

# Agilent 240 イオント ラップ GC/MS

内部イオン化ユーザー  
ガイド



Agilent Technologies

## 注意

© Agilent Technologies, Inc. 2011

このマニュアルの内容は米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、このマニュアルの一部または全部をいかなる形態（電子データやデータの抽出または他国語への翻訳など）あるいはいかなる方法によっても複製することが禁止されています。

## マニュアル番号

G3931-96002

## エディション

第1版、2011年5月

Printed in USA

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

## 保証

このマニュアルの内容は「現状のまま」提供されることを前提としており、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。また、Agilent は適用される法律によって最大限許される範囲において、このマニュアルおよびそれに含まれる情報に関し、商品の適格性や特定用途に対する適合性への暗黙の保障を含み、また、それに限定されないすべての保証を明示的か暗黙的かを問わず、一切いたしません。Agilent は、このマニュアルまたはこのマニュアルに記載されている情報の提供、使用または実行に関連して生じた過誤、付随的損害あるいは間接的損害に対する責任を一切負いません。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、このマニュアルの内容に対する保証条項がここに記載されている条件と矛盾する場合は、別に合意された契約の保証条項が適用されます。

## テクノロジーライセンス

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

## 制限付き権利について

ソフトウェアが米国政府の重要な契約または下請契約の実施に使用される場合、ソフトウェアは、DFAR 252.227-7014 (1995年6月) に定義された「商業用コンピュータソフトウェア」として、または FAR 2.101 (a) に定義された「商業用品目」として、あるいは FAR 52.227-19 (1987年6月) またはこれに匹敵する各機関の規制や契約条項に定義された「制限されたコンピュータソフトウェア」として提供され、ライセンス付与されます。ソフトウェアの使用、複製、または発表は、Agilent Technologies の標準商業ライセンスに従い、米国政府の非国防総省および関連機関が FAR 52.227-19 (c) (1-2) (1987年6月) に定義された制限付き権利以上のものを

受けることはありません。米国政府のユーザーは、すべての技術データに適用される、FAR 52.227-14 (1987年6月) または DFAR 252.227-7015 (b) (2) (1995年11月) で定義された Limited Rights 以上の権利を得ることはできません。

## 安全にご使用いただくために

### 注意

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

### 警告

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

# 目次

## 1 サンプル分析

概要	6
サンプルの導入とイオン化	8
フラグメント化	8
イオンの移動と蓄積	8
Ion Preparation	8
イオンの分析と検出	9
電子イオン化 (EI)	10
イオン形成	10
Ion Preparation オプション	11
イオンのスキャンによるマススペクトル取得	11
ライブラリサーチとデータ処理	12
化学イオン化 (CI)	13
試薬ガスイオン生成	13
ポジティブ CI 反応	14
Ion Preparation オプション	15
イオンのスキャンによるマススペクトル取得	15
ライブラリサーチ	15
選択性について	15
EI および PCI の使用による詳細情報の獲得	16
CI 試薬の設定	17
液体試薬の取り付け	17
ガス試薬の取り付け	19
オートチューン	19
データ測定	22
Status and control	22
メソッドのアクティブ化	23
シングルサンプルの注入	23
サンプルリストからの注入	25
分析ステータスのモニタ	26

## 2 機器の始動

真空排気の開始	28
---------	----

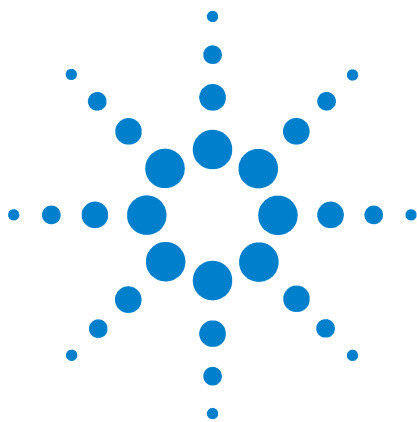
真空ステータスのチェック	28
診断テスト	29
システム温度の設定	30
スタートアップとシャットダウン	31
調整とチューニング	32

### 3 メソッドの作成

新しいメソッドウィザードの使用	36
メソッドに名前を付ける	39
240 GC/MS 機器コンフィグレーション	39
測定データタイプ	39
メソッドセグメントの編集	40
マニュアルコントロールにおけるメソッドの表示	48

### 4 モード変更

外部から内部へ	53
ハイブリッドから内部へ	53
ハードウェア変更の影響	54



# 1 サンプル分析

概要	6
サンプルの導入とイオン化	8
電子イオン化 (EI)	10
化学イオン化 (CI)	13
CI 試薬の設定	17
データ測定	22

### 概要

内部イオン化は、240 GC/MS システムの 3 つのコンフィグレーションのうちの一つです。電子イオン化 (EI) またはポジティブ化学イオン化 (PCI) で使用することができます。外部イオン化コンフィグレーションとは異なり、シングルサンプルランのさまざまなタイムセグメント中に EI または PCI データを取得できます。内部イオン化を使用して、ネガティブ化学データ (NCI) を取得することはできません。

Ion Preparation 技術は、イオン化の後、イオン分析の前に実行できます。これには以下が含まれます。

- 選択的イオンストレージ (SIS)

オプションのソフトウェアと機器は以下の通りです。

- タンデムマススペクトロメトリー
- Automatic Methods Development (AMD)
- MS/MS
- MS<sup>n</sup>
- Multiple Reaction Monitoring (MRM)

詳細は、『240 GC/MS ソフトウェアヘルプ』を参照してください。

240 GC/MS は、イオントラップアナライザです。イオントラップは単一領域内にイオンを閉じ込め、時間的に電磁場をコントロールしてイオンの処理を行っていきます。7 ページの [図 1](#) は、機器の中心であるイオントラップです。

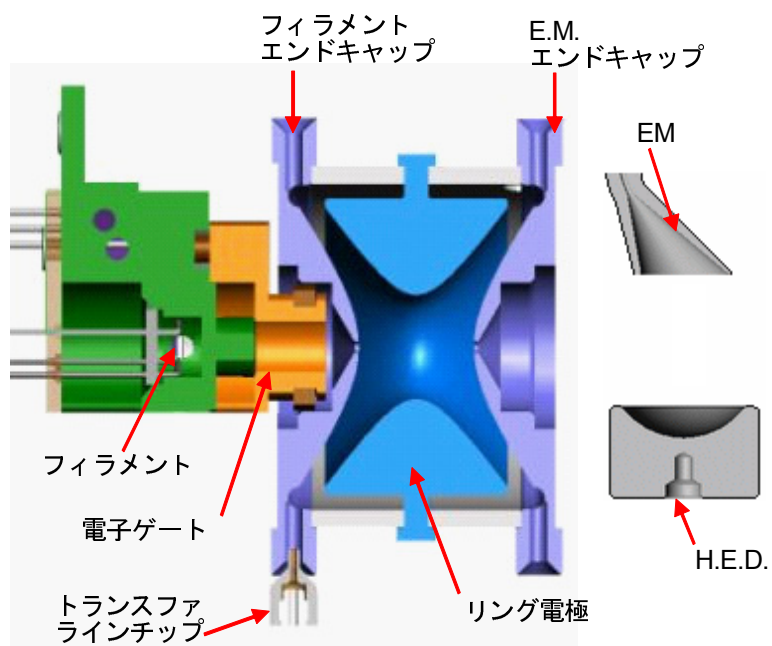


図1 イオントラップ

# サンプルの導入とイオン化

キャピラリカラムのサンプルは、トランスファラインを通じてイオントラップアナライザに導入されます。サンプルは、以下のいずれかのメソッドにより、質量分析計でイオン化されます。

- **電子イオン化 (EI)** : サンプル分子にエネルギーを帯びた電子がぶつかり、分子の軌道から電子を除去して分子イオンを作成します。
- **ポジティブ化学イオン化 (PCI)** : 試薬ガスはイオントラップに導入され、EI はそのガス上で実行されて、試薬イオンを生成します。試薬イオンはさらに、サンプル分子とイオン-分子反応を行い、サンプル分子のイオンとそのフラグメントを生成します。

## フラグメント化

分子イオンの構造と電子イオン化後に残った超過内部エネルギーに応じて、単分子がさらに分解されフラグメントイオンと中性分子が生成される場合があります。単分子の分解は、わずかな分子振動の時間尺度であるピコ秒単位で発生し、事実上イオン化と同時に生じます。

## イオンの移動と蓄積

分子イオンとフラグメントイオンは、イオントラップ空間に保存され、安定化します。それらは、リング電極とエンドキャップ電極に印加された電圧により規定された軌道内を移動します。空間内に存在するヘリウムバッファガスは軌道をよりコンパクトにし、スキャンを行ったときにマスピークの分離をよりよくします。ヘリウムは軽量で MS 分解能を低下させないため、バッファガスとして使用されます。ヘリウムイオンはトラップ内で作成されますが、生成されるとすぐに電氣的に排除されます。

## Ion Preparation

イオンがトラップに保持された後、これらに対する操作になります。Ion Preparation の例には、タンデムマススペクトロメトリー (MS/MS) および選択的イオンストレージ (SIS) などがあります。Ion Preparation メソッドの利点は、他のサンプル前処理と同様、バックグラウンドノイズ低減や選択性の増加などです。

## イオンの分析と検出

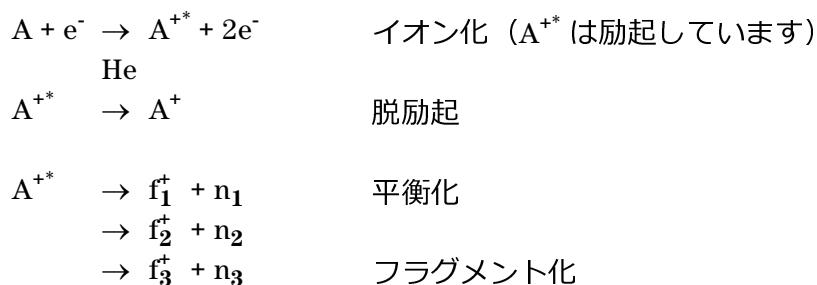
蓄積されたイオンは、リング電極に与える RF 電圧を高い方向にすることにより不安定な状態になります。低質量から高質量まで、イオンは連続的に不安定化され、トラップから排出されます。補足的な双極と四重極の電圧をエンドキャップ電極に印加すると、質量分解能が改善されます。排出後、イオンはコンバージョンダイノードに衝突し、その後 EM でシグナルの増倍処理が行われます。詳細は、『240 ソフトウェア操作ヘルプ』を参照してください。

## 電子イオン化 (EI)

内部電子イオン化は、240 MS のもっとも一般的なモードです。サンプルのイオン化、フラグメント化、保持、およびスキャンのステップすべてが、イオントラップ内で発生します。電子イオン化は、化合物特有のフラグメントを生成し、指紋のようなスペクトルを提供します。選択的ではなく、存在するすべての化合物のイオンを表示します。EI は高感度で、感度は、Ion Preparation 技術を使用して干渉イオンを低減することによりさらに改善できます。

### イオン形成

EI では、電子はイオン化のときにははイオントラップ空間内に向けてゲートを通して導入されます。これらの電子は、ニュートラルなサンプル（または分析対象物）分子 A と衝突し、電子を取り除いてエネルギー的に励起した分子イオン  $A^{+*}$  を作成します。励起した分子イオンの一部は、ヘリウムとの衝突を通じて平衡化しますが、その他の励起分子イオンは単分子分解を経てさまざまなフラグメントイオン ( $f_1^+$ ) を作成します。サンプル分子の特性であるフラグメントイオンのセットが、マススペクトルを作成します。



イオントラップには、それを超えると質量分解能とスペクトル品質が低下する最大蓄積容量があります。生成されるイオンの数は、イオン化時間に依存します。イオン化時間が増加するほど、生成されるイオンは多くなります。自動ゲインコントロール (AGC) は、イオン化時間をコントロールし、トラップに最適な数のイオンを生成します。

