

# Agilent 240 イオント ラップ<sup>o</sup> GC/MS

外部イオン化  
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

G3931-96003

## 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 USAG3931-96003

## 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政府関連機関が、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とはなりません。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	7
フラグメント化	7
イオンの移動と蓄積	7
Ion Preparation	8
イオン分析	8
外部電子イオン化 (EI)	9
イオン形成	9
イオンの移動およびトラッピング	10
Ion Preparation オプション	10
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	11
外部化学イオン化 (CI)	12
ポジティブ CI 外部	12
ポジティブ CI 反応	13
ネガティブ CI 外部	14
イオンの移動およびトラッピング	14
Ion Preparation オプション	14
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
メタン CI の据付	17
CI ガス流量の調整	17
データ測定	18
測定	18
メソッドのアクティブ化	19
シングルサンプルの注入	19
サンプルリストを使用した注入	20
分析ステータスのモニタ	22

## 2 機器の始動

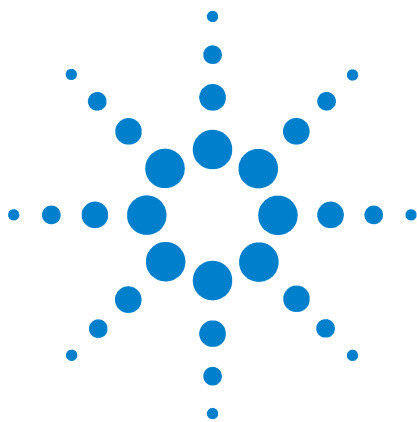
- 真空排気の開始 24
  - 真空ステータスのチェック 24
  - ダンプガス（補助ガス）フローの開始 25
  - 診断テスト 26
  - システム温度の設定 26
  - スタートアップとシャットダウン 28
  - 240 MS の調整とチューニング 30

## 3 メソッドの作成

- 新しいメソッドのウィザードの使用 36
  - 240 MS 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 45

## 4 モード変更

- 内部から外部へ 49
- ハイブリッドから外部へ 50
- ハードウェア変更の影響 50



# 1 サンプル分析

概要 6

サンプルの導入とイオン化 7

外部電子イオン化 (EI) 9

外部化学イオン化 (CI) 12

CI 試薬の設定 17

データ測定 18



## 概要

外部イオン化は、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)、ポジティブ化学イオン化 (PCI)、ネガティブ化学イオン化 (NCI) で使用できます。

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。

- タンデムマスペクトロメトリー
- Automatic Methods Development (AMD: MS/MS条件の作成に使用)
- MS/MS
- MS<sup>n</sup>
- Multiple Reaction Monitoring (MRM)

詳細は、『240 GC/MS ソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

図 1 は、機器の中心であるイオントラップです。

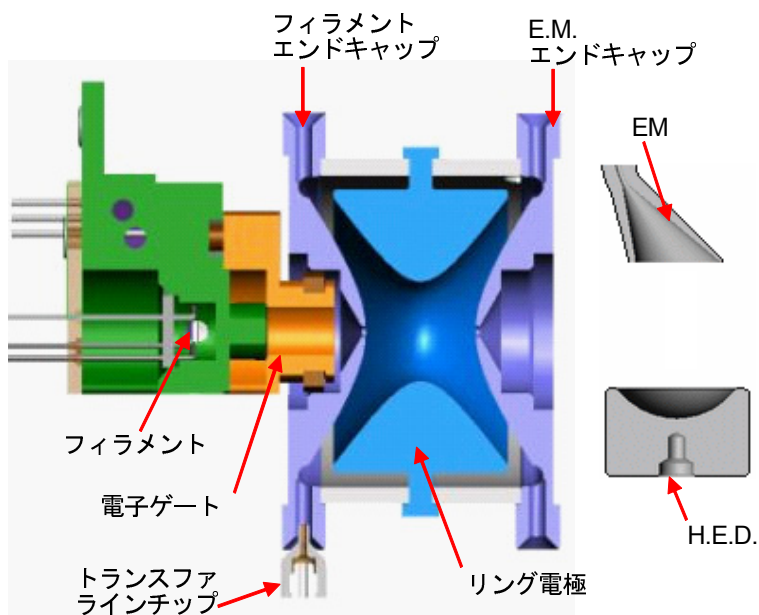


図 1 イオントラップ

## サンプルの導入とイオン化

サンプルは、直結式キャピラリカラムを通じて、GC トランスファラインから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、試薬イオンを形成します。試薬イオンはさらに、サンプル分子とのイオン-分子反応を受け、サンプル分子のイオンとそのフラグメントを作成します。
- **ネガティブ化学イオン化 (NCI)** : バッファガス (通常はメタン) を外部イオン源に導入し、そのガスを使用してフィラメントからの電子を熱中性子化します。これらの熱電子 (低エネルギー) は、さらに高電子親和性の GC 分析対象物に付着します。

## 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ともに、逆の極性のチューニングされたレンズのセットによってイオン源から迅速に引き出され、イオントラップに誘導されます。さらに、イオントラップのリング電極に印加された RF フィールドによってイオントラップ内に蓄積および安定化されます。イオン化中のこの RF フィールドの電圧は比較的 low、目的の質量範囲全体のイオンが蓄積できます。イオントラップへの補助ヘリウムガス流量は、イオン運動の衝撃を和らげ、イオンをトラップのより中心にフォーカスします。重いガスはマススペクトルの分解能が低いため、ヘリウムガスがバッファガスとして使用されます。

### 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 技術の例には、タンデムマ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、ノイズ低減や選択性の増加などです。

### イオン分析

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 Ion Trap GC/MS ソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

## 外部電子イオン化 (EI)

図 2 に、電子イオン化データを取得する機器の概略を示します。EI イオン源はオープンで、簡単に真空排気されます。GC カラムフローは、フィラメントからの電子の経路に対して垂直に、EI イオン源に入ります。

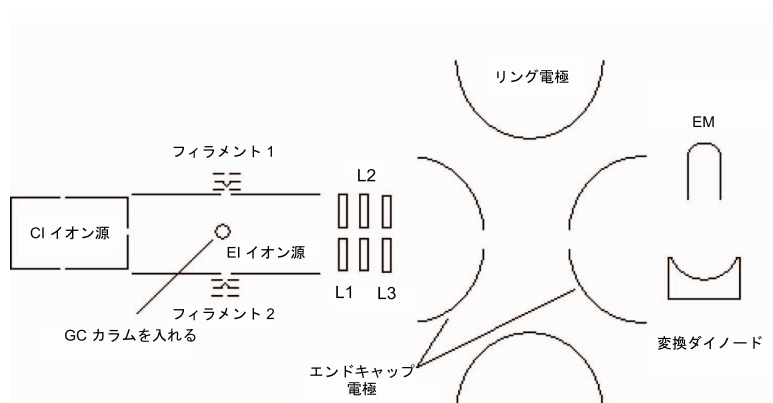
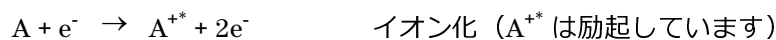


図 2 電子イオン化の概略図

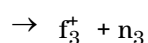
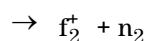
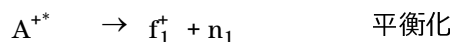
### イオン形成

イオン化中はフィラメント1または2で発生する70eV電子を電子レンズを通して外部イオン源に導入します。イオン化時間は、オートゲインコントロール (AGC) プレスキャンによって決定されます。EI オートモードのイオン化時間の決定は、適切なターゲットイオン数でイオントラップを満たすことが目的で行われます。

イオン化とイオン化の間では、フィラメントレンズは電子を通しません。この操作により、イオン源の汚染およびイオン源クリーニングの頻度が低減されます。高エネルギー電子は、GC カラムから EI イオン源に入る分析対象物分子 A のごく一部にぶつかり、分子 A から電子を取り除いて、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。



He



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。オート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、常に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。

