクオリファイアイオン 7－4
7章－3 SIM イオンの選択 7－5
7章－4 SIM イオンとグループ分け 7－6
7章－5 メソッドの読み込み 7－7
7章－6 SIM 条件の設定 7－8
7章－7 メソッドの実行範囲を変更する 7－12
7章－8 SIM/Scan 同時取り込みの設定方法 7－14

第8章 シーケンス

8 章－1 シーケンスの作成 8－4
8 章－2 シーケンスの保存 8－10
8 章－3 シーケンスの実行 8－11
8 章－4 シーケンスログの印刷 8－13
8 章－5 その他のシーケンス使用方法 8－14

第9章 定量データベース（検量線）の作成

9 章－1 検量線作成の準備 9－4
9 章－2 定量データベースの作成 9－7
9 章－3 定量データベースに 2 点目、3 点目を登録する 9－18
9 章－4 定量データベースの確認 9－22
9 章－5 定量データベースの保存 9－25
9 章－6 内部標準法の定量データベース作成方法 9－26
9 章－7 拡張データ解析画面の終了 9－44

第10章 未知サンプルの定量とレポートの作成

10 章－1 シーケンスを実行して定量レポートを作成・出力する 10－4
10 章－2 データ解析画面を使用して定量レポートを作成する 10－11

第11章 リキャリブレーションと未知サンプルの定量

11 章－1 リキャリブレーション（検量線の更新）シーケンスの作成 11－4
11 章－2 リキャリブレーションシーケンスの実行 11－8
11 章－3 測定済みデータでリキャリブレーションを実施する方法 11－9

第12章 システムの停止方法

12 章－1 加熱部をオフにする 12－4
12 章－2 メソッドをクールダウンメソッドとして保存する 12－8
12 章－3 ベントサイクルを実行する 12－9
12 章－4 機器の停止 12－11
12 章－5 PC のシャットダウンと周辺機器の電源をオフにする 12－12

付録A GC ソフトコンフィグレーション

付録 A－1 GC ソフトコンフィグレーションとは A－3
付録 A－2 GC ソフトコンフィグレーション編集の開始 A－4
付録 A－3 ［接続］タブ A－5
付録 A－4 ［コンフィグレーション］タブ A－6
付録 A－5 カラムの変更方法 A－11

付録B カラムの交換手順

付録 B－1 最初にソフトウェアの設定を変更する方法 B－6
付録 B－2 最初にベントサイクルを実施する方法 B－11

付録C eMethod

付録 C－1 eMethod のエクスポート C－3
付録 C－2 eMethod のインポート C－6

付録D マウスアクション

付録 D－1 データ解析マウスアクション D－3
付録 D－2 TIC 画面のマウスアクション D－4
付録 D－3 スペクトル画面のマウスアクション D－9

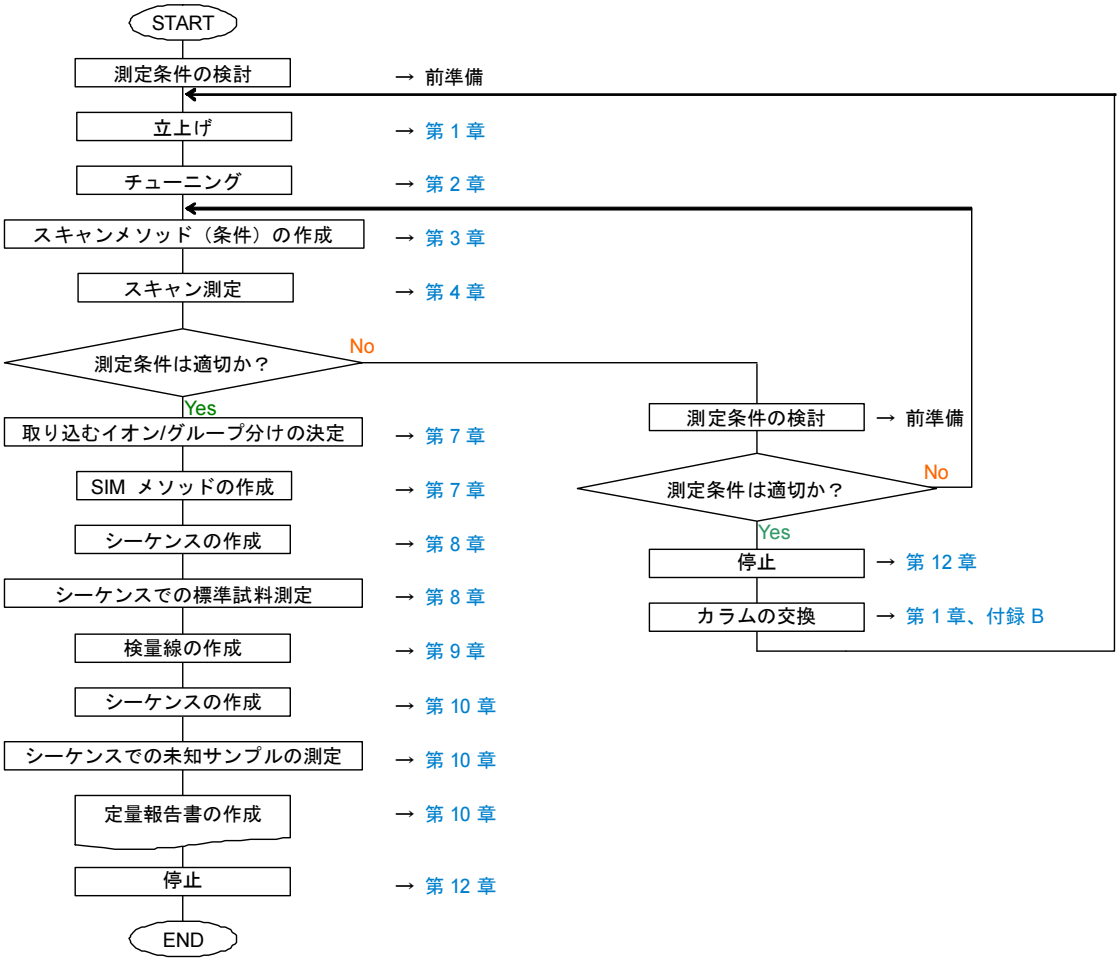
付録E 定量結果が得られない時

付録 E－1 イオンクロマトグラムの抽出 E－3
付録 E－2 自動積分の実行と保存 E－5
付録 E－3 積分パラメータ（積分条件）の変更 E－6
付録 E－4 積分パラメータの保存 E－8
付録 E－5 定量データベースへ積分パラメータを登録する E－9
付録 E－6 変更結果の確認 E－12

付録F Q&A 集

付録G GC/MSD 用語集

<分析の流れ>



このマニュアルは Agilent 7890GC / 5975MSD と G1701EA ケミステーションを用い、下記の注入口、カラム、サンプルを使用する前提で作成されています。また、未知サンプルを定量してレポートを出力する方法について必要な手順を習得する目的で作成されています。

使用する GC 注入口 ： EPC 付スプリット／スプリットレス注入口
使用するカラム ： HP-5 MS 30m × 250um × 0.25um
使用するサンプル ： 5975 MSD Sample （P/N 5064-3025）

第1章
システムの立ち上げ方

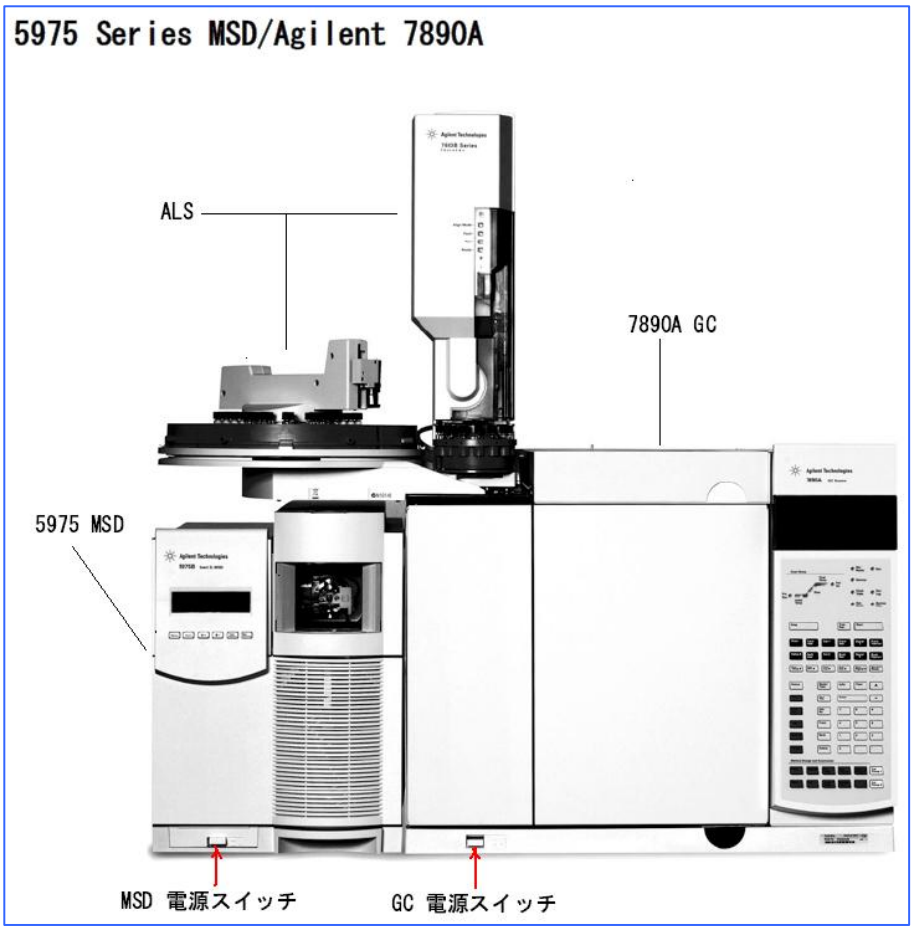
1章−1 GC および MSD の電源を入れる 1−4
1章−2 ケミステーションソフトウェアの起動 1−5
1章−3 真空排気プログラムの実行 1−6
1章−4 チューニングファイルの選択 1−8
1章−5 メソッドの読み込み 1−9

システムの立ち上げ方は、Agilent ラボモニター･診断ソフトウェア（LMD）、ケミステーションに付属している「入門」ガイド、またはソフトウェアの User Information CD－ROM 等で確認することができます。

＜システムの立ち上げ方＞



1章－1　GC および MSD の電源を入れる



（1） 注入口セプタムとインサート、カラムが正しく取り付けられていることを確認して GC の電源を入れます。

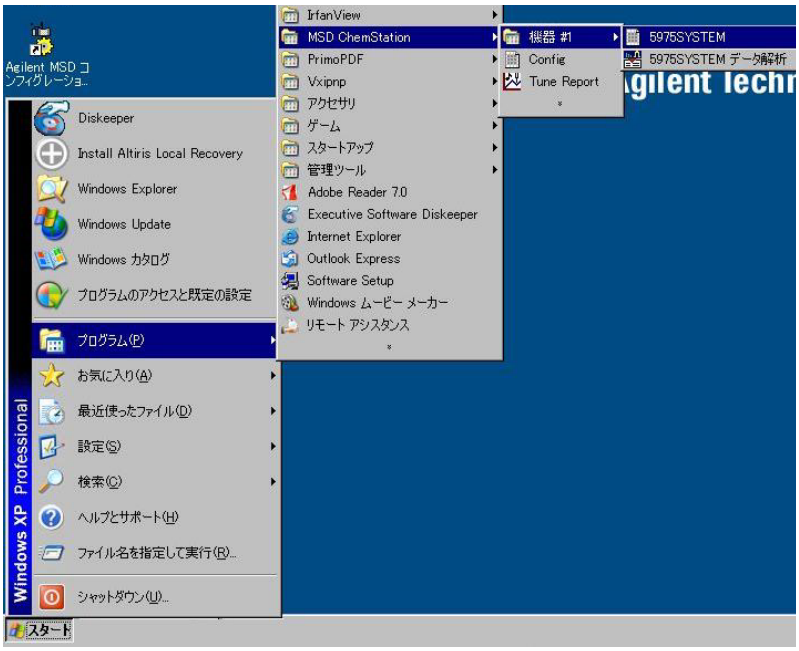
（2） MSD のサイドカバーを開き、サイドプレートを真空チャンバ側（正面から見て右側）へ押し付けながら MSD の電源を入れます。

1章－2　ケミステーションソフトウェアの起動

（1） デスクトップ上のアイコン

をダブルクリックしてケミステーションソフトウェアを起動します。

アイコンがデスクトップ上にない場合には、タスクバーの［スタート］ボタンから、［プログラム］（［すべてのプログラム］）－［MSD ChemStation］－［機器 #1］－［機器名］を選択してソフトウェアを起動します。
（［機器名］は設定により異なります。下記の例では［5975SYSTEM］です。）



（2） デフォルトプリンタの確認画面が表示された場合には OK をクリックします。



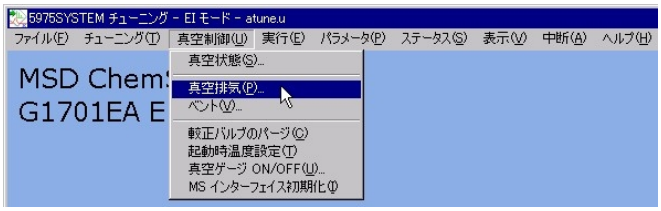
（3） MS 温度設定画面が表示された場合には OK をクリックします。



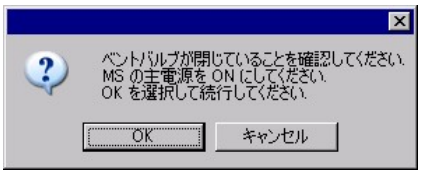
1章－3　真空排気プログラムの実行

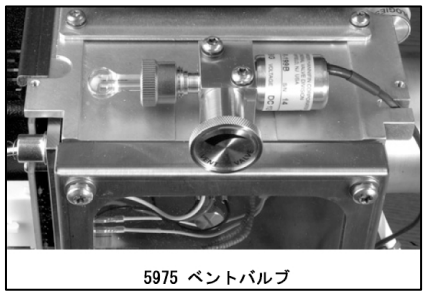
（1） メニューから［表示］－［チューニングと真空制御］を選択します。

（2） チューニングと真空制御画面のメニューから［真空制御］－［真空排気］を選択します。



（3） MSD 本体のベントバルブが閉じていることを確認して OK を押します。



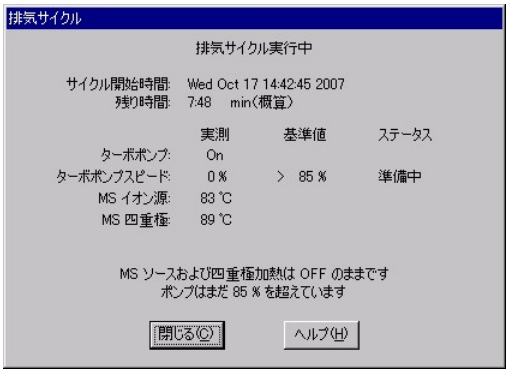


5975 ベントバルブ

（4） イオン源の選択画面で［EI イオン源］を選択して OK をクリックします。



（5） 真空排気のステータスが表示されます。



(6)　ポンプの準備ができると下記のメッセージが表示されます。GC のキーボードからトランスファーラインの温度とオーブンの温度を ON にして OK をクリックします。



(7)　安定時間の推奨メッセージが表示されるので OK をクリックします。通常、安定した定量結果を得るためには、さらに安定時間が必要です。



(8)　MS 温度設定の画面が表示されますので設定値を入力し、適用(Y) ボタンをクリックしてから、 OK をクリックします。



注意

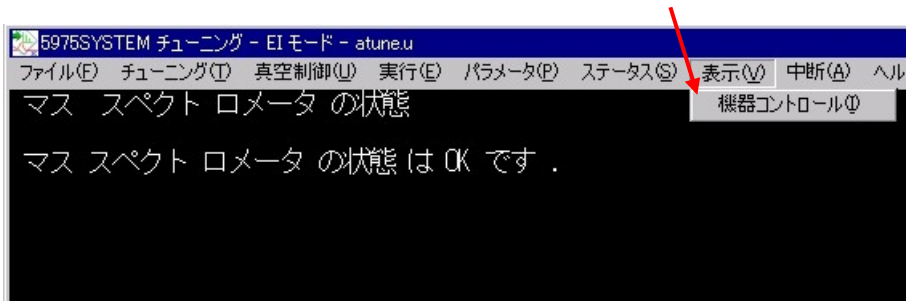
適用(Y) ボタンをクリックしないと設定温度が MSD にダウンロードされません。

1章－4　チューニングファイルの選択

（1）　次にチューニングファイル選択画面が表示されます。使用するチューニングファイルを選択し OK をクリックします。通常［atune.u］を選択します。



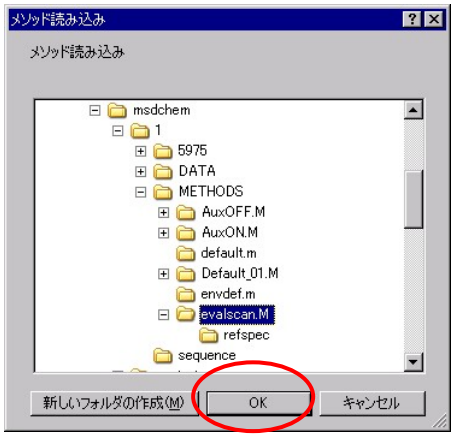
（2）　「マス スペクロトメータの状態は OK です．」と表示されたら、メニューから［表示］－［機器コントロール］を選択して機器コントロール画面を開きます。



1章－5　メソッドの読み込み

（1）（メソッド読み込みアイコン）をクリックします。

（2）［メソッド読み込み］ダイアログボックスから使用するメソッドを選択し、OK をクリックします。




Memo

第2章
チューニング

2章−1	チューニングとは	2−3
2章−2	使用する標準物質	2−3
2章−3	ゲインチューンおよびゲイン係数	2−3
2章−4	オートチューニングの実施方法	2−4
2章−5	チューンレポート	2−5
2章−6	チューニング結果の確認	2−6
2章−7	マニュアルチューン	2−8
2章−8	チューニング表示	2−10

2章－1　チューニングとは

質量分析計で測定を開始する前に、既知の標準物質を用いて次のような調整を行う必要があります。

- イオン源各部の電圧調整
- イオンピークの半値幅(分解能)の調整
- 感度の調整
- マス軸の較正

チューニングの良し悪しにより、感度、分解能、マスパターンが変化しますので、チューニングは質量分析計を扱う際に非常に重要な操作です。

2章－2　使用する標準物質

Agilent 5975 MSD の EI モードではチューニング用の標準物質として、PFTBA (PerFluoroTriButylAmine) を用いています。この標準物質の主なフラグメントイオンは、m/z31、50、69、100、131、219、264、414、464、502、576、614 です。

2章－3　ゲインチューンおよびゲイン係数

G1701 MSD ケミステーション Rev.E.02.00 から拡張された新しい機器チューニング方法です。［オートチューン］－［MSD チューニング］を実施すると自動的にゲインチューンが実施されます。ゲインチューンでは EM 電圧に対する MSD のゲイン（増幅率、シグナル値）が測定され、チューニングファイルに保存されます。

ゲイン係数とは、検出器シグナルの増幅を指定する値で、ゲイン係数が 1.00 のときシグナルは 1.00 x 10^5 倍に増幅されます。

メソッドで使用する EM 電圧の設定が［ゲイン係数］で指定可能になり、EM の使用年数や異なる機器間で一貫性のある MSD 検出器レスポンスが実現可能になりました。

ゲイン係数の設定可能範囲は 0.25～25.00 ですが、EI イオン源の推奨設定範囲は 0.25～15.00 です。ゲイン係数を 1.00 に設定すると従来のオートチューンとほぼ同等の EM 電圧に設定されます。

詳細はオンラインヘルプ、および技術概要「Enhancements to Gain Normalized Instrument Tuning: Understanding the Benefits and Features」（文書番号 5989-7654EN）を参照してください。

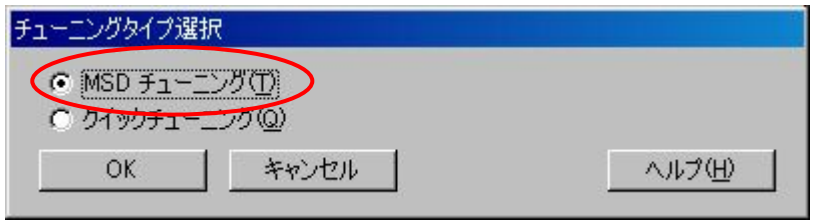
2章－4　オートチューニングの実施方法

次の手順でオートチューニングを実施します。

（1）　［機器］メニューの［MSD チューニング］をクリックします。



（2）　［チューニングタイプ選択］ダイアログボックスで［MSD チューニング］を選択して OK をクリックします。

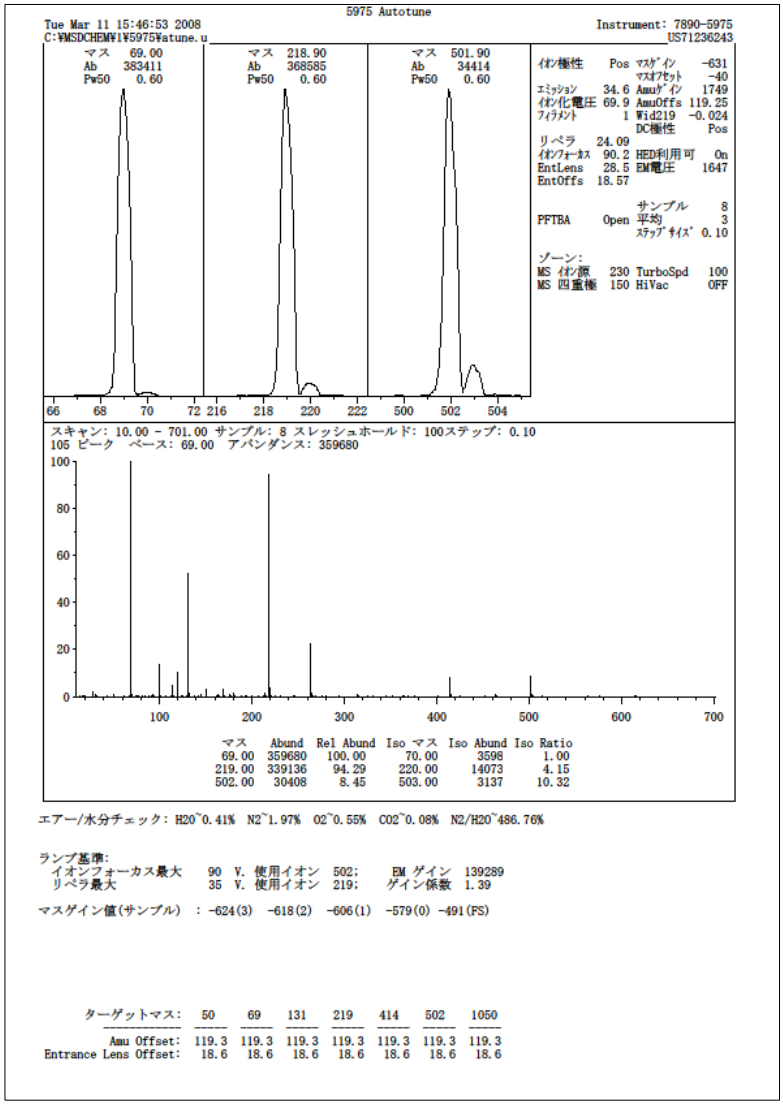


＜参考＞
この手順で MSD チューニングを選択すると、現在読み込まれているメソッドで使用しているチューニングファイル（3－17 ページ参照）を用いてチューニングが実行･保存されます。
また、チューニング結果は自動的にチューニングファイル atune.u へも保存されます。

2章－5　チューンレポート

チューニングが完了するとレポートが印字されます。

＜オートチューンレポートの例＞



5975 Autotune

Tue Mar 11 15:46:53 2008
C:¥MSDCHEM¥1¥5975¥atune.u

Instrument: 7890-5975
US71236243

マス　69.00
Ab　383411
Pw50　0.60

マス　218.90
Ab　368585
Pw50　0.60

マス　501.90
Ab　34414
Pw50　0.60

ｲｵﾝ極性	Pos	ﾏｽｹﾞｲﾝ	-631
		ﾏｽｵﾌｾｯﾄ	-40
ｴﾐｯｼｮﾝ	34.6	Amuｹﾞｲﾝ	1749
ｲｵﾝ化電圧	69.9	AmuOffs	119.25
ﾌｨﾗﾒﾝﾄ	1	Wid219	-0.024
		DC極性	Pos
ﾘﾍﾟﾗ	24.09		
ｲｵﾝﾌｫｰｶｽ	90.2	HED利用可	On
EntLens	28.5	EM電圧	1647
EntOffs	18.57		
		ｻﾝﾌﾟﾙ	8
PFTBA	Open	平均	3
		ｽﾃｯﾌﾟｻｲｽﾞ	0.10

ｿﾞｰﾝ:

MS ｲｵﾝ源	230	TurboSpd	100
MS 四重極	150	HiVac	OFF

スキャン: 10.00 - 701.00 サンプル: 8 スレッシュホールド: 100ステップ: 0.10
105 ピーク　ベース: 69.00　アバンダンス: 359680

マス	Abund	Rel Abund	Iso マス	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	359680	100.00	70.00	3598	1.00
219.00	339136	94.29	220.00	14073	4.15
502.00	30408	8.45	503.00	3137	10.32

エアー/水分チェック: H20~0.41%　N2~1.97%　O2~0.55%　CO2~0.08%　N2/H20~486.76%

ランプ基準:
イオンフォーカス最大　90 V. 使用イオン　502;　EM ゲイン　139289
リペラ最大　35 V. 使用イオン　219;　ゲイン係数　1.39

マスゲイン値(サンプル) : -624(3)　-618(2)　-606(1)　-579(0)　-491(FS)

ターゲットマス:	50	69	131	219	414	502	1050
Amu Offset:	119.3	119.3	119.3	119.3	119.3	119.3	119.3
Entrance Lens Offset:	18.6	18.6	18.6	18.6	18.6	18.6	18.6

＜参考＞
チューンレポートは MSD の状態を判別するのに非常に有効です。
ファイルして保管しておくことを推奨します。

2章－6　チューニング結果の確認

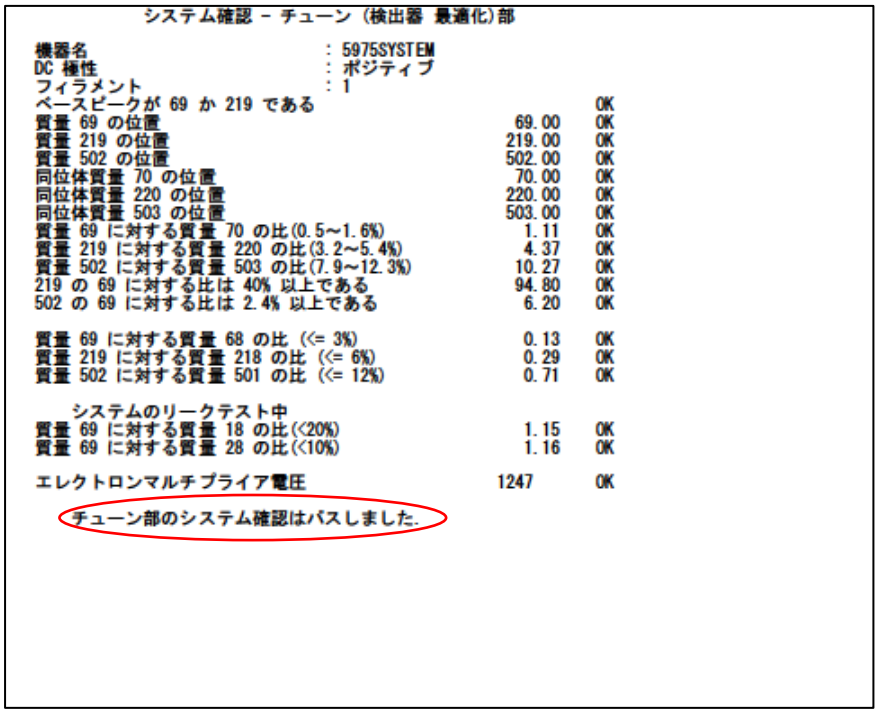
チューニングの評価メニューを使用してチューン結果を確認することができます。

（1） メニューから［チェックアウト］－［チューニングの評価］を選択します。

（2） 出力されたチューニング評価レポートの全ての項目が［OK］となっていることを確認します。

評価が良好に完了すると「チューン部のシステム確認はパスしました」とレポート上に印字されます。

＜良いチューニング評価レポートの例＞



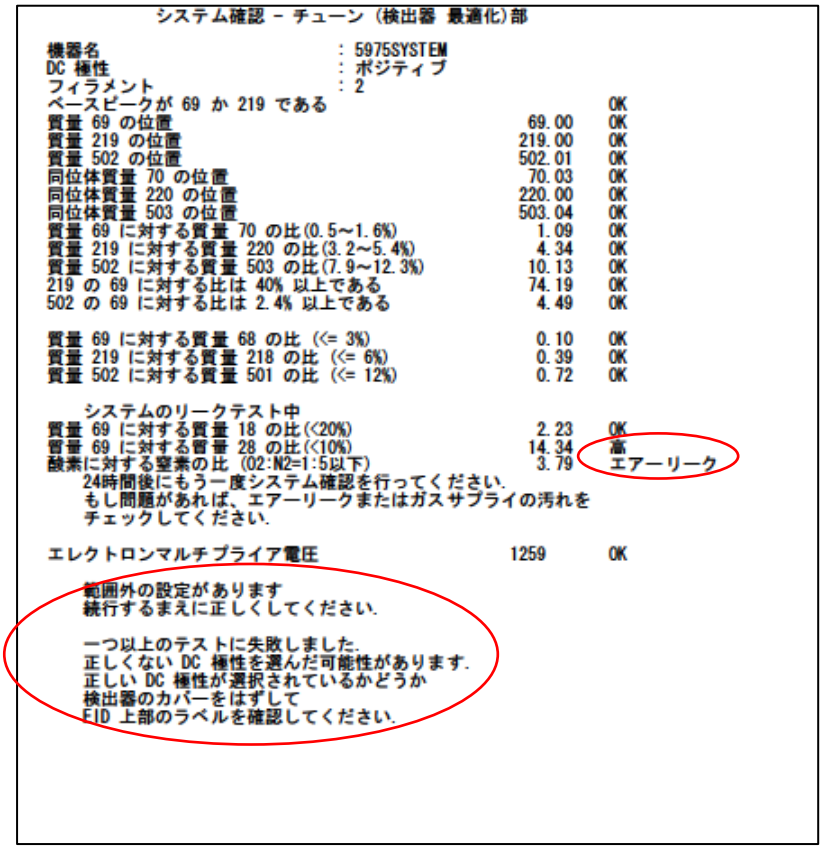
システム確認 - チューン（検出器 最適化）部

機器名	: 5975SYSTEM	
DC 極性	: ポジティブ	
フィラメント	: 1	
ベースピークが 69 か 219 である		OK
質量 69 の位置	69.00	OK
質量 219 の位置	219.00	OK
質量 502 の位置	502.00	OK
同位体質量 70 の位置	70.00	OK
同位体質量 220 の位置	220.00	OK
同位体質量 503 の位置	503.00	OK
質量 69 に対する質量 70 の比(0.5～1.6%)	1.11	OK
質量 219 に対する質量 220 の比(3.2～5.4%)	4.37	OK
質量 502 に対する質量 503 の比(7.9～12.3%)	10.27	OK
219 の 69 に対する比は 40% 以上である	94.80	OK
502 の 69 に対する比は 2.4% 以上である	6.20	OK
質量 69 に対する質量 68 の比 (<= 3%)	0.13	OK
質量 219 に対する質量 218 の比 (<= 6%)	0.29	OK
質量 502 に対する質量 501 の比 (<= 12%)	0.71	OK
システムのリークテスト中		
質量 69 に対する質量 18 の比(<20%)	1.15	OK
質量 69 に対する質量 28 の比(<10%)	1.16	OK
エレクトロンマルチプライア電圧	1247	OK

チューン部のシステム確認はパスしました.

チューニング評価の項目が規定値に入らない場合にはレポートに「範囲外の設定があります。続行する前に正しくしてください．」と印字され、考えられる要因が表示されます。

＜悪いチューニング評価レポートの例＞



```
              システム確認 - チューン（検出器 最適化）部

機器名                                  : 5975SYSTEM
DC 極性                                 : ポジティブ
フィラメント                            : 2
ベースピークが 69 か 219 である                                  OK
質量 69 の位置                                69.00     OK
質量 219 の位置                               219.00    OK
質量 502 の位置                               502.01    OK
同位体質量 70 の位置                           70.03     OK
同位体質量 220 の位置                         220.00    OK
同位体質量 503 の位置                         503.04    OK
質量 69 に対する質量 70 の比(0.5～1.6%)         1.09     OK
質量 219 に対する質量 220 の比(3.2～5.4%)       4.34     OK
質量 502 に対する質量 503 の比(7.9～12.3%)     10.13     OK
219 の 69 に対する比は 40% 以上である          74.19     OK
502 の 69 に対する比は 2.4% 以上である          4.49     OK

質量 69 に対する質量 68 の比 (<= 3%)           0.10     OK
質量 219 に対する質量 218 の比 (<= 6%)         0.39     OK
質量 502 に対する質量 501 の比 (<= 12%)        0.72     OK

    システムのリークテスト中
質量 69 に対する質量 18 の比(<20%)             2.23     OK
質量 69 に対する質量 28 の比(<10%)            14.34     高
酸素に対する窒素の比 (02:N2=1:5以下)           3.79     エアーリーク
    24時間後にもう一度システム確認を行ってください．
    もし問題があれば、エアーリークまたはガスサプライの汚れを
    チェックしてください．

エレクトロンマルチプライア電圧                1259      OK

    範囲外の設定があります
    続行するまえに正しくしてください．

    一つ以上のテストに失敗しました．
    正しくない DC 極性を選んだ可能性があります．
    正しい DC 極性が選択されているかどうか
    検出器のカバーをはずして
    FID 上部のラベルを確認してください．
```

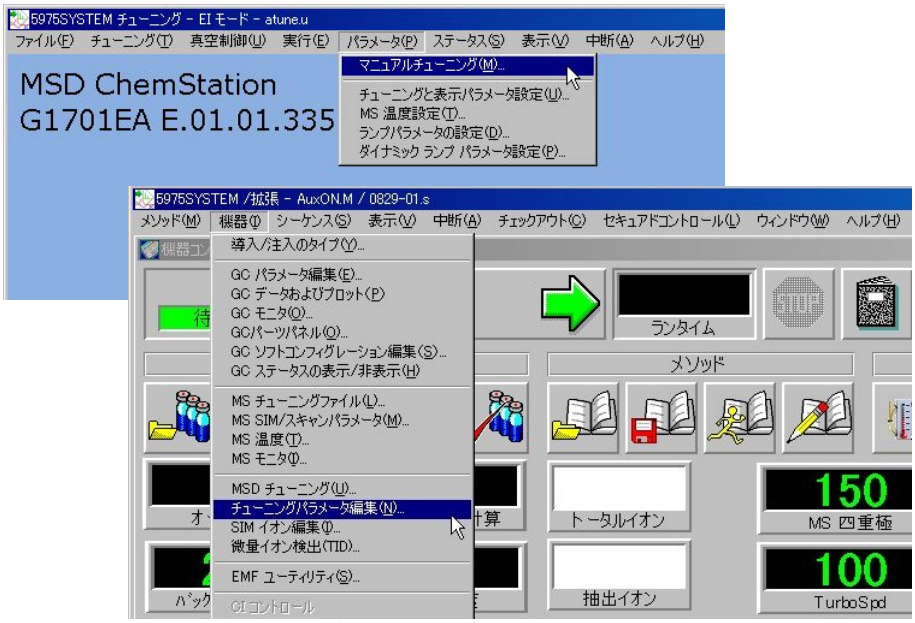
2章－7　マニュアルチューン

マニュアルチューンを使用すると、マスのプロフィールやスペクトルパターンをモニターしながら MSD の各パラメータを調整することができます。特定のパラメータをランプさせてチューンマスへの影響を確認し、チューンニングを微調整することが可能です。

マニュアルチューンではトライ&エラーでチューニングの各設定項目を調整し、分解能やマス軸を許容範囲に保ちつつ、感度を上げたり、スキャンのスペクトルパターンを調整したりすることが可能です。

詳細な使用方法についてはケミステーションのオンラインヘルプを参照して下さい。

（1）　チューニングと真空制御画面のメニューから［パラメータ］－［マニュアルチューニング］を選択します。または、機器コントロール画面のメニューから［機器］－［チューニングパラメータ編集］をクリックしてチューニングファイルを選択します。



(2)　マニュアルチューニング画面



プロフィール(P)

チューニング&表示パラメータで指定した 3 つのチューニングマスについて継続的なプロフィールスキャンを実行します。

スキャン(N)

チューニング&表示パラメータの［スキャン範囲］のスペクトルスキャンを連続して実行・表示します。

ランプ(A)

3 つのチューニングマスに対して選択されたパラメータをランプします。

停止(S)

プロフィールスキャン、スペクトルスキャン、ランプなどを停止します。

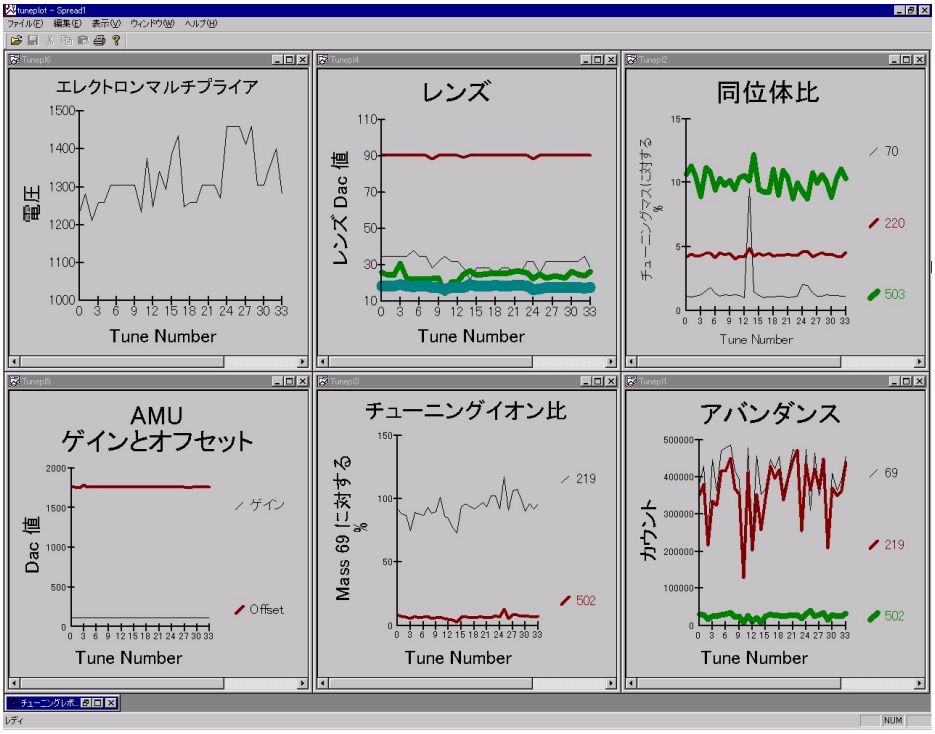
MS Off(O)

MS をオフにします。

2章－8　チューニング表示

チューニング表示メニューから、チューニングの履歴を表示させることができます。

チューニングと真空制御画面のメニューから［ファイル］－［チューニング表示］をクリックします。



チューニングの各設定項目の履歴がグラフ化されて表示されます。画面左下に最小化されている［チューニングレポート］をクリックすると数値の履歴が表形式で表示されます。

第3章
定性のための
測定条件作成

3章－1 メソッド編集の開始 3－4
3章－2 メソッド情報とメソッド実行範囲の設定 3－5
3章－3 試料導入方法の設定 3－6
3章－4 GC（Agilent 7890）のパラメータ編集画面 3－7
3章－5 GC コンフィグレーションの確認 3－9
3章－6 オーブン温度条件の設定 3－12
3章－7 カラム流量の設定 3－13
3章－8 注入口条件の設定 3－14
3章－9 オートサンプラ条件の設定 3－15
3章－10 Aux 温度条件の設定 3－17
3章－11 7890GC パラメータ編集画面の終了 3－17
3章－12 GC リアルタイムプロットの設定 3－18
3章－13 MSD チューニングファイルの選択 3－18
3章－14 MSD の測定条件の設定 3－19
3章－15 メソッドの保存 3－22
3章－16 メソッドの印刷方法 3－23

＜定性のための測定条件作成＞



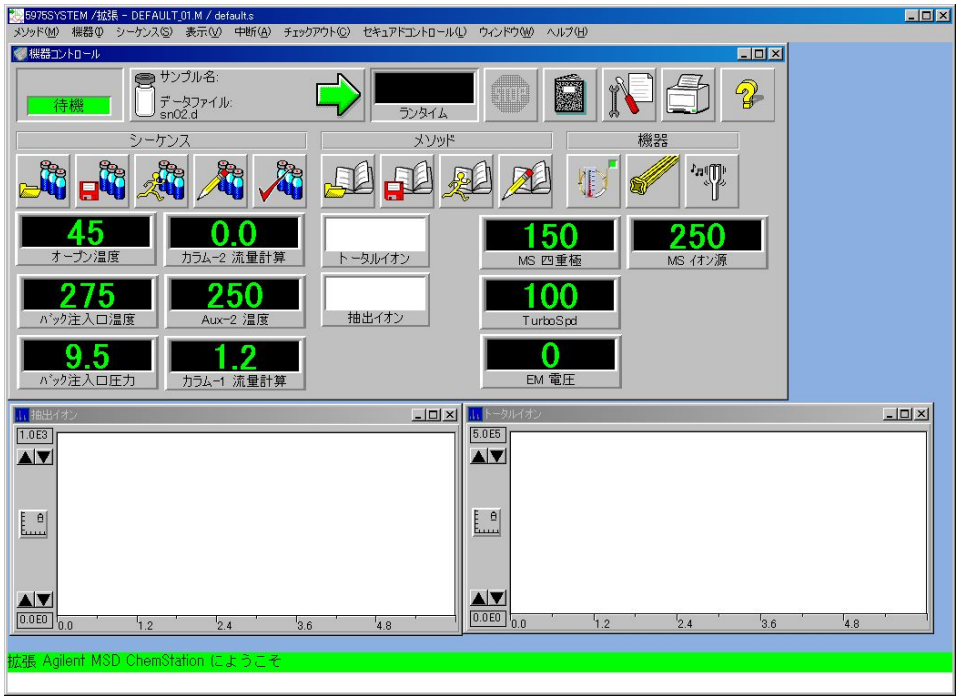
本章には、下記についての説明も含まれています。
・メソッドの印刷方法

第３章　定性のための測定条件作成

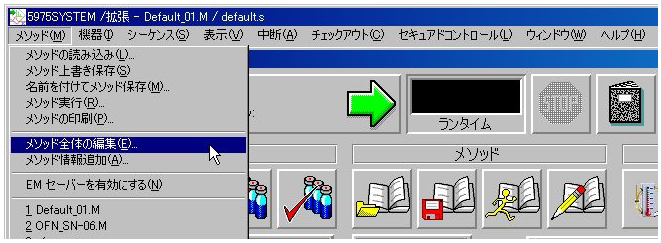
本章では、定性のためのスキャン測定条件を作成する方法について説明しています。
ケミステーションでは、測定や、解析条件をメソッドと呼んでいます。測定から解析までの一連の条件を１つのメソッドとし、メソッドファイルとして保存して使用します。

3章－1　メソッド編集の開始

（1）　ケミステーションソフトウェアを起動します。

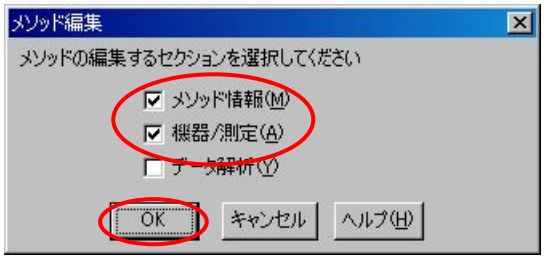


（2）　（メソッド全体の編集アイコン）をクリックします。メニューからの場合は［メソッド］－［メソッド全体の編集］を選択します。



(3)　［メソッド編集］ダイアログボックスが表示されます。

［メソッド情報］と［機器/測定］にチェックを付け、データ解析のチェックは外して OK をクリックします。

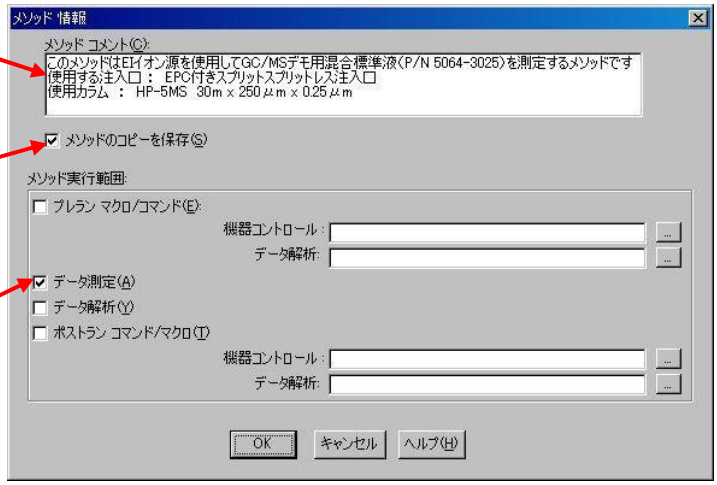


3章－2　メソッド情報とメソッド実行範囲の設定

(1)　メソッドの説明を入力します。

(2)　［メソッドのコピーを保存］にチェックを入れます。

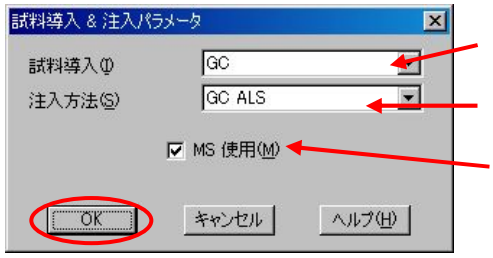
(3)　［データ測定］のみチェックし、その他の項目はチェックを外します。



(4)　OK をクリックします。

3章－3　試料導入方法の設定

（1） オートサンプラ（ALS）使用の場合



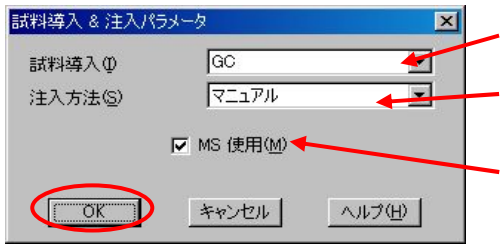
①　GC を選択します。

②　GC ALS を選択します。

③　[MS 使用]にチェックします。

④　設定を確認して OK をクリックします。

（2） 手打ちや他のオートサンプラを使用する場合



①　GC を選択します。

②　マニュアルを選択します。

③　[MS 使用] にチェックします。

④　設定を確認して OK をクリックします。

注意

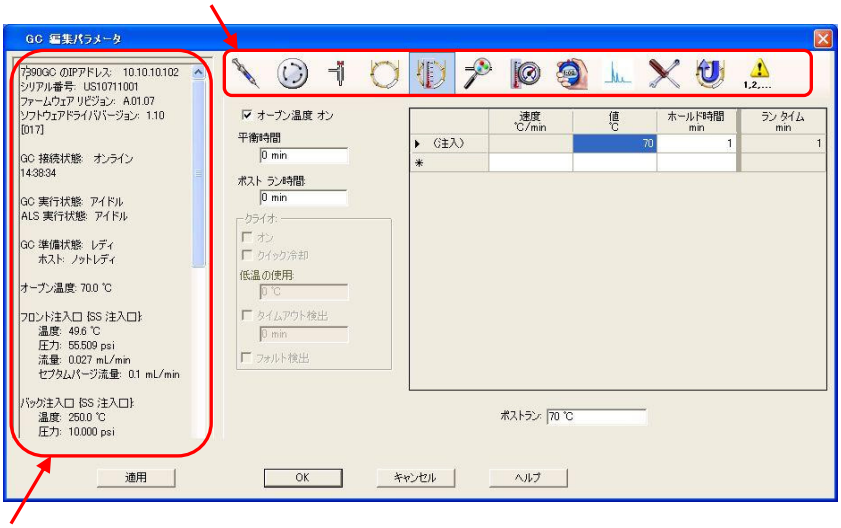
パイロライザを使用する場合には、注入方法で［マニュアル］を選択します。
Gerstel を使用する場合には、注入方法で［マニュアル］を選択します。
Agilent 製ヘッドスペースサンプラを使用する場合には注入方法で［マニュアル］を選択します。

3章－4　GC（Agilent 7890）のパラメータ編集画面

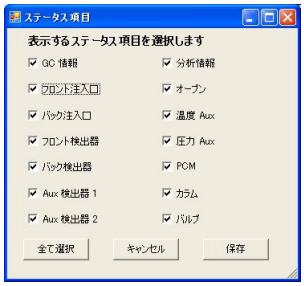
パラメータ編集画面では、GC の条件を入力します。

（1） GC パラメータ編集画面に共通した操作

① 上部の囲まれた各ボタンをクリックすると、その項目の設定画面が表示されます。現在選択中の項目は青色で反転表示されます。



② 左側にはステータス（実測値）がリストされます。この画面内で右クリックし、表示項目設定 をクリックするとステータス項目が選択できます。



③ 各設定の単位（上の図の平衡時間では［min］）は自動的に入力されます。設定は数値のみ（上の図の平衡時間の場合［0］）を入力します。

④ マウスカーソルを設定欄の上に持ってくると、有効な設定範囲の値がポップアップで表示されます。

注意

有効な設定範囲外の値を入力した場合、その値は自動的に取り消されて元の値に再設定されます。設定は必ず有効設定範囲内で設定します。

⑤　右クリックメニュー（パラメータ編集画面上で右クリック）



[GC からのアップロードメソッド]
7890GC の現在の設定値をケミステーションのメソッド編集画面に読み込み（アップロード）します。GC のキーボードから設定を入力した場合、この機能を使用すると便利です。

[メソッドを GC にダウンロード]
パラメータ編集画面の設定値を 7890GC へ適用（ダウンロード）します。

ダウンロードが正常に終了すると完了メッセージが表示されます。



注意

ケミステーションの GC ソフトコンフィグレーション（付録 A 参照）が、機器のコンフィグレーションと一致しない場合、パラメータをダウンロードしても適用されない場合があります。このような場合には［機器］－［GC ソフトコンフィグレーション編集］を開いて機器とソフトウェア上のコンフィグレーションを一致させます。詳細な手順については付録 A を参照します。

⑥　各ボタン

適用　：　設定値を 7890GC へダウンロード（適用）します。

OK　：　設定値を 7890GC へ適用してパラメータ編集画面を閉じます。

キャンセル　：　変更内容を破棄して機器コントロール画面に戻ります。

ヘルプ　：　現在の設定画面に関するヘルプ情報を表示します。

3章－5　GC コンフィグレーションの確認

ケミステーションでは、機器にインストールされたハードウェア（注入口や検出器タイプなど）やリソース（カラムやガスタイプなど）をコンフィグレーションと呼びます。

この項目で紹介する GC パラメータ編集の［コンフィグレーション］画面では内容を表示、確認するのみで、変更することはできません。

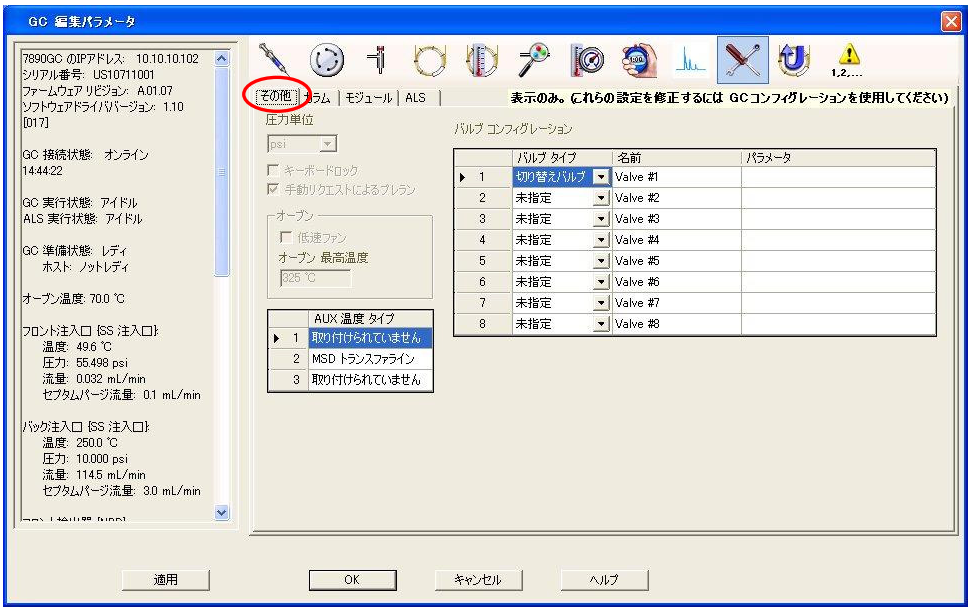
コンフィグレーションに変更（インジェクタの位置変更、シリンジ容量の変更やカラムを交換した場合など）がある場合には、メソッドを作成する前に［機器］－［GC ソフトコンフィグレーション編集］（付録 A 参照）を実施する必要があります。



（コンフィグレーションアイコン）をクリックします。

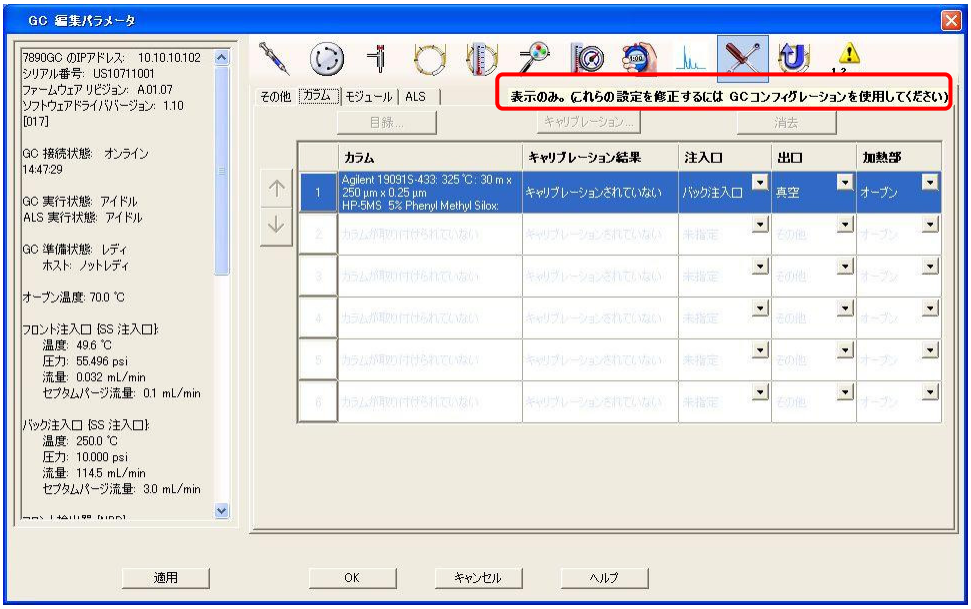
（1）　［その他］タブ

圧力単位、オーブン最高温度、バルブコンフィグレーション、および AUX 温度タイプの確認をします。



（2）［カラム］タブ

カラムの詳細な情報が表示されます。



注意

カラムのコンフィグレーションが正しく設定されていることを確認します。
正しく設定されていない場合には、［機器］－［GC ソフトコンフィグレーション編集］よりカラムの設定を行います。詳細な設定方法については付録 A を参照します。

（3）［モジュール］タブ

インストールされた各デバイス（注入口、検出器、Aux 圧力など）の種類とそれぞれにコンフィグレーションされたガスタイプがリストされます。



注意

各モジュールのガスタイプが正しいことを確認します。正確なガスタイプが入力されていないと流量・圧力の計算が正しくできず、MSD にダメージを与える可能性があります。

（4）［ALS］タブ

シリンジサイズ、および溶媒洗浄モードが表示されます。



注意

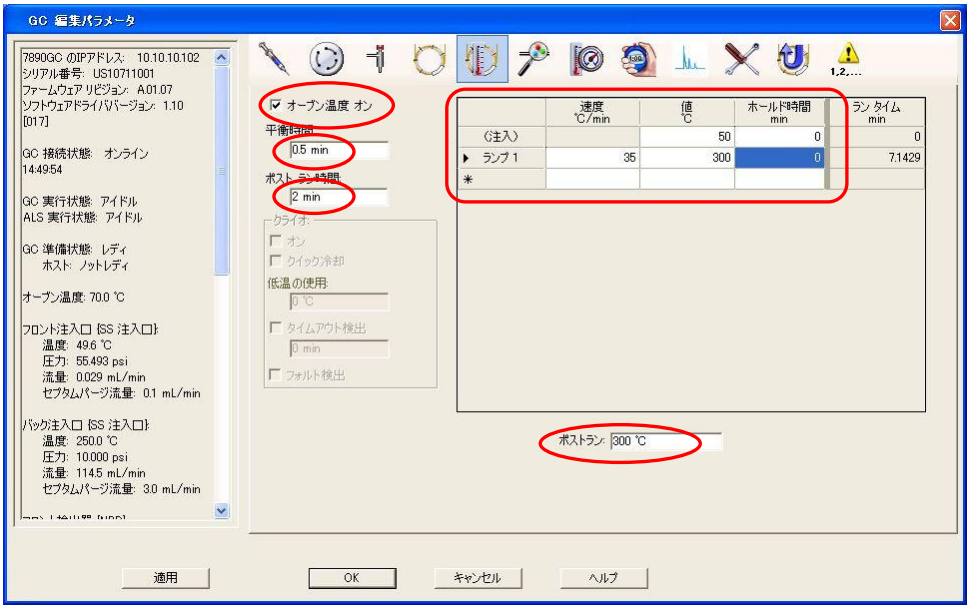
シリンジサイズが正しいことを確認します。ここには、取り付けたシリンジの最大容量が表示されます。シリンジサイズは注入量に影響します。

3章－6　オーブン温度条件の設定

オーブン温度条件
　初期温度　：50℃　　ホールド時間：0min
　1 段目昇温：昇温速度 35℃/min　到達温度 300℃ ホールド時間 0min
　2 段目昇温：なし
　ポストラン：温度 300℃ 時間 2min

(1) をクリックします。

(2) オーブン温度オンにチェックを入れます。



(3) 平衡時間に 0.5、ポストラン時間に 2 を入力します。

(4) 右側のテーブルに昇温プログラムを入力します。

(5) ポストランに 300 を入力します。

(6) 必要に応じて

をクリックしオーブンの設定を 7890GC へダウンロードします。

3章－7　カラム流量の設定

カラム流量の条件
　モード　：コンスタントフロー（定流量）
　流量　　：1mL/min
　カラム　：19091S－433（HP－5MS 30m x 250um x 0.25um）
　イン　　：フロントまたはバック（スプリット/スプリットレス注入口の位置）
　アウト　：真空

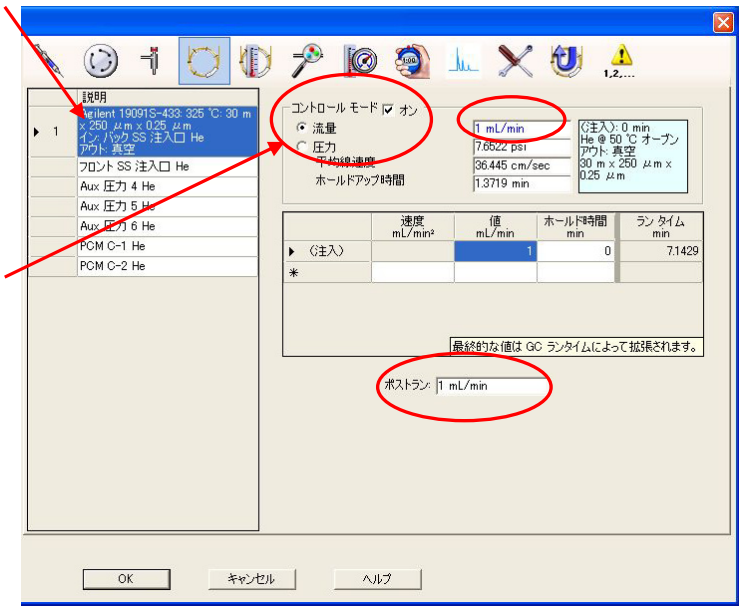
(1) をクリックします。

(2) カラムの情報を確認します。実際に取り付けられているカラム情報が表示されているか、インに使用する注入口が表示され、アウトが真空になっていることを確認します。

(3) オンにチェックを付け、流量を選択します。

(4) 値の欄に 1 を入力します。

(5) ポストラン流量に 1 を入力します。



(6) 必要に応じて 適用(Y) をクリックしカラム流量の設定を 7890GC へダウンロードします。

3章－8　注入口条件の設定

注入口の条件
　モード　　：スプリットレス
　ヒーター　　：オン、250℃
　圧力　　：オン（設定値はカラム流量の条件から自動設定）
　セプタムパージ流量　：オン、3mL/min（スタンダードモード）
　ベントへのパージ流量：50ml/min、開始時間 1min

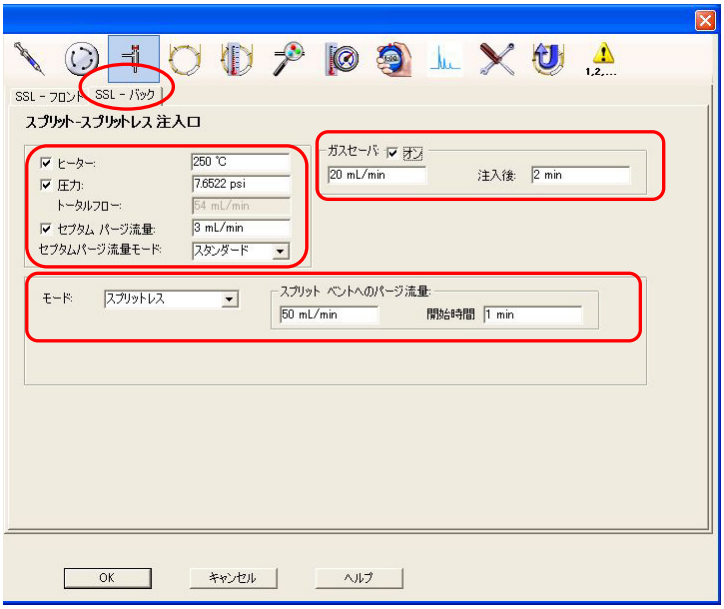
(1) をクリックします。

(2) 使用する注入口の位置をタブで選択します。

(3) ヒーターにチェックをして設定欄に 250 を入力します。

(4) 圧力にチェックをします。（設定欄はカラム流量の設定時に自動的に入力されます。）

(5) セプタムパージ流量をチェックして設定欄に 3 を入力します。セプタムパージ流量モードは［スタンダード］を選択します。



(6) ガスセーバーは、オンにチェックを入れ、設定欄に 20、注入後に 2 を入力します。

(7) モードは［スプリットレス］を選択し、スプリットベントのパージ流量に 50、開始時間に 1 を入力します。

注意

カラムが接続されている注入口の圧力は、必ずチェックを入れてキャリアガスを流します。
カラムが接続されていない注入口は、圧力のチェックを外します。

3章－9　オートサンプラ条件の設定

この項目は、オートサンプラを使用する場合のみ設定します。

インジェクタの条件	
注入量	：1uL
溶媒 A 洗浄回数	：注入前０回 / 注入後５回
溶媒 B 洗浄回数	：注入前０回 / 注入後０回
サンプル洗浄（共洗い）	：３回
サンプルポンプ	：５回

(1) をクリックします。

(2) インジェクタのタブ（フロントインジェクタ、またはバックインジェクタ）をクリックします。

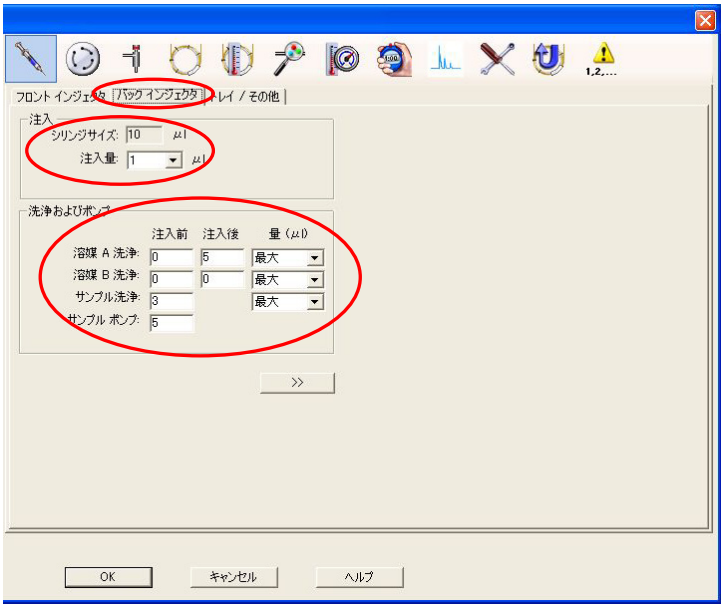
(3) 正しいシリンジサイズが表示されていることを確認します。注入量から１を選択します。

(4) 溶媒 A 洗浄の注入後欄に５を入力します。

(5) サンプル洗浄に３を入力します。

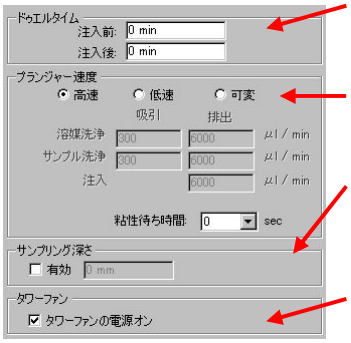
(6) サンプルポンプに５を入力します。

(7) 量はすべて［最大］を選択します。



＜参考＞
シリンジサイズ（シリンジ容量）はコンフィグレーションに含まれます。
変更はメニューの［機器］－［GC ソフトコンフィグレーション編集］で実施します。

(8)　[>>]ボタンをクリックすると拡張設定画面が表示されます。必要に応じて拡張設定を行います。



ドゥエルタイム：注入前または注入後にシリンジニードルを注入口に残しておく時間。

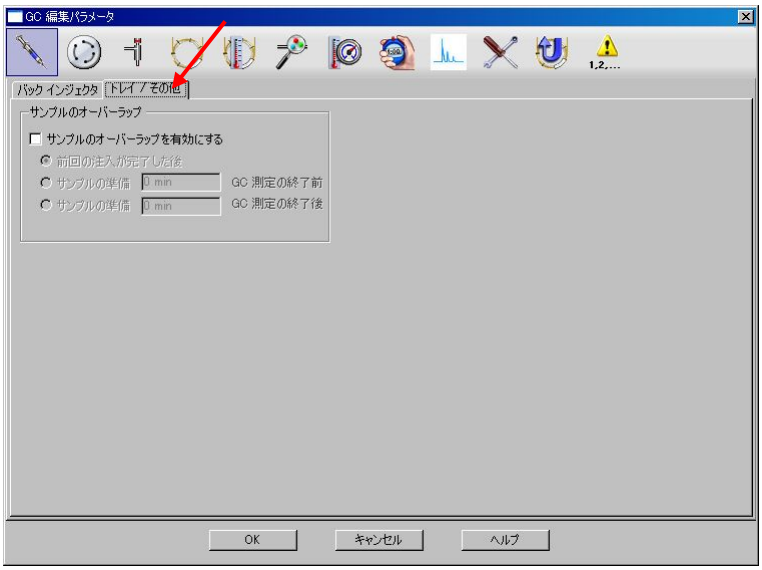
プランジャー速度：プランジャーを押すスピード。通常は高速を選択します。

サンプリング深さ：サンプリングの際のバイアル内へのニードル先端の深さです。デフォルトはバイアルの底から 3.6 ミリの位置です。

タワーファン：インジェクタのファンのオン･オフの設定です。

(9)　サンプルのオーバーラップ

サンプルのオーバーラップを実施する場合には、トレイ/その他のタブをクリックします。［サンプルのオーバーラップを有効にする］をチェックし、オプションから次のサンプルを準備するタイミングを選択します。



注意

分析サイクルがサンプルの準備にかかる時間よりも短い場合にはサンプルのオーバーラップを使用しないでください。このような場合にサンプルのオーバーラップを使用するとシーケンスが停止します。

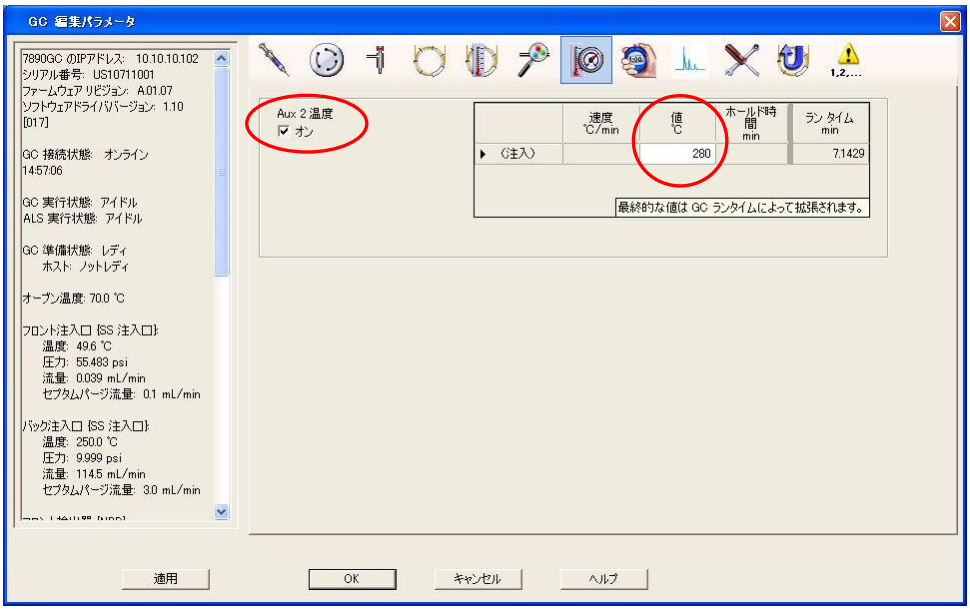
3章－10 Aux 温度条件の設定

GC/MSD トランスファーライン温度 Aux 2 温度　：オン、250℃

（1） をクリックします。

（2） オンにチェックを入れます。

（3） 値に 250 を入力します。



3章－11 7890GC パラメータ編集画面の終了

OK をクリックしてパラメータ編集画面を閉じます。設定値が 7890GC へダウンロードされます。

3章－12 GC リアルタイムプロットの設定

MSD での取り込時には、GC シグナルの表示は必要ありません。GC 検出器等を使用する場合のみ設定を実施します。

（1） シグナル 1、2、3、4 のすべての［表示］チェックがオフになっていることを確認します。

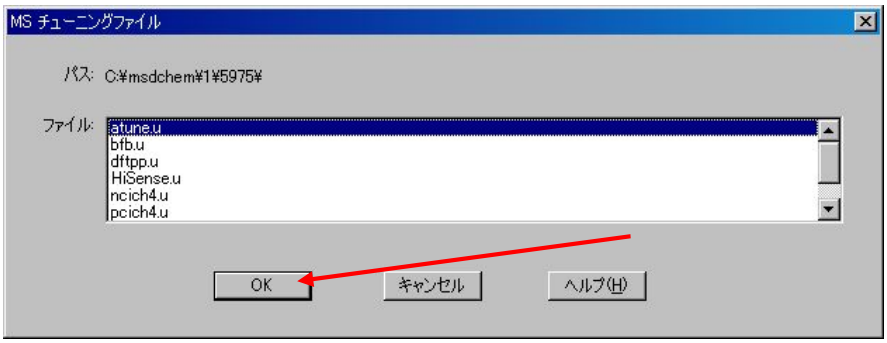


（2） OK をクリックしてこの画面を閉じます。

3章－13 MSD チューニングファイルの選択

この画面では分析に使用する MSD のチューニングファイルを選択します。

atune.u を選択して、OK をクリックします。



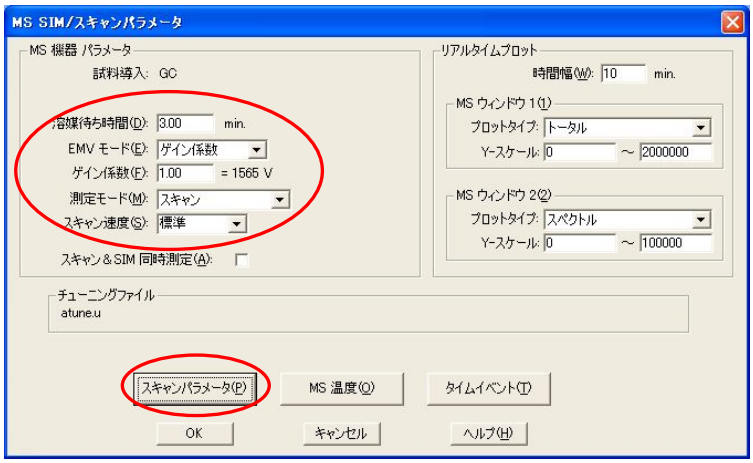
3章－14 MSD の測定条件の設定

MSD の測定条件①（MS 機器パラメータ）	
測定モード	：スキャン
EMV モード	：ゲイン係数
ゲイン係数	：1.00
スキャン速度	：標準
溶媒待ち時間	：3min