AGC スキャン機能は、プレスキャンおよび最大 6 つの分析スキャンセグメントで構成されています。プレスキャンで検出されたイオンの数は、分析スキャンのイオン化時間の計算に使用されます。

## Ion Preparation オプション

240 MS は、生成後イオントラップ内に貯蔵されたイオンから特定のイオンを単離したり、排除したりすることが可能なウェーブフォームをイオントラップ電極に与えることができます。

質量分析を行う前に、選択的イオンストレージ (SIS) やタンデムマススペクトロメトリー (MS/MS) などのオプション操作をトラップ内に貯蔵されたイオンに対して行うことができます。SIS では、共鳴ウェーブフォームが与えられ、貯蔵された質量範囲内のイオンから不要なものを排出し、目的の質量範囲のイオンのみでトラップを満たします。MS/MS では、プリカーサイオンが単離され、さらにヘリウムバッファガスを使用したコリジョンにより解離されて、プロダクトイオンを形成します。

内部コンフィグレーションの Ion Preparation オプションには、SIS、MS/MS、MS<sup>n</sup>、および Multiple Reaction Monitoring (MRM) があります。SIS は、すべての 240 MS 機器に含まれます。MS/MS、MS<sup>n</sup>、および MRM は、MS/MS オプションをインストールした場合に使用できます。

## イオンのスキャンによるマススペクトル取得

イオン化、トラッピング、および Ion Preparation ステップの後、イオンはトラップからコンバージョンダイノードと EM にスキャンアウトされます。イオンは、トラップ空間を囲むリング電極に高周波 (RF) 電圧を加えることにより質量分離されます。リング電極の電圧が増加すると、イオンはその質量電荷比に応じて、トラップから順次排出されます。分析中にはエンドキャップ電極に補助的なウェーブフォーム電圧が与えられ、質量分解能と質量安定性を向上させています。イオンは -10 kV に設定されたコンバージョンダイノードにぶつかり、さらに電子がコンバージョンダイノードから EM 方向に放出されます。シグナルは EM によって約 10<sup>5</sup> 増幅され、インテグレータを通じて送信されて、各  $m/z$  の強度値を取得します。MS データは、取り込まれた質量範囲で各  $m/z$  のイオン-強度ペアのセットとして保存されます。各分析スキャンごとにマススペクトルは保存されます。

内部 EI には 2 つのタイプの質量スキャンがあります。

- 1 つめは、短い固定イオン化時間で生成されるイオンの数をカウントするプレスキャンです。
- プレスキャンのイオンカウントに基づく計算後、AGC プレスキャンアルゴリズムの推奨するイオン化時間でイオンが生成され、分析スキャンが実行されます。分析スキャンは最大 6 つのセグメントに分けることができ、セグメントの関連するイオン化時間を調整して、メソッドのチューニング要件（化合物 DFTPP および BFB の米国 EPA 要件など）に合わせるすることができます。

### ライブラリサーチとデータ処理

MS データレビューで、マススペクトルを確認します。ほとんどの場合は取得されたスペクトルをリファレンスライブラリと比較することにより、化合物の定性を行います。質量と強度のリストを、他の機器で収集した結果と比較します。このリストには、NIST ライブラリ、Wiley MS ライブラリ、および PMW ライブラリが含まれます。製薬から環境分析まで、各ライブラリの焦点は異なります。240 GC/MS システムで取得した結果から、カスタムライブラリを作成することもできます。

## 化学イオン化 (CI)

化学イオン化 (CI) を行うと、電子イオン化 (EI) データを補完する質量スペクトルデータが得られ、複雑な化合物を分析できるようになります。イオンは、2 ステップのプロセスで生成されます。

- 1 CI 試薬ガスが、イオントラップアナライザに導入されます。試薬ガスが、EI によってイオン化されます。
- 2 サンプル分子が、試薬イオンとのイオン-分子反応によりイオン化されます。

CI では EI よりもサンプル分子に伝えるエネルギーが少ないことから、CI は EI よりも穏やかなイオン化です。イオン化されたサンプル分子が受けるフラグメント化はより少なく、分子イオンはより測定されやすくなります。分子量確認に加え、CI マススペクトルは通常、EI マススペクトルからは得られない可能性のある追加的な重要構造情報を提供します。

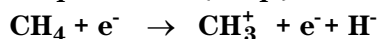
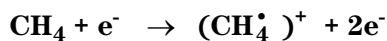
### 試薬ガスイオン生成

最初のステップで、フィラメントにより放射された電子との相互作用によって試薬ガスがイオン化されるときに、試薬イオンが生成されます。イオントラップは、パルス的に動作します。供給される試薬イオンはイオン化パルス中に生成され、分析対象物のイオンを生成する反応中に消費されます。

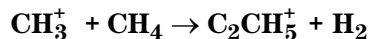
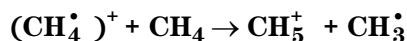
内部モードでは、CI 試薬は液体かガスのいずれかが可能です。もっとも一般的な試薬はメタン、メタノール、アセトニトリル、イソブタンです。

試薬イオン生成は、複雑な場合があります。たとえば、メタンを試薬ガスとして使用する場合、試薬イオンは以下のように生成します。

まず、メタンがイオン化され、以下の 2 つの一次イオンを生成します。



これらの一次イオンはさらに、非常に素早く反応し、主に二次イオン  $\text{CH}_5^+$  および  $\text{C}_2\text{CH}_5^+$  を生成します。



## ポジティブ CI 反応

第 2 ステップでは、試薬イオンはイオントラップのサンプル分子と反応して、サンプルイオンを生成します。試薬イオンとサンプル分子間には、以下の 4 つの基本反応があります。



$R^+$  は、二次試薬イオン、 $M$  はニュートラルサンプル分子を示します。

メタン CI では、プロトン転移 (A) が主要反応で、次に多く観察される反応はヒドライド引き抜き (B) です。いずれの場合でも、結果として生じる偶数電子イオンは通常比較的安定しており、強力な (M+1) または (M-1) イオンは、同じ成分の EI スペクトルが分子イオンを示さない場合でも、観測されます。反応の発熱量は、生成されるエネルギー量を決定します。したがって、フラグメント化の度合は、適切な CI 試薬ガスを選択することによりコントロールできます。プロトン転移剤またはブレンステッド酸として知られる、いくつかの一般的な試薬ガスのプロトン親和力は、130 kcal/mol ~ 200 kcal/mol です (メタン、水、イソブタン、アンモニアの順)。アンモニアを使用すると、最も「ソフトな」イオン化になります。一般的な液体 CI 試薬のうち、メタノールのプロトン親和力は 180.3 kcal/mol、アセトニトリルでは 186.2 kcal/mol です。適切な試薬ガスを選択することにより、目的の化合物の分子量情報だけでなく、その物質の高選択性 (バックグラウンドやマトリクスによる妨害が目的成分よりもイオン化されにくい場合) が得られます。

付加反応 (C) は一般に、反応速度が非常に遅く、反応生成物には迅速な衝突による安定化が必要です。試薬イオンが分析対象物に付加されることから、付加反応の生成物は付加イオンと呼ばれています。内部イオン化の 240MS では、これらは通常 (M+1) イオンよりずっと小さく観測されますが、メタンを使用した場合に観測される (M+29) や (M+41) の付加イオンは目的成分の分子量を確認するのに有効です。

電荷移動反応 (D) は、ラジカル分子イオン (奇数電子を持つイオン) を生成します。このイオンはすばやく脱離し、EI に似たスペクトルを与えます。ただし、分子イオンに置かれるエネルギーとその結果によるフラグメント化パターンは、イオン化電子の電子エネルギーに依存しません。

## Ion Preparation オプション

Ion Preparation プロセスは、化学イオン化でも電子イオン化でも同じです。240 MS はイオンの生成、貯蔵後の特定のイオンの単離、排除にウェーブフォームと RF を組み合わせを使用します。選択的イオンストレージ (SIS) やタンデムマススペクトロメトリー (MS/MS) は、質量分析を開始する前に、イオントラップに貯蔵されたイオンに対して行われます。

## イオンのスキャンによるマススペクトル取得

化学イオン化のスキャンプロセスは、電子イオン化と同様です。イオン化、トラッピング、および Ion Preparation の後、イオンはコンバージョンダイノードと EM にスキャンアウトされます。リング電極の RF 電圧を増加することにより、質量スキャンが行われます。マススペクトルは、ユーザーの指定したスキャン範囲で質量の低い方から順に取得されます。ポジティブモードでは、-10000V に設定されたコンバージョンダイノードから電子が放出され EM の方向にはじかれます。

シグナルは EM によって約  $10^5$  増幅され、インテグレータを通じて送信されて、各  $m/z$  の強度を取得します。MS データは、取り込まれた質量範囲で各  $m/z$  のイオン-強度ペアのセットとして保存されます。各分析スキャンごとにマススペクトルは保存されます。内部 PCI にはプレスキャンがありません。イオン化時間は、前のスキャンのベースピーク強度をもとに計算されます。このイオン化時間でイオンが生成され、分析スキャンが行われます。

## ライブラリサーチ

240 GC/MS には、内部コンフィグレーションイオントラップ GC/MS システムを使用してつくられた小規模な CI ライブラリがあります。ライブラリはメタン、メタノール、イソブタンを CI 試薬としたスペクトルを含んでいます。

## 選択性について

化学イオン化の利点は、選択性です。PCI では、炭化水素はメタン CI でのレスポンスが低くなります。したがって、EI を使用するよりもメタン PCI を使用する方が、炭化水素で汚染されたサンプル内のターゲット化合物位置の特定は簡単です。これらの選択性を考慮すると、時間をかけて、さまざまなイオン化および Ion Preparation のオプションを使用するメソッドを開発することは、有益です。

### EI および PCI の使用による詳細情報の獲得

一つのサンプルに対して EI と CI のデータを取得すると、ライブラリサーチが可能なイオン-強度のフィンガープリント情報だけでなく、定性のための分子量情報も得られます。脂肪酸メチルエステル (FAME) 分析を例に取ってみましょう。EI 条件のもとでは、FAME のフラグメントは広範に分布し、分子イオン強度は弱くなります。CI を使用すると、分子量が明確になり、もっとも強度の大きいイオンは M+1 になります。

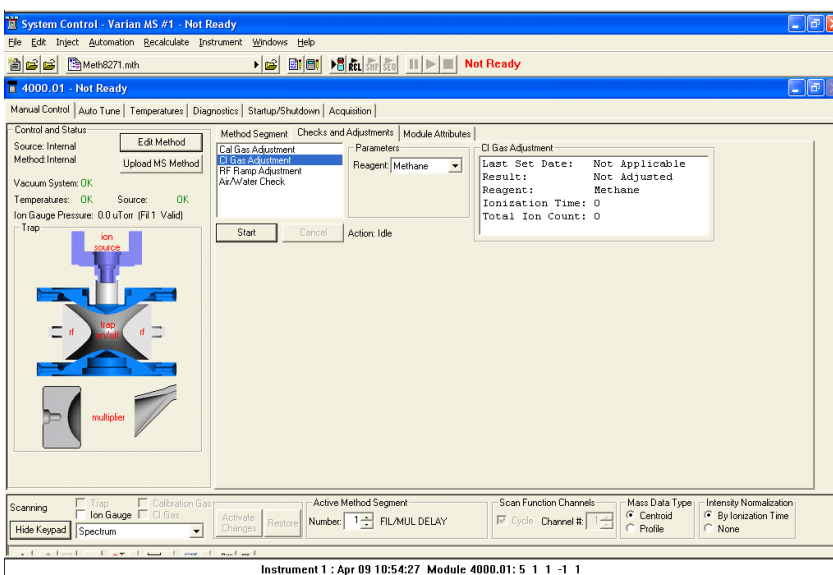
240 MS は同一分析内で EI と CI を切り替えることができるため、特定化合物に最適な分析条件を使用することができます。