### イオンの移動およびトラッピング

イオン源とイオントラップ間の 3 つのレンズセットを使用して、イオン源からイオントラップに化合物イオンを引き込みます。電子レンズと同様に、レンズ 2 はイオン化時間中のみオンになります。イオン源で生成したすべてのポジティブイオンは、このときにイオントラップに誘導されます。RF Storage Level により設定された値を超える質量をもつすべてのイオンは、イオントラップに蓄積され、選択された質量上限値を超えるイオンは、エンドキャップに与えられたウェーブフォームにより除去されます。

### 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) やタンデムマスマ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。

外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 GC/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。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、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放出され、EM に向かってはじかれます。ネガティブモードでは、ポジティブイオンが +10KV に設定されたコンバージョンダイノードから放出され、EM 方向に放出されます。

シグナルは EM によって約  $10^5$  増加され、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。

外部 EI には実際に、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

Agilent 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。

## 外部化学イオン化 (CI)

化学イオン化データの取得用コンフィグレーションは、[図 3](#) の通りです。CI イオン源は、EI イオン源よりも周囲を囲まれ、高圧 CI 反応が迅速に発生できるようになっています。GC カラムフローは、フィラメントからの電子の経路に垂直に CI イオン源に入り、CI 試薬ガスはカラムフローの反対側に入ります。

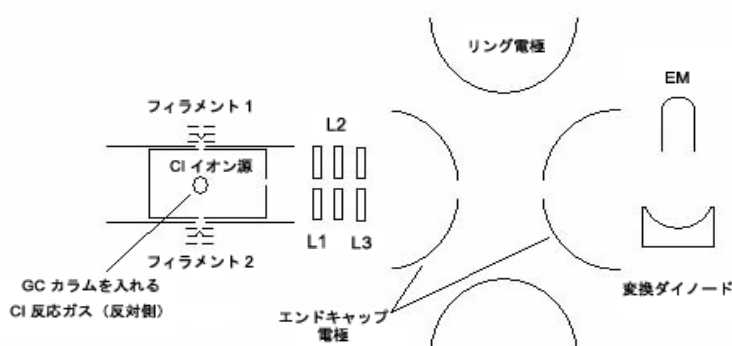


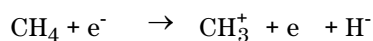
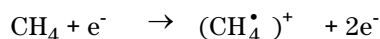
図 3 外部 CI の概略図

### ポジティブ CI 外部

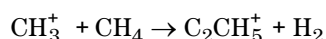
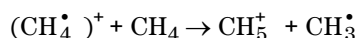
CI イオン化および反応プロセスは、イオンがレンズを通過してイオントラップ内に加速される数  $\mu$  秒前以内に、外部 CI イオン源で行われる必要があります。メタンは、外部コンフィグレーションで化学イオン化を実行するために最適な試薬です。したがって比較的高圧の (約 100  $\mu$ Torr) メタンを CI イオン源に追加すると、迅速な反応が得られます。メタンは、まずイオン化されて  $\text{CH}_4^+$  分子イオンとフラグメントイオン  $\text{CH}_3^+$  を作成します。これらのイオンはさらに反応し、3 つの主要安定イオンを形成します ( $m/z$  17 :  $\text{CH}_3^+$  イオン、 $m/z$  29 :  $\text{C}_2\text{H}_5^+$  イオン、 $m/z$  41 :  $\text{C}_3\text{H}_5^+$  イオン)。これらのイオン種は、CI 試薬イオンと呼ばれます。試薬イオンは、GC カラムから出てきた分析対象物とプロトン移動や付加イオン生成などいくつかの CI 反応を行います。

試薬イオン生成は、複雑なプロセスになる場合があります。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つの一次イオンを形成します。



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  $\text{CH}_5^+$  と  $\text{C}_2\text{CH}_5^+$  を形成します。

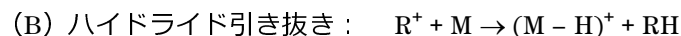


CI は、EI よりも穏やかなイオン化です。すなわち CI では、EI よりもサンプル分子に伝えるエネルギーが少なくなります。イオン化されたサンプル分子が受けるフラグメント化はより少なく、分子量のイオンはより測定されやすくなります。分子量確認に加え、CI マススペクトルは通常、EI マススペクトルからは得られない可能性のある別の重要な構造情報を提供します。

電子レンズは、イオン化の時だけオンになります。この時間は分析時間に対して非常に短い時間となります。電子はイオン化に必要な場合にのみイオン源に取り込まれるため、イオン源は長時間クリーンな状態が続き、メンテナンスはほとんど必要ありません。

## ポジティブ CI 反応

第2ステップでは、試薬イオンは外部イオン源のサンプル分子と反応して、サンプルイオンを形成します。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。



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

メタン CI では、プロトン移動 (A) が主要反応で、次に多く観察される反応は付加 (C) 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、強力的に (M+1) プロトン化された分子または (M+29) および (M+41) 付加イオンは、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、頻繁に観察されます。メタンは、外部コンフィグレーションの最も有用な PCI 試薬ガスです。

### ネガティブ CI 外部

メタンは、ネガティブ化学イオン化において、PCI においてとは異なる機能を果たします。イオン源におけるメタンのイオン化に加え、メタンに衝突する電子は、この過程でエネルギーの多くをメタンの分子とイオンに転移します。イオン源のメタン圧力が高い場合、メタン分子と電子間の衝突回数が多くなります。この際、一部は熱エネルギーとなり、最終的に電子エネルギーは 1 eV 未満のレベルになります。電子エネルギーがこのように低い場合は、電子親和性の高い分子への付加が可能です。

### イオンの移動およびトラッピング

逆の極性の電圧をイオン源とイオントラップ間の 3 つのレンズに与えることにより、イオンはイオントラップに移動されます。レンズ電圧は、PCI ではネガティブ、NCI ではポジティブになります。レンズの電圧はオートチューンでチューニングされ、イオントラップに向けたイオンのフォーカスを最適化します。イオントラップに加えられたトラップ DC オフセット電圧により電場ポテンシャルが発生し、RF Storage Level を超えるすべてのイオンをトラップします。デフォルト RF Storage Level は 35  $\mu$  で、この  $m/z$  を超えるイオンのみがイオントラップに蓄積されます。したがって、 $m/z$  17 および 29 の CI 試薬イオンは蓄積されませんが、GC ピークとの CI 反応は外部 CI イオン源ですでに発生しているため、問題にはなりません。

### 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。質量分析を開始する前に、選択的イオンストレージや MS/MS 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。MS/MS では、プリカーサイオンは単離され、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ます。SIS では、共鳴ウェーブフォームを与えて、貯蔵された質量範囲のイオンから不要なものを排除します。

## 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、-10kV 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。
- ネガティブモードでは、+10kV に設定されたコンバージョンダイノードからポジティブイオンが放出され EM の方向にはじかれます。

シグナルは EM によって約  $10^5$  増加され、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。

外部 CI には、2 つのタイプの質量スキャンがあります。

- 1 1 つめは、短い固定イオン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。
- 2 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。

## ライブラリサーチ

240 GC/MS ソフトウェアに含まれる外部 PCI または NCI のマススペクトルにはライブラリがありません。ただし、ユーザーライブラリを作成することができます。ユーザーライブラリの作成方法の詳細については、『MS Workstation ヘルプ』のセクションを参照してください。

## 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。同様に、ネガティブ CI では、ハロゲン化合物など高電子親和性を持つイオン種のみに対してレスポンスが高くなります。その他の化合物の化学バックグラウンドは、クロマトグラムに表示されません。

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

多くの分子種で、多数の単分子フラグメント化が発生するため、分子量または分子イオンの決定は困難です。

NIST 質量スペクトルライブラリで、これらは確認できます。未知分子を同定しようとする場合は、EI はもちろん必要な分子量情報を得るために PCI でも測定を行ってください。

## CI 試薬の設定

内部およびハイブリッドコンフィグレーションでは、複数の液体およびガス試薬が役立ちますが、外部コンフィグレーションでは、メタンが最適な試薬です。メタノールやアセトニトリルなどの液体試薬は、外部ポジティブ化学イオン化（PCI）では、ほとんどの分析対象物に対して反応が弱くなります。

### メタン CI の据付

試薬ガス据付に関するすべての詳細は、『Agilent 240 Ion Trap GC/MS ハードウェア操作マニュアル』の「CI 試薬ガス配管の取り付け」セクションを参照してください。

