Agilent MassHunter GCMS 5977 シリーズ MSD システム用データ測定

入門



注意

© Agilent Technologies, Inc. 2019

本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、本書の一部または全部を複製することはいかなる形態や方法 （電子媒体への保存やデータの抽出または他国語への翻訳など）によっても禁止されています。

マニュアル番号

G7077-96020

エディション

第 1 版 2019 年 1 月

Printed in USA

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

保証

このマニュアルの内容は 「現状有姿」提供されるものであり、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。 Agilent は、法律上許容される最大限の範囲で、このマニュアルおよびこのマニュアルに含まれるいかなる情報に関しても、明示黙示を問わず、商品性の保証や特定目的適合性の保証を含むいかなる保証も行いません。 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。

技術ライセンス

本書で扱っているハードウェアおよびソフトウェアは、ライセンスに基づき提供されており、それらのライセンス条項に従う場合のみ使用または複製することができます。

権利の制限

米国政府の制限付き権利について : 連邦政府に付与されるソフトウェアおよび技術データに係る権利は、エンドユーザーのお客様に通例提供されている権利に限定されています。 Agilent は、ソフトウェアおよび技術データに係る通例の本商用ライセンスを、 FAR 12.211 （Technical Data）および 12.212 （Computer Software）、並びに、国防総省に対しては、DFARS 252.227-7015 （Technical Data -Commercial Items）および DFARS 227.7202-3 （Rights in Commercial Computer Software or Computer Software Documentation）の規定に従い提供します。

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、製品の破損や重要なデータの損失に至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至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、警告を無視して先に進んではなりません。

目次

入門

本書の内容 6

詳細情報の参照先 7

MassHunter オンラインヘルプファイルの使用 8

ハードウェア 10

Agilent 5977 シリーズ MSD システム & Agilent 8890 GC 10

8890 GC 用タッチスクリーン 11

メンテナンススケジュール 12

安全上の注意事項 13

操作上のヒント 14

機器コントロール (Instrument Control) 画面 16

機器コントロール画面のアイコン 17

一般的な MassHunter の作業 21

MSD のスイッチを入れる前に 21

MSD を EI モードで真空排気するには 22

MSD をベントするには 23

MSD を EI モードでチューニングするには 25

GC および MS データ用にシステムを
コンフィグレーションするには 26

サンプルのシングル分析を実行するには 27

手動でサンプルを注入するには 28

メソッド全体を編集するには 29

シーケンスをセットアップするには 31

リテンションタイムロッキングの使用 32

エラーメッセージとトラブルシューティング 36

エラーメッセージ 36

トラブルシューティングのヒント 37

入門

本書の内容　6
詳細情報の参照先　7
MassHunter オンラインヘルプファイルの使用　8
ハードウェア　10
機器コントロール (Instrument Control) 画面　16
一般的な MassHunter の作業　21
エラーメッセージとトラブルシューティング　36

本書の内容

このマニュアルでは、お使いのシステムに装備されているアイテムについて概要を説明します。 GC/MSD システムを初めて使用するときに役立つように構成されています。

以下のような内容があります。

- MassHunter ソフトウェアと Agilent 5977 シリーズ MSD 機器の詳細情報の参照先
- 主要な部品を示したハードウェアの写真
- MassHunter データ測定ソフトウェアのアイコンの説明
- 一般的な MassHunter の操作手順
- メンテナンススケジュールの概要
- 操作のヒント、エラーメッセージ、および
  トラブルシューティングに関する簡単な説明

詳細情報の参照先

このシステムには、**Agilent 5977 シリーズ MSD**、**Agilent 8890 または 7890B シリーズ GC**、 **Agilent MassHunter Workstation ソフトウェア**が含まれています。

ハードウェアとソフトウェアに対する**マニュアル**、**ビデオ**、**ユーザー**アプリケーション、**メソッド**開発ツールも揃っています。これらは以下に収録されています。

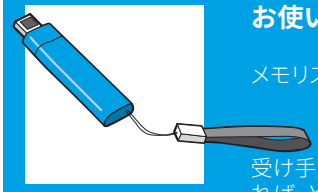
- **「Agilent GC、 GC/MS のマニュアル & ツール」** DVD セット
- **「Agilent GC/MS ソフトウェアの情報 & マニュアル」**メモリスティック



お使いのハードウェアのライブラリをインストールする

ディスク1を DVD ドライブに挿入し、プロンプトに従います。

受け手となるコンピューターに情報をコピーする権限を持つ方であれば、どなたでもインストールできます。



お使いのソフトウェアのライブラリをインストールする

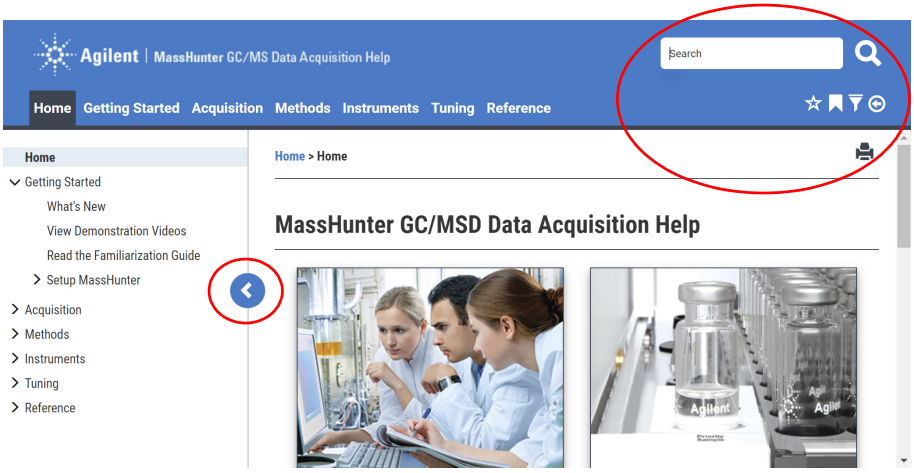
メモリスティックを USB ポートに挿入し、プロンプトに従います。

受け手となるコンピューターに情報をコピーする権限を持つ方であれば、どなたでもインストールできます。

これらの情報をコンピュータにインストールする方法、付属文書の簡単な紹介については、『**Agilent 5977 シリーズ MSD システム クイックスタート**』を参照してください。

MassHunter オンラインヘルプファイルの使用

オンラインヘルプには、データ測定、機器コントロール、データ解析、トラブルシューティングなどに関する広範な情報が含まれています。ヘルプにアクセスするには、**F1** を押して、表示している画面の状況に応じたヘルプを表示するか、［ヘルプ］アイコン をクリックして、ヘルプのホームページを開きます。



ヘルプでは、以下の機能が利用できます。

- 検索用語を入力し、**［検索］**をクリックしてヘルプのコンテンツを検索します。
- **［お気に入りに設定］**をクリックして、現在のトピックをお気に入りリストに保存します。
- **［お気に入り］**をクリックして、お気に入りトピックに設定したトピックを表示します。
- **［フィルター］**をクリックして、選択に基づいてヘルプのコンテンツをフィルターするか、結果を検索します。

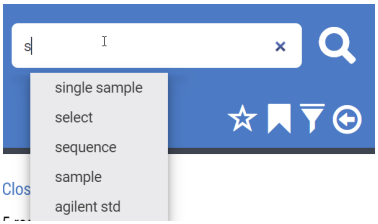
- **［履歴］**をクリックして、現在のセッション中に選択したヘルプトピックを表示します。

- **［印刷］**をクリックして、現在のトピックを印刷するか、 PDF として保存します。

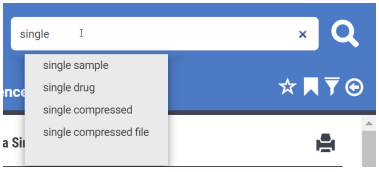
- **［拡大］**または**［最小化］**をクリックして、目次を表示または非表示にします。