EI と CI の切り替えには数秒かかります。CI セグメントを 60 秒未満にすることはできず、CI 試薬を安定化できるよう、CI ピークはセグメント切り替えから 20 秒以上たってから出現するようにします。

## CI 試薬の設定

CI 分析を実行する前に、CI ガス圧力を調整します。

- 1 **[Manual Control]** タブの **[Checks and Adjustments]** タブをクリックします。
- 2 **[CI Gas Adjustment]** を選択します。**[Parameters]** セクションのドロップダウンボックスから CI 試薬を選択します。
- 3 調整選択の下での **[Start]** をクリックします。
- 4 CI 試薬フローの調整基準が表示されます。
- 5 CI 試薬フローの調整後、分析の開始前に、マスクリブレーションとトラップファンクションキャリブレーションを行う必要があります。



## 液体試薬の取り付け

- 1 選択した液体が含まれている液体試薬リザーバーを液体試薬注入ブロックに接続します。
- 2 CI ニードルバルブを開いて、時計回りに 6、7 回転させます。
- 3 **[CI Gas Adjustment]** をクリックして、CI ガスバルブのソレノイドを開きます。
- 4 リザーバーから蒸気を流して、平衡化します。数分待っても十分な量の CI ガスがトラップに流入していない場合は、ニードルバルブを時計回りに回して開きます。
- 5 スペクトルを測定する場合は、**[CI Gas Adjustment]** を使用して、M と M+1 の間の分解能が低下し始めるまで、CI ニードルバルブを回すことでトラップに流入する試薬の量を調整します。

## 1 サンプル分析

主な3つの試薬に関する詳細は、『240 ソフトウェア操作ヘルプ』の、「CH<sub>4</sub>を使用したPCI」、「CH<sub>3</sub>CNを使用したPCI」、「CH<sub>3</sub>OHを使用したPCI」セクションを参照してください。

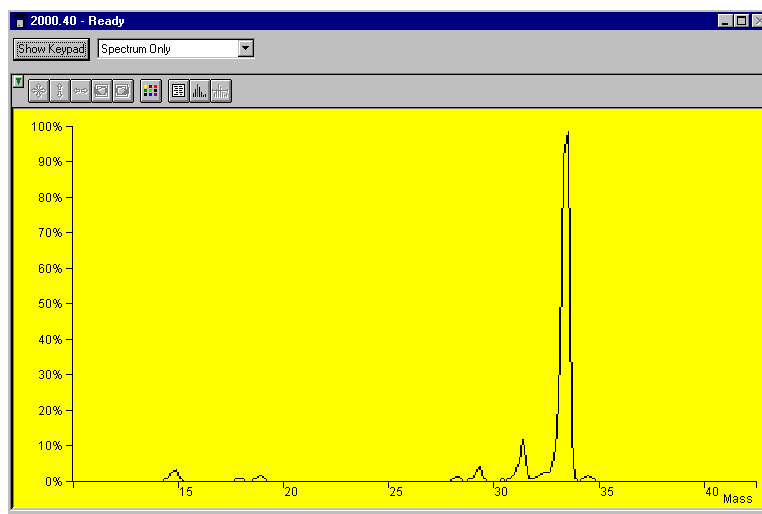


図2 適切に調整されたメタノール試薬スペクトル

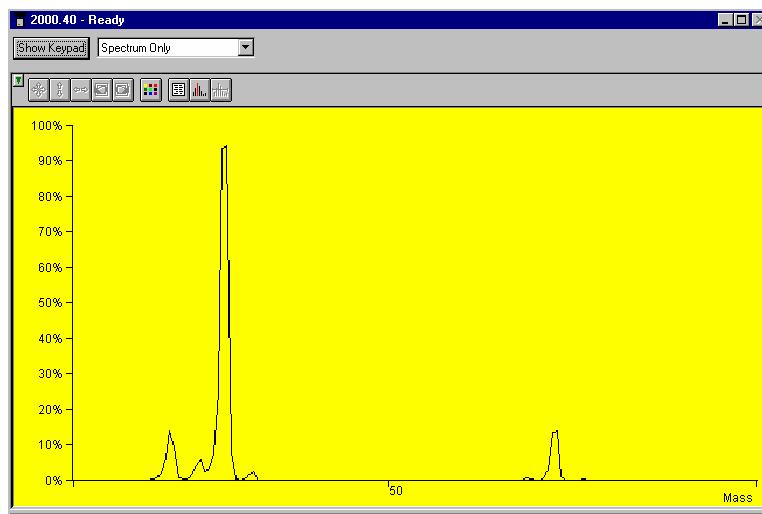


図3 適切に調整されたアセトニトリル試薬スペクトル

アセトニトリルを使用して最適な結果を得るには、20  $\mu$ A 以上のフィラメントエミッション電流を使用し、 $m/z$  41 と  $m/z$  42 間で50% 以上の谷を維持します。

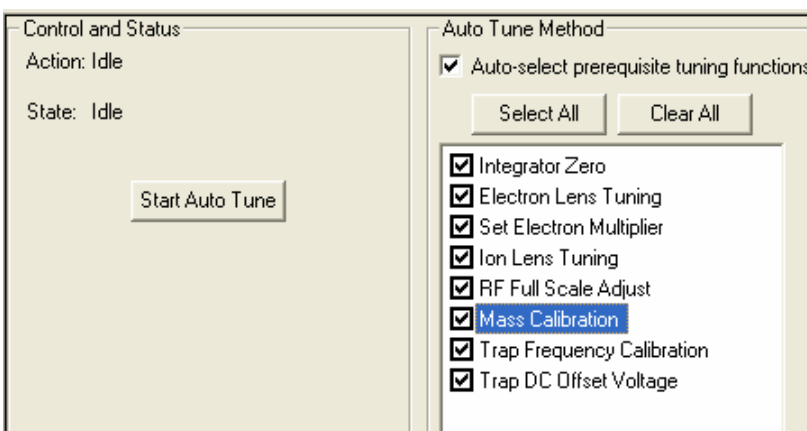
## ガス試薬の取り付け

- 1 ガスボンベのレギュレータからの配管を、4 mL/min リストリクタを使用して機器背面に接続します。
- 2 詳細は、『240 Ion Trap GC/MS ハードウェア操作マニュアル』を参照してください。

## オートチューン

コンフィグレーションと設定によっては、すべてのオートチューン項目が必要でない場合があります。機器の立ち上げ時およびメンテナンスを行った場合にはオートチューンを実行します。また、温度変更や RF 調整を行った場合には、**マスキャリブレーション**と**トラップファンクションキャリブレーション**を実行します。

オートチューンは、EI モードまたはハイブリッド CI モードのいずれかで同様に動作します。ハイブリッド CI では、別の自動設定、チューニング、およびキャリブレーションプログラムを実行する必要はありません。



## インテグレータゼロ

インテグレータゼロは、フィラメントがオフの場合に、インテグレータ回路からのシグナルレベルの平均値を取得します。フィラメントがオフの場合、主なシグナルは電子ノイズです。インテグレータゼロは、電子的なノイズが人工的なイオンを生成せず、かつトラップから放出されたイオンがマルチプライヤーで測定可能なシグナルを生成するように調整されます。

## EM の設定

EM の設定では、約  $10^5$  のマルチプライヤゲインと最適なピーク強度および分解能を得られるように EM 電圧を調整します。

### 電子レンズチューニング

電子レンズチューニングは、レンズのスイッチをオンまたはオフにした直後のエミッション電流のモニターを行っています。レンズが不均衡な場合、エミッション電流は変化し、不均衡に釣り合います。平衡値が 200 ~ 300  $\mu\text{A}$  の範囲を超えると、アルゴリズムは 4 つの変数を 1 つずつ変更して最適な値を検索します。アルゴリズムがレンズチューニングで最適な電圧設定を検出できない場合、オートチューンはエラーメッセージを作成し、機器の最終値をリストアします。

**[Electron Lens Tuning]** ボックスをクリックすると、追加の「**Turn on CI gas flow during tune**」オプションが表示されます。ハイブリッドモードの CI メソッドでは、電子/リペラレンズは配置された CI プランジヤ (CI ボリューム) に合わせてチューンし、CI ガスをオンにする必要があります。このチューン機能を実行する前に、**[Manual Control]** で CI ガス流量を調整します。

### イオンレンズチューニング

イオンレンズシステムは、3 つのレンズで構成されています (レンズ 1、2、3)。これらのレンズは、 $m/z$  131 および 414 のキャリブレーションガスオンを使用してチューニングされます。最適な電圧は、2 つのイオンの加重強度をもとに決定されます。高低両方の質量イオンの伝送は、この反復プロセスで、レンズ電圧の関数としてモニタされます。

### RF フルスケール調整

RF フルスケール調整は、フルスケール調整ポテンシオメータを設定し、キャリブレーションガススペクトルの高質量イオンに正しい質量を割り当てます。この標準作業は、必ず**マスキャリブレーション**および**トラップ周波数キャリブレーション**の前に行います。

### マスキャリブレーション

マスキャリブレーションは、PFTBA キャリブレーションガスイオンの質量を特定し、正確に  $m/z$  69、131、264、414、464、および 614 に割り当てます。

イオントラップ温度を変更すると、マスキャリブレーション軸が移動します。**この手順は、イオントラップ温度が 2 時間以上安定するまで実行しないでください。**イオン源温度の変更後に、質量割り当てにわずかな影響がある場合もあります。補助ヘリウムバッファガス流量を変更した後に、再度マスキャリブレーションを実行する必要はありません。

### トラップ周波数キャリブレーション

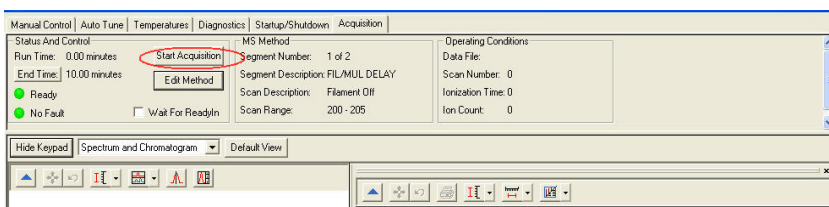
マスキャリブレーションの完了後に、**トラップ周波数キャリブレーション**を実行します。このキャリブレーションは、MS/MS や SIS などの Ion Preparation メソッドに必要なパラメータを決定します。またこれらのパラメータは、フルスキャン測定で測定されるイオン範囲の分離にも役立ちます。標準作業には数分かかります。**トラップ周波数キャリブレーション**は、必ず**マスキャリブレーション**を実行した後に行います。

### トラップ DC オフセット電圧

トラップ DC オフセットを調整し、キャリブレーションガスの  $m/z$  414 のイオンシグナルを最適化します。

## データ測定

**[Start Acquisition]** をクリックして分析を開始します。機器が他のモードのときに分析を開始すると、MS モジュールは自動的に測定(Acquisitio)モードに変わります。



GC が準備完了していない場合は、画面の一番上に「**Not Ready**」メッセージが表示されます。GC とオートサンプラがレディステータスになった後、「**Not Ready**」のメッセージは「**Ready**」に変わります。コンポーネントの個々のレディステータスを確認するには、一番上の Windows プルダウンメニューで、GC モジュールのステータスを表示します。コンポーネントがレディになった後、分析を開始できます。

分析は、シングルサンプルまたは自動シーケンスとして実行できます。

- シングルサンプルを実行するには、トピック 23 ページの「[シングルサンプルの注入](#)」を参照してください。
- 自動シーケンスを使用するには、トピック 25 ページの「[サンプルリストからの注入](#)」を参照してください。

### Status and control

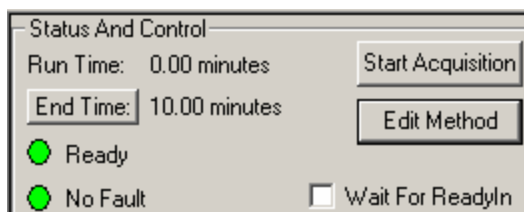
測定開始前の [Status and Control] フィールドは、次の図のようになります。