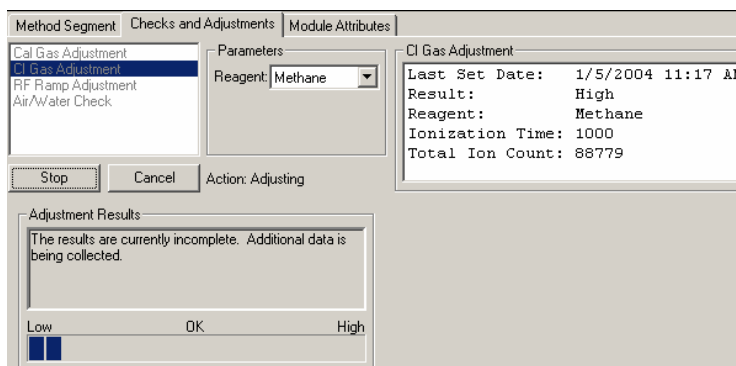
- 1 ガスボンベのレギュレータからの配管を、50 mL/min リストリクタを通して機器背面に接続します。
- 2 メタンタンクを開き、レギュレータの2次圧を 20 psi に設定します。

### CI ガス流量の調整

- 1 [Manual Control] の [Checks and Adjustments] タブダイアログを開きます。
- 2 [CI Gas Adjustment] をクリックし、[Start] ボタンをクリックします。
- 3 240 MS のフロントドア内側の CI ガス調整バルブ（#3）を使用します。ノブを時計回りに回すと流量が増加し、反時計回りに回すと減少します。

イオンゲージ圧力を 70 ~ 100  $\mu$ Torr の範囲内に設定することが目標です。

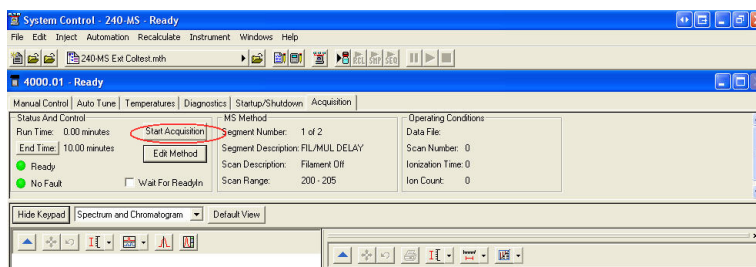
- 4 調整結果が **OK** になるまでガスを調整します。



## データ測定

### 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(Acquisition)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、240 MS、7890 GC、および Combi PAL 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、以下に従います。

- 19 ページの「[シングルサンプルの注入](#)」を参照してください。
- 自動モードで実行するには、20 ページの「[サンプルリストを使用した注入](#)」を参照してください。

クイックスタートから、シングルサンプルとサンプルリストの両方を実行できます。クイックスタートの詳細については、『240 Ion Trap MS ソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

### ステータスとコントロール

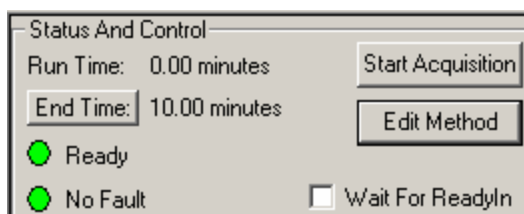
測定を開始する前の【Status and Control】フィールドは、以下の図のようになります。

- **Run Time** は 0.00 分になります。
- **End Time** は、アクティブメソッドで 240 MS モジュールに指定された分析の長さになります。
- **Ready** および **No Fault** ライトは緑です。

システムが**Ready**になる前でも、**[Start Acquisition]** ボタンをクリックして自動化を無効にし、分析を開始することができます。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。

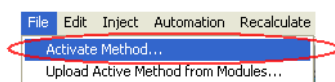
**[Edit Method]** をクリックすると、**Method Builder**が開き、メソッドを変更できます。変更の保存後にメソッドの再開を求めるプロンプトが表示され、**[System Control]** に戻ります。

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

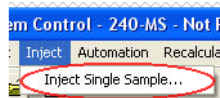
- 1 **[File]** をクリックします。
- 2 **[Activate Method]** をクリックします。



- 3 以下のいずれかにより、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。

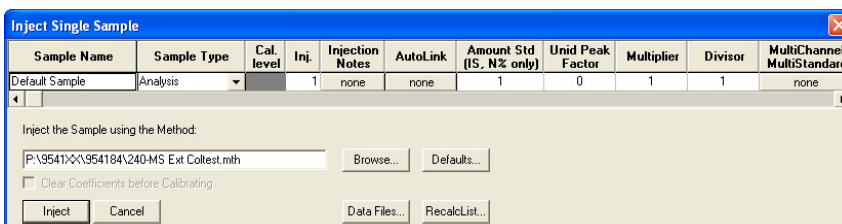
## シングルサンプルの注入

- 1 **[Inject]** > **[Inject Single Sample]** をクリックします。



2 **[Inject Single Sample]** ウィンドウを開いた後、以下を実行します。

- サンプル名を入力します。
- 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。
- 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。
- **[Defaults]** をクリックして、パラメータの初期値を変更します。
- **[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。



3 データ測定の準備ができれば、**[Inject]** をクリックします。

- 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てからサンプルを注入します。

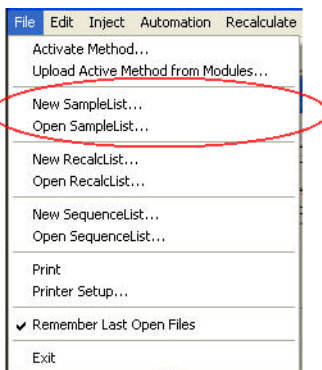


## サンプルリストを使用した注入

**[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。

以下の手順で、**[System Control]** からサンプルリストを編集し、複数サンプルを注入します。

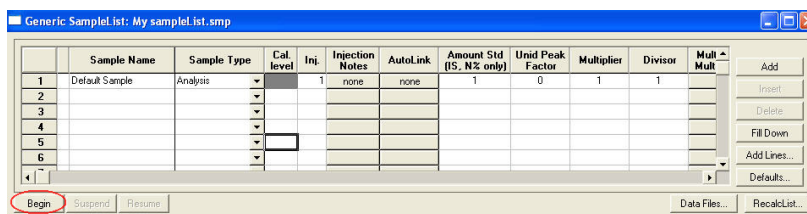
- 1 **[File]** メニューで、**[New SampleList...]** または **[Open SampleList...]** をクリックします。



- 2 サンプルリストを開く **[SampleList]** ウィンドウが開きます。ここには、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]** をクリックして、サンプルリストを開始します。

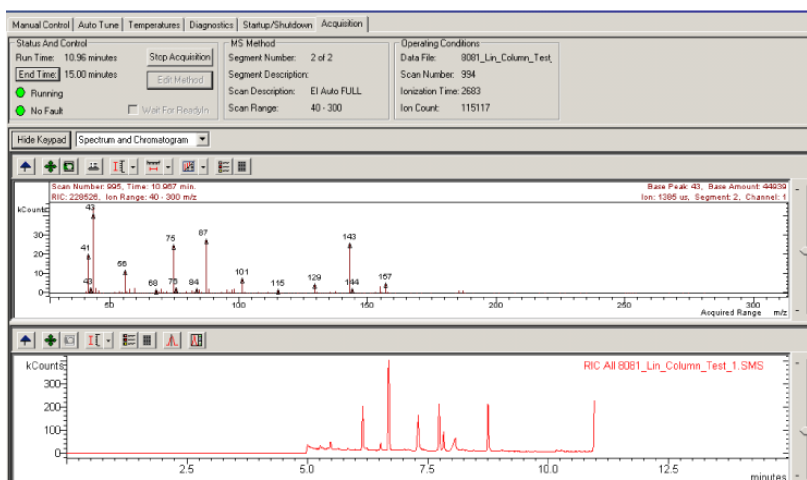


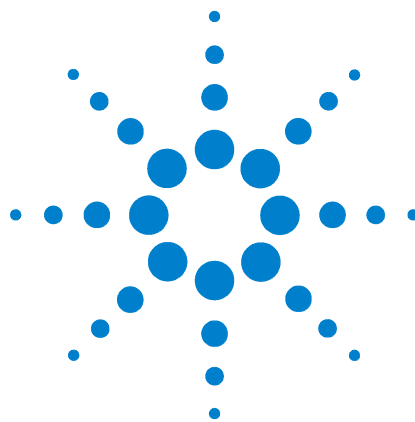
## 分析ステータスのモニタ

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、『Agilent 240 Ion Trap GC/MS ソフトウェア操作マニュアル』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	24
真空ステータスのチェック	24
ダンピングガス（補助ガス）フローの開始	25
診断テスト	26
システム温度の設定	26
スタートアップとシャットダウン	28
240 MS の調整とチューニング	30