（1） EMV モードの設定では、［ゲイン係数］を選択しゲイン係数には 1.00 を入力します。実際に使用される電圧値が画面上に表示されます。（下記の例では 1565V）

（2） 溶媒待ち時間に 3 を入力します。

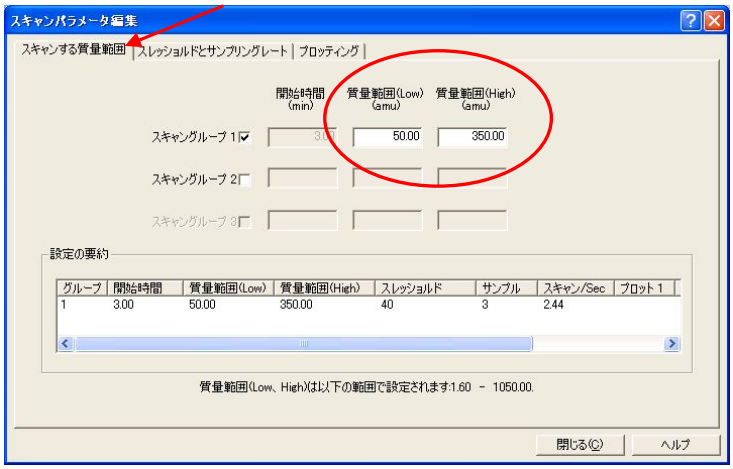
（3） 測定モードは、［スキャン］を選択します。



（4） スキャンパラメータ(P) をクリックします。[スキャンパラメータ編集]画面が表示されます。

MSD の測定条件②（スキャンパラメータ編集）
　スキャングループ　　：1、オン
　質量範囲　　：Low 35、 High 350
　スレッショルド　　：40
　サンプリングレート　　：3

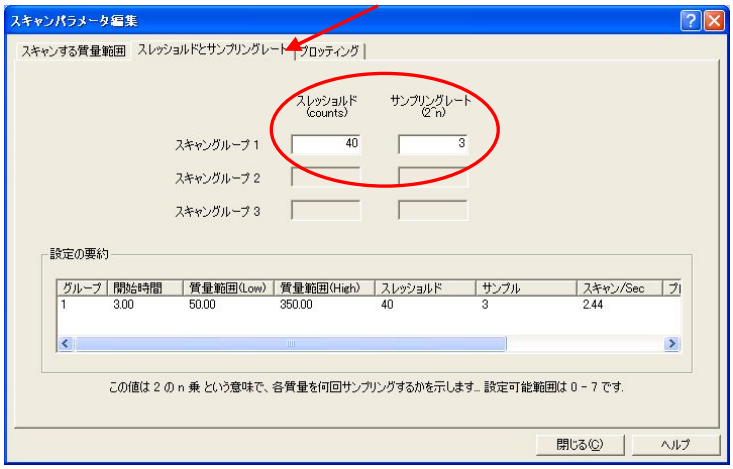
（5）［スキャンする質量範囲］タブを選択します。



（6）質量範囲(Low)に 35、質量範囲(High)に 350 を入力します。

＜参考＞
5975MSD の質量範囲（amu）は 1.6～1050 で指定可能です。

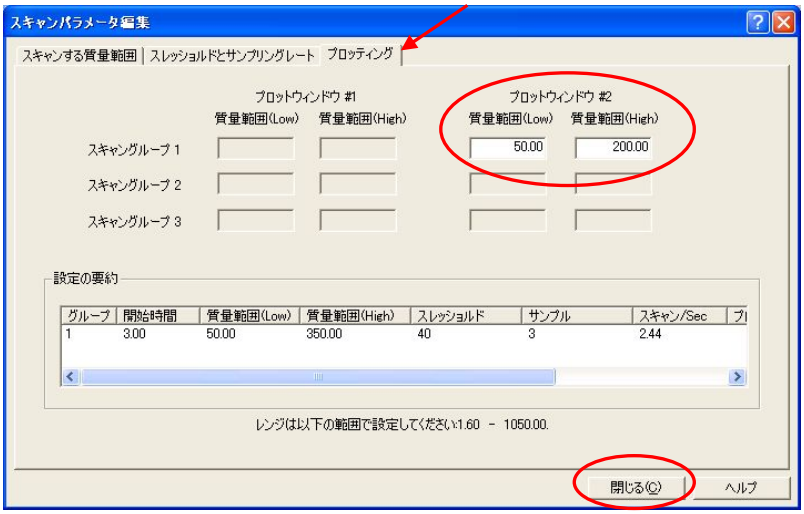
（7）［スレッショルドとサンプリングレート］タブを選択します。



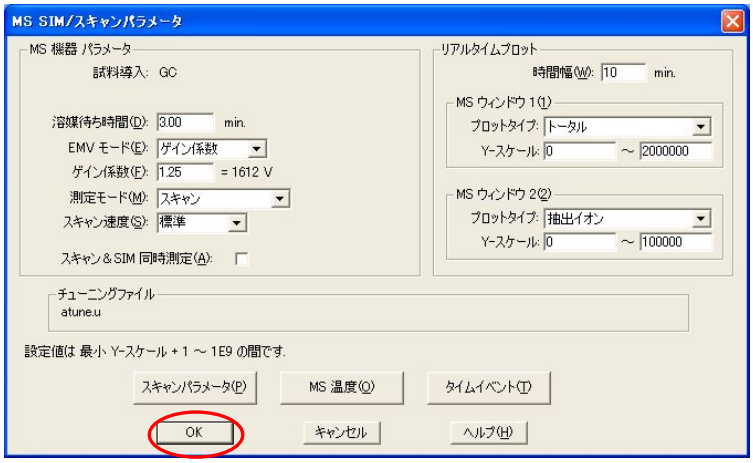
（8）スレッショルドに 40、サンプリングレートに 3 を入力します。

＜参考＞
スキャン/sec が約 1～3 になるような値を設定します。

(9)　［プロッティング］タブをクリックします。必要に応じて、プロットウィンドウの設定を実施します。



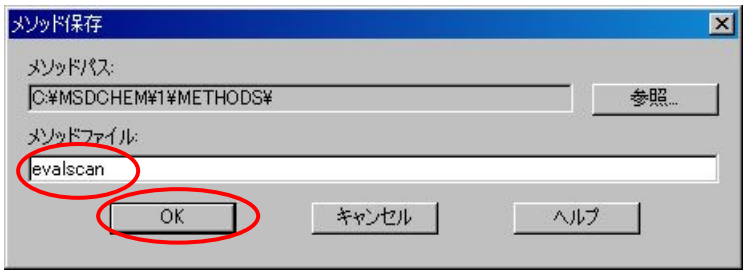
(10)　閉じる(C)　をクリックして MS SIM/スキャンパラメータ画面に戻ります。



(11)　OK　をクリックして MS SIM/スキャンパラメータの設定を終了します。

3章－15 メソッドの保存

メソッドファイル欄に evalscan と入力し、[OK]をクリックします。



注意

データファイル名、メソッド名、シーケンス名の長さは、英数半角文字で 50 文字以内を使用します。入力したファイル名の後に拡張子（データ［.D］、メソッド［.M］、シーケンス［.S］）が自動的に追加されます。データファイルパス、メソッドパスの長さは英数半角文字で 100 文字以内、トータルパス（パスとデータファイル名を足した長さ）は英数半角文字で 120 文字以内に設定します。

例）メソッドパス　C:¥MSDCHEM¥1¥METHODS¥　のとき、
メソッドパスの長さは英数半角 21 文字です。
また、メソッドファイル欄に　evalscan　と入力すると、自動的に追加される拡張子が 2 文字あるため、実際のメソッドファイル名は　evalscan.M　となり、
メソッドファイルの長さは英数半角 10 文字になります。
両方を足した文字数がトータルパスになるため、
トータルパスは英数半角 31 文字になります。

注意

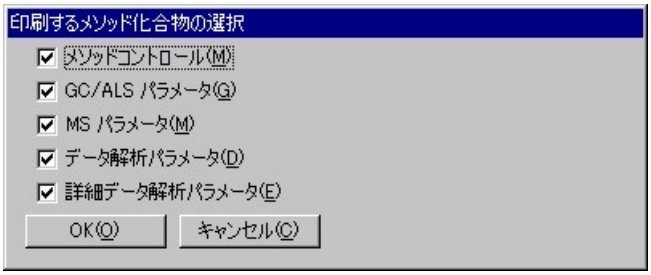
メソッドファイル名に限らず、ケミステーションを使用してファイル名をつける場合、記号類を使用することは出来ません。使用できる記号は_(アンダースコア)のみです。

ファイル名に以下の記号は使用できません。

¥　/　:　*　|　?　“　<　>

3章－16 メソッドの印刷方法

（1）［メソッド］－［メソッドの印刷］をクリックします。

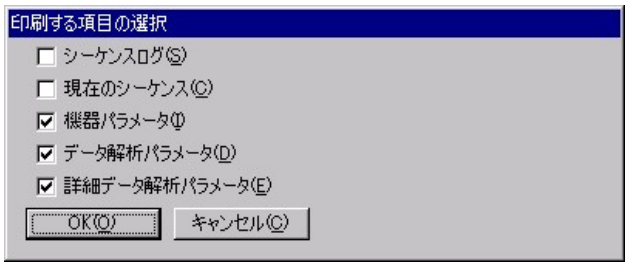


（2）印刷したい項目をチェックして OK をクリックします。

＜参考＞



機器コントロール画面上の印刷アイコンをクリックしてメソッドを印刷することが可能です。



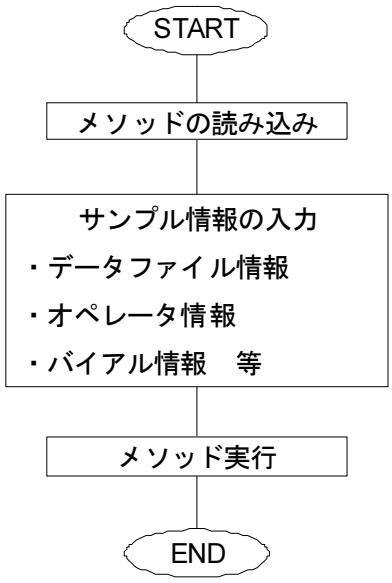
この場合、メソッド情報（メソッドの実行範囲とメソッドコメント）は印刷されません。


Memo

第4章
メソッドの実行と
ログブック

4章－1 測定に使用するメソッドの読み込み 4－4
4章－2 サンプル情報の入力とランメソッド 4－5
4章－3 測定開始 4－8
4章－4 ログブックを確認する 4－9
4章－5 現在のログブックを印刷する 4－10

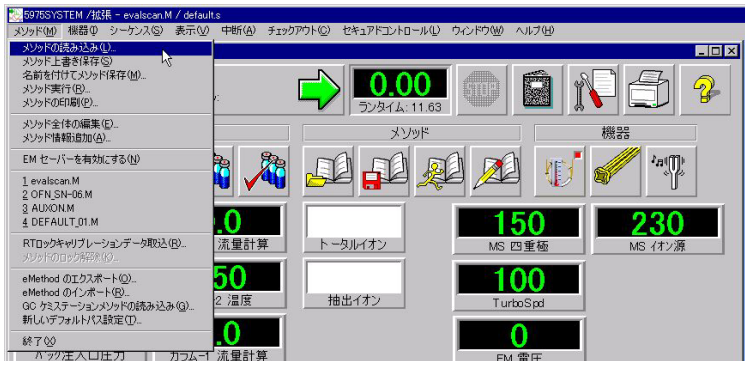
＜メソッドの実行＞



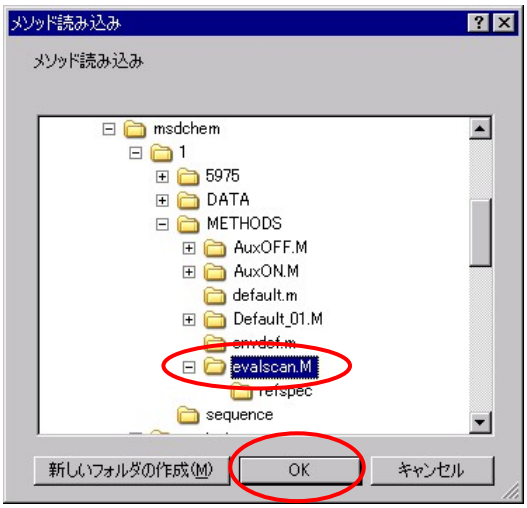
本章には、下記についての説明も含まれています。
・ログブックの確認方法と印刷

4章－1　測定に使用するメソッドの読み込み

（1）（メソッドの読み込みアイコン）をクリックします。メニューから選択する場合は［メソッド］－［メソッドの読み込み］を選択します。



（2）［メソッド読み込み］ダイアログボックスから evalscan.M を選択し、OK をクリックします。



4章－2　サンプル情報の入力とランメソッド

（1）（メソッドの実行アイコン）をクリックします。メニューから選択する場合は［メソッド］－［メソッド実行］を選択します。

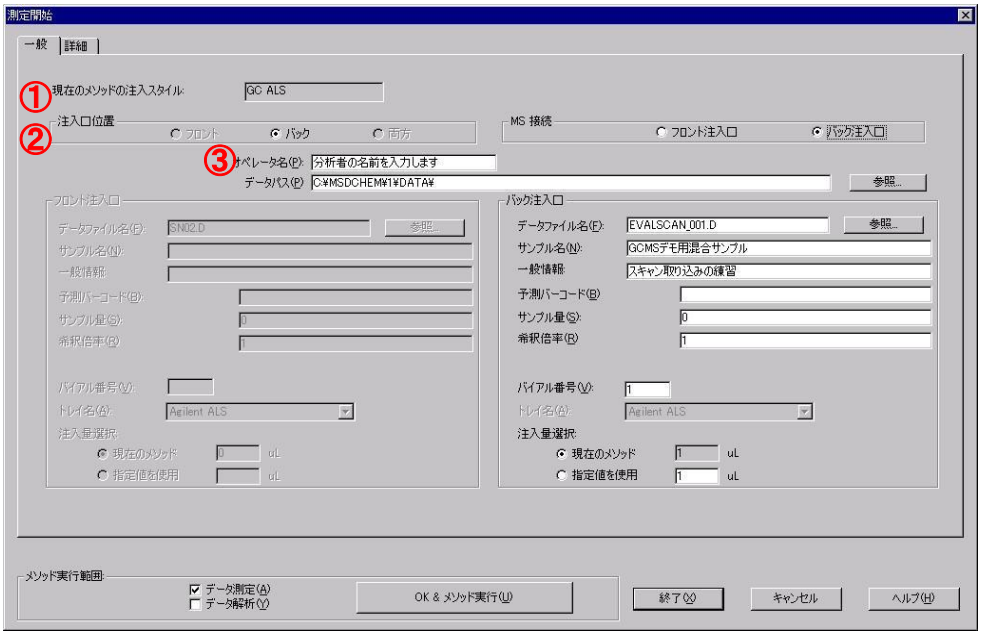


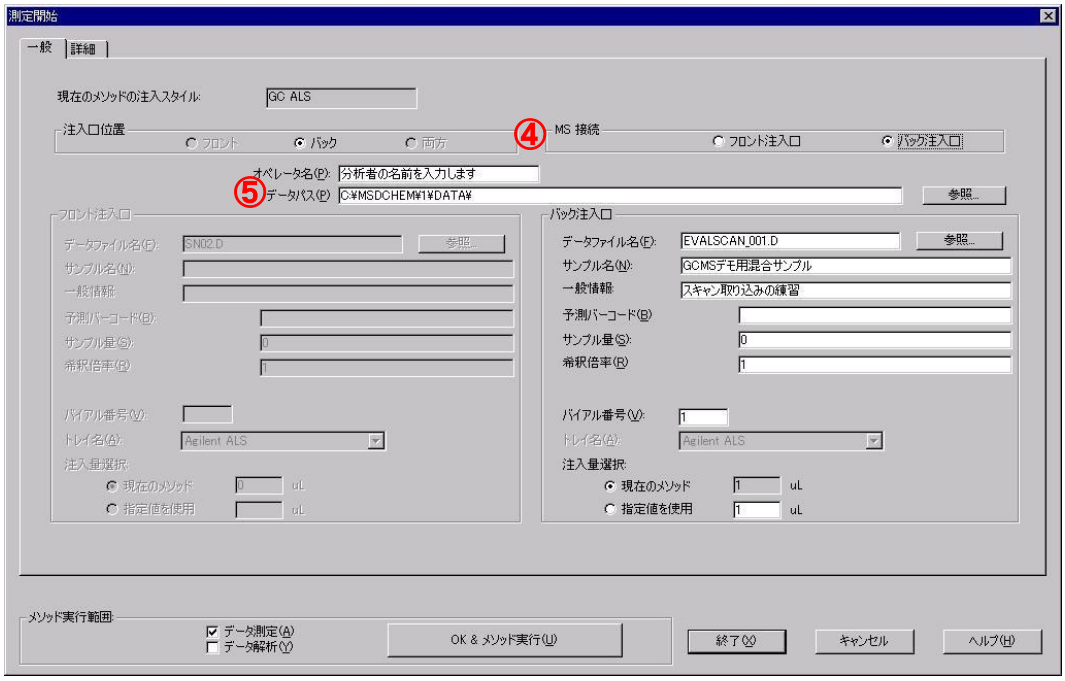
（2）　［測定開始］ダイアログボックスが開きます。

①　試料導入方法が［現在のメソッドの注入スタイル］欄に表示されます。

②　［注入口位置］はオートサンプラを使用している場合、自動認識されて選択済です。マニュアル注入の場合には注入口位置を選択します。

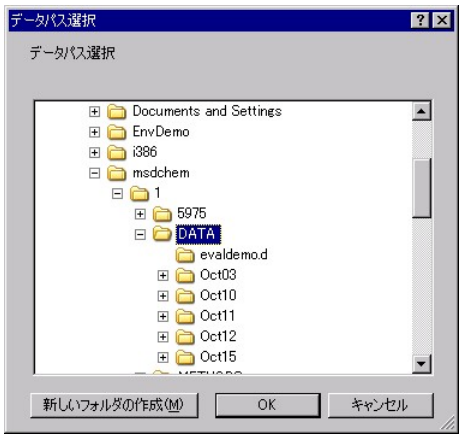
③　［オペレータ名］にお客様自身の名前を入力します。





④　［MS 接続］欄では使用している注入口を選択します。この設定は機器とはリンクせず、メソッド上に記録としてのみ保存されます。

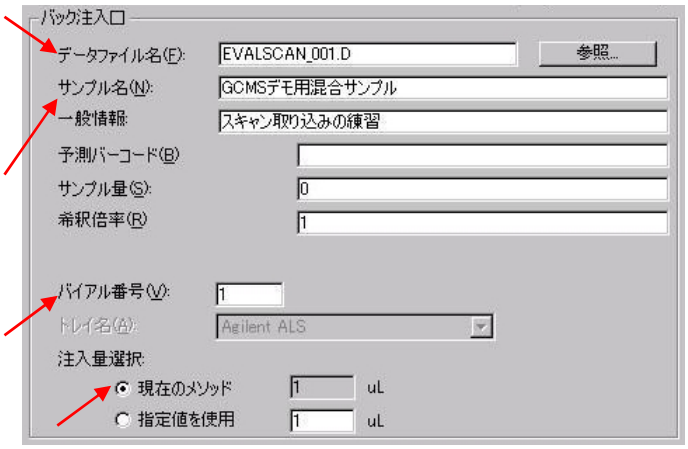
⑤　［データパス］にデータファイルの保存先（ディレクトリ）を入力します。参照... をクリックして選択するか、フォルダを新規作成します。



⑥　［データファイル名］に EVALSCAN_001 を入力します。拡張子.D は自動的に追加されます。

⑦　［サンプル名］、［一般情報］は右例のように入力します。これらの欄の入力は任意です。

⑧　バイアルに 1 を入力します。



⑨　［注入量選択］は［現在のメソッド］を選択します。

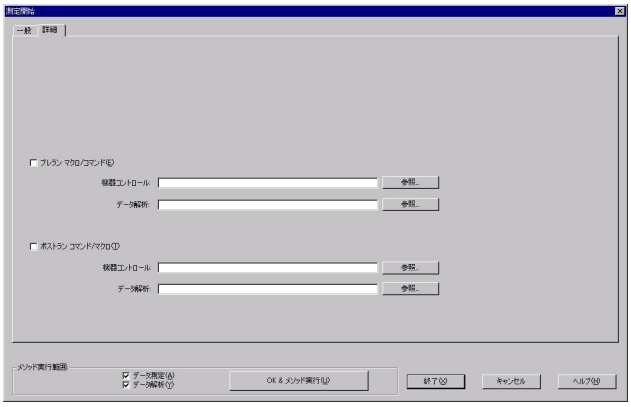
⑩　［メソッドの実行範囲］は［データ解析］のチェックを外し、［データ測定］のチェックをオンにします。



⑪　

をクリックして測定を開始します。

＜参考＞
プレランおよびポストランマクロコマンドは［詳細］タブをクリックして実施します。



4章－3　測定開始

測定を開始すると状況により、以下のような画面が表示されます。

GC がレディーになっていない場合には、準備が完了するまでこのメッセージが表示されます。このメッセージが消えるまで待機します。

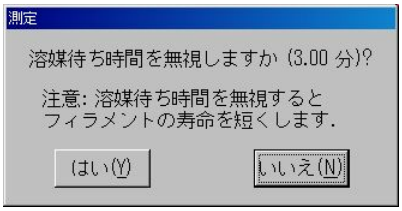


オートサンプラを使用しない場合はリモートスタート待ちのメッセージが表示されます。
※Agilent 7683 オートサンプラを使用する場合、この画面は表示されません。



GC がスタートすると、溶媒待ち時間の画面が表示されます。
（溶媒待ち時間を設定している場合）

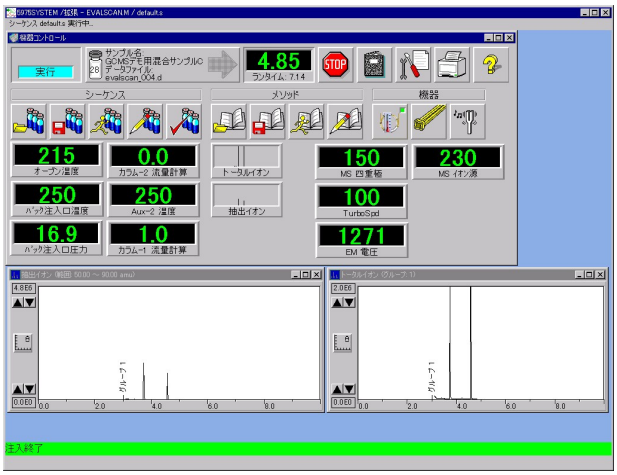
時間が経過するまで、待機します。



注意

はい(Y)をクリックすると溶媒待ち時間が無視されます。その場合、フィラメントが切れる危険があります。

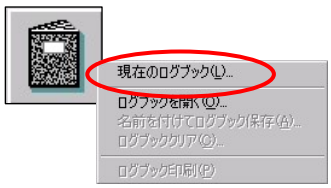
分析中は下図のような画面が表示されます。



※モニター設定の内容により、表示される内容が変わります。

4章－4　ログブックを確認する

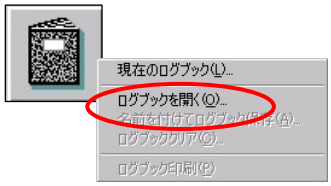
（1）　ログブックアイコンをクリックして［現在のログブック］を選択します。



（2）　画面上にログブックが表示されます。

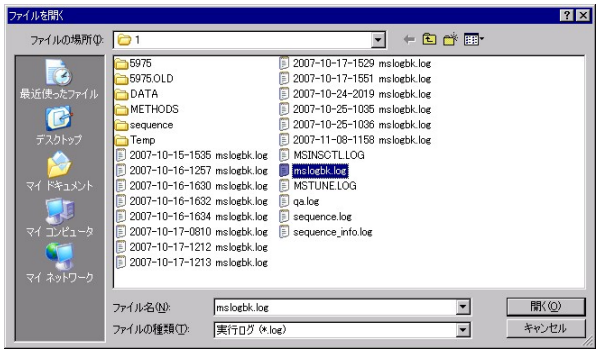


4章－5　現在のログブックを印刷する

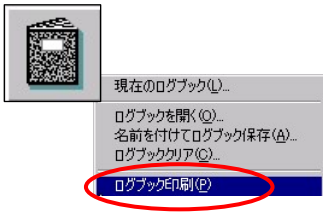


（1）　ログブックアイコンをクリックして［ログブックを開く］を選択します。

（2）　ファイルのリストから［mslgbk.log］を選択して 開く(O) をクリックします。



（3）　再度ログブックアイコンをクリックして［ログブック印刷］を選択します。



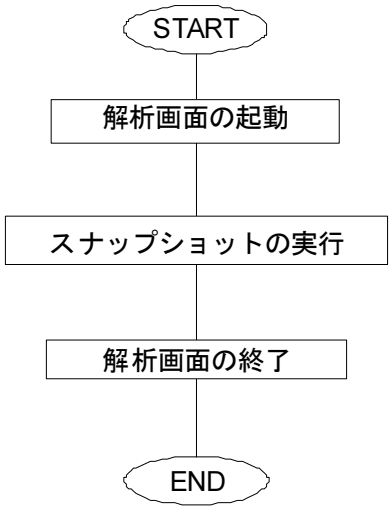
＜参考＞
その他のログブック
- MSINSCTL.log　：機器コントロール煮関するログブック
- MSTUNE.log　：チューニングと真空制御に関するログブック
- sequence.log　：シーケンスに関するログブック

第5章
測定とスナップショット

5章−1	解析画面の起動	5−4
5章−2	スナップショット	5−6
5章−3	データ解析画面の終了	5−7

測定中に、現在までに取り込んだデータを仮ファイルとして保存し、データ解析を行うことが可能です。ケミステーションではこの機能をスナップショットと呼んでいます。

＜測定とスナップショット＞

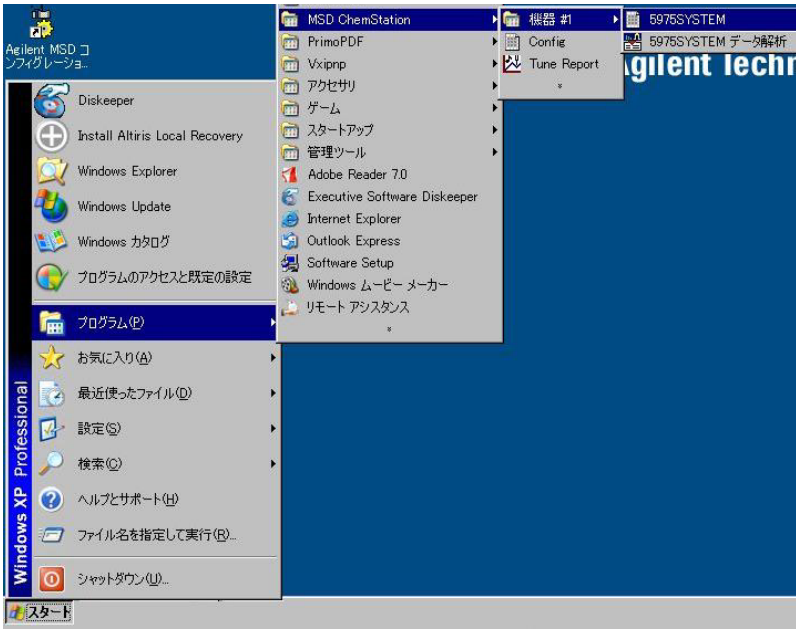


5章－1　解析画面の起動

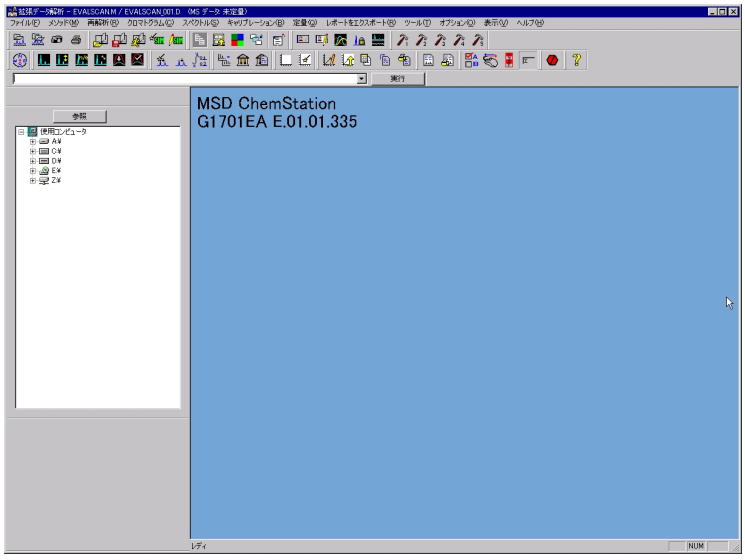
（1）　デスクトップ上のアイコン

をダブルクリックして［拡張データ解析］画面を起動します。

デスクトップ上にアイコンがない場合には、タスクバーの［スタート］ボタンから、［プログラム］－［MSD ChemStation］－［機器 #1］－［機器名 データ解析］を選択してソフトウェアを起動します。
（［機器名 データ解析］は設定により異なります。下記の例では［5975SYSTEM データ解析］です。）

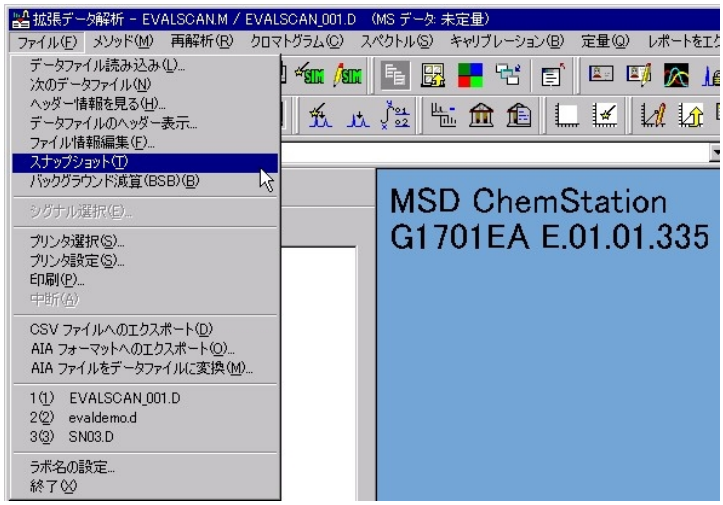


(2)　データ解析画面が起動します。

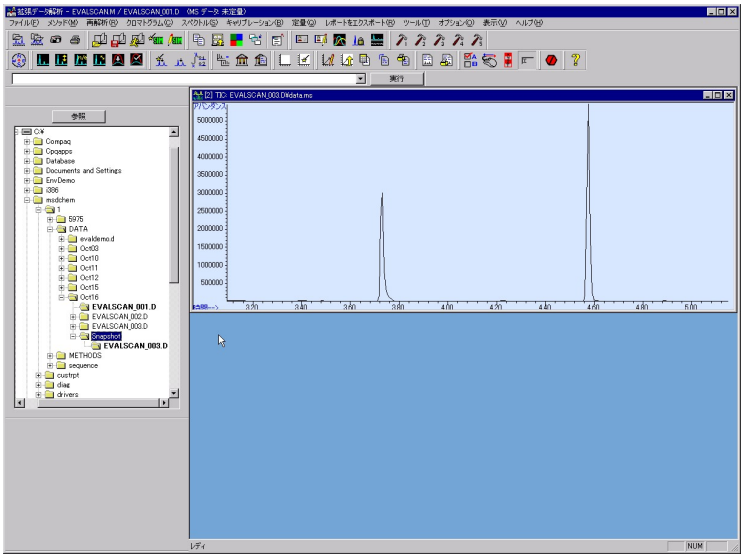


5章－2　スナップショット

（1）（スナップショットアイコン）をクリックします。メニューからの場合は、［ファイル］－［スナップショット］を選択します。



（2）データ取り込み開始からこのメニューを選択した時点までのデータファイルが作成されます。画面には TIC が表示され、データ解析が可能になります。



＜参考＞
スナップショットのデータは、データファイルパスの［Snapshot］フォルダ内に保存されます。

注意

MSD ケミステーションのバージョン D.02.XX 以降では、分析終了 1 分前からスナップショットの操作を受け付けません。実行しようとすると右記のメッセージが表示されます。このような場合には、測定が終了してから解析を実施します。



5章－3　データ解析画面の終了

データ解析が終了したら、［ファイル］メニューの［終了］で［拡張データ解析］画面を終了します。

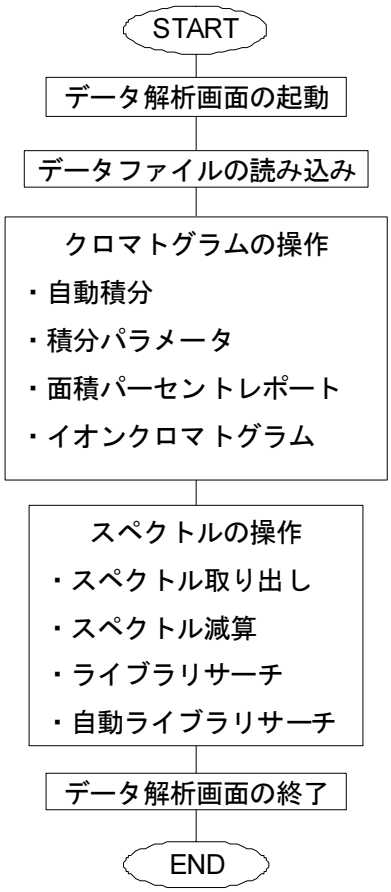

Memo



第6章
定性のデータ解析

6章−1 解析画面の起動	6−4
6章−2 データファイルの読み込み	6−5
6章−3 積分	6−7
6章−4 パーセントレポート	6−15
6章−5 イオンクロマトグラムの抽出	6−18
6章−6 スペクトルの取り出し	6−20
6章−7 スペクトルの減算	6−24
6章−8 スペクトルのライブラリサーチ	6−26
6章−9 ズームアウト	6−31
6章−10 自動ライブラリ検索	6−32
6章−11 画面の印刷	6−34
6章−12 データ解析の終了	6−36

＜定性のデータ解析＞



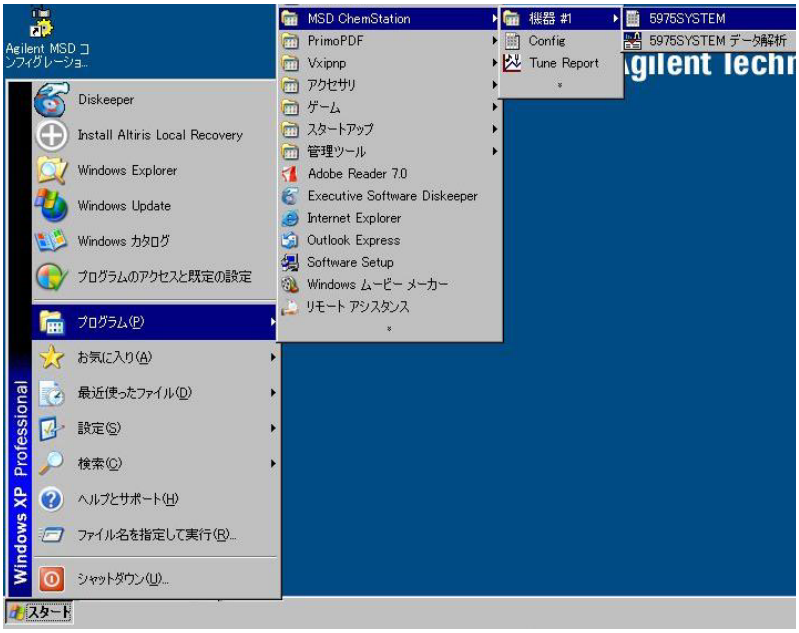
本章には、下記についての説明も含まれています。
・画面の印刷方法

6章－1　解析画面の起動

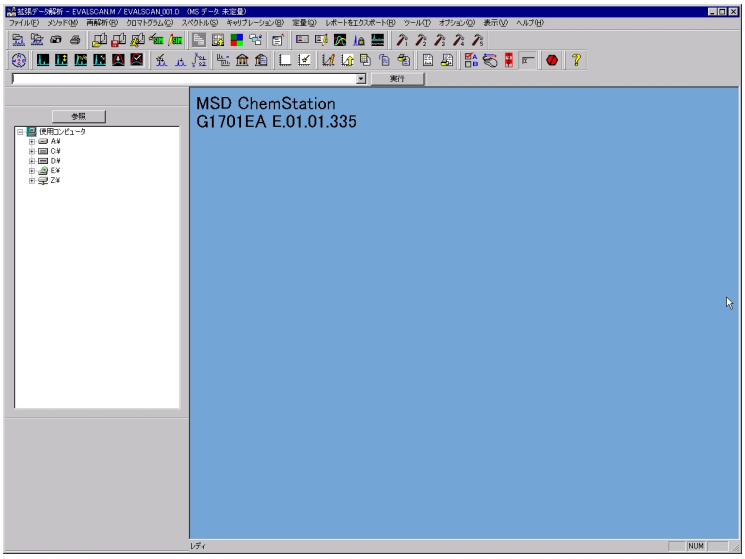
（1）　デスクトップ上のアイコン

をダブルクリックして［拡張データ解析］画面を起動します。

デスクトップ上にアイコンがない場合には、タスクバーの［スタート］ボタンから、［プログラム］－［MSD ChemStation］－［機器 #1］－［機器名 データ解析］を選択してソフトウェアを起動します。
（［機器名 データ解析］は設定により異なります。下記の例では［5975SYSTEM データ解析］です。）



（2）　データ解析で最初に表示される画面です。表示設定により、画面の構成が下記のスクリーンと異なる場合があります。

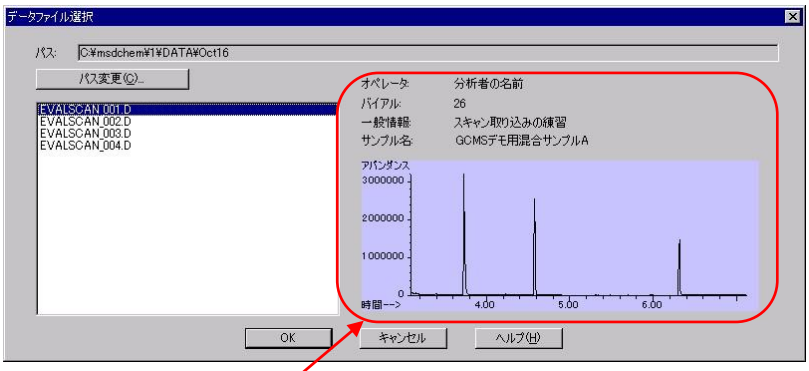


6章－2　データファイルの読み込み

（1）　（データファイルの読み込みアイコン）をクリックします。

メニューを使用する場合には［ファイル］－［データファイル読み込み］をクリックします。

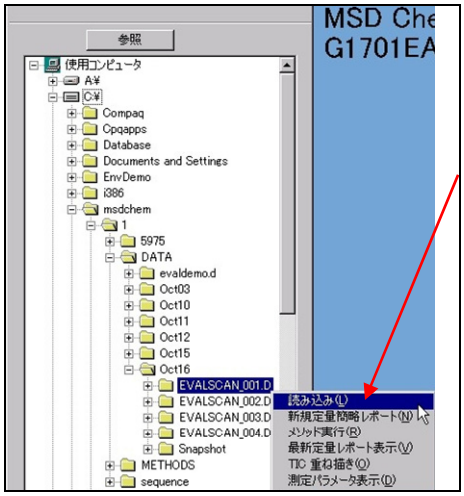
（2）　［データファイル選択］ダイアログボックスからデータ EVALSCAN_001.D を選択して OK をクリックします。



データを読み込む前にデータ情報と TIC をプレビューすることが可能です。目的のデータを素早く検索するのに便利です。

＜参考＞
ナビゲーションを使用したデータ読み込み方法

① ナビゲーションアイコンをクリックしてナビゲーションを表示します。
② ツリーを目的のディレクトリまで開き、読み込むファイル名を右クリックしてメニューから［読み込み］を選択します。



6章－3　積分

（1）　クロマトグラムを自動積分する

① （自動積分アイコン）をクリックします。
メニューの場合は［クロマトグラム］－［自動積分実行］をクリックします。

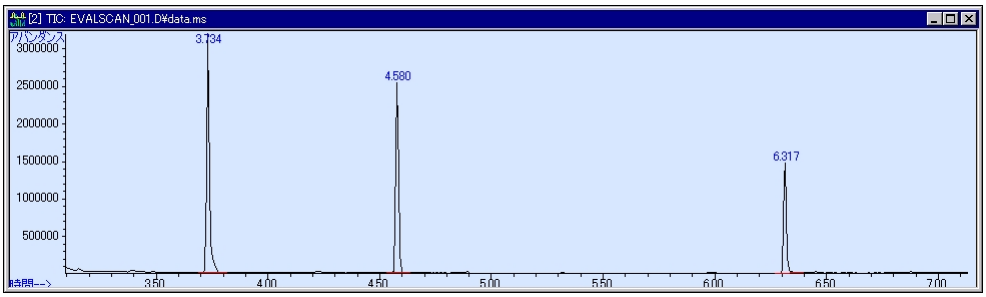
② 確認メッセージが表示されるので［はい(Y)］をクリックします。



③ 自動積分の積分パラメータがメソッドに保存され、ファイル名が表示されます。
［OK］をクリックします。



積分で認識されたピークには、ベースラインとリテンションタイムが表示されます。

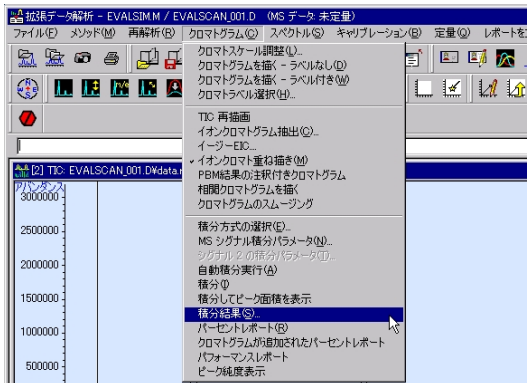


注意

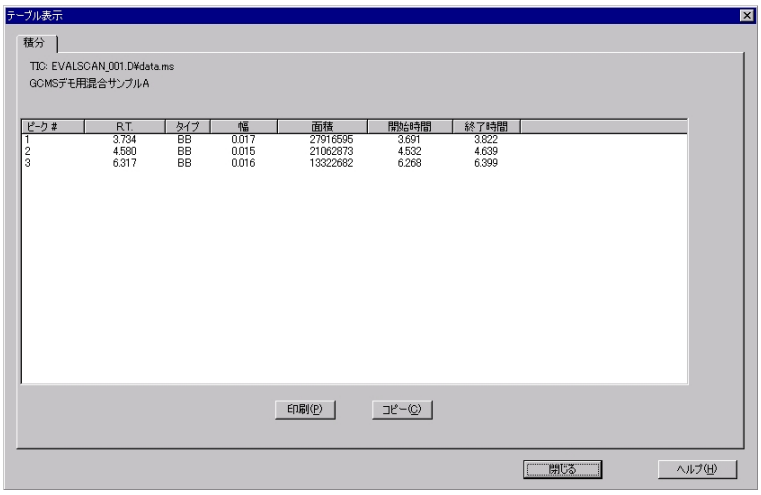
自動積分は［RTE インテグレータ］が選択されている時には実行できません。自動積分が利用できない（メニューがグレーアウトしている）場合には［クロマトグラム］－［積分方式の選択］をクリックして［ケミステーションインテグレータ］を選択します。

（2） 積分の結果テーブルを確認する

① メニューの［クロマトグラム］－［積分結果］をクリックします。



② 積分結果がテーブル表示されます。この画面から印刷やデータのコピーが可能です。



（3） 初期積分パラメータ

初期イベントを適切に設定することにより、ほとんどのクロマトグラムは正常に積分することができます。ケミステーションの初期積分パラメータは下記の通りです。

・初期面積リジェクト
設定値よりも面積が小さいピークは、保存、計算、レポートされません。0～1E14 の範囲が指定可能です。デフォルトは 1 です。

・初期ピーク幅
ピーク高さの半分の位置での値として定義されます。ピーク幅の設定値をもとにして時間毎に自動的に適切なピーク幅を割り当て、データに適用するスムージングの量を調整します。設定値を上げると、幅の狭いピークが積分されなくなります。0（自動）または 0.001～100.0 の範囲で設定可能です。デフォルトは 0.02 です。

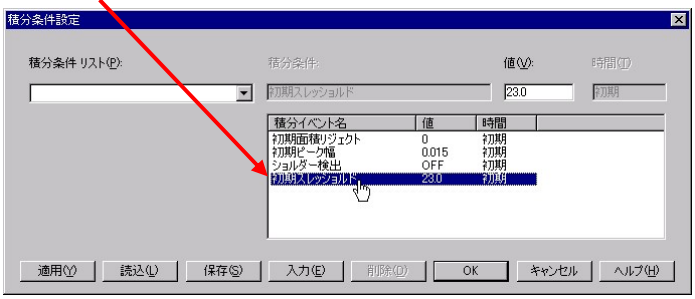
・ショルダ検出
ショルダは、2 つのピークが非常に近接していて、間に谷がない未分離ピークを指します。このようなピークを検出させる場合はオンに設定します。

・初期スレッショルド（スレッショルド）
初期感度を決定します。スレッショルドが 1 増加すると感度は 2 分の 1 に減少します。スレッショルドの設定値を高くすると、検出されるピークの数は減少します。設定可能範囲は－12.0～25.0 です。デフォルトは 18 です。

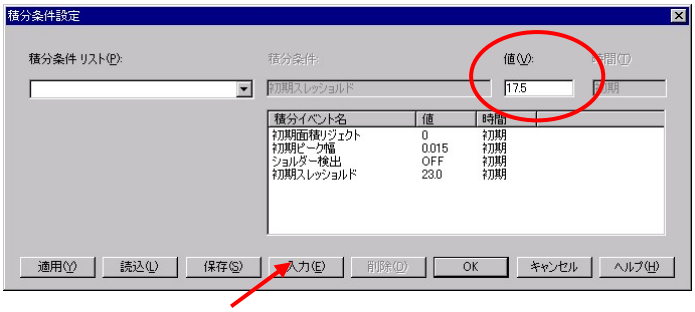
（4） 初期積分パラメータを変更する

① （積分パラメータアイコン）をクリックします。メニューの場合は［クロマトグラム］－［MS シグナル積分パラメータ］をクリックします。

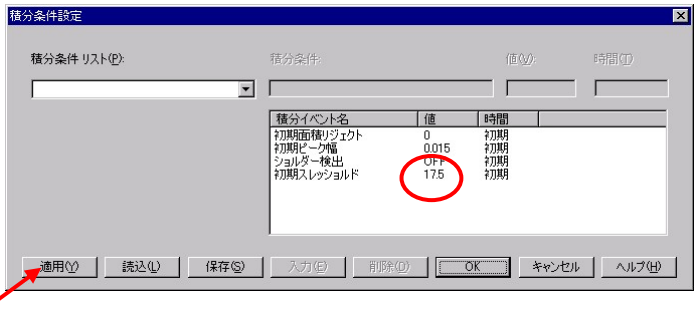
② 初期スレッショルドをクリックします。



③ 値を変更し、入力(E)をクリックします。（通常、積分されていないピークを積分させる場合には、初期スレッショルドの値を小さくします。）

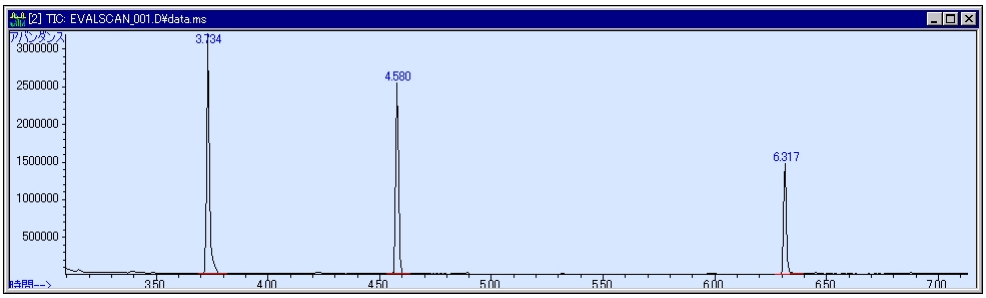


④ 初期スレッショルドの設定値が変更されていることを確認します。



⑤ 適用(Y)をクリックします。

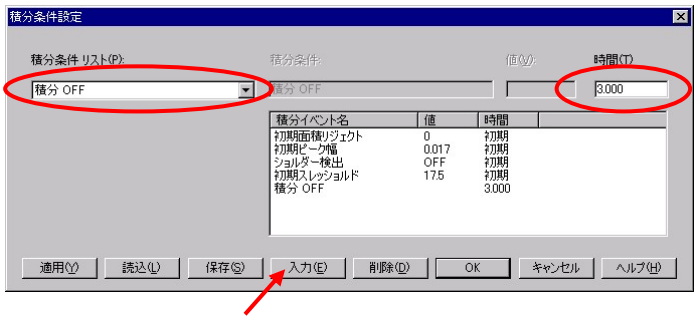
入力したパラメータでクロマトグラムが積分され、表示されます。



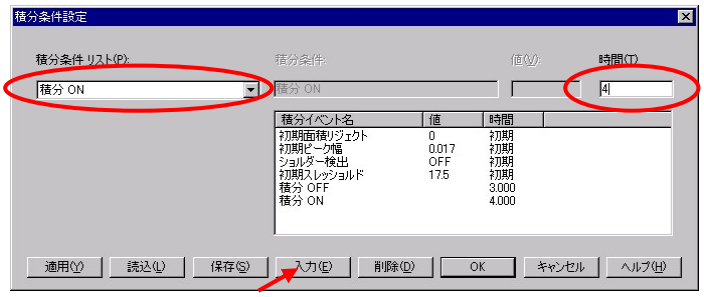
（5） 積分条件にイベントを追加する

下記では、積分を指定時間（3 分から 4 分のあいだ）オフにする条件を積分条件テーブルに追加する方法について説明しています。

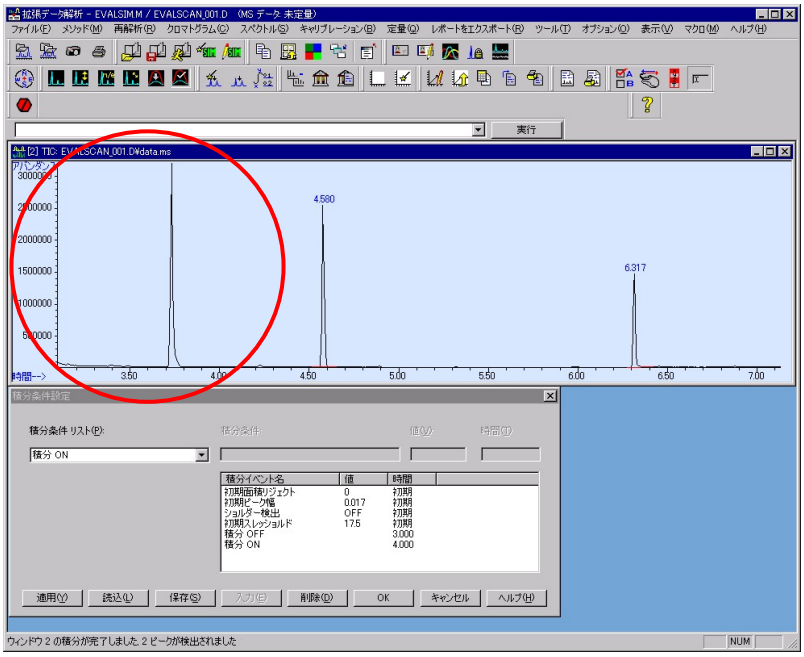
① 積分条件リストから［積分 OFF］を選択して、時間に 3（分）を入力し、入力(E) をクリックします。



② 積分条件リストから［積分 ON］を選択して、時間に 4（分）を入力し、入力(E) をクリックします。



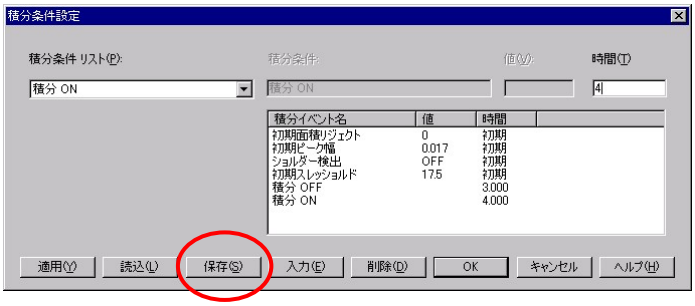
③ 適用(Y)をクリックして追加したイベントをクロマトグラムに適用します。表示されたクロマトグラムを見て条件が適切であることを確認します。



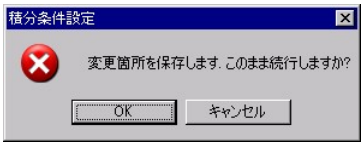
この例では３分から４分の間、積分がオフに設定されているため、１本目のピークは積分されず、ベースラインとリテンションタイムが表示されていません。

(6) 積分条件（積分パラメータファイル）の保存

① 積分条件設定ダイアログボックスで保存(S)をクリックします。



② 確認メッセージが表示されるので、OK をクリックします。



③ ファイル名を入力し、OK をクリックします。積分パラメータが指定したファイルに保存されます。



注意

ファイルを保存すると、保存したファイルがこのメソッドの積分条件になります。異なるファイルを積分に使用したい場合には 読込(L) をクリックして使用するファイルを選択します。

④ タスクバーから 積分条件設定 をクリックして積分条件設定ダイアログを表示させます。その後 OK をクリックして積分条件設定ダイアログを閉じます。

注意

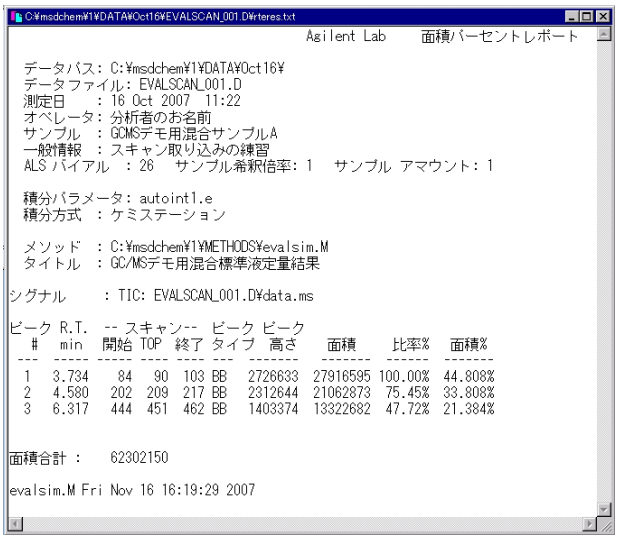
必要に応じて  (自動積分アイコン) をクリックし、使用する積分ファイルを autoint1.e に再変更します。

（通常の操作では自動積分を再実行する必要はありません。この説明書の後半部分を実行するために 3 分から 4 分の積分オフ条件をキャンセルしておきます。）

6章－4　パーセントレポート

(1)　スクリーンに表示させる

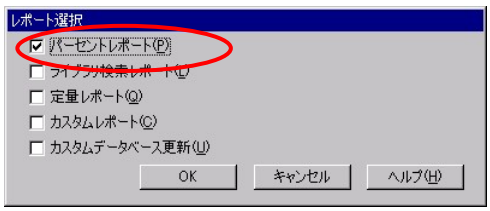
［クロマトグラム］－［パーセントレポート］をクリックして画面にレポートを表示させます。



(2)　プリンタに印刷する

①　［メソッド］－［メソッド編集］をクリックします。

②　［パーセントレポート］にチェックをし、OK をクリックします。



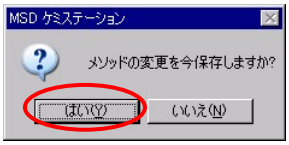
③　［プリンタ］にチェックして、OK をクリックします。



④　使用するプリンタをクリックして 選択 をクリックします。



⑤　メソッド保存の確認メッセージが表示されるので はい(Y) をクリックします。



⑥　メソッド名を入力、または確認して OK をクリックします。



⑦　（メソッド実行アイコン）をクリックしてメソッドを実行させます。
レポートがプリンタへ出力されます。

＜面積パーセントレポートの例＞

Agilent Lab　　面積パーセントレポート

データパス: C:¥msdchem¥1¥DATA¥Oct16¥
データファイル: EVALSCAN_001.D
測定日　　: 16 Oct 2007　11:22
オペレータ: 分析者のお名前
サンプル　: GCMSデモ用混合サンプルA
一般情報　: スキャン取り込みの練習
ALS バイアル　: 26　　サンプル希釈倍率: 1　　サンプル アマウント: 1

積分パラメータ: autoint1.e
積分方式　: ケミステーション

メソッド　: C:¥msdchem¥1¥METHODS¥evalsim.M
タイトル　: GC/MSデモ用混合標準液定量結果

シグナル　　: TIC: EVALSCAN_001.D¥data.ms

ピーク #	R.T. min	スキャン 開始	スキャン TOP	スキャン 終了	ピーク タイプ	ピーク 高さ	面積	比率%	面積%
1	3.734	84	90	103	BB	2726633	27916595	100.00%	44.808%
2	4.580	202	209	217	BB	2312644	21062873	75.45%	33.808%
3	6.317	444	451	462	BB	1403374	13322682	47.72%	21.384%

面積合計 :　62302150

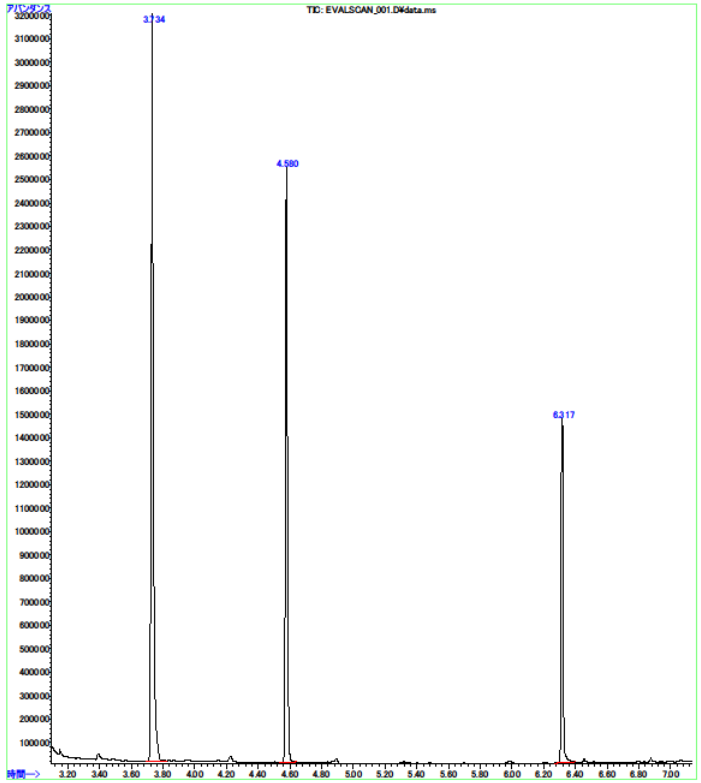
evalsim.M Mon Nov 19 15:02:58 2007

Agilent Lab　　面積パーセントレポート

データパス: C:¥msdchem¥1¥DATA¥Oct16¥
データファイル: EVALSCAN_001.D
測定日　　: 16 Oct 2007　11:22
オペレータ: 分析者のお名前
サンプル　: GCMSデモ用混合サンプルA
一般情報　: スキャン取り込みの練習
ALS バイアル　: 26　　サンプル希釈倍率: 1　　サンプル アマウント: 1

積分パラメータ: autoint1.e
積分方式　: ケミステーション

メソッド　: C:¥msdchem¥1¥METHODS¥evalsim.M
タイトル　: GC/MSデモ用混合標準液定量結果

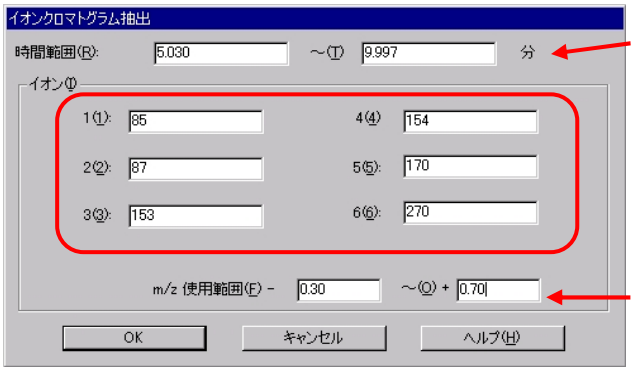


evalsim.M Mon Nov 19 15:02:58 2007　Page: 2

6章－5　イオンクロマトグラムの抽出

データから特定質量または質量範囲を指定して取り出したトレースをイオンクロマトグラムと呼びます。EIC（Extracted Ion Chromatogram）、またはマスクロマトグラムと呼ばれる場合もあります。

（1）（イオンクロマトグラムの抽出アイコン）をクリックします。メニューからの場合には［クロマトグラム］－［イオンクロマトグラム抽出］をクリックします。

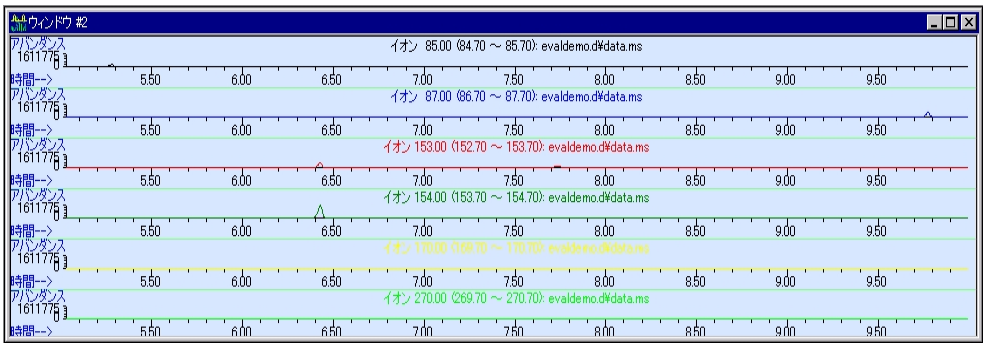


（2）［時間範囲］に抽出する時間を入力します。

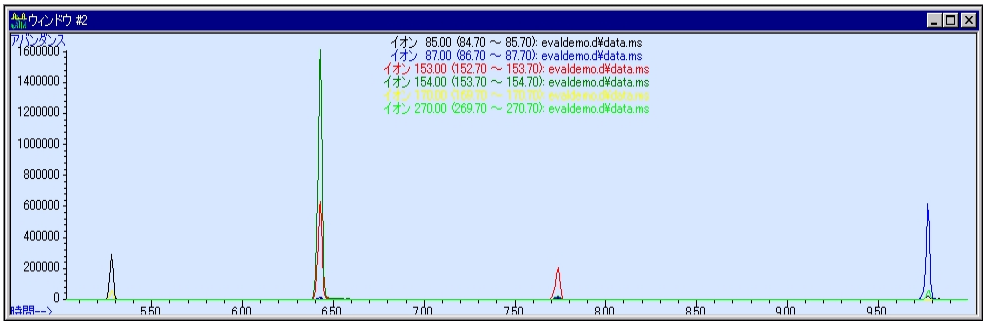
（3）イオンを指定します。イオンは最大 6 つまで選択可能です。

（4）m/z 使用範囲に抽出するイオンの質量範囲を入力します。

（5）OK をクリックすると、イオンクロマトグラムが分割されて表示されます。



（6）（イオンクロマト重ね描きアイコン）をクリックすると、ウィンドウ# [2] に重ね描きでイオンクロマトグラムが表示されます。



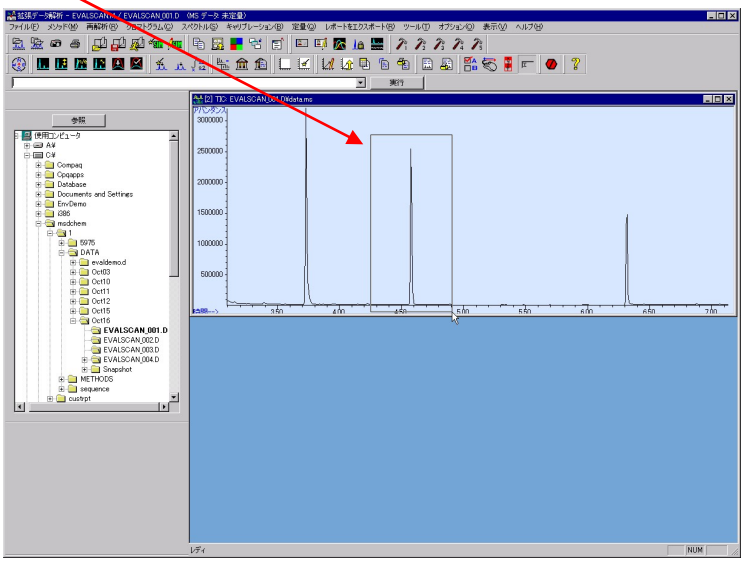
再度をクリックするとクロマトグラムが分割で表示されます。

＜参考＞
イオンクロマトグラムの抽出はマウスアクションを使用して実行することも可能です。
マウスアクションを使用すると、スペクトルをグラフィカルに確認しながらイオンの指定が可能なため、抽出イオンを正確に指定することが可能です。
マウスアクションを使用したイオンクロマトグラムの抽出方法の詳細については、本書の付録 C（ページ C－12～）を参照してください。

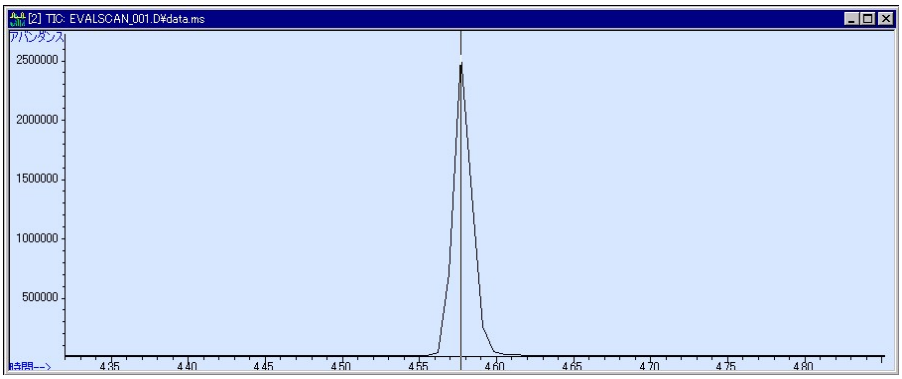
6章－6　スペクトルの取り出し

（1）　ピークを拡大（ズームイン）します。

①　拡大したい部分をマウスの左ボタンでドラッグし四角で囲みます。

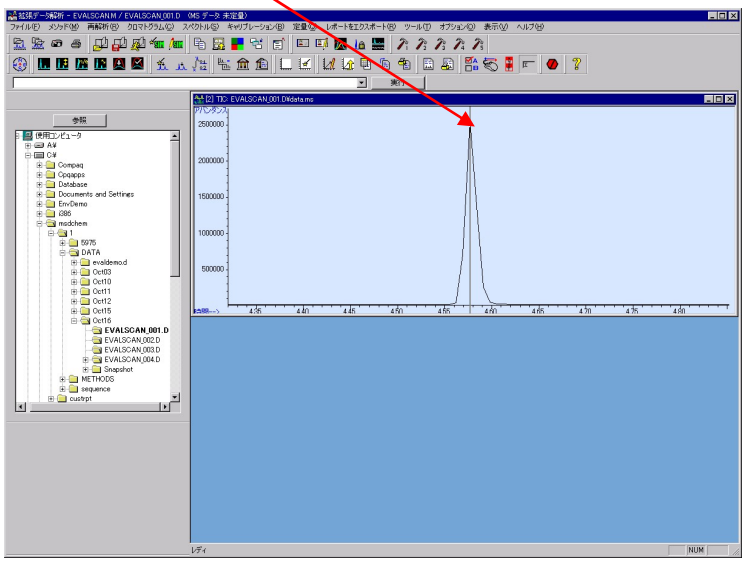


②　四角で囲まれた部分が拡大表示されます。

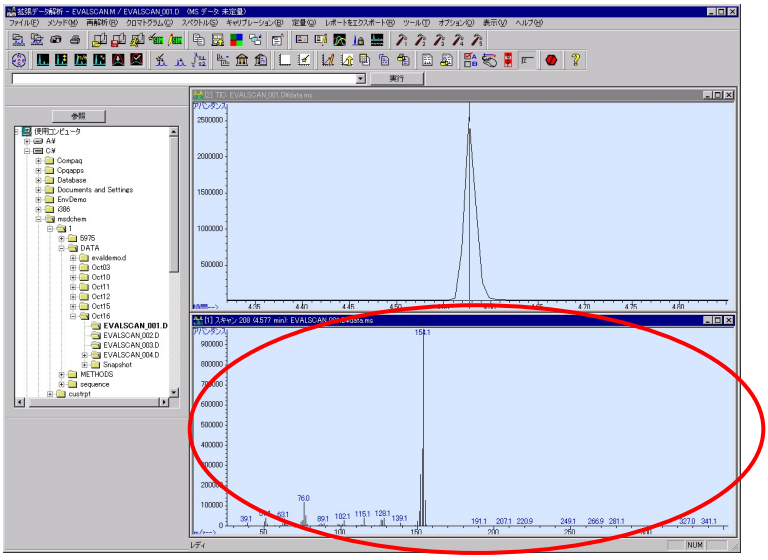


（2） スペクトルの表示（取り出し）

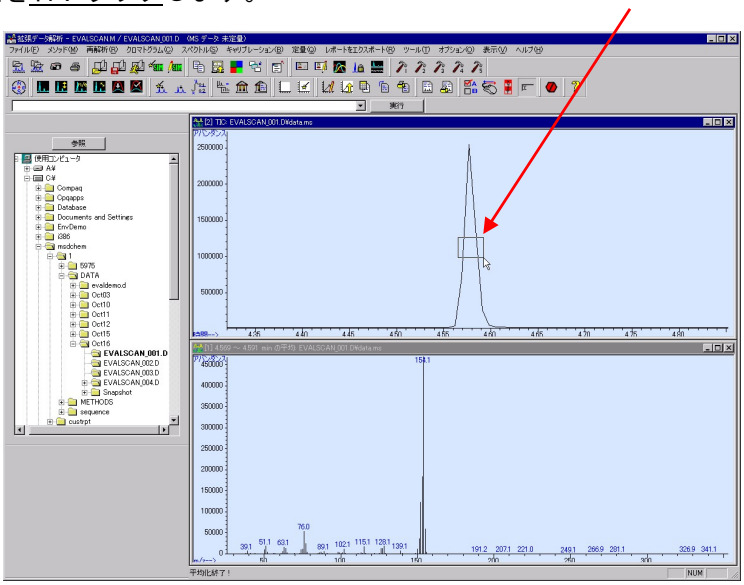
① ピーク頂点にラインカーソルを合わせてマウスを右ダブルクリックします。



② ウィンドウ#1（解析画面の下半分）にスペクトルが表示されます。



（3） 平均スペクトルの選択
特定の時間ではなく、平均のスペクトルを取り出すには、クロマトピーク上で時間範囲を右ドラッグします。



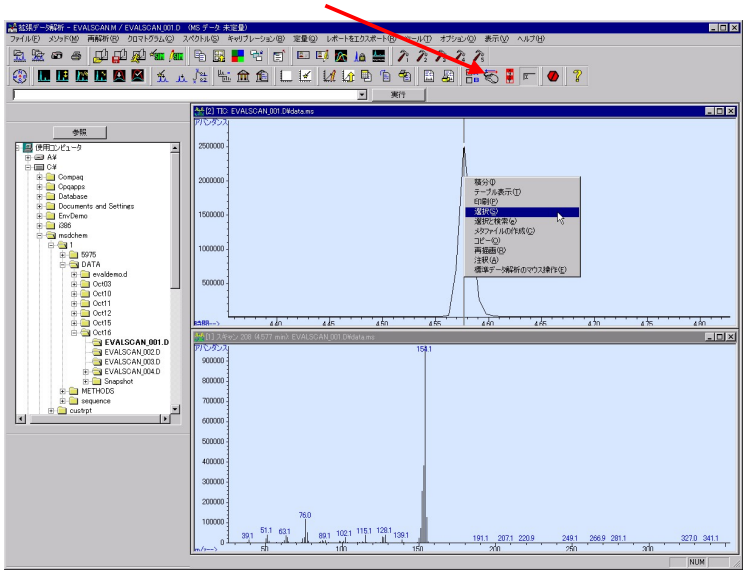
＜参考＞　マウスアクションを使ったスペクトルの表示

マウスアクションを使用すると、様々な機能を右クリックで簡単に呼び出すことができます。TIC からスペクトルを表示させる機能も、その一つです。

① アイコンをクリックして、マウスアクションを有効にします。

② ピークの頂点で右クリックし、メニューを表示します。

③ ［選択］を選ぶと、スペクトルが表示されます。



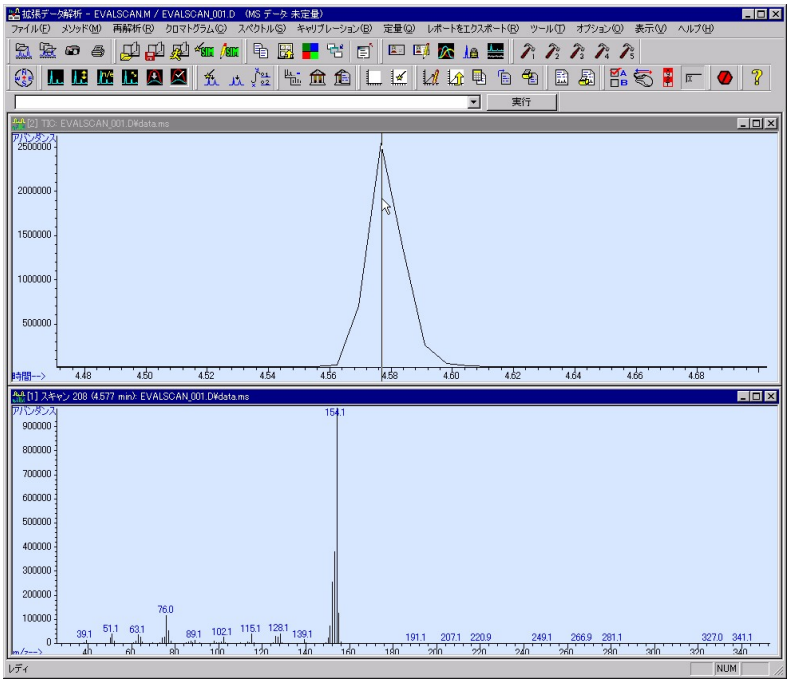
④ マウスアクションを解除するときは、再度アイコンをクリックします。

より詳しい使い方については、付録 C を参照してください。

6章－7　スペクトルの減算

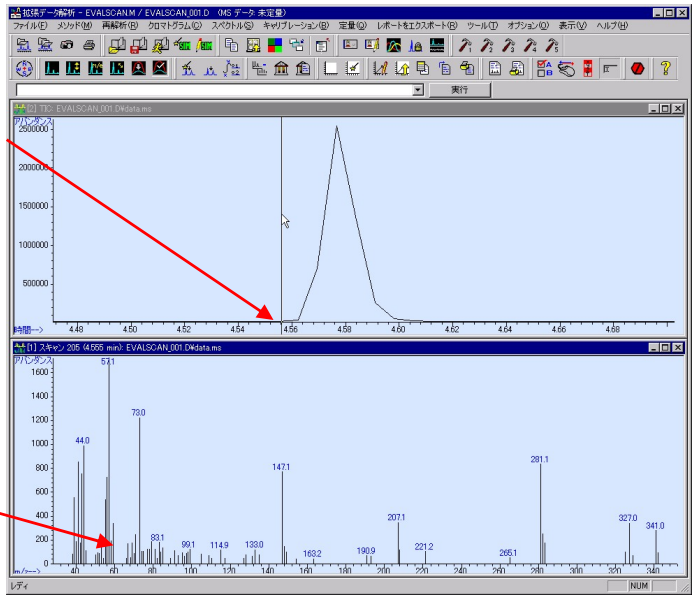
より良い品質のスペクトルを得るために、バックグラウンドノイズ（ベースラインノイズ）のスペクトルの差し引き（減算）を実行します。特に低濃度のサンプルはバックグラウンドの影響を受けやすいのでこの操作を実施すると効果的です。