- **Run Time** は 0.00 分になります。
- **End Time** は、アクティブメソッドで指定した分析の長さです。
- [Ready] および [No Fault] ライトは緑です。

システムが**レディ**になる前に、**[Start Acquisition]** ボタンをクリックして自動化を無効にし、分析を開始します。ただし、この方法で開始した分析のファイル名は、自動分析で指定したファイル名ではなく **4000.x.sms** になります。

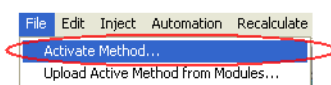
**[Edit Method]** をクリックすると、**Method Builder** が開き、メソッドを変更できます。変更の保存後にメソッドの再開を求めるプロンプトが表示され、[System Control] に戻ります。

MS モジュールの終了時間を変更しても、GC 終了時間は変更されません。Windows メニューから GC モジュールにアクセスし、GC 終了時間を個別に変更する必要があります。



## メソッドのアクティブ化

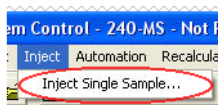
- 1 **[File]** メニューをクリックします。
- 2 **[Activate Method]** をクリックします。



- 3 以下のいずれかを実行して、メソッドを選択します。
  - **[Recent Files]** をクリックして、最近使ったメソッド 8 件を表示します。
  - フォルダからメソッドを選択した後、**[Open]** をクリックします。

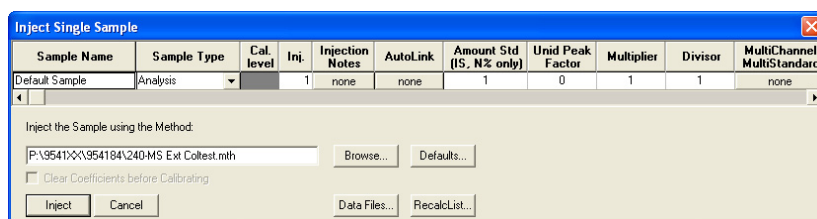
## シングルサンプルの注入

- 1 **[Inject]** メニューから **[Inject Single Sample]** をクリックします。

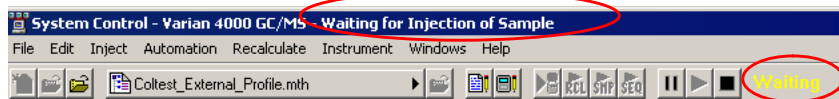


## 1 サンプル分析

- 2 [Inject Single Sample] ウィンドウを開いた後、以下を実行します。
  - a サンプル名を入力します。
  - b オートサンプラがコンフィグレーションされている場合は、サンプルバイアルのバイアル番号を入力します。
  - c 使用されている注入量とインジェクタが正しいことをチェックします。
  - d **[Defaults]** をクリックして、パラメータの初期値を変更します。
  - e **[Data Files]** をクリックして、日付や時間などの詳細情報を含む名前を作成するか、またはデータファイル保存のディレクトリを変更します。
  - f **[Inject]** をクリックしてデータを測定します。



- MS が測定モードになっていない場合は、自動的にそのモードに変更されます。
- オートサンプラが注入を実行している場合は、機器モジュールが**レディ**になった後に開始されます。
- マニュアル注入を実行している場合は、[System Control] タイトルバーに「**Waiting for Injection of Sample**」と表示され、[System Control] ツールバー右の「Waiting」ライトが黄色く点滅するまで待つからサンプルをマニュアル注入します。

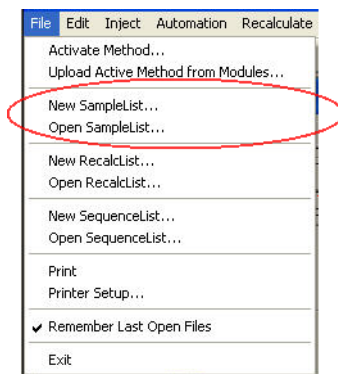


## サンプルリストからの注入

[Automation File Editor] または [System Control] で、サンプルリスト (SampleList) の作成および編集を行います。

[System Control] でサンプルリストを編集し、複数サンプルを注入するには、以下を実行します。

- 1 [File] メニューで、[New SampleList] または [Open SampleList] をクリックします。



- 2 サンプルリストを開く [SampleList] ウィンドウが開きます。ここでは、コンフィグレーションされたオートサンプラに固有のフィールドが含まれます。以下の図を参照してください。

- スプレッドシートの列のサイズを変更するには、マウスの左ボタンを使用して枠をドラッグします。
- フォーマット設定オプションを表示するには、列のヘッダーを右クリックします。テーブルを右にスクロールしても、**サンプル名列**はスクロールされません。これにより、追加パラメータを入力しているサンプルが簡単にわかります。
- [Add] をクリックして、追加サンプルを追加します。すべてのサンプルに、名前、サンプルタイプ、およびバイアル番号を入力します。

- 3 左下の [Begin] ボタンをクリックして、サンプルリスト上のサンプルの分析を開始します。

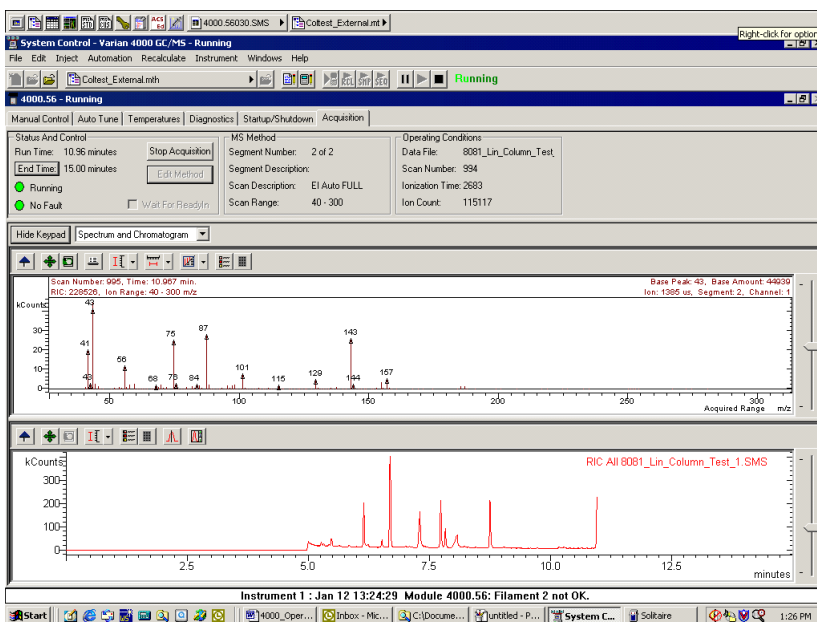
	Sample Name	Sample Type	Cal. level	Inj.	Injection Notes	AutoLink	Vial	Injection Volume	Injectors Used	Amount Std (IS, N% only)	Und Peak Factor	Multiplier	
1	Default Sample	Analysis		1	none	none	0	1.0	Pos 1	1	0	1	Add
2													Insert
3													Delete
4													Fill Down
5													Add Lines...
6													Defaults...
7													
8													
9													
10													

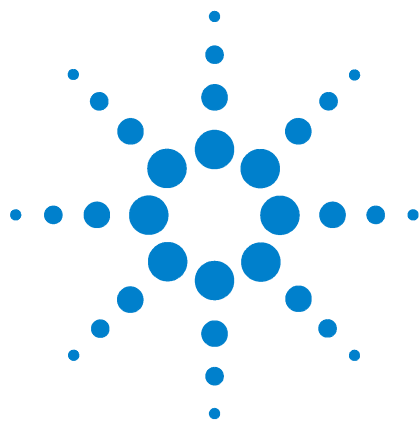
## 分析ステータスのモニタ

機器ウィンドウで分析のステータスをモニタします。[Status and Control] ウィンドウ、およびツールバーに分析ステータスが表示されます。

[System Control] でクロマトグラムとスペクトルをモニタできます。また、**クロマトグラム**ツールバーの一番右のボタンをクリックして[MS Data Review] を起動すると測定中のデータのライブラリサーチなどが可能になります。

データ測定機能の詳細については、『240 ソフトウェア操作ヘルプ』の「GC/MS データの測定」セクションを参照してください。





## 2 機器の始動

真空排気の開始	28
真空ステータスのチェック	28
診断テスト	29
システム温度の設定	30
スタートアップとシャットダウン	31
調整とチューニング	32

## 真空排気の開始

以下を確認します。

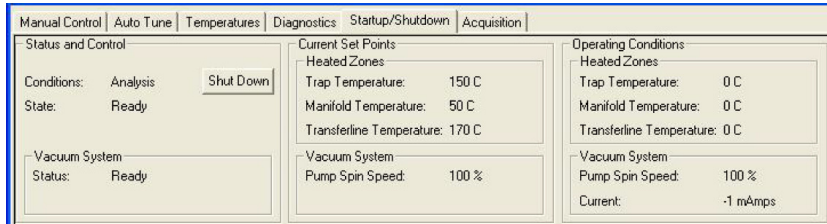
- 真空接続にリークがない。
- トランスファラインがアナライザ内に設置されている。
- ベントバルブが閉じている。
- カラムに破損がない。

主電源スイッチをオンにします。粗引きポンプのガラガラ音は10～20秒後に停止するはずです。

ポンプのガラガラ音が続く場合は、以下を実行します。

- 1 アナライザアセンブリがマニフォールドに適切に設置されていることを確認します（間隙がない必要があります）。
- 2 トランスファラインが取り付けられていることを確認します。
- 3 ベントバルブが閉じていることを確認します。

**[System Control]** を開くと、**[Startup/Shutdown]** ページが開きます。



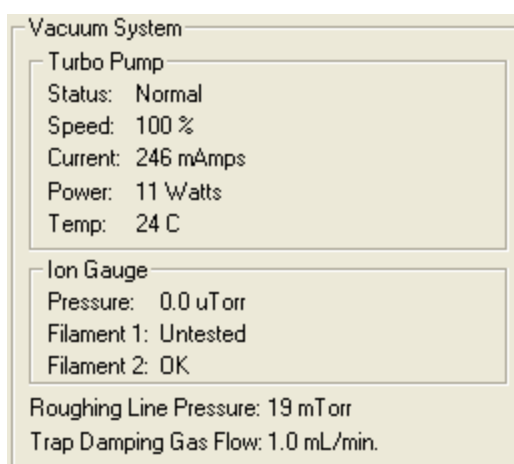
## 真空ステータスのチェック

真空測定値は、真空排気後（および操作中）のMSについて情報を提供します。表1は、内部モードでの動作範囲例です。

表1 内部モードの動作範囲例

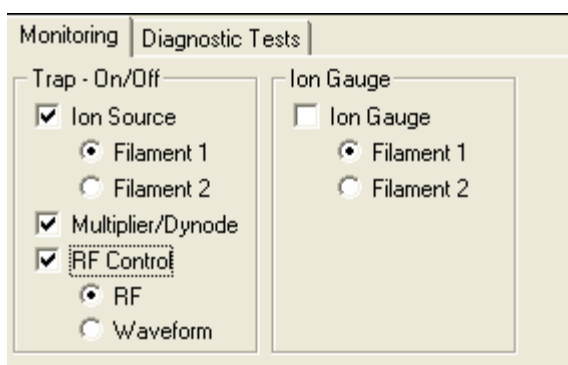
速度	100%
電流	200～300 mAmps
電力	9～13 ワット
イオンゲージ圧力	< 20 $\mu$ Torr
粗引き配管	< 50 mTorr

ポンプ回転速度が徐々に増加しない場合は、システムにリークがある可能性があります。大規模なリークは、100%未満のターボ速度で示されます。小規模なリークは、100%に達した後のポンプ電流の増加、またはイオンゲージ圧力の増加によって示されます（『240 Ion Trap GC/MS ハードウェア操作マニュアル』の「診断」セクションを参照）。オンゲージ測定値によって小規模なリークが見つかった場合には、Service.mth メソッドのリーク検査セクションを使用してリーク位置を正確に特定します。リークのトラブルシューティングの詳細については、『Agilent 240 Ion Trap GC/MS ハードウェアマニュアル』の「トラブルシューティング」セクションを参照してください。