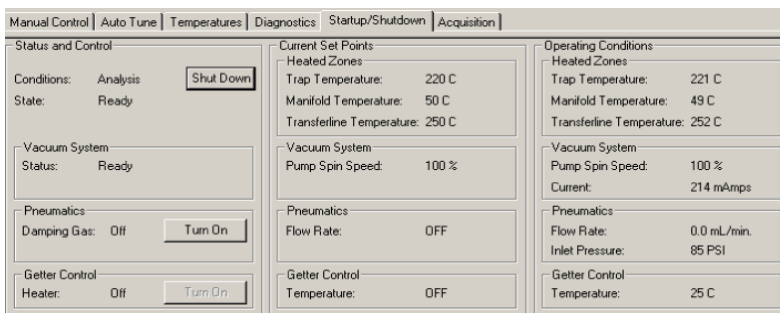
## 真空排気の開始

- 真空接続のチェック
- トランスファラインの取り付け確認
- ベントバルブが時計回り方向に閉じている
- 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約 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。
- 4 **[System Control]**を開くと、**[Startup/Shutdown]**ページが表示されます。



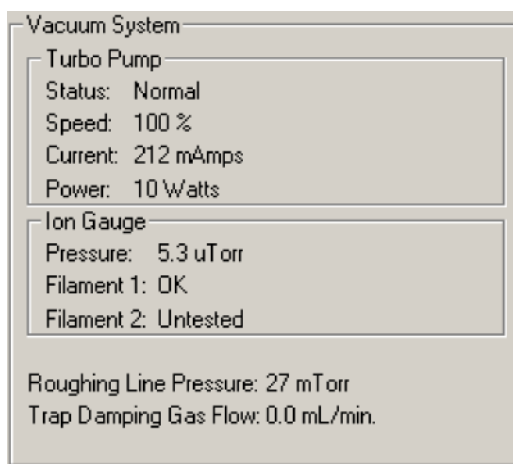
## 真空ステータスのチェック

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、外部モードでの動作範囲例です。

**表 1** 外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%になった後のポンプ電流の増加またはイオンゲージ圧力診断によって示されます。イ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 ソフトウェア操作マニュアル』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。



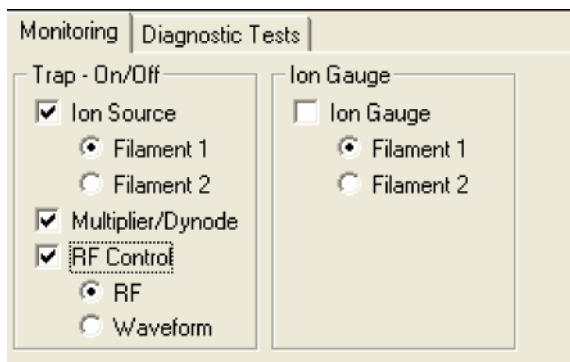
## ダンピングガス（補助ガス）フローの開始

ターボ分子ポンプ速度が 100% に達したら、**[Startup/Shutdown]** ダイアログ左下のボタンを使用して、**[Damping Gas]** と **[Heater]** をオンにします。フローの開始後、ダイアログ右側の **[Operating Conditions]** フィールドの流量をチェックします。マススペクトル分解能を維持するには、バッファフローが必要です。またヘリウムフローは、外部イオン源からトラップに入るイオンのトラッピングを改善します。トラッピング効率と機器感度のヘリウム流量への依存度は、化合物によって異なりますが、1 mL/min を使用します。

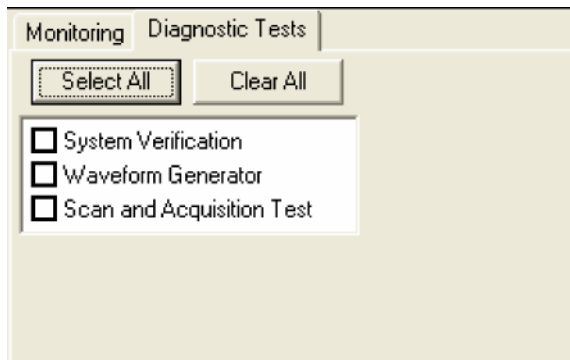
ヘリウムバッファガス流量は、**[Manual Control]** の **[Module Attributes]** タブダイアログで設定します。

### 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】** 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 Ion Trap GC/MS ソフトウェアヘルプ』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

内部またはハイブリッドコンフィグレーションでの分析では、イオントラップ温度が重要なファクターになりますが、外部コンフィグレーションでの分析の場合はデフォルトの 100 °C が適しています。

ただし、外部イオン源温度は、半揮発性物質の吸着を防ぐためデフォルトの値よりも上に設定する必要がある場合があります。高分子量の物質ではトランスファライン、注入口、カラムの最大温度を上げててもテーリングが低減できない場合が見られます。たとえば、半揮発性環境分析で

は、イオン源温度を約 250 °C に設定する必要があります。そうすれば重い 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) もテーリングしなくなります。

イオン源温度の変更は数分しかかかりませんが、レンズチューニングとマスクャリブレーションに影響を与える場合があります。目的のイオン源温度に到達した直後に**マスクャリブレーション**および**トラップファンクションキャリブレーション**を実行し、さらに数時間後または翌日の開始時に再度実行します。

GC カラムオープンと MS との間にコールト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。適切な温度はアクティブメソッドのカラム最高温度より 20 °C 低い温度です。

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 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。

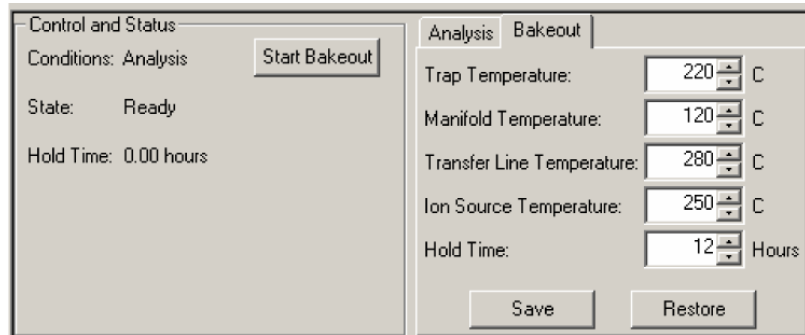
また、マトリックスの多い試料を測定した後に焼きだしを行うと、MS から化学的バックグラウンドを取り除くことができます。

焼き出しが開始すると、温度は **[Bakeout]** タブダイアログで設定した温度まで上昇します。**[Control and Status]** フィールドの **[Hold Time]** は、焼き出しが完了するまで減少します。終了後はシステム温度は、**[Analysis]** タブダイアログで設定した温度に戻ります。

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。

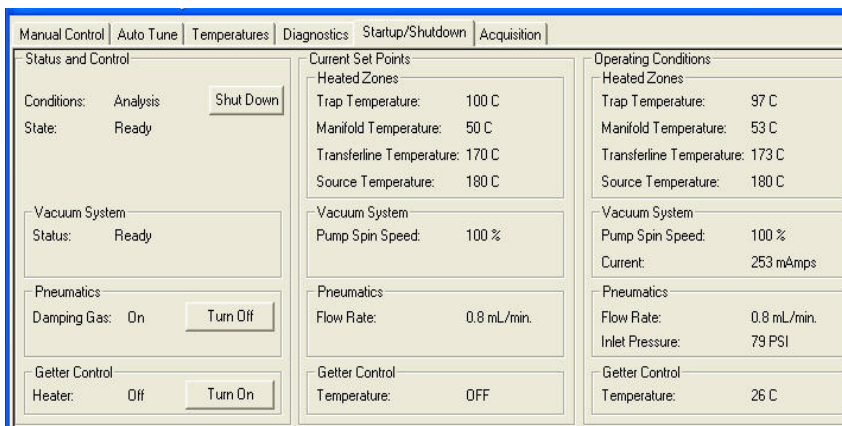
焼き出し設定例 :

