

Agilent MassHunter ワークステーション ソフトウェア – 7200 精密質量四重極 飛行時間型 GC/MS

ファミリアリゼーションガイド

はじめに	3
システムの準備	3
データ取り込みに必要なサンプルの準備	4
実習 – 7200 用取り込みメソッドの開発	5
タスク 1. 注入口と注入パラメータの設定	5
タスク 2. GC コンフィグレーションの確認	7
タスク 3. 質量キャリブレーションの実行	8
タスク 4. GC 測定パラメータの設定	11
タスク 5. イオンスキャンの定性測定メソッドの作成	15
タスク 6. MS スキャンデータの測定 (オプション)	17
実習 – データの解析	19
タスク 1. 定性分析プログラムの開始	19
タスク 2. デコンボリューションによる化合物の検出	23
タスク 3. 精密質量ライブラリの検索	29
タスク 4. 2つのイオン間の質量差の表示	32
タスク 5. レポートの印刷	33

このガイドは、Agilent 7200 Q-TOF GC/MS システム を使用して、サンプルデータを取り込み、解析する方法を説明しています。このガイドのデータ取り込みステップを省略する場合は、システム付属のデータディレクトリ (データ測定インストールディスクの **QTOF_Familiarization** フォルダ内) にあるデモデータファイルを使用してください。



このガイドでは、対象化合物を分析するのに最適な測定パラメータを決定する方法を学習します。これらの説明から、最高感度のデータを取得するために、機器パラメータを最適化するメソッドの設定方法や、定性分析プログラムを使用して、最適なシグナルレスポンスを得るためのパラメータ値を特定する方法を学習できます。『定性分析ファミリアリゼーションガイド』を用いて、定性分析プログラムについても学習でき、また『定量分析ファミリアリゼーションガイド』を用いて、定量分析プログラムについても学習できます。

7200 Q-TOF GC/MS システムの動作方法に関する詳細は、『コンセプトガイド』を参照し、プログラムの動作方法の詳細はオンラインヘルプを参照してください。

実習方法を示す表は、以下の3列に分けて表示されています。

- ステップ – 操作概要です。各自でプログラムを実行します。
- 詳細説明 – ステップの実行に必要な手順を示しています。
- コメント – 実習の各ステップに関するヒントや追加情報を記します。

はじめに

はじめに、ご使用のシステムの準備が整っているかを確認してください。データ測定を行う場合は、機器を設定する必要もあります。

システムの準備

- 1 以下を確認します。
 - MassHunter 測定、MassHunter 定性分析、および MassHunter 定量分析がインストールされている。
 - スプリット/スプリットレス注入口またはマルチモード注入口 (MMI) およびオートサンプラを備えた Agilent 7890 GC システムを使用している。
 - 10 μ L ALS シリンジ (23-26s ニードル) を使用している。適切なシリンジで代用可能です。
 - 7200 Q-TOF GC/MS システム がコンフィグレーションされていて、チューニングされている。
 - 性能を検証してある。
 - システムの電源が入っている。
 - 適切なカラムが取り付けられている。このガイドでは、J&W モデル 122-3832 DB-35MS: 30 m x 250 μ m、0.25 μ m カラムを使用しています。
- 2 取り付けられているカラムに対して GC をコンフィグレーションします。
- 3 データファイルをご使用の PC にコピーします。
- 4 データ測定インストールディスクの **QTOF_Familiarization** フォルダにあるデータをご使用のハードディスクの任意の場所にコピーします。このフォルダには、ここでの実習に必要なデータファイルおよび精密質量ライブラリファイルが含まれています。

データ取り込みに必要なサンプルの準備

データ取り込みを行わずに定性分析プログラムの使用方法を学習する場合は、サンプルの準備と実際の測定を省略して、このガイドに付属しているデータファイルを使用することができます。実習「7200 のデータ測定メソッドの開発」を読み、Agilent の機器に固有の設定について理解することをお勧めします。

サンプルの準備に必要なもの：

- サンプル (p/n 05970-60045 または p/n 5074-3025 (日本のみ))
- サンプル希釈用イソオクタン
- サンプルバイアル

サンプル化合物は、イソオクタン溶媒の 1 mL アンプル (濃度 10 ng/μL、100ng/μL、および 100 pg/μL) に入っています。表 1 を参照してください。

表 1 サンプル化合物リスト

化合物	MW	式
ドデカン	170	C ₁₂ H ₂₆
ビフェニル	154	C ₁₂ H ₁₀
4-クロロビフェニル (p/n 05970-60045 のみ)	188	C ₁₂ H ₉ Cl
バルミチン酸メチル	270	C ₁₇ H ₃₄ O ₂

10 ng/μL アンプルの中身を ALS サンプルバイアルに移し換えて定性分析サンプルを準備し、バイアルにキャップを付けます。

ALS 洗浄バイアルにイソオクタンを充てんします。

実習 – 7200 用取り込みメソッドの開発

タスク 1. 注入口と注入パラメータの設定

ステップ	詳細説明	コメント
1	注入口、注入方法を設定し、7200 を有効にします。	<ul style="list-style-type: none"> 図 1 [データ測定] ウィンドウが表示されます。 アイコンの上にポインタを合わせると、アイコンを説明するタグが表示されます。 6 ページの図 2 [注入口と注入パラメータ] ダイアログボックスが表示されます。

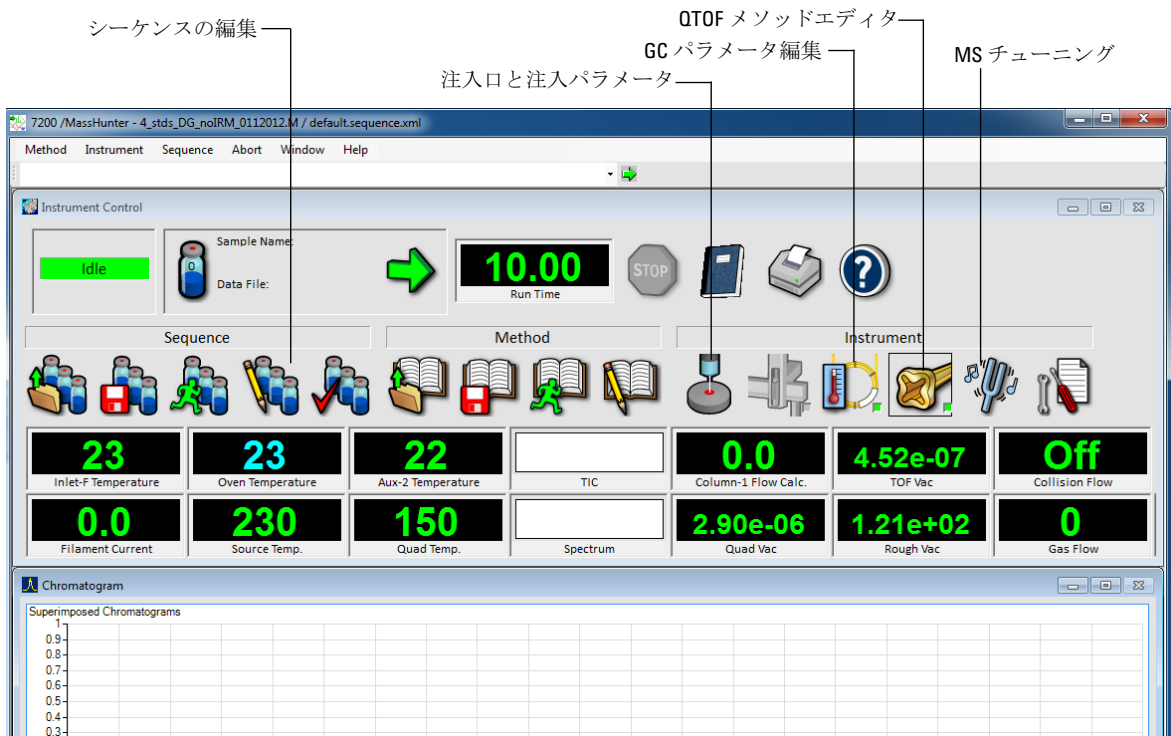


図 1 Agilent MassHunter ワークステーション ソフトウェア - [データ測定] ウィンドウ

実習 – 7200 用取り込みメソッドの開発
タスク 1. 注入口と注入パラメータの設定

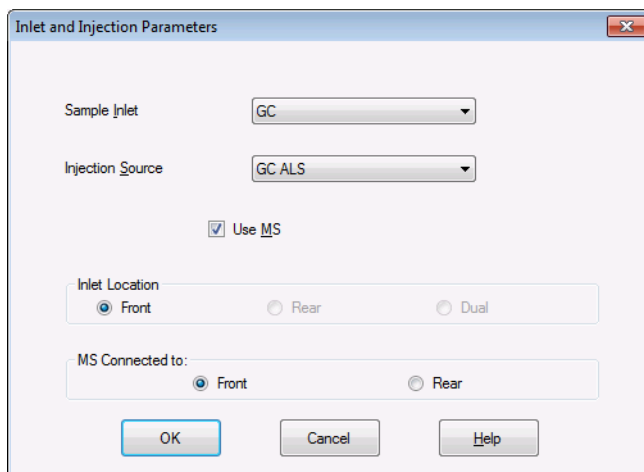


図 2 注入口と注入パラメータ

タスク 2. GC コンフィグレーションの確認

この実習では、分析用 GC ハードウェアのセットアップについて確認します。

ステップ	詳細説明	コメント
2	<p>GC ハードウェアのコンフィグレーションが分析に適していることを確認します。</p> <p>a [GC パラメータ編集] アイコンをクリックします。</p> <p>b [コンフィグ] アイコンを選択し、次に [その他] タブを選択します。</p> <p>c [圧力単位] を [psi] に設定します。</p> <p>d [オープン] 領域の [低速ファン] モードのチェックを外します。</p> <p>e [カラム] タブを選択し、[カラム 1] を J&W 122-3832 カラム、またはそれと同等なカラムに設定します。[注入口] を [フロント注入口 (またはバック注入口)] に設定し、[出口] を [真空] に設定します。[加熱部] を [オープン] に設定します。</p> <p>f [モジュール] タブを選択し、[SS 注入口] のガスを [He] に設定し、[コリジョンセル EPC] のガスを [N2] に設定します。</p> <p>g [ALS] タブを選択し、[シリンジサイズ] を [10 uL] に設定し、[溶媒洗浄モード] を [A, B] に設定します。</p> <p>h [OK] ボタンを選択します。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 図 1 を参照してください。図 3 [GC パラメータ編集] ウィンドウが表示されます。 別のカラムを使用している場合は、クロマトグラフィに合わせて GC パラメータ設定を調整する必要があります。 10 uL ALS シリンジ (23-26s ニードル) を使用します (適切なシリンジで代用可能)。 GC パラメータが GC にダウンロードされ、ウィンドウが閉じます。