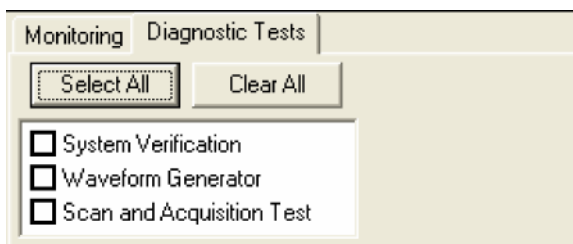


## 診断テスト

**[Monitoring]** タブを使用して、機器の現在のステータスをモニタします。真空システム、EM、ウェーブフォームシステム、温度、およびイオン源をモニタします。



**[Diagnostics Tests]** タブを使用して、240 GC/MS 上のハードウェアチェックを実行します。診断テストの詳細については、『240 ソフトウェア操作ヘルプ』の「診断」セクションを参照してください。



## システム温度の設定

### 分析温度

分析温度はサンプルによって異なります。化合物の安定性と揮発性は、温度選択に影響を与えます。より壊れやすいものでは、トラップ温度を低下させます。たとえば、分子イオンが不安定な飽和炭化水素の分子イオン情報を得るには、トラップ温度を 80 °C に設定します。ただし、半揮発性物質の分析では、トラップ温度を 220 °C に設定して重い PAH（ベンゾ [ghi] ペリレン、ジベンゾ [a,h] アントラセン、インデノ [1,2,3-cd] ピレン）にテーリングが起きないようにします。

温度設定を変更した後、トラップが新しい設定に達するまで約 1 時間待ちます。設定に到達した後、トラップを約 2 時間安定化します。トラップの温度はマスキャリブレーションに影響を与え、その結果トラップ周波数キャリブレーションにも影響を与えます。

GC カラムオープンと MS との間にコールドポイントが存在しないように、トランスファライン温度を設定します。これは通常、最大カラム温度 ( $\pm 20$  °C) になります。

マニフォールド温度（通常 50 °C）は、室温の変動がシステムに及ぼす影響を低減します。

### システムの焼き出し

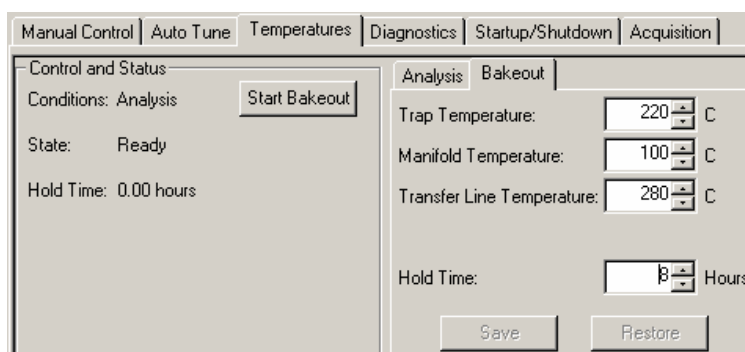
240 GC/MS のベント中にマニフォールド上に吸着した水を取り除くには、**[System Control]** の **[Temperatures]** タブから **[Bakeout]** を実行します。

サンプルの分析後にシステムの焼き出しを実行して、MS から化学バックグラウンドを除去します。焼き出しを実行して汚染を除去した後、温度を分析温度まで下げます。

焼き出し設定例：

- トラップ温度 230 °C
- マニフォールド温度 110 °C
- トランスファライン温度 280 °C
- 焼き出し時間 12 時間

焼き出し時間はさらに短縮することができます。



トランスファライン温度が、カラムのアイソサーマル時の最高温度を超えないようにします。

## スタートアップとシャットダウン

### システムの始動

システムの電源を投入すると、[System Control] が [Startup/Shutdown] モードで動作します。システムのスタートアップ時には、[Operating Conditions] フィールドで、[Turbo Pump Speed] の増加を観察できます。速度が 100% に達するまで、ソフトウェアは [Startup/Shutdown] モードにロックされません。[Operating Conditions] フィールドでは、加熱部の温度測定値の上昇も表示できます。

適切な時間内に 100% のポンプ速度に到達できない場合はリークが存在し、修正作業が必要になります。詳細については、『Agilent 240 Ion Trap GC/MS ハードウェア操作マニュアル』の該当する「トラブルシューティング」セクションを参照してください。

### システムのシャットダウン

240 GC/MS をシャットダウンするには、**[Startup/Shutdown]** ダイアログ左上の**[シャットダウン]** ボタンをクリックします。ヒーターがオフになり、ターボポンプの速度が最高速度の 35% まで徐々に減少します。

加熱部が 80 °C 未満に冷却された後、システム前面下のスイッチを**[OFF]** (下) の位置に切り替えて、主電源をオフにします。フロントパネルのベントバルブを開いて、マニュアルで 5 分間以上システムをベントします。

シャットダウン開始後にシステムを再始動するには、画面左の**[Start Up]** ボタンをクリックします。ポンプが再始動し、ヒーターがオンになります。

Manual Control	Auto Tune	Temperatures	Diagnostics	Startup/Shutdown	Acquisition
<b>Status and Control</b>					
Conditions: Analysis		<b>Shut Down</b>			
State: Ready					
<b>Vacuum System</b>					
Status: Ready					
<b>Current Set Points</b>					
<b>Heated Zones</b>					
Trap Temperature: 220 C					
Manifold Temperature: 50 C					
Transferline Temperature: 280 C					
<b>Vacuum System</b>					
Pump Spin Speed: 100 %					
<b>Operating Conditions</b>					
<b>Heated Zones</b>					
Trap Temperature: 220 C					
Manifold Temperature: 49 C					
Transferline Temperature: 280 C					
<b>Vacuum System</b>					
Pump Spin Speed: 100 %					
Current: 199 mAmps					

## 調整とチューニング

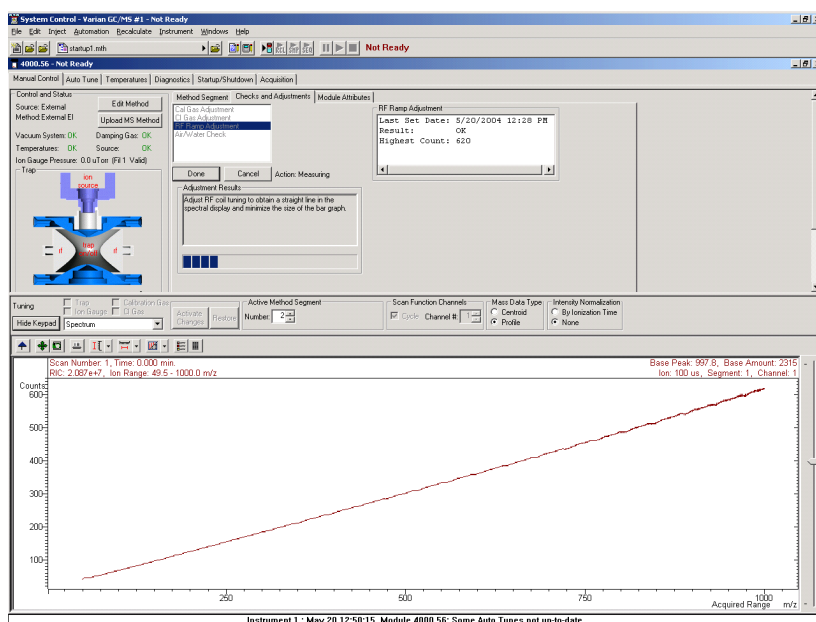
### RF チューン

以下のいずれかを実行した後に、**[Manual Control]** の **[Checks and Adjustments]** タブダイアログで RF チューンを調整します。

- MS メンテナンスの実行
- アナライザアセンブリの変更
- MS コンフィグレーションの変更

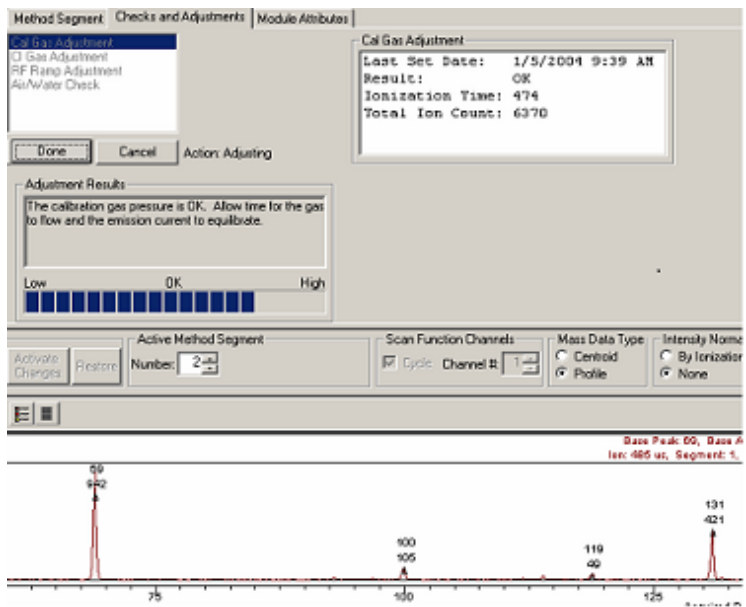
## RF ランプの調整

- 1 **[Manual Control]** タブの **[Checks and Adjustments]** > **[RF Ramp Adjustment]** をクリックします。
- 2 **[Start]** をクリックします。
- 3 マイナスドライバを使用して、チューニング表示が直線になり強度が最小になるまで、240 GC/MS フロントドア内側の RF 調整ネジを時計回りまたは反時計回りに回します。  
**[Adjustment Results]** フィールドのステータスバーが、**[OK]** より下に来る必要があります。



### キャリブレーションガスの調整

- 1 オートチューン手順を実行する前に、PFTBA（または FC-43）キャリブレーションガスの流量をチェックします。
- 2 **[Manual Control]** タブの **[Checks and Adjustments]** > **[Cal Gas Adjustment]** をクリックします。
- 3 240 GC/MS フロントドア内側のキャリブレーションガスバルブを回します（時計回りに回すと流量が減少し、反時計回りに回すと流量が増加します）。**[Adjustment Results]** フィールドのステータスバーに **[OK]** と表示されるまで、流量を調整します。



### 空気/水のチェック

パフォーマンスが低い場合に考えられる理由は、エアリークと焼きだし不足です。これらは、空気または水の圧力が高くなり過ぎる原因となります。空気/水のチェックにより、考えられる問題に関する情報が提供されます。

空気/水のチェックでは、 $10^5$  ゲインの EM 電圧を使用し、マニュアル設定は行いません。EM を交換した後、空気/水のチェックを実行する前に EM をオートチューンします。



## 3 メソッドの作成

新しいメソッドウィザードの使用	36
メソッドに名前を付ける	39
240 GC/MS 機器コンフィグレーション	39
測定データタイプ	39
メソッドセグメントの編集	40
CIのパラメータ設定	44
マニュアルコントロールにおけるメソッドの表示	48

メソッドは、あなたがMSに動作してほしいことを完全に記述するものです。メソッドウィザード (**Method Builder** と呼ばれる) は、この情報の入力を支援する一連の画面です。

メソッドは、さらに実際に MS を操作する電圧と時間をコントロールするスキャン機能を作成します。図 4 は、240 GC/MS の 4 セグメントのスキャン機能例です。