（1）　差し引く前の頂点のスペクトル（目的物質のスペクトル）を取り出します。
　　（今回は既に表示されています。）

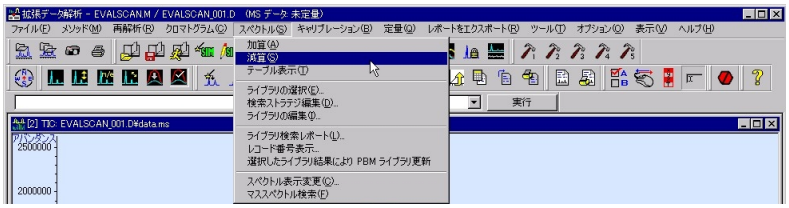


(2)　バックグラウンド（ベースラインの位置）にラインカーソルを合わせて右ダブルクリックします。

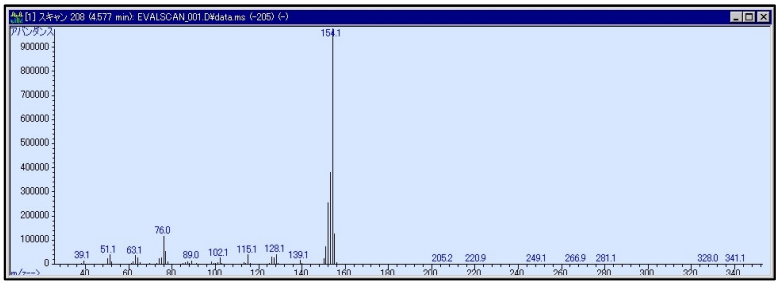
(3)　ウィンドウ#1（解析画面の下半分）にバックグラウンドスペクトルが表示されます。



(4)　（減算アイコン）をクリックします。メニューを使用する場合には［スペクトル］メニューの［減算］をクリックします。



(5)　ウィンドウ#［1］にバックグラウンドが差し引かれたスペクトルが表示されます。

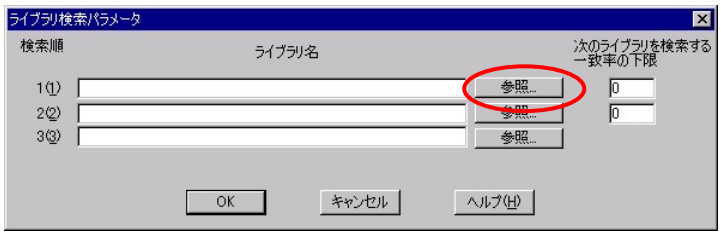


6章－8　スペクトルのライブラリサーチ

同じ条件のもとでイオン化された化合物のスペクトルは、化合物ごとに決まったパターンを示します。このスペクトルパターンをデータベースにしたものをライブラリと呼びます。

ライブラリサーチ（ライブラリ検索）を実行すると、選択したスペクトルとライブラリに登録されている既知の化合物のスペクトルが比較されます。検索条件に一致する化合物がある場合、そのリストが画面上に表示されます。品質の良いスペクトルを使用するとより良いライブラリサーチを実行できます。

（1）　ライブラリ選択アイコンをクリックします。またはメニューから［スペクトル］－［ライブラリの選択］をクリックします。［ライブラリ検索パラメータ］ダイアログボックスが開きます。



（2）　参照... をクリックしてフォルダを参照します。



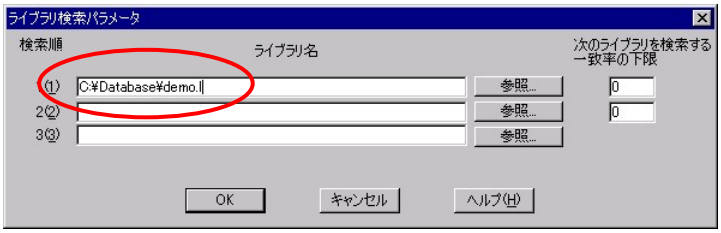
（3）　C:¥Database¥ディレクトリの demo.l（またはその他の適切なライブラリ）を選択します。

（4）　OK をクリックします。

注意

ソフトウェア本体には、デモ用のライブラリ（demo.l）のみ付属します。NIST、WILEY や構造式ライブラリを使用するためには、別途ライブラリソフトウェアを購入する必要があります。

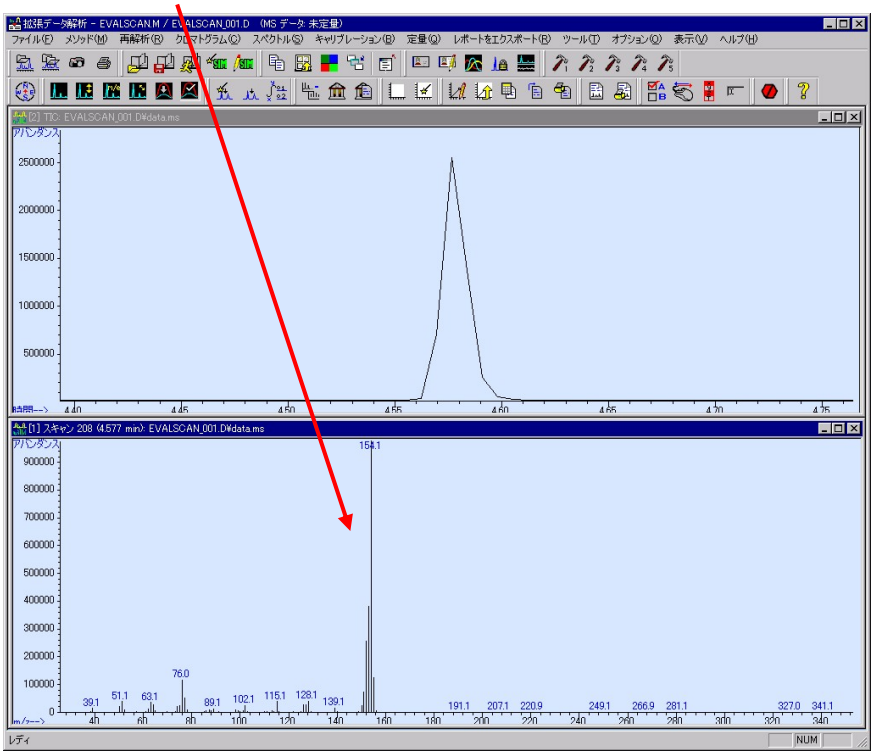
(5)　画面表示が［ライブラリ検索パラメータ］ダイアログボックスに戻り、選択したライブラリが表示されます。



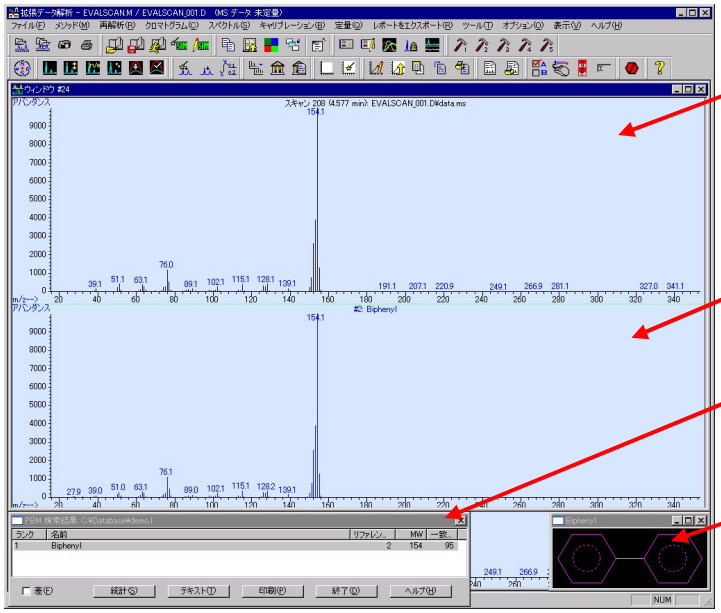
(6)　OK をクリックします。

(7)　検索したいスペクトルを表示させます。（ベースラインの減算等を実施して良い品質のスペクトルを表示させます。）

(8)　ウィンドウ#［1］のスペクトル画面内（解析画面の下半分）で右ダブルクリックします。



（9） 検索結果が表示されます。

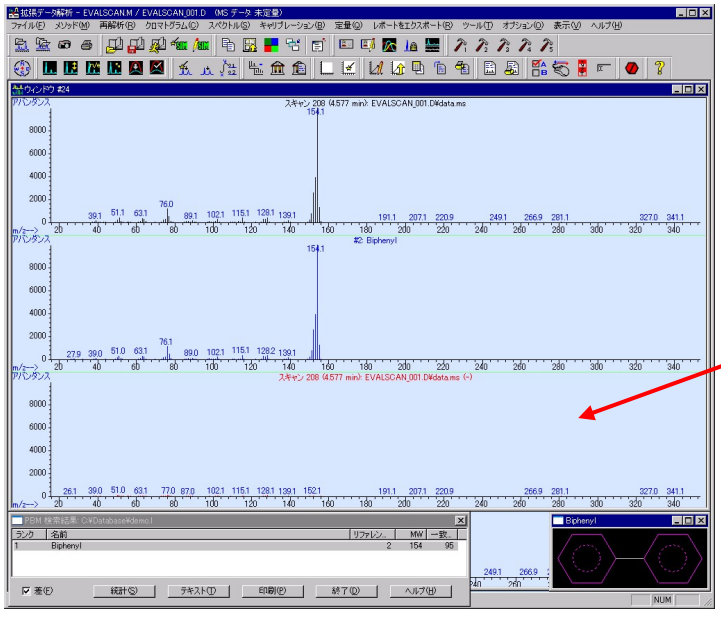


① 検索対象のスペクトル

② ライブラリ化合物のスペクトル

③ 検索結果のリスト

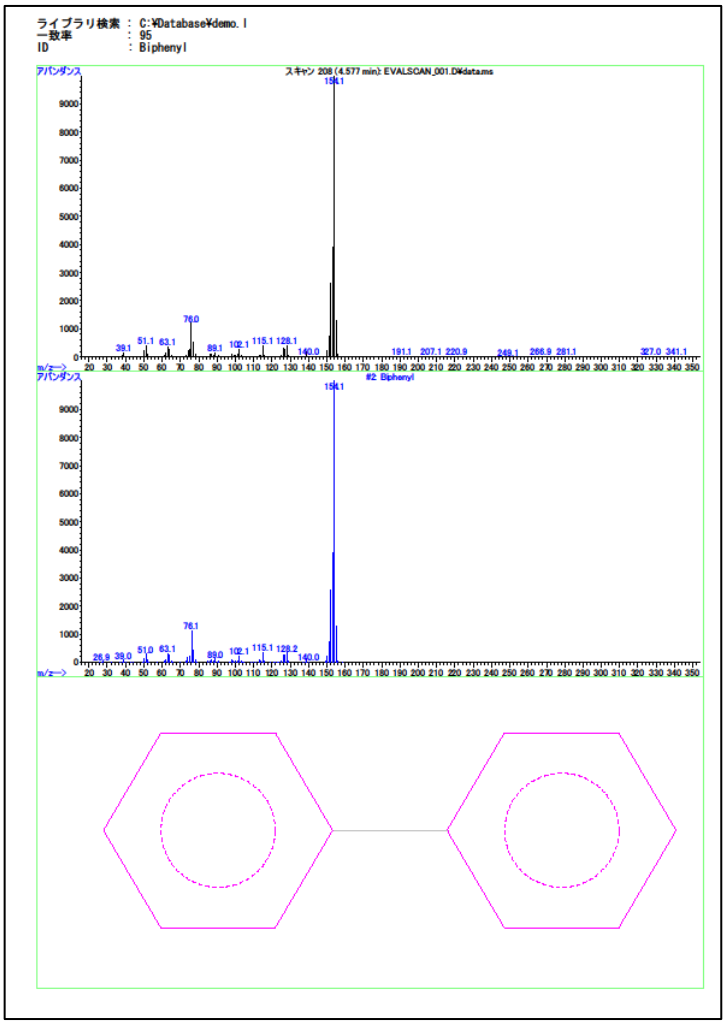
④ ライブラリ化合物の構造式



⑤ ［差］にチェックを入れると検索スペクトルとライブラリ化合物のスペクトルの差が表示されます。

（10）　印刷(P)　をクリックして画面のデータを印刷してみましょう。

＜検索結果の印刷例＞

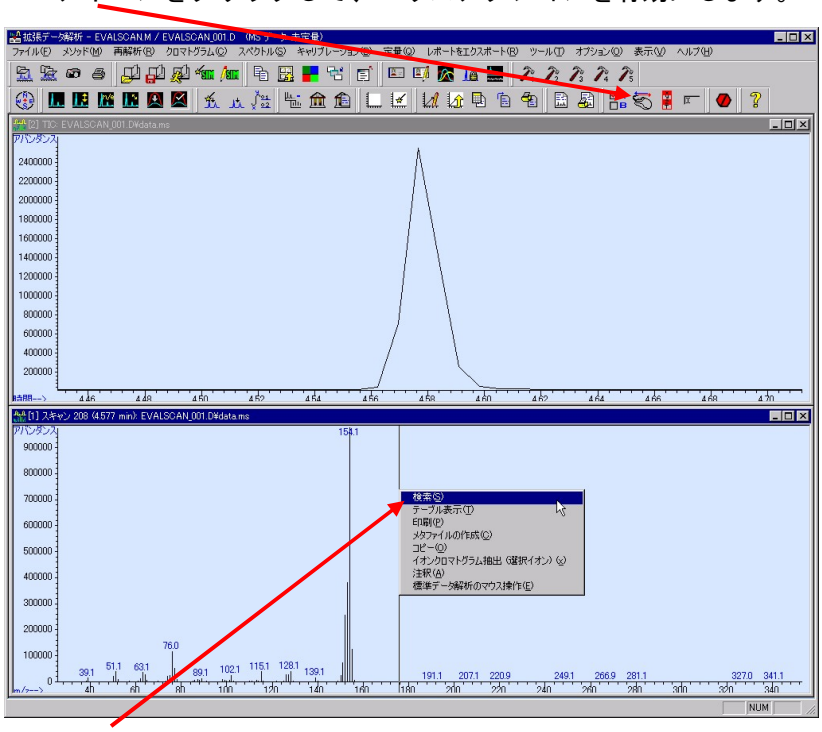


（11）　終了(D)　をクリックしてライブラリ検索結果画面を終了します。

＜参考＞
次の検索結果を開始する前にスペクトルの表示画面［ウィンドウ#1］で右ドラッグして領域を選択すると構造式を画面上に貼り付けすることができます。

＜参考＞　マウスアクションを使ったスペクトル検索

① アイコンをクリックして、マウスアクションを有効にします。



② スペクトル画面内（ウィンドウ#［1］）で右クリックし、メニュー中から［検索］を選択します。

③ ライブラリ検索が実行されます。

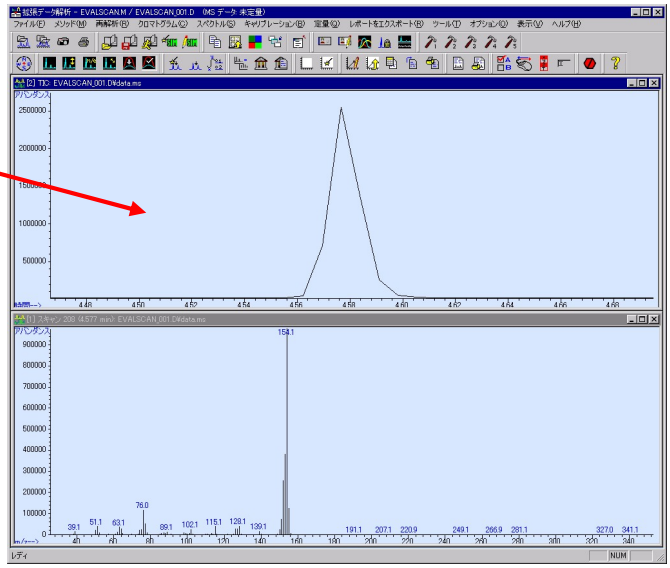
④ マウスアクションを解除するときは、再度アイコンをクリックします。

より詳しい使い方については、付録 C を参照してください。

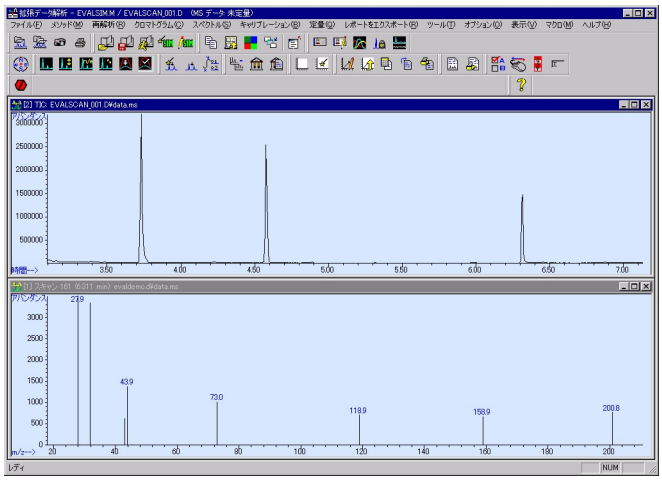
6章－9　ズームアウト

拡大したクロマトグラム（TIC）の画面を、元の大きさにズームアウトする方法です。

（1）　クロマトグラムの画面内で左ダブルクリックします。



（2）　クロマトグラムがひとつ前の大きさに戻ります。



＜参考＞
クロマトグラムを初期の状態で表示させたい場合には

（クロマトグラムの再描画アイコン）をクリックします。

6章－10 自動ライブラリ検索

自動ライブラリ検索機能を使用すると、積分で認識されるピークについて、ライブラリ検索を自動的に実施させることができます。

(1)　［スペクトル］メニューの［ライブラリ選択］をクリックし、［ライブラリ検索パラメータ］ダイアログボックスを開き、検索に使用するライブラリを選択します（既に選択されている場合は必要ありません）。（6 章－8、6－26ページ参照）

(2)　（ライブラリ検索レポートアイコン）をクリックします。または［スペクトル］メニューの［ライブラリ検索レポート］をクリックします。

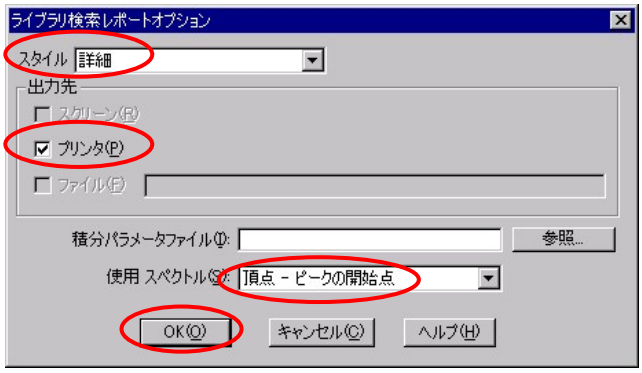


(3)　［ライブラリ検索レポートオプション］ダイアログボックスが開きます。

①　［詳細］を選択します。

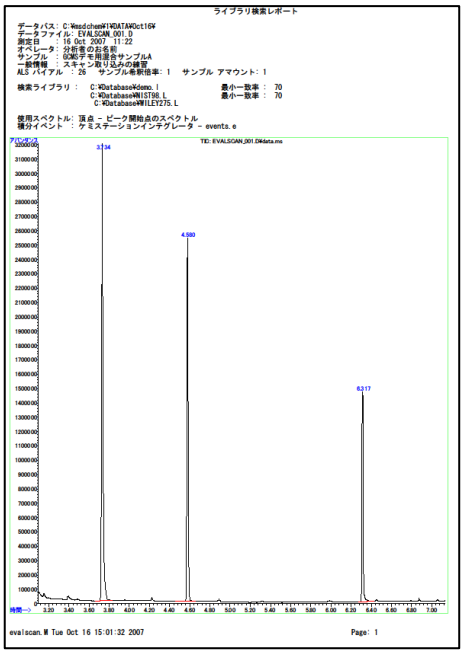
②　プリンタにチェックを入れます。

③　［頂点－ピークの開始点］を選択します。



④　OK をクリックして自動ライブラリ検索を実行します。

＜自動ライブラリ検索レポート（詳細）の例＞


ライブラリ検索レポート

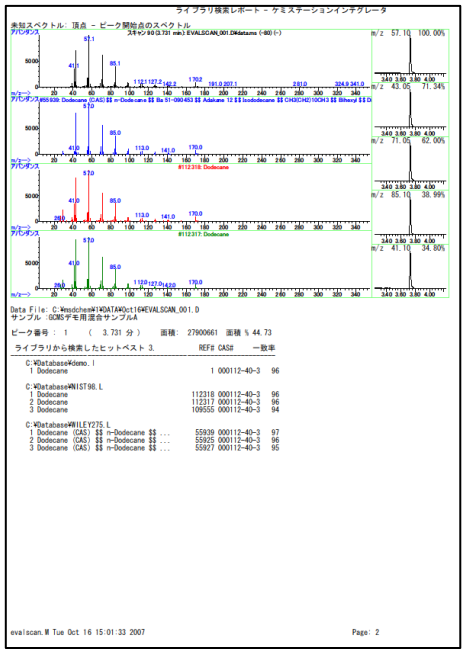
データパス: C:¥msdchem¥1¥DATA¥Oct16¥
データファイル: EVALSCAN_001.D
測定日　: 16 Oct 2007　11:22
オペレータ: 分析者の名前
サンプル　: GCMSデモ用混合サンプルA
一般情報　: スキャン取り込みの確認
ALS バイアル　: 26　サンプル希釈倍率: 1　サンプル アマウント: 1

検索ライブラリ　:　C:¥Database¥demo.l　最小一致率 :　70
C:¥Database¥NIST98.L　最小一致率 :　70
C:¥Database¥WILEY275.L

使用スペクトル:　頂点 - ピーク開始点のスペクトル
積分イベント　:　ケミステーションインテグレータ - events.e

TIC: EVALSCAN_001.D¥data.ms

evalscan.M Tue Oct 16 15:01:32 2007　Page: 1


ライブラリ検索レポート - ケミステーションインテグレータ

未知スペクトル:　頂点 - ピーク開始点のスペクトル

Data File: C:¥msdchem¥1¥DATA¥Oct16¥EVALSCAN_001.D
サンプル　:GCMSデモ用混合サンプルA

ピーク番号 :　1　（　3.731 分）　面積:　27900661　面積 % 44.73

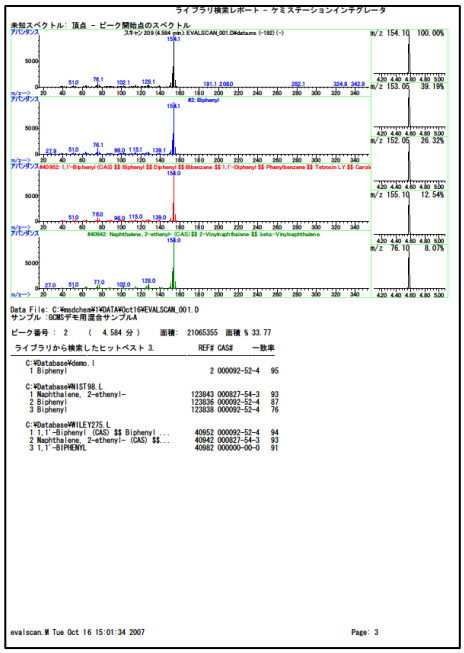
ライブラリから検索したヒットベスト 3.　REF# CAS#　一致率

C:¥Database¥demo.l
1 Dodecane　1 000112-40-3　96

C:¥Database¥NIST98.L
1 Dodecane　112318 000112-40-3　96
2 Dodecane　112317 000112-40-3　96
3 Dodecane　109535 000112-40-3　94

C:¥Database¥WILEY275.L
1 Dodecane (CAS) $$ n-Dodecane $$ ...　55939 000112-40-3　97
2 Dodecane (CAS) $$ n-Dodecane $$ ...　55925 000112-40-3　96
3 Dodecane (CAS) $$ n-Dodecane $$ ...　55927 000112-40-3　95

evalscan.M Tue Oct 16 15:01:33 2007　Page: 2


ライブラリ検索レポート - ケミステーションインテグレータ

未知スペクトル:　頂点 - ピーク開始点のスペクトル

Data File: C:¥msdchem¥1¥DATA¥Oct16¥EVALSCAN_001.D
サンプル　:GCMSデモ用混合サンプルA

ピーク番号 :　2　（　4.584 分）　面積:　21065355　面積 % 33.77

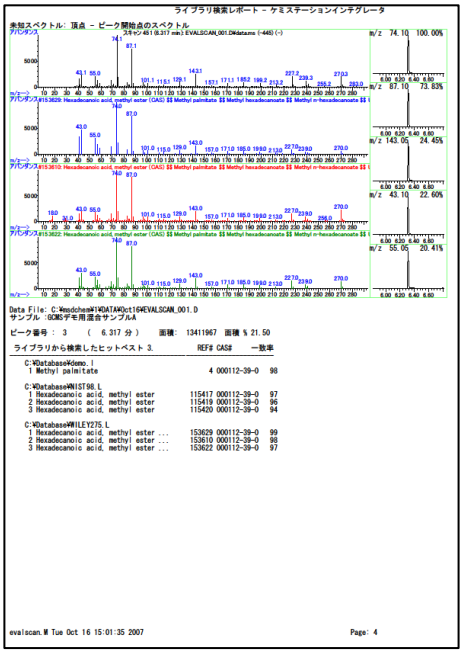
ライブラリから検索したヒットベスト 3.　REF# CAS#　一致率

C:¥Database¥demo.l
1 Biphenyl　2 000092-52-4　95

C:¥Database¥NIST98.L
1 Naphthalene, 2-ethenyl-　123843 000827-54-3　93
2 Biphenyl　123836 000092-52-4　87
3 Biphenyl　123838 000092-52-4　76

C:¥Database¥WILEY275.L
1 1,1'-Biphenyl (CAS) $$ Biphenyl ...　40952 000092-52-4　94
2 Naphthalene, 2-ethenyl- (CAS) $$...　40942 000827-54-3　93
3 1,1'-BIPHENYL　40962 000000-00-0　91

evalscan.M Tue Oct 16 15:01:34 2007　Page: 3


ライブラリ検索レポート - ケミステーションインテグレータ

未知スペクトル:　頂点 - ピーク開始点のスペクトル

Data File: C:¥msdchem¥1¥DATA¥Oct16¥EVALSCAN_001.D
サンプル　:GCMSデモ用混合サンプルA

ピーク番号 :　3　（　6.317 分）　面積:　13411967　面積 % 21.50

ライブラリから検索したヒットベスト 3.　REF# CAS#　一致率

C:¥Database¥demo.l
1 Methyl palmitate　4 000112-39-0　98

C:¥Database¥NIST98.L
1 Hexadecanoic acid, methyl ester　115417 000112-39-0　97
2 Hexadecanoic acid, methyl ester　115419 000112-39-0　96
3 Hexadecanoic acid, methyl ester　115420 000112-39-0　94

C:¥Database¥WILEY275.L
1 Hexadecanoic acid, methyl ester ...　153629 000112-39-0　99
2 Hexadecanoic acid, methyl ester ...　153610 000112-39-0　98
3 Hexadecanoic acid, methyl ester ...　153622 000112-39-0　97

evalscan.M Tue Oct 16 15:01:35 2007　Page: 4

6章－11 画面の印刷

クロマトグラム（TIC）の画面を、横長に印刷する方法です。

（1） 用紙の向き（印刷方向）の設定

① ［ファイル］メニューの［プリンタ設定］をクリックし、［印刷方向］ダイアログボックスを開きます。

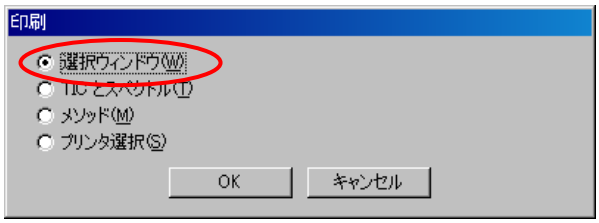
② ［横］を選択し、OK をクリックします。



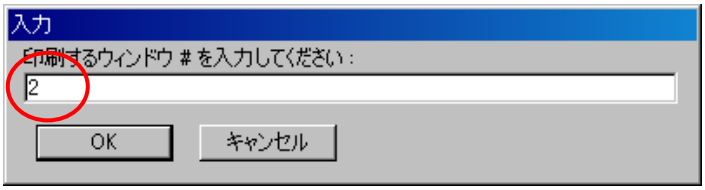
（2） 画面の印刷

① ［ファイル］メニューの［印刷］をクリックし、［印刷］ダイアログボックスを開きます。

② ［選択ウィンドウ］を選び、OK をクリックします。

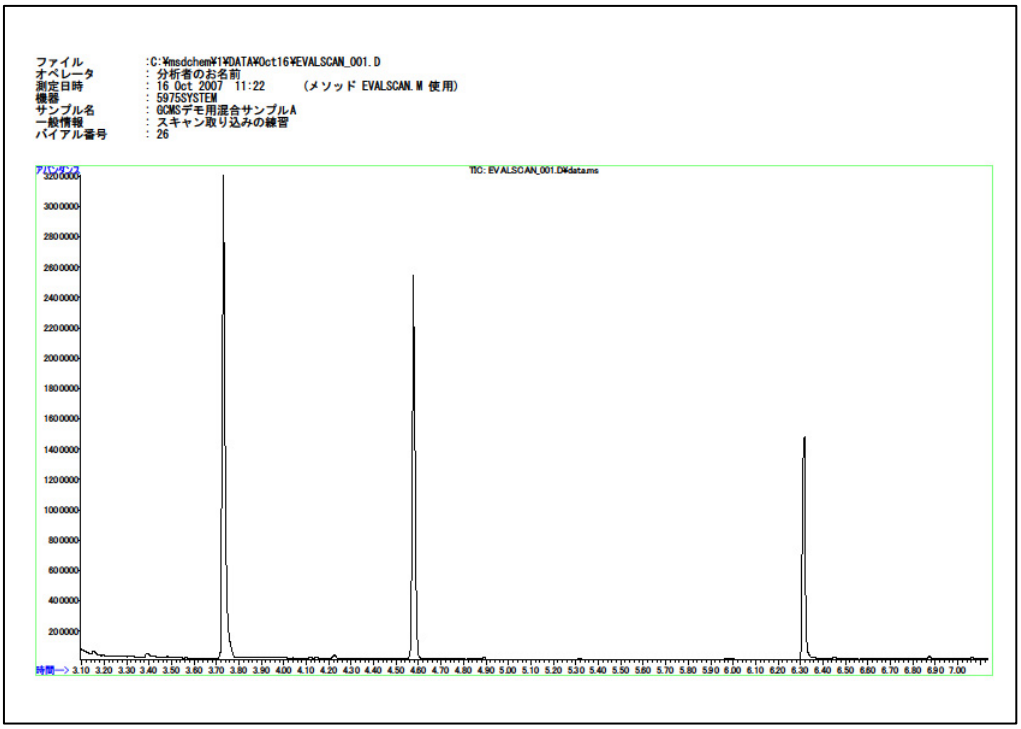


③ ［入力］ダイアログボックスで 2 を入力し OK をクリックします。



＜参考＞
ウィンドウ#は各ウィンドウのタイトルバーに［ ］で表記されています。

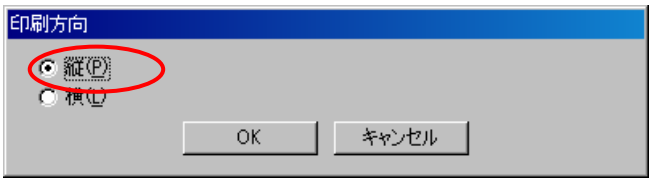
＜クロマトグラム（TIC）印刷例－印刷方向：横－＞



（3） 印刷が終了したら、用紙の向き（印刷方向）の設定を元に戻します。

① ［ファイル］メニューの［プリンタ設定］をクリックし、［印刷方向］ダイアログボックスを開きます。

② 縦を選択し、OK をクリックします。縦を選択し、をクリックします。



6章－12 データ解析の終了

データ解析の変更内容をメソッドファイルに保存してデータ解析画面を終了します。

（1） メソッドの保存

① （メソッド保存アイコン）をクリックします。メニューから選択する場合は［メソッド］－［メソッド保存］をクリックします。［メソッド保存］ダイアログボックスが開きます。

② 必要に応じ 参照... をクリックし、メソッドパスを変更します。

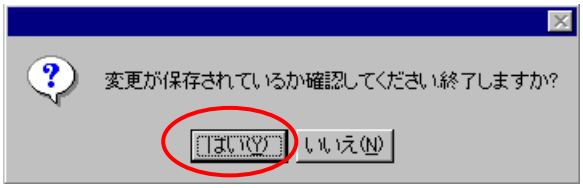


③ evalscan.M が表示されていることを確認します。

④ OK をクリックしてメソッドを保存します。

（2） 解析画面の終了

① ［ファイル］メニューの［終了］をクリックします。

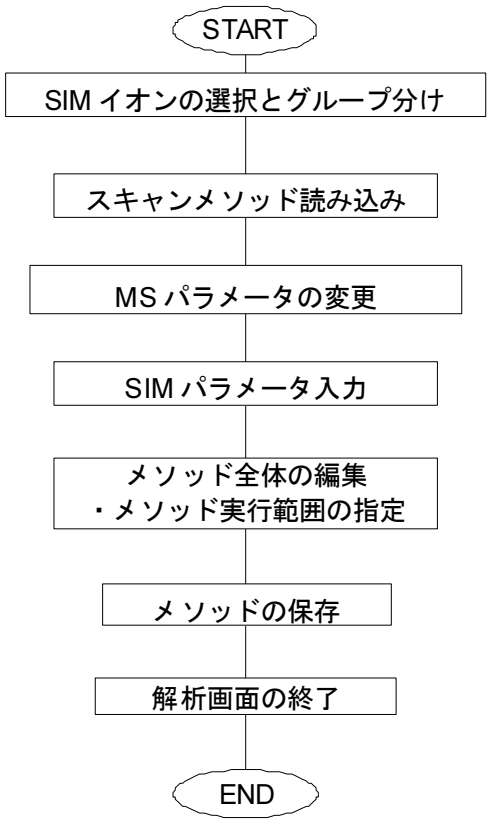


② はい(Y) をクリックしてデータ解析を終了します。

第7章
定量のための
測定条件設定

7章−1 SIM モードの特徴 7−4
7章−2 ターゲットイオンとクオリファイアイオン 7−4
7章−3 SIM イオンの選択 7−5
7章−4 SIM イオンとグループ分け 7−6
7章−5 メソッドの読み込み 7−7
7章−6 SIM 条件の設定 7−8
7章−7 メソッドの実行範囲を変更する 7−12
7章−8 SIM/Scan 同時取り込みの設定方法 7−14

＜定量のための測定条件設定＞



本章には、下記についての説明も含まれています。
・SIM 測定の特徴
・SIM/Scan 同時測定の設定方法

第 7 章　定量のための測定条件設定

前章までの説明で、GC/MS 分析条件の設定、スキャン測定のデータを取得、定性のデータ解析を実施してきました。本章では、未知サンプルの定量を実施するための SIM 測定条件を設定します。未知サンプルの定量を行う場合、一般的に MSD の測定モードは SIM を使用します。

7章－1　SIM モードの特徴

SIM（Selected Ion Monitoring）モードには下記の特徴があります。

・高選択性である
・高感度（シグナル/ノイズ比）が得られる
・ライブラリ検索はできない

7章－2　ターゲットイオンとクオリファイアイオン

・ターゲットイオン（定量イオン）

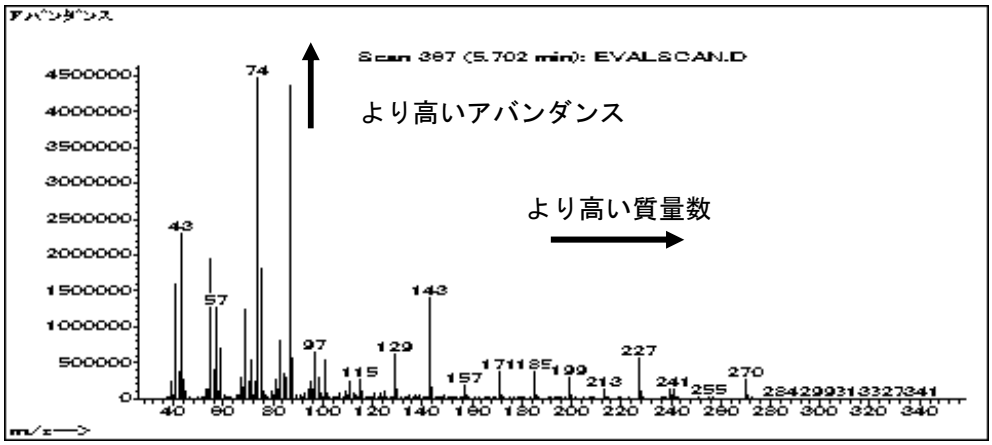
1 つのピークに対して必ず 1 つ必要です。このイオンの積分結果が定量計算に使用されます。

・クオリファイアイオン（定性確認イオン）

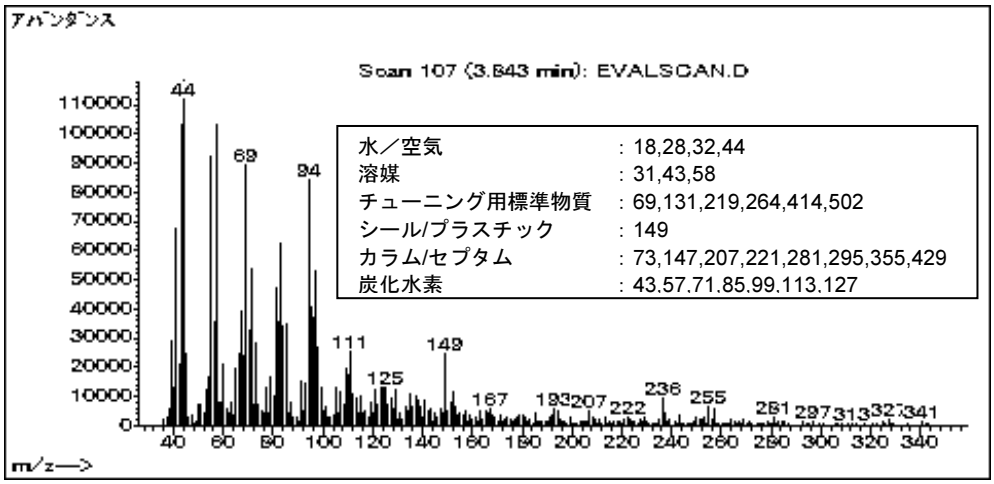
ターゲットイオンとのアバンダンス比から本当にその化合物であるかどうかを確認するために設定するイオンです。

7章－3　SIM イオンの選択

選択する SIM イオンは、そのピークに特徴的で、より高い質量数とアバンダンスを持つものが望ましいとされています。



下図は、ベースラインのスペクトルです。これらのイオンを使用するとベースラインノイズ影響により、正確な定量が難しくなります。これらのイオンの使用は避けることを推奨します。



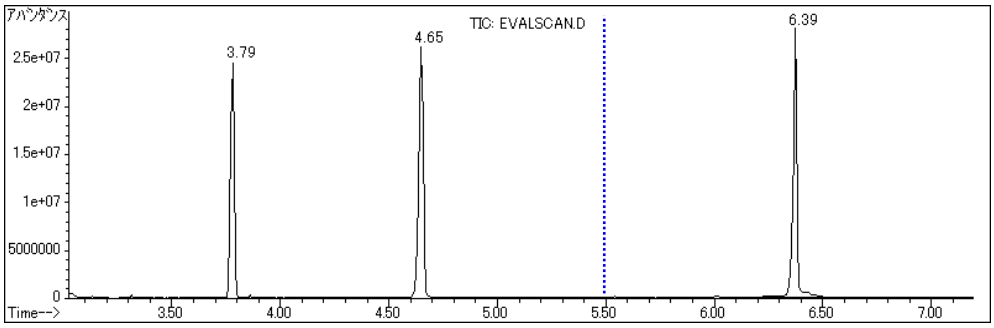
7章－4　SIM イオンとグループ分け

同時に取り込めるイオンの数には制限があります。また、同時に取り込むイオンの数が少ないほどシグナル/ノイズ比の値が良くなります。そのため、通常取り込むイオンを時間で区切って切り替えます。1 つの時間で区切られているイオンをグループとし、この操作をグループ分けと呼びます。

クロマトグラムは、マトリックスの影響などにより、多少リテンションタイムが前後する可能性があります。そのため、グループ分けはピークとピークの間が離れているところで実施する事を推奨します。

以下のように、SIM 測定に必要な条件をスキャン測定のデータを元に決定します。

・各ピークでどのイオン（m/z）を取り込むか
・クロマトグラムのどの位置（時間）で、グループ分けを行うか



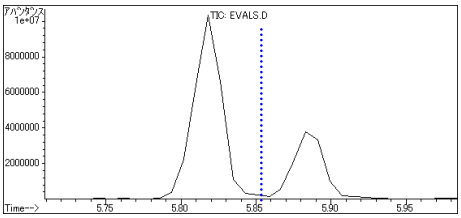
グループ名	1		2
区切りの時間	5.5 分		
ピーク番号	1	2	3
ターゲット	170	154	270
クオリファイア	85	153	87

＜備考＞
1 つのグループ中で取り込むイオンの数が少ない程、ベースラインノイズの変動が小さくなります（微量分析に適します）。

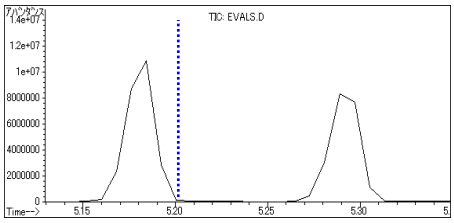
注意

以下の 2 例のようなグループ分けを実施するとリテンションタイムの変動や濃度によるピーク形状の変化などにより、正確な定量結果が得られない場合があります。

ピークが近接している



グループ分けの時間がピークの中心でない

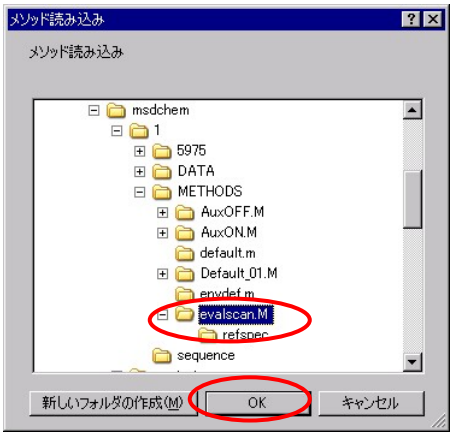


7章－5　メソッドの読み込み

既に作成したスキャン測定用メソッドを使用し、その MSD 取込み条件のみ変更して SIM メソッドを作成します。そのため、まずスキャンで測定したメソッドを読み込みます。

（1） （メソッドの読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合は、［メソッド］－［メソッドの読み込み］を選択します。

（2） ［メソッド読み込み］ダイアログボックスから evalscan.M を選択し、OK をクリックします。

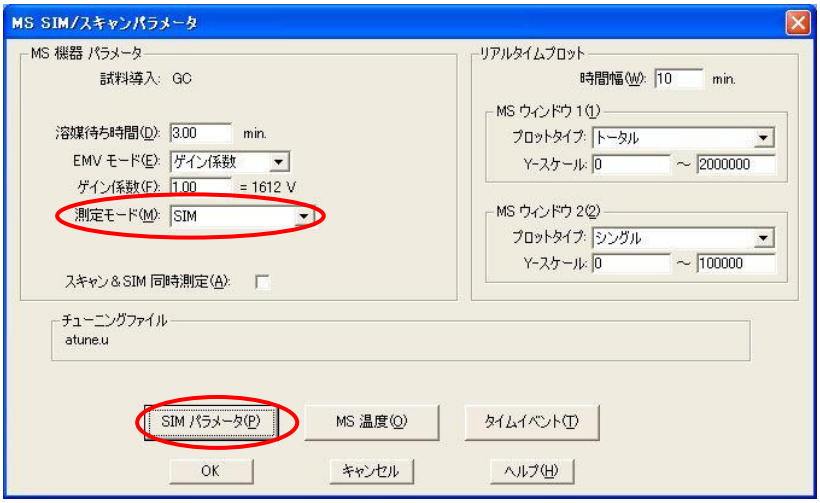


7章－6　SIM 条件の設定

MSD の測定条件 1（MS パラメータ）	
測定モード	: SIM
EM 電圧	: 0、相対
溶媒待ち時間	: 3min

(1) （MS パラメータアイコン）をクリックします。メニューからの場合は、［機器］－［MS SIM/スキャンパラメータ］をクリックします。［MS SIM/スキャンパラメータ］ダイアログボックスが開きます。

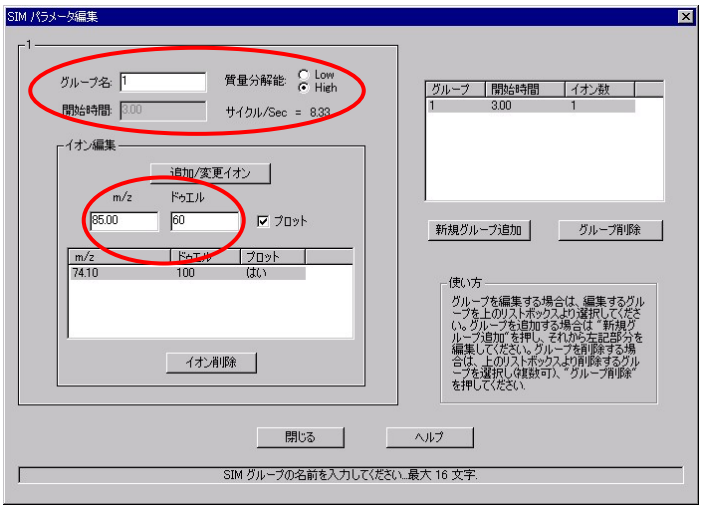
(2) 測定モードで［SIM］を選択します。



(3) SIM パラメータ(P) をクリックします。

（4） SIM パラメータ編集ダイアログボックスにデータを入力します。

MSD の測定条件 2（SIM パラメータ編集：グループ 1）
　グループ名　　：1
　開始時間　　：3.00min（溶媒待ち時間から自動で入力されます）
　質量分解能　　：High
　イオン　　：170, 85, 154, 153（ドゥエル各 60）
　サイクル/sec　　：3～4

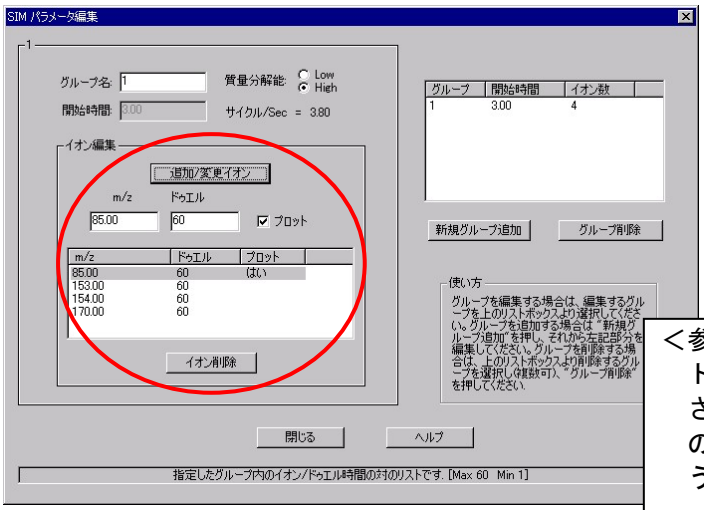


① グループ名に［1］を入力します。

② 質量分解能は［High］を選択します。

③ m/z に［85］ ドゥエルに［60］を入力します。

④ 追加/変更イオン をクリックしてイオンを表に追加します。



⑤ 同様にイオン 170, 154, 153 を追加します。

⑥ 必要に応じて イオン削除 をクリックし、不要なイオンを表から削除します。

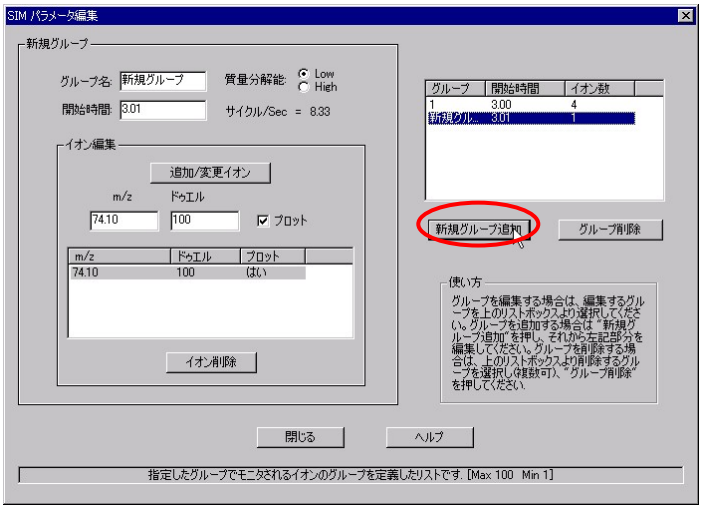
＜参考＞
ドゥエルは画面上部に表示されている［サイクル/sec］の値が、3～4 程度になるような値を使用します。

（5） SIM パラメータ編集でグループ 2 を設定します。

MSD の測定条件 3（SIM パラメータ編集：グループ 2）	
グループ名	：2
開始時間	：5.5min
質量分解能	：High
イオン	：87, 270（ドゥエル各 120）
サイクル/sec	：3～4

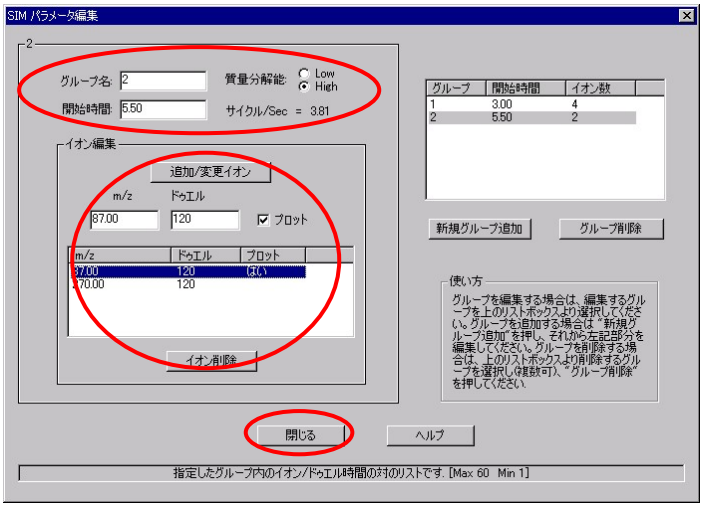
① 新規グループ追加 をクリックします。

② グループ 1 と同様にして SIM パラメータを入力します。



③　グループ名に［2］、開始時間に［5.5］を入力します。

④　質量分解能は［High］を選択します。



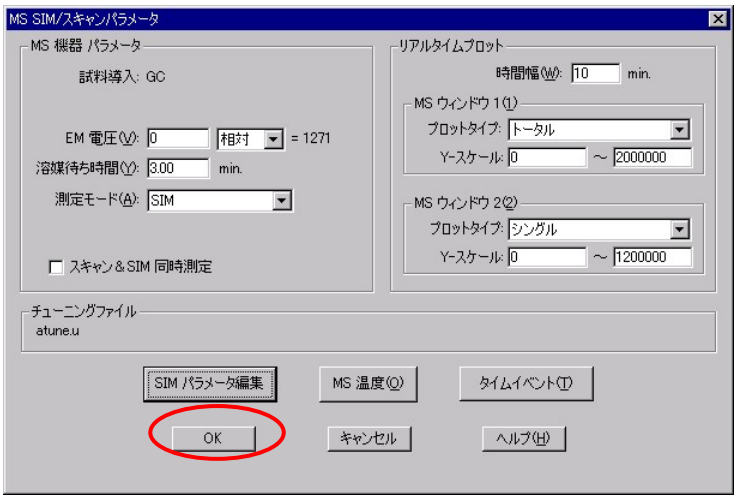
⑤　m/z に［87］、ドゥエルに［120］を入力します。

⑥　追加/変更イオン をクリックしてイオンを表に追加します。

⑦　同様にイオン 270 を追加します。

⑧　閉じる(C) をクリックします。

（6）　［MS SIM/スキャンパラメータ］画面で、OK をクリックし SIM 設定を終了します。

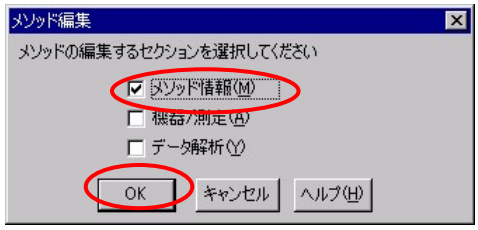


7章－7　メソッドの実行範囲を変更する

メソッドには、実行範囲の設定があります。メソッド実行範囲は［メソッド情報］画面で設定します。シーケンスを実行する際には、この実行範囲に注意する必要があります。

(1) （メソッド全体の編集アイコン）をクリックします。メニューの場合には［メソッド］－［メソッド全体の編集］をクリックします。

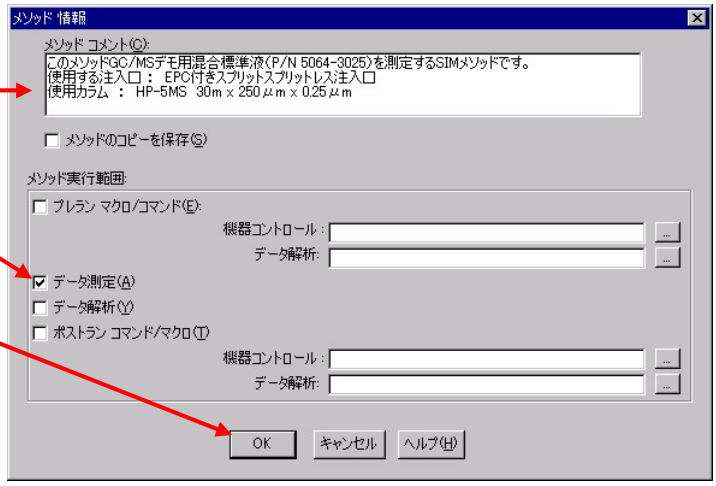
(2)　［メソッド情報］のみチェックして OK をクリックします。



(3) メソッドのコメントを適宜入力します。

(4) データ測定のみチェックをオンにします。

(5) OK をクリックします。



(6) メソッドファイル欄に evalsim と入力して OK をクリックします。



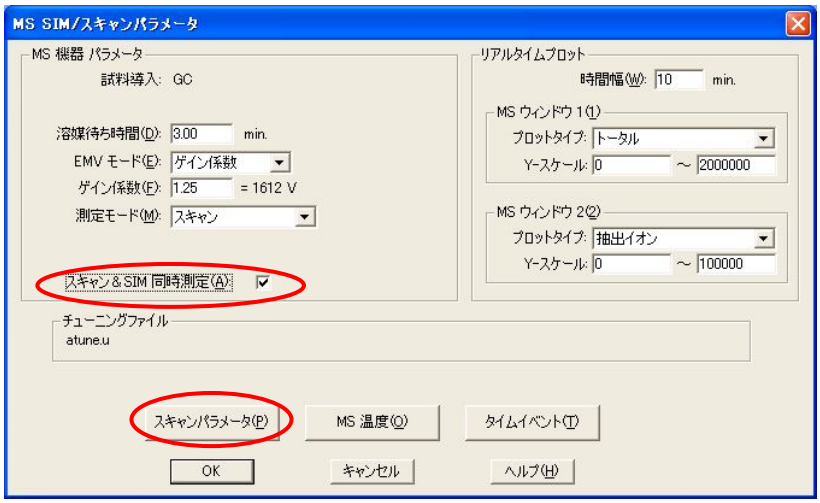
7章－8　SIM/Scan 同時取り込みの設定方法

SIM/Scan 同時取り込みを使用すると、1 回の分析で SIM とスキャンのデータを同時に取得することができます。測定条件は、SIM と Scan の両方を設定する必要があります。

（1） SIM/Scan 同時取り込みの設定

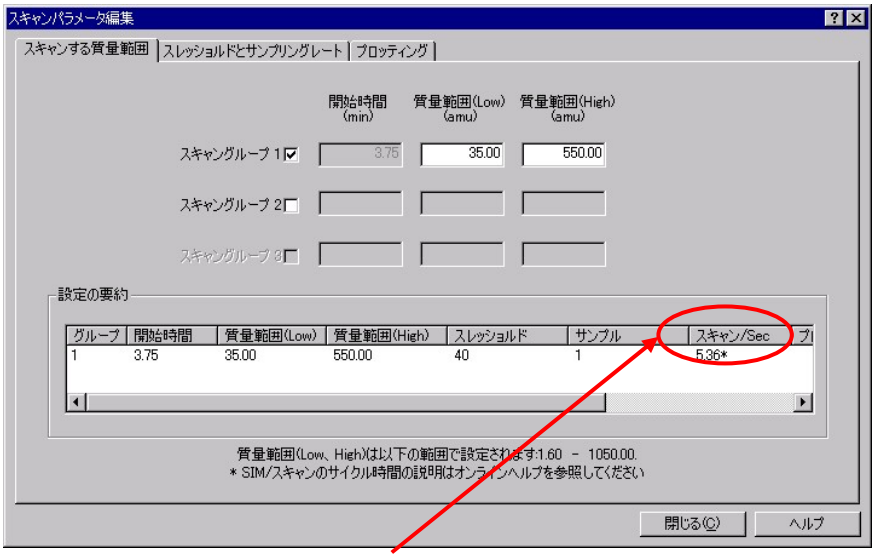
① ［機器］メニューの［MS SIM/スキャンパラメータ］をクリックし、［MS SIM/スキャンパラメータ］ダイアログボックスを開きます。

② スキャン&SIM 同時測定のチェックボックスをオンにします。



③ スキャンパラメータ(P)をクリックしてスキャン測定条件を確認します。

④　スキャン範囲、スレッショルド、サンプリングレート等を確認・入力します。

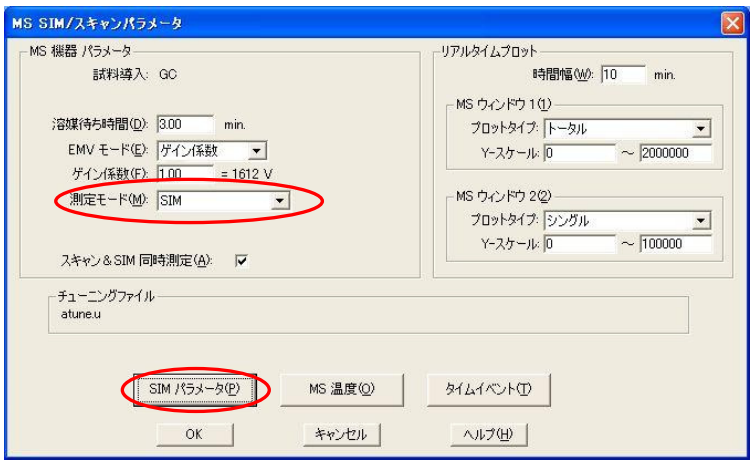


スキャン/Sec 欄にアスタリスク（＊）がついています。
＊印は、SIM/Scan 同時取り込みの場合に表示されます。ここに表示されているスキャン/Sec は実際のデータ取り込み周期とは異なります。詳細については後述の「SIM/Scan 同時取り込みでのデータポイント数」を参照してください。

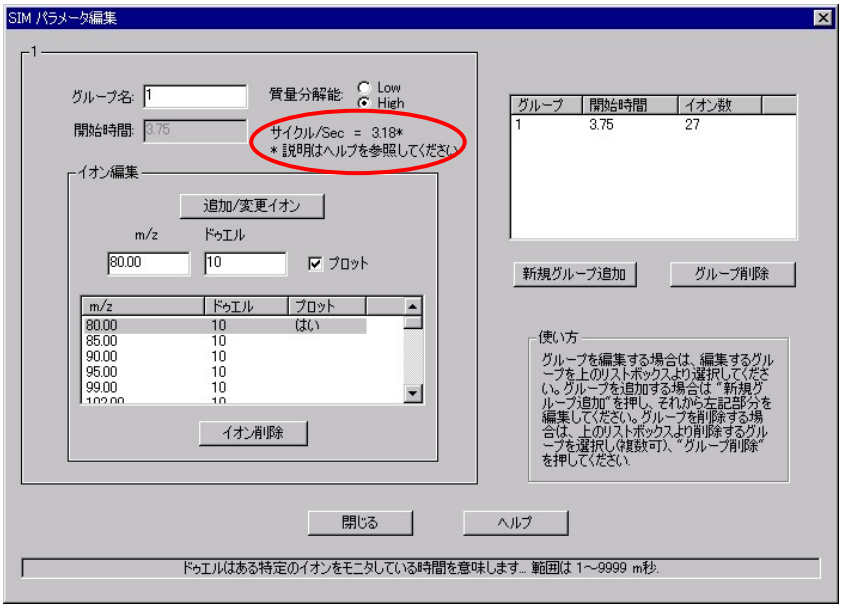
⑤　閉じる(C) をクリックして［MS SIM/Scan パラメータ］画面に戻ります。

⑥　測定モードで［SIM］を選択します。

⑦　SIM パラメータ(P) をクリックして SIM 測定パラメータ画面を開きます。



⑧　グループ名や、取り込む SIM イオンを確認・入力します。

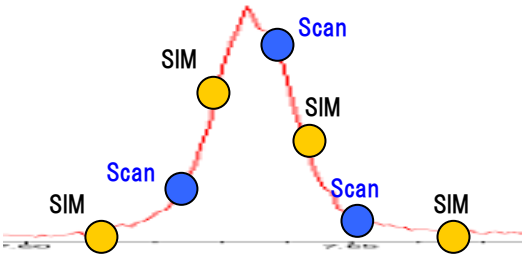


サイクル/Sec 欄にアスタリスク（＊）がついています。
＊印は、SIM/Scan 同時取り込みの場合に表示されます。
ここに表示されているサイクル/Sec は実際のデータ取り込み周期とは異なります。詳細については後述の「SIM/Scan 同時取り込みでのデータポイント数」を参照してください。

⑨　設定が終了したらメソッドを保存します。

（2） SIM/Scan 同時取り込みでのデータポイント数

SIM/Scan 同時取り込みでは、SIM と Scan のデータを交互に取り込みます。したがって、別々に取り込んだ場合よりも各モードのデータポイントが少なくなります。



実際の取り込みの速度は次式に従います。

SIM/Scan サイクル速度 $= \dfrac{1}{\left(\dfrac{1}{A}+\dfrac{1}{B}\right)\times 1.05}$

A = スキャン速度（スキャン/Sec）
B = SIM サイクル速度（サイクル/Sec）
SIM から Scan への切り替え時間は、実行時間の約 5%

<計算例>

内径 0.25mm の一般的なキャピラリカラムを使用し、下記の取り込み条件におけるサイクル速度の計算例

一般的なピーク幅　　：**6sec** 程度
スキャン設定　　：**35 ~ 550** amu,
　　スレッショルド **40**, サンプリングレート **1** の時 スキャン/Sec = **5.36**
　　スレッショルド **40**, サンプリングレート **2** の時 スキャン/Sec = **2.83**
SIM 設定　　:取込イオン数 **27**, ドゥエル 各 **10** msec の時サイクル/Sec = **3.18**

1 ピークあたりのポイント数を **10** ポイントに調整したい場合

計算式 1　10 ポイント÷6sec = 1.67 Cycle/sec

よって 1 ピークにつき 10 以上のデータポイントを取得するためには、**1.67cycle/sec 以上**のサイクル速度が必要です。次のいずれかの方法でサイクル速度を調整します。

（1）　Scan のサンプリングレートの値を小さくしてスキャン速度を速くする
（2）　SIM のドゥエルタイムを短くする
（3）　上記の両方を実施する

SIM 条件が Dwell Time = 10 msec で最小値の 5msec に近い場合、（1）の Scan のサンプリングレートの値を調整します。

サンプリングレート 2（2^2）の場合
計算式 2　SIM/Scan サイクル速度　=　$\frac{1}{\left(\frac{1}{2.83}+\frac{1}{3.18}\right)\times 1.05}$　= **1.43 Cycle/sec**

サンプリングレート 1（2^1）の場合
計算式 3　SIM/Scan サイクル速度　=　$\frac{1}{\left(\frac{1}{5.36}+\frac{1}{3.18}\right)\times 1.05}$　= **1.90 Cycle/sec**

計算式 1 より、**1.67Cycle/sec 以上**の速さが必要なため、Scan のサンプリングレートを **1**（2^1）に設定するとピーク幅 6 秒程度のピークのポイント数を 10 ポイント以上に調整することが可能です。

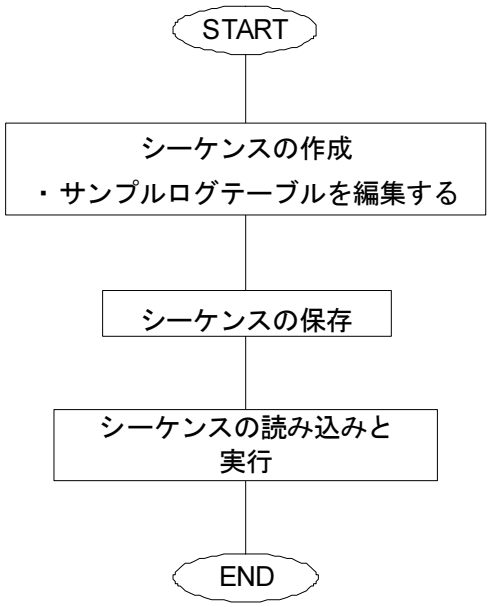
＜参考＞
サイクル速度を増加させると一般的にノイズが増加します。ノイズの増加により S/N 比の低下や、データファイルのサイズの増加などを考慮して、SIM/Scan サイクル速度を調節してください。

第8章
シーケンス

8章−1 シーケンスの作成	8−4
8章−2 シーケンスの保存	8−10
8章−3 シーケンスの実行	8−11
8章−4 シーケンスログの印刷	8−13
8章−5 その他のシーケンス使用方法	8−14

＜シーケンス＞

本章では、シーケンスの作成および実行方法について説明しています。



本章には、下記についての説明も含まれています。
・サンプルログテーブルへ連続したバイアルを入力する
・行を指定してシーケンスを実行する

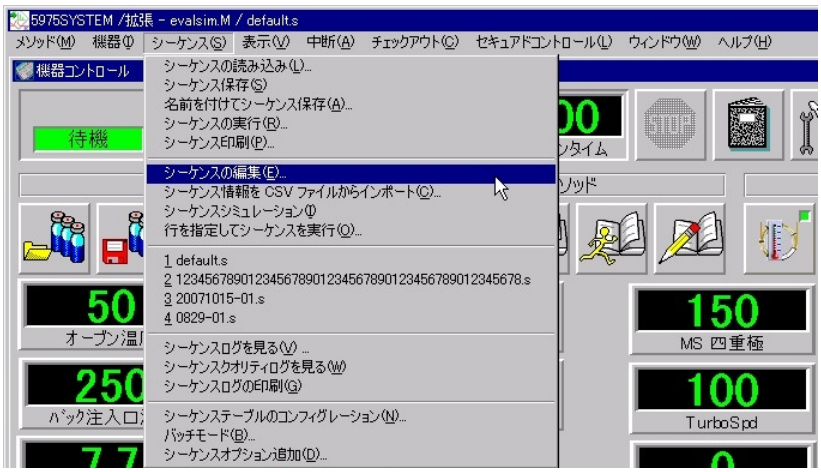
ケミステーションでは指定した順番に指定したメソッドを連続して実行することをシーケンスと呼んでいます。シーケンスを用いると多点検量線の標準サンプル測定や、未知サンプルの連続分析を効率良く行うことが可能です。

未知サンプルの定量を行うためには検量線が必要です。本章では前章で作成した SIM メソッドを使用して、下記の表のとおり標準サンプルのシーケンスを作成し、連続分析を実施して検量線に必要なデータ取り込みを行います。

ライン	タイプ	サンプル名	使用メソッド	データファイル
1	サンプル	標準試料 A　5ng/uL	evalsim.M	SIM01.D
2	サンプル	標準試料 B 10ng/uL	evalsim.M	SIM02.D
3	サンプル	標準試料 C 20ng/uL	evalsim.M	SIM03.D