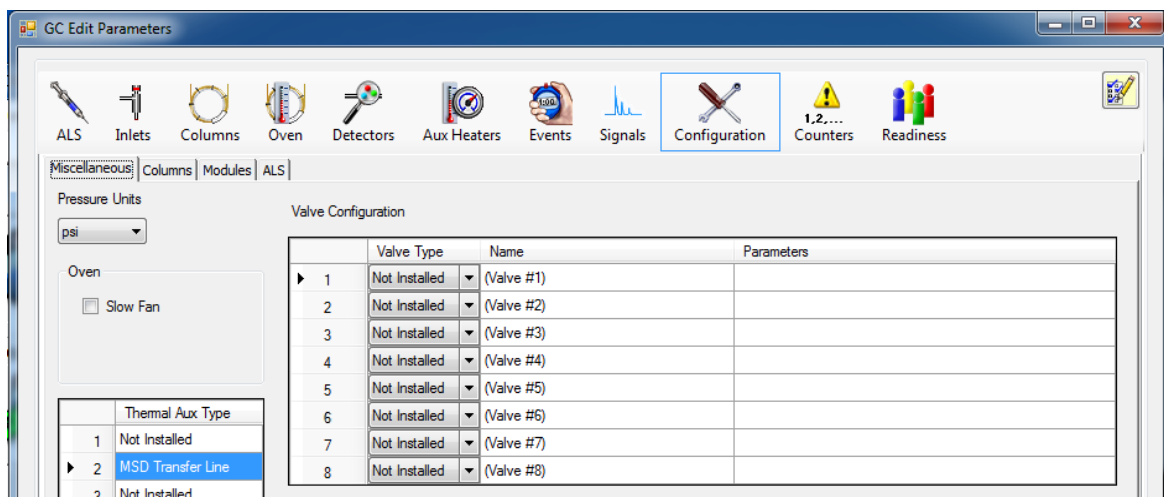


図 3 コンフィグレーション設定

タスク 3. 質量キャリブレーションの実行

この実習では、[GC/Q-TOF チューニング] ウィンドウの [TOF 質量キャリブレーション] タブで質量キャリブレーションを実行します。質量キャリブレーションは 2 分足らずで完了します。機器の質量精度が許容値から外れている場合、一日の始業時に毎回またはそれ以上の頻度で実行するようにしてください。また、測定時またはデータ解析時に、メソッドのリファレンス質量機能を使用して質量精度を調整することもできます。詳細は、オンラインヘルプを参照してください。

ステップ	詳細説明	コメント
1	<p>ベースイオンのアバンダンスを最適化します。</p> <p>このステップは通常、対象のベースイオン付近で新しいキャリブレーション質量を選択する場合に実行します。</p> <p>a [MS チューニング] アイコンをクリックします。</p> <p>b [マニュアルチューニング] タブをクリックし、[イオン源] タブをクリックして、[エミッション] および [EI キャリブレーションバルブ] を有効にします。</p> <p>c [チューニング質量] エリアで、対象のベースイオン付近の新しいキャリブレーション質量に対して [有効] を選択します。</p> <p>d 対象となるイオンのアバンダンスが 1×10^6 から 2×10^6 の間に収まるように、エミッション電流を調整します。</p> <p>e チューニングファイルを <code>qtodefunes_DG_date.ei.tune.xml</code> という名前で保存します。</p> <p>f [閉じる] ボタンを選択します。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • [GC/Q-TOF チューニング] ウィンドウが表示されます。 • キャリブレーションフローのイオン化を有効にします。9 ページの図 4 を参照してください。 • 選択されたイオンとの干渉があるイオンのチェックを外します。9 ページの図 4 を参照してください。 • 値が大きすぎると信号が飽和状態になり、値が小さすぎると最適な質量精度に関するイオン統計情報が十分に得られません。 • <code>date</code> には、今日の日付が入ります。 • [GC/Q-TOF チューニング] ウィンドウが閉じます。
2	<p>質量キャリブレーションを実行します。</p> <p>a [GC/Q-TOF チューニング] ウィンドウから [TOF 質量キャリブレーション] タブを選択します。</p> <p>b [キャリブレーション実行] ボタンをクリックします。</p> <p>c [閉じる] ボタンを選択します。</p> <p>d チューニングファイルを保存します。</p> <p>e [閉じる] ボタンを選択します。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • 9 ページの図 5 を参照してください。 • キャリブレーションが完了すると、[TOF 質量キャリブレーション結果] ウィンドウが表示されます。キャリブレーションに使用されるすべてのイオンに対して [質量精度 (ppm)] が通常 2 PPM 以下になっている必要があります。10 ページの図 6 を参照してください。 • [TOF 質量キャリブレーション結果] が閉じます。 • [GC/Q-TOF チューニング] ウィンドウが閉じます。