- |               |        |
|---------------|--------|
| • トラップ温度      | 220 °C |
| • マニフォールド温度   | 120 °C |
| • トランスファライン温度 | 280 °C |
| • 焼き出し時間      | 12 時間  |



## スタートアップとシャットダウン

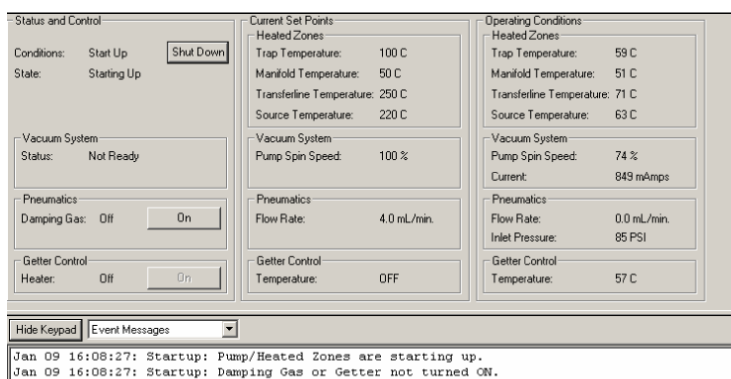
【Startup/Shutdown】を使用して、安全かつ規則的な方法でシステムをスタートアップまたはシャットダウンします。



## システムの始動

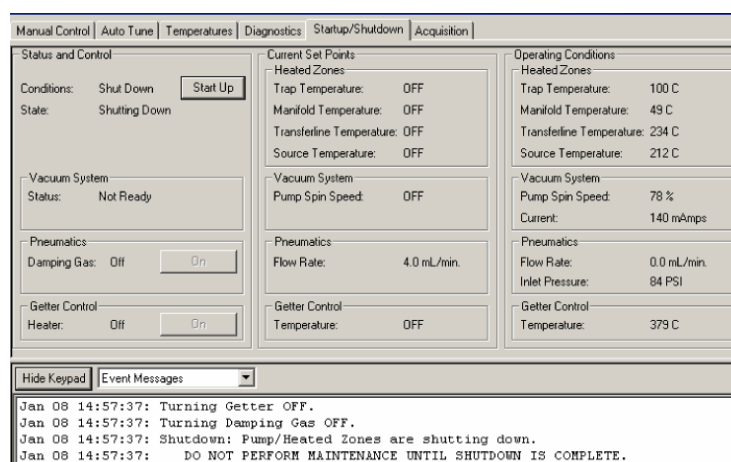
システムの電源を投入すると、【System Control】が【Startup/Shutdown】モードで動作します。システムのスタートアップ時には、【Operating Conditions】フィールドで、【Turbo Pump Speed】の増加を観察できます。速度が 100% に達するまで、ソフトウェアは【Startup/Shutdown】モードにロックされます。【Operating Conditions】フィールドでは、加熱部の温度測定値の上昇も観察できます。

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 MS をシャットダウンするには、画面左上の **[Shut Down]** 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。次の図では、**[Shut Down]** がクリックされています。ターボポンプ速度は、温度が下がるにつれて減少することに注意してください。



すべての加熱部が 80 °C 未満になった後、システム前面下の主電源スイッチを**オフ**にします。正面パネルのレバーを使用して、5 分間以上システムをマニュアルでベントします。

シャットダウン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。ターボ分子ポンプが 100% の速度に達した後、操作を実行できます。**[Diagnostics]** モードの **[Diagnostic Tests]** タブダイアログですべての手順を実行し、機器の問題をチェックします。**[Select All]** ボタンをクリックし、さらに **[Control and Status]** フィールド左の **[Start Diagnostic]**

ボタンをクリックします。テストに不合格の場合は、『Agilent 240 Ion Trap GC/MS ハードウェア操作マニュアル』の関連する「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。

### 240 MS の調整とチューニング

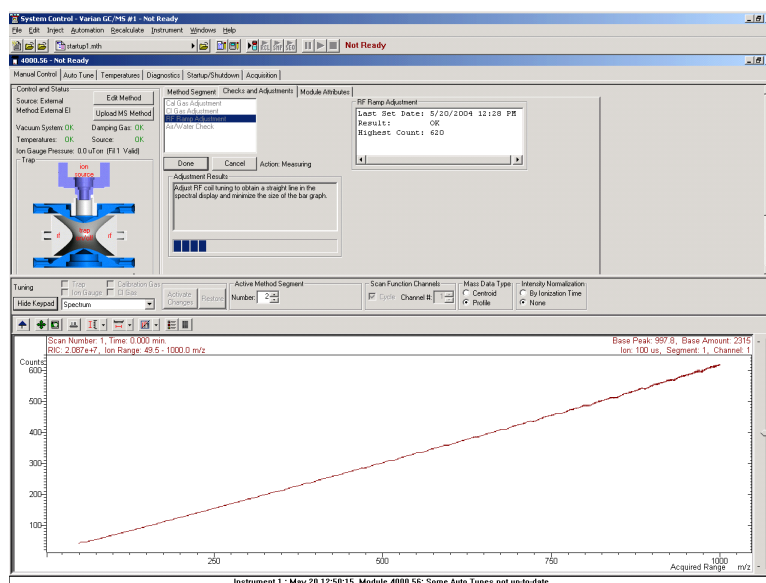
#### RF チューン

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

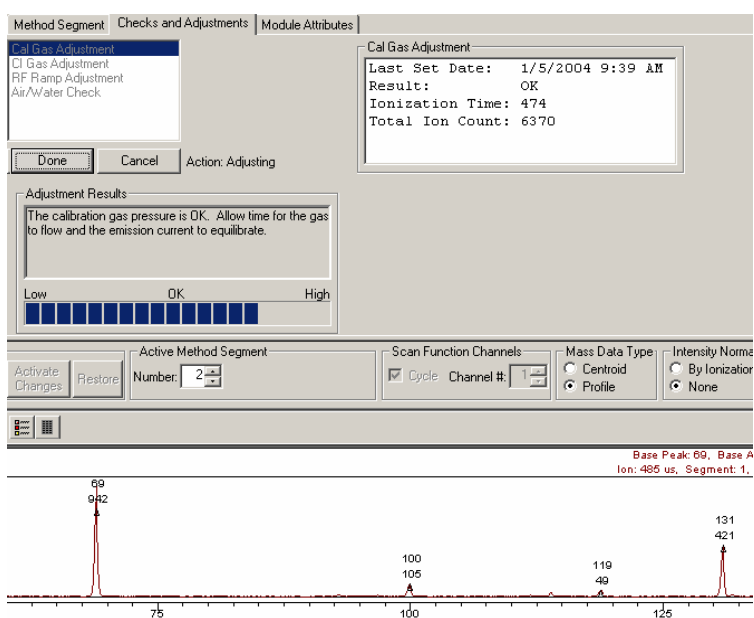
- 1 **[Manual Control]** タブの **[Checks and Adjustments]** > **[RF Ramp Adjustment]** をクリックします。
- 2 **[Start]** をクリックします。
- 3 マイナスドライバを使用して、チューニング表示が直線になり強度が最小になるまで、240 MS フロントドア内側の RF 調整ネジを時計回りまたは反時計回りに回します。**[Adjustment Results]** フィールドのステータスバーが、**[OK]** より下に来る必要があります。



## キャリブレーションガス調整

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。

- 1 **[Manual Control]** タブの **[Checks and Adjustments]** > **[Cal Gas Adjustment]** をクリックします。
- 2 240 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。