予測検索、スペルチェック、完全一致検索、頻度ランク、および PDF 検索が、新しい検索機能として追加されました。

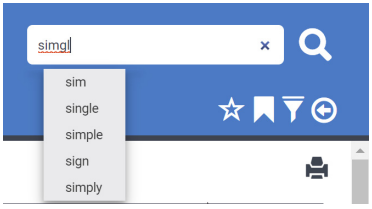
たとえば、１文字入力すると、予測検索のリストが表示されます。



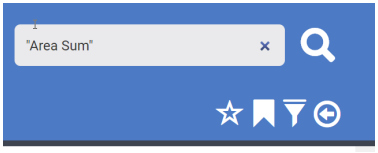
入力を続けると、リストがさらに絞り込まれます。



また、用語のスペルを間違えた場合にも、スペリングの候補が提示されます。

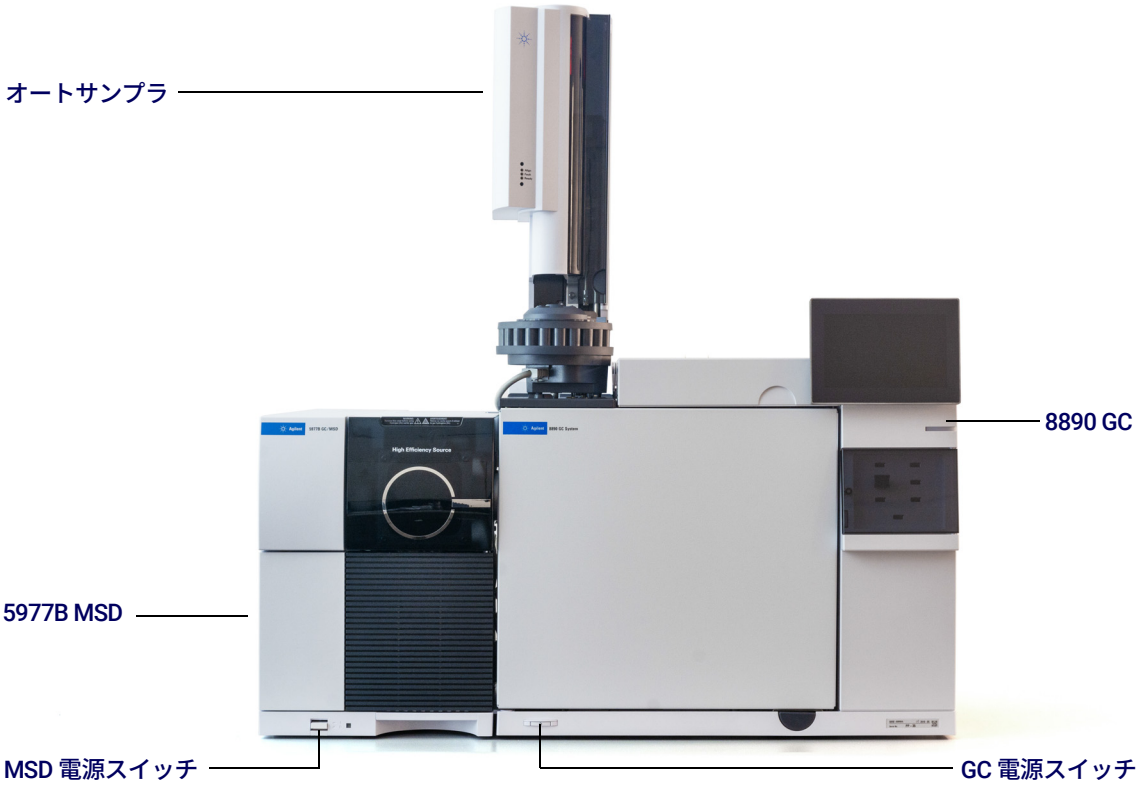


引用符を使用すると、完全一致を検索できます。たとえば、**“Area Sum”** と入力すると、 Area Sum が隣り合ったトピックのみ返されます。引用符を付けないと、検索結果には Area と Sum の両方の用語を含むトピックが検索されます。これらの用語は隣り合っている必要はありません。



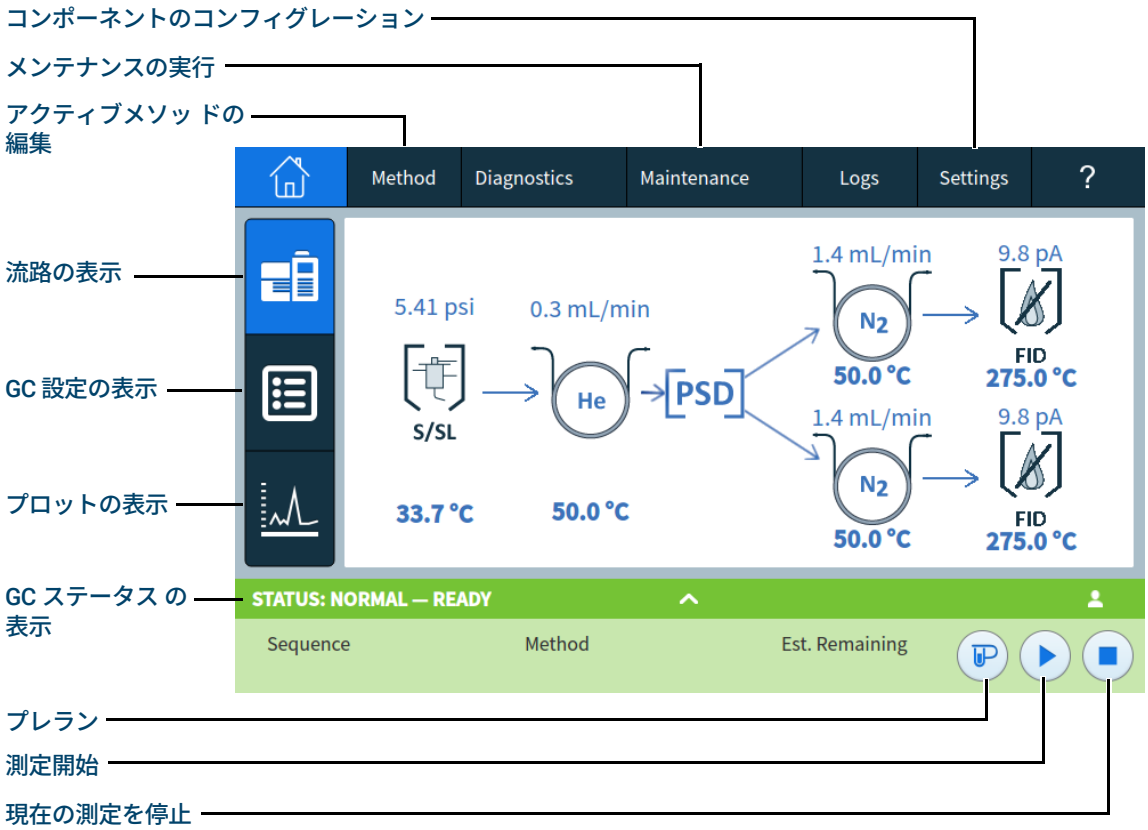
ハードウェア

Agilent 5977 シリーズ MSD システム & Agilent 8890 GC



8890 GC 用タッチスクリーン

MassHunter データ測定ソフトウェアから Agilent 8890 GC の機器コントロールを行うことができます。これにより、GC タッチスクリーンの代わりにソフトウェアを使用して機器をプログラムすることができます。ただし、以下ような一般的な機能をすばやく操作するためにタッチスクリーンを使用する場合もあります。



メンテナンススケジュール

詳細なメンテナンス作業については、システムに付属するハードウェアマニュアルに説明されています。システムメンテナンス実行の頻度はシステムによって異なります。 Agilent の推奨は以下のとおりです。

毎日

- ☐ セプタムをチェックし、必要に応じて交換します。
- ☐ 注入口ライナーが締まっているかどうかチェックします。
- ☐ カラムナットが締まっているかどうかチェックします。
- ☐ ガスボンベをチェックし、 500 psig 未満の場合は交換します。

毎週

- ☐ フォアラインポンプのオイルをチェックします （該当する場合）。
- ☐ 注入口ライナーと O- リングを交換します。
- ☐ ガスフィルターをチェックし、必要に応じて交換します。