8章－1　シーケンスの作成

（1） （シーケンスの編集アイコン）をクリックします。メニューからの場合は［シーケンス］－［シーケンス編集］をクリックします。

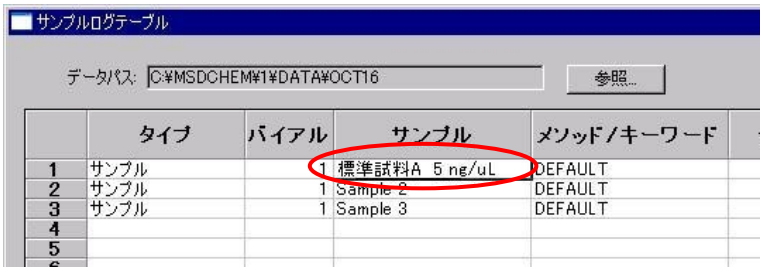


(2)　サンプルログテーブルの編集

<サンプルログテーブル>



① 1 行目の［サンプル］欄に［標準試料 A 5ng/uL］と入力します。



② 1 行目から 3 行目の［サンプル］欄をドラッグして選択し、右クリックします。
メニューから［フィルカラム、セルのコピー］を選択します。



③　サンプル名がコピーされるので、下図のように適宜入力内容を訂正します。

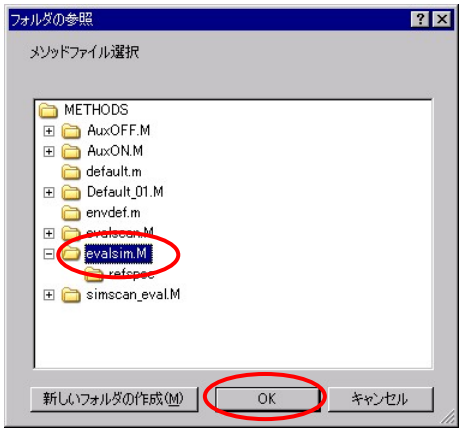


ライン	サンプル名
1	標準試料 A 5ng/uL
2	標準試料 B 10ng/uL
3	標準試料 C 20ng/uL

④　1 行目の［メソッド/キーワード］欄を右クリックしてメニューから［メソッドの参照］を選択します。



⑤　作成した SIM メソッド［evalsim.M］を選択して OK をクリックします。



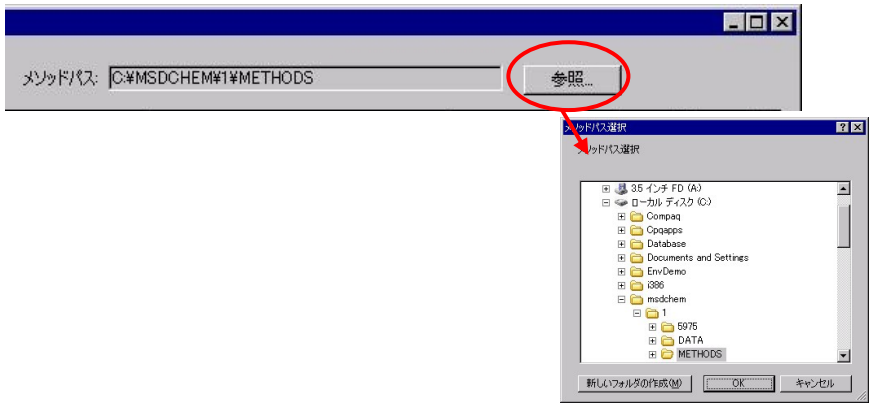
⑥　1 行目から 3 行目の［メソッド/キーワード］欄をドラッグして選択し、右クリックします。メニューから［フィルカラム、セルのコピー］を選択します。



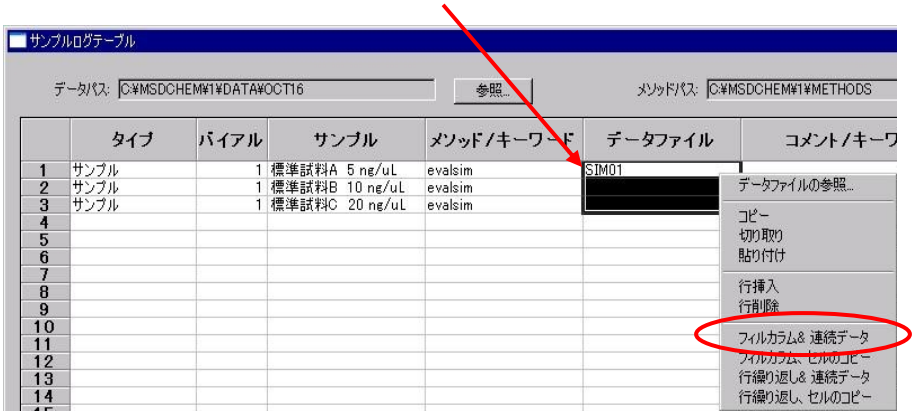
⑦　メソッドが選択した欄にコピーされます。



⑧　メソッドファイルのパスを変更したい場合には、サンプルログテーブルのメソッドパス欄の 参照... をクリックして選択します。



⑨　1 行目の［データファイル］欄に［SIM01］と入力します。

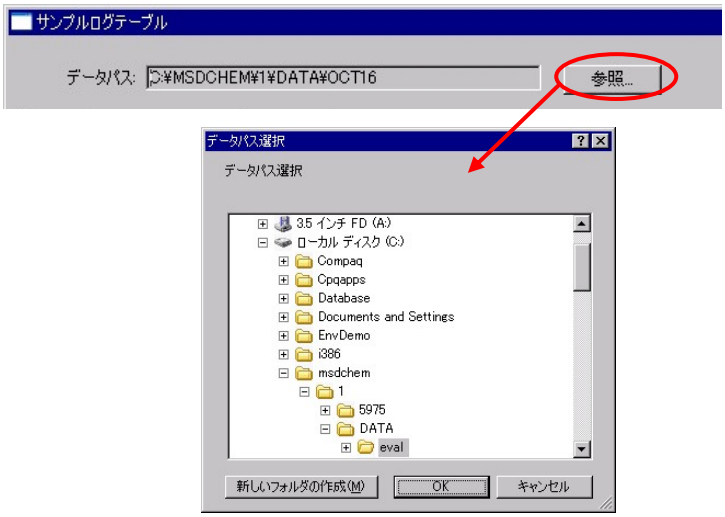


⑩　1 行目から 3 行目の［メソッド/キーワード］欄をドラッグして選択し、右クリックします。メニューから［フィルカラム&連続データ］を選択します。

⑪　連続したデータファイル名が入力されます。



⑫　データファイルの保存先はサンプルログテーブルのデータパス欄の 参照... をクリックして eval ディレクトリを選択、または作成します。

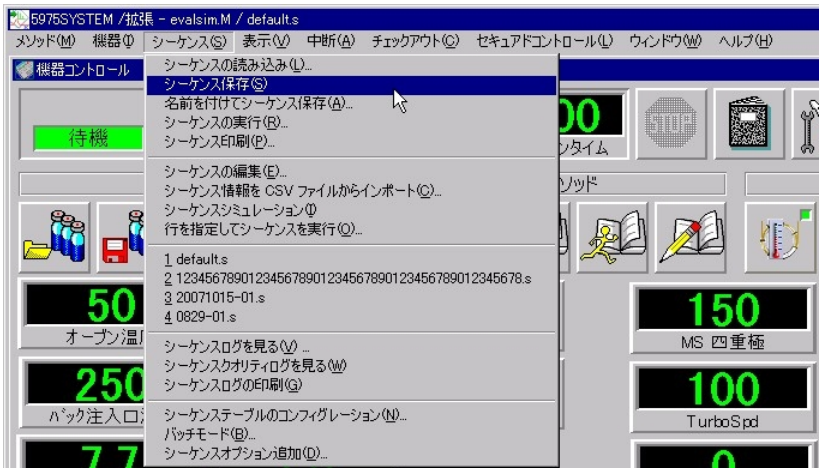


⑬　［バイアル］欄に各々のサンプル濃度の標準液がセットされた適切なバイアル番号を入力します。

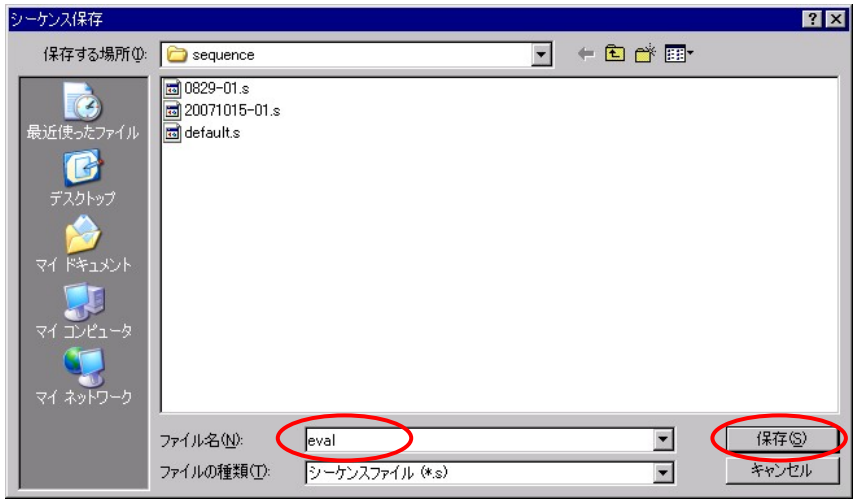


8章－2　シーケンスの保存

（1） （シーケンスの保存アイコン）をクリックします。メニューの場合は、［シーケンス］－［シーケンス保存］をクリックします。

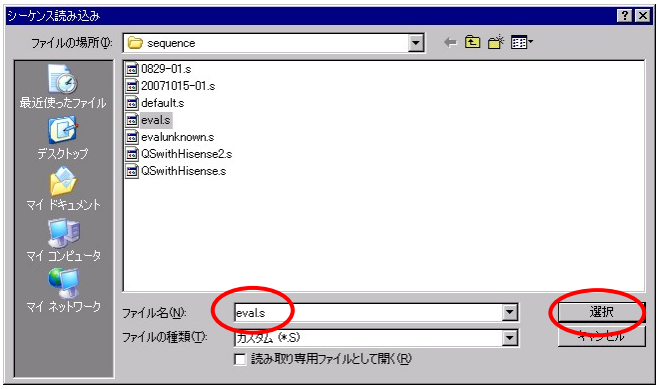


（2） ファイル名に［eval］と入力して 保存(S) をクリックします。



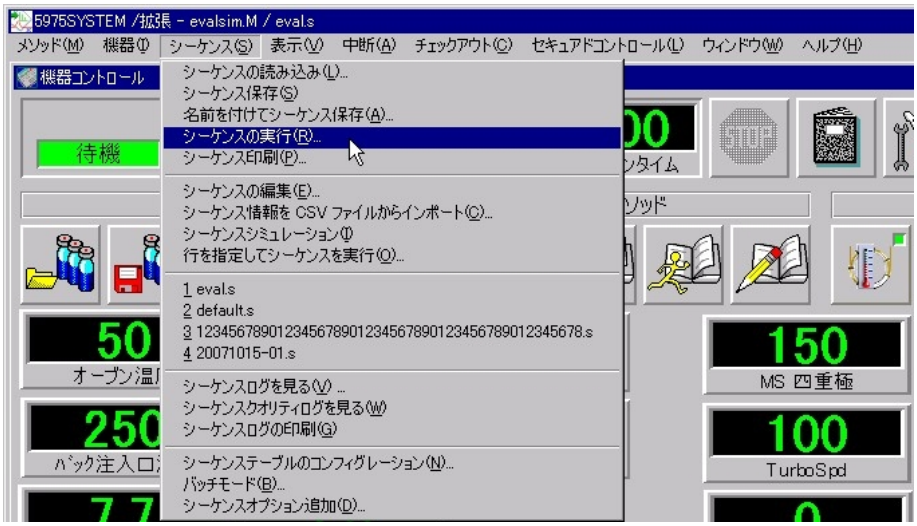
8章－3　シーケンスの実行

（1）（シーケンス読み込みアイコン）をクリックします。



（2）［eval.s］を選び 選択 をクリックします。

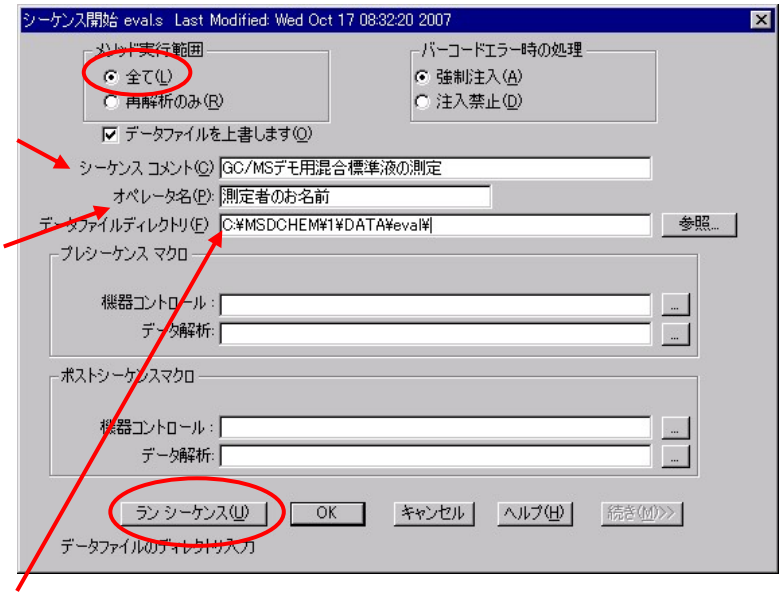
（3）（シーケンスの実行アイコン）をクリックします。メニューの場合は、［シーケンス］－［シーケンスの実行］をクリックします。



（4） メソッドの実行範囲は［全て］を選択します。

（5） コメントを適宜入力します。

（6） 名前を入力します。



（7） データパスが正しく入力されていることを確認します。
C:¥MSDCHEM¥1¥DATA¥eval¥と入力されています。

> ＜参考＞
> データファイルディレクトリはシーケンスログテーブルで設定したものが自動的に入力されます。
> この画面で C:¥MSDCHEM¥1¥data の下にディレクトリ名を入力すると、そのディレクトリが自動的に作成されます。

（8） ラン シーケンス(U) をクリックして測定を開始します。

シーケンス実行中は下記のステータス画面が表示されます。

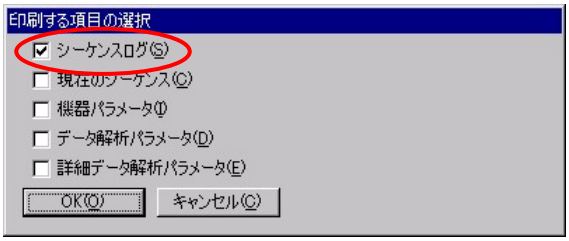


8章－4　シーケンスログの印刷

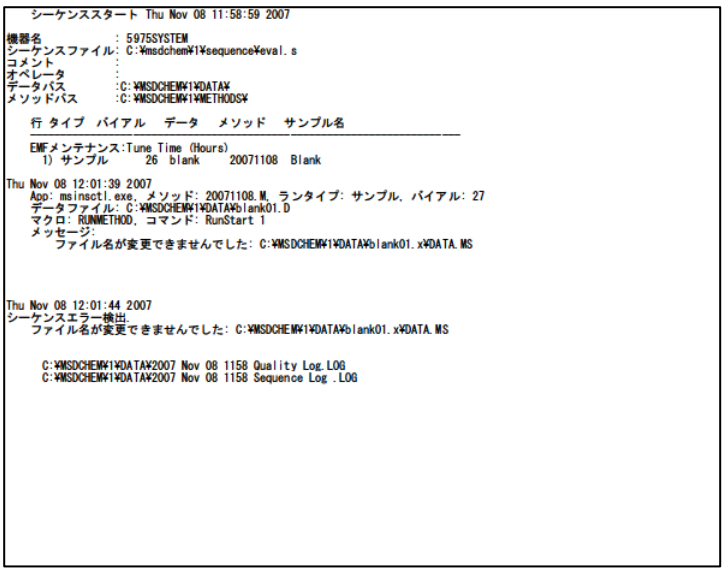
シーケンスが動作しない場合や、エラーで停止していた場合、ログブックを見ることによって、原因を確認し、修正することが可能です。

（1）（機器コントロール画面上の印刷アイコン）をクリックします。

（2）［シーケンスログ］にチェックをし、OK をクリックします。



＜シーケンスログの例＞



8章－5　その他のシーケンス使用方法

（1）　連続したサンプルバイアルをシーケンスログテーブルに入力する場合

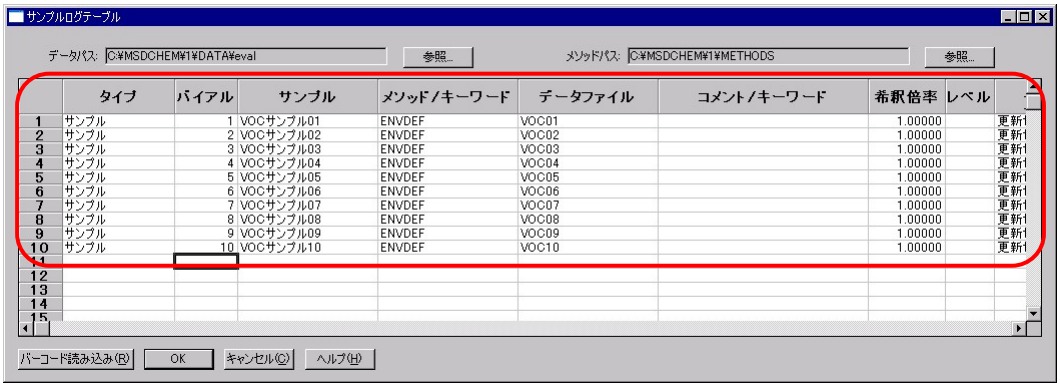
①　１行目に情報を入力します。

②　１行目の行番号をクリックし、ドラッグでコピーする行をハイライトします。

③　右クリックメニューから［行繰り返し&連続データ］を選びます。

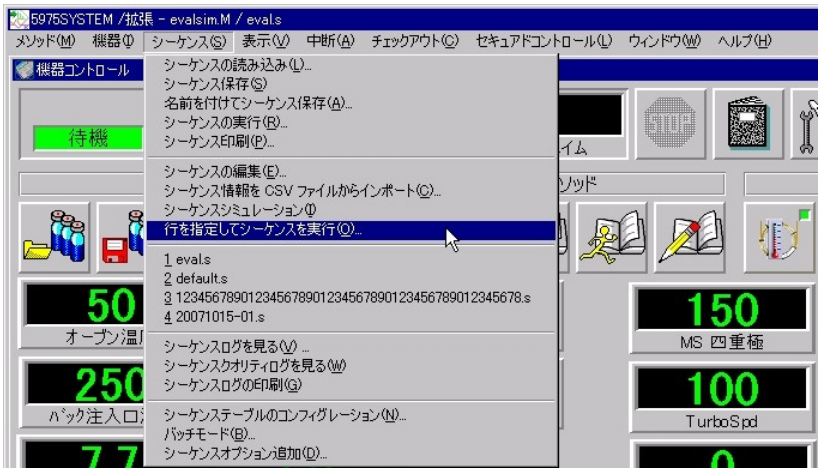


バイアル番号、サンプル名およびデータファイル名の末尾部分の数字が自動的にインクリメントされた内容がコピーされます。

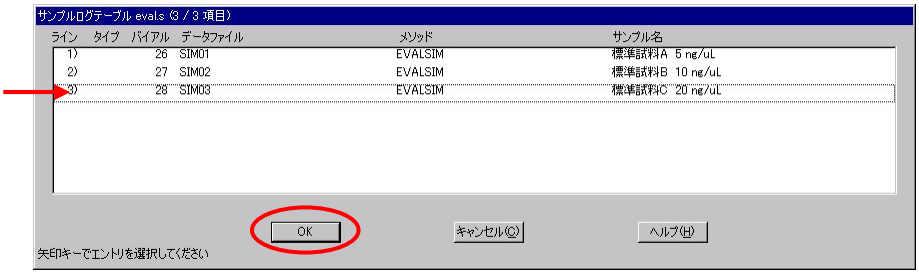


(2)　指定行からシーケンスを実行する

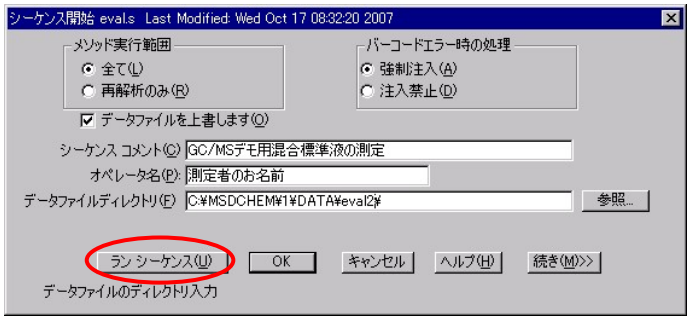
①　メニューから［シーケンス］－［行を指定してシーケンスを実行］をクリックします。



②　シーケンスを開始させる行を選択して［OK］をクリックします。



③　必要事項を入力し、［ラン シーケンス(U)］をクリックしてシーケンスを開始します。



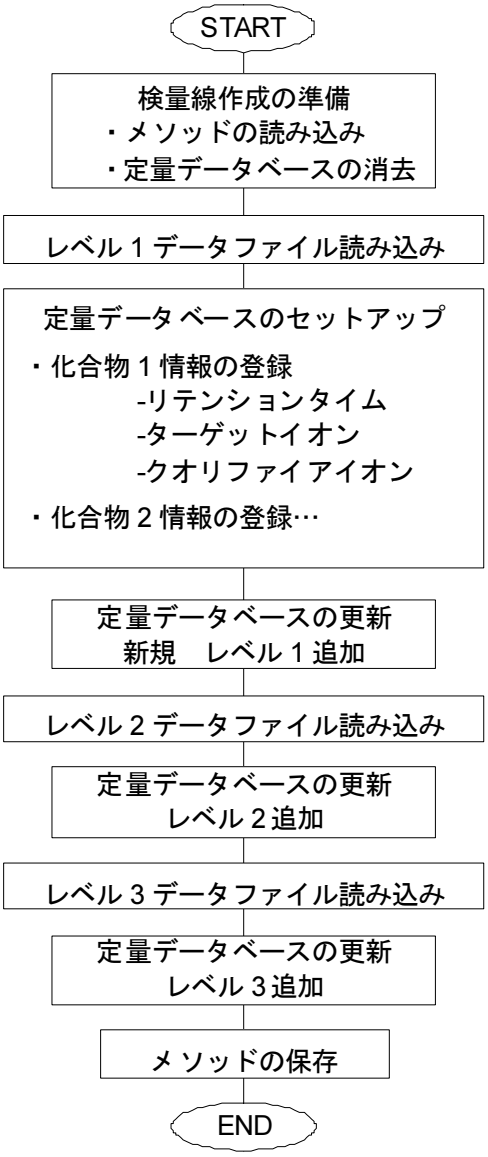

Memo

第9章
定量データベース
（検量線）の作成

９章－１ 検量線作成の準備 9－4
９章－２ 定量データベースの作成 9－7
９章－３ 定量データベースに２点目、３点目を登録する（レベルの追加） 9－18
９章－４ 定量データベースの確認 9－22
９章－５ 定量データベースの保存 9－25
９章－６ 内部標準法の定量データベース作成方法 9－26
９章－７ 拡張データ解析画面の終了 9－44

＜定量データベース（検量線）の作成＞

本章では、定量データベース（検量線）の作成方法について説明しています。



本章には、下記についての説明も含まれています。
・内部標準を使用した検量線の作成方法

本章では、前章で取得した標準試料の測定結果を用いて、定量に使用する検量線を作成します。検量線情報はすべてメソッドの「定量データベース」に保存されます。

測定したデータに含まれる 3 化合物（ドデカン、ビフェニル、パルミチン酸メチル）のうち、ビフェニルとパルミチン酸メチルの 2 化合物を使って絶対検量線法の定量データベースを作成します。

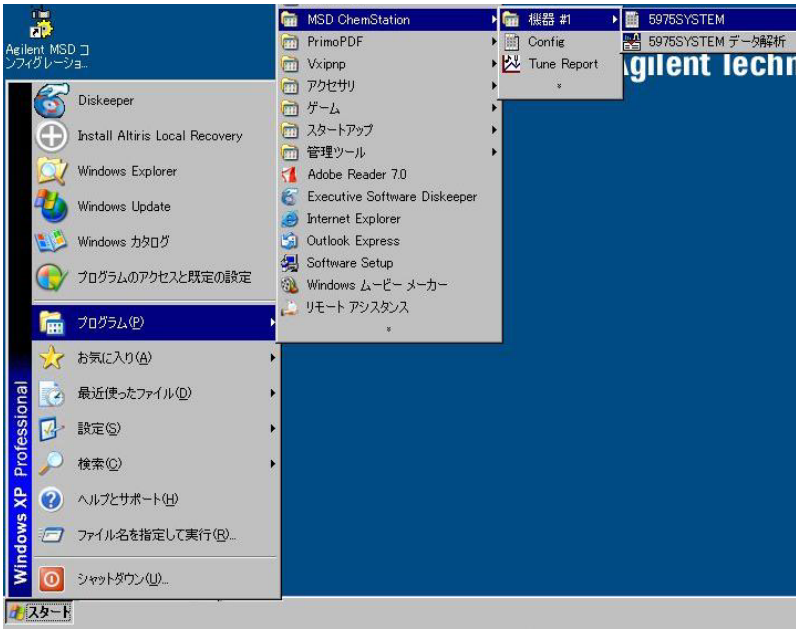
9章－1　検量線作成の準備

（1） データ解析画面の起動

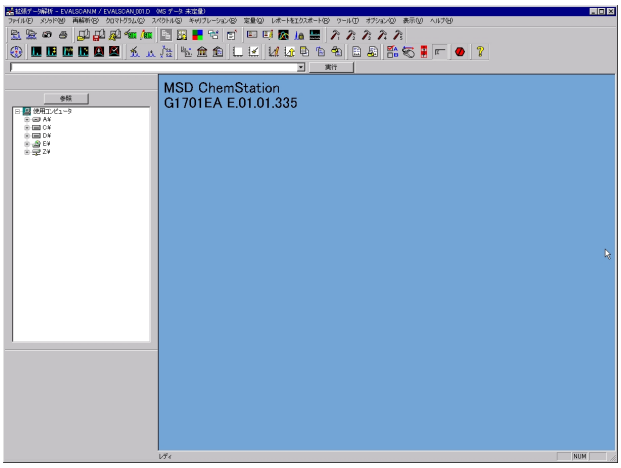
① デスクトップ上のアイコン

をダブルクリックして［拡張データ解析］画面を起動します。

デスクトップ上にアイコンがない場合は、タスクバーの［スタート］ボタンから、［プログラム］－［MSD ChemStation］－［機器 #1］－［機器名 データ解析］を選択してソフトウェアを起動します。（［機器名 データ解析］は設定により異なります。下記の例では［5975SYSTEM データ解析］です。）



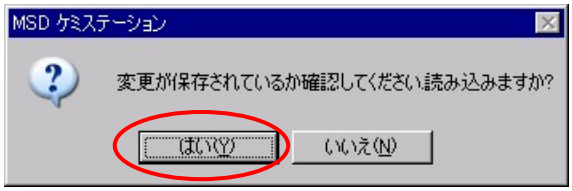
② データ解析の初期画面が表示されます。表示設定により、画面の構成が下記のスクリーンと異なる場合があります。



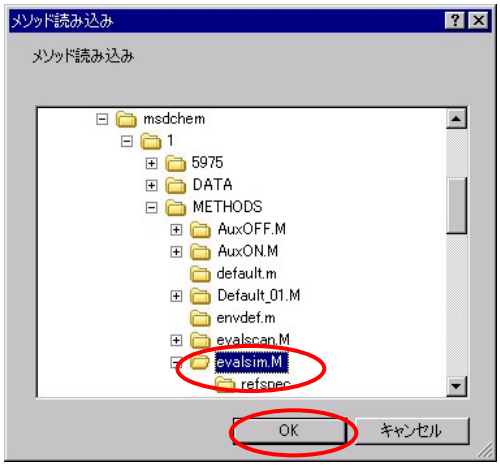
(2) メソッドの読み込み

① （メソッド読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合は［メソッド］－［メソッド読み込み］をクリックします。

② 確認メッセージが表示されたら はい(Y) をクリックします。



③ evalsim.M を選択し、OK をクリックします。

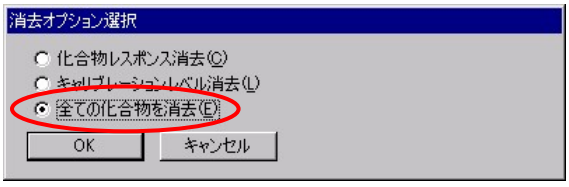


（3） 検量線の消去

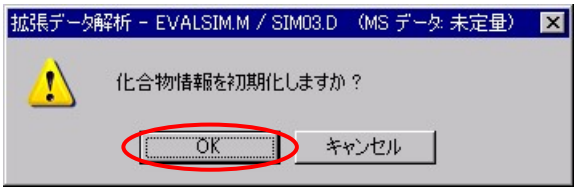
① ［キャリブレーション］メニューの［消去］をクリックして［消去オプション選択］ダイアログボックスを開きます。



② ［全ての化合物を消去］を選択して OK をクリックします。



③ 化合物初期化の確認メッセージが表示されるので OK をクリックします。



9章－2　定量データベースの作成

定量データベース条件

#	化合物 1	化合物 2
名前	ビフェニル	パルミチン酸メチル
リテンションタイム	約 4.5min	約 6.3min
ターゲットイオン	m/z 154	m/z 270
クオリファイアイオン	m/z 153	m/z 87

検量線のレベルと化合物濃度

レベル 1	標準試料 C　20 ng/uL
レベル 2	標準試料 B　10 ng/uL
レベル 3	標準試料 A　5 ng/uL

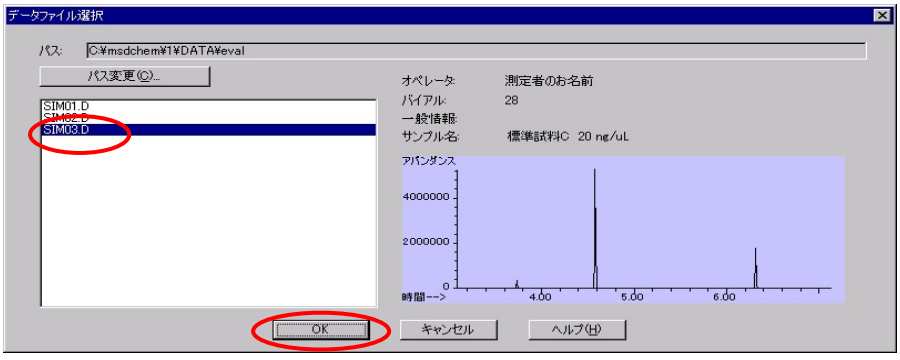
定量データベースへ登録するレベルの順序は任意です。また、レベル（レベル ID）は高濃度順、または低濃度順のどちらでも指定可能です。
ただし、ピークが正しく認識されて定量データベースの作成がスムーズに行われるよう、検量線を初めて作成する場合には、最も高濃度のサンプルから実施することを推奨しています。

（1） データファイルの読み込み

最も高い濃度の標準試料データファイル（標準試料 C 20ng/uL）を読み込みます。

① （データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合には［ファイル］－［データファイル読み込み］をクリックします。

② パスを eval フォルダに変更し、データファイル SIM03.D を選択します。



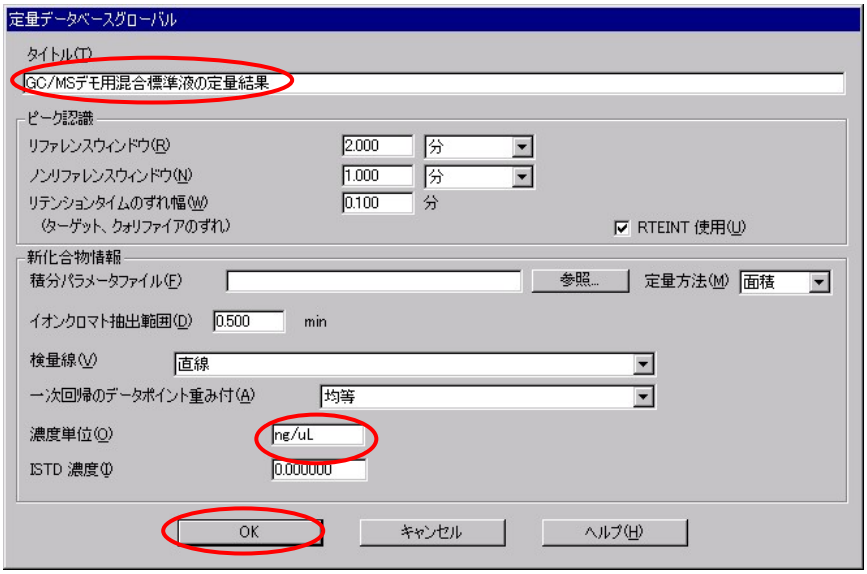
③ OK をクリックしてデータを読み込みます。

④ （定量のセットアップアイコン）をクリックします。メニューの場合には［キャリブレーション］－［定量データベース設定］をクリックし、［定量データベースグローバル］ダイアログボックスを開きます。

（2）　［定量データベースグローバル］ダイアログボックスの設定

このダイアログボックスでは検量線全般に関する設定を実施します。

① ［タイトル］欄に定量データベースの名前を入力します。例では［GC/MS デモ用混合標準液の定量結果］と入力しています。



② ［濃度単位］に［ng/uL］を入力します。

③ OK をクリックします。

（3） 化合物の編集の開始

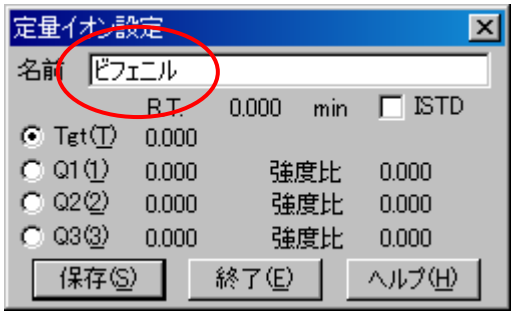


上に挿入(I)をクリックします。

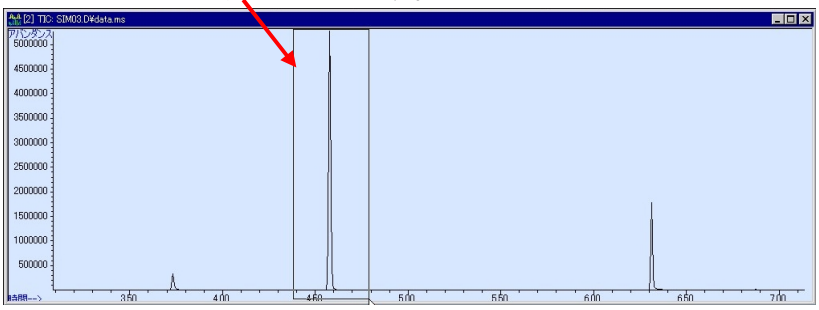
（4） 化合物情報（ビフェニル）の登録

［定量イオン設定］ダイアログボックスが表示されます。

① １番目の化合物名［ビフェニル］を入力します。

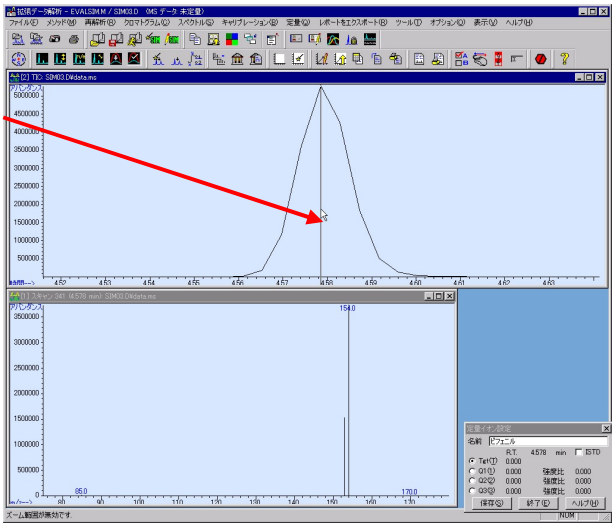


② TIC で登録するピークをズームインします。ビフェニルは２本目、リテンションタイム 4.5min 付近のピークです。

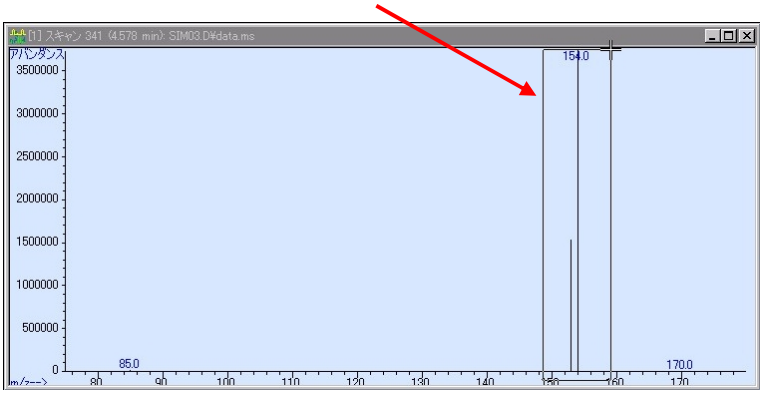


③ ピークの頂点でスペクトルを取り出します（右ダブルクリック）。

［定量イオン設定］ダイアログボックスの［R.T.］にリテンションタイムが入力されます。

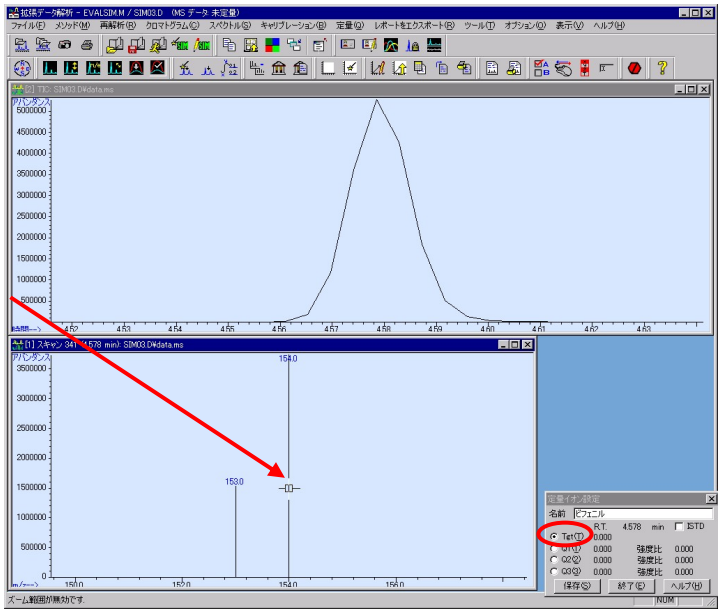


④　SIM 取込イオンが接近している場合には、スペクトル画面をズームインします。



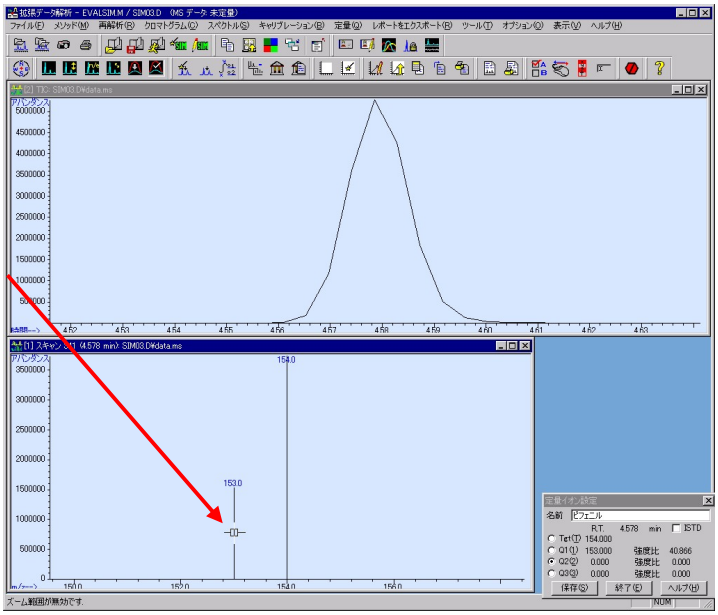
⑤　［定量イオン設定］ダイアログボックスで［Tgt］を選択します。

⑥　ビフェニルのターゲットイオン m/z154 にカーソルを合わせ、マウスの左右のボタンを同時に 1 回クリックします。



この操作で［定量イオン設定］ダイアログボックスの［Tgt］にイオンが登録されます。

⑦　同様にしてビフェニルのクオリファイアイオン m/z153 にカーソルを合わせ、マウスの左右のボタンを同時に 1 回クリックします。

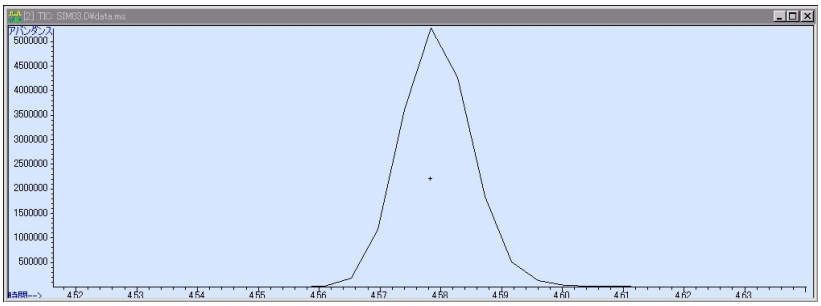


この操作で［定量イオン設定］ダイアログボックスの［Q1］にイオンが登録されます。

⑧　［定量イオン設定］ダイアログボックスの 保存(S) をクリックします。

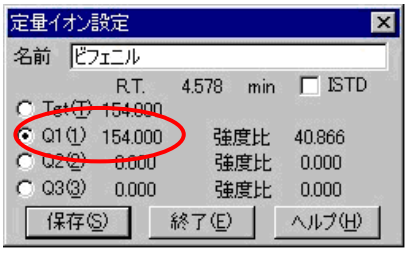


定量データベースに登録されたピークの TIC 上には［+］マークが付きます。



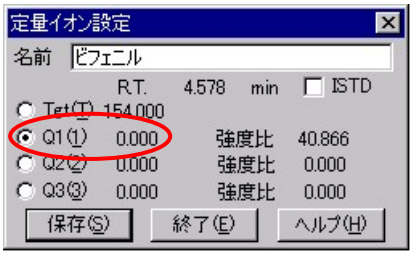
（5） ターゲットイオン（Tgt）やクオリファイアイオン（Q1～Q3）の訂正方法

① ［定量イオン設定］ダイアログボックスで、間違えて登録した項目をクリックして選択します。



② スペクトル上のイオンのない場所で、左右のボタンを同時に 1 回クリックします。

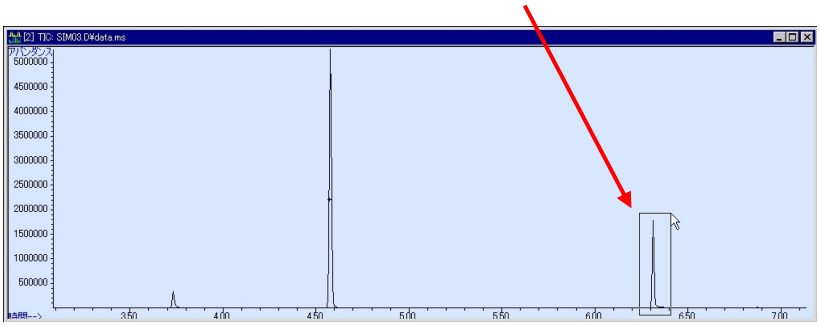
③ イオンの表示に 0 が入力されて登録が削除されます。



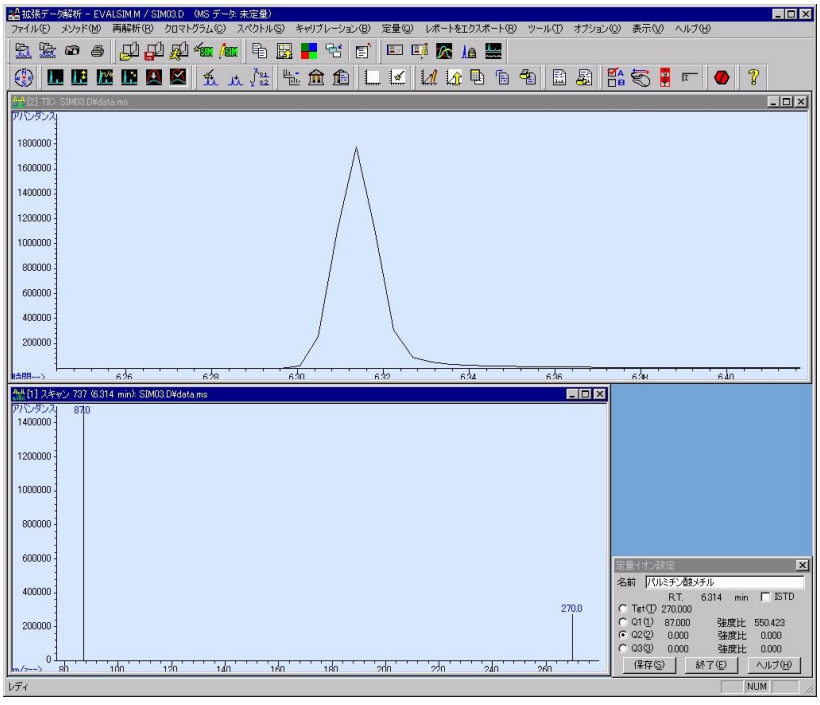
④ 必要に応じて正しいイオンを登録します。

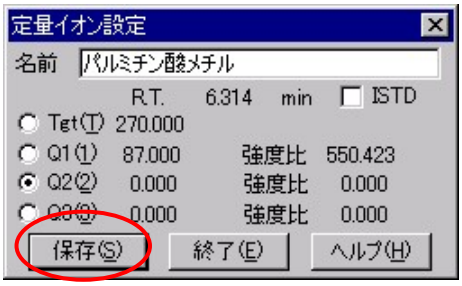
（6） 化合物情報（パルミチン酸メチル）の登録

① TIC をズームアウト（左ダブルクリック）します。さらに次に登録するピークをズームインします。パルミチン酸メチルは 3 本目、リテンションタイム 6.3min 付近のピークです。



② ビフェニルの登録と同様にして名前（パルミチン酸メチル）、R.T、Tgt（m/z 270）、および Q1（m/z 87）を登録します。



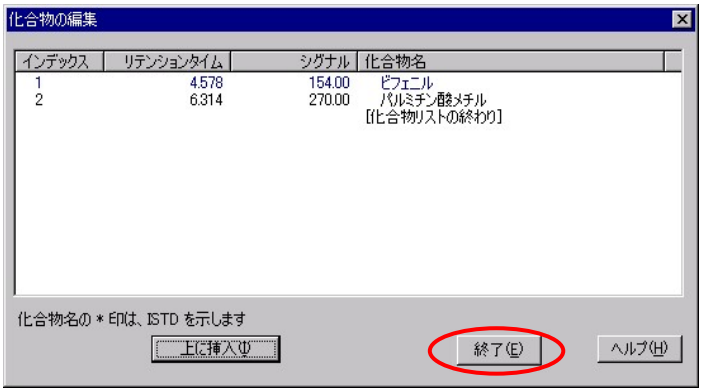


③　設定が終了したら［定量イオン設定］ダイアログボックスの 保存(S) をクリックします。

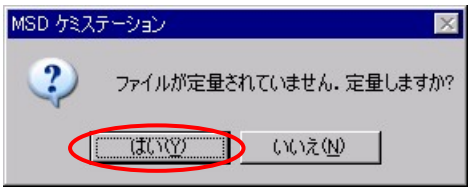


④　［定量イオン設定］ダイアログボックスがクリアされたら 終了(E) をクリックします。

⑤　化合物の編集画面に戻るので、 終了(E) をクリックします。



⑥　定量の確認メッセージが表示されるので はい(Y) をクリックします。



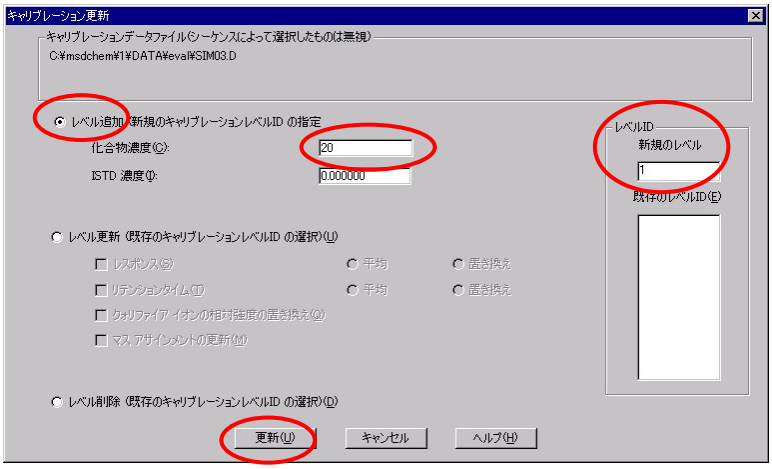
（7） 定量データベースの更新

① ［レベル追加］を選択します。

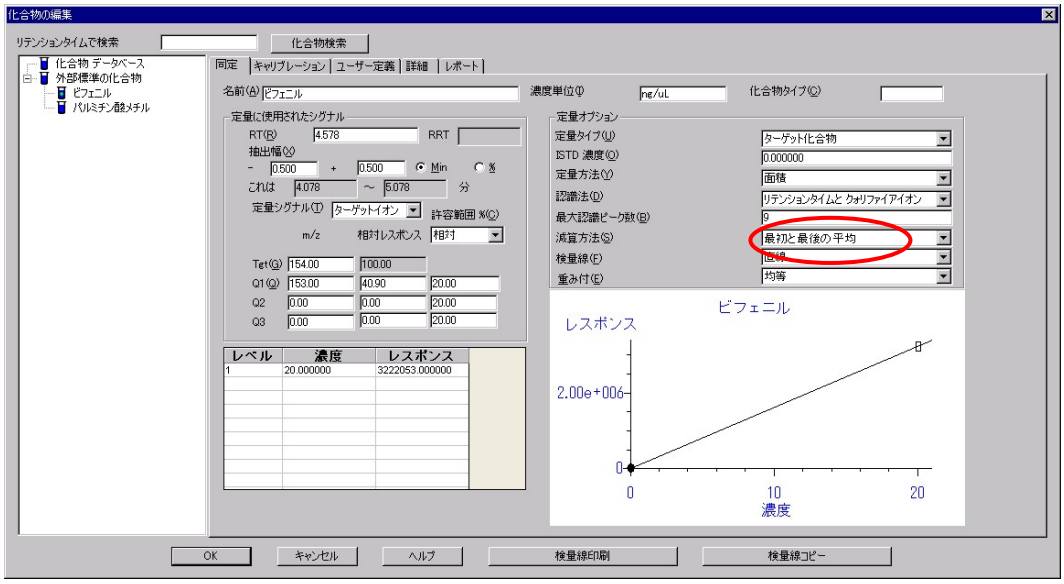
② ［化合物濃度］に 20 を入力します。

③ ［レベル ID］に 1 を入力します。

④ 更新(U) をクリックします。



1 点目のデータが入力された定量データベースが表示されます。



⑤ ［同定］タブの［減算方法］で［最初と最後の平均］を選択します。

⑥ パルミチン酸メチルの［同定］タブでも同様に［最初と最後の平均］を選択します。

注意

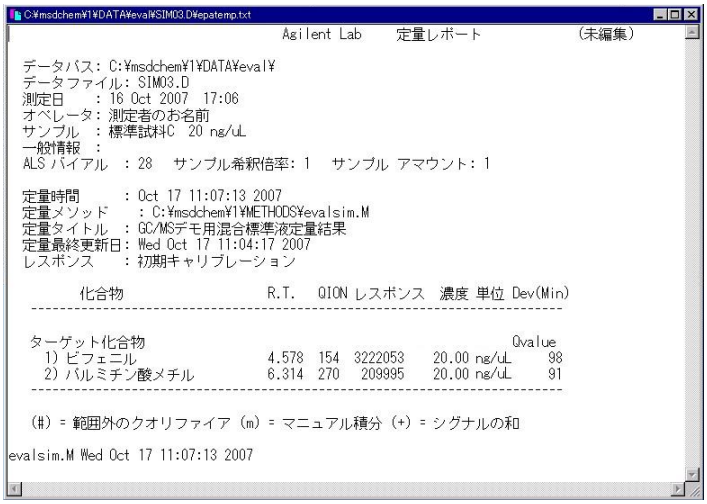
減算方法のデフォルトはお使いのバージョンにより［拡張面積定量］になっている場合があります。減算方法で［拡張面積定量］を選択した場合、クオリファイアイオンの積分方法が変わり、クオリファイアの比率が範囲外になる場合があります。このような現象を避けるために各クオリファイアイオンに対して積分条件を設定する必要が生じる場合があります。
減算方法で[最初と最後の平均]を選択すると、このような現象を避けることが出来ます。

⑦　OKをクリックします。

⑧　確認メッセージが表示されるのでOKをクリックします。



⑨　マルチビューが起動してキャリブレーションレポートが表示されます。


C:¥msdchem¥1¥DATA¥eval¥SIM03.D¥epatemp.txt

Agilent Lab　定量レポート　(未編集)

データパス: C:¥msdchem¥1¥DATA¥eval¥
データファイル: SIM03.D
測定日　: 16 Oct 2007　17:06
オペレータ: 測定者のお名前
サンプル　: 標準試料C　20 ng/uL
一般情報　:
ALS バイアル　: 28　サンプル希釈倍率: 1　サンプル アマウント: 1

定量時間　: Oct 17 11:07:13 2007
定量メソッド　: C:¥msdchem¥1¥METHODS¥evalsim.M
定量タイトル　: GC/MSデモ用混合標準液定量結果
定量最終更新日: Wed Oct 17 11:04:17 2007
レスポンス　: 初期キャリブレーション

化合物	R.T.	QION	レスポンス	濃度	単位	Dev(Min)
ターゲット化合物						Qvalue
1) ビフェニル	4.578	154	3222053	20.00	ng/uL	98
2) パルミチン酸メチル	6.314	270	209995	20.00	ng/uL	91

(#) = 範囲外のクオリファイア (m) = マニュアル積分 (+) = シグナルの和

evalsim.M Wed Oct 17 11:07:13 2007

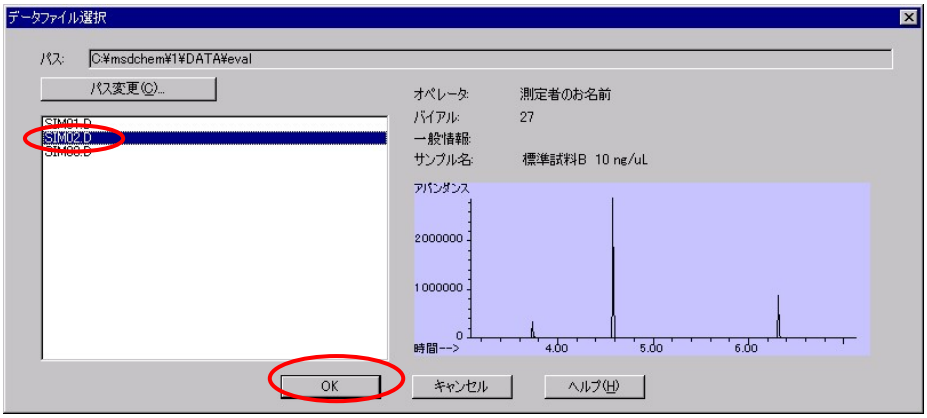
9章－3　定量データベースに 2 点目、3 点目を登録する（レベルの追加）

定量データベースの検量線に 2 点目、3 点目の濃度レベルを登録します。

（1） 2 点目データファイル（標準試料 B 10ng/uL）の読み込み

① （データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合は［ファイル］－［データファイル読み込み］をクリックします。

② データファイル SIM02.D を選択します。

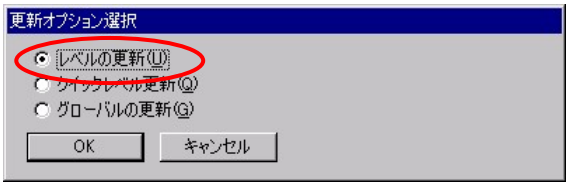


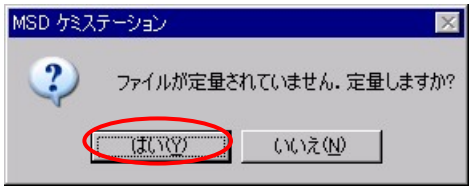
③ OK をクリックしてデータを読み込みます。

（2） 定量データベースの更新（2 点目）

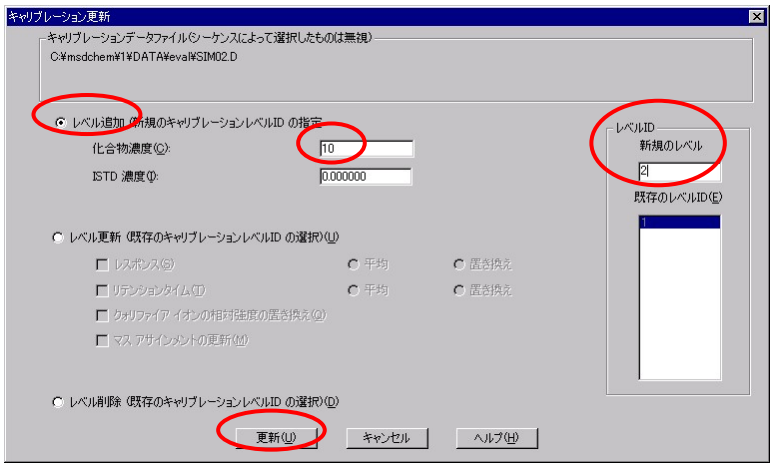
① （キャリブレーションの更新アイコン）をクリックします。メニューの場合には［キャリブレーション］－［更新］をクリックします。［更新オプション選択］ダイアログボックスが開きます。

② レベルの更新を選択して OK をクリックします。





③　はい(Y) をクリックします。



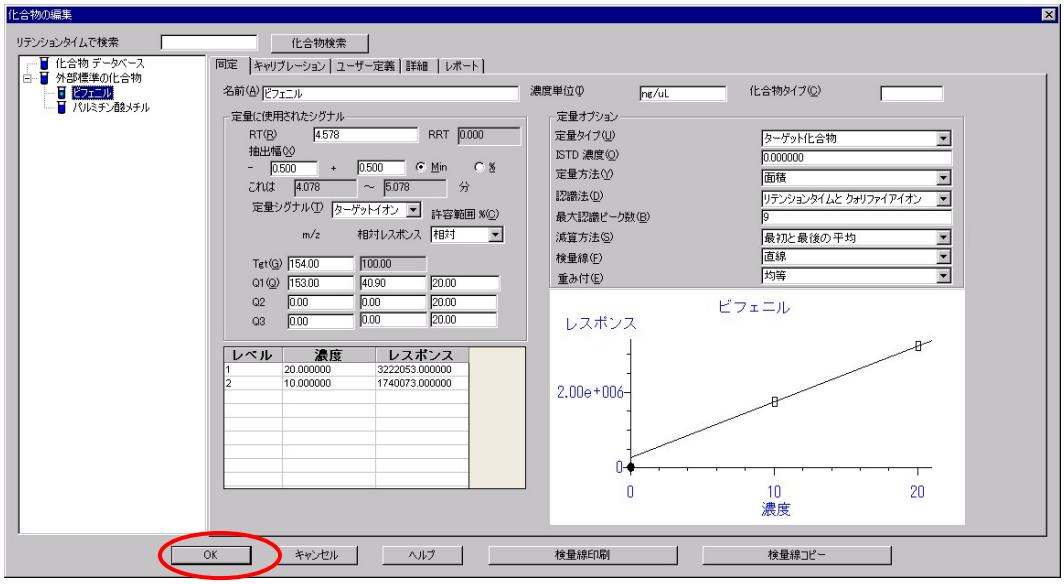
④　[レベル追加] を選択します。

⑤　[化合物濃度] に 10 を入力します。

⑥　[レベル ID] に 2 を入力します。

⑦　更新(U) をクリックします。

2 点目のデータが追加された定量データベースが表示されます。

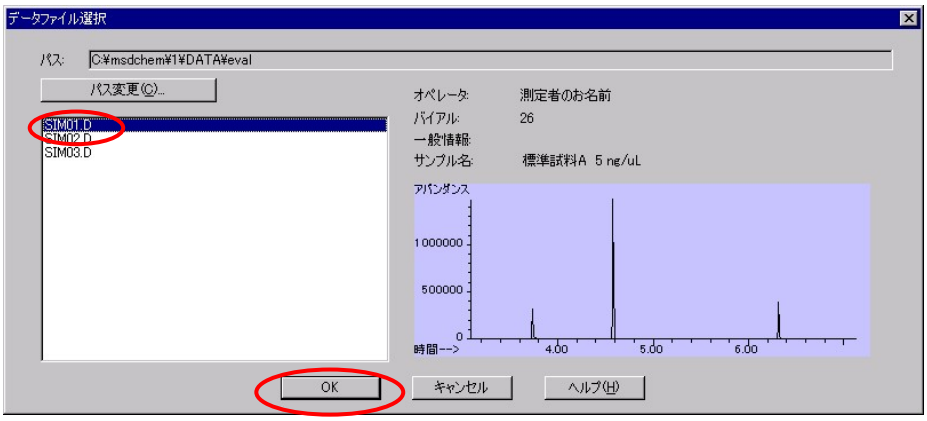


⑧　OK をクリックします。

（3） 3 点目データファイル（標準試料 A 5ng/uL）の読み込み

① （データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューの場合は［ファイル］－［データファイル読み込み］をクリックします。

② データファイル SIM01.D を選択します。

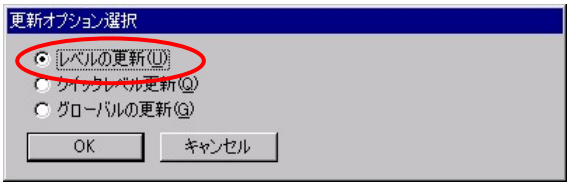


③ OK をクリックしてデータを読み込みます。

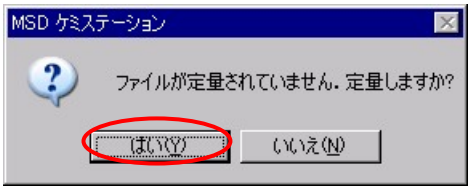
（4） 定量データベースの更新（3 点目）

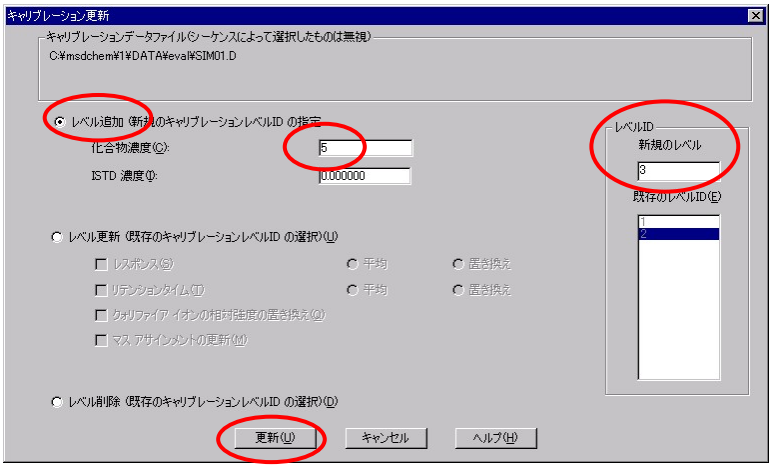
① （キャリブレーションの更新アイコン）をクリックします。メニューの場合には［キャリブレーション］－［更新］をクリックします。［更新オプション選択］ダイアログボックスが開きます。

② レベルの更新を選択して OK をクリックします。



③ はい(Y) をクリックします。





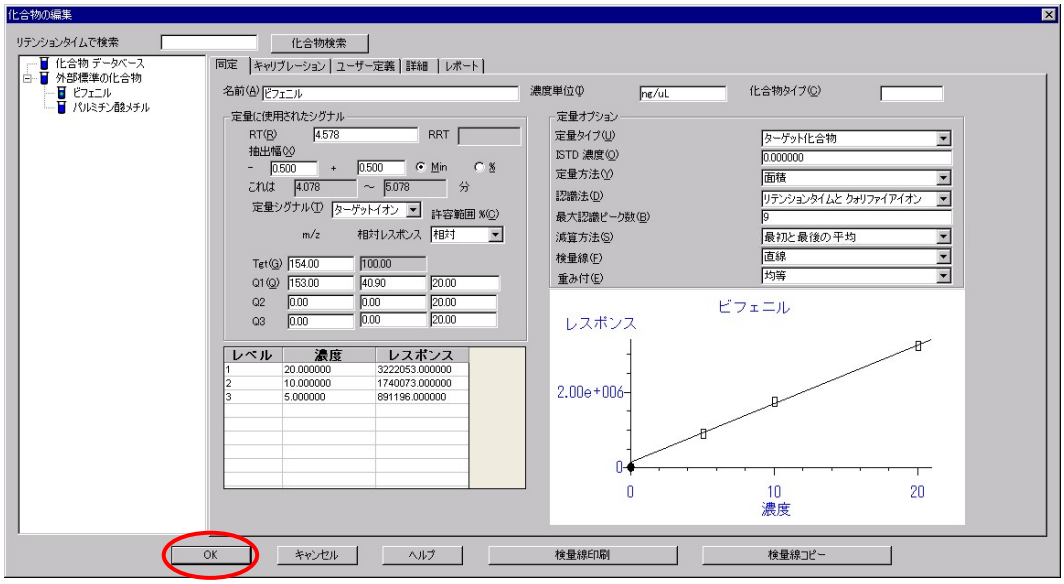
④　［レベル追加］を選択します。

⑤　［化合物濃度］に 5 を入力します。

⑥　［レベル ID］に 3 を入力します。

⑦　更新(U) をクリックします。

3 点目のデータが追加された定量データベースが表示されます。



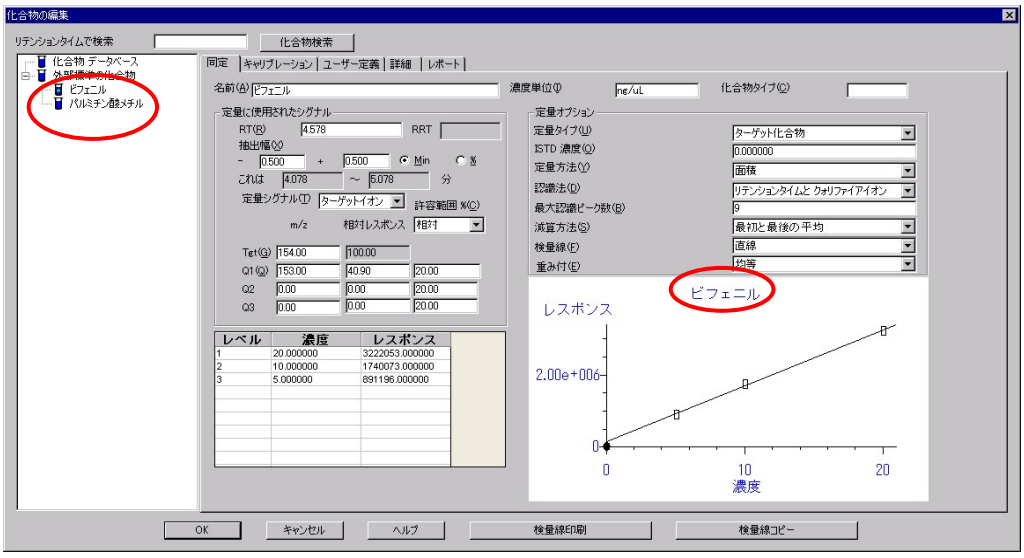
⑧　OK をクリックします。

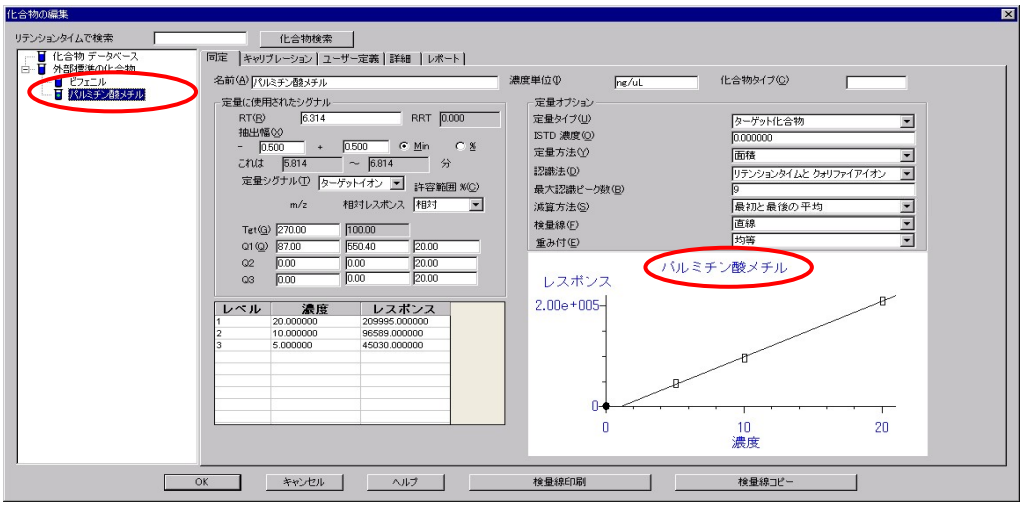
9章－4　定量データベースの確認

定量データベースの内容を確認します。

（1）（化合物の編集アイコン）をクリックします。メニューの場合には［キャリブレーション］－［化合物編集］をクリックします。［化合物の編集］ダイアログボックスが開きます。

（2）ツリーから確認したい化合物をクリックするとその化合物の情報が確認できます。

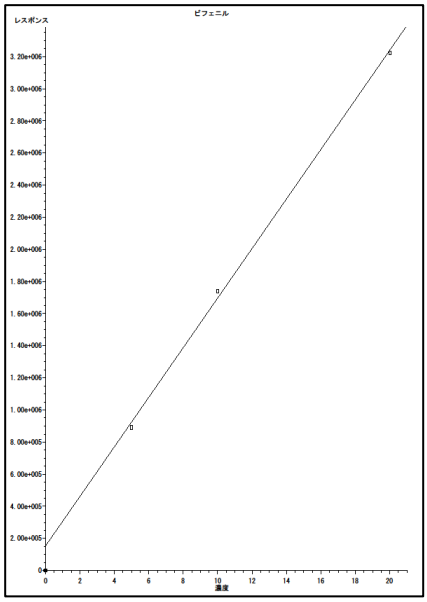


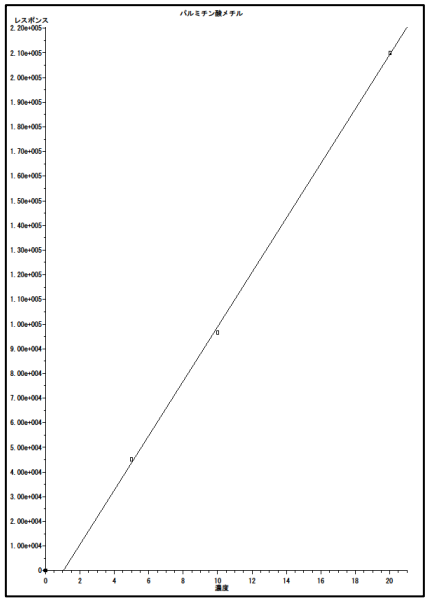


(3) 検量線の印刷

検量線印刷 をクリックすると検量線を印刷することができます。

＜検量線の印刷例＞

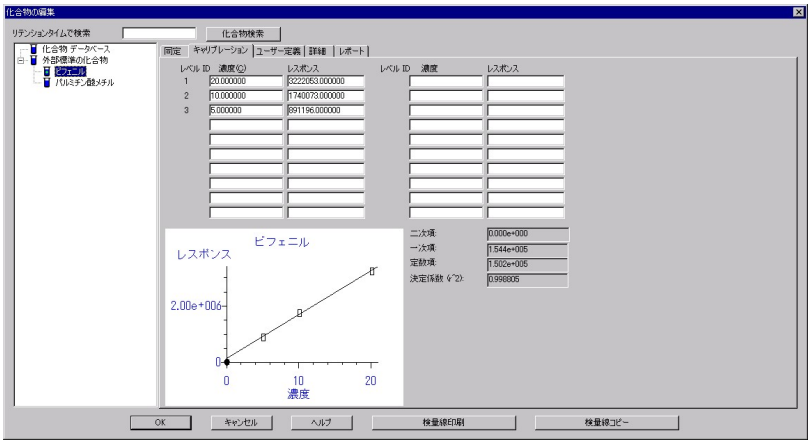




(4) その他のタブ

① ［キャリブレーション］タブ

濃度、レスポンス、検量線方程式の定数項が表示されます。



② ［詳細］タブ

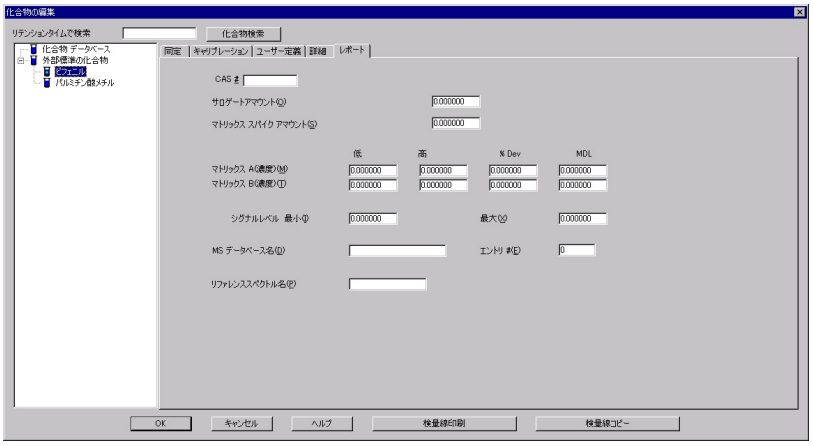
面積補正マス、補正ファクター、および積分パラメータファイルが表示されます。［加算］チェックボックスを選択すると、定量時にそのクオリファイアイオンのレスポンスをターゲットイオンのレスポンスに追加することができます。