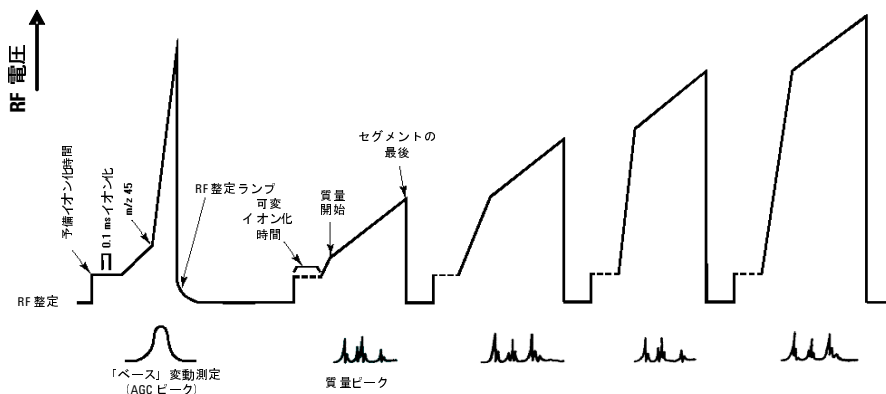
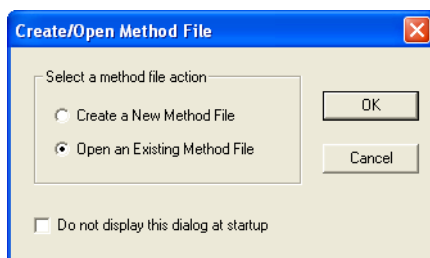


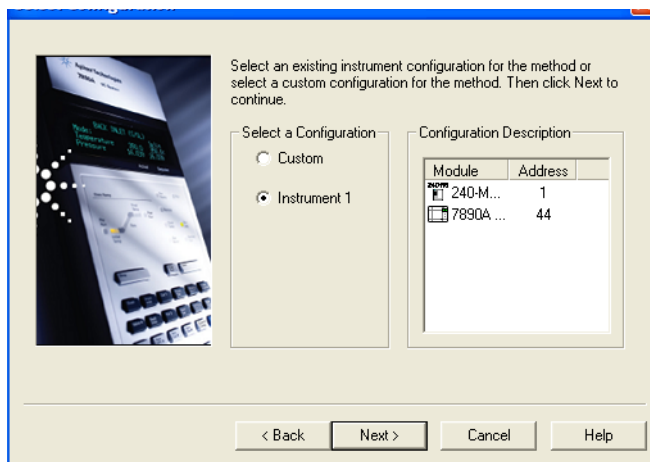
図 4 スキャン機能

## 新しいメソッドウィザードの使用

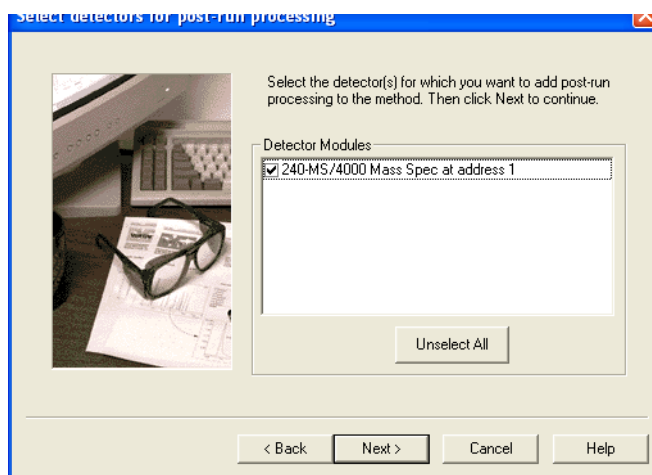
- 1 **[Workstation]** ツールバーの **[Method Builder]** アイコンをクリックします。
- 2 **[Create a New Method File]** をクリックします。ウィザードに従って、この新しいメソッドを作成します。このメッセージを今後表示したくない場合は、**[Do not display this dialog at startup]** ボックスをオンにします。



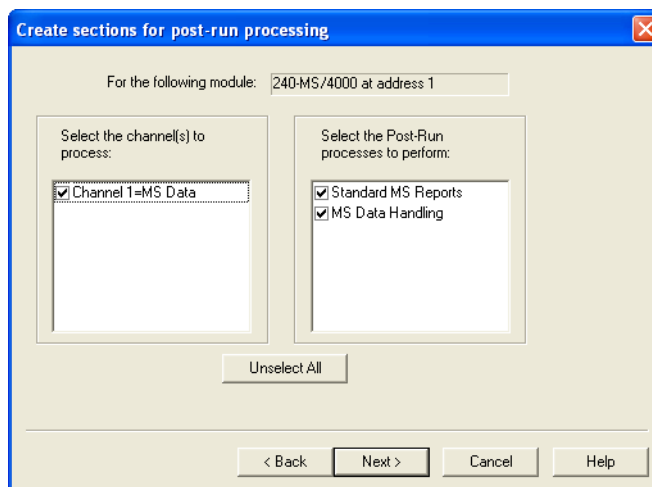
- 3 **[Instrument 1]** を選択して、**[Next]** をクリックします。**カスタムコンフィグレーション**を使用すると、機器から PC リモート上のメソッドを作成できます。



- 4 ポストラン処理の検出器を選択し、**[Next]** をクリックします。

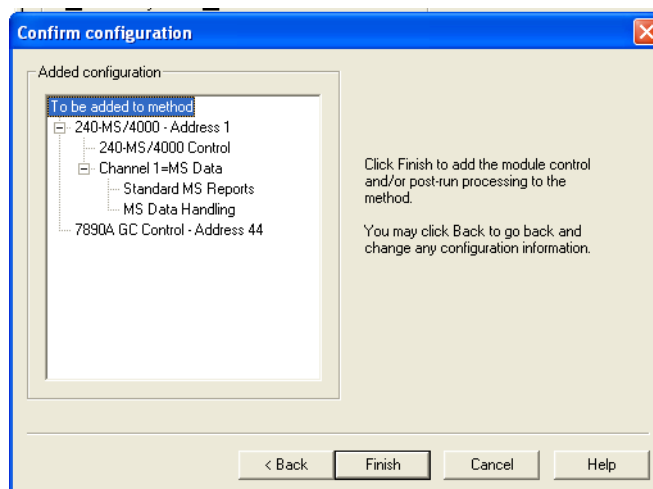


- 5 各検出器のデータチャンネルとポストラン処理のタイプを選択し、**[Next]** をクリックして次の検出器を表示します。



- 6 **[Finish]** をクリックしてメソッドを追加します。ウィザードで、ハードウェアのコントロール、データ収集、および指定されたポストラン処理の実行に必要なすべてのセクションを含むメソッドが作成されます。メソッドは、すべてのパラメータの初期値を含みます。データ処理とレポートに関する情報は、『240 ソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

### 3 メソッドの作成



## メソッドに名前を付ける

- 1 [File] メニューで、[名前を付けて保存] をクリックします。
- 2 メソッドの名前を入力します。
- 3 メソッドを保存するフォルダを選択します。
- 4 [Save] をクリックします。

## 240 GC/MS 機器コンフィグレーション

MS ワークステーションに接続された機器のコンフィグレーションを設定します。240 GC/MS 内部コンフィグレーションでは、内部設定が 1 つだけになるように、EI と CI の両方を同一分析中に実行することができます。



## 測定データタイプ

セントロイドデータは、デフォルトの測定データタイプです。データ処理、ライブラリサーチ、およびスペクトル比較は、セントロイドデータを使用する場合にのみ実行できます。検出器からのアナログシグナルは、A/D コンバータに送信されます。ソフトウェアは、デジタル化されたイオンシグナルの重量の中心（セントロイド）を決定します。ソフトウェアは、デジタル化したイオンシグナルからスティックスペクトルを作成します。

プロファイルデータは主に診断の目的で使用されます。またプロファイルデータは、セントロイドファイルの約 10 倍の大きさですが、測定後にセントロイドに変換することができます。

プロファイルデータは  $m/z$  につき 10 ポイントで収集され、クロマトグラムと似た形のピークとして表示されます。プロファイル表示により、レスポンスの分散を観測することができ、適切なレゾリューションが得られているかどうかを判断することができます。

## クロマトグラフタイムセグメント

内部コンフィグレーションでは、240 GC/MS は EI、CI、EI/MS/MS、および CI/MS/MS を単一分析で実行することができます。**クロマトグラフタイムセグメント**テーブルを使用して、分析条件をプログラムし、分析の各セグメントにおいて最良の結果を得るようにすることが可能です。最大 650 分間の分析について、最大 250 のタイムセグメントを作成できます。デフォルトでは、分析開始時に**フィラメント/マルチプライヤの停止**セグメントがあるため、システムはクロマトグラフ溶媒の溶出中にはダメージを受けません。このセグメントに続き、単一分析セグメントを使用してフルスキャンでマススペクトルを測定することができます。ただし、質量範囲などの変数の調整、個々の分析対象物の MS/MS セグメントの挿入、および各分析対象物で最適なデータを測定する機器の設定を行うことができます。

	Segment Description	Start (min.)	End (min.)	Scan Description
1	FIL/MUL DELAY	0.00	3.00	Filament Off
2	EI Analysis	3.00	7.00	EI Auto - Full
3	CI Analysis	7.00	9.00	CI Auto - Full
4	EI Analysis	9.00	10.00	EI Auto - MS/MS
5				
6				

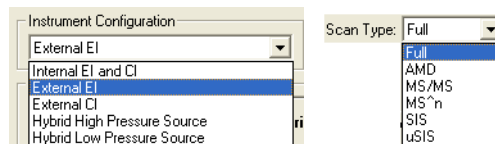
セグメントの追加または挿入を行うと、前のセグメントから新しく作成したセグメントにパラメータがすべてコピーされます。必要なフィールドをダブルクリックして、**セグメントの説明**、セグメントの**開始時間**、または**終了時間**を編集します。

## メソッドセグメントの編集

内部 CI 実行の詳細については、『240 ソフトウェア操作マニュアル』の該当するセクションを参照してください。

### スキャン機能の設定

メソッドセグメントは MS スキャン機能を実行する場所をコントロールします。内部コンフィグレーションのさまざまなスキャン機能には、EI および CI、フルスキャン、MS/MS、Multiple Reaction Monitoring (MRM)、または選択イオン蓄積 (SIS) があります。詳しいスキャンデータは、[表 2](#)を参照してください。



240 GC/MS には 3 つのスキャンモードがあります。デフォルトの**スキャンモード**は、Normal です。

- **Normal:** このスキャンモードは、**[Automatic Gain Control]** モードのプレスキャンを使用して最適なイオン化時間を決定し、さらにイオンを 5000  $\mu$ /sec でスキャンしてマススペクトルを収集します。
- **Fast:** このスキャンモードも、**[Automatic Gain Control]** モードのプレスキャンを使用して最適なイオン化時間を決定しますが、イオンを 10000  $\mu$ /sec でスキャンしてマススペクトルを収集します。
- **Fastest:** このスキャンモードでは、プレスキャンを使用せず、イオンを 10000  $\mu$ /sec でスキャンしてマススペクトルを収集します。このモードは、**[Full]** スキャンタイプでのみ使用できます。

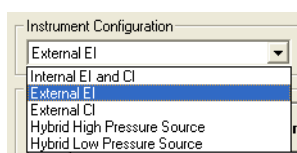


表 2 詳細スキャンデータ

質量範囲	チューン	$\mu$ スキャン	Normal	Fast	Fastest
50-1000	1 セグメント	3	0.76 sec	0.47 sec	0.41 sec
50-1000	4 セグメント	3	1.08 sec	0.79 sec	N/A
50-400	DFTPP	3	0.70 sec	0.59 sec	N/A

### [General parameters] タブ

**Scan Time**、**Scans Averaged**、および **Data Rate** は、すべてリンクしています。平均するスキャンの数は、スキャン時間が調整されるときに更新され、逆の場合も同様です。スキャン時間の設定に最適な方法は、**[Scan Parameters]** タブから質量範囲を設定し、さらに平均するスキャンを 3 に変更します。3 つのスキャンを平均することにより、高いクロマトグラフデータ速度と適切なスペクトル平均の間で折り合いを付けた最適な値が得られます。