毎月

- ☐ スプリット / スプリットレス注入口のベントラインドラップを洗浄します。
- ☐ 漏れがないかどうかチェックします (注入口、カラムインターフェイス)。

6 か月ごと

- ☐ フォアラインポンプのオイルを交換します （該当する場合）。
- ☐ キャリブレーションバイアルをチェックし、必要に応じて補充します。

毎年

- ☐ ディフュージョンポンプのオイルをチェックし、必要に応じて交換します。
- ☐ GC の内部および外部トラップとケミカルフィルタを再生または交換します。

随時

- ☐ MSD をチューニングします。
- ☐ イオン源を洗浄します。
- ☐ キャリアガストラップを交換します。
- ☐ 消耗した部品 （フィラメント、 EM など）を交換します。
- ☐ カラムを交換します。
- ☐ シールをグリースアップします。

安全上の注意事項

警告

MSD に付属するマニュアルで特に指示されない限り、 MSD をオンにした状態または MSD を電源に接続した状態でメンテナンスを行わないでください。

MSD がオフになっていても、 GC/MSD インターフェイスがオンになり、危険なほど高温に達することがあります。オフになった後、 GC/MSD インターフェイスが冷却されるまで時間がかかります。すべての部品は、必ず冷却してから扱ってください。

GC の背後で作業するときは注意してください。オーブンの冷却中、高温の排気が放出され、やけどの原因となる恐れがあります。

有毒な化学部物質を分析したり、有毒な溶剤を使用している場合は、ホースを使用してポンプの排気を試験室の外に誘導してください。標準のフォアラインポンプに付属のオイルトラップが阻止できるのは、フォアラインポンプオイルのみです。有毒な化学物質をトラップしたり、濾過したりすることはできません。

ポンプのオイルを交換するときは、耐薬液手袋と保護めがねを着用します。決してオイルに触れないようにしてください。

注入口、検出器、バルブボックス、および断熱カップの周辺の断熱材には耐熱セラミック繊維 （RCF）が使用されています。 RCF の粒子を吸い込まないようにしてください。作業場所を換気し、長袖、手袋、保護めがね、および使い捨てマスクを着用してください。断熱材はビニール袋に入れ、密閉して廃棄します。 RCF を扱ったら、石けんと冷水で手を洗ってください。

操作上のヒント

- ☐ **定期的**にデータとメソッドをバックアップします。
- ☐ 使用するチューニングファイルがサンプルに適したものであることを確認します。
- ☐ 後で参照できるようにチューニングレポートをノートに記録します。
- ☐ GC および MSD のハードウェアマニュアルに指示されているシステムメンテナンスを実行します。実行したメンテナンスすべての記録を保存しておきます。
- ☐ MSD をベントしているときには、 GC も冷却されているので、注入口ライナーやセプタム等の交換などのメンテナンスを行います。
- ☐ 真空排気の後、 MSD が熱平衡状態になるまで**少なくとも 2 時間**待ってから、チューニングまたはデータ測定を行います。
- ☐ 最適な感度は、一般的に 1.2 mL/min 以下のカラム流量のときに得られます。
- ☐ 1 µL を超える量を注入するときは、パルスドスプリットレスモードを使用して、オーブンの初期温度を 10 ～ 20 °C 上昇させます。
- ☐ スプリットレス注入では、パルススプリットレスモードによって、より定量的なサンプルがカラムに送られます。パルス圧力は、注入口の初期圧力の 2 倍が一般的です。
- ☐ **コンスタントフロー (Constant Flow)** モードを選択すると、多くの場合最も効果的な分離が得られます。
- ☐ 新しいカラムについては、使用を始めてから数回オーブンの温度が上下した後、カラムナットが緩んでいないかどうかをチェックします。
- ☐ **設定 (Settings)** ページには、パラメータのリストがそれらの設定値、実測値とともに表示されます （**カラム流量 (column flow)** 、**オーブン温度 (oven temp)** など）。
- ☐ オートサンプラ洗浄ボトルを洗い流して補充します。途中まで残っているボトルに溶剤を追加しないでください。

- SIM やスキャン取込みモードを使用する際のガイドとして、以下の表を使用します。

作業	モード
未知化合物との混合物を分析する。	スキャン、 SIM/ スキャン
未知量である既知化合物との混合物を分析する （定量）。	スキャン、 SIM、 SIM/ スキャン
混合物内に低レベルで含まれるいくつかの既知化合物の存在を確認する。	SIM

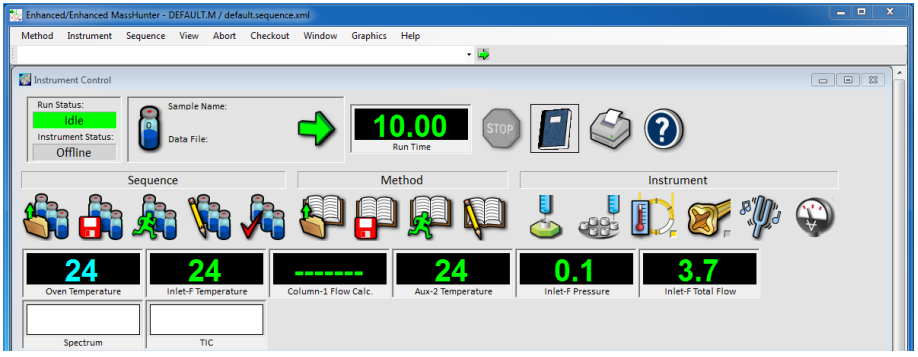
- SIM の質量を選択するとき、スペクトル表示に注記されている公称質量ではなく、表形式のレポートに印刷されたものと同じ質量を使用します。これにより、より正確なデータが得られます。
- SIM 分析を行うときには、１つの amu の比率を他とは区別して判定するのでない限り、低分解能モードを使用します。低分解能により、感度と再現性が最大になります。
- スキャン範囲は、適正なライブラリ検索結果が得られる一番狭い範囲を選択します。これにより、ピーク全体でスペクトルが増え、よりよい定量結果が得られます。

機器コントロール (Instrument Control) 画面

MassHunter を開始すると、[機器コントロール (Instrument Control)] 画面が表示されます。ここから、機器パラメータを設定してモニタします。[チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] 画面が表示されている場合、データ測定の準備ができたら **[表示 (View)] > [機器コントロール (Instrument Control)]** を選択します。

注記

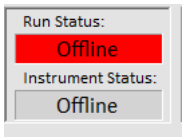
ソフトウェアで使用するメニュー、ボタン、ウィンドウの詳細については、オンラインヘルプを参照してください。



機器コントロール画面のアイコン



シングルサンプルの分析開始
サンプル名、バイアル番号、およびデータファイル名を表示します。緑の矢印をクリックすると、[測定開始 (Start Run)] ダイアログが開きます。



測定ステータスインジケータ
現在の分析のステータスを表示します。



分析時間
分析が進行中の場合、この時計は分析が開始されてからの経過時間を示します。この場合、時計の時刻は増加していきます。スケジュールされたランタイムが、デジタルクロックの下に表示されます。分析が実行されていないときは、この時計は最後の実行からの経過時間をポストラン時間として示します。この場合、時計の時刻は減少していきます。



停止
停止サインは、分析が進行中の場合は赤、分析が進行中でない場合は灰色になります。プレラン、実行、またはポストラン中に、このボタンを使用してシステムを停止します。実行中の場合は、ポストランに移ります。ポストラン中の場合は、アイドル状態に移ります。



ログブック
ログブックメニューを表示します。



印刷
シーケンスログ、現在のシーケンス、および機器パラメータなどの印刷可能な項目が記載されたダイアログボックスを表示します。



ヘルプ
[機器コントロール (Instrument Control)] 画面のヘルプを表示します。それ以外のヘルプシステムにもアクセスできます。



シーケンスの読み込み
[シーケンス読み込み (Load Sequence)] ダイアログを開きます。



シーケンスの保存
[**シーケンス保存 (Save Sequence)**] ダイアログを開きます。



シーケンスの実行
[シーケンス開始 (Start Sequence)] ダイアログを開きます。



シーケンスの編集
[シーケンステーブル (Sequence Table)] ダイアログを開きます。



シーケンスシミュレーション
シーケンスをテストします。



メソッド読み込み
[メソッド読み込み (Load Method)] ダイアログを開きます。



メソッドの保存
現在のメソッドを保存します。



メソッド実行
[測定開始 (Start Run)] ダイアログを開きます。



メソッド情報編集
[メソッド情報 (Method Information)] ダイアログを開きます。メソッドに関するコメントの入力、メソッドのコピーをデータと一緒に保存するかどうかの選択、および実行するメソッドセクションの指定が行えます。