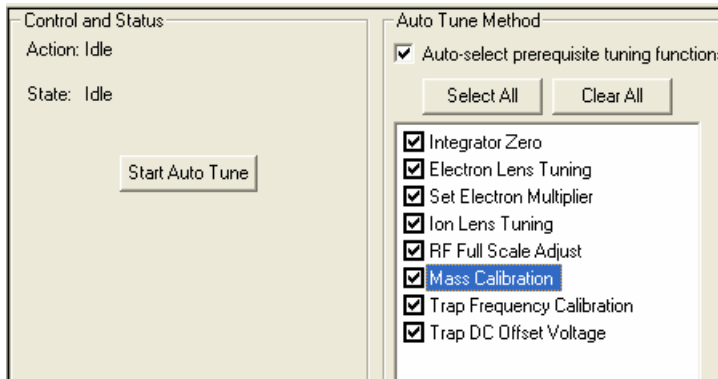
## CI ガス調整

化学イオン化を実行する前に、試薬ガス圧力を調整します。メタン CI ガスの設定の詳細については、『Agilent 240 Ion Trap GC/MS ハードウェア操作マニュアル』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 モードでも CI モードでも同様に動作します。CI で、別の自動設定、チューニング、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、この回路からのシグナルの主な原因は電子的なノイズです。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やがて変化し、平衡状態になります。平衡値が  $200 \sim 300 \mu\text{A}$  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。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 ガス流量を調整する必要があります。

### イオンレンズチューニング

イオンレンズチューニングシステムは、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イ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ョメータを設定し、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。RF フルスケール調整は、マスキャリブレーションとトラップ周波数キャリブレーションを実行することにより設定します。

### 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、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。

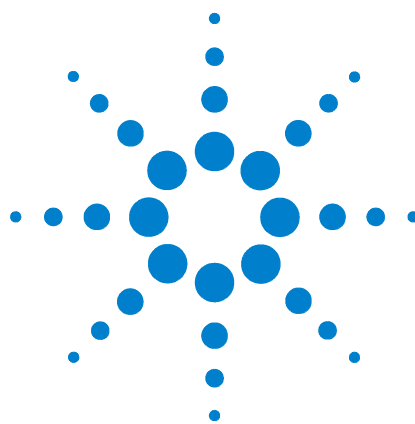
### トラップ周波数キャリブレーション

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。

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。

### 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。このパラメータの値が最適である場合、すぐれた高質量感度が保証されます。



### 3 メソッドの作成

新しいメソッドのウィザードの使用 36

240 MS 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 45

メソッドは、あなたか 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)** とも呼ばれる) 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 MS の 4 セグメントのスキャン機能例です。

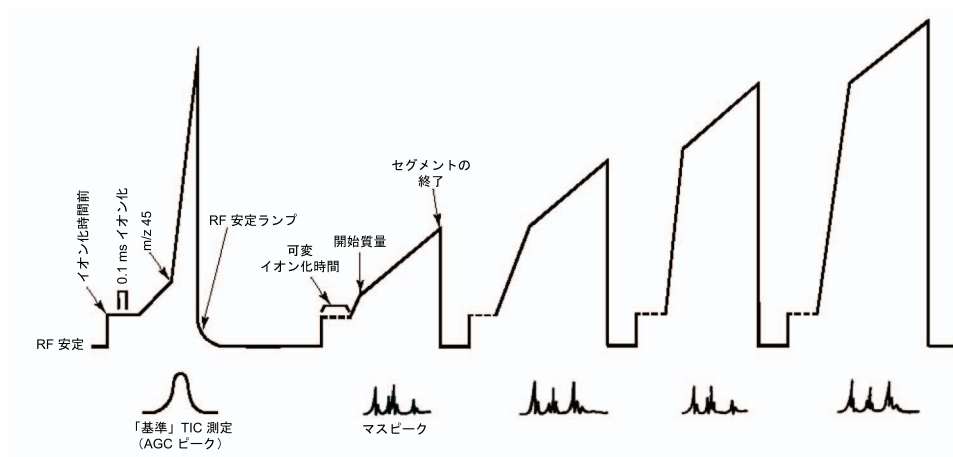
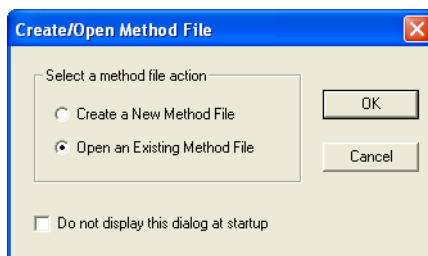


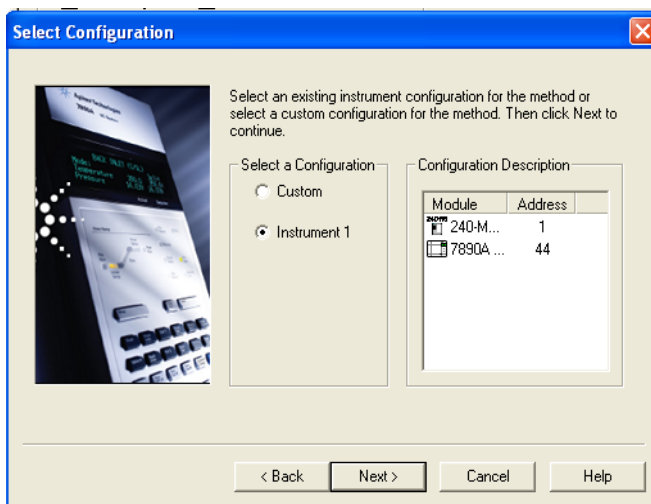
図 4 スキャン機能例

## 新しいメソッドのウィザードの使用

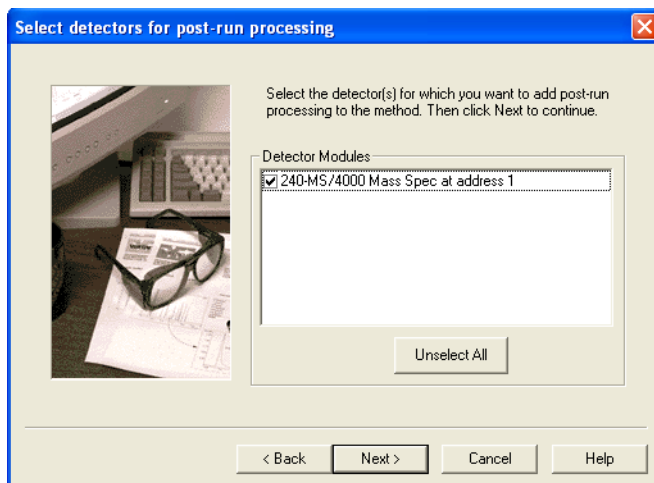
- 1 **[Workstation]** ツールバーの **[Method Builder]** アイコンをクリックします。
- 2 **[Create a New Method File]** をクリックします。ウィザードに従って、この新しいメソッドを作成します。このメッセージを今後表示したくない場合は、**[Do not display this dialog at startup]** ボックスをオンにします。



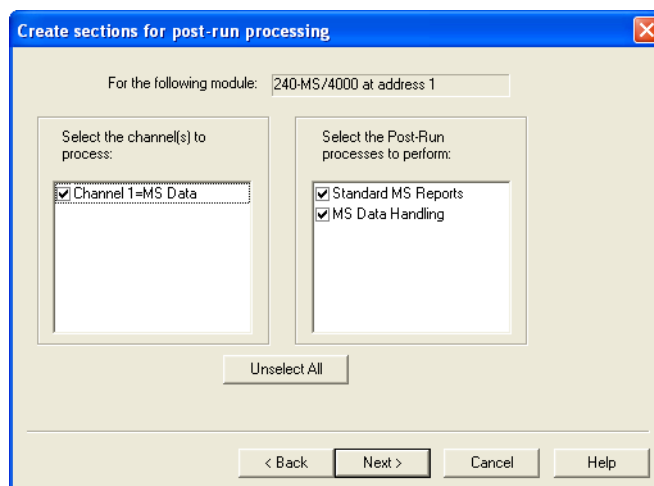
- 3 **[Instrument 1]** を選択して、**[Next]** をクリックします。**カスタム** コンフィグレーションを使用すると、機器から PC リモート上のメソッドを作成できます。