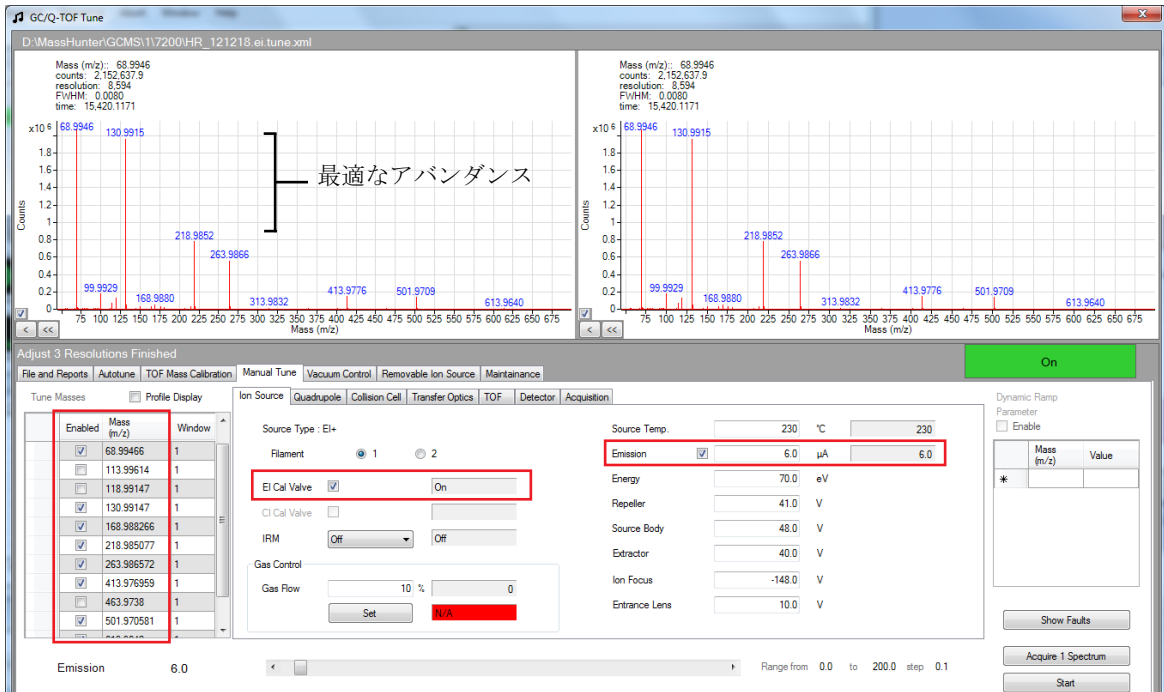


図 4 ベースイオンアバダンスの最適化

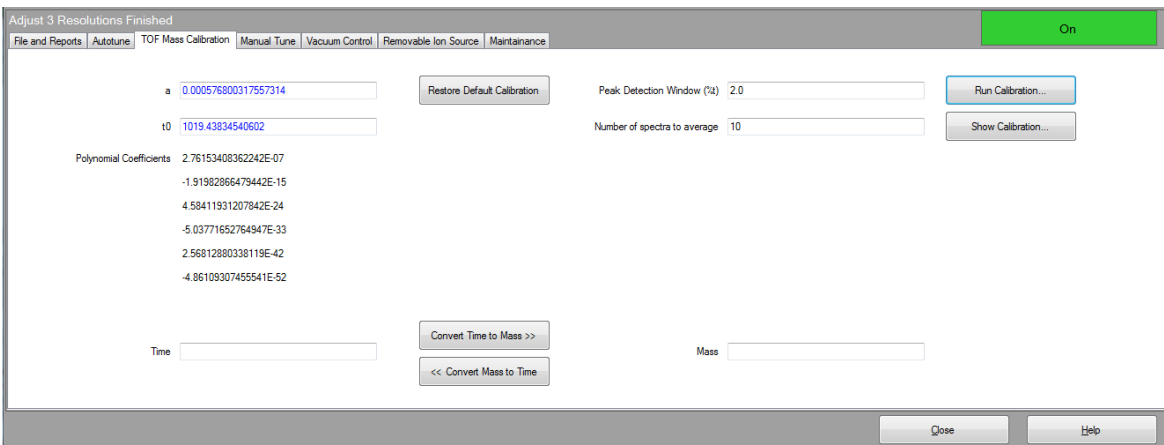


図 5 [TOF 質量キャリブレーション] タブ

実習 - 7200 用取り込みメソッドの開発
タスク 3. 質量キャリブレーションの実行

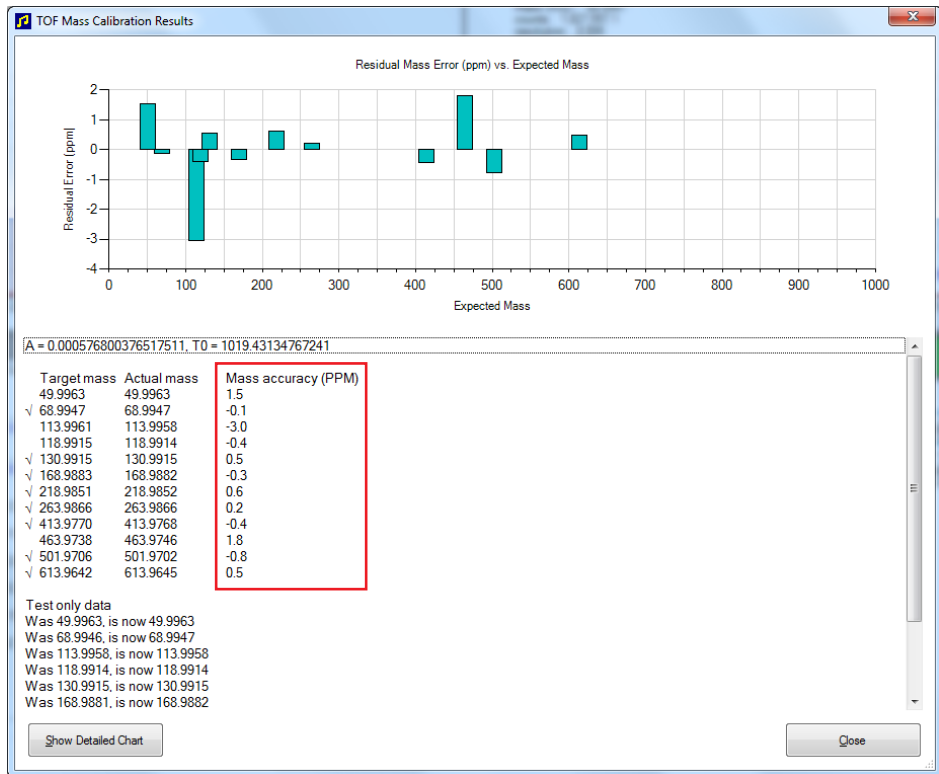


図 6 [TOF 質量キャリブレーション結果] タブ

タスク 4. GC 測定パラメータの設定

この実習では、分析する GC の条件を設定します。

ステップ	詳細説明	コメント
3	<p>サンプルに適した GC パラメータを設定します。表 2 を参照してください。</p> <p>a [GC パラメータ編集] アイコン (図 1) をクリックします。</p> <p>b [カラム] アイコンを選択し、[説明] 列で [カラム 1] を選択します。</p> <p>c コントロールモード [オン] を選択してから、[コンスタントフロー] モードを選択します。初期値として「1.1 mL/min」を入力します。</p> <p>d [説明] 列で [コリジョンセル EPC] を選択し、[コリジョンセル EPC] エリアで、[N2 コリジョンガス] を 1.5 mL/min に設定します。</p> <p>e [コリジョンセル EPC] エリアで、[He クエンチングガス] のチェックを外します。</p> <p>f [注入口] アイコンを選択し、[SSL] タブを選択、表 2 にリストされている注入口パラメータを入力します。</p> <p>g [オープン] アイコンを選択し、表 2 にリストされているオープンパラメータを入力します。</p> <p>h [ALS] アイコンを選択し、[フロントインジェクタ] タブを選択、表 2 にリストされているインジェクタパラメータを入力します。</p> <p>i [Aux ヒーター] アイコンを選択し、Aux 温度を ON にして、温度を 280 °C に設定します。</p> <p>j [OK] ボタンを選択します。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 12 ページの図 7 に示す [GC パラメータ編集] ウィンドウが表示されます。 ウィンドウが選択された状態で、アイコンの上にマウスを移動すると、アイコンを特定できるツールのヒントが表示されます。 コリジョンセル N2 ガスの現在の流量値を 1.5 mL/min に変更した場合は、オートチューニングが必要になります。 ALS がバック注入口に接続されている場合は、[バックインジェクタ] タブを選択します。 これは MSD トランスファライン ヒーターです。 GC パラメータが GC にダウンロードされ、ウィンドウが閉じます。

実習 – 7200 用取り込みメソッドの開発
タスク 4. GC 測定パラメータの設定

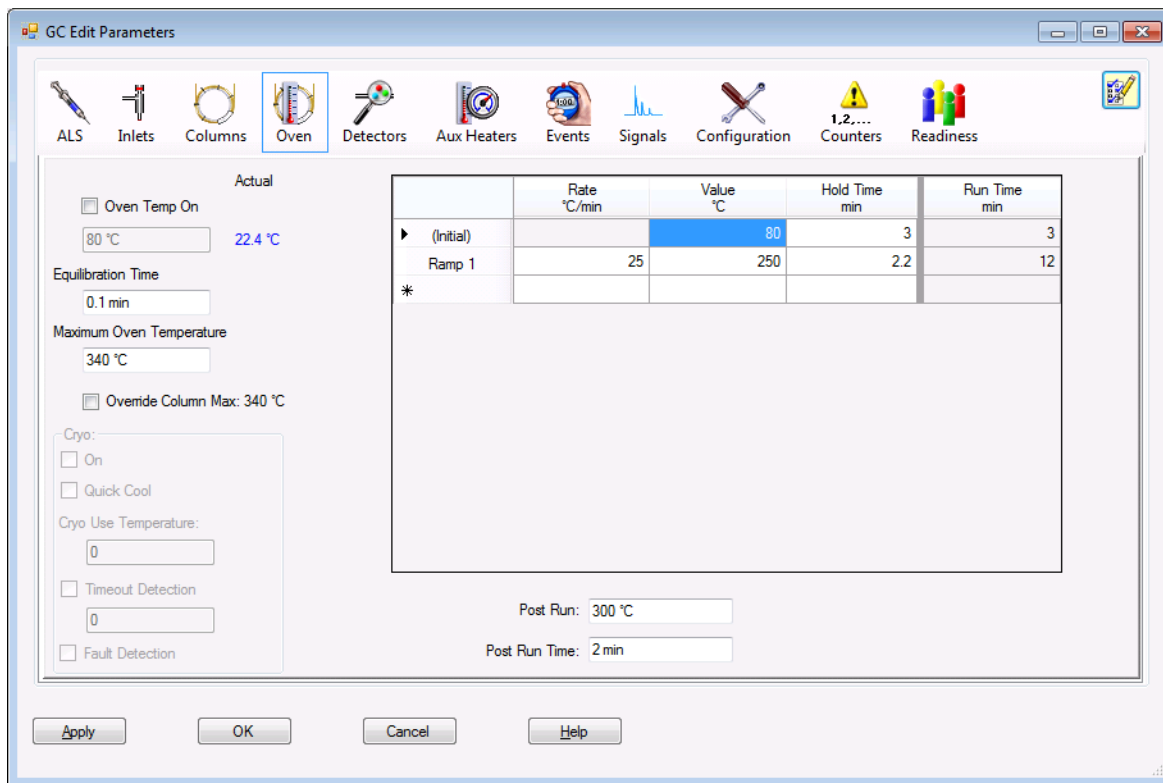


図 7 [オープン]アイコンが選択された状態の [GC パラメータ編集] ウィンドウ

表 2 データ測定メソッドのGCパラメータ

パラメータ	値
オープン	
平衡化時間	0.1 min
オープンプログラム	80 °C でホールド時間 3 min、25 °C/min で 250 °C まで昇温し、さらにホールド時間 2.2 min
ランタイム	12 min
フロント SS 注入口	He
モード	スプリット
ヒーター	オン、250 °C
圧力	オン、この値はカラム流量によって自動的に設定されます
セブタムパージ流量	オン、3 mL/min
ガスセーバー	オン、20 mL/min ; 注入後 3 min
スプリットフロー	220 mL/min
スプリット比	200:1
Aux 2 温度 {MSD トランスファライン}	
ヒーター	オン
温度	280 °C
カラム #1	J&W 122-3832 DB-35ms : 30 m x 250 µm、0.25 µm
イン	フロント SS 注入口 He
アウト	真空
(初期)	80 °C
流量	1.1 mL/min
流量プログラム	オフ
フロントインジェクタ	
シリンジサイズ	10 µL
注入量	1 µL
溶媒 A 洗浄 (注入前)	2


実習 – 7200 用取り込みメソッドの開発

タスク 4. GC 測定パラメータの設定

パラメータ	値
溶媒A洗浄（注入後）	2
溶媒A量	8 μ L
溶媒B洗浄（注入前）	2
溶媒B洗浄（注入後）	2
溶媒B量	8
サンプル洗浄	0
サンプル洗浄量	8 μ L
サンプルポンプ	4
ドゥエルタイム（注入前）	0 min
ドゥエルタイム（注入後）	0 min
溶媒洗浄吸引速度	300 μ L/min
溶媒洗浄排出速度	6000 μ L/min
サンプル洗浄吸引速度	300 μ L/min
サンプル洗浄排出速度	6000 μ L/min
注入分注速度	6000 μ L/min
粘性待ち時間	0秒
サンプリング深さ	無効
コリジョンセルEPCモジュール	
窒素	オン、1.5 mL/min
ヘリウム	オフ