注入口 / 注入タイプ
[注入口 & 注入パラメータ (Inlet and Injection Parameters)] ダイアログを開きます。注入口および使用する注入方法を選択できるようになります。このボックスでは、 MS を使用するかどうかの選択もします。



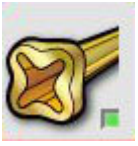
ALS パラメータ
[GC パラメータ編集 (GC Edit Parameters)] ダイアログで ALS パラメータが編集可能になります。



CTC サンプラ
CTC サンプラに、オートサンプラパラメータを設定できるようになります。



GC パラメータ
Agilent 7890A GC パラメータが編集可能になります。



MS パラメータ
MS パラメータが編集可能になります。右下のステータスインジケータの色は、 MS ステータスパネルのインジケータの色によって決まります。



チューニングパラメータ
MS をチューニングできます。
- **MSD チューニング：**完全なオートチューニングを実行します。
- **クイックチューニング**：イオン比を変更することなく、ピーク幅、質量割り当て、およびアバンダンスを調整できます。
- **マニュアルチューニング**：チューニングファイルを手動で編集できます。



真空制御
アナライザを真空排気またはベントできるようになります。

一般的な MassHunter の作業

MSD のスイッチを入れる前に

以下のことを検証して**から** MSD のスイッチを入れて運転を試みてください。

- ベントバルブが閉まっている （つまみが時計回りに最後まで回っていること）。
- 他の真空シールおよびフィッティングすべてが所定の位置にあり、正しく固定されている。危険なキャリアガスあるいは試薬ガスを使用している場合を除き、サイドプレートの前側のネジは締めない。
- MSD が接地された電源に接続されている。
- GC/MSD インターフェイスが GC オーブン内に引き込まれている。
- コンディショニング済みのキャピラリカラムが GC 注入口と GC/MSD インターフェイスに取り付けられている。
- GC はオンであるが、 GC/MSD インターフェイスの加熱部、 GC 注入口、およびオーブンがオフである。
- 純度 99.9995% 以上のキャリアガスが、推奨トラップを使用して GC に配管されている。
- キャリアガスとして水素を使用する場合、キャリアガス流入はオフになっていて、サイドプレートの前側のつまみねじがゆるく締められている。
- フォアラインポンプの排気が適切にベントされている。

警告

フォアラインポンプからの排気には分析対象の溶媒および化学物質が含まれていることがあります。標準のフォアラインポンプを使用している場合には、微量のポンプオイルも残留しています。有毒な溶剤を使用する場合、または有毒化学薬品を分析する場合は、オイルトラップ （標準のポンプ）を取り外してホース （11 mm id）を取り付け、フォアラインポンプの排気を室外または換気ドラフト （排気）に排出してください。現地の規制に従ってください。標準のポンプ用のオイルトラップは、ポンプオイルのみを止めます。有毒な化学物質を止めたり除去することはできません。

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、 MSD が真空排気されるまでキャリアガスを流入させないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が MSD に蓄積して爆発が起こる可能性があります。水素使用時の注意事項マニュアル （G3170-96010）を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。

MSD を EI モードで真空排気するには

警告

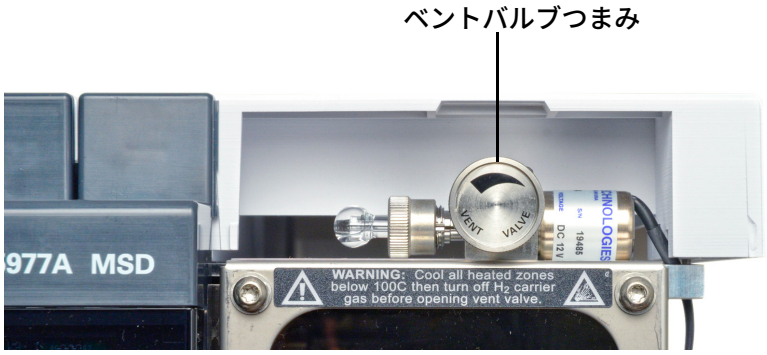
お使いの MSD が 「21 ページの 「MSD のスイッチを入れる前に」」で挙げたすべての条件に合うか確認してから、 MSD を開始して真空排気をしてください。満たしていないと、怪我につながる恐れがあります。

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、 MSD が真空排気されるまでキャリアガスを流入させないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が MSD に蓄積して爆発が起こる可能性があります。水素使用時の注意事項マニュアル （G3170-96010）を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。

1 アナライザのウィンドウカバーを取り外します。

2 ベントバルブのつまみを時計回りに回してベントバルブを閉じます。



3 MSD 電源コードを差し込みます。

4 MSD の前面にある**電源オン**ボタンを押します。

5 正しく密閉されていることを確認するために、サイドプレートを軽く押します。サイドボードの金属ボックスを押してください。

フォアラインポンプがゴボゴボという音をたてます。この音は 1 分以内に止まるはずです。音が止まらない場合、システム内、おそらくサイドプレートのシール、インターフェイスカラムナット、または排気バルブに**大量**の空気漏れがあります。

6 MassHunter データ測定プログラムを開始します。

7 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、 **[機器 (Instrument)] > [MS 真空コントロール (MS Vacuum Control)]** を選択して **[真空コントロール (Vacuum Control)]** ダイアログを表示します。

8 [真空コントロール (Vacuum Control)] ダイアログで、**[真空排気 (Pump Down)]** をクリックし、システムの指示に従います。

注意

キャリアガスを流すまで、すべての GC 加熱部分をオンにしないでください。キャリアガスの流入なしにカラムを加熱すると、カラムに損傷を与えます。

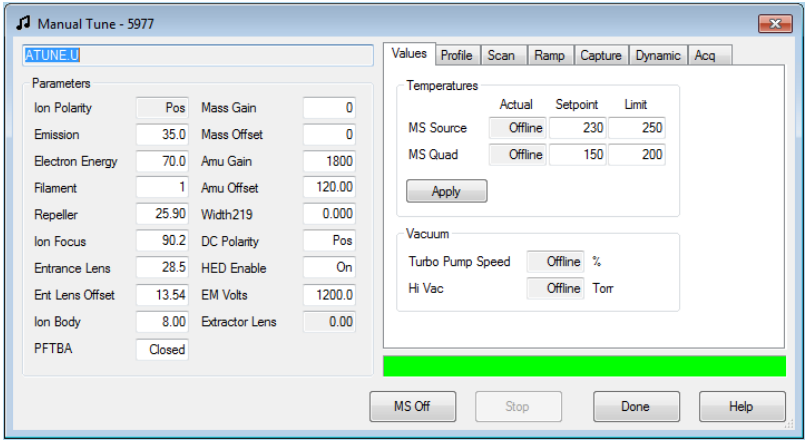
「実行できます (Okay to run)」というメッセージが表示されたら、 MSD が熱平衡化するまで**少なくとも 2 時間**待ちます。 MSD が熱平衡化する前に測定されたデータは再生できない場合があります。

MSD をベントするには

1 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、**[機器 (Instrument)] > [GC パラメータ (GC Parameters)]** を選択して [GC パラメータ編集 (GC Edit Parameters)] ダイアログを表示します。[**オーブン (Oven)**] を選択し、オーブン温度を室温に設定します。さらに、 **Aux ヒーター （MSD トランスファライン）**と**注入口**を選択して、これらの温度を室温に設定します。[**OK**] をクリックしてダイアログを閉じ、この温度を GC に送信します。

2 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、**[機器 (Instrument)] > [チューニングパラメータ編集 (Edit Tune Parameters)]** を選択して、[マニュアルチューニング (Manual Tune)] ダイアログを表示します。

3 [**値 (Values)**] タブを選択し、 MS イオン源と MS 四重極の温度を室温に設定し、[**適用 (Apply)**] をクリックしてこれらの設定を MSD にダウンロードします。