**Mass Defect** により、原子（またはイオン）の整数質量とその精密質量間の差を体系的に修正することができます。その重要性は、NIST ライブラリが分子量を最も近い整数質量単位にのみレポートすることに起因しています。MS ワークステーションソフトウェアは、測定された強度の割り当て先となる質量を決定する必要があります。イオンの精密質量が、整数質量間の境界線近くに来る場合、ソフトウェアは不正な質量割り当てを行う可能性があります。いくつかの原子の Mass Defect は合算されて大きな Mass Defect になる場合があることから、このシナリオは、分子量の高い分子でより発生しやすくなります。たとえば、 $C_2Br_6$  の最も軽い同位体の形状の精密質量は 497.51002 で、これは 497 または 498 のいずれかとして簡単に割り当てられます。

**Multiplier Offset** は、**[Manual Control]** の **[Module Attributes]** タブダイアログの現在の EM 設定（通常、**オートチューン**の  $10^5$  ゲイン値です）にたいして  $\pm 300V$  の範囲で EM 電圧を調節します。EM 電圧が増加すると、MS/MS などの技術で特に、より高い感度が実現する場合があります。この調整は、セグメントごとに行うことが可能です。

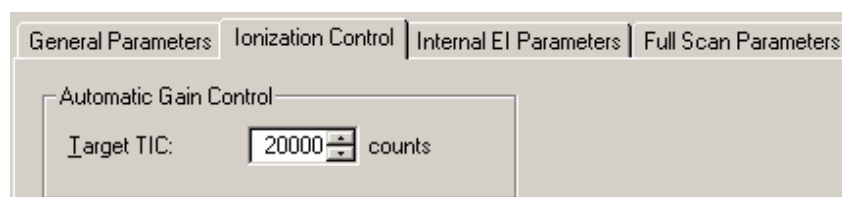
**Count Threshold** は通常 1 です。2 または 3 のカウントは、マスペクトルでレポートされる低レベルイオンの数を低減します。この方法はライブラリサーチを改善し、データファイルサイズを小さくしますが、マスペクトルの詳細情報がやや少なくなります。カウントスレッシュホールドは、**[Customize]** ボタンがアクティブな場合にのみ表示されます。

**[mScan Time]** を選択して、スキャン秒数を調整します。平均化する  $\mu$  スキャンの最小値と取込速度は、自動的に計算されます。

**[uScans Averaged]** を選択して、平均化する  $\mu$  スキャンの数を調整します。**[Maximum Scan Time]** と **[Data Rate]** は、自動的に計算されます。

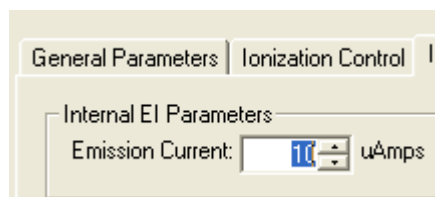
## Ionization control

ターゲットトータルイオン電流 (TIC) を指定します。**自動ゲインコントロール (AGC)** アルゴリズムは、固定イオンタイムでのプレスキャンのイオンカウントを使用し、このターゲット値とともに、分析スキャン中にターゲットイオン数をイオントラップに充填するために必要なイオンタイムを計算します。目的は、それぞれの分析スキャン中に、最適な数のイオンをトラップに充填することです。**Target TIC** は通常、フルスキャン測定では 10,000 未満には設定されませんが、スペースチャージによるスペクトル変形 (MS 分解能の損失、または強力なクロマトグラフピークの質量割り当ての変化) が起こる可能性のある高すぎる設定にしてもいけません。一般に、最もすぐれた結果を提供するのは、20,000 ~ 40,000 カウント間の **Target TIC** です。



## EI イオン化パラメータ

**Emission Current** は、フィラメントの生成する電子の電流で、トラップに入る電子の数をコントロールします。ベースラインのイオン化時間が最大イオン化時間付近になるようにエミッション電流を増加すると、イオンの最大数が表示されます。一部のケースでは、高いエミッション電流を使用して、分析の感度を高めることができます。たとえば EI/MS/MS では、MS/MS アイソレーションステップにより、高いエミッション電流から通常生じるより高いバックグラウンドを除去します。



## CIのパラメータ設定

標準的な試薬（メタン、イソブタン、アセトニトリル、またはメタノール）を選択すると、選択された試薬のCIパラメータは自動的に設定され、デフォルトの値から変更する必要はありません。ただし、残りのCIパラメータ（Reaction Storage Level、Ejection Amplitude (V)、Max Reaction Time)を変えることにより感度を最適化することが可能です。これらのパラメータを調整した後、**[Save]** をクリックします。変更された値を保存する名前を求めるプロンプトが表示されます。

**[Reagent Low Mass]** は、イオン化中にトラップに貯蔵される最低質量です。

**[Reagent High Mass]** は、イオン化中にトラップに貯蔵される最高質量です。この質量を超えるすべての質量は、イオン化ステップ中に排除されます。これにより、トラップ内のEI生成イオンの数は減少します。

**[Reagent Low Mass]** と **[Reagent High Mass]** と **[Reaction Storage Level]** を組み合わせることにより、特定のCI試薬イオンを選択することができます。たとえば、メタンの29のイオンだけを試薬イオンとして使用したい場合には、イオン化の間に41のイオンを排除し、反応のステップで19以上のイオンが反応するようにします。

複雑なプロセスを経て生成される試薬イオン（ $\text{CH}_4^+$  とニュートラルな  $\text{CH}_4$  の反応により生成される  $\text{C}_2\text{H}_5^+$  など）では、両方のイオンが高質量と低質量の範囲に入るように設定します。

**Reaction Storage Level** は、試薬イオンと試料の反応中にイオントラップに貯蔵されるイオンの最小質量の値です。最適な **Reaction Storage Level** は、分析対象物の分子イオンに依存します。高い分子イオンに対しては、CI試薬イオンの排除が行われない程度に Reaction Storage Level あげて使用します。たとえば、分析対象物の分子イオンが  $352 m/z$  だとします。アセトニトリルを使用して、RF 保存レベルを  $25 m/z$  に上げると、デフォルトの  $19 m/z$  よりも高い感度が得られます。CI Storage Level を上げる場合、**Ejection Amplitude** を増加する必要があります。

**Ejection Amplitude (V)** は、低質量側の排除と **Reagent High Mass** より少し高質量側を排除するための電圧です。この電圧は、イオン化中に生成される不要なイオン（試薬ガスでないものなど）を排除します。一般に、CI Storage Values が高いほど、高い Ejection Voltages が必要となります。電圧は、CI試薬イオンの排除を引き起こすほど高く設定してはいけません。

**Max Reaction Time** は、試薬イオンがサンプル分子と反応してサンプルのイオンを生成するために使う最大時間です。最大反応時間は、1 ~ 2000 ミリ秒の任意の値に設定することができます。一般的な反応時間は 100 ミリ秒です。

これらのパラメータを最適化する方法、または登録されていない試薬の設定方法の詳細については、『240 ソフトウェア操作ヘルプ』を参照してください。

CI パラメータを変更し、それが正しく設定されていない場合は、CI の動作に問題が生じます。

Internal CI Parameters

Emission Current: 10 uAmps

Reagent Parameters

Reagent: Methanol Save...

Reagent Low Mass: 25 m/z

Reagent High Mass: 50 m/z

Customize

### Scan parameters

各 MS スキャンタイプにはさまざまなパラメータがあります。以下に示すのは、外部コンフィグレーションに使用する最も一般的なスキャンタイプ例（フルスキャンと MS/MS）です。すべてのスキャンタイプの詳細については、『240 ソフトウェア操作ヘルプ』の「GC/MS メソッドの作成」セクションを参照してください。

Full Scan Parameters

Mass Range

Low Mass: 50 m/z

High Mass: 1000 m/z

Tune

Type: Auto Save...

	Low Mass (m/z)	High Mass (m/z)	RF Storage Level (m/z)	Ion Time Factor (%)
1	10	99	35	100
2	100	249	35	100
3	250	399	35	100
4	400	1000	35	100
5				
6				

Customize Insert Add Delete

#### フルスキャンパラメータの設定

汎用 GC/MS 分析では、**[Full Scan]** データ測定を使用します。**[Mass Range]** エリア (左上) に **[Low Mass]** と **[High Mass]** の値を入力し、フルスキャン質量範囲を指定します。これが 240 GC/MS のもっとも一般的なスキャンタイプです。この質量範囲は AGC 計算のスキャン範囲にもなります。

**[Tune]** フィールドは、質量範囲のスキャン方法を指定します。規定のチューンタイプには、**Auto**、**DFTPP**、および **BFB** の 3 つがあります。**Auto** のチューンタイプでは、各 EI スキャンはデフォルトで 4 つの質量セグメント (10 ~ 99  $m/z$ 、100 ~ 249  $m/z$ 、250 ~ 399  $m/z$ 、400 ~ 1000  $m/z$ ) に分けられます。これらの条件下で、**[RF Storage Level ( $m/z$ )]** と **[Ionization Time Factor (%)]** が、質量セグメントベースで調整できます。

**DFTPP** および **BFB** のチューンタイプを選択すると、米国 EPA 半揮発性および揮発性要件に適合するための適切な開始点となる質量セグメントとイオンタイムのファクタが、質量セグメントテーブルに表示されます。

各質量セグメントには、独自の **RF Storage Level ( $m/z$ )** があります。これは、イオン化期間中のトラップでのイオン保持に使用する RF 電圧で、質量単位で指定します。また、イオン蓄積に対して 2 種類の影響を与えます。レベルが増加するにつれて高質量イオンの蓄積効率が高まり、一方、質量がカットオフ値を下回る場合はイオンは貯蔵されません。**AGC** をオンにすると、デフォルトの Storage Level は 35  $m/z$  に設定され、35  $m/z$  を超えるすべてのイオンが保存されます。この値では、650  $m/z$  までのイオンが効率的に保存されます。1000  $m/z$  までにする場合には、Storage Level 45  $m/z$  が必要になる場合があります。

**Ion Time Factor (%)** は、計算されたイオン化時間 (AGC プレスキャン計算で決定) に乗じる数で、質量範囲の各セグメントの実際のイオン化時間を提供します。初期値は 100% です。このファクタを調整して、測定質量範囲のセグメントの相対強度の増減を行います。たとえば、4 または 5 つのセグメントを適切に調整すると、システムは米国 EPA 環境メソッドの **DFTPP** または **BFB** チューン要件に適合することができます。

## MS/MS パラメータの設定

タンデムマススペクトロメトリー（または MS/MS）は、分析対象物のイオン化の後、質量分析の前にイオン preparation を行います。MS/MS は、電子または化学イオン化の後に実行することができます。簡単に言うと、プリカーサイオンとして設定した  $m/z$  以外の保存されたイオンはすべて排除されます。プリカーサイオンはさらに、イオントラップに適用された waveform により励起されます。この方法で十分なエネルギーが堆積されると、ヘリウムバッファガスを使用したプリカーサイオンの衝突により、プリカーサイオンの解離が生じ、低質量のプロダクトイオンが生成します。残ったイオンがスキャンされ、MS/MS スペクトルを収集します。

適切に設定されると、MS/MS メソッドは以下を実行します。

- 大部分の同時溶出する干渉化合物を排除し、選択されたプリカーサイオンのみでイオントラップを満たします。
- 設定された脱離方法を使用してプロダクトイオンを作成し、化学ノイズを排除します。

MS/MS は、分析のターゲット化合物が既知の場合にのみ有効です。PCB やダイオキシンなど特定クラスの異性体セットを決定する程度までを除き、一般定性分析には実用的ではありません。

MS/MS Parameters									
MRM									
	Precursor Ion (m/z)	Ionization Storage Level (m/z)	Isolation Window (m/z)	Waveform Type	Excitation Storage Level (m/z)	Excitation Amplitude (volts)	Product Ion Start Mass (m/z)	Product Ion End Mass (m/z)	More Ranges
1	131.0	35	3.0	Resonant	57.7	0.20	58	141	