タスク 5. イオンスキャンの定性測定メソッドの作成

この実習では、タスク 4 で既にメソッドに入力されている GC パラメータを使用します。このタスクでは、イオンスキャン用の 7200 パラメータを入力してメソッドに保存します。

ステップ	詳細説明	コメント
4	<p>サンプルに適した MS パラメータを入力し、メソッドを iii_MS_Scan.M という名前で作成します。ここで、iii はユーザーのイニシャルです。</p> <p>a [QTOF メソッドエディタ] アイコン (図 1 参照) をクリックします。</p> <p>b [チューニングファイル] エリアで、  アイコンをクリックし、この測定に適したチューニングファイルを選択します。</p> <p>c [イオン源] エリアで、[イオン源温度] を 230 °C に設定し、[エミッション] を [固定] に設定して値「35.0」を入力します。さらに、[電子エネルギー] を [固定] に設定して値「70.0」を入力します。</p> <p>d [溶媒待ち時間] を 5 分に設定します。</p> <p>e [タイムフィルタリング] エリアで、[ピーク幅] を選択して 0.7 秒に設定します。</p> <p>f [タイムセグメント] エリアで、[測定モード] ドロップダウンリストから MS スキャンタイプを選択します。[データの保存] で [両方] を選択します。</p> <p>g [MS モード] セクションで、[質量範囲] の [開始質量] に「40」を入力し、[終了質量] に「600」を入力して、[測定速度] の [スペクトル/s] に「5.00」を入力します。</p> <p>h [OK] をクリックして、ウィンドウを閉じます。</p> <p>i メインウィンドウから [メソッド] > [名前を付けてメソッドを保存] の順に選択して、メソッドを iii_MS_Scan.M という名前で作成します。ここで、iii はユーザーのイニシャルです。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 16 ページの図 8 に示す [QTOF メソッドエディタ] ウィンドウが開きます。 [溶媒待ち時間] 設定により、5 分後から 7200 のデータ取り込みが開始されます。 [両方] を選択すると、ピークのプロファイルデータとセントロイドデータの両方がデータ解析用に保存されます。 40 から 1700 m/z までの間のすべてのデータが測定の対象となりますが、ディスクに保存されるのはここで選択したデータだけです。

実習 – 7200 用取り込みメソッドの開発

タスク 5. イオンスキャンの定性測定メソッドの作成

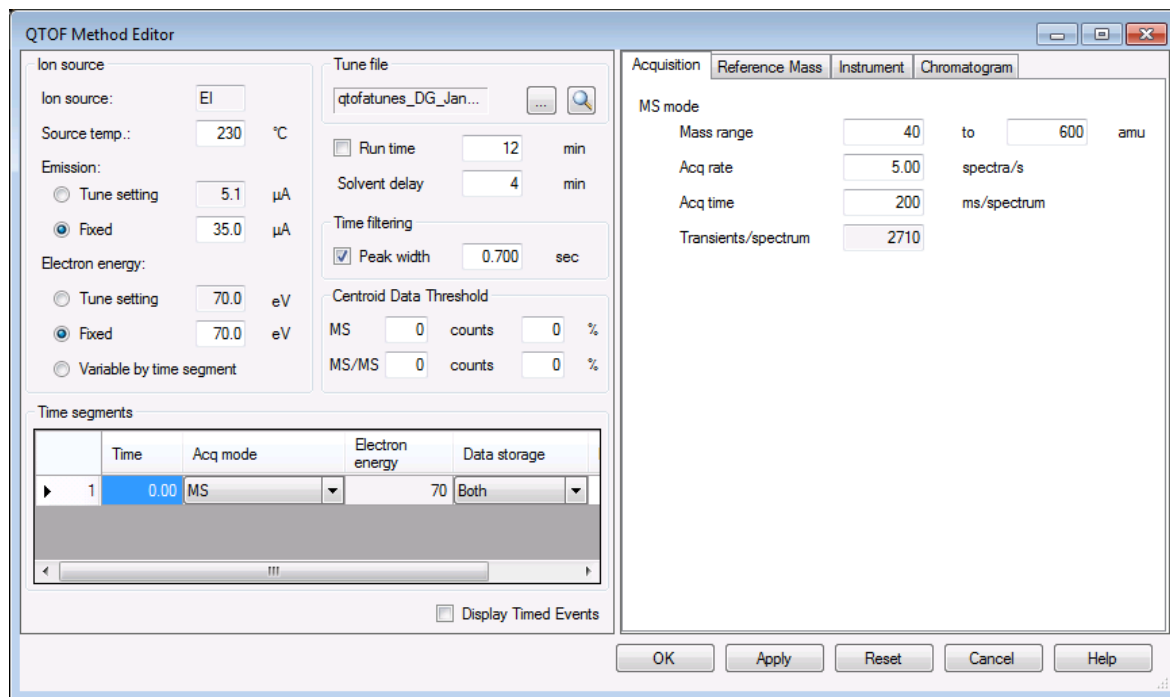


図 8 QTOF メソッドエディタ

タスク 6. MS スキャンデータの測定 (オプション)

このタスクでは、前のタスクで開発したメソッドを使用して、スキャンデータを取り込みます。プログラム付属のデモデータファイルを用いて次のタスクを行えるため、このタスクはオプションです。ただし、必要に応じて、このタスクで説明するとおりに実行して独自のデータファイルを測定することもできます。

ステップ	詳細説明	コメント
5 データを取り込みます (オプション)。 <ul style="list-style-type: none"> データファイルに iii_MS_scan.D という名前を付けます。ここで、iii はユーザーのイニシャルです。 データファイルとメソッドを保管するディレクトリパスを指定します。 	a [分析開始] (緑の矢印) アイコンをクリックします。 b [データパス] にこの分析で測定するデータファイルを保存するディレクトリを入力します。 c [フロント注入口] セクションで、[データファイル名] に iii_MS_scan.D と入力します。ここで、 iii はユーザーのイニシャルです。 d [バイアル番号] にオートサンプラトレイのロケーション番号を入力します。 e [メソッド実行範囲] セクションで、[データ測定] を選択します。 f [OK & メソッド実行] ボタンをクリックします。	<ul style="list-style-type: none"> 18 ページの図 9 に示す [測定開始] ダイアログボックスが表示されます。 バック SSL 注入口を使用している場合は、[バック注入口] エリアにデータファイル名を入力します。 GC と 7200 にメソッドが送信されます。機器の準備ができると、サンプルが注入されてデータが取り込まれ、指定されたデータディレクトリに保存されます。

実習 – 7200 用取り込みメソッドの開発
タスク 6. MS スキャンデータの測定 (オプション)

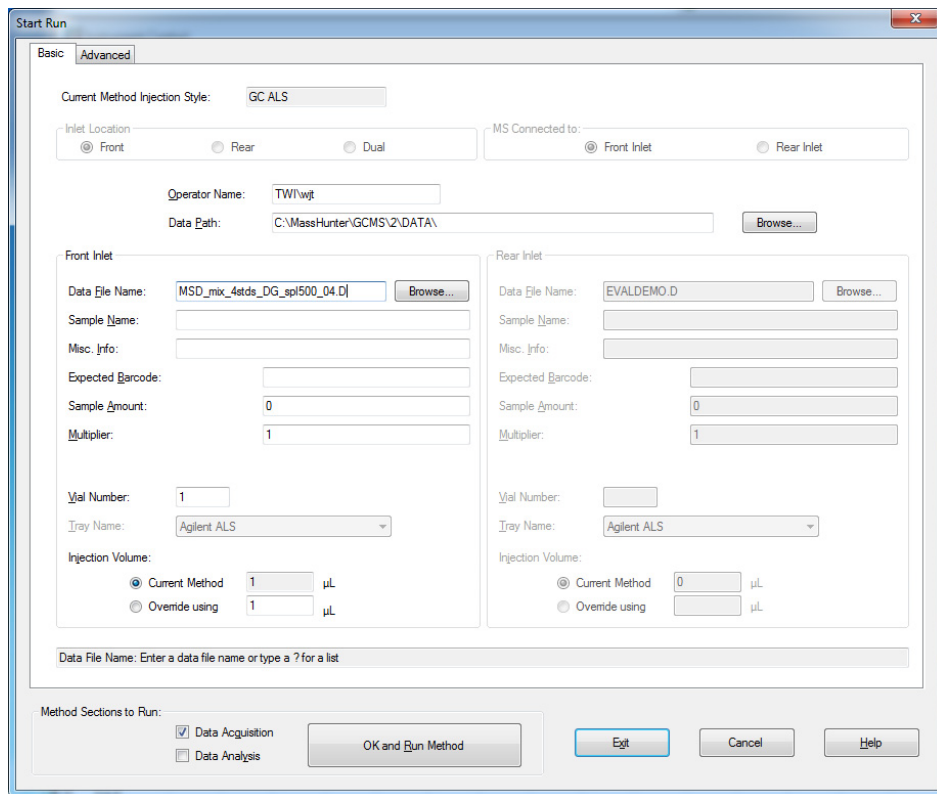


図 9 [測定開始] ダイアログボックス

実習 – データの解析

タスク 1. 定性分析プログラムの開始

この実習では、このマニュアルの前の実習で測定しておいたデータを解析します。プログラムの使用方法の詳細については、『ファミリアリゼーションガイド』（p/n G3336-96007）を参照してください。