警告

水素をキャリアガスとして使用している場合、 MSD の電源をオフにする前にキャリアガスの流入をオフにしておく必要があります。フォアラインポンプがオフの場合、水素が MSD 内に蓄積し、爆発する危険性があります。水素使用時の注意事項マニュアル （G3170-96010）を読んでから、水素キャリアガスで MSD を作動させてください。

注意

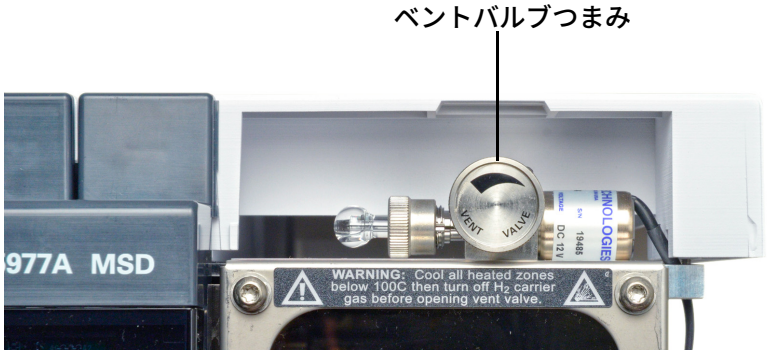
カラムの損傷を防ぐため、 GC オーブンおよび GC/MSD インターフェイスが冷却したことを確認してからキャリアガスの流入をオフにしてください。

4 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、**[機器 (Instrument)] > [MS 真空コントロール (MS Vacuum Control)]** を選択して [真空コントロール (Vacuum Control)] ダイアログを表示します。

5 アナライザのウィンドウカバーを外して、ベントバルブにアクセスできるようにします。

6 [**ベント (Vent)**] をクリックして、 MSD の自動シャットダウンを開始します。表示された指示に従います。

7 指示が表示されてから、ベントバルブつまみを 3/4 回転**だけ**、あるいは空気がアナライザ内に流入するシューという音が聞こえるまで、反時計回りに回してください。



つまみを必要以上に回さ**ない**でください。 O- リングが溝からずれる可能性があります。真空排気の前に、ベントバルブを閉じてください。

MSD を EI モードでチューニングするには

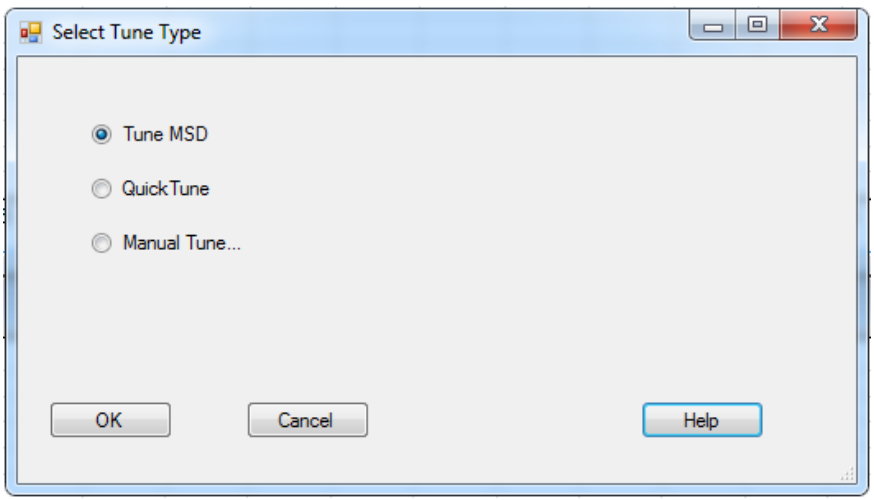
1 データ測定に使用するメソッドを読み込みます。

2 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、[**機器 MS パラメータ (Instrument MS Parameters)**] アイコンをクリックして [**四重極メソッドエディタ (Quadrupole Method Editor)**] ダイアログを表示し、[チューニングファイル (Tune File)] エリアに正しいチューニングファイルが読み込まれていることを確認します。多くの場合、 **ATUNE.U** （オートチューニング）で最良の結果が得られます。 **STUNE.U** （標準チューニング）は感度が低下する可能性があるのでお勧めしません。

3 別のチューニングファイルを選択するには、[**参照 (Browse)**] ボタンを押して、[**チューニングファイル選択 (Select Tune File)**] ダイアログを表示します。[**設定 (Settings)**] 領域に、選択したチューニングファイルの重要なパラメータが表示されます。

チューニングファイルは、アナライザのイオン源のタイプと一致する必要があります。 EI イオン源を使用する場合、 EI イオン源用に作成されたチューニングファイルを選択します。

4 [**MS チューニング (MS Tune)**] アイコンをクリックして、[**チューニングタイプ選択 (Select Tune Type)**] ダイアログを表示します。



5 [**MSD チューニング (Tune MSD)**] を選択して、オートチューニングを完了します。または、イオン比率を変えずにピーク幅、質量指定、およびアバンダンスを調整する場合は、[**クイックチューニング (Quick Tune)**] を選択します。または、[**マニュアルチューニング (Manual Tune)**] を選択して [マニュアルチューニング (Manual Tune)] ダイアログとグラフを表示し、手動でチューニングファイルを編集します。

6 [**OK**] をクリックしてこのダイアログを閉じ、チューニングを開始します。MSD の温度が安定していない場合、お待ちくださいというメッセージが表示されますが、無視する場合は [**無視 (Override)**] をクリックします。

7 チューニングが完了してレポートが作成されるまで待ちます。

8 チューニング結果を評価するには、 [**チェックアウト (Checkout)**] メニューから [**チューニングの評価 (Evaluate Tune)**] を選択します。

チューニング結果の履歴を表示するには、 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で
[チェックアウト (Checkout)] > [前のチューニングの表示 ...(View Previous Tunes...)] を選択します。

MSD をマニュアルでチューニングするか、特別なオートチューニングを実行するには、
[表示 (View)] >[チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)] を選択します。チューニングに関するさらに詳しい情報については、 MassHunter データ測定ソフトウェアに添付のマニュアルとオンラインヘルプを参照してください。

GC および MS データ用にシステムを コンフィグレーションするには

1 注入口と注入パラメータの設定を行って、 [**MS 使用 (Use MS)**] チェックボックスがオンになっていることを確認します。

2 **[機器 (Instrument)] > [GC パラメータ (GC Parameters)]** を選択して、[GC パラメータの編集 (GC Edit Parameters)] ダイアログを表示します。

3 [**コンフィグレーション (Configuration)**] タブから、 [**その他 (Miscellaneous)**] タブを選択します。

4 [**Aux 温度タイプ (Thermal Aux Type)**] が [**MS トランスファライン (MS Transfer Line)**] に設定されていることを確認します。

5 [**カラム (Columns)**] タブをクリックして、 MS に取り付けられたカラムの [**出口 (Outlet)**] が [**真空 (Vacuum)**] を選択していることを確認します。

6 変更を行った場合は、 [**OK**] をクリックします。変更を行っていない場合は、 [**キャンセル (Cancel)**] をクリックして、メソッドを未変更のままにします。

サンプルのシングル分析を実行するには

1 **[メソッド (Method)] > [メソッド読み込み (Load Method)]** を選択するか、[**メソッドの読み込み (Load Method)**] アイコンをクリックして、[フォルダ参照 (Browse for Folder)] ダイアログを表示します。

2 この測定を実行するためのメソッドファイルを選択して、[**OK**] をクリックします。

3 **[メソッド (Method)] > [メソッド実行 (Run Method)]** を選択するか、[機器コントロール (Instrument Contro)] 画面上の大きい緑の矢印をクリックして、[測定開始 (Start Run)] ダイアログを表示します。

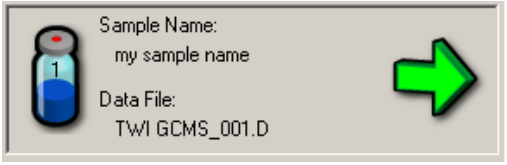
4 [測定開始 (Start Run)] ダイアログで、[**データファイル名 (Data File Name)**] を入力します。[**サンプル名 (Sample Name)**] と [**一般情報 (Misc. Info.)**] を入力します。これは、データファイルに保存されるオプション情報です。[**サンプルアマウント (Sample Amount)**]、[**希釈倍率 (Multiplier)**]、およびサンプルを ALS トレイに格納するときの [**バイアル番号 (Vial Number)**] 位置情報を入力します。