注意

クオリファイアイオンのレスポンスを追加して定量させる場合には、［同定］タブの［減算方法］で［拡張面積定量］を選択しておく必要があります。

③ ［レポート］タブ

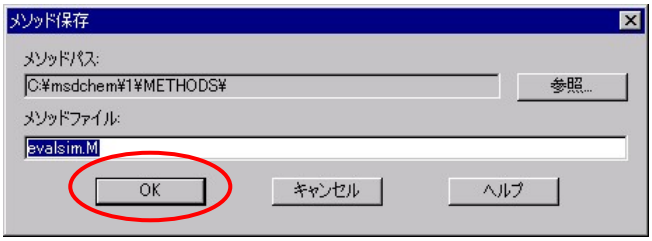


9章－5　定量データベースの保存

定量データベースの内容は、メソッドファイルに保存されます。

（1）（メソッド保存アイコン）をクリックします。メニューから選択する場合は［メソッド］－［メソッド保存］をクリックします。

（2）メソッド名を確認し、OK をクリックします。



9章－6　内部標準法の定量データベース作成方法

この項目では下記の化合物情報を定量データベースに登録し、内部標準法の検量線を作成する方法について説明しています。

定量データベース条件

#	内部標準（IS）	化合物 1	化合物 2
名前	ドデカン	ビフェニル	パルミチン酸メチル
リテンションタイム	約 3.7min	約 4.5min	約 6.3min
ターゲットイオン	m/z 170	m/z 154	m/z 270
クオリファイアイオン	m/z 85	m/z 153	m/z 87

検量線のレベルと濃度

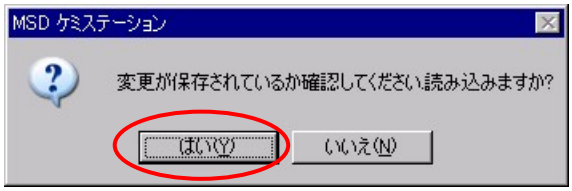
	データファイル名	内部標準（IS）濃度	IS 以外の化合物濃度
レベル 1	SIM01.D	10 ng/uL	20 ng/uL
レベル 2	SIM02.D	10 ng/uL	10 ng/uL
レベル 3	SIM03.D	10 ng/uL	5 ng/uL

(1)　メソッドの読み込みと保存

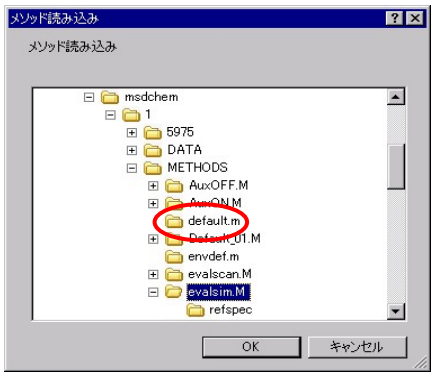
① （メソッド読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合は［メソッド］－［メソッド読み込み］をクリックします。

② 確認メッセージが表示されたら

をクリックします。



③　default.M を選択し、OK をクリックします。



④　（メソッド保存アイコン）をクリックします。メニューから選択する場合は［メソッド］－［メソッド保存］をクリックします。

⑤　メソッドファイルに適宜名前を入力し（例では［evalsimIS］）OK をクリックします。

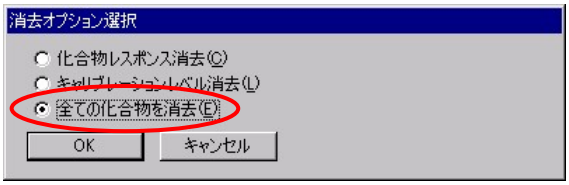


(2)　検量線の消去

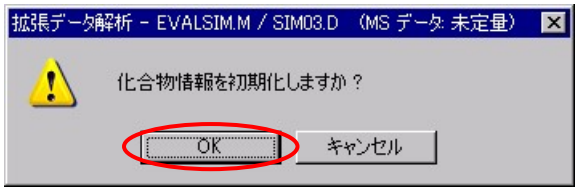
①　［キャリブレーション］メニューの［消去］をクリックして［消去オプション選択］ダイアログボックスを開きます。



② ［全ての化合物を消去］を選択して OK をクリックします。



③ 化合物初期化の確認メッセージが表示されるので OK をクリックします。

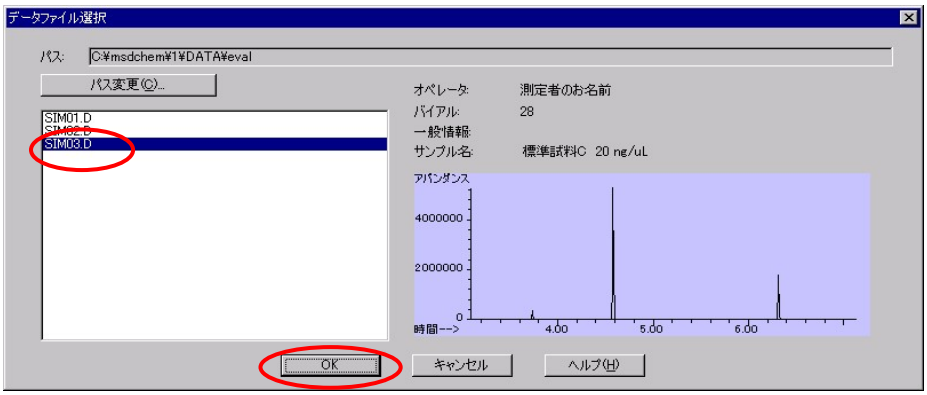


(3) データファイルの読み込み

最も高い濃度の標準試料データファイル（標準試料 C 20ng/uL）を読み込みます。

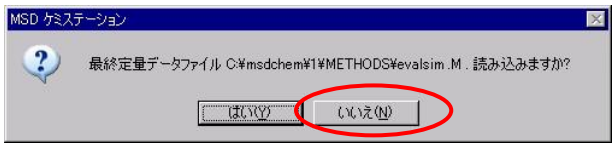
① （データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合には［ファイル］－［データファイル読み込み］をクリックします。

② パスを eval フォルダに変更し、データファイル SIM03.D を選択します。

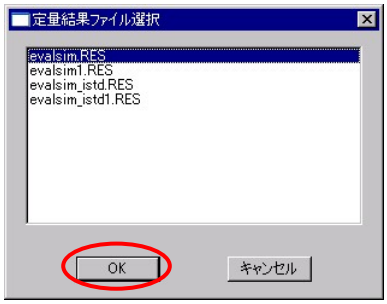


③ OK をクリックしてデータを読み込みます。

④　読み込んだデータファイルが別のメソッドを使用して定量されたことがある場合、そのメソッドを読み込むかどうか確認のメッセージが表示されます。
[いいえ(N)]をクリックします。



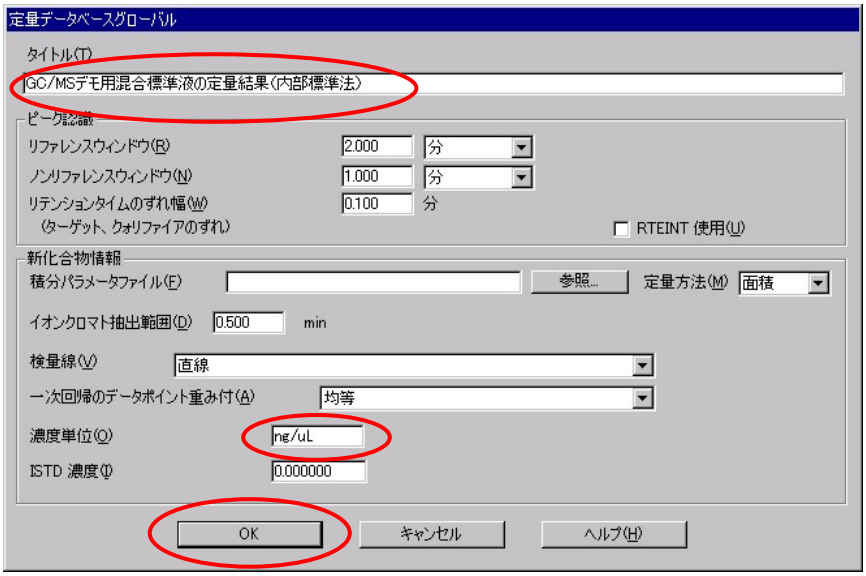
⑤　同様に定量結果が複数存在する場合、どの結果を読み込ませるか選択します。
今回はどの結果を選択してもかまいません。デフォルトの状態で[OK]をクリックします。



(4) （定量のセットアップアイコン）をクリックします。メニューの場合には［キャリブレーション］－［定量データベース設定］をクリックし、［定量データベースグローバル］ダイアログボックスを開きます。

［定量データベースグローバル］ダイアログボックスでは検量線全般に関する設定を実施します。

① ［タイトル］欄に定量データベースの名前を入力します。例では［GC/MS デモ用混合標準液の定量結果（内部標準法）］と入力しています。

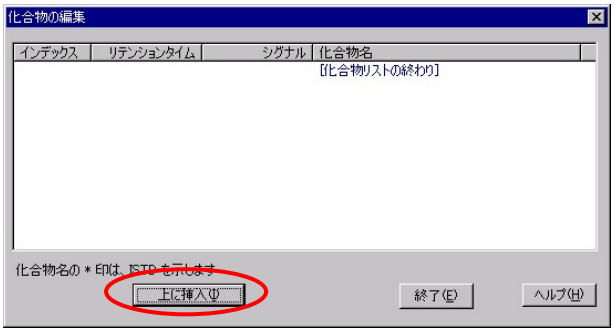


② ［濃度単位］に［ng/uL］を入力します。

③ OK をクリックします。

（5） 化合物の編集の開始

上に挿入(I)をクリックします。



注意

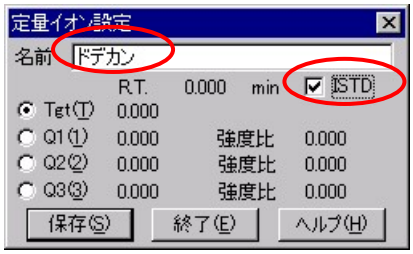
ここに表示される化合物リストで［＊］印が付いているものは内部標準物質（ISTD）を示します。また、［＊］印の化合物の下にリストされる化合物がその ISTD を使用して定量されます。

（6） 内部標準物質の登録

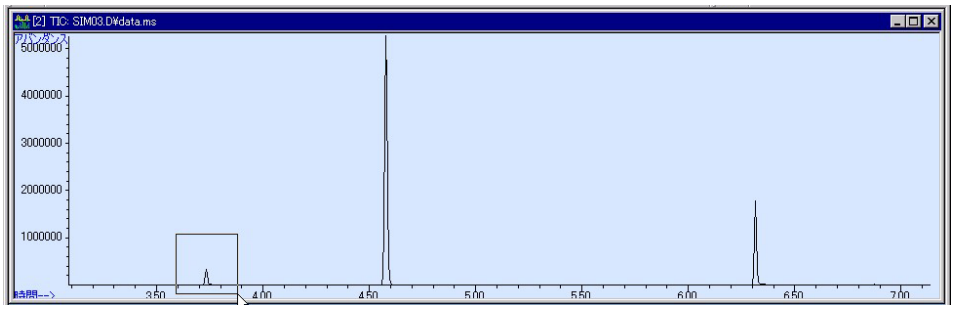
化合物は登録順に化合物リストに追加されます。定量するピークを登録する前に、まず内部標準物質を定量データベースに登録します。

① 定量イオン設定ダイアログボックスに化合物名［ドデカン］を入力します。

② ［ISTD］にチェックを入れます。

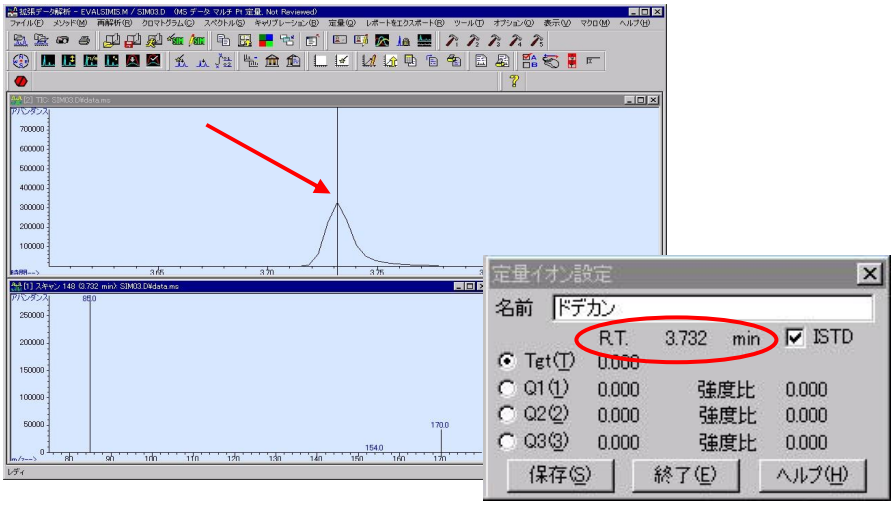


TIC でピークをズームインします。内部標準物質のドデカンは 1 本目、リテンションタイム 3.7min 付近のピークです。

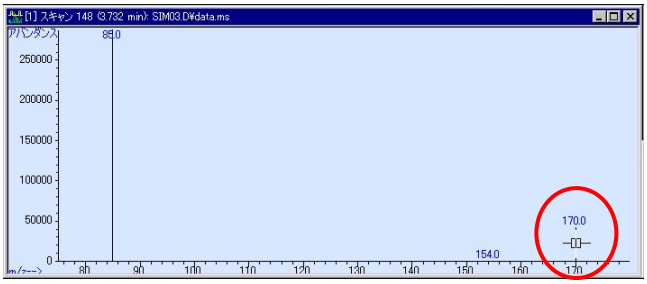


③　ピークの頂点でスペクトルを取り出します（右ダブルクリック）。

［定量イオン設定］ダイアログボックスの［R.T.］にリテンションタイムが入力されます。

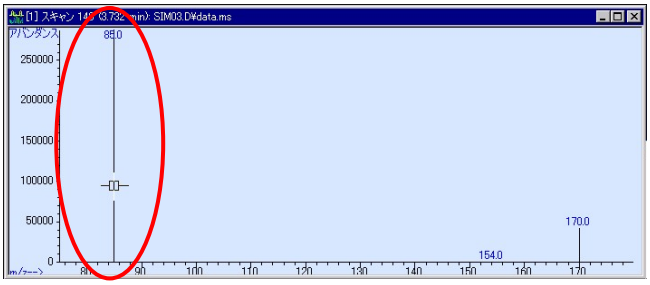


④　［定量イオン設定］ダイアログボックスで［Tgt］が選択されていることを確認します。ドデカンのターゲットイオン m/z 170 にカーソルを合わせ、マウスの左右のボタンを同時に 1 回クリックします。



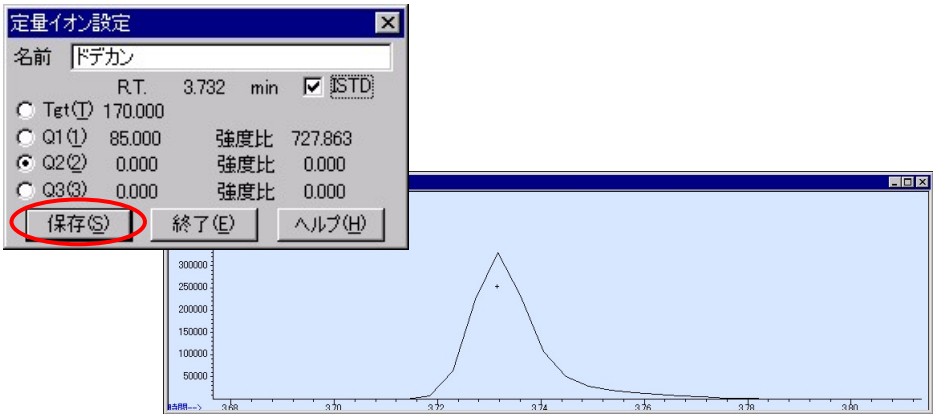
この操作で［定量イオン設定］ダイアログボックスの［Tgt］にイオン m/z 170 が登録されます。

⑤　同様にしてビフェニルのクオリファイアイオン m/z 85 にカーソルを合わせ、マウスの左右のボタンを同時に 1 回クリックします。



この操作で［定量イオン設定］ダイアログボックスの［Q1］にイオン m/z 85 が登録されます。

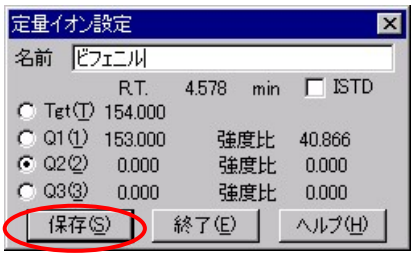
⑥　［定量イオン設定］ダイアログボックスの 保存(S) をクリックします。

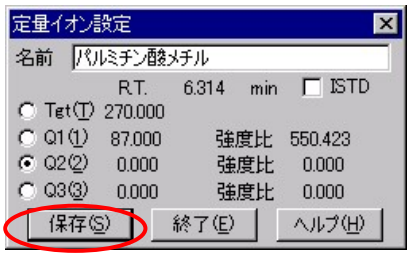


定量データベースに登録されたドデカンのピークには[+]マークが付きます。

（7）　ビフェニルおよびパルミチン酸メチルの登録

ページ9－10から9－15を参照してビフェニル、およびパルミチン酸メチルを定量データベースに登録します。



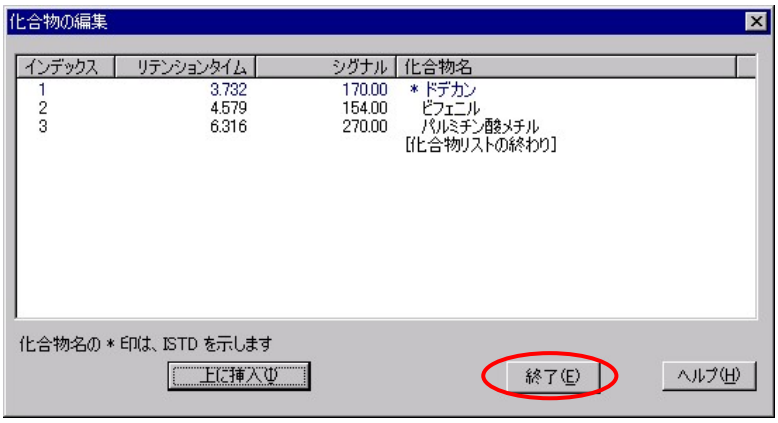


（8）　［定量イオン設定］ダイアログボックスがクリアされたら 終了(E) をクリックします。



（9）　化合物の編集の終了

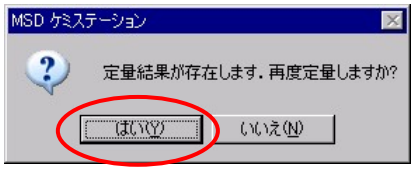
①　化合物の編集画面に戻るので、再度 終了(E) をクリックします。



注意

ここに表示される化合物リストで［＊］印が付いているものは内部標準物質（ISTD）を示します。［＊］印の下にリストされているピークのみが、その ISTD を使用して定量されます。内部標準物質より前に登録された化合物は、外部標準物質として定量計算されます。

② 定量の確認メッセージが表示されるので はい(Y) をクリックします。

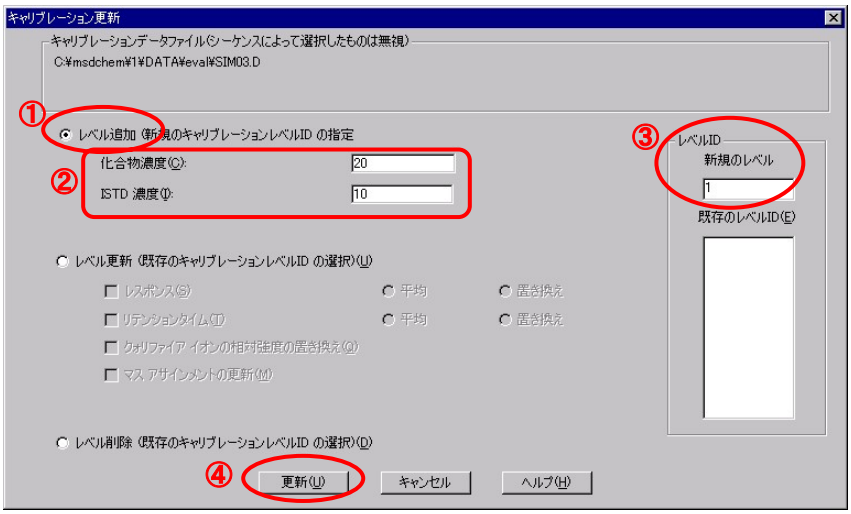


(10)　定量データベースの更新

① ［レベル追加］を選択します。

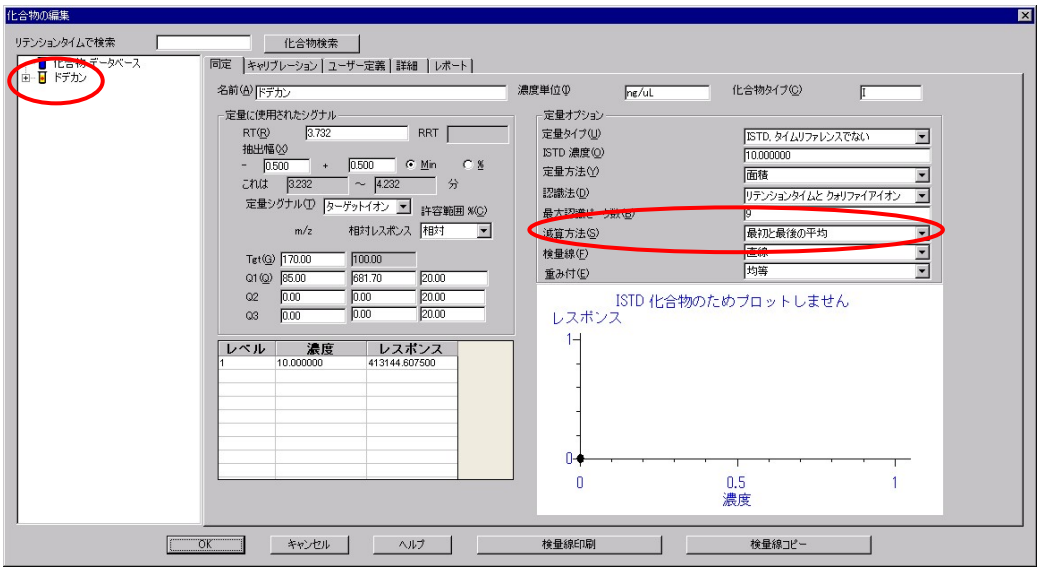
② ［化合物濃度］に 20、［ISTD 濃度］に 10 を入力します。

③ ［レベル ID］に 1 を入力します。



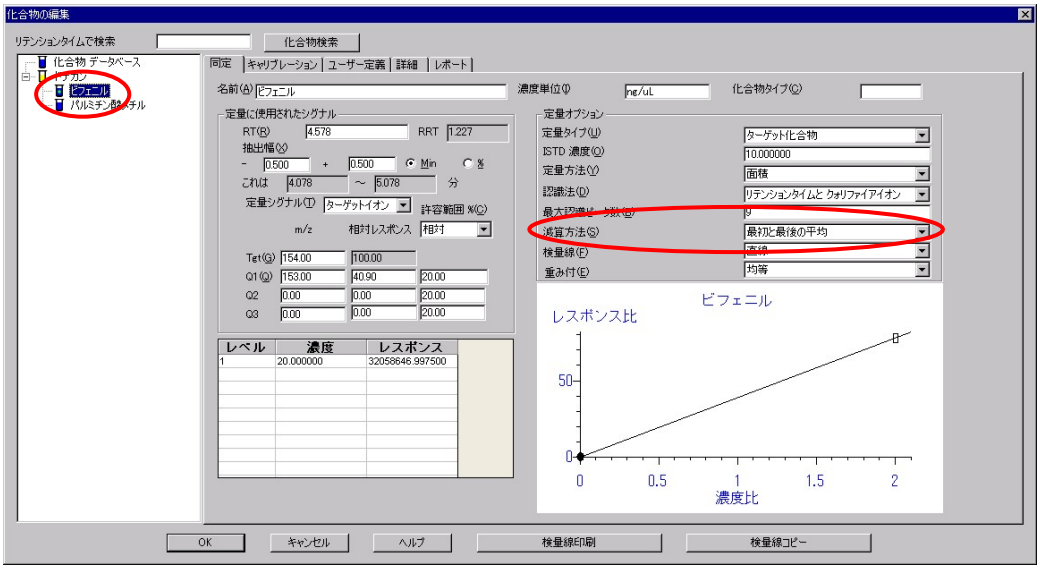
④ 更新(U) をクリックします。

1 点目のデータが入力された定量データベースが表示されます。

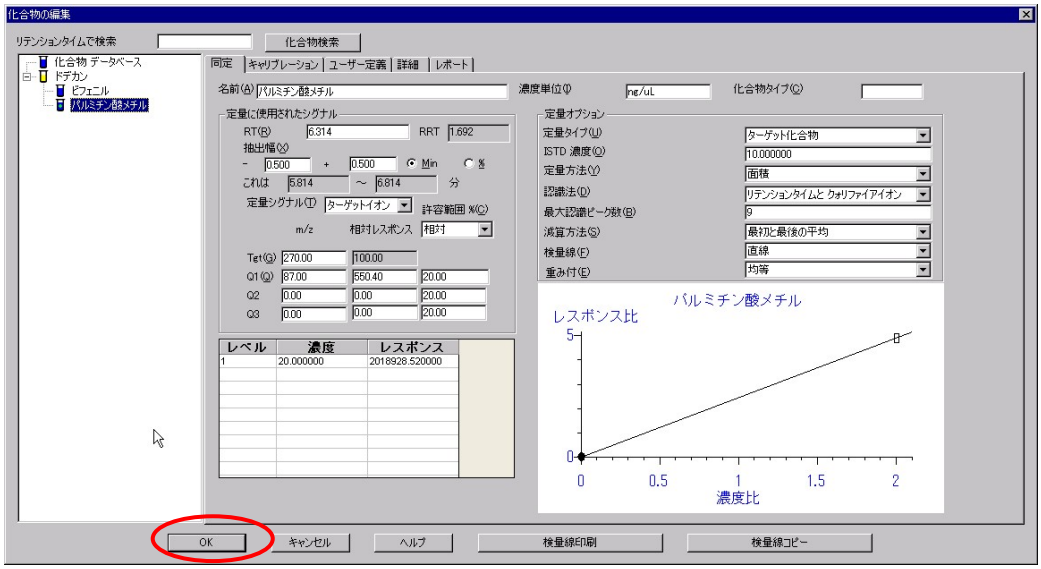


⑤　［同定］タブの［減算方法］で［最初と最後の平均］を選択します。

⑥　左側に表示されているドデカンの［+］をクリックしてドデカンを内部標準化合物とするその他のピークを表示させます。



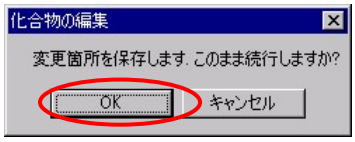
⑦　ビフェニルの［同定］タブの［減算方法］でも［最初と最後の平均］を選択します。



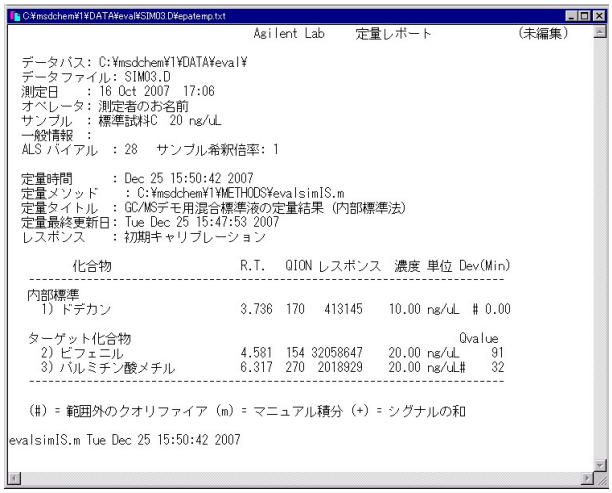
⑧　同様にしてパルミチン酸メチルの［同定］タブの［減算方法］でも［最初と最後の平均］を選択します。

⑨　OK をクリックします。

⑩　確認メッセージが表示されるので OK をクリックします。



⑪　マルチビューが起動してキャリブレーションレポートが表示されます。

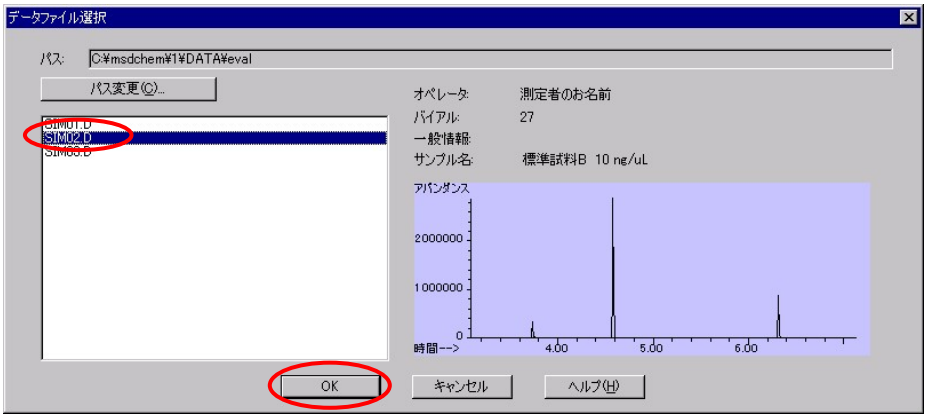


（11）　定量データベースに 2 点目を登録する（レベルの追加）

定量データベースの検量線に 2 点目（標準試料 B 10ng/uL）の濃度レベルを登録します。

① （データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合は［ファイル］－［データファイル読み込み］をクリックします。

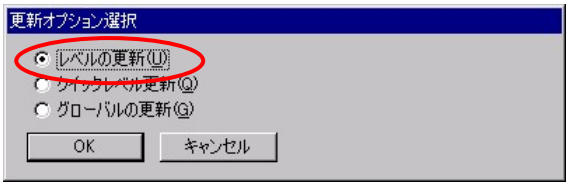
② データファイル SIM02.D を選択します。



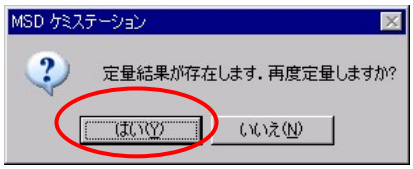
③ OK をクリックしてデータを読み込みます。

④ （キャリブレーションの更新アイコン）をクリックします。メニューの場合には［キャリブレーション］－［更新］をクリックします。［更新オプション選択］ダイアログボックスが開きます。

⑤　レベルの更新を選択して OK をクリックします。



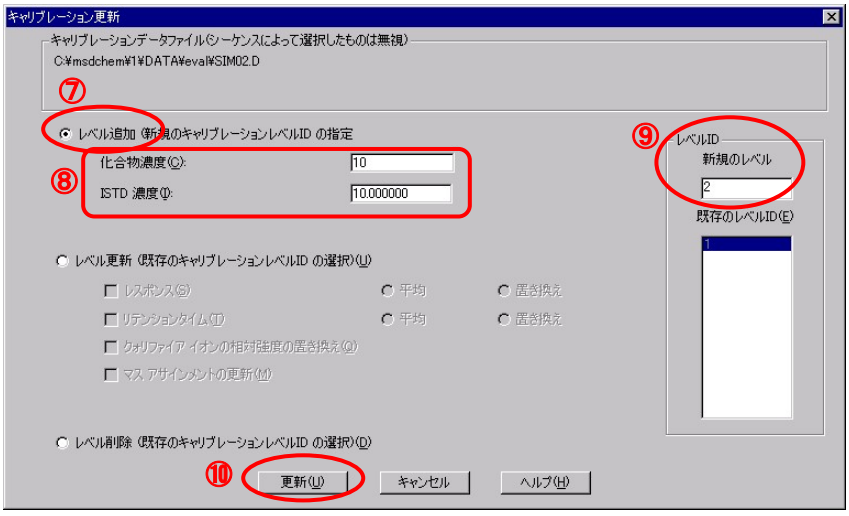
⑥　下記のメッセージが表示された場合には、はい(Y) をクリックします。



⑦　［レベル追加］を選択します。

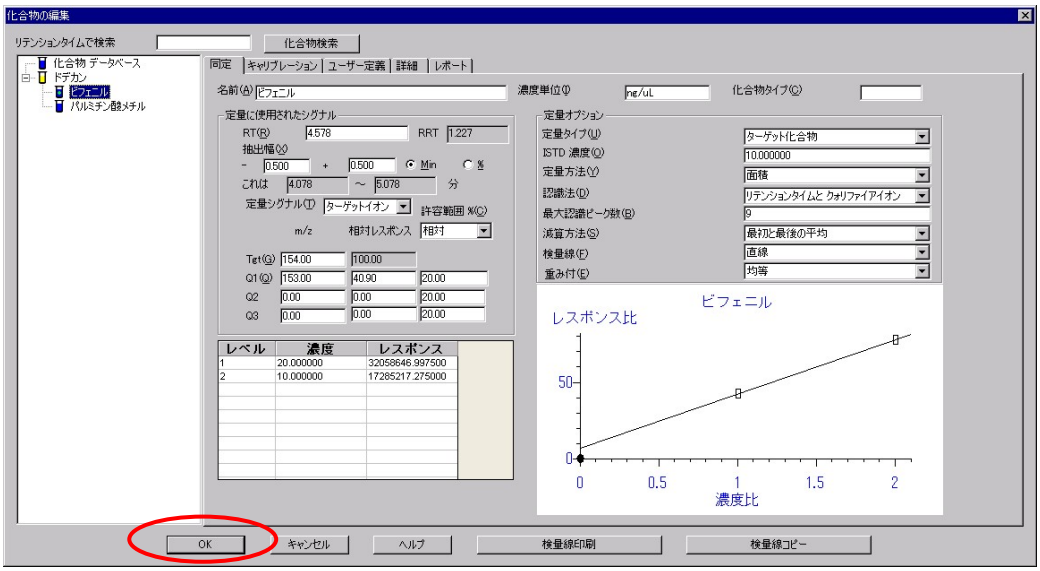
⑧　［化合物濃度］に 10、［ISTD 濃度］に 10 を入力します。

⑨　［レベル ID］に 2 を入力します。



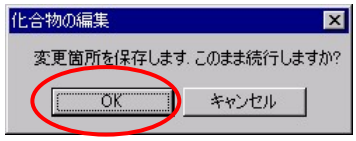
⑩　更新(U) をクリックします。

⑪　２点目のデータが追加された定量データベースが表示されます。



⑫　OK をクリックします。

⑬　変更の確認メッセージが表示されるので再度 OK をクリックします。

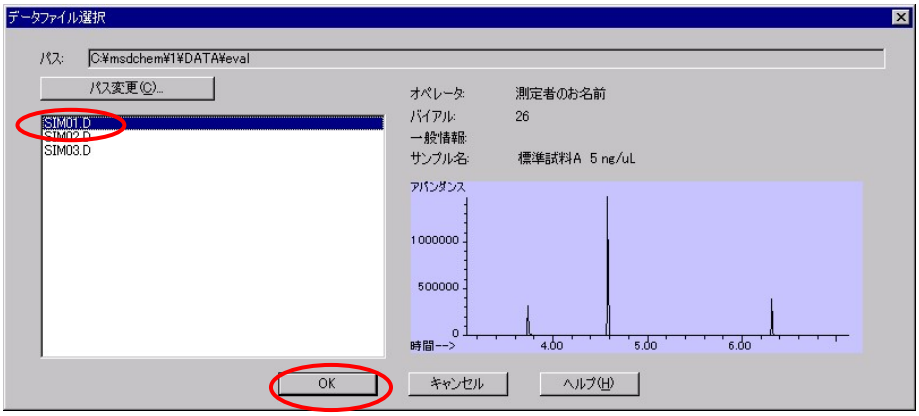


(12)　定量データベースに 3 点目を登録する（レベルの追加）

定量データベースの検量線に 3 点目（標準試料 A 5ng/uL）の濃度レベルを登録します。

① （データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合は［ファイル］－［データファイル読み込み］をクリックします。

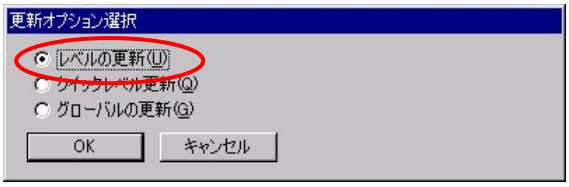
② データファイル SIM01.D を選択します。



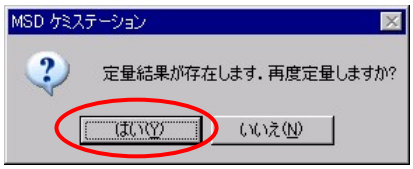
③ OK をクリックしてデータを読み込みます。

④ （キャリブレーションの更新アイコン）をクリックします。メニューの場合には［キャリブレーション］－［更新］をクリックします。［更新オプション選択］ダイアログボックスが開きます。

⑤　レベルの更新を選択して OK をクリックします。



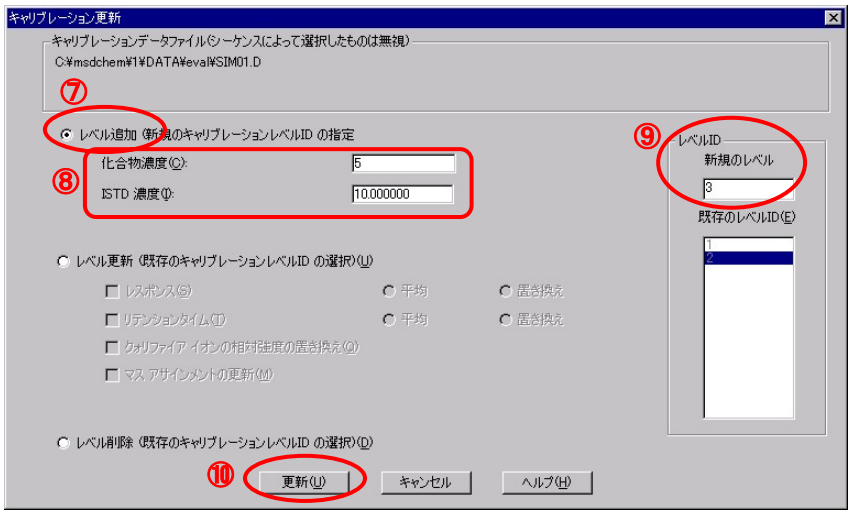
⑥　下記のメッセージが表示された場合には、はい(Y) をクリックします。



⑦　［レベル追加］を選択します。

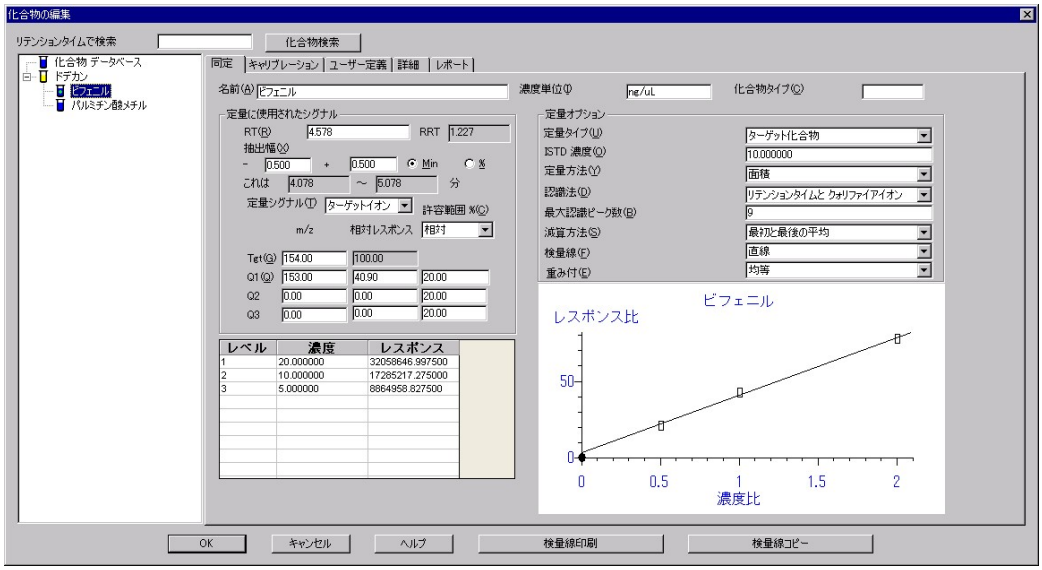
⑧　［化合物濃度］に 5、［ISTD 濃度］に 10 を入力します。

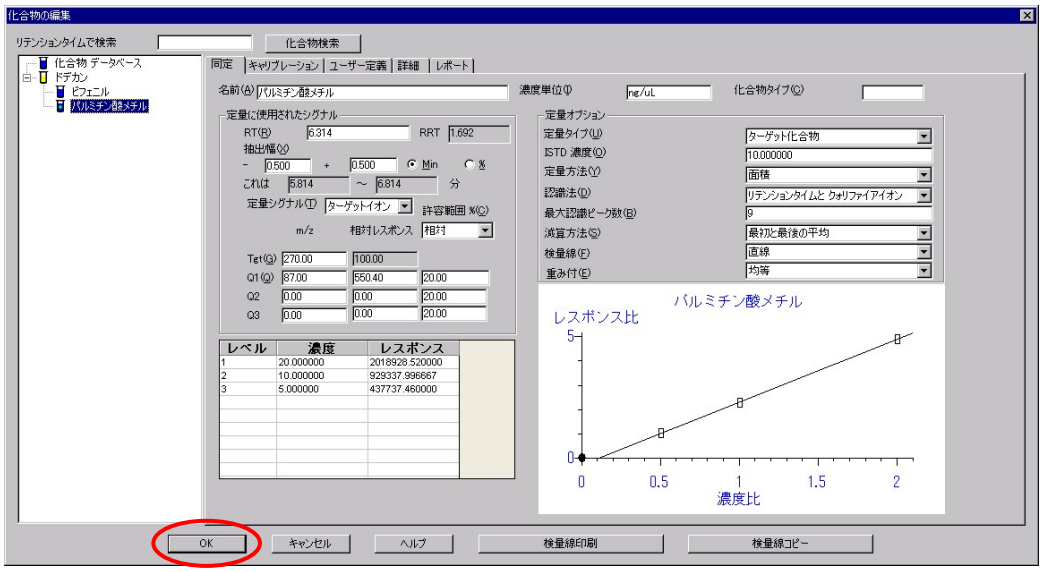
⑨　［レベル ID］に 3 を入力します。



⑩　更新(U) をクリックします。

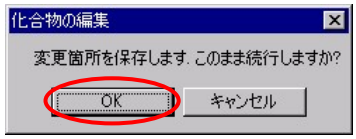
⑪　３点目のデータが追加された定量データベースが表示されます。





⑫　OK をクリックします。

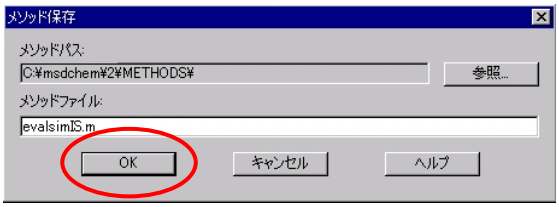
⑬　変更の確認メッセージが表示されるので再度 OK をクリックします。



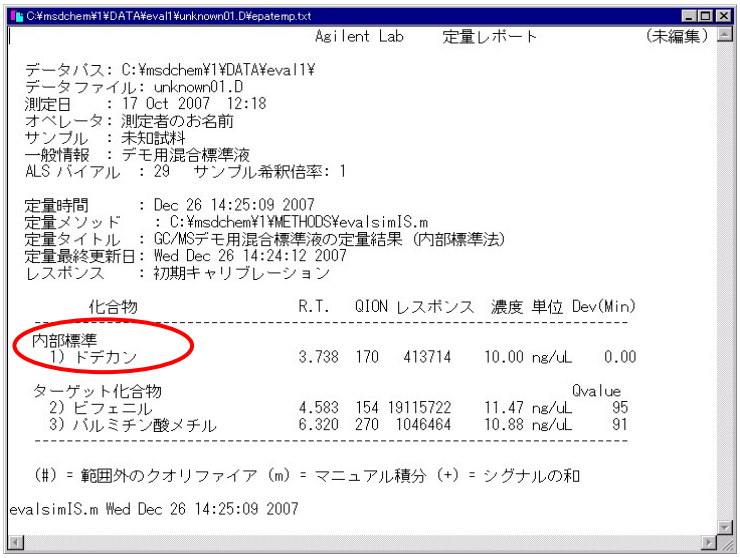
（13）　メソッドの保存

① （メソッド保存アイコン）をクリックします。メニューから選択する場合は［メソッド］－［メソッド保存］をクリックします。

② メソッドファイルを確認、または入力し（例では［evalsimIS］）OK をクリックします。



（14）　定量レポート例
レポートの出力方法については第 10 章を参照します。



C:¥msdchem¥1¥DATA¥eval1¥unknown01.D¥epatemp.txt

```
                                Agilent Lab      定量レポート                (未編集)

データパス: C:¥msdchem¥1¥DATA¥eval1¥
データファイル: unknown01.D
測定日     : 17 Oct 2007  12:18
オペレータ: 測定者のお名前
サンプル   : 未知試料
一般情報   : デモ用混合標準液
ALS バイアル  : 29   サンプル希釈倍率: 1

定量時間       : Dec 26 14:25:09 2007
定量メソッド     : C:¥msdchem¥1¥METHODS¥evalsimIS.m
定量タイトル   : GC/MSデモ用混合標準液の定量結果 (内部標準法)
定量最終更新日: Wed Dec 26 14:24:12 2007
レスポンス     : 初期キャリブレーション

          化合物                    R.T.   QION レスポンス   濃度 単位 Dev(Min)
-------------------------------------------------------------------------------
内部標準
  1) ドデカン                     3.738  170   413714    10.00 ng/uL    0.00

ターゲット化合物                                                      Qvalue
  2) ビフェニル                   4.583  154 19115722    11.47 ng/uL      95
  3) パルミチン酸メチル           6.320  270  1046464    10.88 ng/uL      91
-------------------------------------------------------------------------------

  (#) = 範囲外のクオリファイア (m) = マニュアル積分 (+) = シグナルの和

evalsimIS.m Wed Dec 26 14:25:09 2007
```

9章－7　拡張データ解析画面の終了

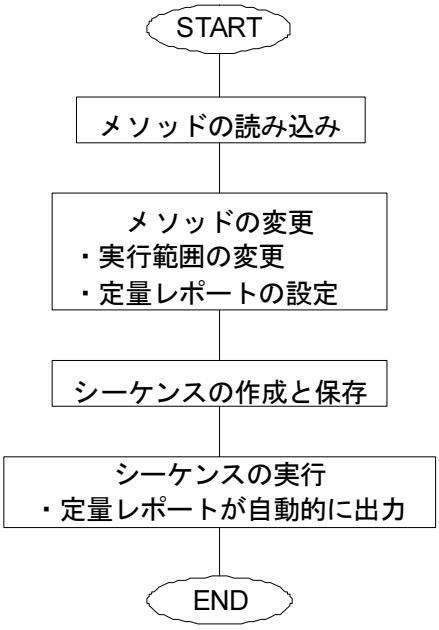
［ファイル］メニューの［終了］をクリックし、［拡張データ解析］画面を終了します。

第10章
未知サンプルの定量と
レポートの作成

10 章－1 シーケンスを実行して定量レポートを作成・出力する 10－4
・メソッドの読み込み 10－4
・メソッドの変更 10－4
・シーケンスの作成 10－7
・シーケンスの保存 10－8
・シーケンスの実行 10－9
10 章－2 データ解析画面を使用して定量レポートを作成する 10－11
・解析画面の起動 10－11
・メソッドの読み込み 10－12
・データファイルの読み込み 10－13
・定量レポートの作成 10－13

＜未知サンプルの定量とレポートの作成＞

本章では、シーケンスを利用して濃度未知のサンプルを測定し、定量計算を行ってそのレポートを作成・出力する方法について説明しています。



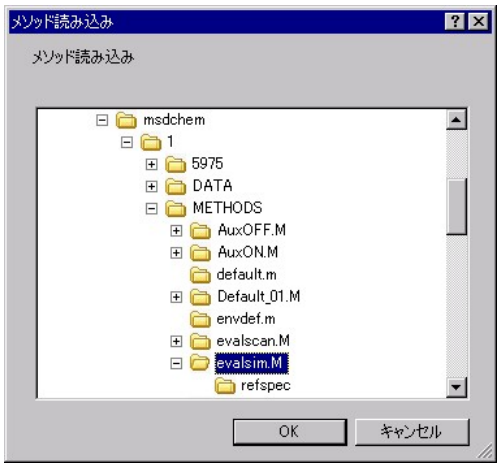
本章には、下記についての説明も含まれています。
・データ解析を使用して測定済みデータの定量レポート（詳細スタイル）を作成する方法

10章－1 シーケンスを実行して定量レポートを作成・出力する

(1) メソッドの読み込み

① （メソッド読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合は［メソッド］－［メソッドの読み込み］をクリックします。

② evalsim.M を選択し、OK をクリックします。



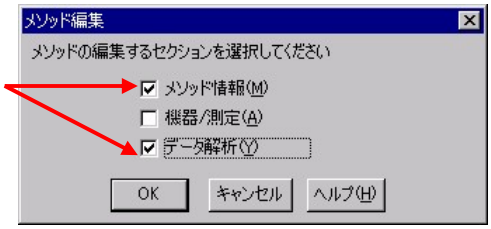
(2) メソッドの変更

メソッド実行範囲の変更と、定量レポートの設定を実施してメソッドに定量レポート（報告書）を組み込みます。

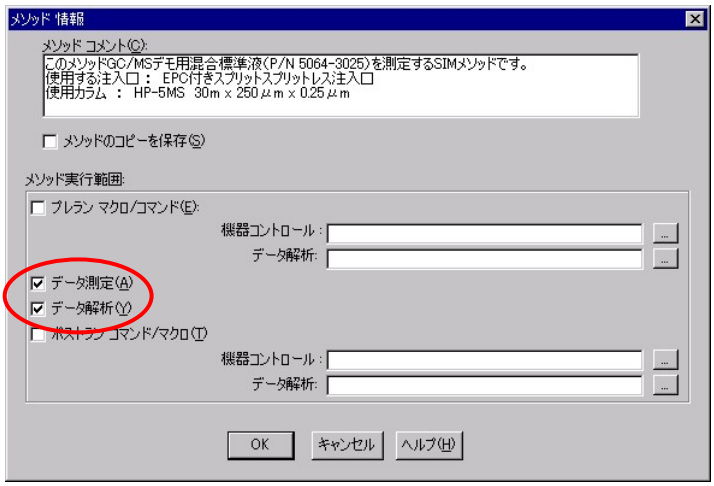
① （メソッド全体の編集アイコン）をクリックします。メニューから選択する場合は［メソッド］－［メソッド全体の編集］をクリックします。［メソッド編集］ダイアログボックスが開きます。

② ［メソッド情報］と［データ解析］をチェックし、機器/測定のチェックを外します。

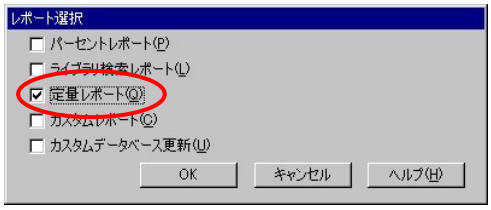
③ OK をクリックします。



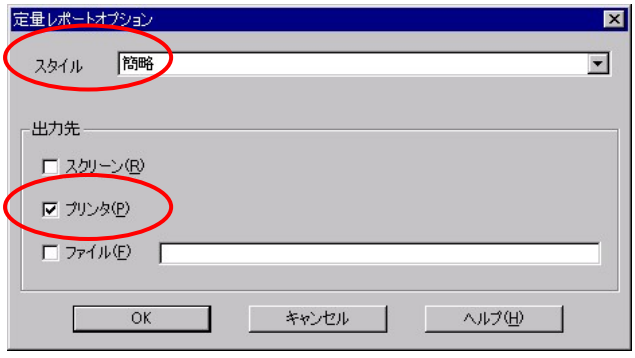
④　［データ測定］と［データ解析］にチェックをします。その他のチェックボックスはオフにして OK をクリックします。



⑤　［定量レポート］にチェックをし、その他のチェックボックスはオフにして OK をクリックします。



⑥　スタイルは［簡略］を選択します。



⑦　出力先は［プリンタ］のみにします。

⑧　OK をクリックします。

⑨　印刷に使用するプリンタを選び 選択 をクリックします。



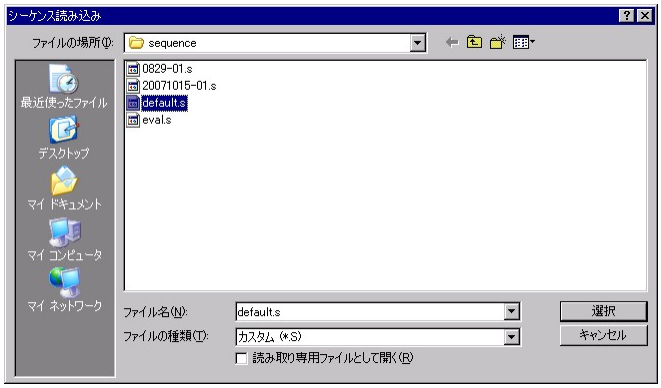
⑩　メソッドファイル名を確認して OK をクリックします。



(3)　シーケンスの作成

①　（シーケンス読み込みアイコン）をクリックします。メニューを使用する場合は［シーケンス］－［シーケンスの読み込み］をクリックします。

②　[default.s]を選び、選択をクリックします。



③　（シーケンスの編集アイコン）をクリックします。メニューを使用する場合は［シーケンス］－［シーケンスの編集］をクリックします。

④　サンプルログテーブルで次のとおり 1 行のシーケンスを作成します。

シーケンス設定	
タイプ	：サンプル
バイアル	：未知サンプルのバイアル番号を入力
データファイル名	：unknown01.D
メソッド	：evalsim.M
サンプル	：未知試料
コメント	：デモ用混合標準液

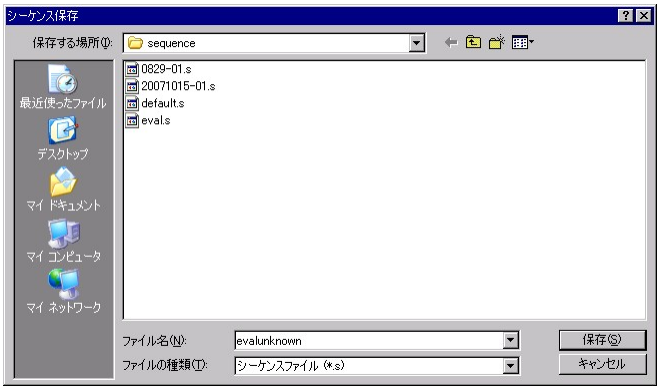


⑤　OK をクリックします。

（4）　シーケンスの保存

①　（シーケンスの保存アイコン）をクリックします。メニューを使用する場合は［シーケンス］－［名前を付けてシーケンス保存］をクリックします。

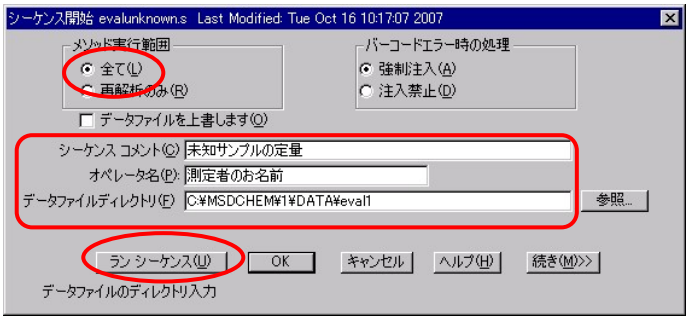
②　ファイル名に evalunknown と入力し、OK をクリックします。



(5)　シーケンスの実行

①　（シーケンスの実行アイコン）をクリックします。メニューを使用する場合には［シーケンス］－［シーケンスの実行］をクリックします。

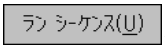
②　メソッドの実行範囲は［全て］を選択します。



③　シーケンスコメントに［未知サンプルの定量］と入力します。

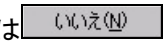
④　名前を入力します。

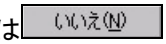
⑤　データファイルディレクトリに、C:¥MSDCHEM¥1¥DATA¥**eval1** と入力します。

⑥　

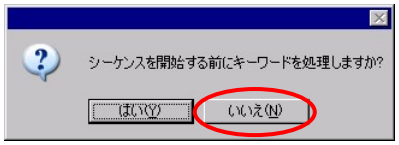
をクリックしてシーケンスを開始します。

⑦　シーケンステーブルのコメント/キーワード欄にコメントが入力されていると、シーケンス開始時に以下のメッセージが一回表示されます。必要に応じて

または

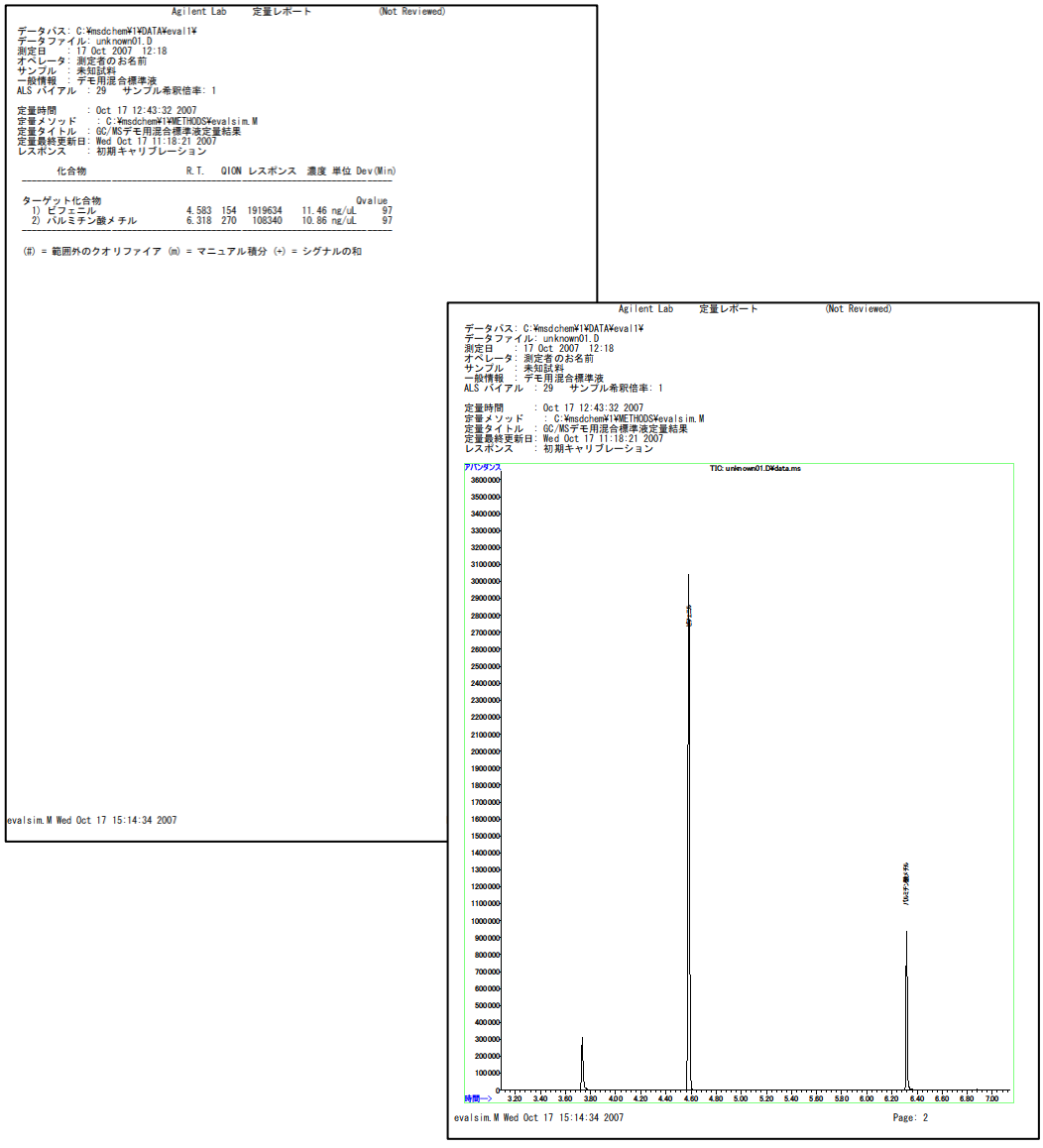
をクリックします。今回は

をクリックします。



分析終了後、自動的に定量レポートが印字されます。

＜定量レポート（簡略スタイル）の例＞



Agilent Lab　定量レポート　(Not Reviewed)

データパス: C:¥msdchem¥1¥DATA¥eval1¥
データファイル: unknown01.D
測定日　: 17 Oct 2007 12:18
オペレータ: 測定者のお名前
サンプル　: 未知試料
一般情報　: デモ用混合標準液
ALS バイアル　: 29　サンプル希釈倍率: 1

定量時間　: Oct 17 12:43:32 2007
定量メソッド　: C:¥msdchem¥1¥METHODS¥evalsim.M
定量タイトル　: GC/MSデモ用混合標準液定量結果
定量最終更新日: Wed Oct 17 11:18:21 2007
レスポンス　: 初期キャリブレーション

化合物	R.T.	QION	レスポンス	濃度	単位	Dev(Min)
ターゲット化合物						Qvalue
1) ビフェニル	4.583	154	1919634	11.46	ng/uL	97
2) パルミチン酸メチル	6.318	270	108340	10.86	ng/uL	97

(#) = 範囲外のクオリファイア (m) = マニュアル積分 (+) = シグナルの和

evalsim.M Wed Oct 17 15:14:34 2007

Agilent Lab　定量レポート　(Not Reviewed)

データパス: C:¥msdchem¥1¥DATA¥eval1¥
データファイル: unknown01.D
測定日　: 17 Oct 2007 12:18
オペレータ: 測定者のお名前
サンプル　: 未知試料
一般情報　: デモ用混合標準液
ALS バイアル　: 29　サンプル希釈倍率: 1

定量時間　: Oct 17 12:43:32 2007
定量メソッド　: C:¥msdchem¥1¥METHODS¥evalsim.M
定量タイトル　: GC/MSデモ用混合標準液定量結果
定量最終更新日: Wed Oct 17 11:18:21 2007
レスポンス　: 初期キャリブレーション

evalsim.M Wed Oct 17 15:14:34 2007　Page: 2

10章－2 データ解析画面を使用して定量レポートを作成する

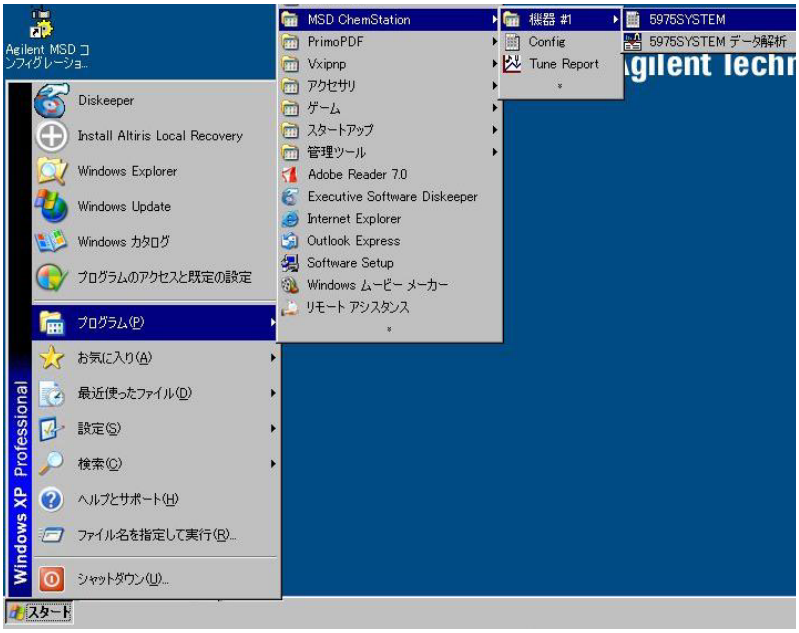
この項目では、データ解析画面から測定済みデータを読み込んで、定量レポートを詳細フォーマットで出力する方法について説明しています。

（1） 解析画面の起動

デスクトップ上のアイコン

をダブルクリックして［拡張データ解析］画面を起動します。

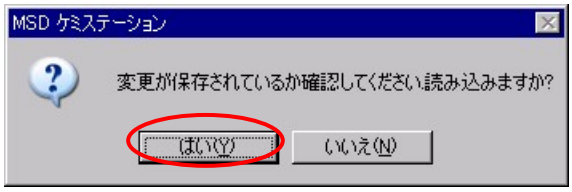
デスクトップ上にアイコンがない場合には、タスクバーの［スタート］ボタンから、［プログラム］－［MSD ChemStation］－［機器 #1］－［機器名 データ解析］を選択してソフトウェアを起動します。（［機器名 データ解析］は設定により異なります。下記の例では［5975SYSTEM データ解析］です。）



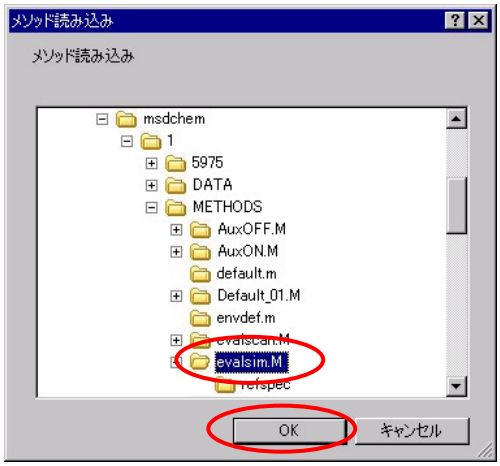
（2） メソッドの読み込み

① （メソッド読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合は［メソッド］－［メソッド読み込み］をクリックします。

② 確認メッセージが表示されたら[はい(Y)]をクリックします。



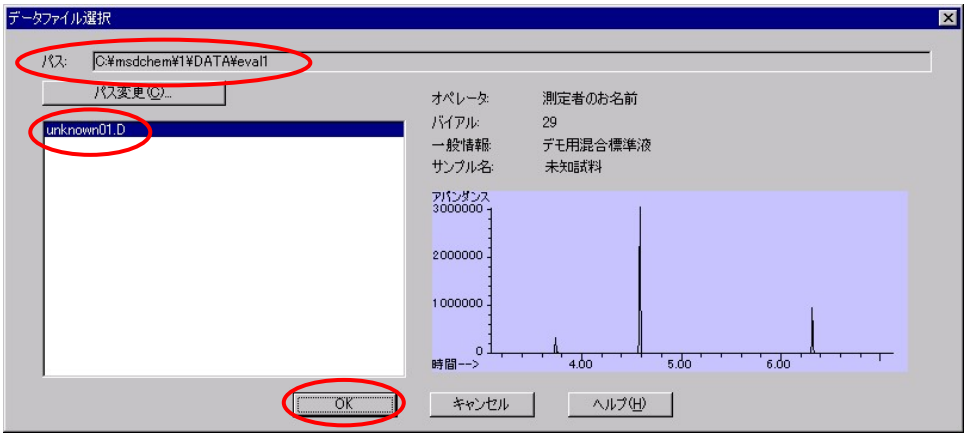
③ evalsim.M を選択し、[OK]をクリックします。



(3)　データファイルの読み込み

①　（データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合は［ファイル］－［データファイル読み込み］をクリックします。

②　パスを **eval1** フォルダに変更し、データファイル unknown01.D を選択します。



③　OK をクリックしてデータを読み込みます。

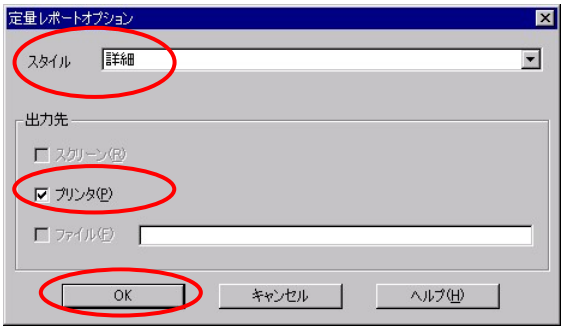
(4)　定量レポートの作成

①　（定量レポートの作成アイコン）をクリックします。メニューからの場合は［定量］－［レポート作成］をクリックします。

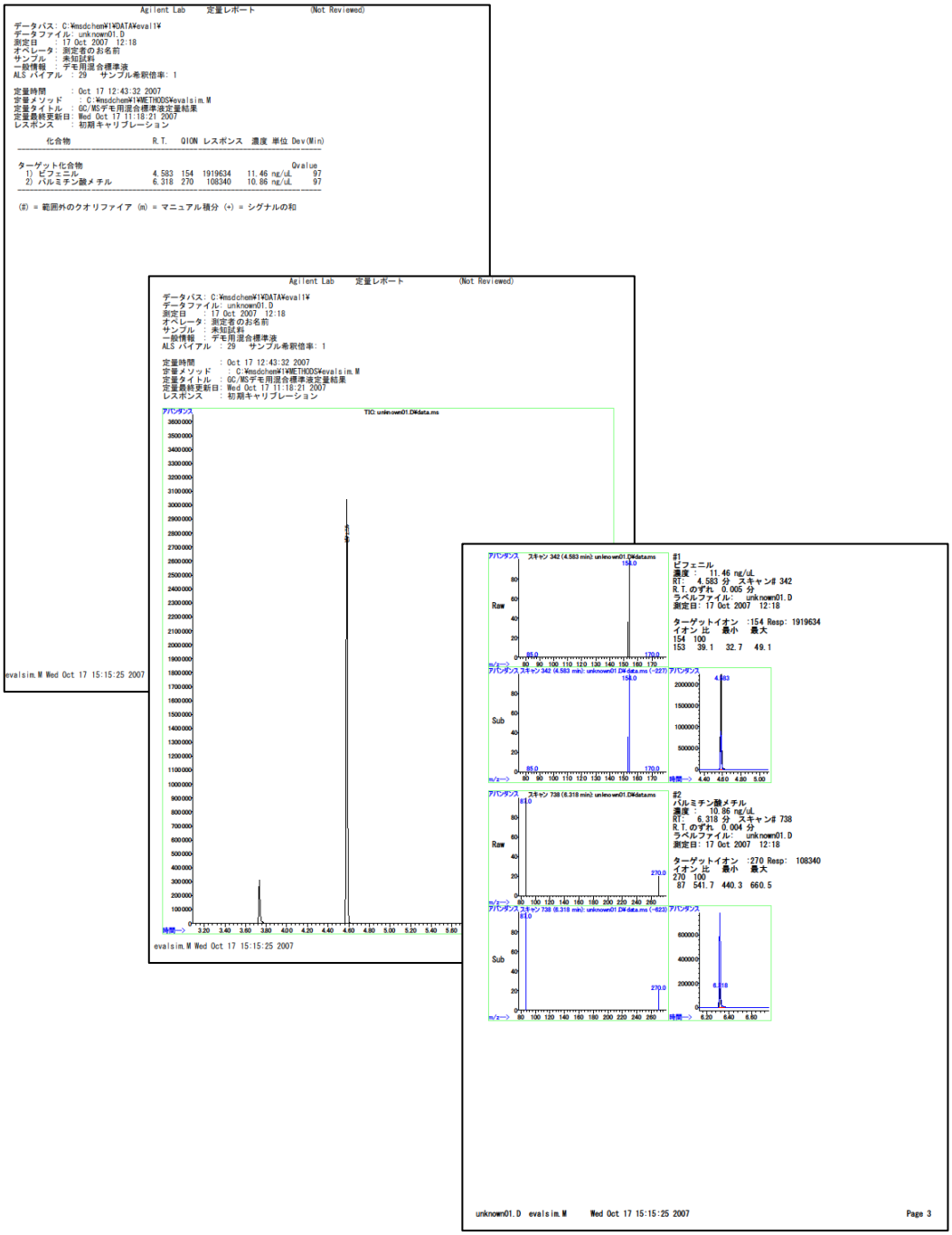
②　スタイルで［詳細］を選択します。

③　出力先で［プリンタ］にチェックを入れます。（プリンタのみ選択可能）

④　OK をクリックすると、レポートが出力されます。



＜定量レポート（詳細スタイル）の例＞



Agilent Lab　定量レポート　(Not Reviewed)

データパス: C:¥msdchem¥1¥DATA¥eval1¥
データファイル: unknown01.D
測定日　: 17 Oct 2007　12:18
オペレータ: 測定者のお名前
サンプル　: 未知試料
一般情報　: デモ用混合標準液
ALS バイアル　: 29　サンプル希釈倍率: 1

定量時間　　: Oct 17 12:43:32 2007
定量メソッド　: C:¥msdchem¥1¥METHODS¥evalsim.M
定量タイトル　: GC/MSデモ用混合標準液定量結果
定量最終更新日: Wed Oct 17 11:18:21 2007
レスポンス　: 初期キャリブレーション