ステップ	詳細説明	コメント
1	<p>定性分析プログラムを開始します。</p> <p>a デスクトップ上の [定性分析] アイコンをダブルクリックします。</p>  <p>b デモファイルをコピーした場所に移動して、[QTOF_Familiarization] > [データ] の順に選択し、[MSD_mix_4stds_DG_spl500_04.D] を選択します。</p> <p>c [オプション] で、[現在のメソッド使用] チェックボックスをオンにし、[選択したメソッドでファイルを開くときにする処理を実行] チェックボックスおよび [結果データの読み込み] チェックボックスをオフにします。</p> <p>d [開く] をクリックします。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • [データファイルを開く] ダイアログボックスが表示されます。 • ヘルプを表示する場合は、次の操作を行います。 • ウィンドウがアクティブになっている状態で F1 キーを押します。 • メインメニューで [ヘルプ] > [目次] の順にクリックします。 • アクティブな状態のウィンドウの [ヘルプ] ボタンを選択します。 • 20 ページの図 10 を参照してください。 • データファイルが読み込まれ、データの TIC が表示されます。20 ページの図 11 を参照してください。

実習 – データの解析

タスク 1. 定性分析プログラムの開始

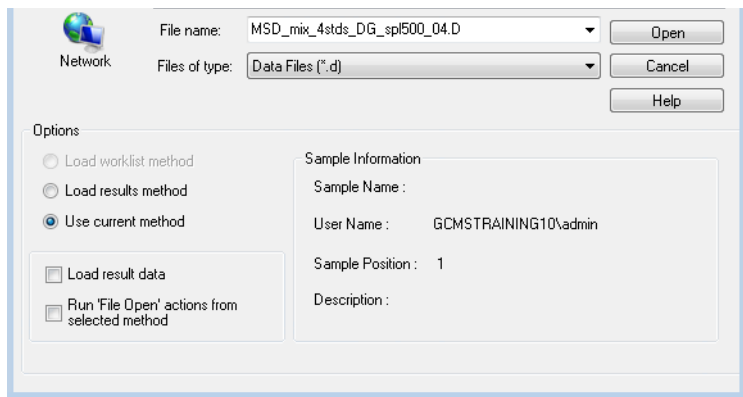


図 10 データファイルを開く

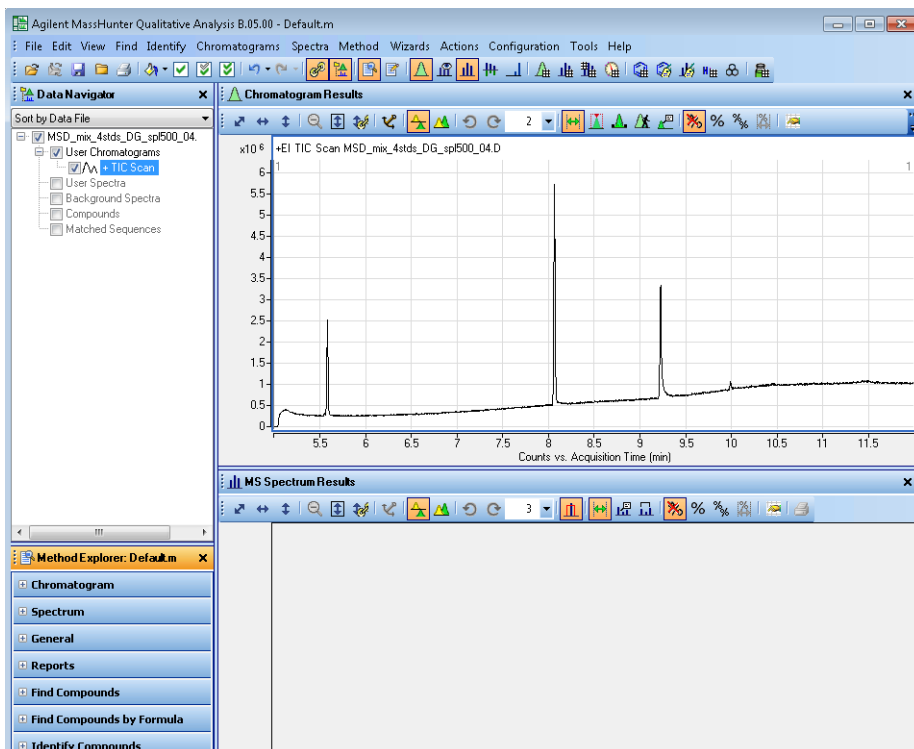


図 11 読み込まれたデータファイルの TIC

ステップ	詳細説明	コメント
2 [一般] ワークフローを使用するようにプログラムを設定します。	<p>a メインメニューで、[コンフィグレーション]>[ワークフローのコンフィグレーション]>[一般]の順に選択します。</p> <p>b [定性メソッド]の[ワークフローのデフォルトメソッドを読み込む]をクリックします。</p> <p>c [レイアウト]の[ワークフローのデフォルトレイアウトを読み込む]をクリックします。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • [ワークフロー コンフィグレーション]ダイアログボックスが開きます。図 12 を参照してください。 <p>ソフトウェアには複数の異なるワークフローがあります。ワークフローごとにレイアウトが異なります。異なるワークフローに切り替えると、レイアウトも変更されます。</p>

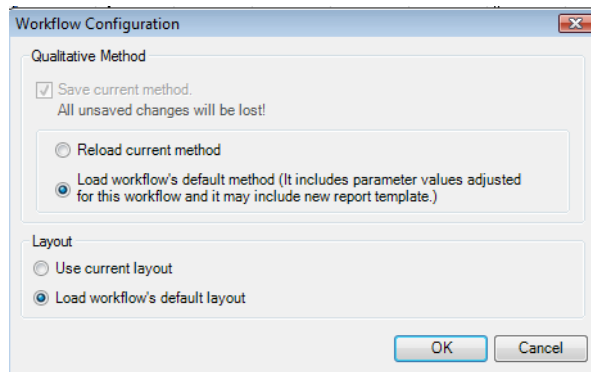


図 12 ワークフローのコンフィグレーション

実習 – データの解析

タスク 1. 定性分析プログラムの開始

ステップ	詳細説明	コメント
3 デフォルトのウィンドウレイアウトを復元します。	a メインメニューで、[コンフィグレーション] > [ウィンドウレイアウト] > [デフォルトレイアウトの復元] の順に選択します。	• ソフトウェアには、事前に作成されたさまざまなレイアウトが用意されています。それとは異なるレイアウトを読み込むこともできます。
4 ユーザーインターフェイスをコンフィグレーションします。	a メインメニューで、[コンフィグレーション] > [ユーザーインターフェイスコンフィグレーション] の順に選択します。[ユーザーインターフェイスコンフィグレーション] ダイアログボックスが開きます。 b 以下のチェックボックスをオンにします。 <ul style="list-style-type: none">• 分離タイプ : [GC]、[LC]• 質量精度 : [精密質量]• イオン化タイプ : [EI]• MS レベル : [MS (任意)]、[MS/MS (QQQ、Q-TOF)]• その他 : [詳細パラメータの表示] c [OK] をクリックします。	• [ユーザーコンフィグレーション] ダイアログボックスが開きます。図 13 を参照してください。 • どのコマンドをユーザーインターフェイス内で使用可能にするかは、このダイアログボックスで選択して変更します。

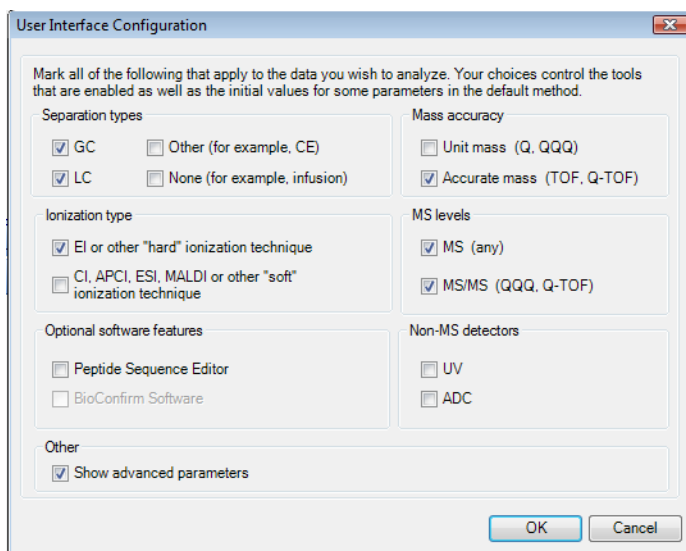




図 13 ユーザーインターフェイスのコンフィグレーション

タスク 2. デコンボリューションによる化合物の検出

MS/MS データ中の化合物は、[化合物の検出] アルゴリズムによって同定されます。ここに示す例に使用されているのは単純なスキャンデータですが、より複雑なスキャンデータの検索にはこの機能の方が効果的です。

ステップ	詳細説明	コメント
1 検索の対象となるスキャン領域を選択します。	<p>a [クロマトグラム結果] ツールバーで、以下のツールを選択します。</p> <ul style="list-style-type: none"> 範囲選択  ズーム中に Y 軸をオートスケール  <p>b [クロマトグラム結果] ウィンドウで約 7.5 ~ 9.5 分の範囲をクリック & ドラッグで選択します。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 前のタスクからの続きです。 図 14 を参照してください。