**Precursor Ion ( $m/z$ )** は通常、フルスキャンマススペクトルで強度の高いイオンを使用します。一般に、**Isolation Window ( $m/z$ )** はプリカーサイオン質量  $\pm 1.0$  です（質量単位全体で 3.0）。

**Waveform Type** は、**Resonant** か **Non-resonant** のいずれかです。

**Excitation Storage Level ( $m/z$ )** は、衝突誘起解離中に保存される最低質量です。ウィンドウ下部の **q Calculator** を使用して、適切な値を計算できます。**q Calculator** は、**Excitation Storage Level ( $m/z$ )** を恣意的に計算するため、**プリカーサイオン ( $m/z$ )** が大きい場合に、300 の値を計算する場合があることに注意してください。プリカーサイオンの解離に必要な **Excitation Amplitude** は、実験的に決定する必要があります。すなわち、さまざまな値の **Excitation Amplitude** を使用した複数の分析を使用します。**自動メソッド開発 (Automated Method Development: AMD)** モードを使用すると、この電圧をもっとも簡単に決定することができます。

### 3 メソッドの作成

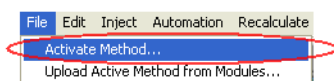
メソッド開発中の**Product Ion Mass** 範囲は、**Excitation Storage Level** から**Product Ion Mass** までの範囲を含みます。MS/MS メソッドの詳細については、『240 ソフトウェア操作ヘルプ』の「タンデムマススペクトロメトリー」セクションを参照してください。

## マニュアルコントロールにおけるメソッドの表示

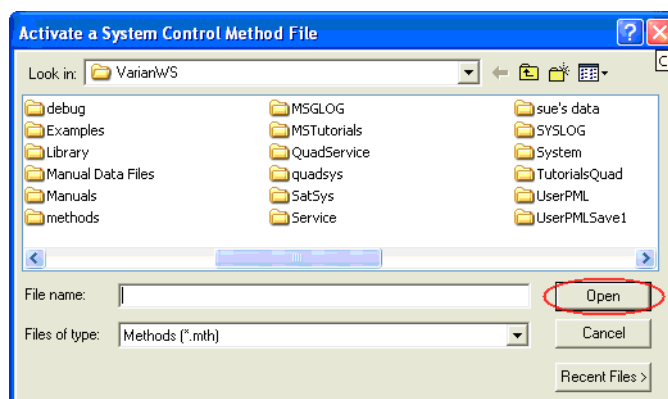
**Method Builder** でメソッドを作成した後、**[Manual Control]** でプレビューを表示します。すべての MS パラメータは、実行前に編集およびプレビュー表示することができます。ただし、セグメントの数、または既存セグメントの開始時間と終了時間は、**Method Builder** でのみ変更できます。

### メソッドのアクティブ化

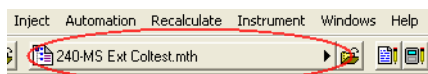
- 1 **[File]** メニューをクリックします。
- 2 **[Activate Method]** をクリックします。



- 3 以下のいずれかを実行して、メソッドを選択します。
  - **[Recent Files]** をクリックして、最近使ったメソッド 8 件を表示します。
  - フォルダからメソッドを選択した後、**[Open]** をクリックします。



- 4 アクティブメソッドがツールバーに表示されます。

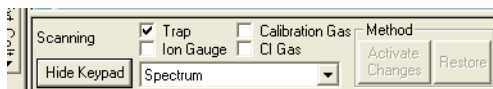


## イオンの表示

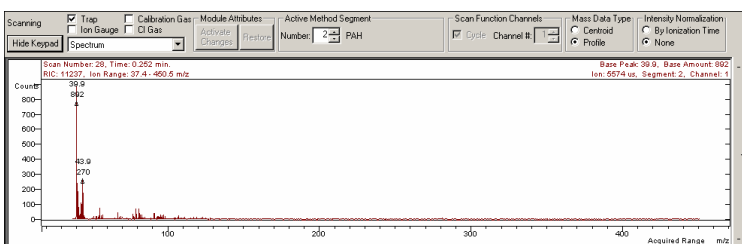
- 1 イオン化をオンにするイオン化セグメントを選択します。  
**FIL/MUL DELAY** セグメント #1 のように、イオン化が**オフ**になっているセグメントのイオントラップはオンにできません。  
 イオン化セグメントの変更。



- 2 **[Trap]** チェックボックスをクリックして、イオントラップをオンにします。



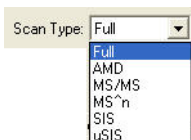
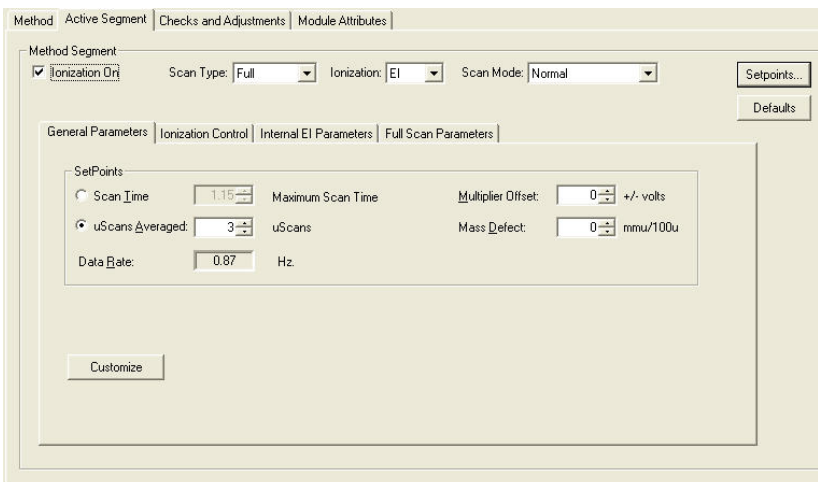
- 3 表示するメソッドセグメントを選択します。チェックボックスを選択して、**[Calibration Gas]** または **[CI Gas]** をオンにします。



## メソッドパラメータの表示

以下の図では、**[Active Segment]** タブダイアログが表示され、下部のペインにメソッド関連のコントロールが表示されています。

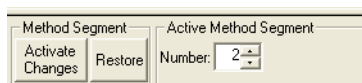
**[Active Segment]** タブの一番上の行の情報は、トラップのオン/オフ、**Scan Type**、**Ionization Mode**、**Scan Mode** を示します。



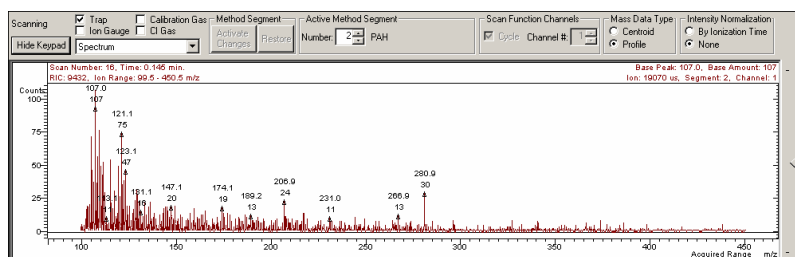
## マニュアルコントロールにおけるメソッドの編集

アクティブ MS メソッドのすべてのパラメータを確認および編集し、測定されるマススペクトル上の変化を観察します。タブダイアログの正確なセットは、現在のメソッドセグメントのイオン化および Ion Preparation モードに依存します。

パラメータの編集後、**[Activate Changes]** ボタンをクリックして変更を実行します。



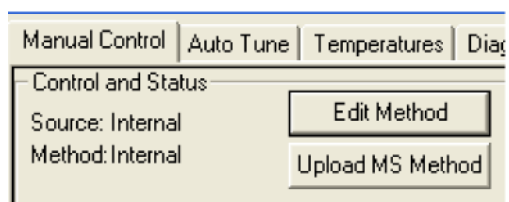
変更がスペクトルに反映されます。この例では、開始質量が 50  $\mu$  から 100  $\mu$  に変更されています。



## メソッドの保存

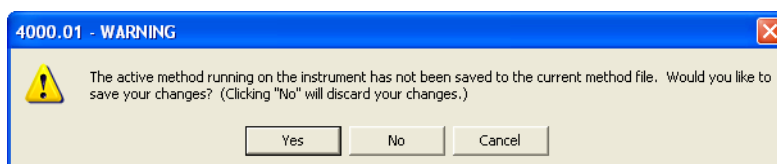
変更をメソッドに保存するには、以下のいずれかを行います。

- **[Ion Trap]** アイコンの上の **[Upload MS Method]** ボタンをクリックします。
- **[Edit Method]** ボタンをクリックして **Method Builder** を開き、変更を行って変更を保存します。



### 3 メソッドの作成

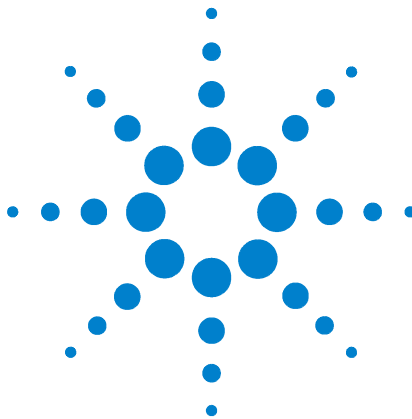
変更をアップロードしない場合、変更をセグメント変更時に行うのか、**【Manual Control】** または **【Method Segment】** 終了時に行うのか、メソッドは引き続きチェックされます。変更が行われた場合は、これらの変更を保存するか破棄するかを選択を求められます。



オートメーションの開始または **【Inject Single Sample】** の選択により、**【System Control】** を終了すると、メソッドの保存を求めるプロンプトが表示されます。

**【Yes】** をクリックすると、注入操作をキャンセルし、**【Manual Control】** に戻ってメソッドを保存することができます。

**【No】** をクリックすると、最後に保存されたメソッドのコピーを使用して、データファイルを取り込みます。



## 4 モード変更

以下のトピックに関する詳細については、『240 Ion Trap GC/MS  
ハードウェア操作マニュアル』を参照してください。

### 外部から内部へ

240 MS を外部イオン化モードから内部イオン化モードに変換すると、イオン源とカラム位置の両方が変更されます。

- 1 MS マニフォールドからアナライザを外します。
- 2 イオン源を内部に変更します。
- 3 熱シールドを前方に移動します。
- 4 フィラメントアダプタを追加し、フレックスケーブルを接続します。
- 5 トランスファラインエントリをイオントラップに変更します。
- 6 トランスファラインチップを内部に変更します。
- 7 カラムを 7 mm 出るように切ります。
- 8 トランスファラインスイッチを [Internal/Hybrid] に変更します。
- 9 MS マニフォールドのアナライザを戻します。

### ハイブリッドから内部へ

ハイブリッドコンフィグレーションから内部コンフィグレーションへの変更では、イオン源のみの変更が必要です。カラム位置とトランスファラインはすでにトラップ側になっており、調整の必要はありません。

- 1 MS マニフォールドからアナライザを外します。
- 1 イオン源を内部に変更します。
- 2 熱シールドを前方に移動します。
- 3 フィラメントアダプタを追加し、フレックスケーブルを接続します。
- 4 MS マニフォールドのアナライザを戻します。

### ハードウェア変更の影響

コンフィグレーションの変更後（たとえば外部から内部コンフィグレーションへ）は、[System Control] の再始動時に以下の現象が発生します。

- 1 [System Control] は、現在の [Module Attributes] に保存されている現在のコンフィグレーションを、ハードウェアのレポートするコンフィグレーションと比較します。
- 2 これらが一致しない場合は、[Module Attributes] は適切なコンフィグレーションに更新（事前設定）されます。デフォルトメソッド（Default.mth）では、同様のプロセスが発生します。
- 3 ハードウェアコンフィグレーションの変更後、デフォルトでは新しいメソッドに適切な機器コンフィグレーションが提供されます。

[Module Attributes] を事前設定すると、前のオートチューン結果が無効になるため、オートチューンのすべての標準作業を実行する必要があります。