化合物	R.T.	QION	レスポンス	濃度	単位	Dev(Min)
ターゲット化合物						Qvalue
1) ビフェニル	4.583	154	1919634	11.46	ng/uL	97
2) パルミチン酸メチル	6.318	270	108340	10.86	ng/uL	97

(#) = 範囲外のクオリファイア (m) = マニュアル積分 (+) = シグナルの和

evalsim.M Wed Oct 17 15:15:25 2007

TIC: unknown01.D¥data.ms

#1
ビフェニル
濃度　:　11.46 ng/uL
RT:　4.583 分　スキャン# 342
R.T. のずれ　0.005 分
ラベルファイル:　unknown01.D
測定日: 17 Oct 2007　12:18

ターゲットイオン　:154 Resp:　1919634
イオン 比　最小　最大
154　100
153　39.1　32.7　49.1

#2
パルミチン酸メチル
濃度　:　10.86 ng/uL
RT:　6.318 分　スキャン# 738
R.T. のずれ　0.004 分
ラベルファイル:　unknown01.D
測定日: 17 Oct 2007　12:18

ターゲットイオン　:270 Resp:　108340
イオン 比　最小　最大
270　100
87　541.7　440.3　660.5

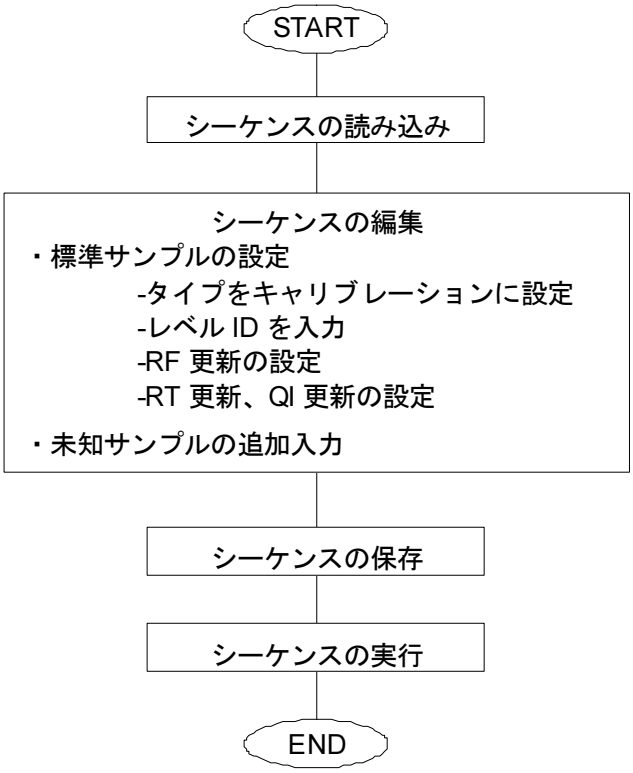
unknown01.D　evalsim.M　Wed Oct 17 15:15:25 2007　Page 3

第11章
リキャリブレーションと未知サンプルの定量

11 章－1 リキャリブレーション（検量線の更新）シーケンスの作成 11－4
11 章－2 リキャリブレーションシーケンスの実行 11－8
11 章－3 測定済みデータでリキャリブレーションを実施する方法 11－9

＜リキャリブレーションと未知サンプルの定量＞

本章では、シーケンスを使用することにより、定量データベース（検量線）の更新から未知サンプルの定量までを自動化する方法について説明しています。



本章には、下記についての説明も含まれています。
・データ解析を使用して測定済みデータからリキャリブレーションを実施する方法

下表のとおりシーケンスを作成し、1 つのシーケンス中で検量線の各レベルをリキャリブレーションし、続けて未知サンプルを測定して定量レポートを出力させます。

ライン	タイプ	サンプル名	使用メソッド	データファイル
1	キャリブレーション	標準試料 A　5ng/uL	evalsim.M	SIM01.D
2	キャリブレーション	標準試料 B 10ng/uL	evalsim.M	SIM02.D
3	キャリブレーション	標準試料 C 20ng/uL	evalsim.M	SIM03.D
4	サンプル	未知試料	evalsim.M	unknown02.D

シーケンス続き

ライン	レベル	RF 更新	RT 更新	QI 更新
1	3	置換	更新せず	更新せず
2	2	置換	更新せず	更新せず
3	1	置換	置換	置換
4	（未入力）	（未入力）	（未入力）	（未入力）

11章－1 リキャリブレーション（検量線の更新）シーケンスの作成

（1） シーケンスの読み込み

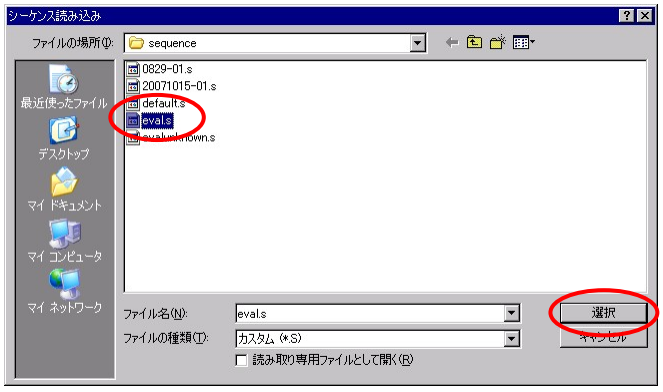
① タスクバーの

をクリックして、オンライン画面を表示します。

② （シーケンスの読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合は［シーケンス］－［シーケンスの読み込み］をクリックします。

③ ［eval.s］を選択します。

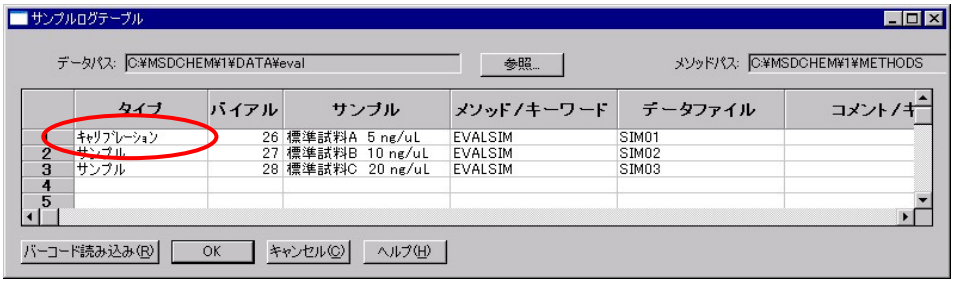
④ 選択 をクリックします。



(2) シーケンスにリキャリブレーションを設定する

① （シーケンスの編集アイコン）をクリックします。メニューからの場合は［シーケンス］－［シーケンス編集］をクリックします。

② サンプルログテーブルで 1 行目の［タイプ］を［キャリブレーション］に変更します。



③ テーブルを右にスクロールし、［レベル］欄にこのサンプルのレベル ID［3］を入力します。

④ ［RF 更新］欄で［置換］を選択します。このレベル ID の検量線のレスポンスが測定後置換されます。



⑤　2 行目、3 行目の［タイプ］も［キャリブレーション］に設定します。



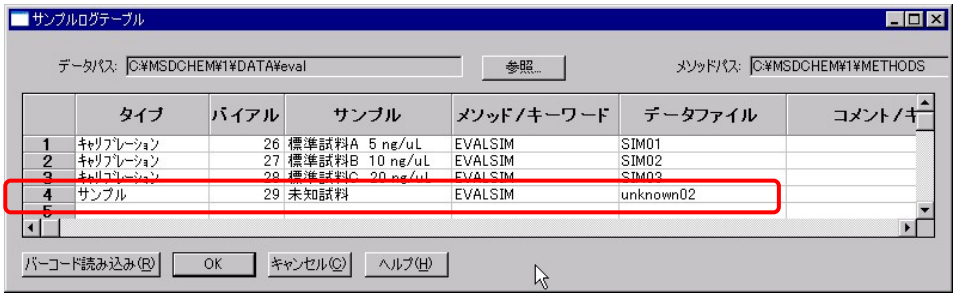
⑥　2 行目、3 行目の［レベル］をそれぞれ、［2］および［1］に設定し、［RF 更新］欄で［置換］を選択します。



⑦　3 行目については［RT 更新］と［QI 更新］も［置換］に設定します。

(3)　シーケンスに未知サンプルを追加する

①　4 行目の［タイプ］欄をクリックして［サンプル］を選択します。



②　［サンプル］欄に［未知試料］と入力します。

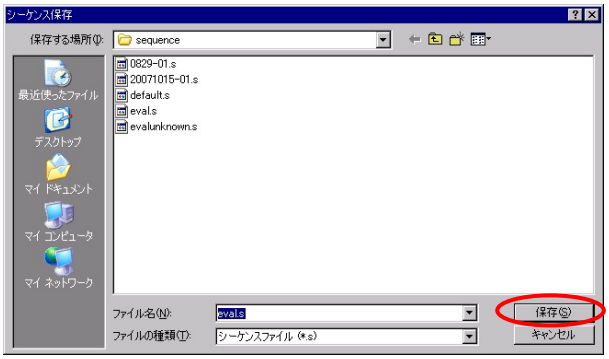
③　［メソッド］欄は 3 行目のメソッドをコピーします。

④　［データファイル］欄に［unknown02］と入力します。

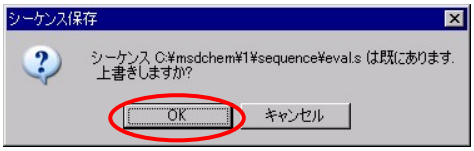
⑤　OK をクリックします。

(4)　シーケンスの保存

①　（シーケンスの保存アイコン）をクリックしてシーケンスを上書き保存します。メニューを使用する場合は［シーケンス］－［シーケンス保存］をクリックします。



②　［eval.s］が選択されていることを確認して、保存(S) をクリックします。



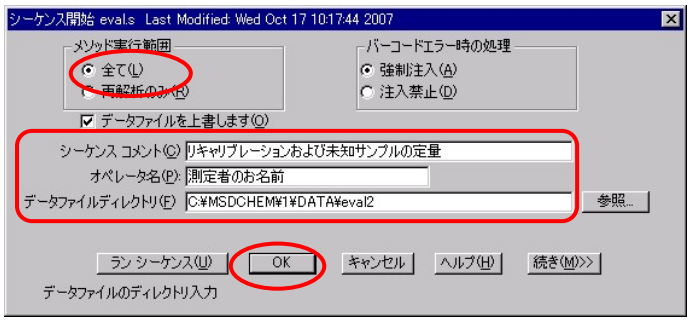
③　上書きの確認のメッセージが表示されるので OK をクリックして上書き保存します。

11章－2 リキャリブレーションシーケンスの実行

（1） シーケンスの実行

① （シーケンスの実行アイコン）をクリックします。メニューからの場合は［シーケンス］－［シーケンスの実行］をクリックします。

② メソッドの実行範囲は［全て］を選択します。



③ シーケンスコメントに［リキャリブレーションおよび未知サンプルの定量］と入力します。（任意）

④ 名前を入力します。

⑤ データファイルディレクトリに、C:¥MSDCHEM¥1¥DATA¥**eval2** と入力します。

⑥ OK をクリックします。

注意

本来は ラン シーケンス(U) をクリックします。そうすると、まずキャリブレーションサンプルが測定され、定量データベースが更新されます。次に未知サンプルが測定され、更新された定量データベース（検量線）を使用して、定量結果のレポートが作成・出力されます。

11章－3 測定済みデータでリキャリブレーションを実施する方法

本項目ではデータ解析を使用して測定済みデータから定量データベースの更新（リキャリブレーション）を実行する方法について説明しています。

（1） データ解析の起動とメソッドの読み込み

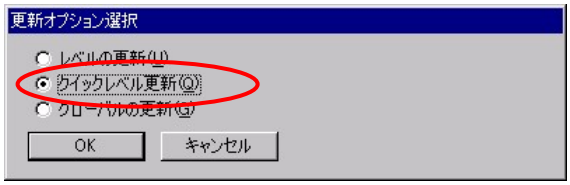
① 

をクリックしてデータ解析画面を起動します。

② （メソッド読み込みアイコン）をクリックし、リキャリブレーションするメソッドを選択して読み込みます。

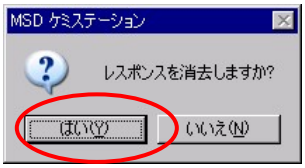
（2） キャリブレーション更新（クイックレベルの更新）

① （キャリブレーションの更新アイコン）をクリックします。メニューの場合には［キャリブレーション］－［更新］をクリックします。

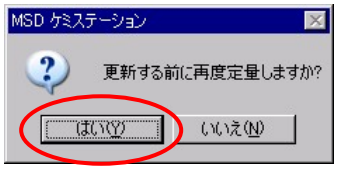


② ［クイックレベル更新］を選択して OK をクリックします。

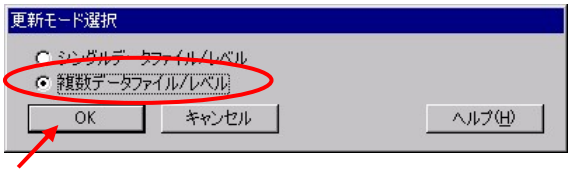
③ レスポンスの消去確認で はい(Y) をクリックします。



④ 定量の計算確認で はい(Y) をクリックします。

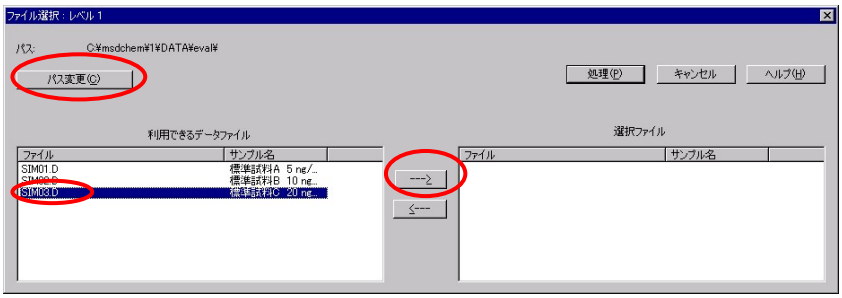


⑤　更新モード選択で［複数データファイル/レベル］を選択し、OK をクリックします。

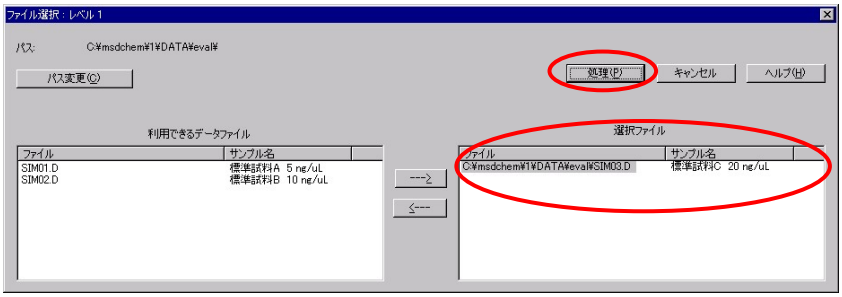


⑥　必要に応じ、パス変更(C) をクリックしてデータが保存されているディレクトリを選択します。

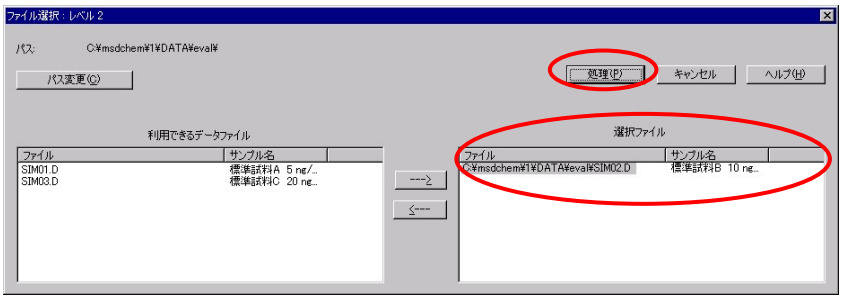
⑦　濃度レベル 1 のキャリブレーションデータを［利用できるデータファイル］から選択し、---> ボタンをクリックして［選択ファイル］に移動させます。



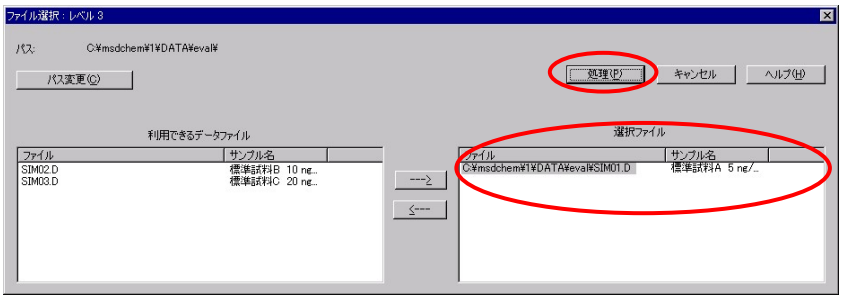
⑧　［選択ファイル］欄にレベル 1 のデータがあることを確認して 処理(P) をクリックします。



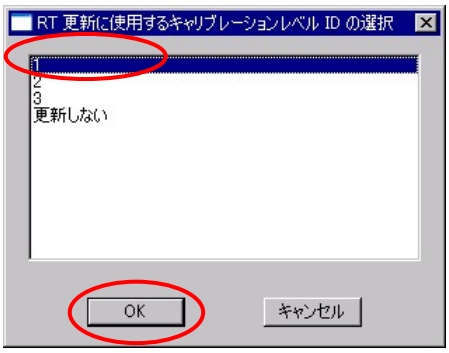
⑨　⑦と同様にしてレベル 2 のキャリブレーションデータファイルを選択し 処理(P) をクリックします。



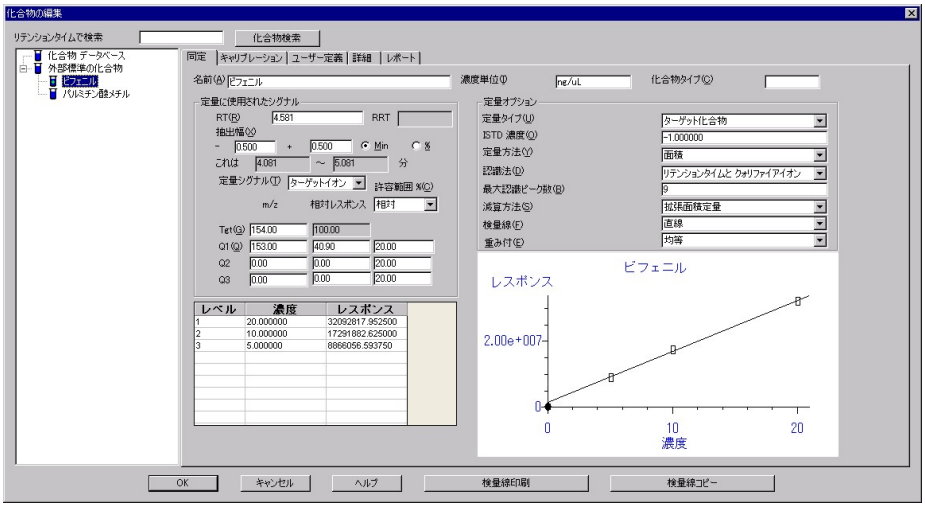
⑩　次に⑦と同様にしてレベル 3 のキャリブレーションデータファイルを選択し 処理(P) をクリックします。



⑪　リテンションタイム更新に使用するデータファイルを選択して OK をクリックします。



⑫　リキャリブレーションが実施され、定量データベースが表示されます。内容を確認して OK をクリックします。



⑬　確認メッセージが表示されるので OK をクリックします。



（3） メソッドの保存

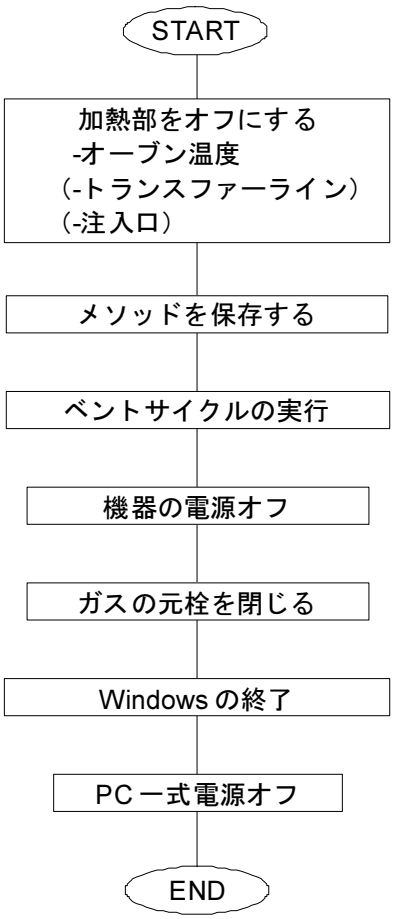
（メソッドの保存アイコン）をクリックしてメソッドを上書き保存します。メニューからの場合は［メソッド］－［メソッド保存］をクリックします。

第12章
システムの停止方法

12 章－1 加熱部をオフにする 12－4
12 章－2 メソッドをクールダウンメソッドとして保存する 12－8
12 章－3 ベントサイクルを実行する 12－9
12 章－4 機器の停止 12－11
12 章－5 PC のシャットダウンと周辺機器の電源をオフにする 12－12

システムの停止方法は Agilent ラボモニターソフトウェアのマニュアル、ケミステーションに付属している「入門」ガイド、またはソフトウェアの User Information CD－ROM で確認することができます。

＜システムの停止方法＞



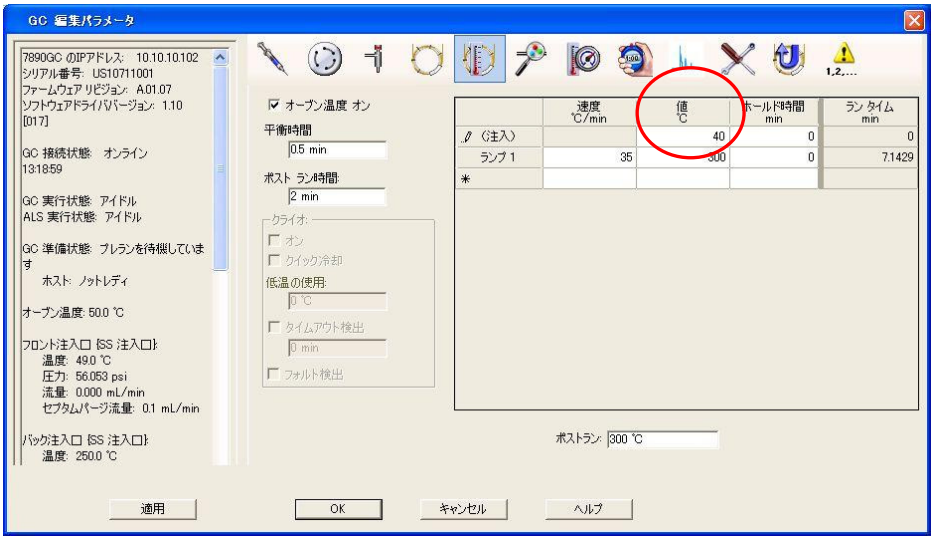
システムを停止する場合、加熱部をオフにし、ベントサイクルを実行して電源をオフにする準備をします。

12章－1 加熱部をオフにする

（1） オーブン温度

① （GC パラメータアイコン）をクリックします。

② オーブンの初期温度の［値］欄に冷却に適当な値（40℃や 50℃など）を入力します。



通常、オーブンは低い温度に設定し、オンの状態にしておきますが、必要に応じてオフに設定します。

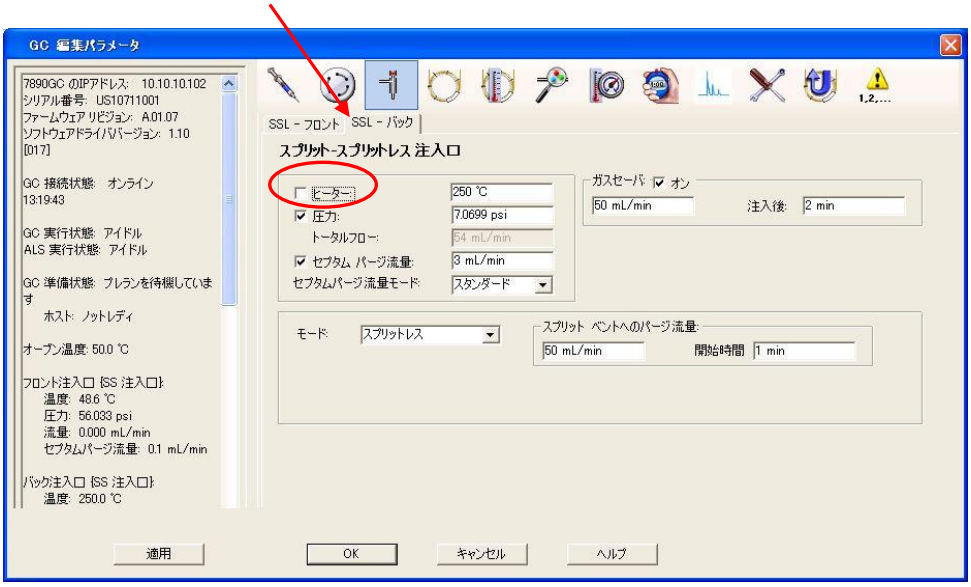
（2） GC 注入口の温度

注意

ソフトウェア Rev.E.02.xx 以上をご使用の場合、ベントサイクルを実施すると注入口温度が自動的にオフになるため、この手順の実施は必須ではありません。（ただし、次回真空排気時に読み込まれるメソッドについて留意が必要です。）

① をクリックします。

② 使用している注入口のタブをクリックし、ヒーターのチェックボックスをオフにします。



注入口温度は必要に応じてオフにします。

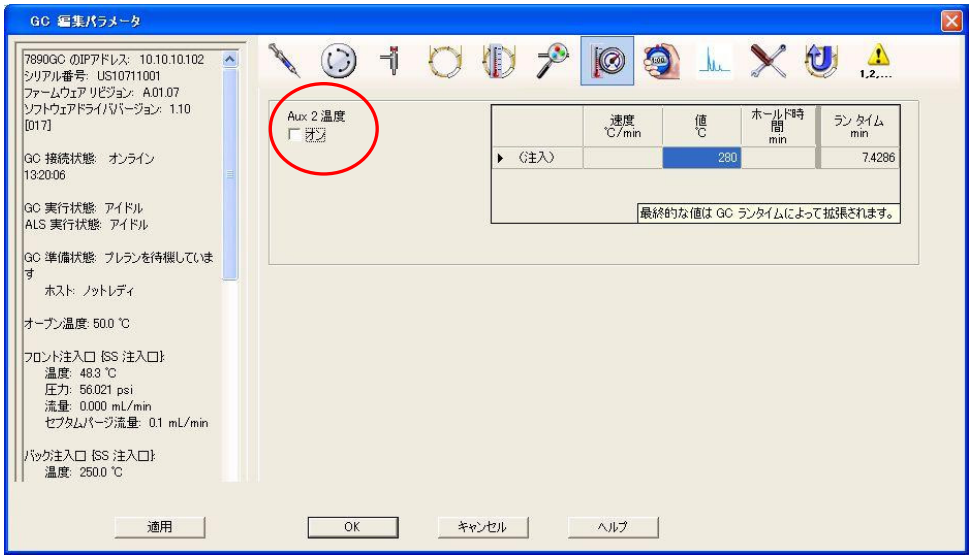
（3）　トランスファーライン温度

注意

ソフトウェア Rev.E.02.xx 以上をご使用の場合、ベントサイクルを実施するとトランスファーライン温度が自動的にオフになるため、この手順の実施は必須ではありません。（ただし、次回真空排気時に読み込まれるメソッドについて留意が必要です。）

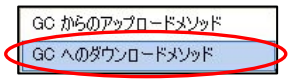
① をクリックします。

② Aux2 温度［オン］のチェックボックスをオフにします。



（4） メソッドを GC にダウンロードします。

① 画面上で右クリックし、［GC へのダウンロードメソッド］を選択します。



② ダウンロードの完了メッセージが表示されることを確認します。OK をクリックします。



注意

上記メッセージが表示されない場合、設定が GC へ転送されていません。使用している GC ソフトコンフィグレーション（カラムの種類等）を確認・変更後、再度設定を実施してメソッドをダウンロードする必要があります。

（5） OK をクリックしてパラメータ編集画面を閉じます。

12章－2 メソッドをクールダウンメソッドとして保存する

（1） （メソッド保存アイコン）をクリックします。

（2） メソッドファイルに［cooldown］と入力して OK をクリックします。（メソッド名は任意です。）



＜参考＞
コンフィグレーションの相違（カラムの種類が異なる等）によるメソッド変換や設定値のダウンロード失敗を防止するため、毎回 cooldown メソッドを上書き保存することを推奨します。

（3） （メソッド読み込みアイコン）をクリックし、［cooldown.m］（またはクールダウン用の任意のメソッド）を選択して OK をクリックします。

注意

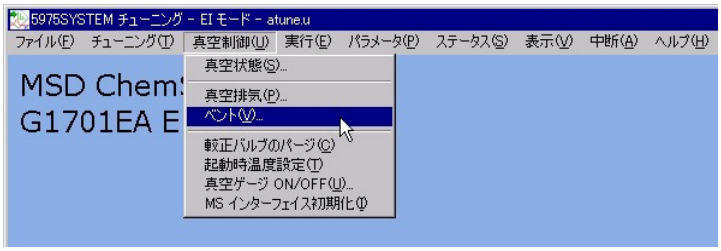
MSD ケミステーションを起動すると、前回のセッションで最後に読み込まれたメソッドが GC および MSD に転送されます。加熱部をオフにしたメソッドを読み込んでおくおことにより、機器の真空度やカラム内のキャリアガス置換が十分に準備できていない状態で、オーブン、トランスファーライン、注入口が加熱されてしまう恐れを回避できます。システムを停止する場合には、毎回クールダウン用メソッドを読み込み後ケミステーションソフトウェアを終了することを推奨します。

12章－3 ベントサイクルを実行する

（1）　［表示］メニューから［チューニングと真空制御］をクリックします。



（2）　［真空制御］メニューから［ベント］をクリックします。



注意

ソフトウェア Rev.E.01.xx を使用している場合、左記メッセージが表示されます。
トランスファーライン温度をオフにしていない場合は、GC のキーボードを使用してトランスファーラインの温度をオフにします。

（例：Aux Temp # ＞ 2 ＞ Off/No）



（3） ベントサイクルのステータスが表示されます。通常、ベントサイクルが終了するまで待ちます。ベントサイクルを実行すると高真空ポンプ、およびイオン源と四重極の温度は自動的にオフになります。

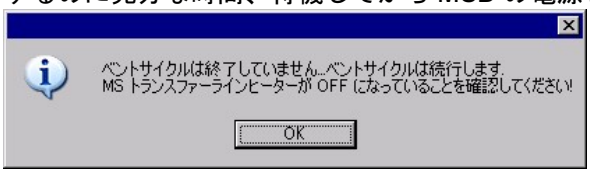
ソフトウェア Rev.E.02.xx 以上の場合、注入口とトランスファーラインの温度（通常 Aux #2）も自動的にオフになります。



＜参考＞

ベントサイクルの完了を待たずにケミステーションを終了したい場合には 閉じる(C) をクリックします。

以下のメッセージが表示されるので OK をクリックします。この場合でもベントサイクルは続行されます。ベントサイクルが完了するのに充分な時間、待機してから MSD の電源をオフにします。



（4） ソフトウェア Rev.E.02.xx を使用している場合、ベントサイクルが完了すると自動的にケミステーションソフトウェアが終了します。

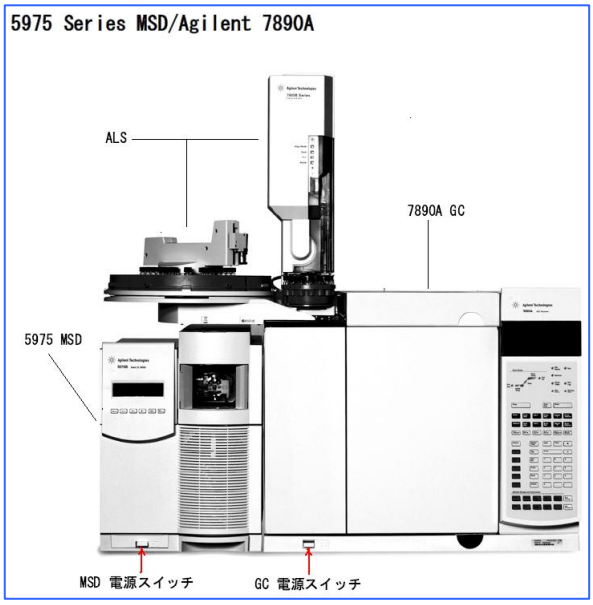
注意

ソフトウェア Rev.E.01.xx を使用している場合、ベントサイクルが完了すると左記メッセージが表示されます。 OK をクリックし、［ファイル］メニューの［終了］をクリックしてケミステーションを終了します。



12章－4 機器の停止

（1） 必要に応じて MSD、GC の電源をオフにします。また、キャリアガスやその他のサポートガスの元栓を閉じます。



注意

カラムにダメージを与えないよう、GC の電源をオフにする前にオーブン、トランスファーライン、および注入口が充分冷却されていることを確認します。

（2） 必要に応じてフロントウィンドウのカバーを外し、ベントバルブを開けて MSD を大気開放します。



5975 ベントバルブ

注意

MSD の大気開放を実施する際には、必ずベントサイクルを実行し MSD の電源をオフにします。また、大気開放は必要時のみ実施します。

12章－5 PC のシャットダウンと周辺機器の電源をオフにする

（1） タスクバーの［スタート］ボタンから、［シャットダウン］をクリックして Windows を終了します。

（2） PC、モニタ、プリンタ等の電源をオフにします。

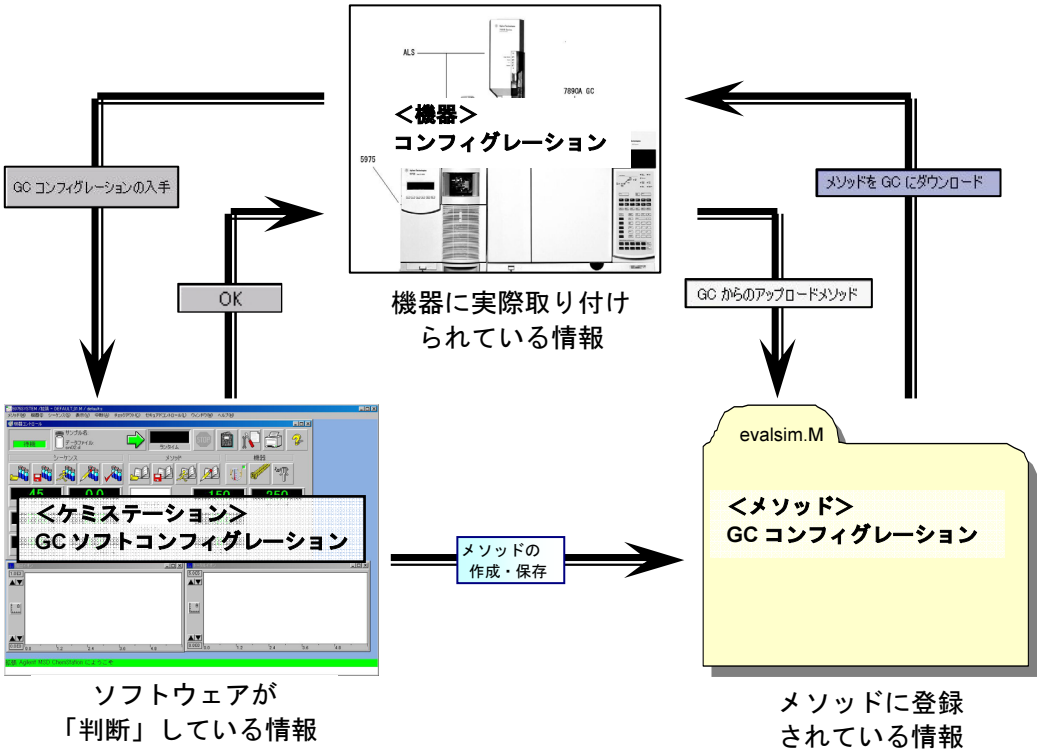
付録A
GC ソフト コンフィグレーション

付録 A−1 GC ソフトコンフィグレーションとは A−3
付録 A−2 GC ソフトコンフィグレーション編集の開始 A−4
付録 A−3 ［接続］タブ A−5
付録 A−4 ［コンフィグレーション］タブ A−6
付録 A−5 カラムの変更方法 A−11

付録A－1　GC ソフトコンフィグレーションとは

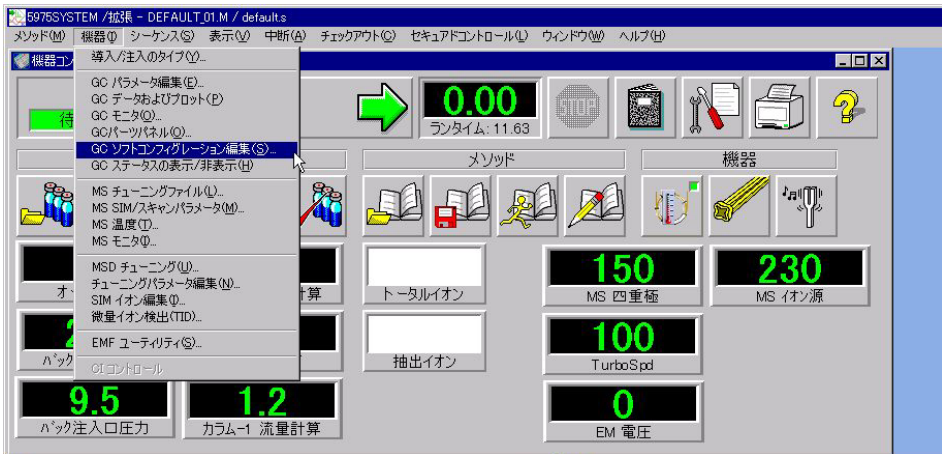
機器にインストールされたハードウェア（注入口や検出器タイプなど）やリソース（カラムやガスタイプなど）をコンフィグレーションと呼びます。
一方、ケミステーションが GC に付属していると「判断」しているコンフィグレーションを「GC ソフトコンフィグレーション」と呼びます。

圧力、流量のコントロールや注入量など、正確なオペレーションを実現するためには、実際のハードウェアのコンフィグレーションとケミステーションの「GC ソフトコンフィグレーション」が一致している必要があります。
また、機器に設定値をダウンロードするためには、メソッドの「GC コンフィグレーション」が「GC ソフトウェアコンフィグレーション」に一致している必要があります。



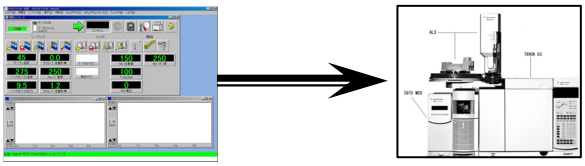
付録A−2　GC ソフトコンフィグレーション編集の開始

メニューの［機器］−［GC ソフトコンフィグレーション編集］をクリックします。





① OK　：　設定値を 7890GC へダウンロードして画面を閉じます。メソッドの保存ダイアログボックスが表示されます。

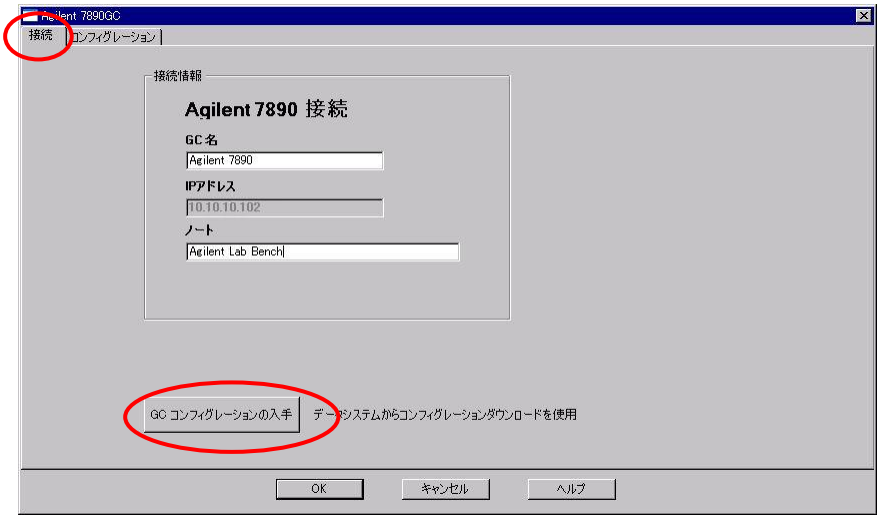


② キャンセル　：　変更内容を破棄して機器コントロール画面に戻ります。

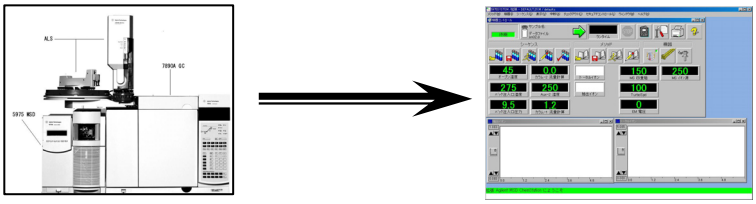
③ ヘルプ　：　現在の設定画面に関するヘルプ情報を表示します。

付録A－3　［接続］タブ

［GC 名］、［ノート］欄の入力は任意です。［IP アドレス］欄には GC のネットワークアドレスが表示されています。



GC コンフィグレーションの入手をクリックすると機器のコンフィグレーション情報が GC ソフトウェアコンフィグレーションにコピーされます。

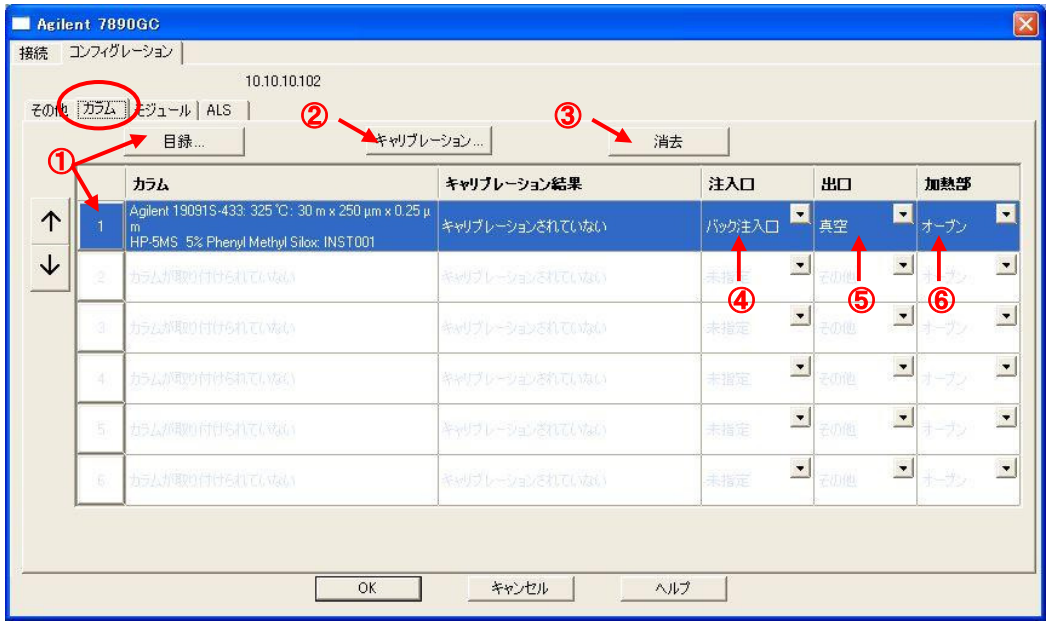


＜参考＞
GC でコンフィグレーションを変更した場合や、コンフィグレーションの不一致がある場合、この機能を使用するとスムーズにコンフィグレーションを一致させることが可能です。

付録A−4　［コンフィグレーション］タブ

（1）　［カラム］サブタブ

GC では、最大 6 つのカラムをコンフィグレーションすることが可能です。
このサブタブでは、カラムの変更やキャリブレーション、接続位置（注入口、出口）、加熱部の設定をします。



① クリックしてカラムの変更を開始します。

② クリックしてカラムのキャリブレーションを実施します。

③ カラムをコンフィグレーションから消去します。

④ ドロップダウンからカラム注入口側の取り付け位置を選択します。

⑤ ドロップダウンからカラム出口の設定を選択します。

⑥ ドロップダウンから加熱部の設定を選択します。

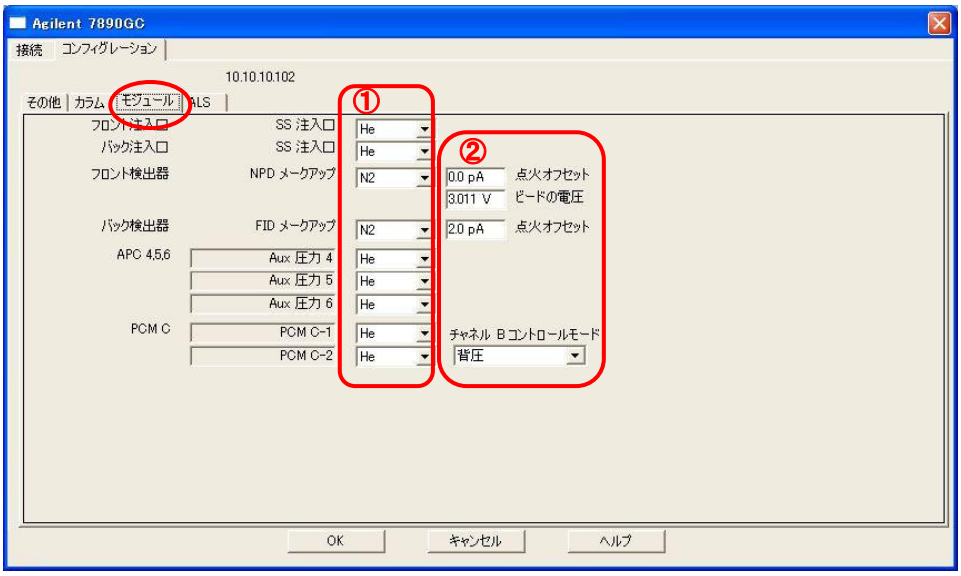
カラムの変更方法や、キャリブレーション方法については本付録 A−5章（ページA−11）に詳細な手順が記述されています。

注意

カラムが正しくコンフィグレーションされていることを確認します。正確なカラム情報が入力されていないとカラム流量・圧力の計算が正しくできません。

（2）［モジュール］サブタブ

GC に取り付けられている各モジュール（注入口、検出器、Aux 圧力コントローラなどの各デバイス）の設定を実施します。



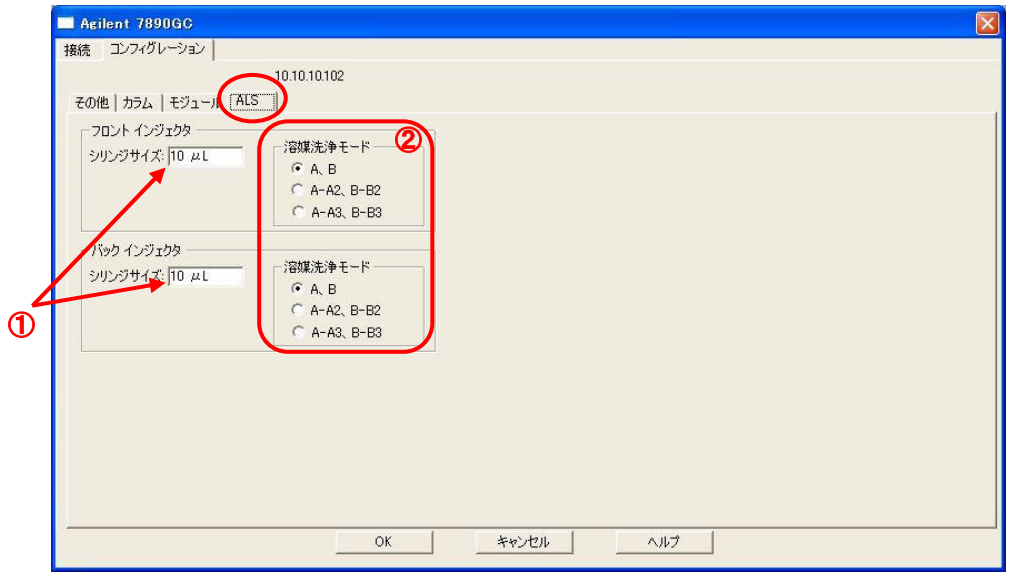
① 現在 GC に配管されているガスタイプをドロップダウンから選択します。

② GC 検出器が付属している場合、各検出器特有の設定やフローモジュールの設定を実施します

警告

火災の危険があります。水素をキャリアガスまたはその他のガスとして使用する場合は、コンフィグレーションのガスタイプを必ず更新してください。更新しないと不正な流量の原因となるばかりでなく、GCの安全機能が正しく機能しません。

（3）　[ALS] サブタブ



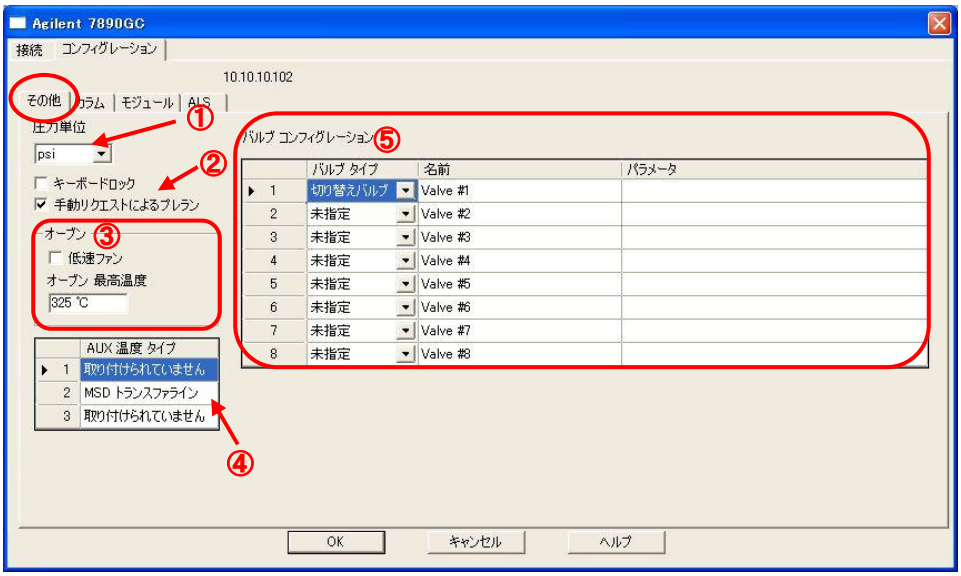
① シリンジサイズ欄には、インジェクタに取り付けられているシリンジの最大容量を入力します

② 溶媒洗浄モードで必要に応じたモードを選択します。

注意

シリンジはメーカーによりラベルに注入可能な最大容量を表示している場合があります。シリンジサイズにはシリンジの最大容量を入力します。
なお、Agilent インジェクタにインストールされたシリンジの注入可能な最大容量は、シリンジ最大容量の 50%です。（10μL のシリンジの場合、1 回に注入できる容量は最大 5 μL まで。）

（4）　［その他］サブタブ



①　使用する圧力単位をドロップダウンから選択します。

- 1 kPa = 0.145 psi = 0.01 bar
- 6.895 kPa = 1 psi = 0.06895 bar
- 100 kPa = 14.504 psi = 1 bar

②　手動リクエストによるプレラン

チェックすると、ケミステーションソフトウェアが GC へプレランを指示します。チェックされていない場合は、GC のキーボード等を使用してユーザーが GC へプレランの設定をする必要があります。

③　オーブンの設定

［低速ファン］をチェックするとファンの速度が低速モードになります。低速モードを使用するとクールダウン時の音が低減しますがクールダウンに要する時間は長くなります。

オーブンの最高使用温度を入力します。最高使用温度には、［カラム］サブタブでインストールされているカラムで、加熱部がオーブンに指定されているカラムのうち、最も低い最高使用温度までが入力可能です。

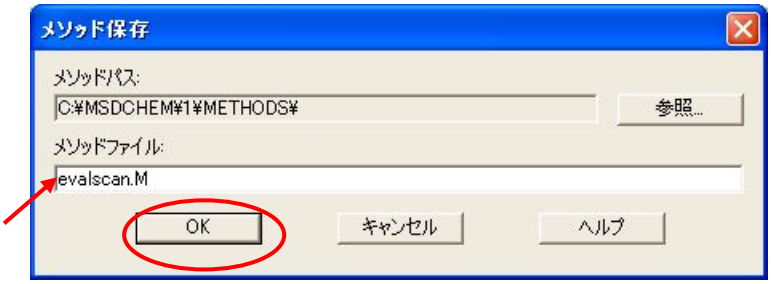
④　AUX 温度タイプは確認のみ可能です。5975 では通常 AUX#2 で「MSD トランスファライン」が使用されます。

⑤　バルブが付属している場合、そのタイプ、名前およびパラメータを入力します。

（5） メソッドの保存

GC ソフトコンフィグレーションの画面で OK をクリックすると、メソッド保存ダイアログボックスが表示されます。

［メソッドファイル］欄にコンフィグレーション設定を保存するメソッド名を入力または確認して、OK をクリックしメソッドを保存します。



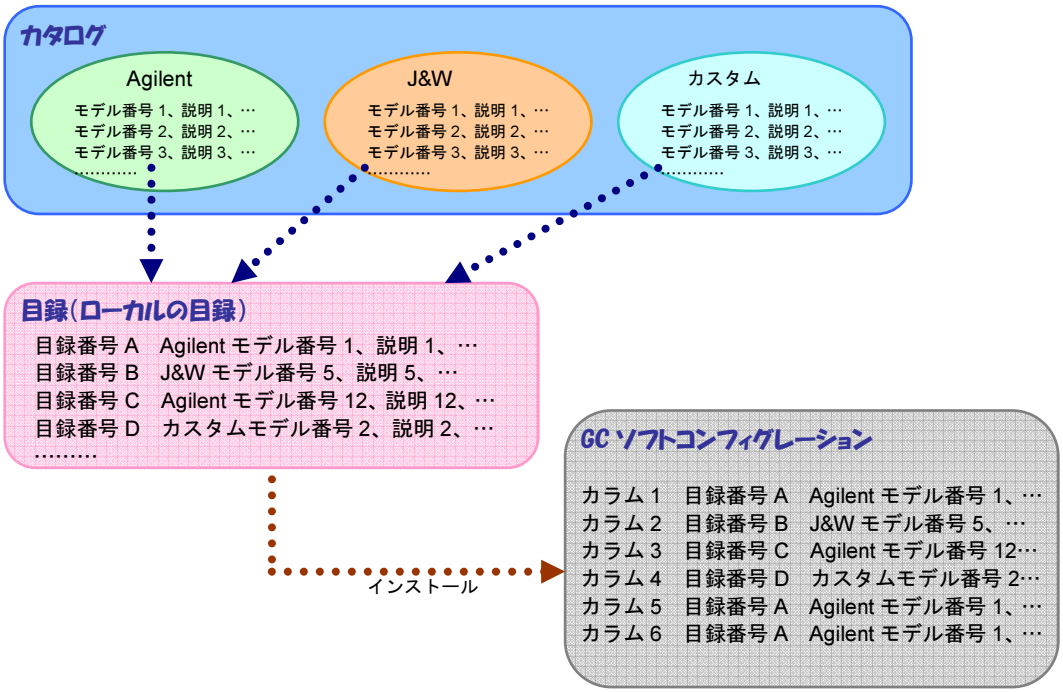
付録A－5　カラムの変更方法

（1） ケミステーションのカラム管理

カタログ：
カタログは、ソフトウェアに保存されている、製造元、モデル番号、説明、タイプ（キャピラリまたはパックド）、最高温度、長さ、内径、膜厚など、各モデルの仕様が記載された、Agilent および J&W のすべてのカラムのリストです。カタログには、新しいカラムモデルを追加できます。

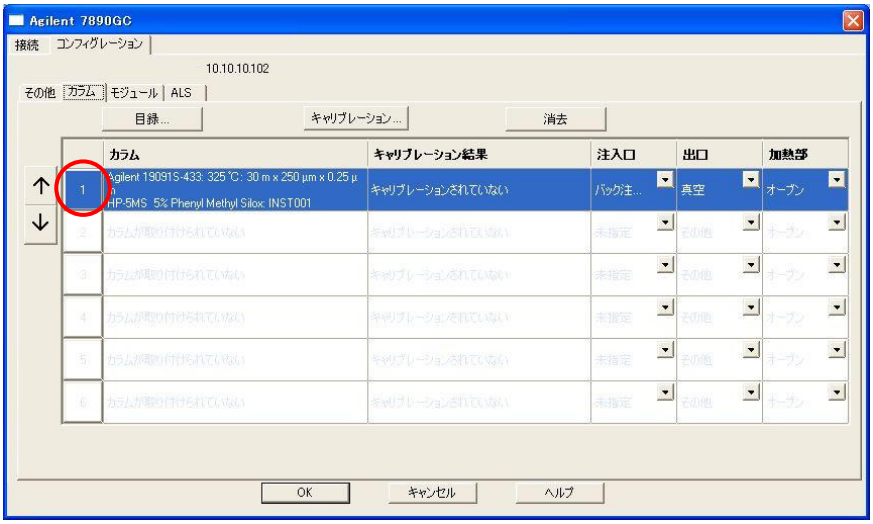
目録（ローカルの目録）：
目録は、お客様が使用するカラムを選択して登録したリストです。目録には、キャリブレーション情報などの詳細情報が保存されます。

カラムのインストール：
メソッドでカラムを使用するためには、まずカタログから目録にカラムを追加する必要があります。その後目録からカラムを選択し、「インストール」することによりカラムが GC ソフトウェアコンフィグレーションに設定されます。



（2） カラムを追加、修正する方法

① 変更するカラムの番号をクリックします。

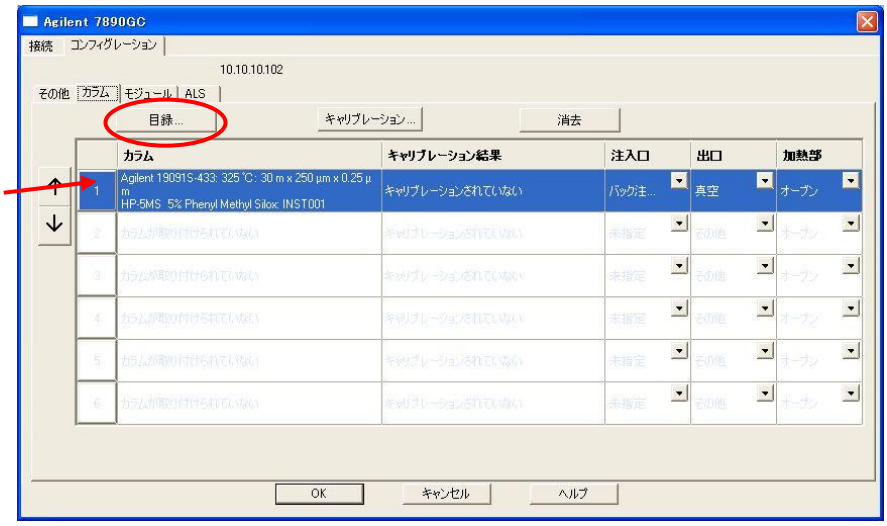


② 変更や修正を実施して OK をクリックします。

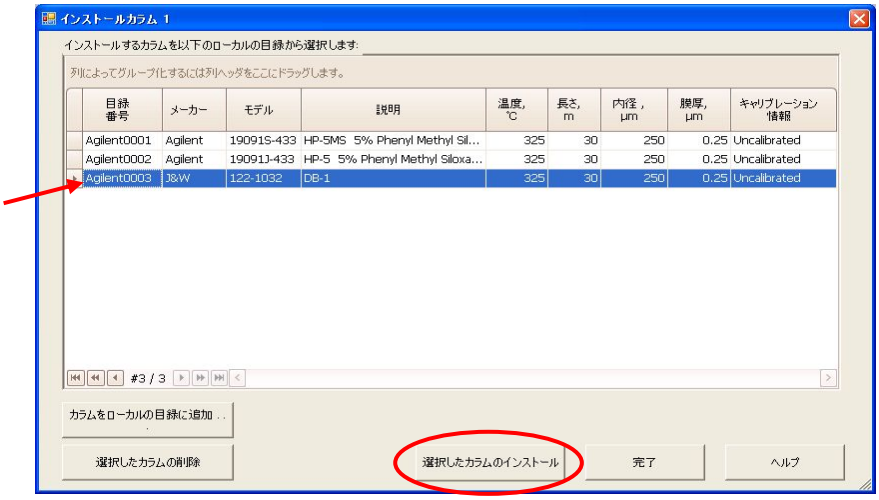


（3） 目録からカラムを選択（インストール）する方法

① 変更するカラムが反転表示されていることを確認して、目録...をクリックします。



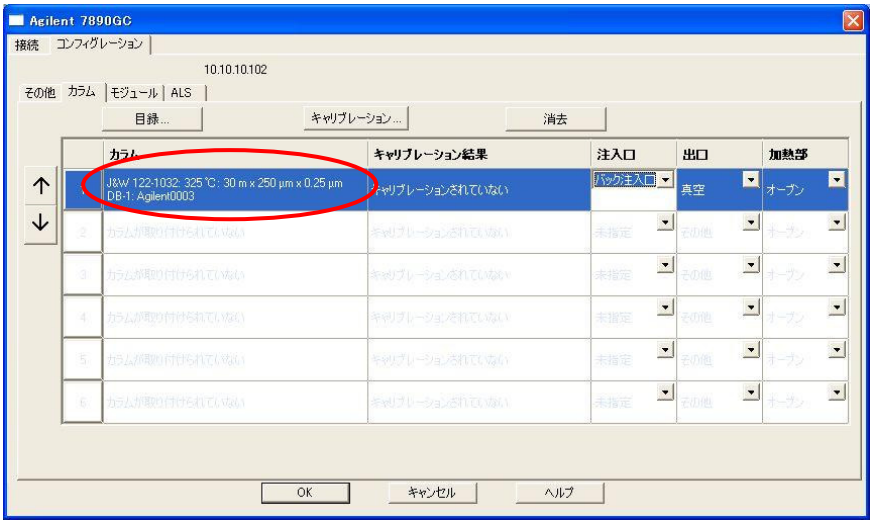
② 目録のリストからインストールしたいカラムを選択します。



③ 選択したカラムのインストールをクリックします。

＜参考＞
目録からカラムを削除したい場合には、削除するカラムを選択し、[選択したカラムの削除]をクリックします。

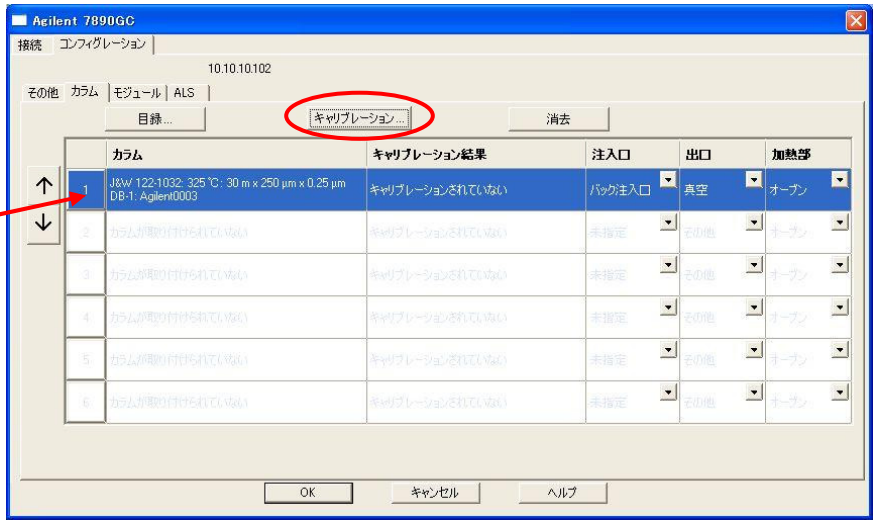
④　目録で選択したカラムが GC ソフトコンフィグレーションにインストールされます。



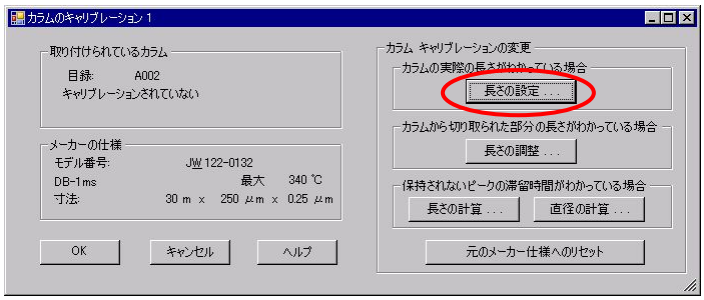
（4） カラムをキャリブレーションする方法（長さの実測が分かっている場合）

汚染を除去するために端を大きくトリミングするなど、既存のカラムに重大な変更を加えたときには、カラムのキャリブレーションを行います。

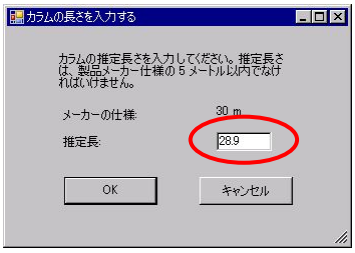
① キャリブレーションするカラムを反転表示させ、[キャリブレーション...]をクリックします。



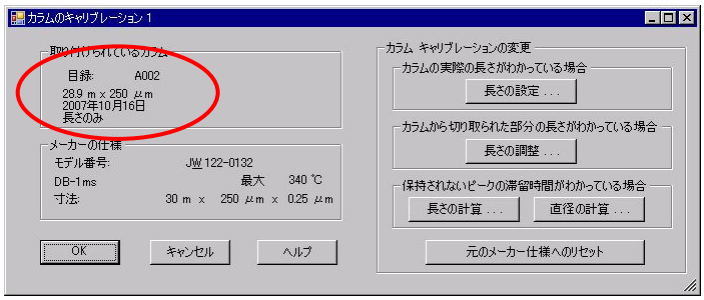
② [長さの設定 . . .]をクリックします。



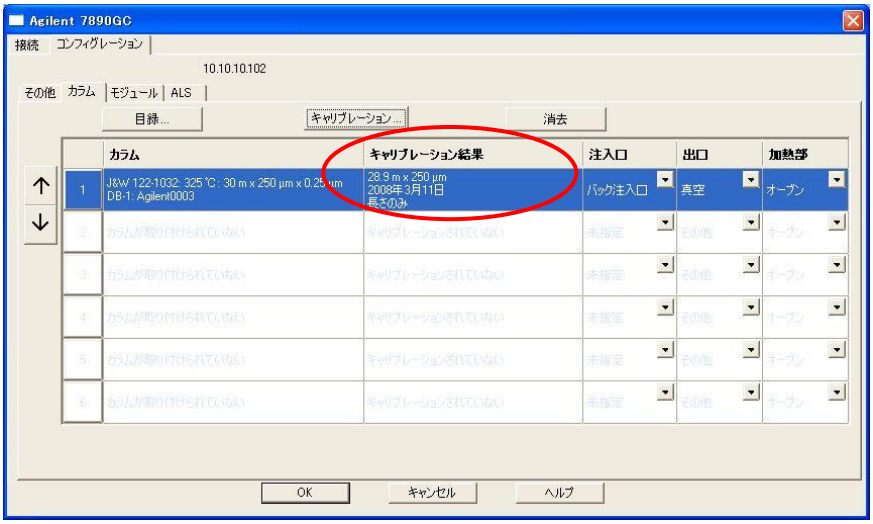
③　［推定長］欄にカラム長さの実測値を入力して OK をクリックします。



④　長さが入力されます。 OK をクリックします。



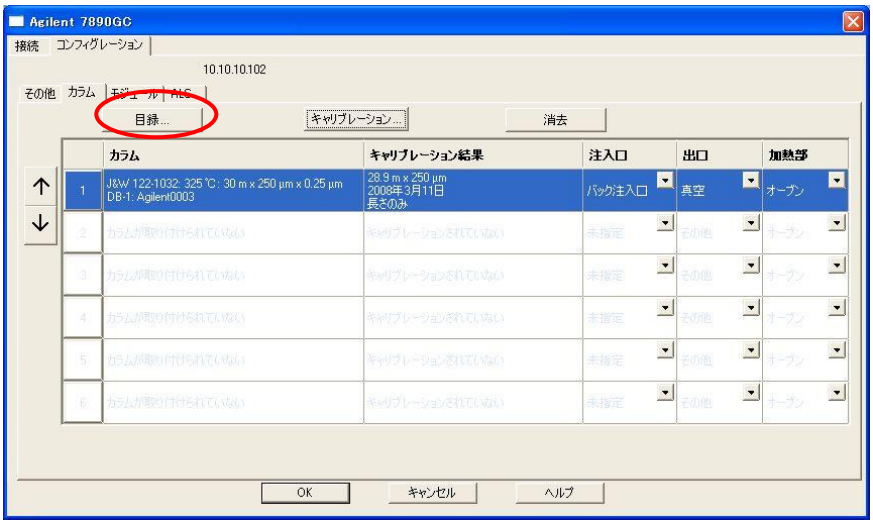
⑤　［キャリブレーション結果］欄にカラムのキャリブレーション内容が反映されます。