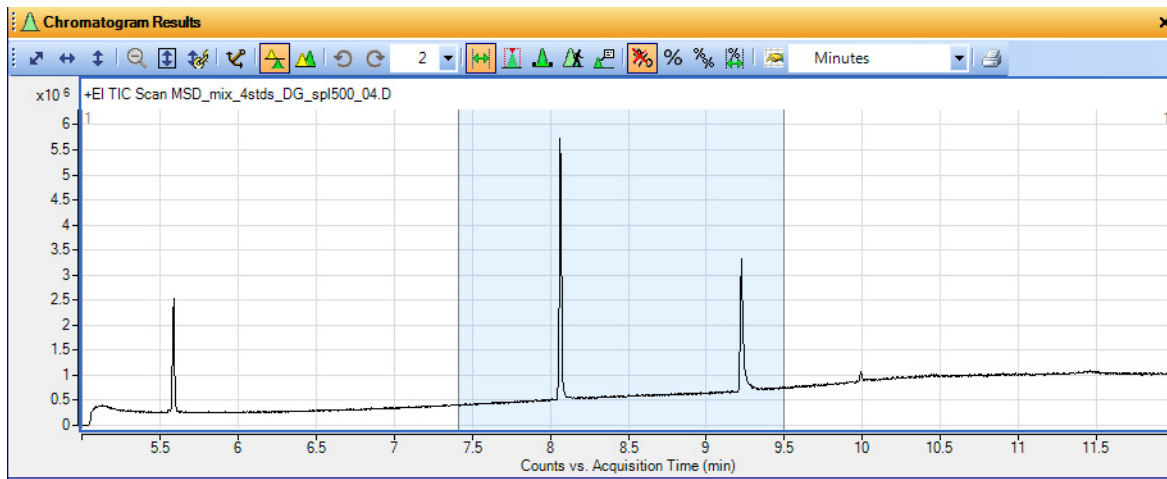


図 14 [クロマトグラム結果] ペイン

実習 – データの解析

タスク 2. デコンボリューションによる化合物の検出

ステップ	詳細説明	コメント
1 このデータに適したデコンボリューション設定を入力します。	<p>a [メソッドエクスプローラ] ウィンドウで、[化合物の検出 > クロマトグラムデコンボリューションで化合物を検出] の順に選択します。</p> <p>b [設定] タブにある入力項目を以下のように設定します。</p> <ul style="list-style-type: none">• [質量分解能] エリア： RT ウィンドウサイズ係数：100.00• [ピークフィルタ] エリア： 除外する m/z：28 スペクトルピークスレッシュホールド：0%• SNR スレッシュホールド 2.00• [抽出ウィンドウ] エリア： m/z 左デルタ：100 m/z 右デルタ：100 m/z デルタ単位：PPM• [コンポーネントシェイプ] エリア： 基準ピークシェイプを使用：無効 シャープネススレッシュホールド：25%	<ul style="list-style-type: none">• メソッドエディタの [クロマトグラムデコンボリューションによる化合物の検出] ダイアログボックスが開きます。図 15 を参照してください。• このデータに適した設定を入力します。詳細は、オンラインヘルプを参照してください。• すでにこれらの設定が済んでいる場合、メインメニューで [検出] > [クロマトグラムデコンボリューションによる化合物の検出] > [選択範囲] の順に選択して、化合物を検出することもできます。

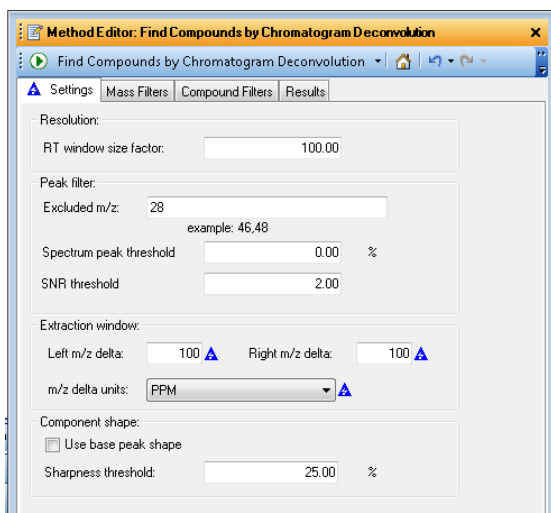


図 15 [設定] タブ

ステップ	詳細説明	コメント
ステップ 1 (続き)	<p>c [質量フィルタ] タブにある入力項目を以下のように設定します。</p> <ul style="list-style-type: none"> [高さフィルタ] エリア : 絶対高さ : 有効、500 カウント 相対高さ : 無効 <p>d [化合物フィルタ] タブにある入力項目を以下のように設定します。</p> <ul style="list-style-type: none"> [面積フィルタ] エリア : 絶対面積 : 有効、5000 カウント 相対面積 : 無効 <p>e [結果] タブにある入力項目を以下のように設定します。</p> <ul style="list-style-type: none"> [前回の結果] エリア : 前の化合物を削除 : 有効 [新しい結果] エリア : 最初の化合物をハイライト [クロマトグラムとスペクトル] エリア : EIC の抽出 : 無効 ECC の抽出 : 有効 補正スペクトルの抽出 : 有効 生のスペクトルを抽出 : 無効 	<ul style="list-style-type: none"> • 図 16 を参照してください。 • 26 ページの図 17 を参照してください。 • 26 ページの図 18 を参照してください。

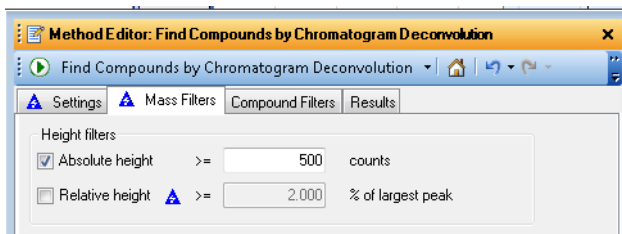


図 16 [質量フィルタ] タブ

実習 – データの解析

タスク 2. デコンボリューションによる化合物の検出

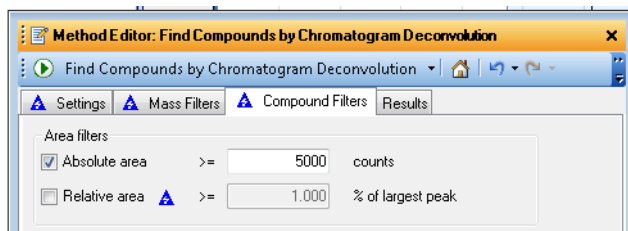


図 17 [化合物フィルタ] タブ

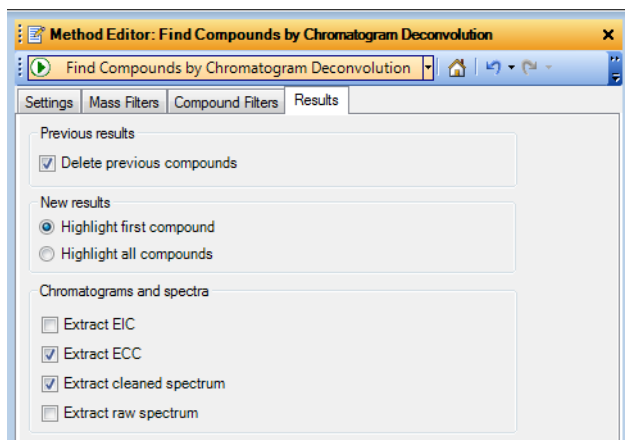
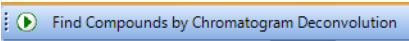


図 18 [結果] タブ

ステップ	詳細説明	コメント
2	<p>デコンボリューションを実行します。</p> <p>a メソッドエディタの [クロマトグラム デコンボリューションによる化合物 の検出] ダイアログボックスで、</p>  <p>をクリックします。</p> <p>b デコンボリューションが完了すると、 その結果が [化合物リスト] ウィンド ウおよび [MS スペクトル結果] ウィン ドウに表示されます。</p>	<ul style="list-style-type: none"> • 26 ページの図 18 を参照してくだ さい。 • デコンボリューションが完了する までに長時間がかかることがあり ます。 <p>図 19 を参照してください。</p>