- 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。

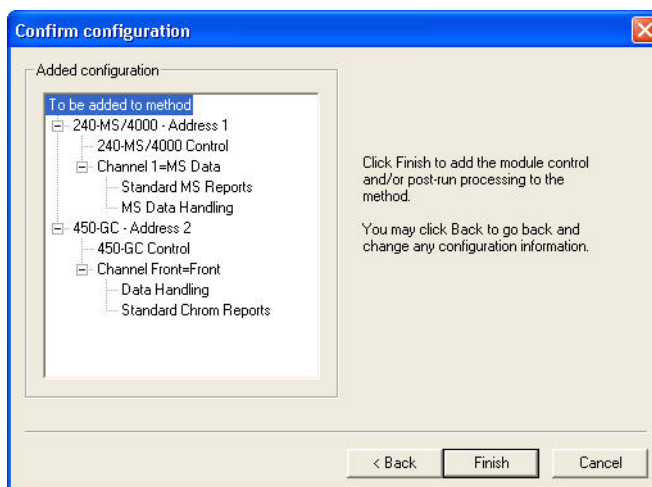


- 5 各検出器のデータチャンネルとポストラン処理のタイプを選択し、**[Next]** をクリックして次の検出器を表示します。



### 3 メソッドの作成

- 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、『MS ワークステーションソフトウェアリファレンスマニュアル』を参照してください。



メソッドは以下のセクションを含みます。

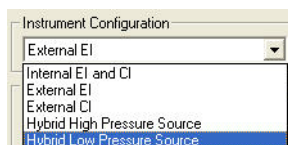
- 7890 GC コントロール
- 240 MS コントロール
- 標準 MS レポート
- MS データ処理

#### メソッドの名前

- 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。

## 機器コンフィグレーションの設定

Agilent 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全体を設定します。外部コンフィグレーションでは、**[External EI]** または **[External CI]** を選択します。内部 EI および CI のメソッドとは異なり、単一分析で EI と CI のセグメントを両方実行することはできません。



## 測定データタイプの選択

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。

## クロマトグラフタイムセグメントの編集

クロマトグラフタイムセグメントテーブルを使用して、分析条件の時間をプログラムし、分析の各セグメントに最適の結果を取得することができます。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、測定した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。

Chromatographic Time Segments				
	Segment Description	Start (min.)	End (min.)	Scan Description
1	FIL/MUL DELAY	0.00	2.40	Ionization Off
2	PurgeB	2.40	11.00	EI Auto - Full
3				
4				
5				
6				

### 3 メソッドの作成

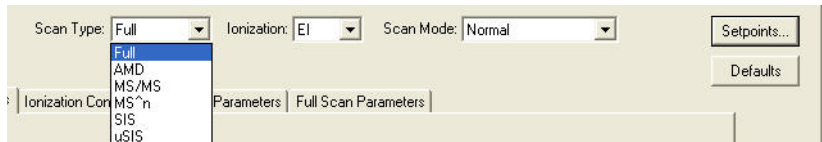
セグメントの追加または挿入を行うと、前のセグメントから新しく作成したセグメントにパラメータがすべてコピーされます。フィールドをダブルクリックして、**セグメントの説明**、セグメントの**開始時間**、または**終了時間**を編集します。

## 240 MS メソッドセグメントの編集

このセクションでは、外部 EI メソッドのパラメータの編集について説明します。外部 CI の情報については、『240 Ion Trap GC/MS ソフトウェアヘルプ』の「GC/MS メソッドの作成 - 外部 PCI と NCI」セクションを参照してください。

### スキャン機能の設定

メニューから **[Scan Type]** を選択します。**イオン化メニュー**は、外部イオン化の 1 つしか選択できません。詳しいスキャンデータは、41 ページの表 2 を参照してください。



240 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、**標準**です。

- **標準 (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。
- **高速 (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。
- **最も高速 (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。

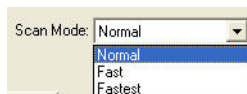


表 2 詳細スキャンデータ

質量範囲	チューン	μスキャン	Normal	Fast	Fastest
50 – 1000	1 セグメント	3	0.76 sec	0.47 sec	0.40 sec
50 – 1000	4 セグメント	3	1.14 sec	0.85 sec	N/A
50 – 400	DFTPP	3	0.73 sec	0.61 sec	N/A

### [General parameters] タブ

**Scan Time**、**uScans 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。スキャン時間を設定するには、質量範囲を設定し、さらに平均するスキャンの数を 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 ライブラリか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。Agilent 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、より高い感度を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。カウントスレッショルドは、**[Customize]** ボタンがアクティブな場合にのみ表示されます。

### 3 メソッドの作成

[Scan 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。

General Parameters

SetPoints

Scan Time: 1.15 Maximum Scan Time Multiplier Offset: 0 +/- volts

uScans Averaged: 3 uScans Mass Defect: 0 mmu/100u

Data Rate: 0.87 Hz

Centroiding Parameters

Count Threshold: 1

Customize

#### 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、および/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。

General Parameters Ionization Control Full Scan F

Automatic Gain Control

Target TIC: 20000 counts

#### 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 Ion Trap MS ソフトウェアヘルプ』の「GC/MS メソッドの作成」セクションを参照してください。

## 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。**[Tune Type]** を **[Auto]** にすると、 $m/z$  10 ~ 1000 のアクセス可能な質量範囲全体か、最大 4 つのセグメント (10 ~ 99、100 ~ 249、250 ~ 399、400 ~ 1000) に分割されます。**[RF Storage Level (m/z)]** とセクションか、質量セグメントへースて調整されます。

**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** があります。AGC をオンにすると、デフォルト Storage Level が 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、最大 650  $m/z$  のイオンが効率的に保存されます。1000  $m/z$  以下の質量では、Storage Level 45  $m/z$  が必要になる場合があります。

トラップに入るイオンの運動エネルギーは **RF Storage Level** に比例して増加するため、このパラメータは外部コンフィグレーションで特に重要です。壊れやすい分子やフラグメントイオンは、トラップ時にヘリウムバッファガスとの衝突によって離脱することがあり、これは質量スペクトルの品質に影響する場合があります。質量範囲の最初の 2 セグメントにより低い RF レベルの 25 ~ 30 を使用すると、こうした場合にスペクトル品質を改善することができます。この問題に関する詳細は、『240-MS GC/MS ソフトウェアヘルプ』の「外部電子イオン化のイオントランスポートプロセス」セクションを参照してください。

**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。

	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				

### 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離脱が生じ、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。

以下は、[MS/MS Parameters] タブの図です。

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 の値を計算する必要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 (さまざまな値の **Excitation Amplitude** を使用した複数の分析を使用する、など) 必要があります。**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。

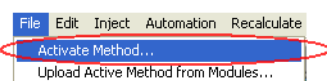
メソッド開発中の **Product Ion Mass** 範囲は、**Excitation Storage Level** から **Precursor Ion Mass** までの範囲を含みます。MS/MS メソッドの詳細については、『240 GC/MS ソフトウェアヘルプ』の「タンデムマススペクトロメトリー」セクションを参照してください。

## マニュアルコントロールにおけるメソッドの表示

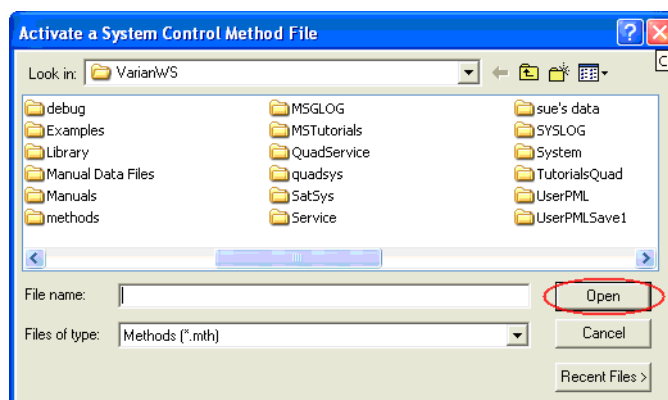
**Method Builder** でメソッドを作成した後、**[Manual Control]** でプレビューを表示することができます。すべての MS パラメータは、実行前に編集およびプレビュー表示することができます。ただし、**[Edit Method]** と **Method Builder** をクリックして変更を行う場合を除き、セグメントの数または既存セグメントの開始時間と終了時間は変更できません。