   G4515A BCR トレイを取り付けた Agilent 7693 ALS を使用している場合は、[**予測バーコード (Expected Barcode)**] フィールドに値を入力する必要があります。バーコード値を入力しない場合は、大文字と小文字を区別しない文字列　**Off**　を入力して、存在しないバーコードの読み取りを無効にします。

5 [メソッド実行範囲 (Method Sections to Run)] ボックスで、[**データ測定 (Data Acquisition)**] を選択します。

6 [**OK & メソッド実行 (OK and Run Method)**] をクリックします。

   バイアル番号、サンプル名、データファイル名が [サンプル実行 (Sample Run)] ボックスに表示されます。分析時間は、[分析時間 (Run Time)] ボックスの合計実行時間の上に表示されます。左上隅の [ステータス (Status)] ボックスには、プレランのステータスのシステムが表示されます。このステータスは、サンプル注入後にランステータスに変わります。[機器コントロール (Instrument Control)] 画面のアイコンは淡色表示され、実行が終了するまで [測定終了 (Stop Run)] アイコン以外のすべての機器コントロールが無効化されます。



複数の自動分析を実行

この手順では、前に作成したシーケンステーブルを使用します。

1 [機器コントロール (Instrument Control)] 画面で、**[シーケンス (Sequence)] > [シーケンスの読み込み (Load Sequence)]** を選択して、[シーケンス読み込み (Load Sequence)] ダイアログを表示します。

2 シーケンスファイルを選択して、[**開く (Open)**] をクリックします。必要に応じて、[ファイルの場所 (Look In)] フィールドを参照して、保存されたシーケンスが含まれているディレクトリを探します。

3 **[シーケンス (Sequence)] > [シーケンスの実行 (Run Sequence)]** をクリックするか、[**シーケンス実行 (Run Sequence)**] アイコンをクリックして、[シーケンス開始 (Start Sequence)] ダイアログを表示します。

4 [シーケンスコメント (Sequence Comment)] フィールドに、コメントを入力します。

5 [**シーケンス実行 (Run Sequence)**] をクリックして、自動シーケンスを開始します。

[機器コントロール (Instrument Control)] 画面の上に、シーケンスのステータスを示す黄色のバーが表示されます。ボタンを使用して、シーケンスを編集したり休止したりできます。サンプル実行時にシーケンスを編集または休止すると、現在のサンプルの実行は完了しますが、その他のサンプルはシーケンステーブルを閉じるか、休止したシーケンスを再開するまで処理できなくなります。

手動でサンプルを注入するには

[機器コントロール (Instrument Control)] 画面から以下の手順を実行します。

1 [機器 (Instrument)] メニューから、[**機器 (Instrument)] > [導入 / 注入のタイプ (Inlet/Injector Types)**] を選択します。

2 [注入口 注入パラメータ (Inlet and Injection Parameters)] ダイアログで、注入ソースとして [**マニュアル (Manual)**] を選択し、[**OK**] をクリックして続行します。

3 GC タッチスクリーンの  [**プレラン (Prep Run)**] をタッチします。これによりガスセーバー機能が取り消され、注入口フローが設定値になり、スプリットベントバルブが閉じられます (スプリットレス注入のみ) 。

4 **[メソッド (Method)] > [メソッド実行 (Run Method)]** を選択します。

5 [測定開始 (Start Run)] ダイアログが表示されたら、サンプル情報を以下のように指定します。

- ☐ サンプル用に固有のデータパスを指定します。
- ☐ サンプル用に固有のデータファイル名を指定します。
- ☐ (オプション) この注入を文書化するために [**オペレータ名 (Operator Name)**]、 [**サンプル名 (Sample Name)**]、および [**一般情報 (Misc Info)**] フィールドに入力します。
- ☐ [**データ測定 (Data Acquisition)**] オプションが選択されていることを確認します。
- ☐ (オプション) メソッドで指定したデータ解析レポートのいずれかを作成する場合は、 [**データ解析 (Data Analysis)**] オプションを選択します。

6 [**メソッド実行 (Run Method)**] をクリックして分析を開始します。温度が安定している場合は、 [注入準備 (Prepare To Inject)] ダイアログが表示されます。それ以外の場合は、メッセージ 「GC の準備待ち (Waiting for GC ready)」 が表示されます。

7 GC 温度が安定したら （タッチスクリーン下部のステータスが READY になります）、サンプルを注入し、 GC タッチスクリーンの [**開始 (Start)**] **をタッチします。**

注意 **GC がレディー状態になるまでサンプルを注入しないでください。分析結果が矛盾する原因となります。**

メソッド全体を編集するには

Classic （ChemStation） DrugQuant 用にコンフィグレーションしているときは、オンラインヘルプの説明に従って、この手順のかわりにメソッド全体の編集 （DrugQuant） を使用してください。

1 **[メソッド (Method)] > [メソッド読み込み (Load Method)]** を選択します。

2 測定に使用するメソッドファイルを選択し、 [**OK**] をクリックします。

MS をコンフィグレーションしたシステムでメソッドを読み込むと、イオン源と四重極の実際の温度と、メソッドのチューニングファイルに保存されている設定値の温度が比較されます。それらの結果が 3 °C の許容範囲内でない場合は、新しい設定値をダウンロードするかどうかをたずねられます。

3 **[メソッド (Method)] > [メソッド全体の編集 (Edit Entire Method)]** を選択するか、[**メソッド全体の編集 (Edit Entire Method)**] アイコンをクリックします。 [メソッド編集 (Edit Method)] ダイアログが表示されます。

4 [**情報 (Information)**] チェックボックスを選択すると、 [メソッド情報 (Method Information)] ダイアログが編集できます。

5 [**機器 / 測定 (Instrument/Acquisition)**] チェックボックスを選択して、以下のダイアログを編集します。

- 注入口 & 注入パラメータ (Inlet and Injection Parameters)
- GC パラメータ編集 (GC Edit Parameters)
- GC 用リアルタイムプロット
- MS および MSD メソッドエディタ (MS or MSD Method Editor)
- モニタ選択 (Select Monitors)

6 **[OK]** をクリックします。表示されるダイアログは、前のステップで選択したオプションによって異なります。

7 [メソッド情報 (Method Information)] ダイアログが表示される場合、オプションとしてメソッドに関するコメントを入力し、メソッドのコピーをデータと共に保存するかどうかを選択します。次に、メソッドの実行範囲を指定します。メソッドの [データ解析 (Data Analysis)] セクションを選択すると、自動データ解析機能が有効になります。編集が終了したら、[**OK**] をクリックして次のダイアログを表示します。

8 [注入口 & 注入パラメータ (Inlet and Injection Parameters)] ダイアログが表示される場合、注入口と注入のパラメータを設定します。編集が終了したら、 [**OK**] をクリックして次のダイアログを表示します。

9 [GC パラメータ編集 (Edit GC Parameters)] ダイアログが表示される場合、GC パラメータを編集します。必要に応じて、 GC データのリアルタイムプロットを表示する場合は [**シグナル (Signals)**] アイコンをクリックし、表示する最大 4 つの GC シグナルを設定します。編集が終了したら、 [**OK**] をクリックして次のダイアログを表示します。

10 [GC 用リアルタイムプロット (Real Time Plots for GC)] ダイアログが表示される場合、前のステップで行ったシグナルのコンフィグレーションに基づき、表示する **GC シグナル**を選択します。編集が終了したら、 [**OK**] をクリックして次のダイアログを表示します。

11 [MS メソッドエディタ (MS Method Editor)] ダイアログが表示される場合、MS のスキャンパラメータを設定します。[シングル四重極 MS メソッドエディタ (Single Quadrupole MS Method Editor)] ダイアログが表示される場合、 MSD のスキャンパラメータを設定します。

   a 必要に応じて、メソッドエディタの [リアルタイムプロット表示 (Real-Time Plot Display)] タブで MS データのリアルタイムプロットを指定するために必要な値を入力します。

   b 必要に応じて、メソッドエディタの [タイムイベント (Timed Events)] タブで [タイムイベント (Timed Events)] の値を入力します。