実習 – データの解析

タスク 2. デコンボリューションによる化合物の検出

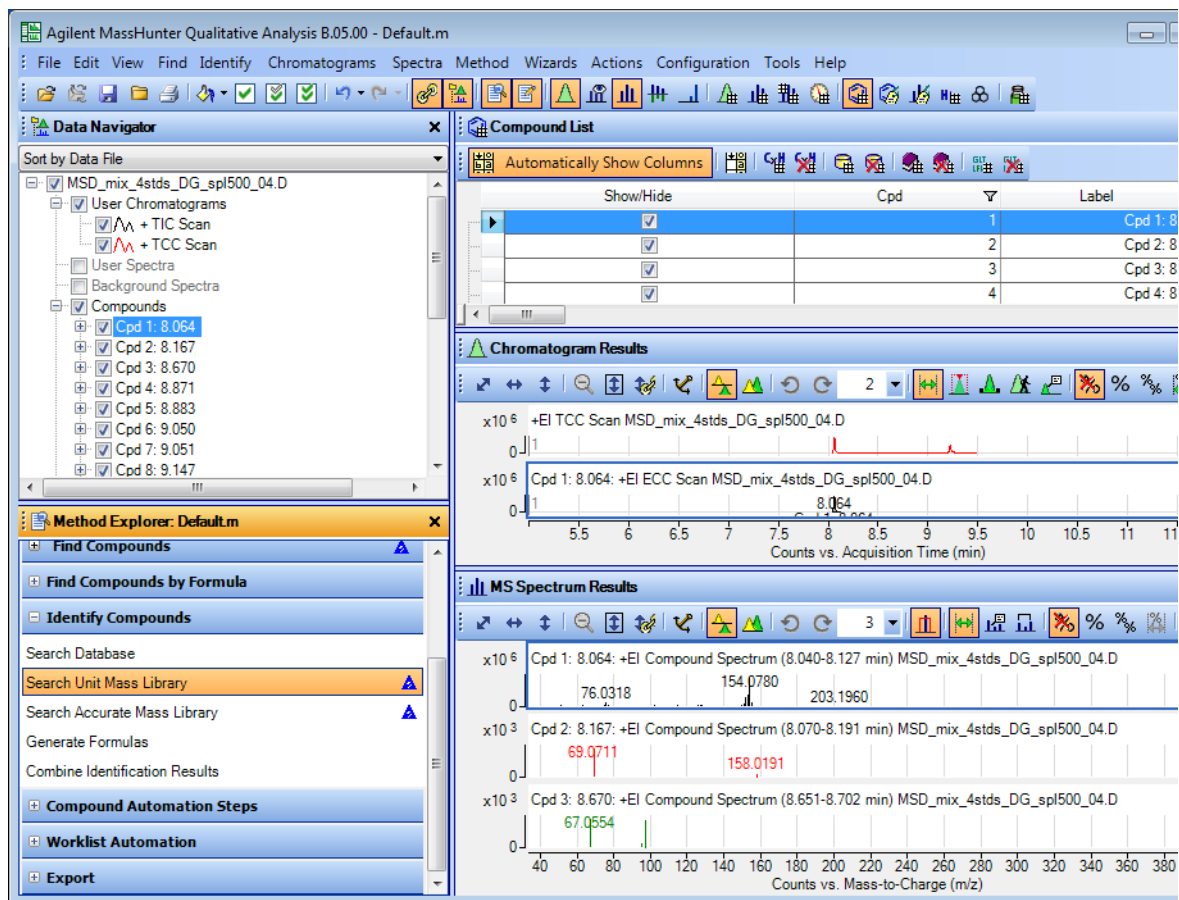


図 19 デコンボリューション結果

タスク 3. 精密質量ライブラリの検索

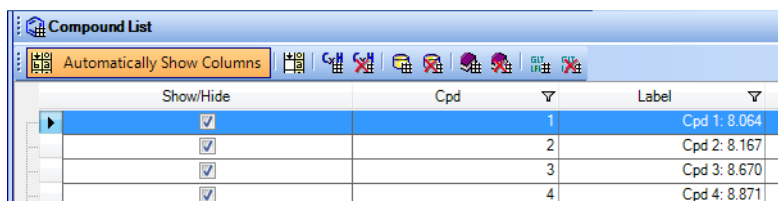
この実習で使用するライブラリは、XML データフォーマットで保存される GCMS 精密質量ライブラリです。このライブラリファイルは Agilent から提供されるものであり、データ測定インストールディスクの **QTOF_Familiarization\Library** フォルダに保存されています。

ここでは、この XML 精密質量ライブラリファイルに対応する [ユニットマスマスライブラリの検索] メソッドを使用します。このメソッドは、ユニットマスマスライブラリと精密質量 XML ライブラリのどちらにも有効です。[精密質量ライブラリの検索] メソッドで使用できるのは、CDB ファイル形式だけに限られているので、付属のサンプル XML ライブラリはここでは使用できません。

ステップ	詳細説明	コメント
1	<p>同定する化合物を選択します。</p> <p>a [化合物リスト] ウィンドウで、最初の行をクリックすると、その行が強調表示されます。</p>	<ul style="list-style-type: none"> このタスクは、前回のタスクで作成された化合物リストから化合物を選択して開始します。30 ページの図 20 を参照してください。
2	<p>メソッドエディタの [ユニットマスマスライブラリの検索] ダイアログボックスを開き、設定を選択します。</p> <p>b [メソッドエクスプローラ] ウィンドウで、[化合物の同定] > [ユニットマスマスライブラリの検索] の順に選択します。</p> <p>c [設定] タブの [ライブラリ選択] エリアで、[スペクトルライブラリへのパス] に MSD_mix_lib.mslibrary.xml を設定します。</p> <p>d [設定] タブの [検索条件] エリアで、[スペクトル一致の開始点] を 30 m/z に設定し、[スクリーニングを有効にする] を無効に設定し、[スコアの調整] を有効に設定します。</p> <p>e [設定] タブの [MS/MS 検索] エリアで、[m/z の範囲] を [非対称 (m/z)] ± 0.5000 に設定します。</p> <p>f [検索結果] タブの [検索結果] エリアで、[化合物ごとの最大ヒット] を 10 ヒットに設定し、[最小一致スコア] を 50.00 に設定します。</p> <p>g  を選択します。</p> <p>h [化合物リスト] で、RT = 8.064 分の最初の化合物の横にある [+] アイコンをクリックします。</p>	<ul style="list-style-type: none"> メソッドエディタの [ユニットマスマスライブラリの検索] ダイアログボックスが開きます。 30 ページの図 21 を参照してください。このライブラリファイルは Agilent から提供されるものであり、データ測定インストールディスクの QTOF_Familiarization\Library フォルダに保存されています。 30 ページの図 22 を参照してください。 検索が完了すると、その結果が [化合物リスト] ウィンドウ、[クロマトグラム結果] ウィンドウおよび [スペクトル結果] ウィンドウに表示されます。 先頭にリストされた化合物に対して、ライブラリの中から 3 つの可能性のある化合物が同定されました。スコアを基準に選択した結果、最も可能性の高い化合物が先頭にリストされます。31 ページの図 23 を参照してください。

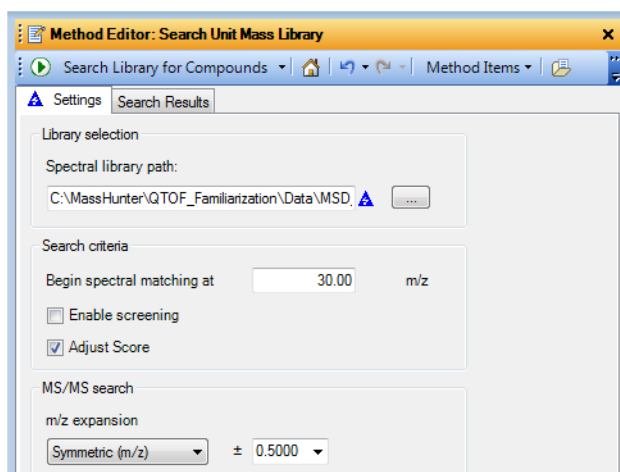
実習 – データの解析

タスク 3. 精密質量ライブラリの検索



Show/Hide	Cpd	Label
<input checked="" type="checkbox"/>	1	Cpd 1: 8.064
<input checked="" type="checkbox"/>	2	Cpd 2: 8.167
<input checked="" type="checkbox"/>	3	Cpd 3: 8.670
<input checked="" type="checkbox"/>	4	Cpd 4: 8.871