### 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。



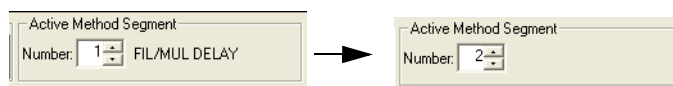
- 3 メソッドの選択（以下のいずれか）
  - **[Recent Files]** をクリックして、最近使ったメソッド 8 件を表示します。
  - フォルダからメソッドを選択した後、**[Open]** をクリックします。



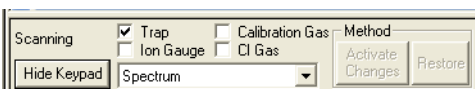
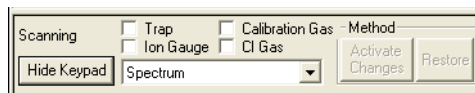
- 4 アクティブメソッドがツールバーに表示されます。

### イオンの表示

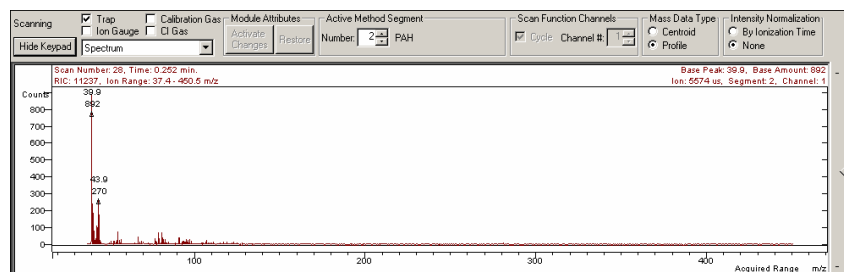
- 1 イオン化をオンにするイオン化セグメントを選択します。 **FIL/MUL DELAY** セグメント #1 のように、イオン化がオフになっているセグメントのイオントラップはオンにできません。イオン化セグメントの変更



- 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。



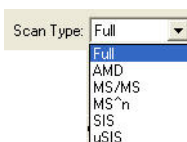
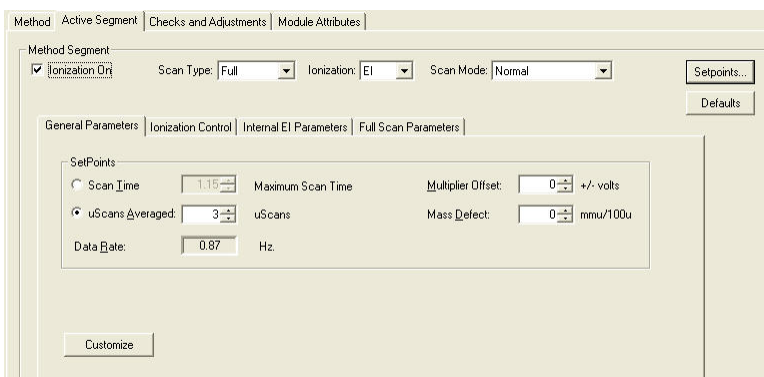
- 3 表示するメソッドセグメントを選択します。チェックボックスを選択して、**[Calibration Gas]** または **[CI Gas]** をオンにします。



### 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。

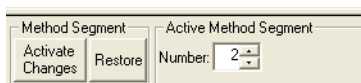
**[Active Segment]** タブの一番上の行の情報で、オンになっていることを確認し、**Scan Type**、**Ionization Mode**、**Scan Mode**を確認します。



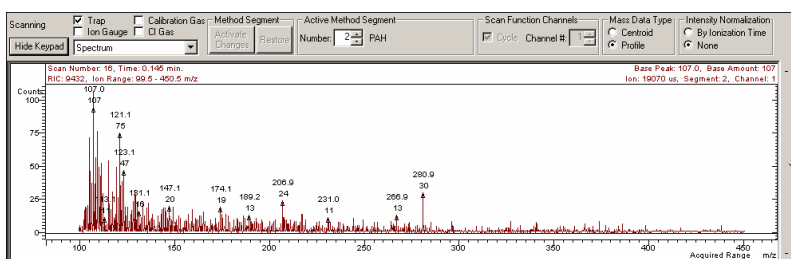
### マニュアルコントロールにおけるメソッドの編集

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。

パラメータを編集した後、次の図に示すように **[Activate Changes]** ボタンをクリックして変更を実行します。



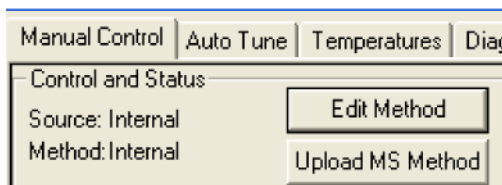
変更がスペクトルに反映されます。この例では、開始質量が 50  $\mu$  から 100  $\mu$  に変更されています。



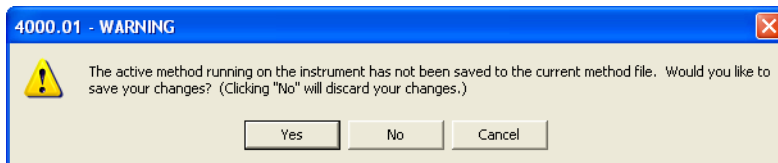
#### メソッドの保存

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。



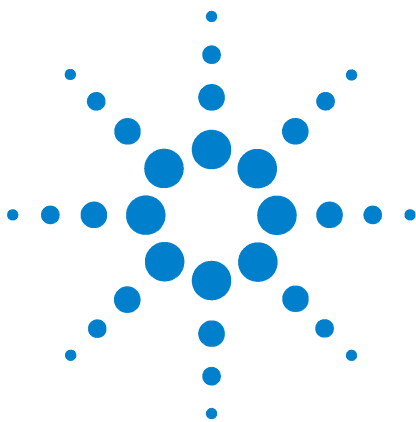
変更をアップロードしない場合、メソッドはセグメントのアクセス時に変更を行うかどうかの確認を行います。変更が行われた場合、これらの変更を保存するか廃棄するかを選択します。



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、注入をキャンセルし、**[Manual Control]** に戻ってメソッドを保存できます。

**[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

- 内部から外部へ 49
- ハイブリッドから外部へ 50
- ハードウェア変更の影響 50

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

### 内部から外部へ

240 MS を内部コンフィグレーションから外部コンフィグレーションに変更すると、イオン源とカラム位置の両方が変更されます。内部イオン源アセンブリを、トラップアセンブリから取り外し、外部イオン源アセンブリと交換します。

トランスファラインのイオントラップエントリ位置を内部から外部に変更し、ポジションスイッチを外部に変更します。ポリマー製の内部トランスファラインチップを外部金属チップと交換し、チップの端の約 1 mm 先でカラムを切り取ります。

イオン源アセンブリの追加/取り外し、トランスファラインの調整、およびカラム取り付けの方法に関する詳細は、『Agilent 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。

- 1 MS マニフォールドからアナライザアセンブリを外します。
- 2 イオン源を外部に変更します。
- 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取り外し、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をフロント位置に変更します。
- 6 ポリマー製の内部トランスファラインチップを外部金属チップに変更します。
- 7 トランスファラインの端の 1 mm 先でカラムを切り取ります。
- 8 トランスファラインスイッチを [External] に変更します。

- 9 MS マニフォールドのアナライザを交換します。

### ハイブリッドから外部へ

ハイブリッドコンフィグレーションから外部コンフィグレーションへの変更では、イオン源アセンブリの変更は必要ありません。トランスファラインを内部位置から外部位置に変更し、トランスファラインチップを外部タイプに変更します。

- 1 トランスファライントラップのエントリ位置を外部から内部に変更します。
- 2 ハイブリッドイオン源プラグを取り外します。
- 3 内部ラインチップを外部チップに交換します。
- 4 トランスファラインチップの先でカラムを 1 mm 切り取ります。
- 5 トランスファラインスイッチを外部位置に変更します。

### 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。

- [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。
- 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（リセット）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。
- 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]** をリセットすると、前の **Auto Tune** 結果が無効になるため、**Auto Tune** のすべての標準作業を実行する必要があります。