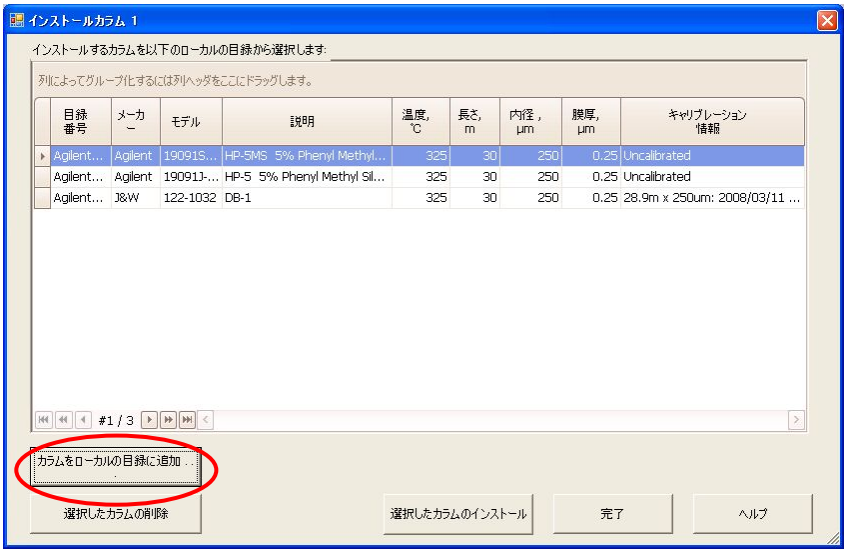
(5)　目録にカタログのカラムを追加する

カタログリストに存在するカラムを目録に追加する方法を説明します。

①　目録...　をクリックします。

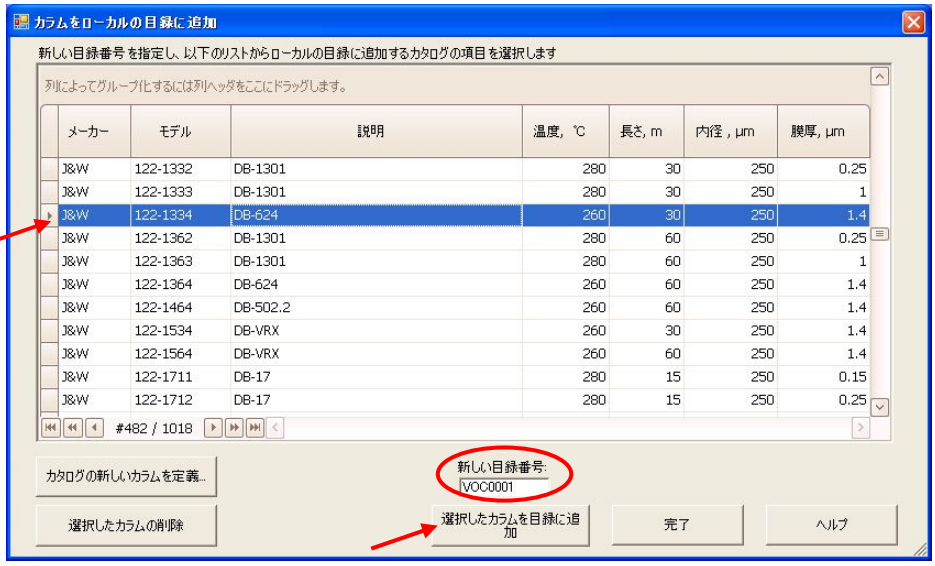


②　カラムをローカルの目録に追加...　をクリックします。



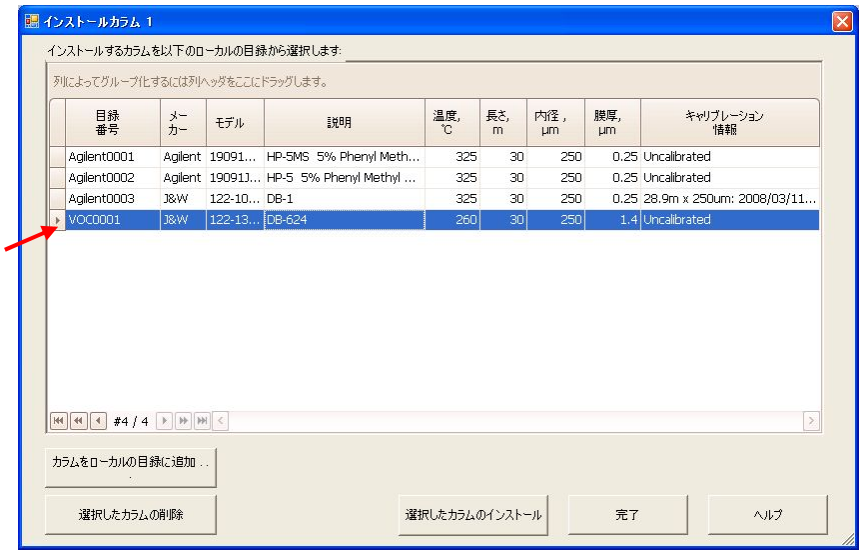
③　カタログのリストから目録に登録するカラムを選択します。

④　［新しい目録番号］欄に目録番号（任意）を入力します。



⑤　選択したカラムを目録に追加 をクリックします。

⑥　選択したカラムが設定した目録番号でカタログから目録へ追加されます。

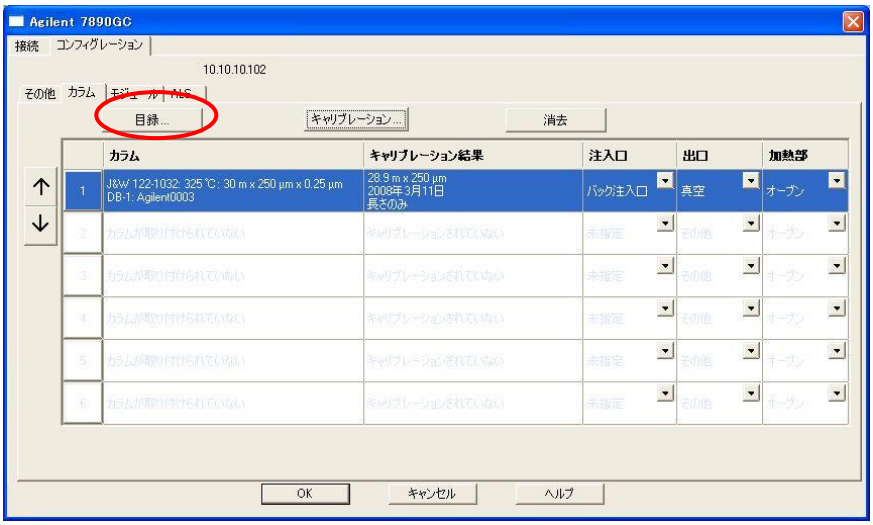


このカラムをインストールする場合には、選択したカラムのインストール をクリックします。

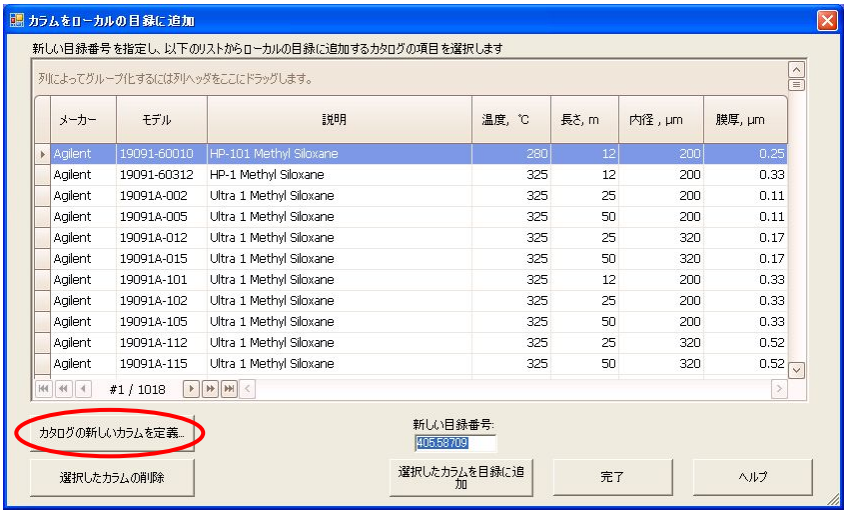
（6） カタログに新しいカラムモデルを追加する

カタログリストに存在しない新しいカラムをカタログに追加して、目録に登録し、インストールする方法を説明します。

① 目録... をクリックします。



② カタログの新しいカラムを定義... をクリックします。

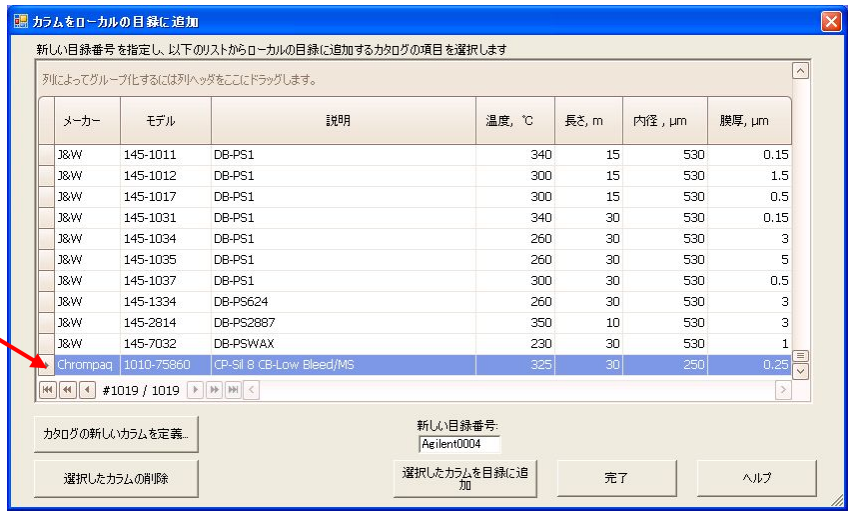


③　開いたダイアログボックスでカラム情報を入力します。

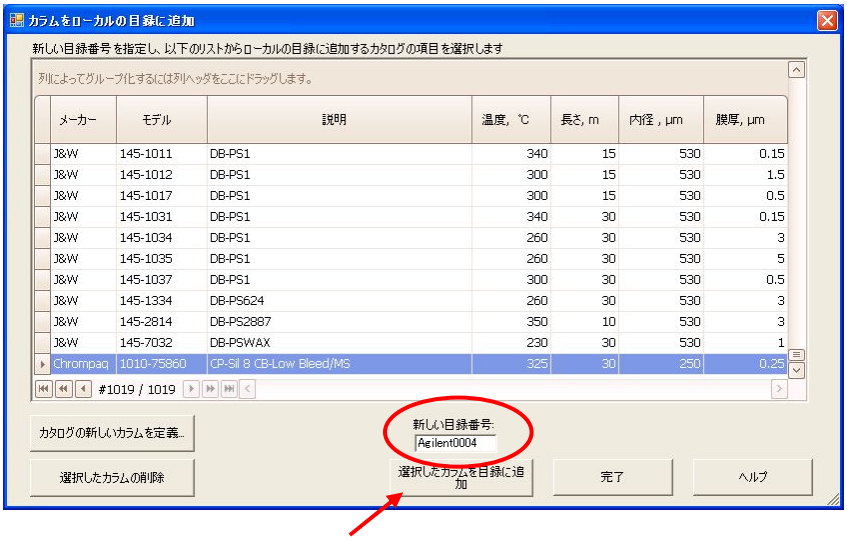


- ✓　［メーカー］でカラムの製造元を選択するか、入力します。
- ✓　［モデル番号］にカラムの型名、部品番号等を入力します。
- ✓　［説明］にカラムの情報を入力します。
- ✓　［カラムタイプ］を選択します。
- ✓　［最高使用温度］を入力します。
- ✓　カラムの長さ、内径、膜厚を入力します。

④　OK をクリックします。カタログに新しいカラムモデルが追加されます。

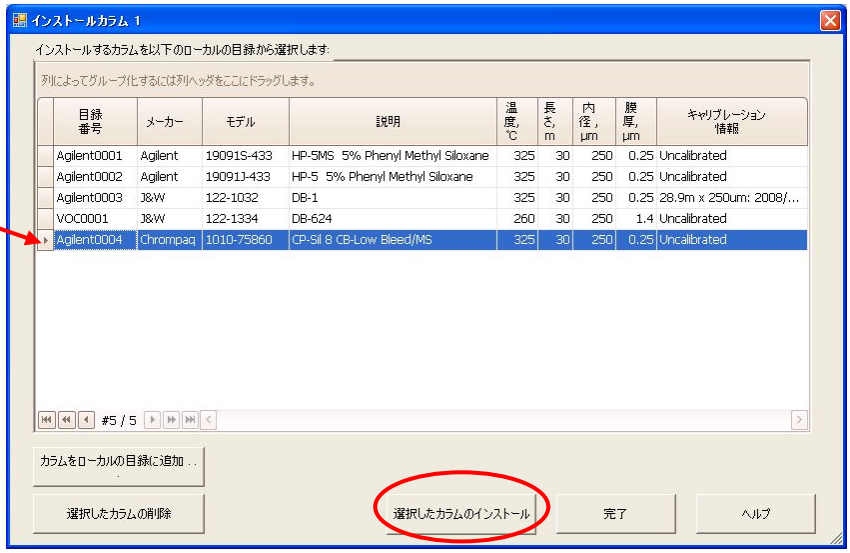


⑤　［新しい目録番号］欄に目録番号（任意）を入力します。

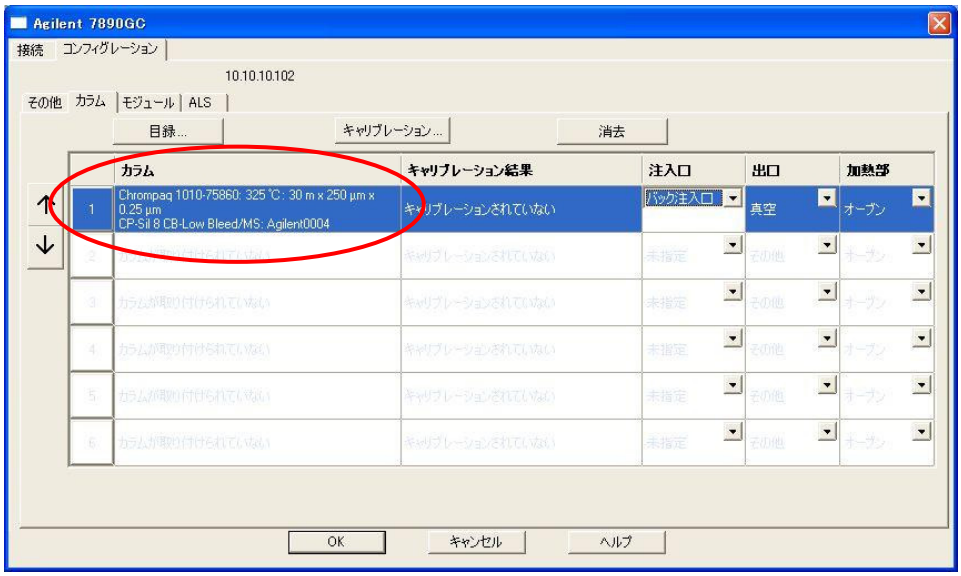


⑥　新しく追加したカラムが選択されていることを確認し、[選択したカラムを目録に追加]をクリックします。

⑦　目録にカラムが追加されます。



⑧ 選択したカラムのインストール をクリックします。新しいカラムが GC ソフトコンフィグレーションにインストールされます。

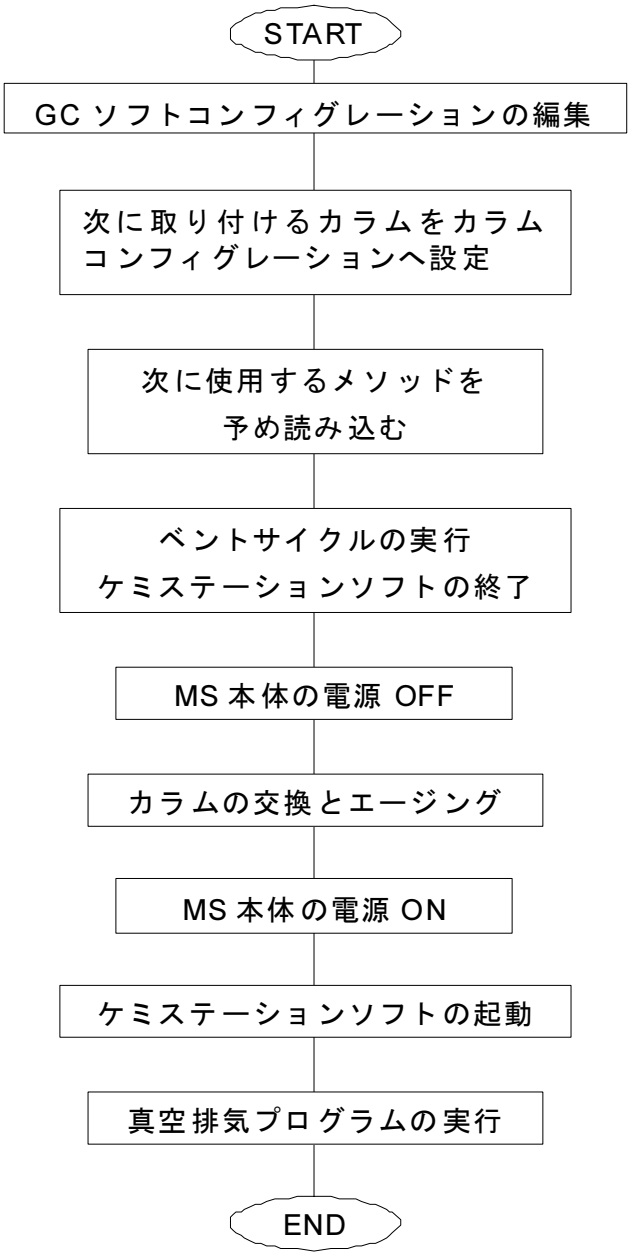


付録B
カラムの交換手順

エラー! 参照元が見つかりません。
最初にソフトウェアの設定を変更する方法　B-6

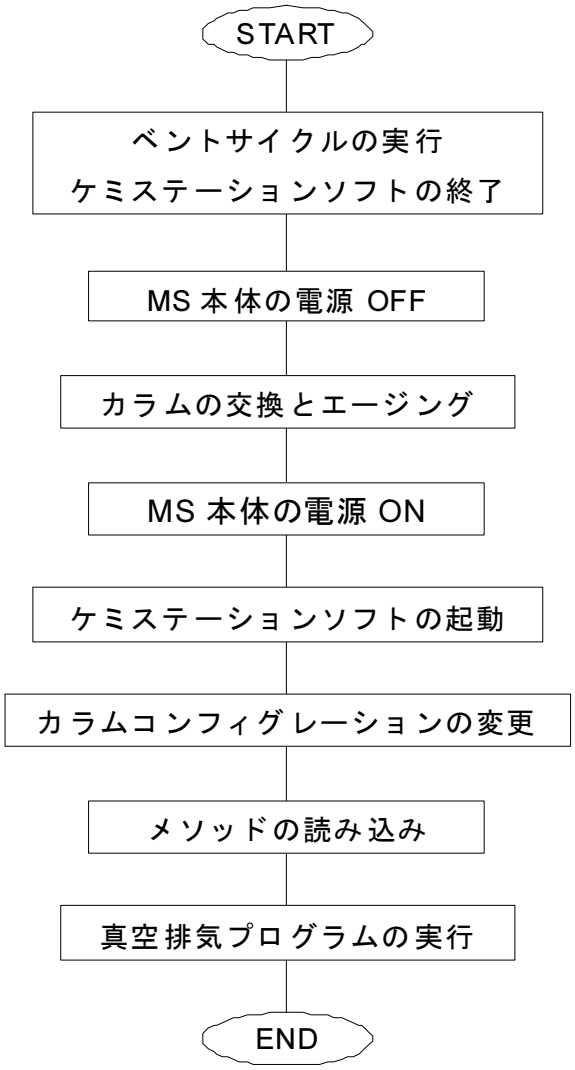
エラー! 参照元が見つかりません。2
最初にベントサイクルを実施する方法　　B-11

＜最初にソフトウェアの設定を変更する方法＞



付録 B　カラムの交換手順

＜最初にベントサイクルを実施する方法＞



カラムを交換する場合、予め交換するカラムの条件にケミステーションを設定後、ベントサイクルを実行してカラム交換を実施する方法と、ベントサイクルを実行してカラム交換を実施した後に、ケミステーション上で交換したカラムの条件を設定するという 2 つの方法があります。
これらの 2 つの方法は、それぞれ以下のような特徴があります。
それぞれの特徴を理解した上で、お好みの方法でカラム交換を行います。

＜最初にソフトウェアの設定を変更する方法＞
ベントサイクルを実施する前に次に接続するカラムの条件を設定します。

ケミステーションソフトを終了する前に次のメソッドを読み込んでいるため、カラムの交換後にケミステーションを起動した時には、ハードウェアとソフトウェアのコンフィグレーションが一致しています。そのため、ケミステーション起動時にメソッド変換の画面が現れません。カラム交換前に設定を行うので、カラム交換後の作業が簡単でスムーズです。

ただし、カラムを交換する前に次に接続するカラム条件のメソッドを読み込むため、短時間ではありますが、カラムの読み込みからベントサイクル実行までの間、メソッドが実際のカラムとは違う設定になります。

したがって、最高使用温度の低いカラムから最高使用温度の高いカラムへ交換する場合で、インターフェイス温度が現在使用しているカラムに比べて高く設定されている時には特に、現在取り付けているカラムの液層にダメージを与える恐れがあります。

この方法でカラムの交換を実施する場合には、次に読み込むメソッドの設定を十分理解した上で作業を行う必要があります。

＜最初にベントサイクルを実施する方法＞
前準備をすることなく、ベントサイクルを実行できます。

カラムの交換前に設定の変更がないため、メソッドが実際のカラムと違った設定になることはありません。

カラム交換後にエージングを実施する場合、7890GC 本体には以前のカラム情報が残っているため、GC のキーボードから次のカラム情報を設定する必要があります。

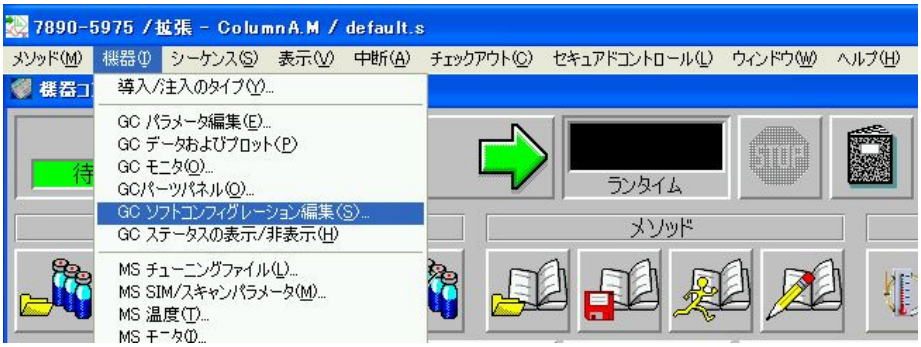
また、カラム交換後のケミステーションソフト起動時には、ハードウェアとソフトウェアのコンフィグレーションが一致しないため、メソッド変換の画面が表示されます。その際、誤ってメソッドを保存してしまうと、交換前のカラムで使用していたメソッドの内容が変更されてしまいます。

ここにある手順に従って操作を行うことにより、そのような誤操作を回避します。

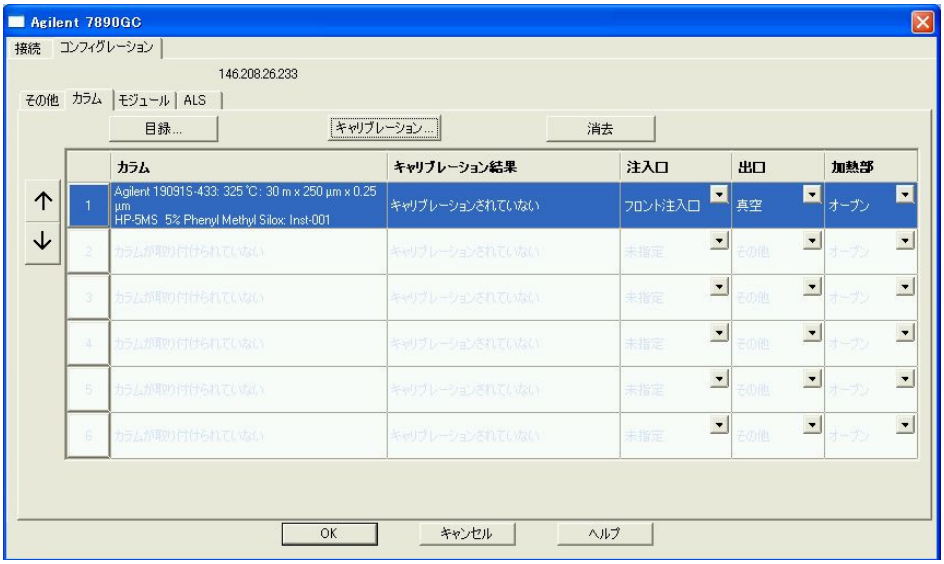
付録 B　カラムの交換手順

付録B－1　最初にソフトウェアの設定を変更する方法

（1）　コンフィグレーションを次に交換するカラムに設定する
メニューから［機器］－［GC ソフトコンフィグレーション編集］を選択します。



現在、GC に接続されているカラムが表示されます。

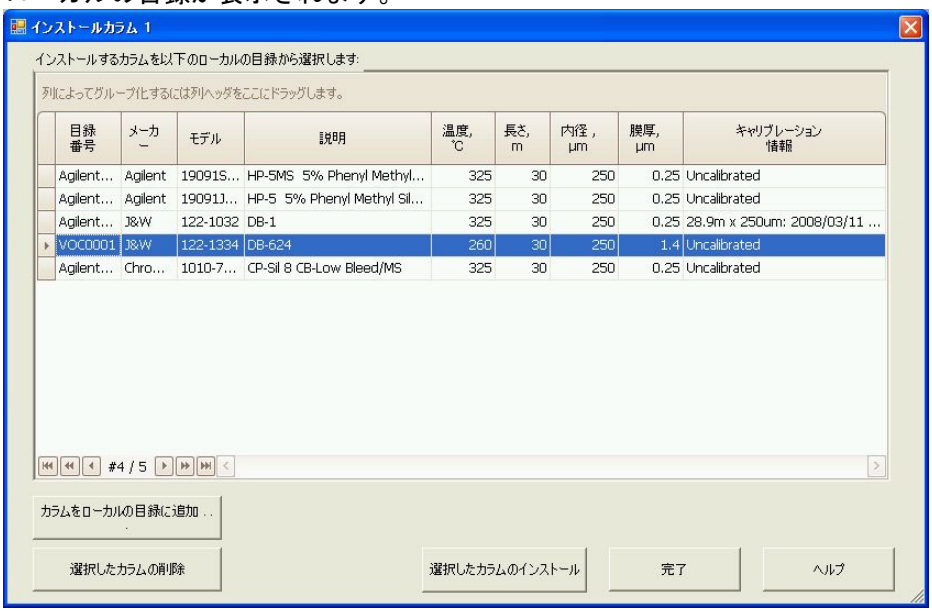


目録... ボタンをクリックします。

注意

コンフィグレーションに表示されているカラムは、実際の状態と同じにしておきます。
注入口に接続されていないカラムは消去して、カラムを未接続な状態でリストに残さないようにしてください。

ローカルの目録が表示されます。



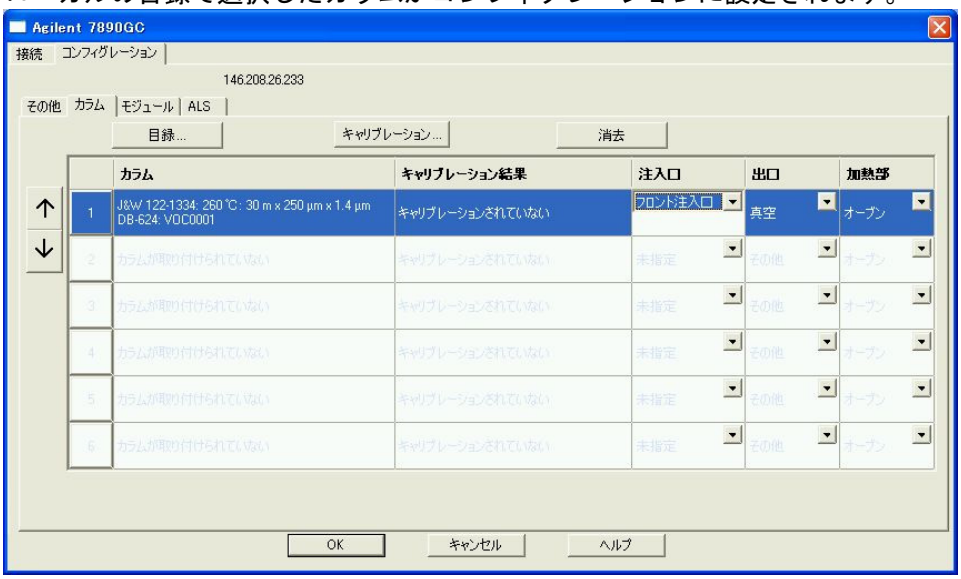
次に接続するカラムをローカルの目録リストから選択し、[選択したカラムのインストール]をクリックします。

注意

通常、目録には予めお客様が普段使用するカラムを全て登録しておきます。

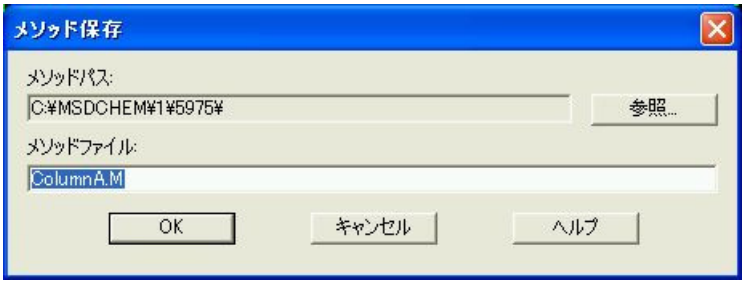
目録にお客様の所有しているカラムを登録する場合は、[カラムをローカルの目録に追加 . .]をクリックします。

ローカルの目録で選択したカラムがコンフィグレーションに設定されます。



接続する注入口などに変更が無いか確認を行い、[OK]をクリックします。

設定条件を変更したため、メソッド保存画面が表示されます。



[キャンセル]ボタンをクリックし、保存を**<u>キャンセル</u>**します。

注意

ここでは必ず[キャンセル]を選択します。メソッドの保存をキャンセルしても、変更したカラム情報は 7890GC 本体へダウンロードされます。

カラム情報が正しくダウンロードされたことを、GC 本体から確認します。

（2）　次に使用するメソッドの読み込み
メニューから［メソッド］－［メソッドの読み込み］を選択します。

GC のコンフィグレーションと読み込んだメソッドのコンフィグレーションが一致しているため、メソッド変換の画面（GC パラメータの編集画面）が表示されることなくメソッドが読み込まれます。

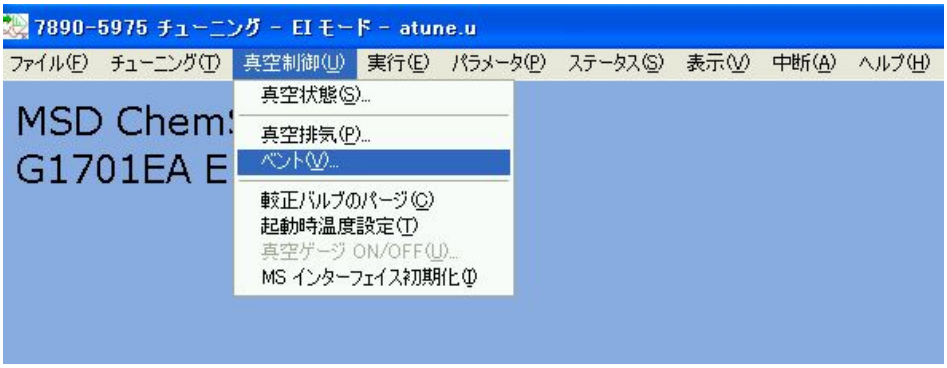
メソッド変換の画面（GC パラメータの編集画面）が表示された場合は、OK や適用(Y)ボタンをクリックする前に、読み込んだメソッドに間違いが無いか十分確認を行います。

また、すぐにベントサイクルを実施しない場合は、GC 本体もしくはケミステーションから MS インターフェイスのヒータを OFF にします。

注意

読み込んだメソッドの条件（特に MS インターフェイスの温度）が実際に取り付けられているカラムの最高使用温度を超えている場合、カラムの液層を損傷してしまう恐れがあります。このような恐れを回避するために、ただちに以下の手順でベントサイクルを実施するか、MS インターフェイスの温度を OFF にします。

（3）　ベントサイクルの実行
［チューニングと真空制御］画面のメニューから［真空制御］－［ベント］を選択します。



Revision E.02.00 以降のケミステーションでは、自動的に注入口温度、オーブン温度、MS インターフェイス温度が OFF になります。
また、ベントサイクルが完了するとケミステーションは、自動的に終了します。

（4） MS 本体の電源を OFF にし、カラムの交換を行います。
必要に応じて、カラムのエージングを実施します。
エージングの条件は、GC 本体キーボードより設定します。

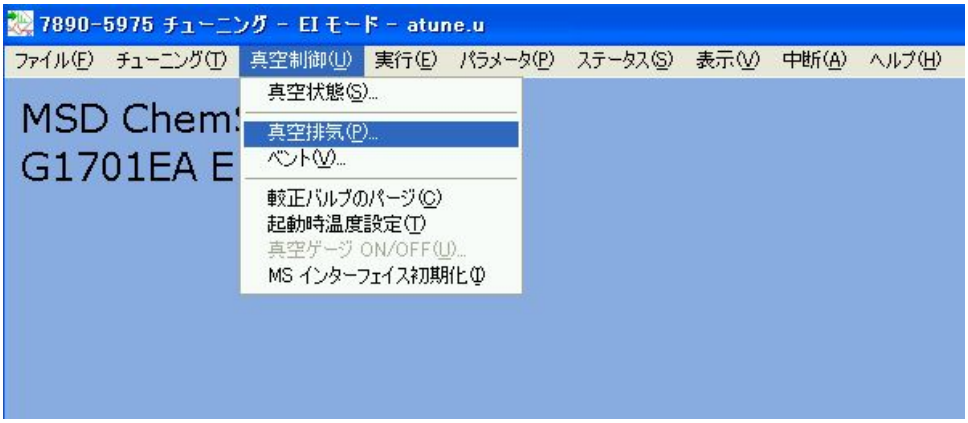
（5） MS にカラムを接続し、サイドプレートを押しながら MS 本体の電源を ON にします。

（6） ケミステーションソフトの起動
最後に読み込んだメソッド（これから使用するメソッド）が読み込まれます。
ハードウェアとソフトウェアのコンフィグレーションが一致しているため、メソッド変換の画面が表示されることはありません。

注意

ケミステーションの終了後、GC のキーボードからコンフィグレーション（カラム情報や最高使用温度など）を変更してしまうと、メソッドのコンフィグレーションと一致しなくなり、ケミステーションソフト起動時にメソッド変換の画面が表示されます。

（7） 真空真空排気プログラムの実行
［チューニングと真空制御］画面のメニューから［真空制御］－［真空排気］を選択し、真空排気プログラムが進行していることを確認します。

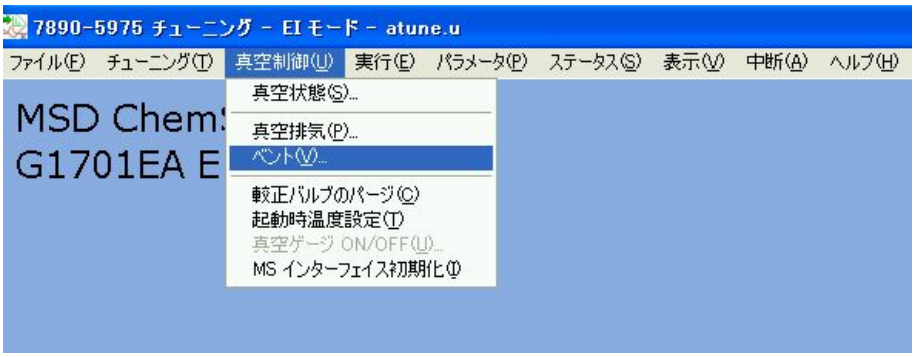


真空排気プログラムが終了しても、真空度が安定するまでにはさらに時間がかかります。

付録B－2　最初にベントサイクルを実施する方法

（1）　ベントサイクルの実行

［チューニングと真空制御］画面のメニューから［真空制御］－［ベント］を選択します。



Revision E.02.00 以降のケミステーションでは、自動的に注入口温度、オーブン温度、MS インターフェイス温度が OFF になります。
また、ベントサイクルが完了するとケミステーションは、自動的に終了します。

（2）　MS 本体の電源を OFF にし、カラムの交換を行います。

GC 本体には、交換前のカラム情報が登録されているので、カラムの条件をキーボードから変更します。

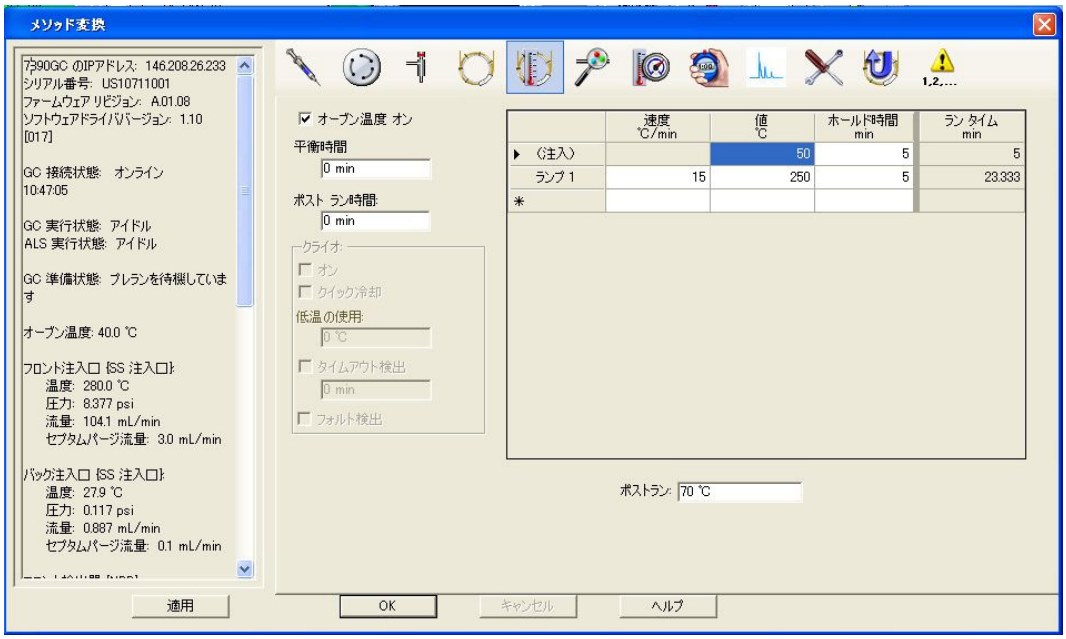
カラムにキャリアーガスが流れていることを確認して、必要に応じてカラムのエージングを行います。

（3）　MS にカラムを接続し、サイドプレートを押しながら MS 本体の電源を ON にします。

（4）　ケミステーションソフトの起動

ケミステーションは起動時に、交換前のカラムのメソッドを読み込みます。

ハードウェアとソフトウェアのコンフィグレーションが一致しないため、メソッド変換の画面が表示されます。



キャンセル ボタンが選択できない状態の場合は、 OK をクリックします。
表示されたパラメータが GC 本体へダウンロードされます。

MS 温度の画面が表示されます。

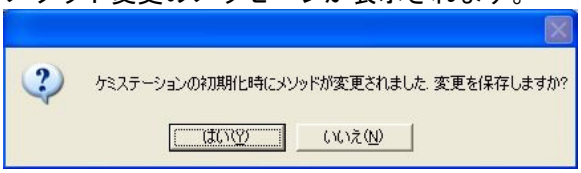


適用(Y) ボタンをクリックすると設定温度が MS 本体へダウンロードされます。

注意

リークの恐れがある場合は、 キャンセル をクリックしてリークチェックを行います。リークが無いことを確認した上で設定温度を MS 本体へダウンロードします。

メソッド変更のメッセージが表示されます。



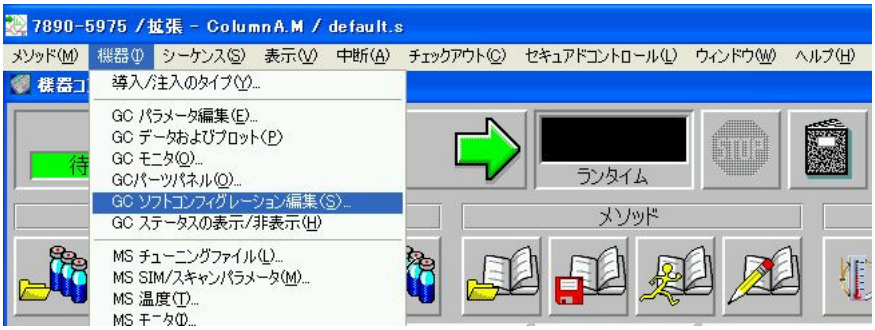
いいえ(N)を選択し、メソッドの保存をキャンセルします。

注意

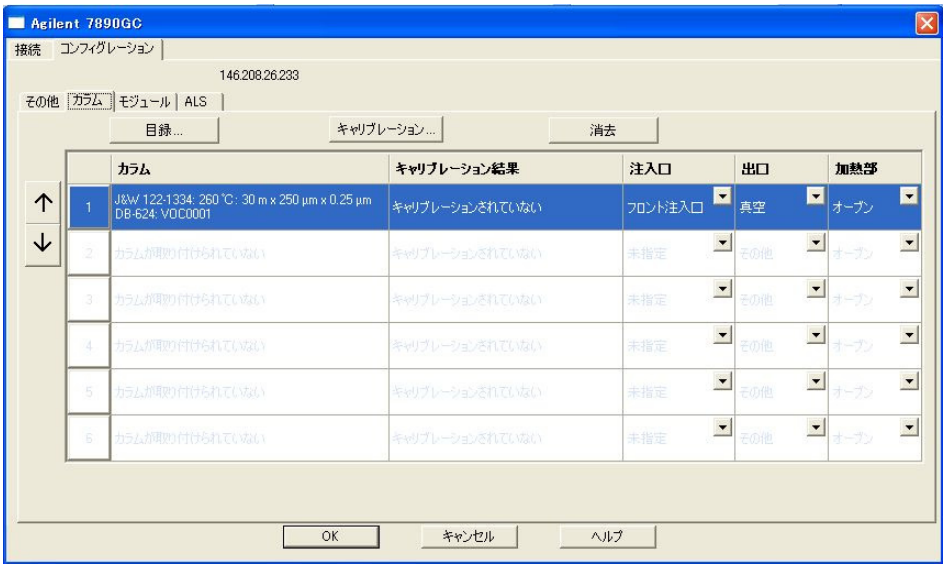
ここでは必ずいいえ(N)を選択します。誤ってはい(Y)を選択すると交換前のカラムで使用していたメソッドの内容が変更されてしまいます。

（5） GC ソフトコンフィグレーションでカラムの設定を変更する

メニューから［機器］－［GC ソフトコンフィグレーション編集］を選択します。



カラムを交換した際に GC 本体から入力したカラム情報が表示されます。

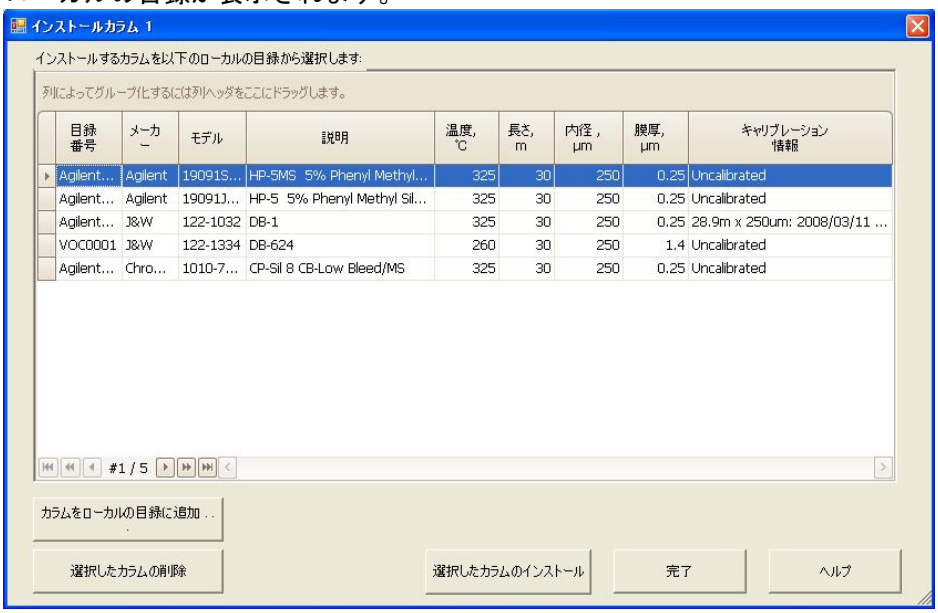


目録... ボタンをクリックします。

注意

コンフィグレーションに表示されているカラムは、実際の状態と同じにしておきます。注入口に接続されていないカラムは消去して、カラムを未接続な状態でリストに残さないようにしてください。

ローカルの目録が表示されます。



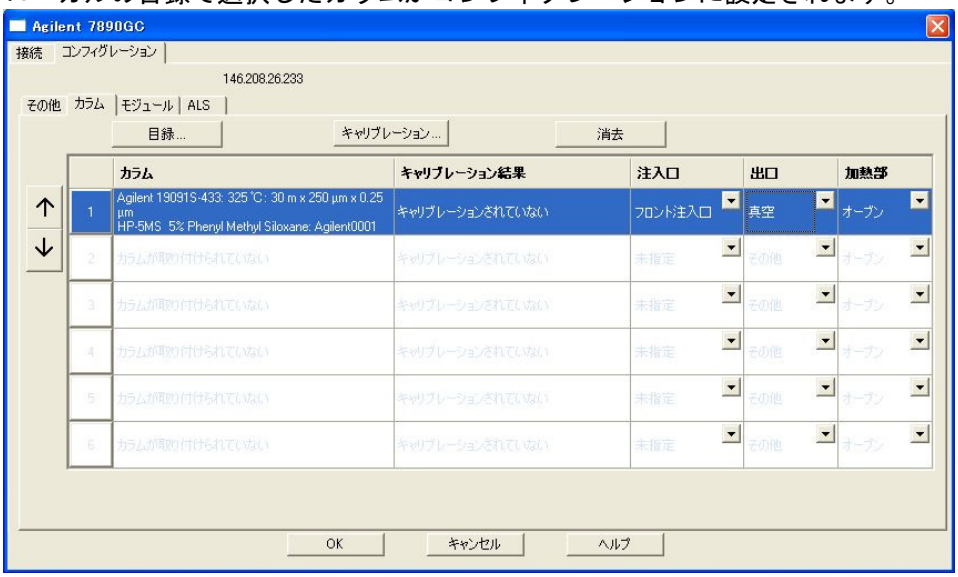
接続したカラムをローカルの目録リストから選択し、[選択したカラムのインストール]ボタンをクリックします。

注意

通常、目録には予めお客様が普段使用するカラムを全て登録しておきます。

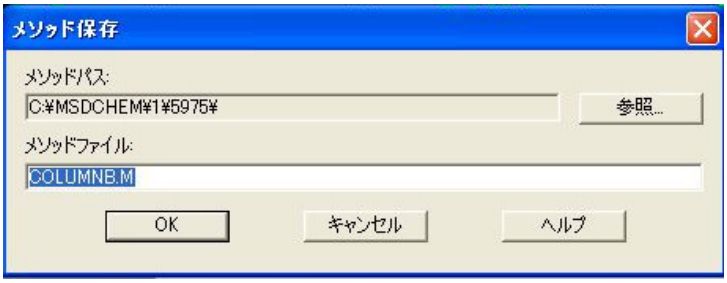
目録にお客様の所有しているカラムを登録する場合は、[カラムをローカルの目録に追加 . .]をクリックします。

ローカルの目録で選択したカラムがコンフィグレーションに設定されます。



接続する注入口などに変更が無いか確認を行い、[OK]をクリックします。

設定条件を変更したため、メソッド保存画面が表示されます。



[キャンセル]ボタンをクリックし、保存を**<u>キャンセル</u>**します。

注意

ここでは必ず[キャンセル]を選択します。メソッドの保存をキャンセルしても、変更したカラム情報は 7890GC 本体へダウンロードされます。

カラム情報が正しくダウンロードされたことを、GC 本体から確認します。

（6）　メソッドの読み込み

メニューから［メソッド］－［メソッドの読み込み］を選択し、これから使用するメソッドを読み込みます。

その際、現在読み込まれているメソッドが変更されているため、メソッド保存を促すメッセージが表示されます。



いいえ(N)を選択し、メソッドの保存をキャンセルします。

注意

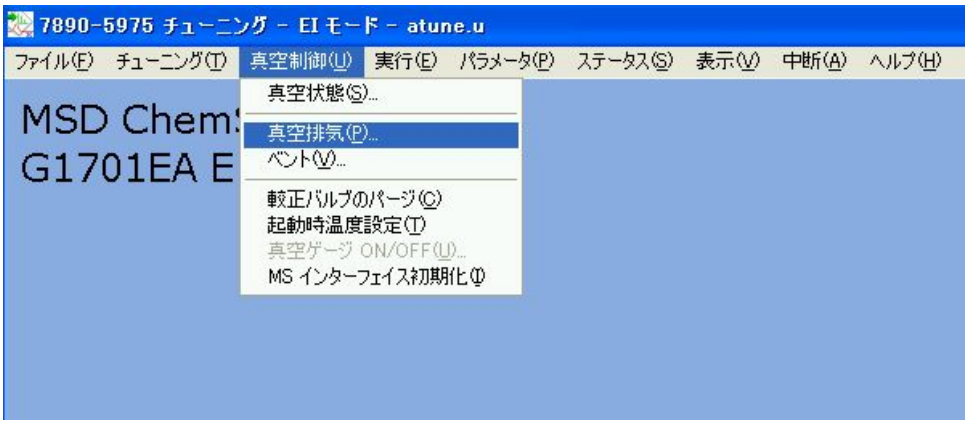
ここでは必ずいいえ(N)を選択します。誤ってはい(Y)を選択すると、交換前のカラムで使用していたメソッドの内容が変更されてしまいます。

読み込んだこれから使用するメソッドと GC 本体のコンフィグレーションが一致しているため、メソッド変換の画面（GC パラメータの編集画面）が表示されることなくメソッドが読み込まれます。

メソッド変換の画面（GC パラメータの編集画面）が表示された場合は、OKや適用(Y)ボタンをクリックする前に、読み込んだメソッドに間違いが無いか十分確認を行います。

（8）　真空真空排気プログラムの実行

［チューニングと真空制御］画面のメニューから［真空制御］－［真空排気］を選択し、真空排気プログラムが進行していることを確認します。



真空排気プログラムが終了しても、真空度が安定するまでにはさらに時間がかかります。

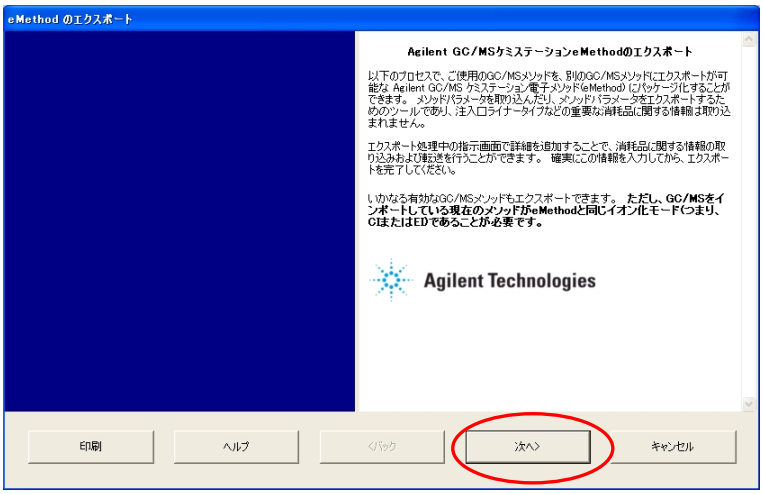
付録C
eMethod

付録 C－1　eMethod のエクスポート　C－3
付録 C－2　eMethod のインポート　C－6

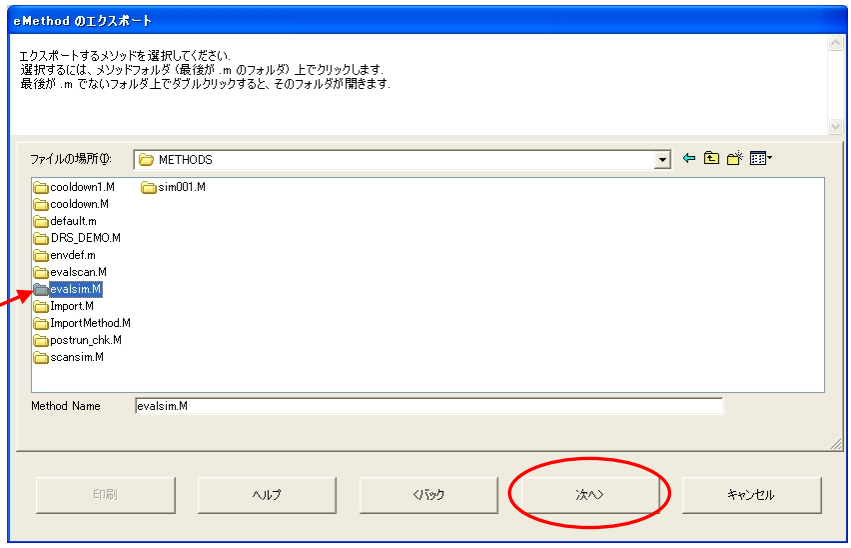
付録C－1　eMethod のエクスポート

既存のメソッドを eMethod に変換したい場合は、eMethod へのエクスポートを実行します。

（1）［メソッド］メニューから［eMethod のエクスポート］を選択します。
画面の説明を確認して 次へ> をクリックします。

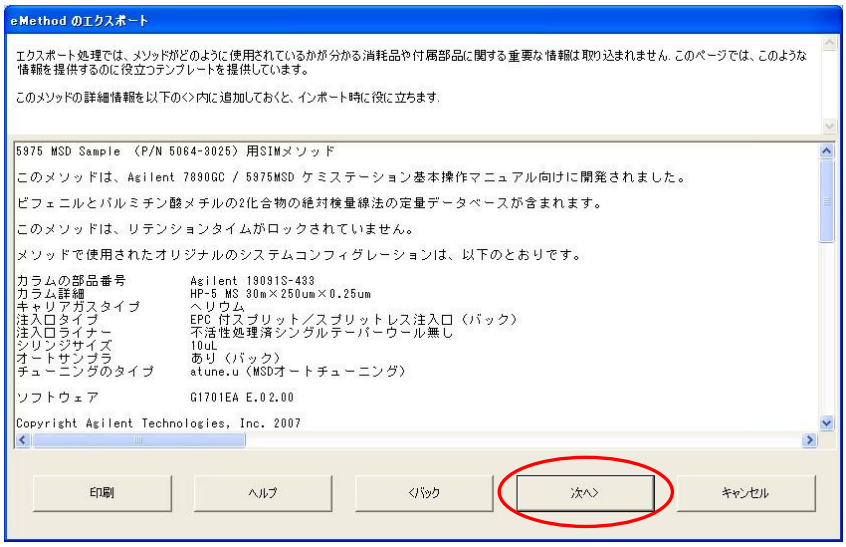


（2）エクスポートするメソッドを選択して 次へ> をクリックします。

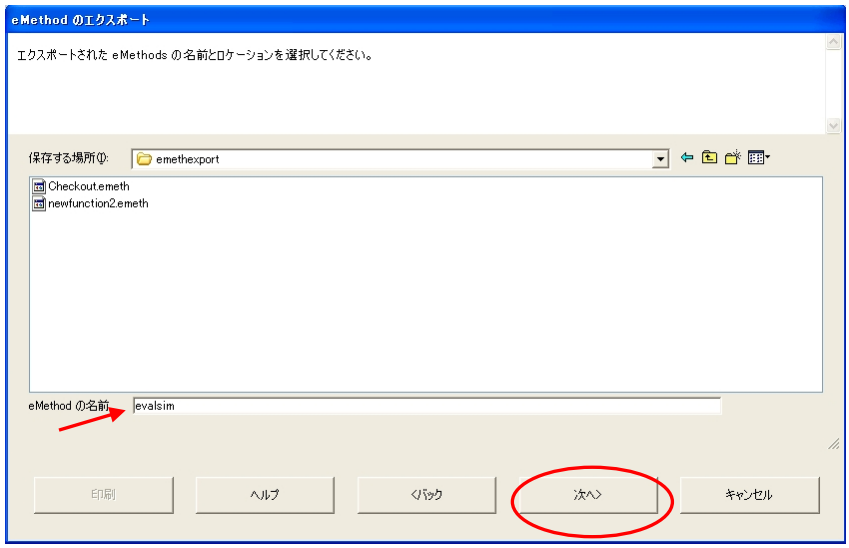


（3） メソッドに含まれない情報を記入する画面です。ライナーやドローアウトプレート種類などの付加情報を記入しておくとよいでしょう。

次へ> をクリックします。

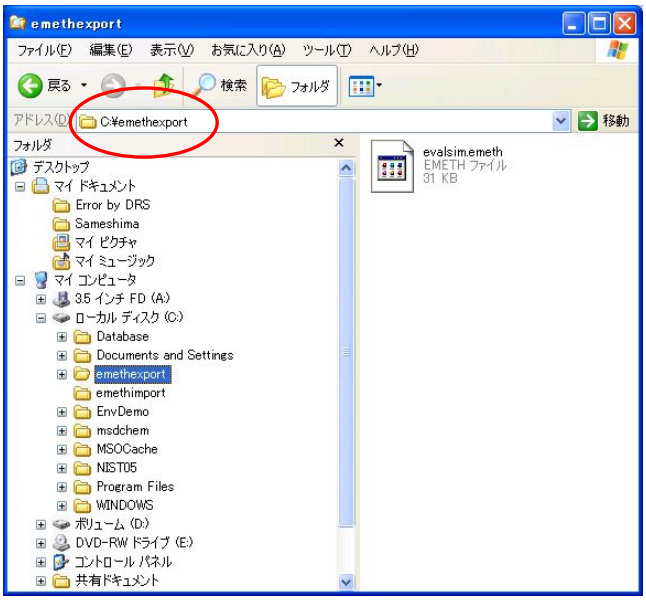


（4） eMethod Name 欄にファイル名を入力し 次へ> をクリックします。



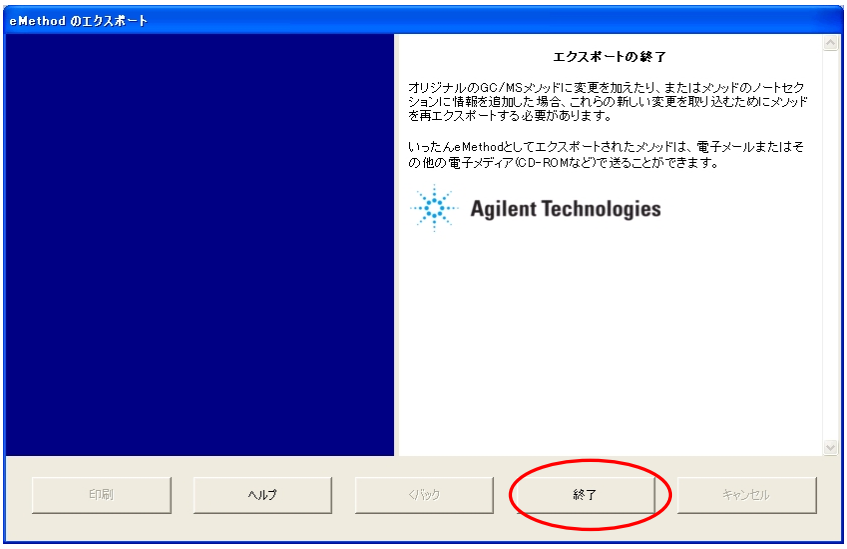
拡張子の［.emeth］は自動的に付けられるため、入力する必要はありません。

デフォルトのエクスポート用フォルダは［C:¥emethexport］です。



（5）　作成された eMethod は、新しく導入した異なる機器でインポートして使用したり、e-メールに添付して世界中に発信することも可能です。

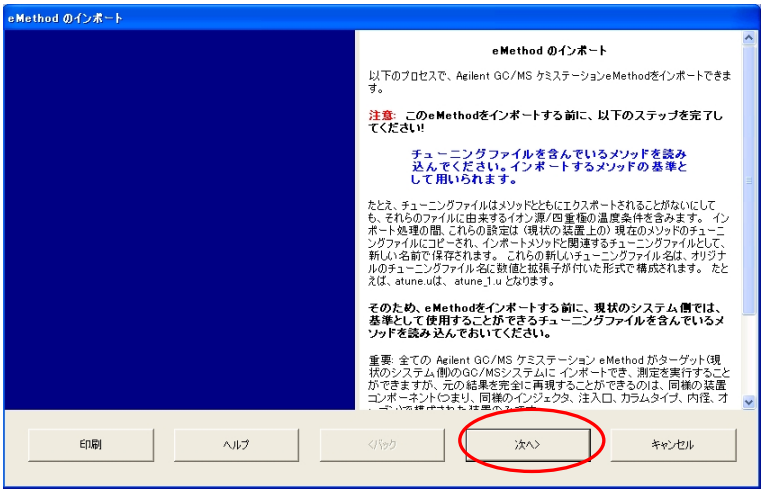
終了　をクリックして eMethod のエクスポートを完了させます。



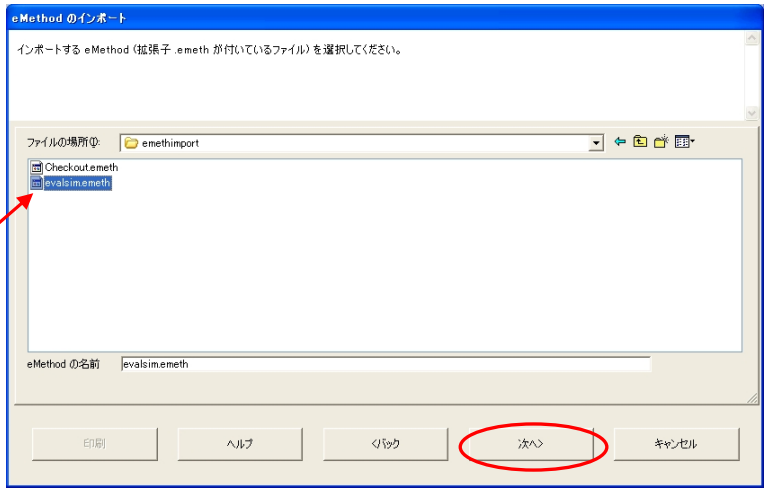
付録C－2　eMethod のインポート

他の機器で作成した eMethod や、Agilent の Web サイトからダウンロードした eMethod をインポートします。

（1）［メソッド］メニューから［eMethod のインポート］を選択します。
画面の説明を確認して 次へ> をクリックします。



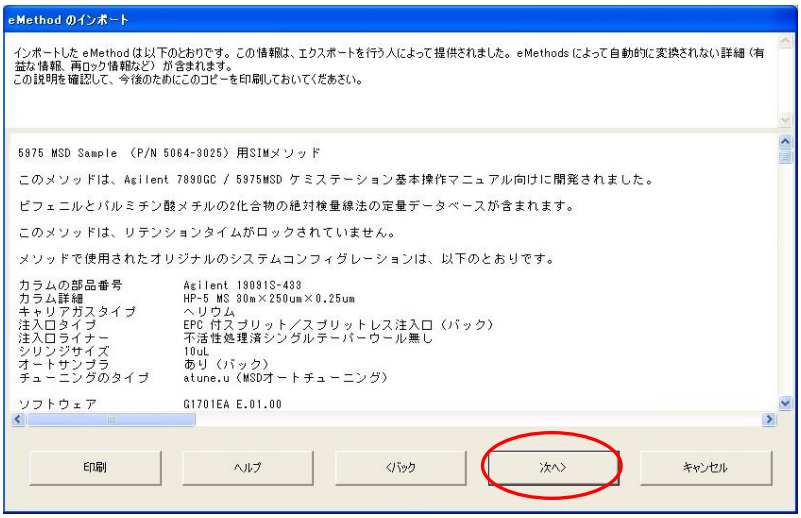
（2）インポートする eMethod を選択し 次へ> をクリックします。



デフォルトのインポート用フォルダは［C:¥emethimport］です。

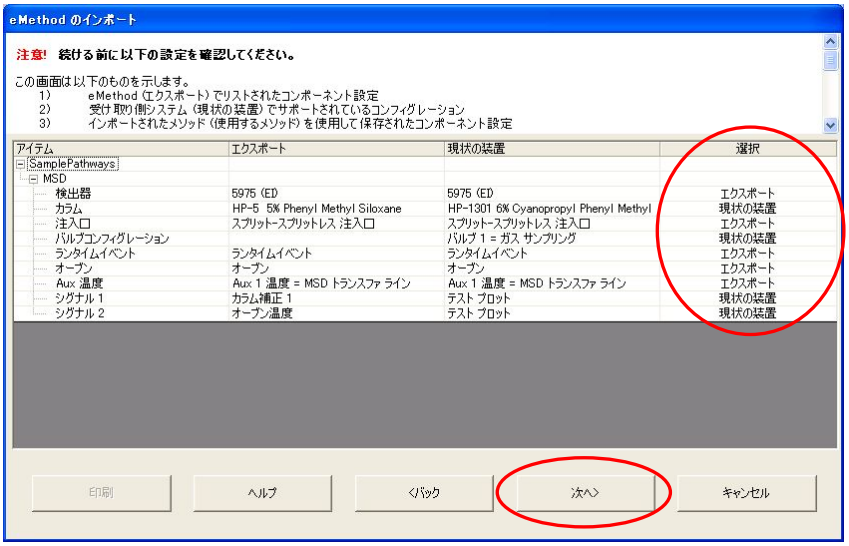
（3） 次の画面ではメソッドに含まれない情報が表示されます。印刷しておくとよいでしょう。

次へ> をクリックします。

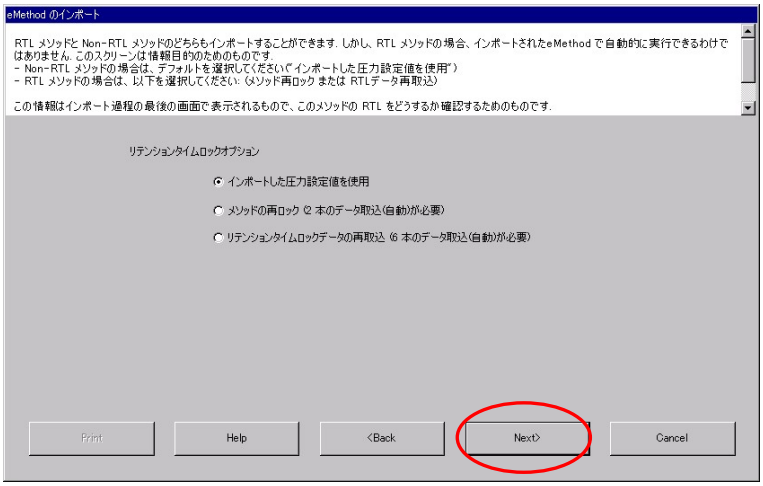


（4） eMethod を作成時のエクスポート側の機器と、現在使用している機器とのコンフィグレーションが表示されます。［選択］の列でダブルクリックすると優先させるコンフィグレーションを変更することが可能です。

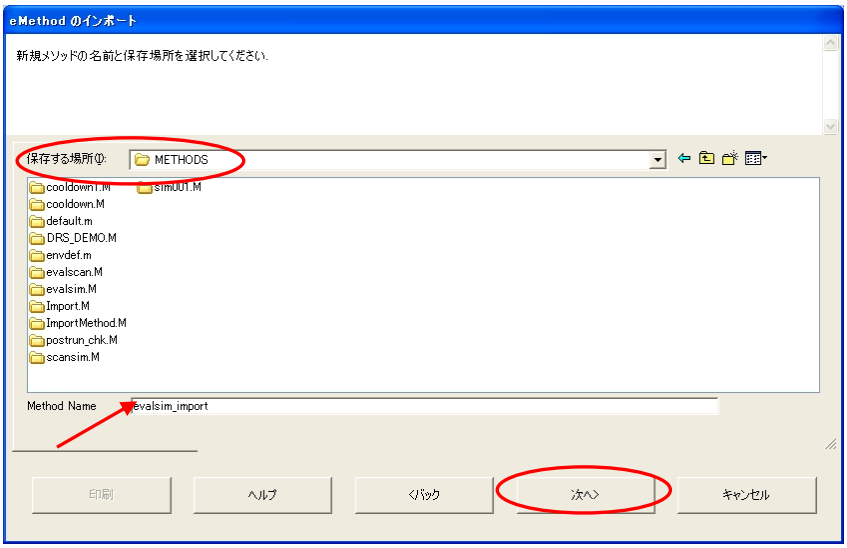
次へ> をクリックします。



(5)　リテンションタイムロッキングの圧力値の扱いについて選択し、
次へ>をクリックします。

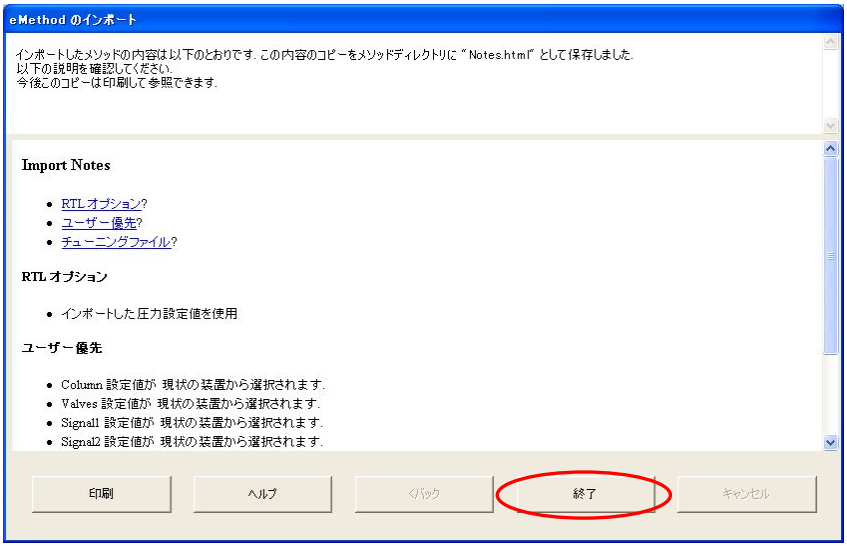


(6)　インポートするメソッドの保存先をとメソッド名を指定します。
次へ>をクリックします。



（7） インポートされたメソッドについての情報が表示されます。
内容を印刷しておくとよいでしょう。

終了 をクリックして eMethod のインポートを完了させます。



注意

上記の画面で表示される情報はきわめて重要です。例えば eMethod と現在の機器とで異なるカラムを使用している場合など、コンフィグレーションの相違を判断してケミステーションが自動的にどちらかを優先させることがあります。上図では、前ページで eMethod 側（エクスポート側）を優先するように選択して実行しましたが、現在の機器に取り付けられているカラムが優先されてインポートされています。（ケミステーションは、カラムの最高使用温度やカラム流量が MSD の排気能力を超えてしまうような危険を回避するため、自動的にこのような操作を実施します）。ユーザー優先やチューニングファイルの情報は必ず確認するようにしてください。


Memo

付録D
マウスアクション

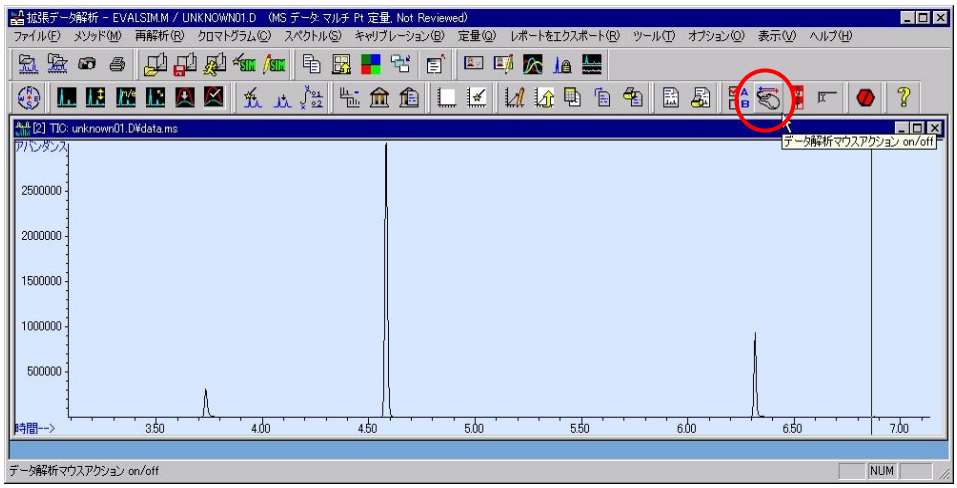
付録 D−1　データ解析マウスアクション　D−3
付録 D−2　TIC 画面のマウスアクション　D−4
付録 D−3　スペクトル画面のマウスアクション　D−9

付録D－1　データ解析マウスアクション

データ解析で使用するマウスの右クリック機能を、従来の機能から、右クリックメニューに切り替えます。この機能をオンにすると従来は特殊なコマンド等で行っていた操作を、簡単な右クリックだけで行えるようになります。例えば、イオンクロマトグラムの表示などをより簡単に行うことができます。

（1）　マウスアクションモードの切り替え

ツールバーにある（マウスアクション on/off アイコン）をクリックします。このアイコンをクリックする度に、マウスアクション機能のオン/オフが切り替わります。



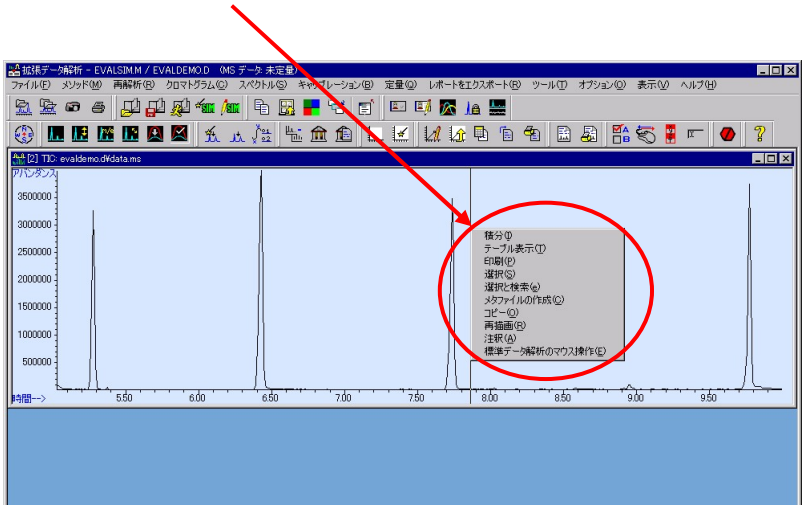
標準デー解析のマウス操作に戻す場合は、アイコンを再度クリックするか、右クリックメニューから［標準データ解析のマウス操作］を選択します。

付録D−2　TIC 画面のマウスアクション

（1） （データファイル読み込みアイコン）をクリックしてデータファイルを読み込み、TIC を表示させておきます。

（2） まだ実施していない場合には（マウスアクション on/off アイコン）をクリックしてマウスアクションモードをオンにします。

（3） TIC 画面上で右クリックすると TIC のマウスアクションメニューが表示されます。

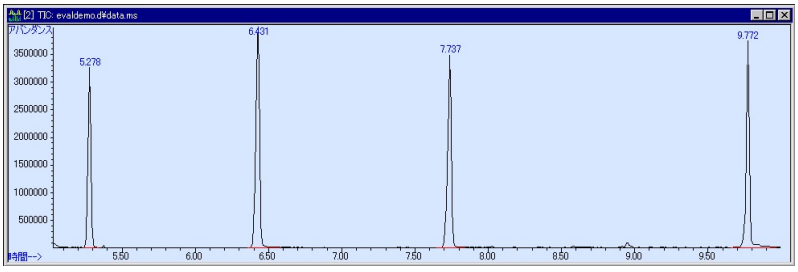


＜TIC 画面マウスアクションメニュー一覧＞

積分	［クロマトグラム］－［積分］ 現在指定されている積分パラメータで積分を実行し、TIC を表示します。
テーブル表示	現在表示されているクロマトグラムの数値データ、および認識されているピークの積分結果を表示します。
印刷	トータルイオンクロマトグラムを印刷します。
選択	右クリックした位置（リテンションタイム）のスペクトルを表示します。標準のマウス操作の右ダブルクリックと同じ機能です。
選択と検索	上記の［選択］で実施されるスペクトルの表示に加えてライブラリ検索が実行され、結果を表示します。
メタファイルの作成	現在表示されているスケールでデータの TIC から画像メタファイルが作成されます。メタファイルはデータファイルディレクトリ内に保存されます。 文書へのクロマトグラムの挿入等に使用できます。
コピー	ウィンドウ#2（TIC 画面）がクリップボードにコピーされます。そのままペーストすると、簡単に文書へクロマトグラムを挿入できます。
再描画	クロマトグラムを再描画します。
注釈	クロマトグラム上に注釈を加えます。
標準データ解析のマウス操作	標準のマウス操作モードに戻ります。