図 20 化合物の選択



Method Editor: Search Unit Mass Library

Search Library for Compounds | Method Items

Settings | Search Results

Library selection

Spectral library path:
C:\MassHunter\QTOF_Familiarization\Data\MSD

Search criteria

Begin spectral matching at: 30.00 m/z

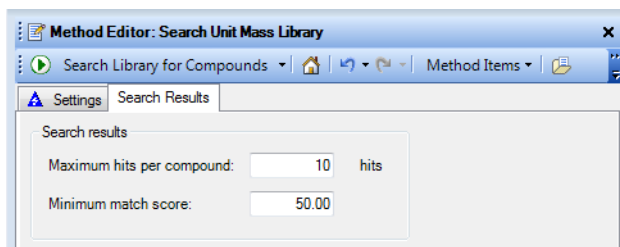
Enable screening

Adjust Score

MS/MS search

m/z expansion
Symmetric (m/z) ± 0.5000

図 21 [ユニットマスライブラリの検索]の[設定]タブ



Method Editor: Search Unit Mass Library

Search Library for Compounds | Method Items

Settings | Search Results

Search results

Maximum hits per compound: 10 hits

Minimum match score: 50.00

図 22 [ユニットマスライブラリ]の[検索結果]タブ

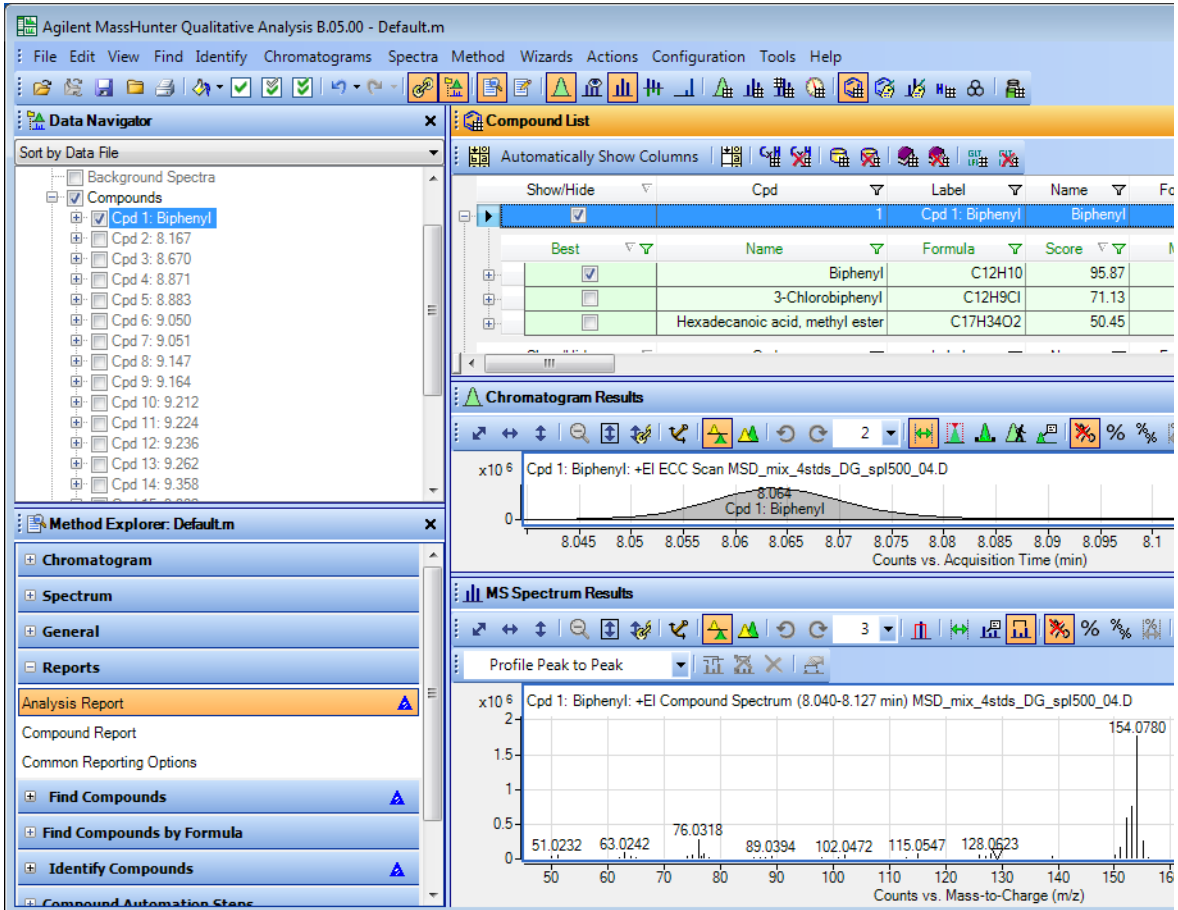


図 23 精密質量ライブラリの検索結果

タスク 4.2 つのイオン間の質量差の表示

スペクトル内の 2 点間の差異を表示するには、質量差ツールを使用します。

ステップ	詳細説明	コメント
1	<p>a [化合物リスト] で [列の表示/非表示] ラベルの上にカーソルを置き、右クリックしてコンテキストメニューを開きます。[非表示] > [ハイライトされたものを除いてすべて] の順に選択します。</p> <p>b 右クリックし、[スペクトル結果] ウィンドウの [m/z] スケールの上にカーソルをドラッグして、このスケールをズームします。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 化合物 1 のみが [クロマトグラム結果] ウィンドウおよび [MS スペクトル結果] ウィンドウに表示されます。 こうすると、[質量差の設定] ツールでイオンを選択しやすくなります。
2	<p>2 つのイオンの質量差を表示します。</p> <p>a [MS スペクトル結果] ウィンドウで、[質量差の設定] アイコン  をクリックします。</p> <p>b この実習で使用するプロファイルデータの [ピーク - ピークプロファイル] を選択します。</p> <p></p> <p>c [質量差の設定] ツールのカーソルを 139.0536 m/z イオンから 154.0780 m/z イオンにドラッグします。</p>	<ul style="list-style-type: none"> ツールバーに [プロファイルデータ] ドロップダウンメニューが表示され、[MS スペクトル結果] ウィンドウに質量差ツールのカーソルが表示されます。 スペクトル上に、差分の 15.0244 が表示されます。図 24 を参照してください。

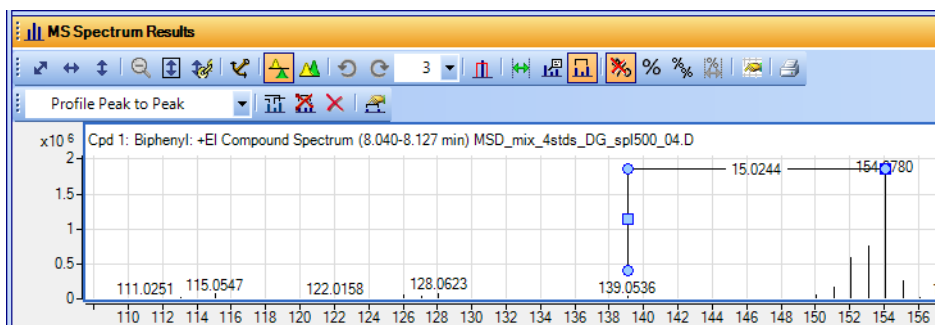


図 24 ピーク間の差の表示

タスク 5. レポートの印刷

上記のいずれかのタスクを実行した後は、解析レポートを印刷することができます。解析レポートには、クロマトグラムの抽出や積分、スペクトルの抽出、化合物の検出、ピークスペクトルに関するデータベースの検索、またはピークスペクトルからの化学式の作成の結果を含めることができます。

ステップ	詳細説明	コメント
1	<p>メソッドエディタの【解析レポート】ダイアログボックスを開き、設定を選択します。</p> <p>a 【メソッドエクスプローラ】ウィンドウで、【レポート】>【解析レポート】の順にクリックします。</p> <p>b この例では、すべてのチェックボックスがオンになっています。</p>	<ul style="list-style-type: none"> メソッドエディタの【解析レポート】ダイアログボックスが開きます。
2	<p>メソッドエディタの【ユニットマスタライブラリの検索】ダイアログボックスを開き、設定を選択します。</p> <p>c  を選択します。</p> <p>d ディレクトリおよびプリンタ用の印刷設定を設定します。</p> <p>e 【OK】をクリックします。</p> <p>f レポートを開きます。</p>	<ul style="list-style-type: none"> 【解析レポートの印刷】ダイアログボックスが開きます。図 25 を参照してください。 レポートが作成され、指定したディレクトリに保存されます。34 ページの図 26 を参照してください。 35 ページの図 27 を参照してください。

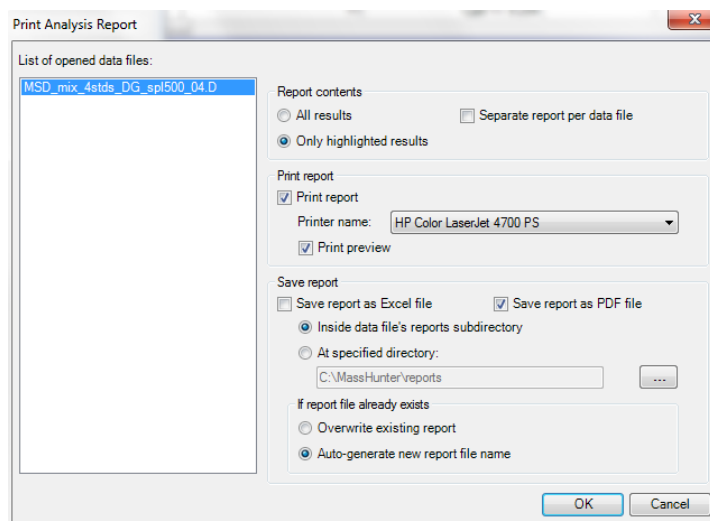


図 25 【解析レポートの印刷】設定

実習 – データの解析

タスク 5. レポートの印刷

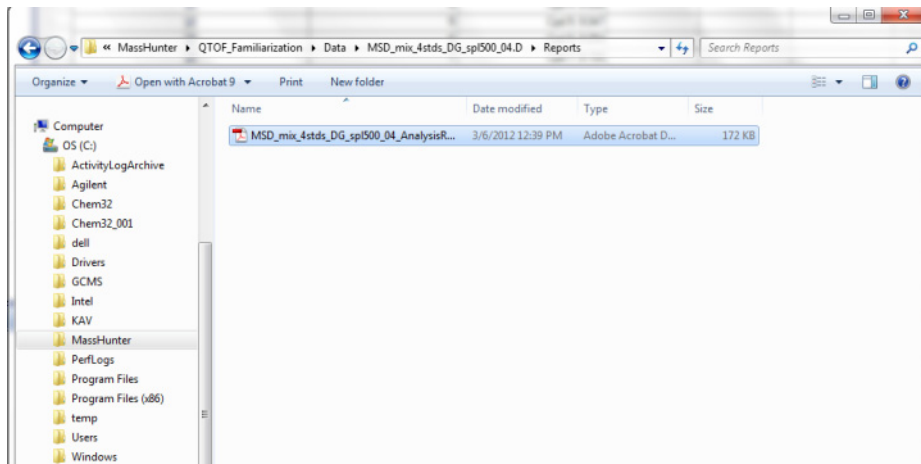


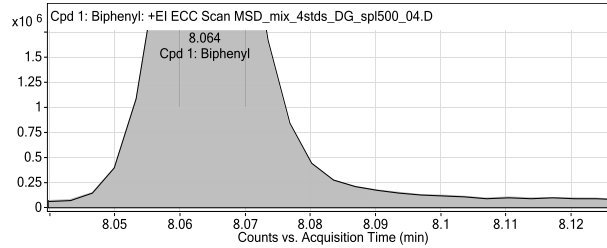
図 26 データファイルのレポートサブディレクトリ内に保存されている pdf ファイルの場所

Qualitative Analysis Report

Data Filename MSD_mix_4stds_DG_spl500_04.D **Sample Name** 1
Sample Type GC QTOF **Position** GCMSTRAINING10\admin
Instrument Name 4_std DG_noIRM_0112012.M **User Name** GCMSTRAINING10\admin
Acq Method 4_std DG_noIRM_0112012.M **Acquired Time** 1/20/2012 3:15:31 PM
IRM Calibration Status Success **DA Method** Default.m
Comment

Expected Barcode **Sample Amount**
Dual Inj Vol 1 **TuneName** qtofatuses_DG_Jan20.ei.tune.xml
TunePath D:\MassHunter\GCMS\1\7200 **TuneDateStamp** 1/20/2012 5:55:09 PM
OperatorName GCMSTRAINING10\admin **RunCompletedFlag** True

Compounds



Integration Peak List

Start	RT	End	Height	Area
8.04	8.064	8.127	1767905.03	4764370.15

図 27 定性分析レポート - ページ 1/2

www.agilent.com

©Agilent Technologies, Inc. 2012

初版、2012年3月



G6845-96011



Agilent Technologies