12 編集が終了したら、 [**OK**] をクリックして [メソッドエディタ (Method Editor)] ダイアログを閉じます。

13 [モニタ選択 (Select Monitors)] ダイアログが表示される場合、希望モニタを [使用可能なモニタ (Available Monitors)] 列から [選択されたモニタ (Selected Monitors)] 列に移動します。終了したら、[**OK**] をクリックします。

14 メソッドを保存します。

シーケンスをセットアップするには

シーケンステーブルを使用して、シーケンスを設定します。シーケンステーブル内の各行には、１つのサンプル （ALS の場合は１つのバイアル）の分析に関する情報が含まれています。

1 **[シーケンス (Sequence)] > [シーケンスの編集 (Edit Sequence)]** を選択するか、ツールバーの [**シーケンスの編集 (Edit Sequence)**] アイコンをクリックして、シーケンステーブルを表示します。

2 前に保存したシーケンステーブルの列レイアウトを使用するには、 [**ツール (Tools)**] をクリックし、ドロップダウンリストから [**列のレイアウト読み込み (Load Column Layout)**] を選択して、 [開く (Open)] ダイアログを表示します。

   適切なレイアウトが含まれているファイルを選択して、 [**開く (Open)**] をクリックします。

3 シーケンステーブルに表示する列をコンフィグレーションするには、テーブルツールバーの [**ツール (Tools)**] をクリックして、[**列の追加 / 削除 (Add/Remove Columns)**] を選択します。

4 現在の表示されているテーブルの行数以上のサンプル行を追加する場合は、以下のようにしてください。テーブル行を一行選択します。 New Sample(s) 下矢印をクリックし、サンプル行を挿入します。 [**1 サンプル**] を選択すると１つの新しいサンプル行が、[**5 サンプル**] を選択すると５つの新しいサンプル行が、テーブル最下部に挿入されます。 [**N サンプル (N Samples)**] を選択すると、テーブルに追加するサンプル数を指定できます。 [**挿入 (Insert)**] を選択すると、現在選択されている行の上に新しい行が追加されます。

5 それぞれのサンプルに適用するすべてのパラメータに対して必要な値を入力して、シーケンステーブルを編集します。

G4515A BCR トレイが取り付けられた Agilent 7693 ALS を使用するときは、 [予測バーコード (Expected Barcode)] 列に値を入力する必要があります。バーコード値を入力しない場合は、大文字と小文字を区別しない文字列 **Off** を入力して、存在しないバーコードの読み取りを無効にします。

ALS およびトレイで [サンプルのオーバーラップ (Sample Overlap)] を使用する場合は、シーケンスですべてのサンプルに対してサンプルのオーバーラップが定義されているメソッドを使用する必要があります。

6 選択したセルの値をそれに続くすべてのセルにインクリメントするには、テーブルのセルを選択して  をクリックします。

7 終了したら、[**OK**] をクリックしてシーケンステーブルを閉じます。

8 シーケンスの保存を実行します。

リテンションタイムロッキングの使用

概要

リテンションタイムロック （RTL）では、目的のリテンションタイムがわかっている化合物のデータの測定を、現在のメソッド設定値付近のさまざまな注入口圧力 （-20%、 -10%、公称、 +10%、 +20%）で行います。５つの実行結果を評価して、その特定の機器の特性を表す圧力 / リテンションタイム曲線が生成されます。その曲線に基づいて、目的の時間でロック化合物を溶出させる予測圧力を計算して保存し、メソッドがその圧力で実行されるように設定します。

メソッドのロック

このパネルでは、 RTL キャリブレーションの実行用の圧力と ALS バイアルを指定できます。デフォルトのパラメータは、メニュー項目によって現在使用されているパラメータと同じになります。現在のメソッド設定値の ± 20% の範囲でパラメータを変更できます。

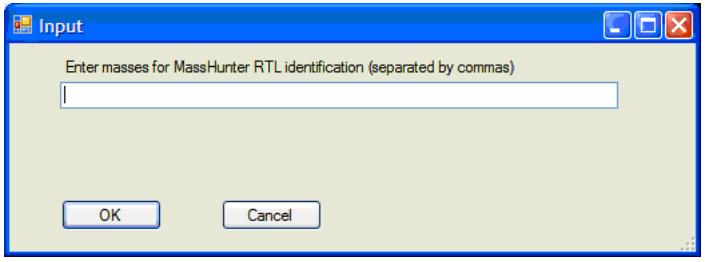
1 ロックするメソッドの読み込みを実行します。必要に応じて、メソッドの編集を行います。

2 **[メソッド (Method)] > [RT ロックキャリブレーションデータの測定 (Acquire RT Lock Calibration Data)]** をクリックします。ダイアログに、「異なる圧力で 5 点のデータ採取を実行します。続けますか ?」というメッセージが表示されます。

3 **[はい (Yes)]** をクリックします。

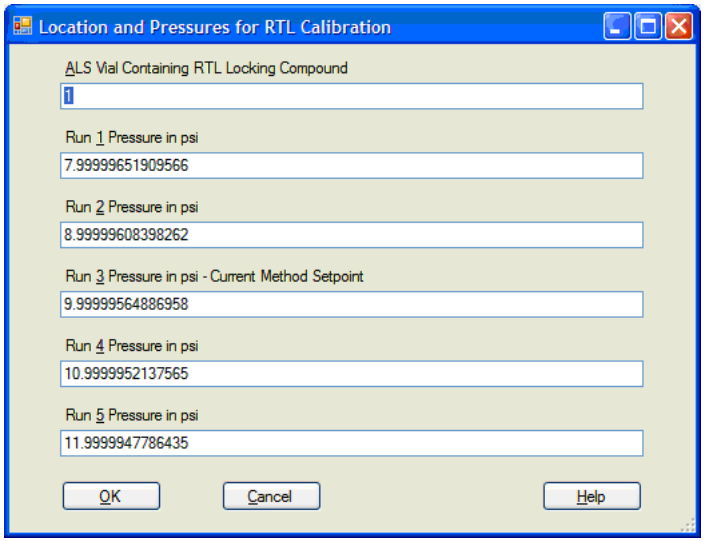
読み込まれたメソッドがすでにロックされている場合、すべてのロック済みデータが削除されることを警告する注意ダイアログが表示されます。[**はい (Yes)**] をクリックして続行し、既存のキャリブレーションを削除するか、 [**いいえ (No)**] をクリックして再キャリブレーションを中断します。

4 **［OK］** をクリックします。 MassHunter RTL 同定用の質量を入力するように指示されます。



5 質量値を入力します。複数の質量値を入力する場合は、カンマで区切ります。 **[OK]** をクリックします。

これにより、５つの RTL 実行用に圧力と ALS バイアルを設定できるダイアログボックスが表示されます。 ALS サンプルに使用するバイアルの位置を入力します。



6 **[OK]** をクリックします。

ダイアログボックスに、「サンプルを確認してください : ポジション vial_position」というメッセージが表示されます。ここで、 vial_position は前のステップで入力したバイアル位置です。

7 **[OK]** を選択して、分析を開始します。

8 測定では、クリーンアウト （cleanout.d）の後、さらに５回の分析（rtlock1 ～ rtlock5）が rtlock1.d から実行されます。表示されるメッセージボックスに、 RTL 計算時間が示されます。 **[OK]** をクリックします。

9 ロックキャリブレーションデータファイルを残すには [**はい (Yes)**] をクリックします。

10 データを適用または変更し、 [データファイルをロックする RT を入力 (Enter the Locking RT for subsequent data files)] に対して **[OK]** をクリックします。

11 [ロック圧力をメソッドに保存 (Save lock pressure to method)] に対して **[OK]** をクリックします。

ステータス行に [RTL キャリブレーション設定完了] と表示されれば、ロック処理は完了です。

12 メソッドを保存します。

メソッドのロック解除

1 ロック解除するメソッドの読み込みを実行します。

2 [機器コントロール (Instrument Control)] パネルから、**[メソッド (Method)] > [メソッドのロック解除 (Unlock Method)]** を選択します。