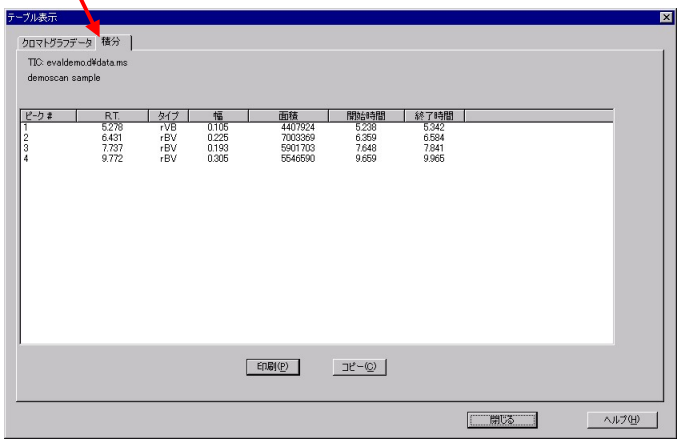
（4） 積分

現在指定されている積分パラメータで積分を実行します。
積分されたピークにリテンションタイムと、ベースラインが表示されます。



（5） テーブル表示

［積分］タブをクリックします。

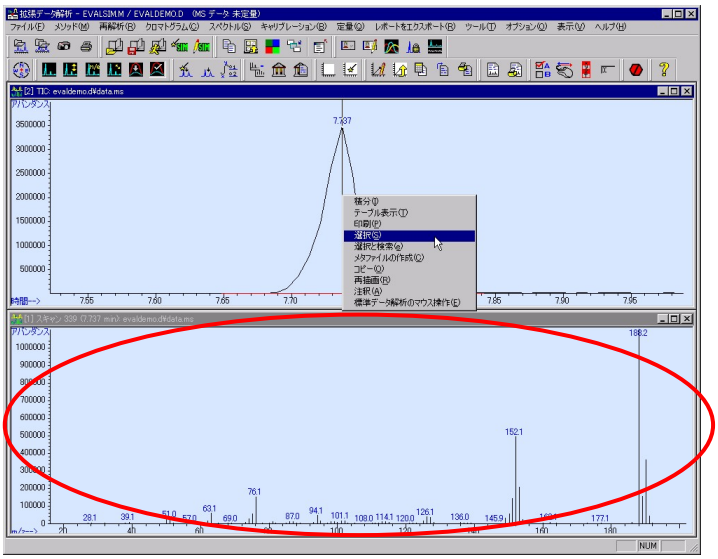


積分結果が表形式で表示されます。この画面から内容を印刷したり、クリップボードへコピーしたりすることができます。

（6） 選択

① マウスカーソルを TIC 上のスペクトル表示したいリテンションタイムにあわせ、右クリックし、［選択］を選びます。

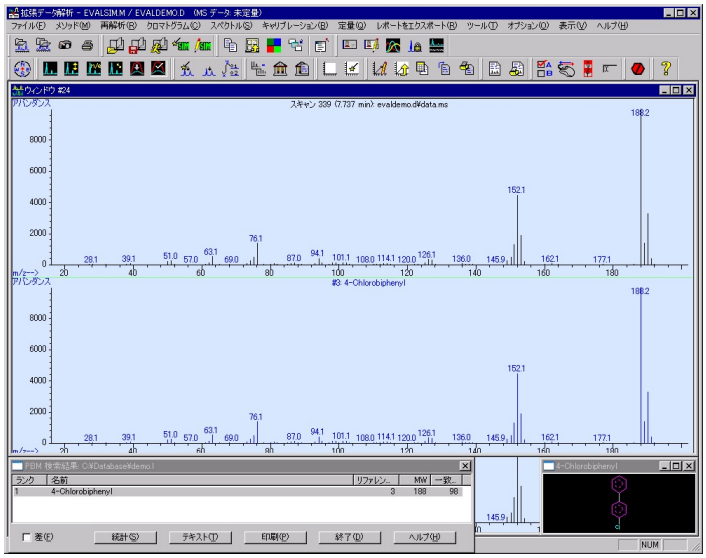
② スペクトルが表示されます。



この機能は、標準マウス操作の右ダブルクリックに相当します。

(7) 選択と検索

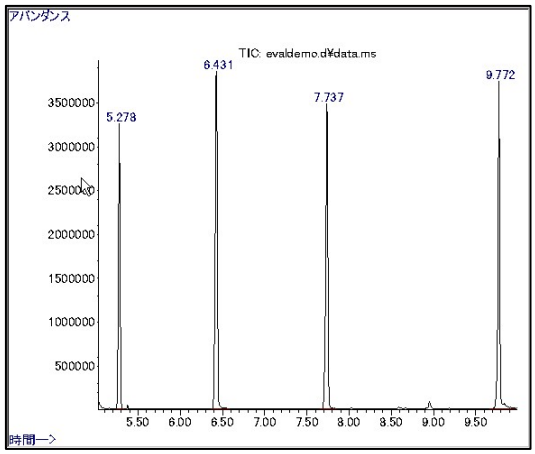
マウスカーソルを TIC 上のスペクトル表示したいリテンションタイムにあわせ、右クリックし、［選択と検索］を選びます。



右クリックしたリテンションタイムでのスペクトルとそのライブラリ検索結果が表示されます。

(8) メタファイルの作成

クロマトグラム上の任意の位置で右クリックし［メタファイルの作成］をクリックします。



現在表示中のスケールで TIC のメタファイル画像が作成されます。

メタファイルはデータファイルディレクトリ内に.wmf の拡張子で保存されます。

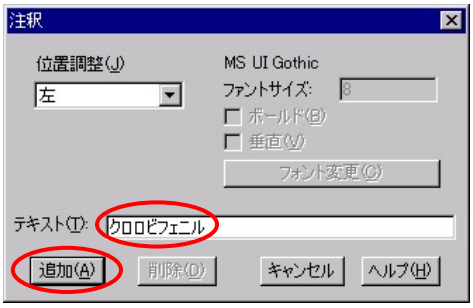
（9） 注釈

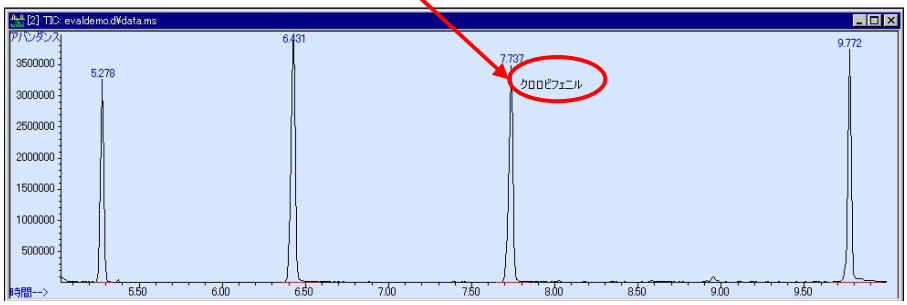
① クロマトグラム上の注釈を表示したい位置で右クリックし［注釈］を選択します。

② 注釈ダイアログボックスでテキスト欄に注釈の内容を入力します。

③ 追加ボタンをクリックします。

④ TIC 上に注釈が表示されます。



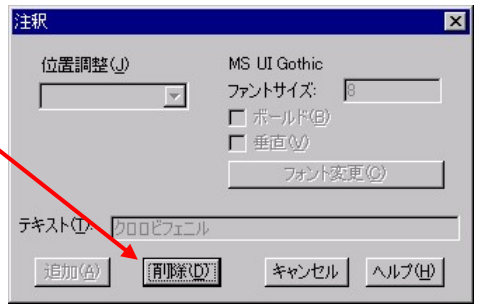


（10） 注釈の削除

① 注釈を削除する場合は、削除したい注釈の上にマウスカーソルを合わせ左右同時にマウスボタンをクリックします。

② テキストの内容を確認して 削除(D) ボタンをクリックします。

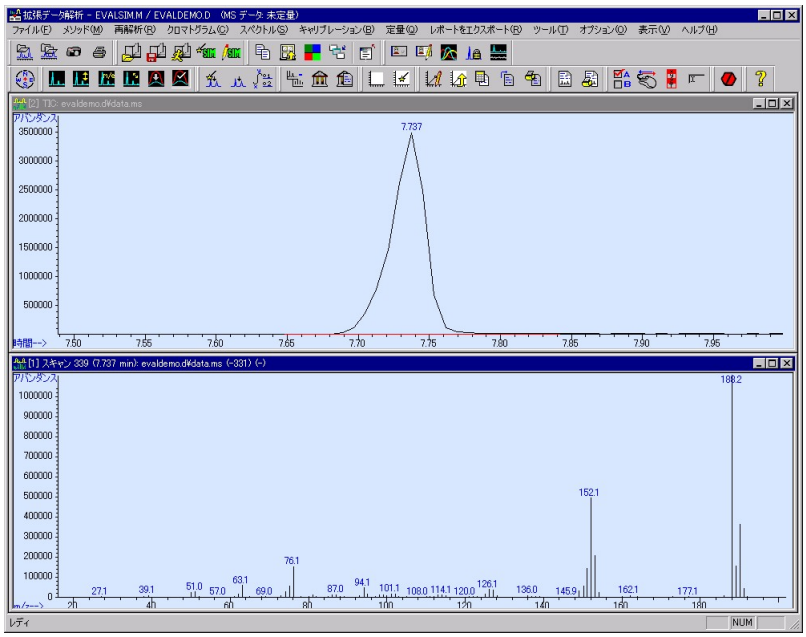
③ クロマトグラムから注釈が削除されます。



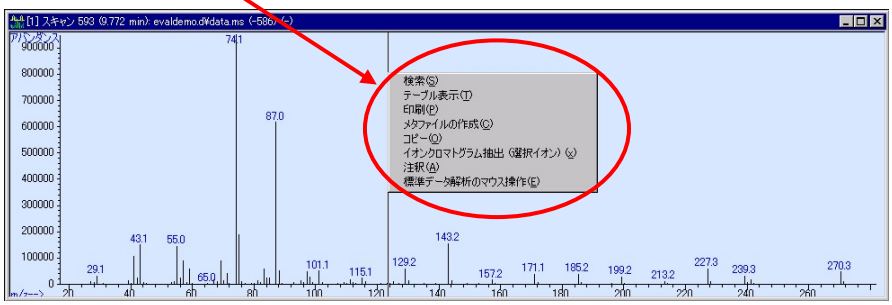
付録D−3　スペクトル画面のマウスアクション

（1）（データファイル読み込みアイコン）をクリックしてデータファイルを読み込み、スペクトルを選択し、ウィンドウ#1 にスペクトルを表示させておきます。

（2）まだ実施していない場合には（マウスアクション on/off アイコン）をクリックしてマウスアクションモードをオンにします。



（3）スペクトル画面上で右クリックすると TIC のマウスアクションメニューが表示されます。



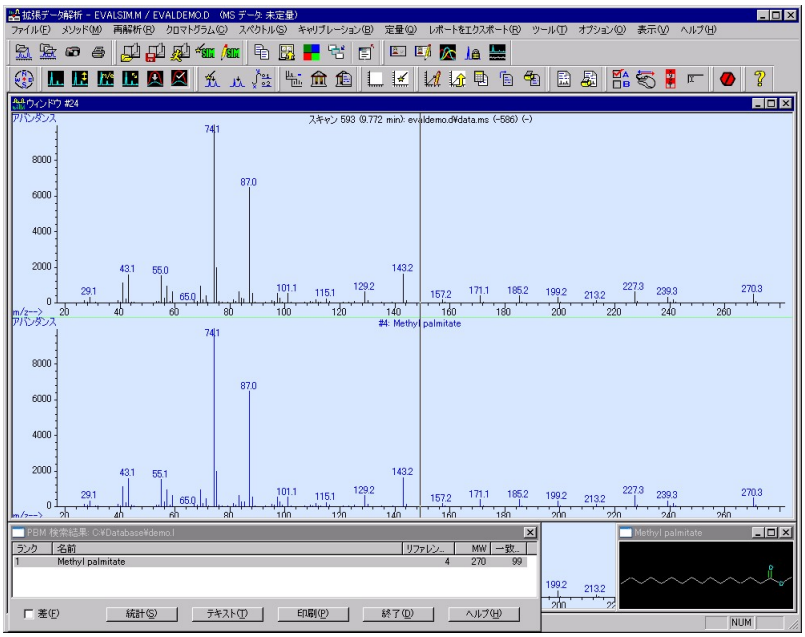
＜スペクトル画面マウスアクションメニュー一覧＞

検索	現在表示されているスペクトルのライブラリ検索を実行します。
テーブル表示	スペクトルを数値化したテーブルを表示します。
メタファイルの作成	現在表示されているスペクトルの、画像メタファイルが作成され、データファイルディレクトリに保存されます。文書へのスペクトル図挿入等に使用できます。
コピー	スペクトルがクリップボードにコピーされます。
イオンクロマトグラム抽出（選択イオン）	クリックした位置（m/z、イオン）のイオンクロマトグラムを抽出して表示します。
注釈	スペクトル上に注釈を加えます。
標準データ解析のマウス操作	標準のマウス操作モードに戻ります。

（4） 検索

① スペクトル画面で右クリックして［検索］を選択します。

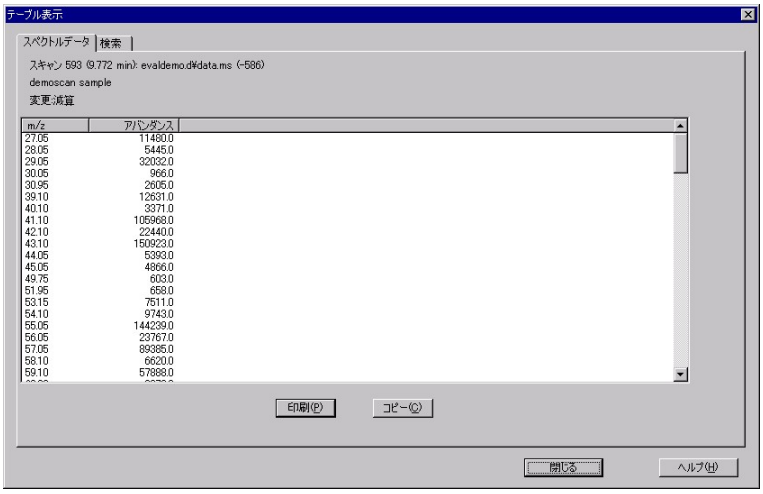
② ライブラリ検索が実行され、結果が表示されます。



(5)　テーブル表示

①　スペクトル画面で右クリックして［テーブル表示］を選択します。

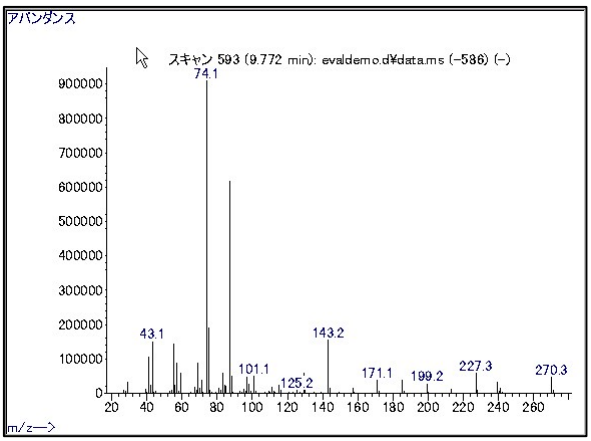
②　［スペクトルデータ］タブをクリックします。



スペクトルの質量ピークそれぞれに対して、質量（m/z）およびアバンダンスが表形式でリストされます。この画面から内容を印刷したり、クリップボードへコピーしたりすることができます。

(6)　メタファイルの作成

クロマトグラム上の任意の位置で右クリックし［メタファイルの作成］をクリックします。

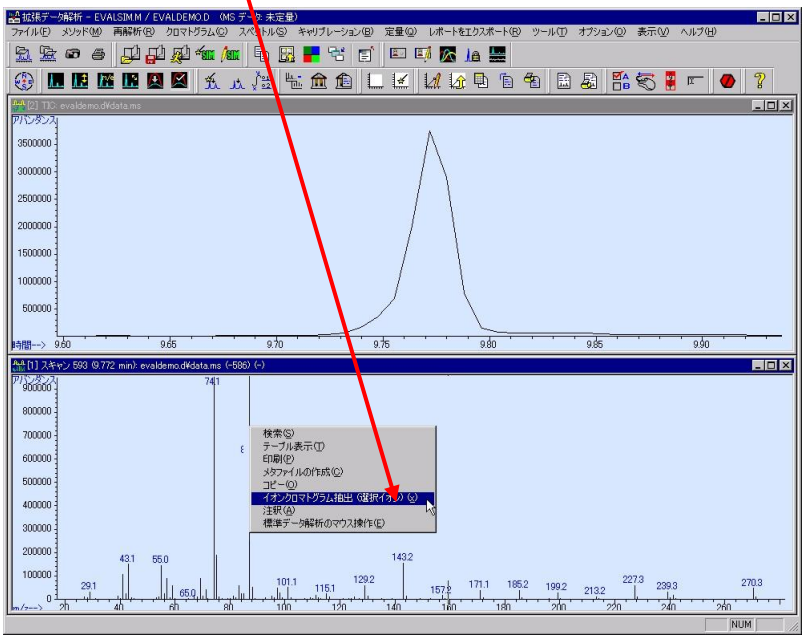


現在表示中のスケールでスペクトルのメタファイル画像が作成されます。

メタファイルはデータファイルディレクトリ内に.wmf の拡張子で保存されます。

（7） イオンクロマトグラム抽出（選択イオン）

① 抽出したいイオンにカーソルをあわせ右クリックのメニューから［イオンクロマトグラム抽出（選択イオン）］を選びます。

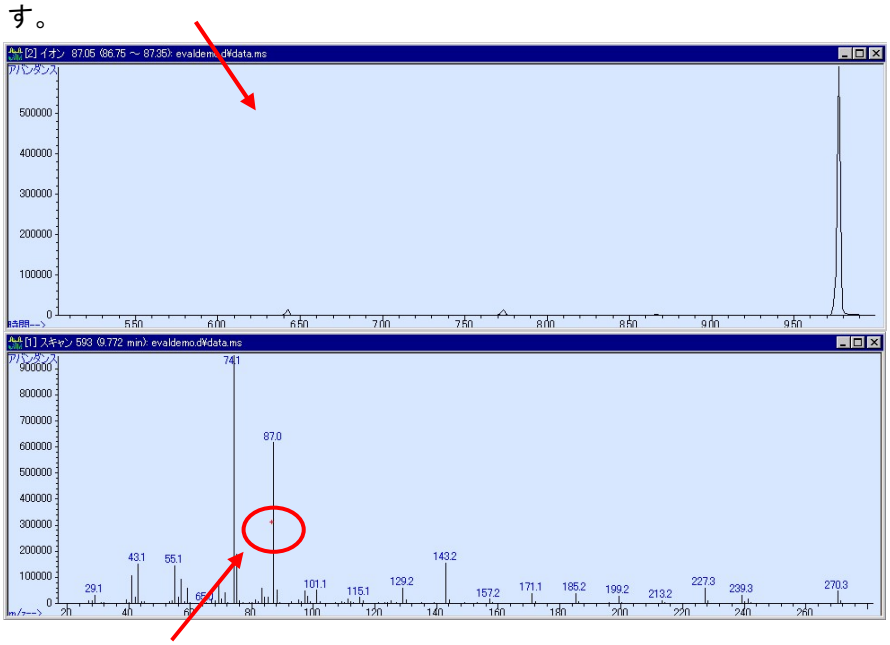


上の例ではカーソルを m/z = 87 にあわせ、右クリックしています。

② はい(Y) をクリックします。



③　m/z = 154 のイオンクロマトグラムがウィンドウ#2（画面上部）に表示されます。

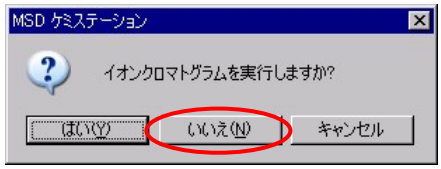


④　スペクトル画面の抽出されたイオンには［+］マークがつきます。

（8）　複数のイオンクロマトグラムを抽出して表示する

①　抽出したいイオンにカーソルをあわせ右クリックのメニューから［イオンクロマトグラム抽出（選択イオン）］を選びます。

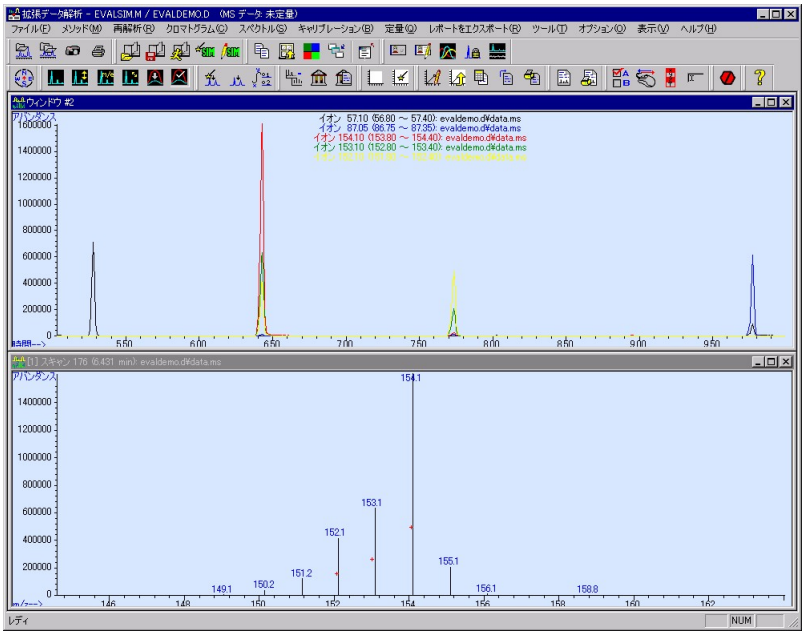
②　確認メッセージで［いいえ(N)］をクリックします。



③　二つ目に抽出するイオンにカーソルを合わせ、同様に右クリックメニューの［イオンクロマトグラム抽出（選択イオン）］を選びます。

④　抽出させたいイオンを選び終わるまで同様の操作を繰り返します。
（最大 6 イオンまで選択可能）

⑤　最後に、[はい(Y)]をクリックします。（6 つのイオンを選択すると確認メッセージは表示されず、自動的にイオンクロマトグラムが表示されます。）



抽出された複数のイオンクロマトグラムが表示されます。

（9）　注釈

TIC マウスアクションメニューと同様の操作で、スペクトル画面に注釈が加えられます。（D－8ページ参照）

付録E
定量結果が得られない時

付録 E−1　イオンクロマトグラムの抽出　E−3
付録 E−2　自動積分の実行と保存　E−5
付録 E−3　積分パラメータ（積分条件）の変更　E−6
付録 E−4　積分パラメータの保存　E−8
付録 E−5　定量データベースへ積分パラメータを登録する　E−9
付録 E−6　変更結果の確認　E−12

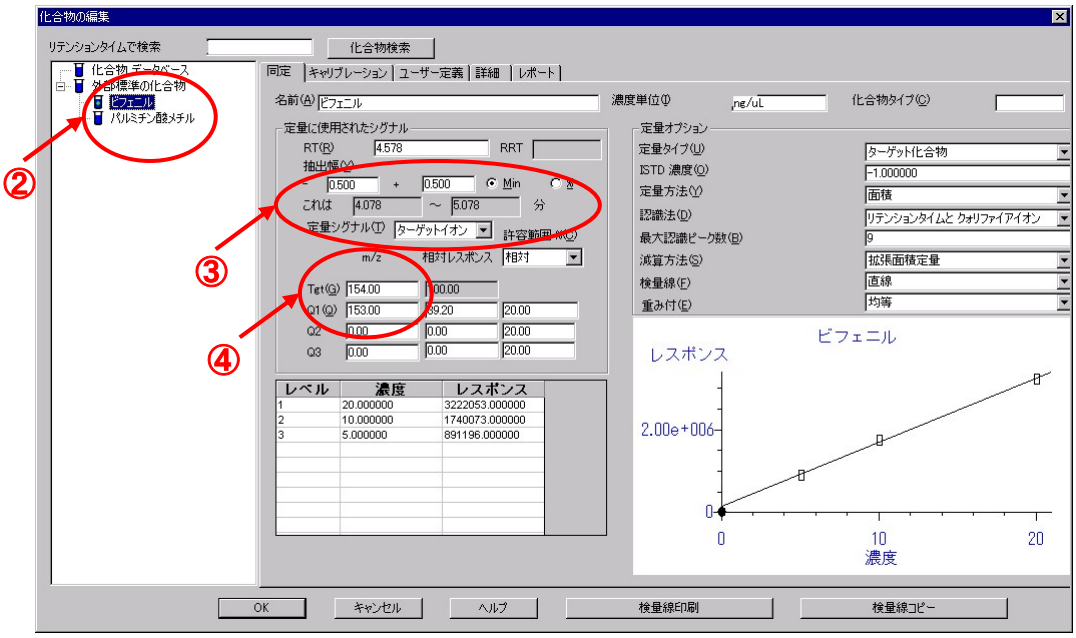
定量値がうまく出てこない原因として、「積分条件が適切でない」場合や「リテンションタイムがずれている」場合などが考えられます。ここでは、「積分条件が適切でない」場合の修正方法を説明します。

付録E－1　イオンクロマトグラムの抽出

積分条件が適切でない場合、ピークが認識されず、定量値が計算されません。定量では、イオンクロマトグラムを積分しますので、イオンクロマトグラムで積分条件を検討します。

（1） イオンクロマトグラム抽出条件の確認

① （化合物の編集アイコン）をクリックします。メニューの場合には［キャリブレーション］－［化合物編集］をクリックします。



② 認識されていない化合物名をクリックします。（以降、ビフェニルを例に説明を実施します。）

③ リテンションタイム（RT）の抽出幅を確認します。この例のイオンクロマトグラム抽出の時間範囲は 4.078～5.078 分です。

④ 定量イオンを確認します。この例では m/z 154 と m/z 153 です。

⑤ キャンセル をクリックして化合物の編集ダイアログを閉じます。

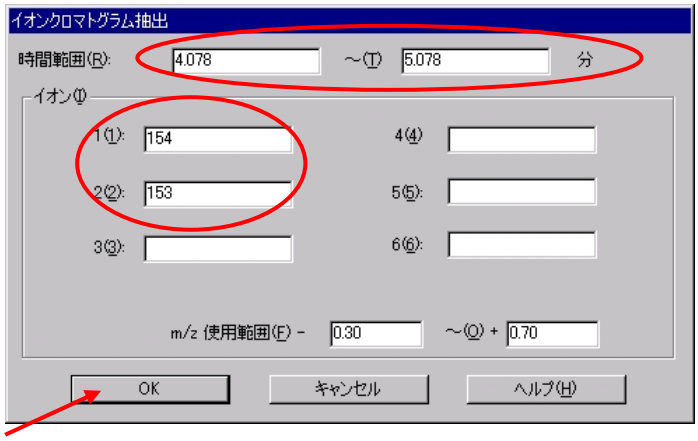
（2） イオンクロマトグラムを表示させる

① （イオンクロマトグラムアイコン）をクリックします。メニューの場合は［クロマトグラム］－［イオンクロマトグラム抽出］をクリックします。

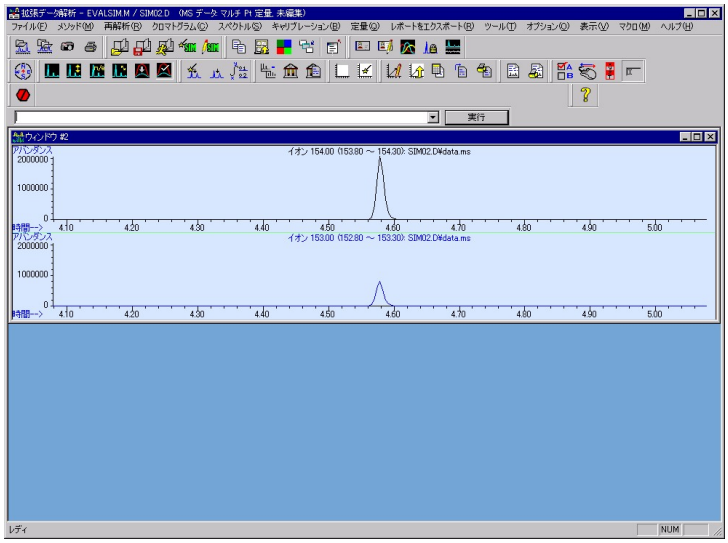
② 時間範囲に手順③で確認した時間を入力します。（例では 4.078 ～ 5.078）

③ イオンに手順④で確認したイオンを入力します。（例では 154、153）

④ OK をクリックします。



⑤ イオンクロマトグラムが指定した条件で表示されます。



付録E−2　自動積分の実行と保存

（1） （自動積分アイコン）をクリックします。メニューの場合は［クロマトグラム］−［自動積分実行］をクリックします。

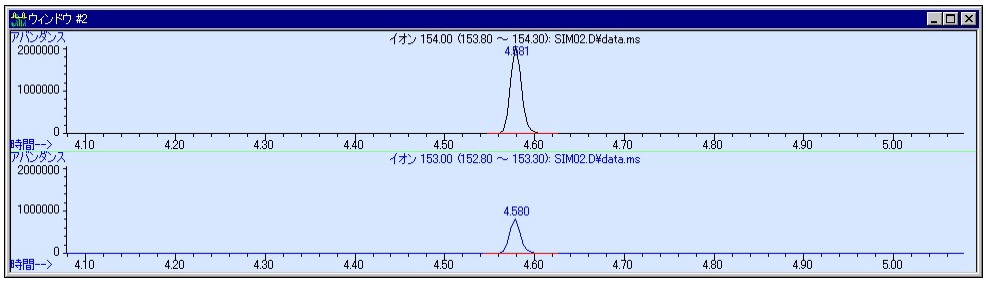
（2） 確認メッセージが表示されるので［はい(Y)］をクリックします。



（3） 自動積分の積分パラメータがメソッドに保存され、パラメータが保存されているファイル名が表示されます。［OK］をクリックします。



（4） 積分で認識されたピークには、ベースラインとリテンションタイムが表示されます。

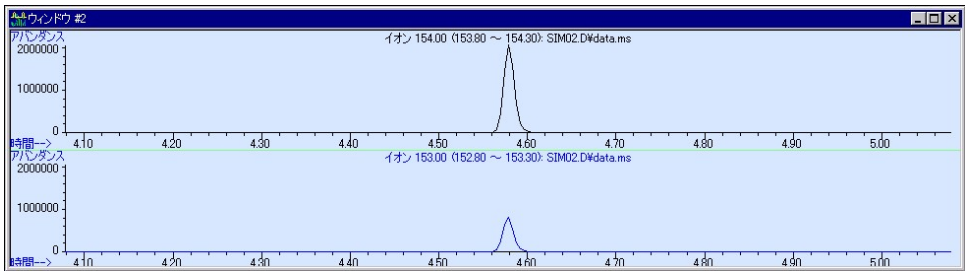


注意

自動積分は［RTE インテグレータ］が選択されている時には実行できません。自動積分が利用できない（メニューがグレーアウトしている）場合には［クロマトグラム］−［積分方式の選択］をクリックして［ケミステーションインテグレータ］を選択します。

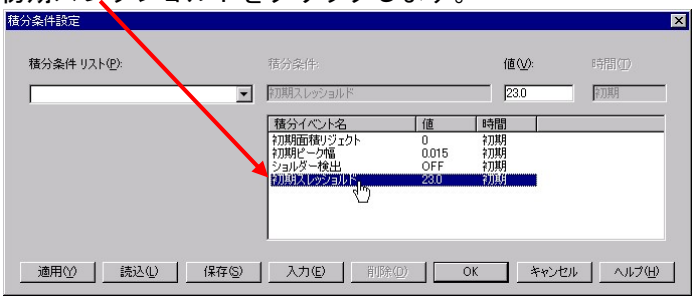
付録E－3　積分パラメータ（積分条件）の変更

思い通りの積分ができていない場合は、積分パラメータを変更して積分条件を調整する必要があります。以下の例ではターゲット、クオリファイア共にピークが認識されておらず、積分を実行してもリテンションタイムが表示されていません。

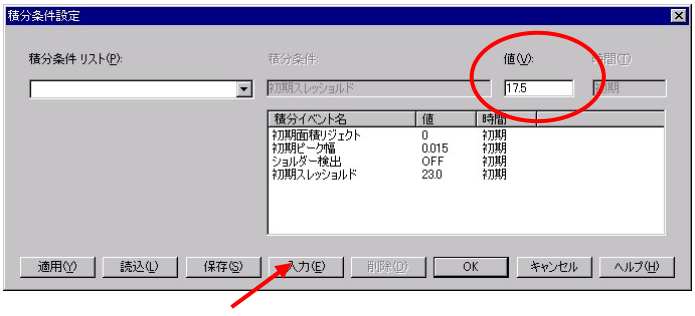


（1）（積分パラメータアイコン）をクリックします。メニューの場合は［クロマトグラム］－［MS シグナル積分パラメータ］をクリックします。

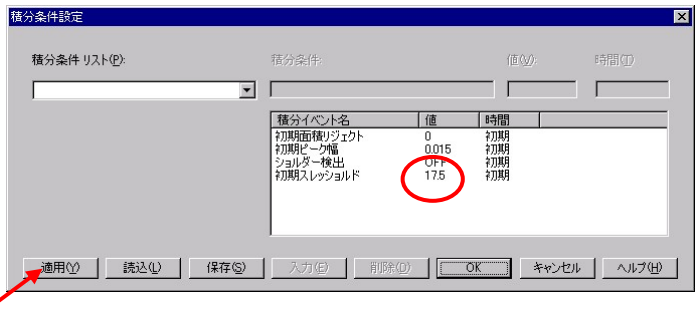
（2）初期スレッショルドをクリックします。



（3）値を変更し、入力(E)をクリックします。（通常、積分されていないピークを積分させる場合には、初期スレッショルドの値を小さくします。）

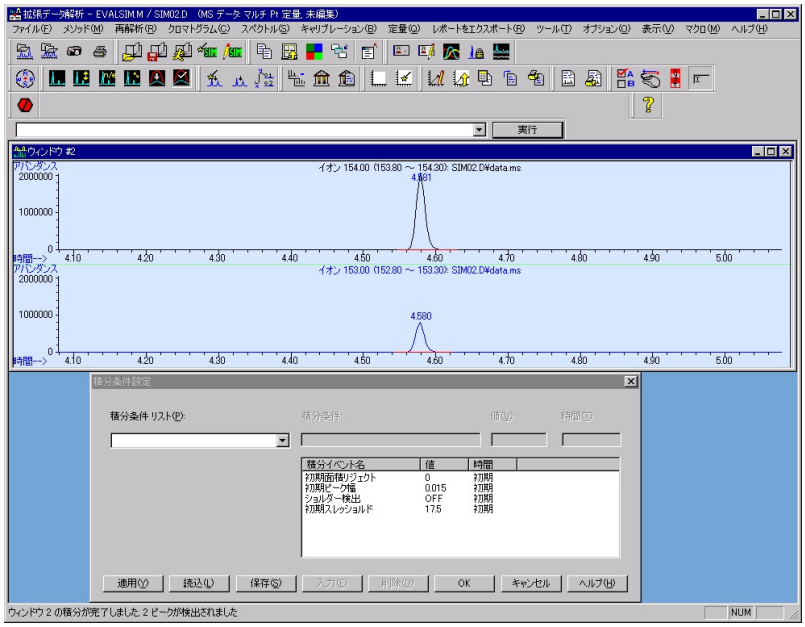


(4)　初期スレッショルドの設定値が変更されていることを確認します。



(5)　適用(Y)をクリックします。

(6)　入力したパラメータでクロマトグラムが積分され、表示されます。



(7)　必要に応じて再度初期スレッショルドを変更したり、その他の積分イベントを変更するなどし、手順（５）を繰り返して最適な条件を探します。

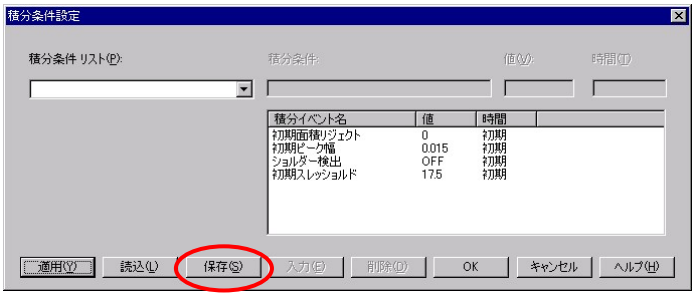
＜備考＞
　一般的に、初期スレッショルドの値を調節して積分パラメータを設定します。この値が１増加すると、ピーク認識の高さのしきい値が２倍になります。

付録E－4　積分パラメータの保存

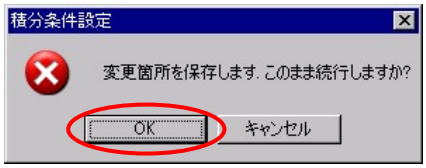
最適な積分結果が得られたら、積分パラメータをファイルに保存します。

（1） 積分条件設定ダイアログボックスで 保存(S) をクリックします。

（積分条件設定画面が開いていない場合には  （積分パラメータアイコン）をクリックします。メニューの場合は［クロマトグラム］－［MS シグナル積分パラメータ］をクリックします。）



（2） 確認メッセージが表示されるので OK をクリックします。



（3） 積分パラメータファイル名（例では Thresh17）を入力し、 OK をクリックします。ファイルの拡張子.e は自動的につきます。

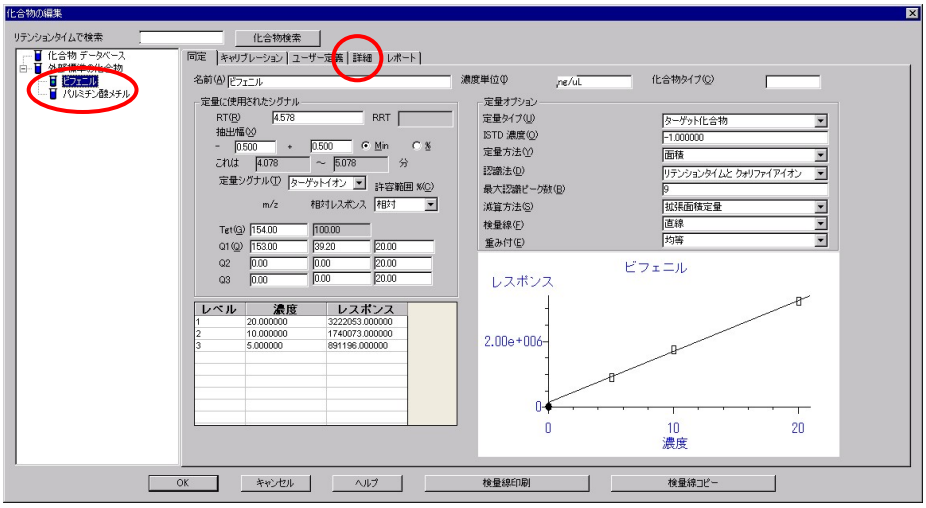


付録E－5　定量データベースへ積分パラメータを登録する

マニュアルで積分パラメータを最適化し、ファイルを保存した場合にはその積分条件を定量データベースに登録することにより、毎回その条件で積分させることが可能です。

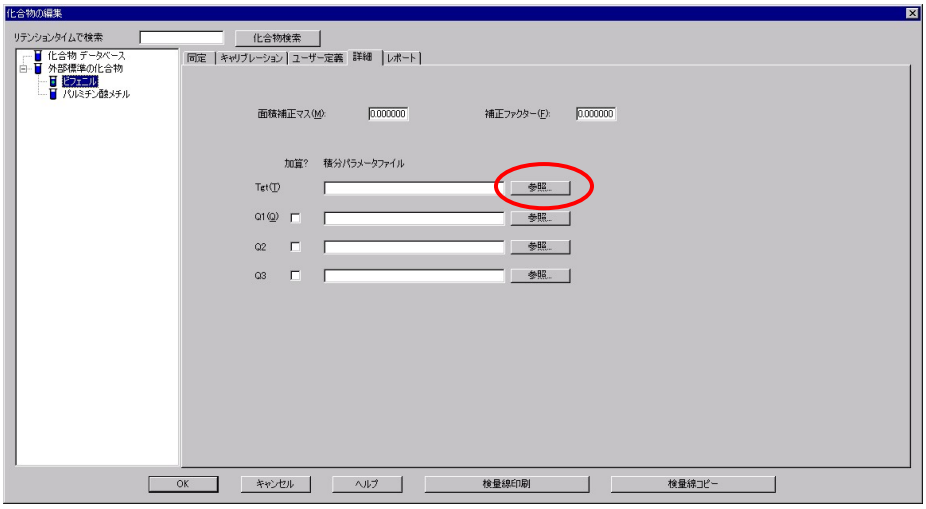
(1) （化合物の編集アイコン）をクリックします。メニューの場合には［キャリブレーション］－［化合物編集］をクリックします。

(2) 積分条件を登録する化合物名（例ではビフェニル）をクリックします。

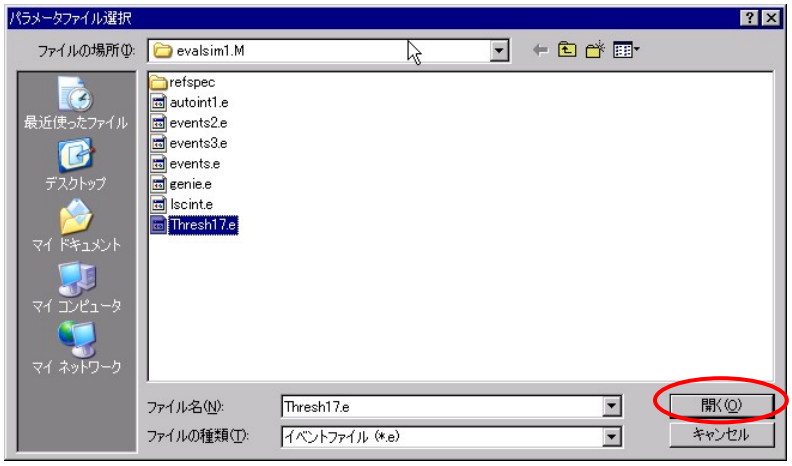


(3) 詳細タブをクリックします。

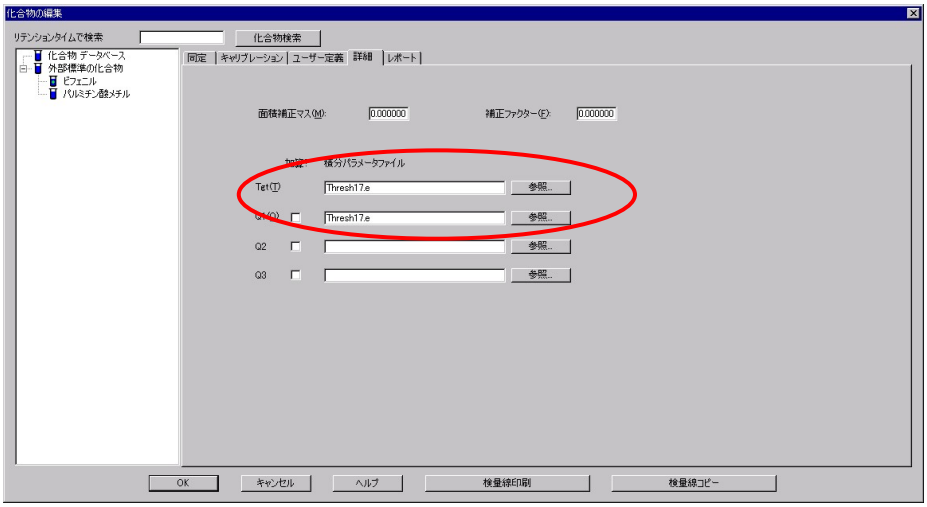
(4) Tgt の積分パラメータファイル欄のをクリックします。



（5） 保存したファイル（例では Thresh17.e）を選択し 開く(O) をクリックします。

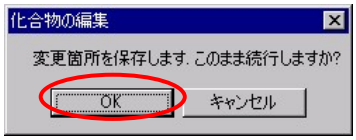


（6） 同様に Q1 にも積分パラメータファイルを設定します。（使用している場合には Q2 および Q3 の設定も実施します。）



（7） OK をクリックします。

（8） 確認メッセージが表示されるので OK をクリックして変更を保存します。



注意

ここでは、変更内容がメモリ上に保存されますが、メソッドには保存されません。必ずメソッドの保存を実行して変更内容をメソッドファイルに保存します。

（9） （メソッド保存アイコン）をクリックしてファイル名を入力・確認し、OK をクリックしてメソッドファイルを保存します。

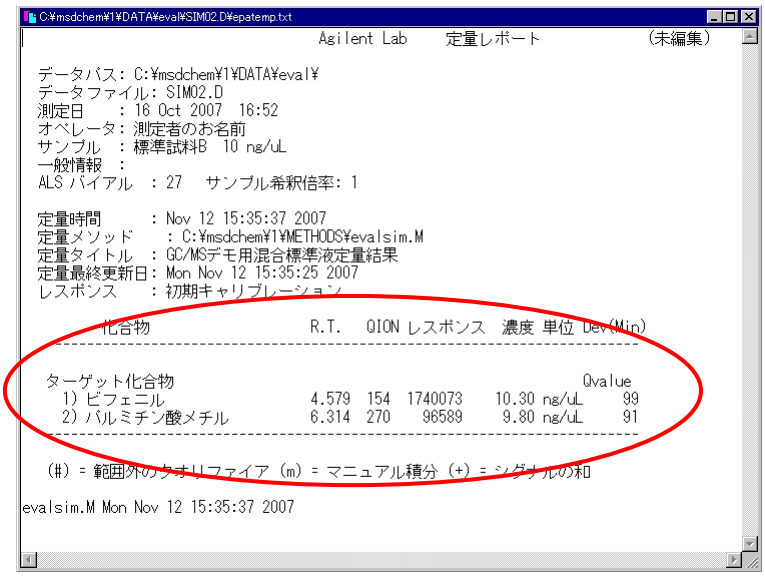


付録E－6　変更結果の確認

積分条件の調整が終了したら定量結果が計算されていることを、レポートを出力させて確認します。

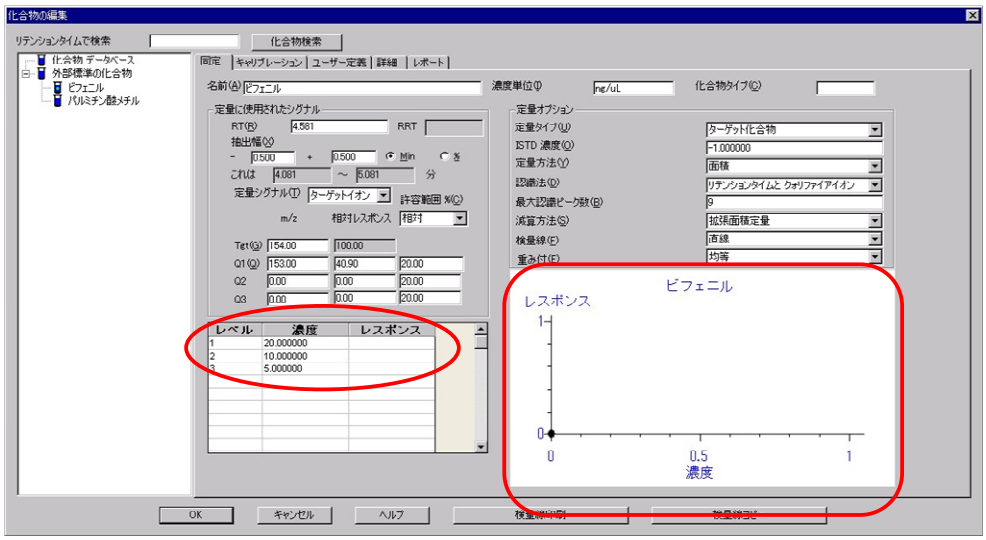
(1) （定量レポート計算アイコン）をクリックします。メニューの場合は［定量］－［計算］をクリックします。

(2) 定量結果が画面に表示されます。



＜備考＞

積分条件が適切でない場合、下記のように化合物の編集画面でレスポンスが登録されていない場合もあります。



この例では、レベル 1、2、3 ともに検量線にレスポンスが登録されていませんが、濃度の低いレベル 3 のみ登録されていない場合もあります。

このような場合には、本付録に従って積分条件を検討後、第 11 章-3（ページ 11-9）の手順に従ってキャリブレーションの更新を実施します。


Memo



付録F
Q&A 集

質問の一覧

Q1.　チューニングを行う頻度は？

Q2.　「MSD チューニング」と「クイックチューニング」の使い分け方は？

Q3.　「ゲインオートチューニング（Atune.U+HiSense.U）」とは？

Q4.　「標準スペクトルチューニング」とは？

Q5.　溶媒ピークの前にも定量しなければならないピークがある。どうすればよいか？

Q6.　感度が悪くなってしまった。どうすれば感度が回復するか？

Q7.　データを読み込もうとすると、「No MS Data」と表示される。

Q8.　マウスを TIC 画面内でダブルクリックしてもスペクトルが表示されない。

Q9.　スペクトルを取り出す方法はいろいろある。どのような方法で、スペクトルを取り出すのが一番いいのか？

Q10.　ピークの開始と頂点と最後で取り出したスペクトルの強度比が違っていた。2 つの成分が混ざっているのか？

Q11.　ライブラリ検索の結果、ヒット率が表示されるが、この値がどのくらいだったら、その化合物であると考えてよいか？

Q12.　ライブラリ検索の結果で、同じ化合物が複数表示されるのはどうしてか？

Q13.　ライブラリに登録されている任意の化合物のスペクトルを調べる方法は？

Q14.　クロマトグラムを任意のスケールで印刷したい。どのようにすればよいか？

Q15.　SIM 分析でカラムを交換したらピークが現れなくなった。どうしたらいいか？

Q16.　定量を行う際に、TIC ではなくイオンクロマトグラムを使用するのはどうしてか？

Q17.　自動積分を実行しても、積分されないピークがある。どうすればよいか？

Q18.　ピークの形状が悪くて、積分パラメータを調整してもピークを積分できない。

Q19.　積分結果を、マイクロソフトのエクセル（表計算ソフト）で処理したい。

Q20.　マイクロソフトのワード文書中に、クロマトグラムを載せたい。

Q21.　定量レポートの積分値と、自分で積分した値が異なる。

Q22.　定量レポートを見ると、ピークはあるのに定量結果がないと出ている。

Q23.　定量データベース（検量線）を登録するのに使用したデータを定量しても、クオリファイアイオンの比率が違って出力される。

付録 F　Q&A 集

Q1.　チューニングを行う頻度は、どれくらいか？

A1.　チューニングの頻度は、測定サンプルの特性、濃度、分析回数など、様々な要因によって異なるので、一概に目安を言うことはできません。
しかし、充分安定化させたシステムでは 1 日で MSD の状態が大きく変化することは少ないと思われます。よって通常のチューニングと、クイックチューニングを組み合わせて行うのも一つの手法です。
例えば、連続運転している機器で 2 日毎にクイックチューニングを実施して MSD の状態をチェックし、1 週間毎に通常のチューニングを実行することで、MSD の最適化を図るというような手法です。
ただし、次のようなケースには通常のチューニング実施する必要があります。

1. カラム交換、MS 部のメンテナンス、システム停止を行った場合
2. イオン源温度、MS トランスファーライン温度、カラム流量を変更したメソッドを実行する場合
3. 感度変動試験において、基準を満たさない場合

3.のような基準を特に設けていない場合は、定量分析を開始する前に通常のチューニングを実行すると良いと思われます。また、その際には GC オーブン温度、カラム流量、イオン源温度、MS トランスファーライン温度の条件を常に一定にしておく必要があります。

Q2.　「MSD チューニング」と「クイックチューニング」の使い分け方は？

A2.　通常は、MSD チューニングを使用します。クイックチューニングは、MSD チューニングからイオン源内レンズ類（リペラー/イオンフォーカスレンズ/エントランスレンズ）の電圧調整を取り除いたもので、マス軸、ピーク幅、および EM 電圧のみが調整されますす。

Q3.　「ゲインオートチューニング（Atune.U+HiSense.U）」とは？

A3.　Atune.U と HiSense.U の 2 つチューンファイルを作成します。Atune.U は、ゲインが約 1 x 10^5 になるように EMV が設定される MSD チューニングのファイルです。もう一方の HiSense.U のファイルには、15 x 10^5 のゲインが得られるように調整した EMV が保存されています。

Q4.　「標準スペクトルチューニング」とは？

A4.　Agilent 5975 では、EM 検出器の前に HED が付いています。HED が付いていると高質量域の感度が増大します。そのため、HED の付いていない MS（5970/71/72

や他社製磁場型 MS）とスペクトルパターンの比較をしたい時は、そのスペクトルパターンに似たスペクトルパターンを持つよう MSD をチューニングしてやらなければなりません。そのような場合に使用するのが標準スペクトルチューニングです。

Q5. 溶媒ピークの前にも定量しなければならないピークがある。溶媒待ち時間で溶媒ピークの出終わった時間を指定すると溶媒ピークの前に出てくる成分を定量出来ない。どのようにすれば、うまく定量できるのか？

A5. タイムイベントの設定を行います。例えば、溶媒ピークが 5.5 分～5.7 分に溶出し、4.5 分に溶媒前の目的ピーク A があり、7.5 分に溶媒後の目的ピーク B がある場合を考えます。［機器コントロール］画面の［機器］メニューの「MS SIM/スキャンパラメータ」をクリックし［MS SIM/スキャンパラメータ］ダイアログボックスを開きます。溶媒待ち時間を 4min にしておきます（最初の目的ピークが 4.5 分に溶出するため）。画面下部にある［タイムイベント］をクリックし、［MS タイムイベントテーブル］ダイアログボックスを開きます。［時間］の項目に 5.0（分）を入力し、［イベントタイプ］で検出器を選択、［パラメータ 1］に［Off］を選択し、［追加］をクリックします。同様に、［時間］の項目に 7.0（分）を入力し、［イベントタイプ］で［検出器］を、［パラメータ 1］で［On］を選択し、［追加］をクリックします。設定が終わったら［OK］をクリックします。この条件でデータ測定すると、溶媒溶出時のみ、検出器がオフになり、フィラメントを傷めずに測定/定量できます。

Q6. 感度が悪くなってしまった。どうすれば感度が回復するか？

A6. 感度が悪くなってしまう原因はいろいろと考えられます。代表的なものは下記のとおりです。

1. サンプルに問題がある場合
   目的成分が揮発して少なくなってしまっている/変質している
2. カラムに問題がある場合
   カラムが汚れている/液相が壊れている等
3. GC 注入口に問題がある場合
   インサートが汚れている/セプタムに穴が空いている/変質している等
4. MSD に問題がある場合
   イオン源が汚れている/マス軸がずれている/リークで真空度が悪い等
5. 接続に問題がある場合
   リークでサンプルが逃げている/注入口フェラルのカラム長さが正確でない等
6. 注入条件に問題がある場合
   スプリット比が変わっている/パージ時間が短い等

7. 注入に問題がある場合
   計量が不正確/ニードルにセプタムかすが詰まりサンプルが吸引できていない等）
8. 故障している場合
   MSD の故障/GC フローシステムの故障等 MSD については､オートチューニングの結果から状態を判断することが可能です｡原因と思われるところを順番に調べてゆき、必要に応じて調整します。それでも回復しない場合には、アジレント・テクノロジー（株）のカストマコンタクトセンター（電話番号 0120-477-111）に御連絡下さい。

Q7. データを読み込もうとすると、「No MS Data」と表示されて読み込めない。どうして読み込めないのか？

A7. 実は、データ（例えば eveldemo.d 等）は、ファイルではなくディレクトリです。実際の MS の生データは、データのディレクトリの中に入っている data.ms というファイルです。測定を始めようとすると、データのディレクトリが作成されますが測定を中断したり測定が異常終了すると data.ms は作成されません。この場合、データのディレクトリはありますがその中に生データの data.ms は存在しません。「No MS Data」と表示されるのはこの様な場合で、実際にデータが保存されていないため読み込むことができません。

Q8. マウスをクロマトグラム画面内でダブルクリックしてもスペクトルが表示されない。どうして表示されなくなってしまったのか？ソフトが壊れてしまったのか？

A8. クロマトグラム内にマウスカーソルを移動してください。十字（＋）のカーソルの場合は現在マニュアル積分モードになっています。［ツール］メニューの［オプション］をクリックします。［データ解析オプション選択］ウィンドウの［マニュアル積分］のチェックマークを外して下さい。カーソルが縦棒（｜）に変わり、平均スペクトルモードになります。これで、クロマトグラム画面内でダブルクリックするとスペクトルが表示されるようになります。

Q9. スペクトルを取り出すには、ピーク頂点で取り出したり、ピークが出ている間の平均で取り出したり、あるいは、バックグラウンドを差し引いたりできる。どのような方法で、スペクトルを取り出すのが一番いいのか？

A9. ピーク頂点付近で取り出して使用することを推奨します。ただし、濃度が低い場合には、ピーク近辺のベースラインのスペクトルをバックグラウンドとして差し引いたものを使用することを推奨します。また、ピークの前（後）方に別のピークがか

ぶっている場合には、ピーク後（前）方のスペクトルを取り出した方が適切です。

Q10. ピークのスペクトルを取り出す際に、ピークの立ち上がりと頂点と最後の部分で取り出したスペクトルの強度比が違っていた。2 つの成分が混ざっているのか？

A10. 5975 でスペクトルを採取すると、ピーク前半では低質量域の強度が高くなり、ピーク後半では高質量域の強度が高くなります。これは、スキャンする際に高質量側より低質量側へとスキャンするため起こります。GC ではピークは正規分布するため、カラム出口より出てくる分子数はだんだん増えていき、ピーク頂点となり、また減っていきます。
ピーク前半で、高質量側のイオンを測定している時にはイオン源中のサンプル分子数が少ないのですが、低質量側を測定するにつれて、イオン源中のサンプル分子数が多くなります。このため、ピーク前半では、低質量域の強度が高質量域より高くなります。ピーク後半ではこの現象と逆の現象が起こります。強度比が違っていても 2 つの成分が混ざっているとは限りません。

Q11. ライブラリ検索の結果、ヒット率が表示されるが、この値がどのくらいだったら、その化合物であると考えてよいか？

A11. ヒット率と言うのは、あるアルゴリズムでスペクトルの一致具合を数値化したものです。この値が 80 以上でしたら、スペクトルのパターンは似ていると考えられます。ただし、高質量側に 1 つ別のスペクトルピークが出てくるだけで、この値はかなり変化します。定性は、そのサンプルの内容を考えて、化合物の沸点や前後のピークとの位置関係より総合的に考えていかなければなりません。

Q12. ライブラリ検索の結果で、同じ化合物が複数表示されるのはどうしてか？

A12. NIST や WILEY のライブラリは Agilent 以外の組織が作成しています。そのため、磁場型で採取したスペクトルや、いろいろなメーカーの MS で採取したスペクトルが含まれています。同じ化合物も複数採取されているので、複数表示されます。拡張データ解析画面の［スペクトル］メニューより［検索ストラテジ編集］をクリックし、［検索ストラテジ］ダイアログボックスを開き、［重複 CAS 番号削除］のチェックボックスをオンにすると、同じ化合物は複数表示されなくなります。

Q13. ライブラリに登録されている任意の化合物のスペクトルを調べたい。方法はあるのか？

A13. パラメータ検索という機能を使用します。拡張データ解析画面の［表示］メニュー

より［パラメータ検索］をクリックします。［拡張オフラインデータ解析 パラメータ検索モード］画面が開き、［検索パラメータ］ダイアログボックスが表示されます。［ライブラリ］に使用したいライブラリが表示されていることを確認します。（ライブラリが表示されていない場合には一度［キャンセル］して［ライブラリ］－［ライブラリの選択］メニューを開き、希望するライブラリを選択します。その後［リトリーバル］－［パラメータの設定］を開きます。）［検索パラメータ］の［化合物名］のチェックボックスをオンにし、テキストボックスに調べたい化合物名（または化合物名の一部）を入力します。［検索］をクリックするとライブラリの先頭から、入力した化合物名（文字）を含む化合物が 10 個表示されます。この中に、目的の化合物がない場合には［次を検索］をクリックします。検索が終了したら［パラメータ検索結果］の画面を［閉じる］で終了後、［表示］メニューより［データ解析画面に戻る］をクリックし、拡張データ解析モードに戻ります。

Q14. クロマトグラムを任意のスケールで印刷したい。どのようにすればよいか？

A14. コマンドを使用してクロマトグラムを描きます。拡張データ解析画面の上部に、コマンドラインが表示されていない場合、［ツール］メニューより［オプション］をクリックします。［データ解析オプション選択］ダイアログボックスの［コマンドライン］のチェックボックスをオンにして［OK］をクリックしコマンドラインを表示します。例えば、リテンションタイム 3 分～5 分までを、強度 0～500000 で印刷したい場合には、キーボードよりコマンドラインに「draw 2,r0,3:5,0:500000」と入力しエンターします。この操作で、目的の範囲が画面上部（ウィンドウ#2）に表示されます。後は、通常通り、［ファイル］－［印刷］から［選択ウィンドウ］を選び、印刷するウィンドウ#に［2］と入力して印刷します。（第 6 章参照）

Q15. SIM 分析でカラムを交換したらピークが現れなくなった。ピークを元通り出現させるには、どうしたらいいか？

A15. SIM 分析では一般的にグループ分けを行い、時間を区切って取り込むイオンを変えていきます。カラムを交換すると、ほとんどの場合ピークのリテンションタイムが変化します。ある化合物ピークのリテンションタイムが変わり、別の SIM グループまで移動してしまうと、その化合物ピークを取り込むのに必要なイオンが設定されていなければピークは出現しなくなってしまいます。この様な場合は、もう一度スキャンモードで測定し、そのデータを基に SIM 取込みのグループ分けを実施しなおしてから SIM 測定をします。

Q16. 定量を行う際に、TIC ではなくイオンクロマトグラムを使用するのはどうしてか？

A16. TIC よりもイオンクロマトグラムの方がマトリックスの影響が少なく、S/N 比も良くなります。そのため、イオンクロマトグラムを使用しすると定量値が安定するため、通常は定量にイオンクロマトグラムの積分結果を使用します。

Q17. 自動積分を実行しても、積分されないピークがある。どうすれば積分できるのか？

A17. 自動積分では、ピークの様子やベースラインの変動幅をソフトが判断して積分パラメータを決定しクロマトグラムを積分します。これはあくまでソフトが判断した結果であり、人間の意志とは異なります。うまく積分できないピークがある場合は、「付録 E　定量値が出てこなかった場合」を参照して積分パラメータを手動で設定します。

Q18. ピークの形状が悪くて、積分パラメータを調整してもピークを積分できない。何かほかに積分する方法はないのか？

A18. マニュアル積分モードを使用します。クロマトグラム内にマウスカーソルを移動してください。縦棒（｜）のカーソルの場合、平均スペクトルモードになっています。［ツール］メニューより［オプション］をクリックして［データ解析オプション選択］ダイログボックスを表示します。［マニュアル積分］にチェックを付けて［OK］をクリックします。カーソルが十字（＋）に変わり、マニュアル積分モードになります。この状態でクロマトグラムを適宜拡大し、ピークの積分開始点から積分終了点へ右ドラッグすると、その部分が積分のベースラインとなりピークが積分されます。

Q19. 積分結果を、マイクロソフトのエクセル（表計算ソフト）で処理したい。どのようにすればいいのか？

A19. データ解析画面の［クロマトグラム］メニューより［積分結果］をクリックします。積分結果が表示された画面の［コピー］をクリックします。エクセル上の積分結果を表示したい場所（セル）をクリックします。エクセルの［編集］メニューより［貼り付け］をクリックします。

Q20. マイクロソフトのワード文書中に、クロマトグラムを載せたい。どのようにすればいいのか？

A20. データ解析画面の［ツール］メニューより［ウィンドウをコピー］をクリックします。ウィンドウ#を入力する画面で［2］（クロマトグラムの場合。スペクトルの場合は［1］）を入力します。ワード上のクロマトグラムを挿入したい場所をクリックします。ワードの［編集］メニューより［貼り付け］をクリックします。貼り付けられたクロマトグラムの 4 隅の四角いカーソルをドラッグすることによって、大きさを調整します。

Q21. 定量レポートの積分値と、自分で積分した値が異なる。何故この様な現象が起こるのか？

A21. 定量レポートでは、イオンクロマトグラムが定量データベースグローバルに設定されたとおりの抽出範囲（デフォルト値 0.5 分）で取り出され、定量データベースの詳細タブに登録されている積分条件で積分されます。自分で積分する際も同じ条件でイオンクロマトを抽出し積分すれば同じ値になります。

Q22. 定量レポートを見ると、ピークはあるのに定量結果がないと出ている。なぜこの様な現象が起こるのか？

A22. 2 つの原因が考えられます。1 つは、定量計算時に適切な積分条件が使用されていない場合です。データ解析画面から定量データベースを開き（［キャリブレーション］－［化合物編集］）、目的の化合物名をクリックして詳細タブを開きます。この画面の Tgt（ターゲットイオンの）の積分パラメータファイル欄に、使用する積分条件ファイルを登録します。
もう 1 つの考えられる原因は、ピーク濃度が定量可能、または定量が必要な濃度より低い場合です。①積分パラメータファイルの［スレッシュホールド］や［面積リジェクト］で、ある強度のピークまでしか積分できないように作成している、②［定量］－［レポートオプション］で［検出下限］を入力している等が考えられます。定量レポートの詳細スタイルで印刷されてくるターゲットイオンやクオリファイアイオンのイオンクロマトグラムは正規化されて印刷されるので大きく見えますが実際は非常に小さいピークである場合があります。この様な場合は、定量したい濃度以下なので定量結果がない方が適当です。

Q23. 定量データベース（検量線）を登録するのに使用したデータを定量しても、クオリファイアイオンの比率が違って出力される。どうしてこの様な現象が起こるのか？

A23. 定量データベース（検量線）を登録するときに、同定タブに入力されるクオリファイアイオンの比率は、登録時に使用したスペクトルのターゲットイオンに対するクオリファイアイオンのアバンダンス比率（アバンダンス比）です。定量レポートのクオリファイアイオンの比率は、ターゲットイオンに対するクオリファイアイオンの積分値の比率（面積比）です。そのため、定量レポート出力されるクオリファイアイオンの比率は登録時と異なります。この値が同じになるようにするには、データ解析画面で［キャリブレーション］メニューの［更新］をクリックし、［キャリブレーション更新］ダイアログボックスで［レベル更新］を選択し、同じデータを使用して、［クオリファイアイオンの相対強度の置き換え］を行います。同じ比率になるはずです。


Memo

付録G
GC/MSD 用語集

amu　（Atomic Mass Unit）
炭素原子の質量の 1/12 を 1 とした質量単位。

CI (Chemical Ionization)
化学イオン化法。反応ガスをイオン化し、生成した反応イオンと試料分子のイオン－分子反応により試料のイオン化を行う。

EI (Electron Impact)
電子衝突イオン化法。加速した電子を試料分子などに衝突させることによりイオン化する方法。

EM (Electron Multiplier)
エレクトロンマルチプライヤー。二次電子倍増管。イオンの検出を行う。

EPC (Electronic Pressure Control)
ガスクロマトグラフのガス圧力コントロールを電気的に行う。

m/z
イオンの質量を電荷数で割ったもの。マススペクトルの横軸の単位。

Q ポール
四重極のこと。
四重極型質量分析計を参照のこと

SIM (Selected Ion Monitoring)
化合物に特有なイオンを選択してモニターすること。スキャンでモニターするより、選択的で高感度に分析する事が出来る。

TIC (Total Ion Chromatogram)
トータルイオンクロマトグラム。

u
amu を参照のこと。最近では”u”と記述するのが正式な表記方法である。

アイソトープ
同位体。

アナライザー
質量分析装置において、イオンを生成、質量ごとに分離、検出する部分。

イオン源
質量分析装置の中で試料をイオン化するための部屋。

イオン化エネルギー
基底状態にある気体分子、原子、または原子団から一個の電子を無限遠に引き離すのに要するエネルギー。イオン化電圧、イオン化ポテンシャルとも呼ばれる。

イオンクロマトグラム
トータルイオンクロマトグラムから、指定した質量数のクロマトグラムを取り出したもの。

オートチューニング
質量分析計でマス軸、分解能の校正、イオン源の電圧調整、感度の調整を自動で行うこと。

開裂
結合の切断の事。

化学イオン化
CI を参照のこと。

ガスクロマトグラフ質量分析計
ガスクロマトグラフと質量分析計を結合した装置。GC/MS。

クオリファイアイオン
SIM モードを用いて定量分析を行う場合、ターゲットイオンの他に 1～3 本、その化合物に固有なイオンを指定する。この化合物確認用イオンをクオリファイアイオンという。目的の化合物であるかどうかは、ターゲット、クオリファイアイオンのリテンションタイムとその強度比が標準物質と同じであるかどうかで判断される。
→ターゲットイオン。

コンスタントフローモード
ガスクロマトグラフのキャリアガスを一定流量に保つこと。昇温分析を行うとキャリアガスの流量は次第に減少するので、EPC の機能を用いて、昇温と共にカラムヘッド圧を昇圧し、一定流量に保てるように制御する。

四重極型質量分析計
直流と高周波を重ね合わせた電圧を双曲線断面を持つ四重極電極に印加し、それによって生成した四重極磁場により、質量数ごとに分離する装置。

質量数
^{12}C を 12 とした質量単位で原子の質量を表した時の最も近い整数。原子核を構成する核子の数。すなわち、陽子の数と中性子の数との和に等しい。質量分析では、イオンなどを構成する原子の質量数の和こと。

質量スペクトル
各イオンの強度を棒グラフなどで表わし、これを m/z 順にならべたもの。

スキャン
質量スペクトルを測定するために、磁場や電場の強さを一方向に連続的に変化させる。

相対強度
質量スペクトルにおいて、ある質量のイオンビームの強度と最大強度のイオンビームとの比、通常この比は質量スペクトルの各ピークの高さを、最大ピーク高さを 100 として表わす。

ターゲットイオン
質量分析計で定量分析を行う場合に、検量線を作成するのに用いられるイオン。
→ クオリファイアイオン。

ディフュージョンポンプ
拡散ポンプ。油または水銀の蒸気の流れが気体分子の拡散を一方向に抑えることを利用した真空ポンプ。一般的に 10^{-5}～10^{-8}Torr 程度に排気できるが 10^{-2}Torr まで排気できる補助ポンプを必要とする。

同位体イオン
存在比が最大ではない同位体を含むイオン。ハロゲン化合物では顕著に観察できる。

同位体ピーク
同位体イオンが与えるピーク。

ピーク
質量分離されたイオンを検出、倍増してチャートとして表わした時、m/z に対して得られた棒グラフの一本一本をいう。また、GC/MS の場合には、クロマトグラム中の山形の形状のものを指すこともある。

フォアラインポンプ
拡散ポンプなどの高真空用ポンプを作動させるのに必要な真空度まで排気するための補助ポンプ。GC/MS では、ロータリーポンプを使用している。

フラグメント
フラグメンテーションにより生じたイオン。

フラグメントピーク
フラグメントイオンが与えるピーク。

フラグメンテーション
イオンが一つまたはいくつかの結合開裂によって、より小さい質量のイオンを生成する反応。

分子イオン
分子内の結合が切れることなく、電子を失うかまたは付加することによって生じたイオンのうち、存在比の最も多い同位体からなるイオン。EI でイオン化した場合には M+で表される。

ベースピーク
質量スペクトルにおいて各イオンの相対強度を求める際基準に用いるピーク。通常最大強度のピークを用いる。ベースピーク。

マスクロマトグラム
イオンクロマトグラムを参照。


Memo

改訂履歴

版（Rev.）	内容	日付	改訂者
初版	・改訂_第 1 版 以前のバージョンより新規作成（2007/11/19） ・改訂_第 2 版 MA による Review。（2007/12/28） ・改訂_第 3 版 Pdf 化するために Word ファイルの設定内容を最適化（2008/1/15） *電子ファイルのみ。	左記を参照	YS
第 2 版	・改訂_第 4 版 誤記や説明の不備を訂正	03-Mar-2008	NK
第 3 版	G1701E　Rev.E.02.xx 用に改訂実施。ソフトウェアの変更された内容を反映。スクリーンショット張り替え実施。	25-Mar-2008	YS
第 4 版	付属 B としてカラム交換手順を追加	20-May-2008	MA



Agilent Technologies

本書に記載されている情報は予告なく変更されることがあります。

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Printed in Japan
May 2008
Rev. 4