3 メッセージボックスが表示されたら、[**はい (Yes)**] をクリックします。これによりメソッドからロックフラグが削除され、マニュアルカラム流量調整を実行できるようになります。

4 別の名前を使用して、メソッドを保存します。

メソッドの再ロック

1 再ロックするメソッドを読み込みます。

2 [機器コントロール (Instrument Control)] パネルから、**[メソッド (Method)] > [Relock Method (メソッドの再ロック)]** を選択します。

3 システムのプロンプトが表示されたら質量値を、複数の場合はカンマ区切りで入力します。［**OK**］をクリックします。これにより、５つの RTL 実行用に圧力と ALS バイアルを設定できるダイアログボックスが表示されます。 ALS サンプルに使用するバイアルの位置を入力します。

4 ［**OK**］をクリックします。「サンプルポジションは 1 にする必要があります」というメッセージが表示されます。

5 [**OK**] を選択して、分析を開始します。

6 測定が開始され、その５つの実行が rtlock1.d から開始されていることを確認します。実行ごとの圧力がほとんど一定になっていることを確認します。表示されるメッセージボックスに、 RTL 計算時間が示されます。［**OK**］をクリックします。

7 表示されるメッセージに、 LSTSQFIT 係数が示されます。［**OK**］をクリックします。

8 ロックキャリブレーションデータファイルを残すには [**はい (Yes)**] をクリックします。

9 [データファイルをロックする RT を入力 (Enter the Locking RT for subsequent data files)] に対して [**OK**] をクリックします。

10 [ロック圧力をメソッドに保存 (Save lock pressure to method)] に対して [**OK**] をクリックします。

11 メソッドを保存します。

エラーメッセージとト ラブルシューティング

エラーメッセージ

MSD に問題が発生すると、 MassHunter ソフトウェアにエラーメッセージが表示されます。一部のエラーメッセージはチューニング時にのみ表示されます。チューニング時または機器コントロール時に表示されるものもあります。

また、メッセージではなくエラー番号だけが表示されることもあります。この番号は１つ以上のエラーメッセージを表す場合があります。

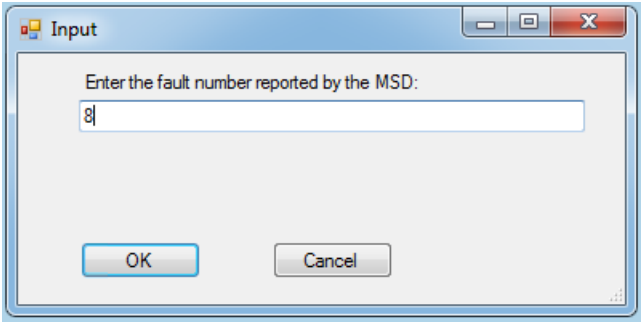
番号をエラーメッセージに解釈するには、以下の手順を実行します。

1 番号を書き留めます。

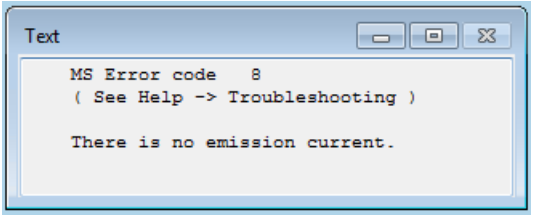
2 [機器コントロール (Instrument Control)] で、**[表示 (View)] > [チューニングと真空制御 (Tune and Vacuum Control)]** を選択します。

3 **[ステータス (Status)] > [MS エラーコード (MS Error Codes)]** を選択します。

4 表示されたボックス内にエラー番号を入力し、 [**OK**] をクリックします。



対応するエラーメッセージ (複数の場合もあり) が表示されます。



トラブルシューティングのヒント

MSD LAN エラー

MSD はオンになっていますが、「*Server not found! Check LAN connection* (サーバーが見つかりません。*LAN* 接続を確認してください)」というステータスが点滅しています。

MSD を最初にオンにした場合の正常な動作です。 MassHunter データ測定ソフトウェアがまだ MSD との接続を確立していないことを意味します。真空排気が開始した後も依然として表示されている場合、以下の原因が考えられます。

- 一時的な電源障害により通信が中断されたとき。
- MSD と、MassHunter データ測定ソフトウェア、Agilent Bootp サービス、スイッチ / ハブとの間の接続が不良である場合。
- LAN 用の Agilent Bootp サービスに MSD の MAC アドレスと IP アドレスが正しく設定されていない場合。

ベースラインの上昇

- カラムブリード
- その他の汚染物質

フォアラインまたは真空マニホールドの圧力が高すぎる

- カラム流量が多すぎる
- 空気漏れ
- ディフュージョンポンプのオイルレベルが低すぎる
- ディフュージョンポンプのオイルが汚染されている
- フォアラインポンプのオイルレベルが低すぎる
- フォアラインポンプオイルの汚染
- フォアラインホースの狭窄 (これにより真空マニホールド圧力は極端に上昇するがフォアライン圧力は極端に低下する)

質量スペクトルの高バックグラウンド

- 空気漏れ
- フォアラインまたは真空マニホールドの圧力が高すぎる
- その他の汚染物質

m/z 18、 28、 31、 44 のイオン

- 検出機器が十分に真空排気されていない (空気と水の残留)
- 空気漏れ

同位体元素がないか、同位体元素比が正しくない

- チューニングが正しくない
- イオン源が汚れている
- 高バックグラウンド
- EM の電圧が高すぎる
- リペラー電圧が高すぎる
- スキャン速度が高い （スキャンモード）
- ドウェルタイムが短い （SIM モード）
- ピークの幅が広すぎる、または狭すぎる
- エントランスレンズとイオンフォーカスのリード線が逆になっている
- エントランスレンズ、フォーカス、またはエクストラクタレンズが交差している

ピークがない

- サンプルの濃度が正しくない
- 対象化合物が存在しない
- シリンジがない、または正しく取り付けられていない (ALS のみ)
- サンプルバイアルが空
- スプリットレスモードではなくスプリットモードでの注入

ピークテーリング

- サンプルパスに活性点がある
- 注入量が多すぎる
- 注入口の温度が低すぎる
- カラム流量が少なすぎる
- GC/MSD インターフェイスまたはイオン源の温度が低すぎる

ピークトップが平ら

- 溶媒待ち時間が短すぎる
- 表示倍率が誤っている
- 注入量が多すぎる
- EM の電圧が高すぎる

ピークにスプリットトップがある

- 注入テクニックが正しくない
- 注入量が多すぎる

ピーク幅が一定でない

- チューニングが正しくない
- キャリブレーションバイヤルに PFTBA および PFDTD がない
- キャリブレーションバルブの障害
- イオン源が汚れている
- EM の劣化
- MSD の温度が平衡に達するだけの十分な時間がなかった
- 実験室の温度変動が大きい

再現性が悪い

- シリンジニードルが汚れている
- 注入口からの漏れ
- 注入口ライナーと注入量の不一致
- カラム接続がゆるい
- 圧力、カラム流量、温度が一定でない
- イオン源が汚れている
- アナライザの接続がゆるい
- グランドアースが取られていない

感度が悪い

- チューニングが正しくない
- チューニングファイルが分析タイプと一致しない
- 温度が正しくない
- サンプルの濃度が正しくない
- 注入口からの漏れ
- スプリット比の誤り
- スプリットレスモードでのスプリットレス時間が短すぎる
- MSD 内の圧力が高すぎる
- イオン源が汚れている
- 空気漏れ
- 検出器が正しく機能しない
- フィラメントの動作が正しくない
- マスフィルタの極性が正しくない

リテンションタイム （RT）のドリフト

- カラムが短くなった （RT の短縮）
- カラムが古い （RT の短縮）
- サンプル流量経路に活性点がある （RT の延長）
- カラム流量が減少 （RT の延長）
- 注入口からの漏れ （RT の延長）
- オーブンの初期温度が変更された （上昇 = RT の短縮、
  下降 = RT の延長）

詳細については、オンラインヘルプの 「MSD 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。

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2019

第 1 版 2019年1月

G7077-96020

Agilent