

# Agilent 6100 シリーズシングル四重 極 LC/MS システム

## クイックスタートガイド

詳細情報の入手先	2
コンフィグレーションダイアグラム	3
ChemStation 表示	5
基本機能	20
操作のヒント	27
トラブルシューティングのヒント	29
安全性警告	32

今回リリースされる ChemStation ソフトウェア (B.03.01 SR1) と Agilent 6100 シリーズ LC/MS 機器には、ラボの分析にさらに高速なスループットをもたらすように、多くの改良がなされています。

## 新機能

- 6130 と 6140 モデルにおいて、最高 10 スペクトル / 秒（ポジティブ 5 回とネガティブ 5 回）を提供するための、最短 20 msec のスキャン間高速ポジティブ / ネガティブ極性切り換えを実現
- 6130 と 6140 モデルにおいて、バンド広がり最小となり、半値幅が UV 検出器のピーク幅により近づくように、さらに狭いマススペクトルクロマトグラフピークを実現
- G6110A モデルでは溶媒誘導弁キットとマルチモードイオン源をサポート
- 6130 と 6140 モデルにおいて、LC/MS 分析間サイクルタイムを 10 秒以下に向上
- 騒音の軽減



Agilent Technologies

## 詳細情報の入手先

- HPLC- チップキューブのサポート (Agilent 6140 モデルのみ)
- 6140 モデルにおいて、10 kDa/s の超高速スキャンニングのデータ品質を向上
- 6130 モデルにおいて、5 kDa/s の高速スキャンニングのデータ品質を向上
- PDF 印刷のサポート

## 詳細情報の入手先

お使いの Agilent 6100 シリーズ LC/MS システムの使用方法を習得するには、以下のリソースをご使用ください。

### オンラインヘルプ

この『*クイックスタートガイド*』に記載されていない詳細情報については、オンラインヘルプをご利用ください。オンラインヘルプは、以下のいずれかの方法で表示できます。

- ツールバーの [ヘルプ] ボタンをクリックします。
- [ヘルプ] メニューから [ヘルプトピック] を選択します。
- タスク関連のヘルプを表示するには、通常のダイアログボックス上の [ヘルプ] ボタンをクリックします。

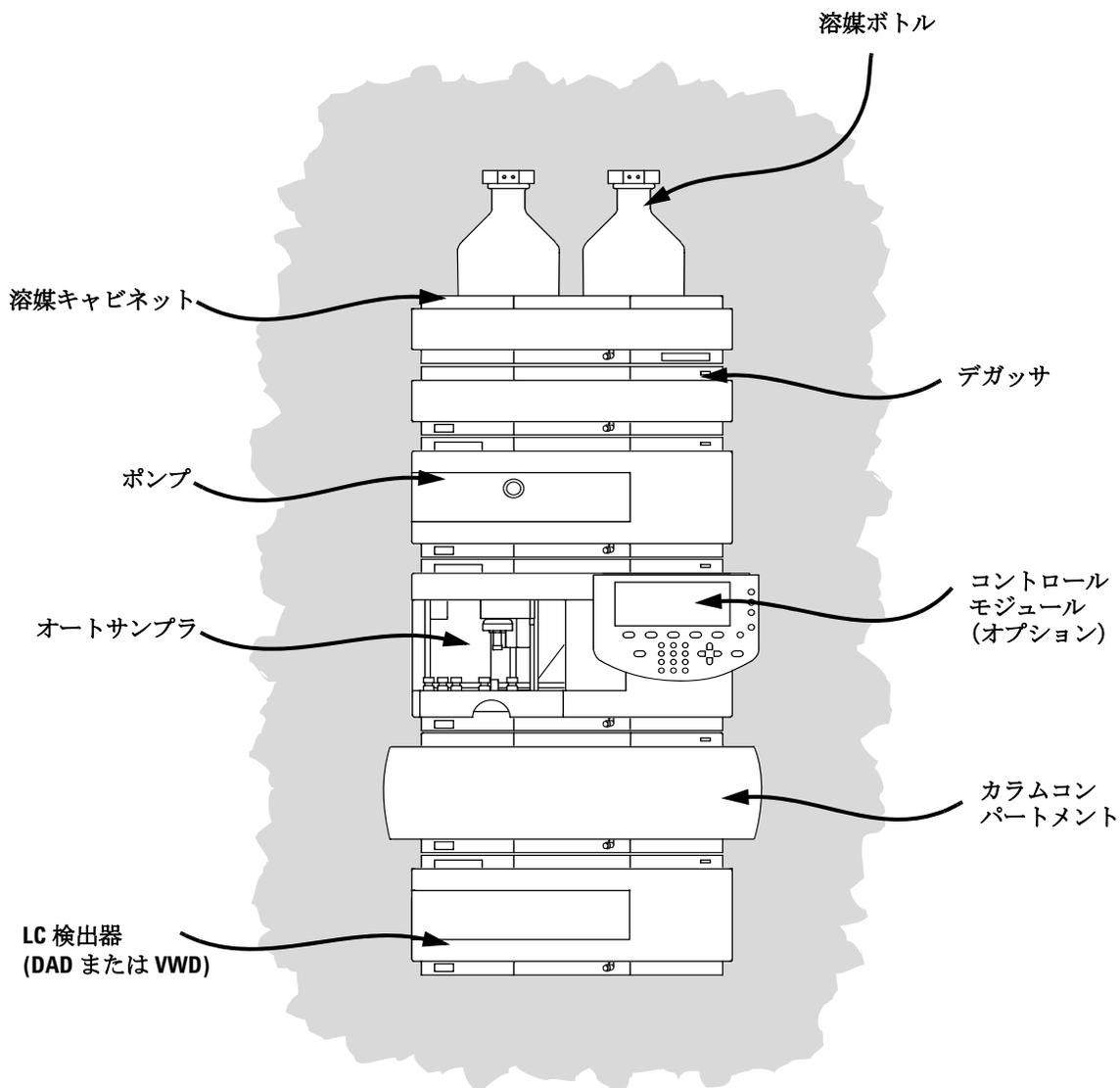
### マニュアル

お使いのシステムには以下のマニュアルが付属し、PDF 形式でも参照できます。

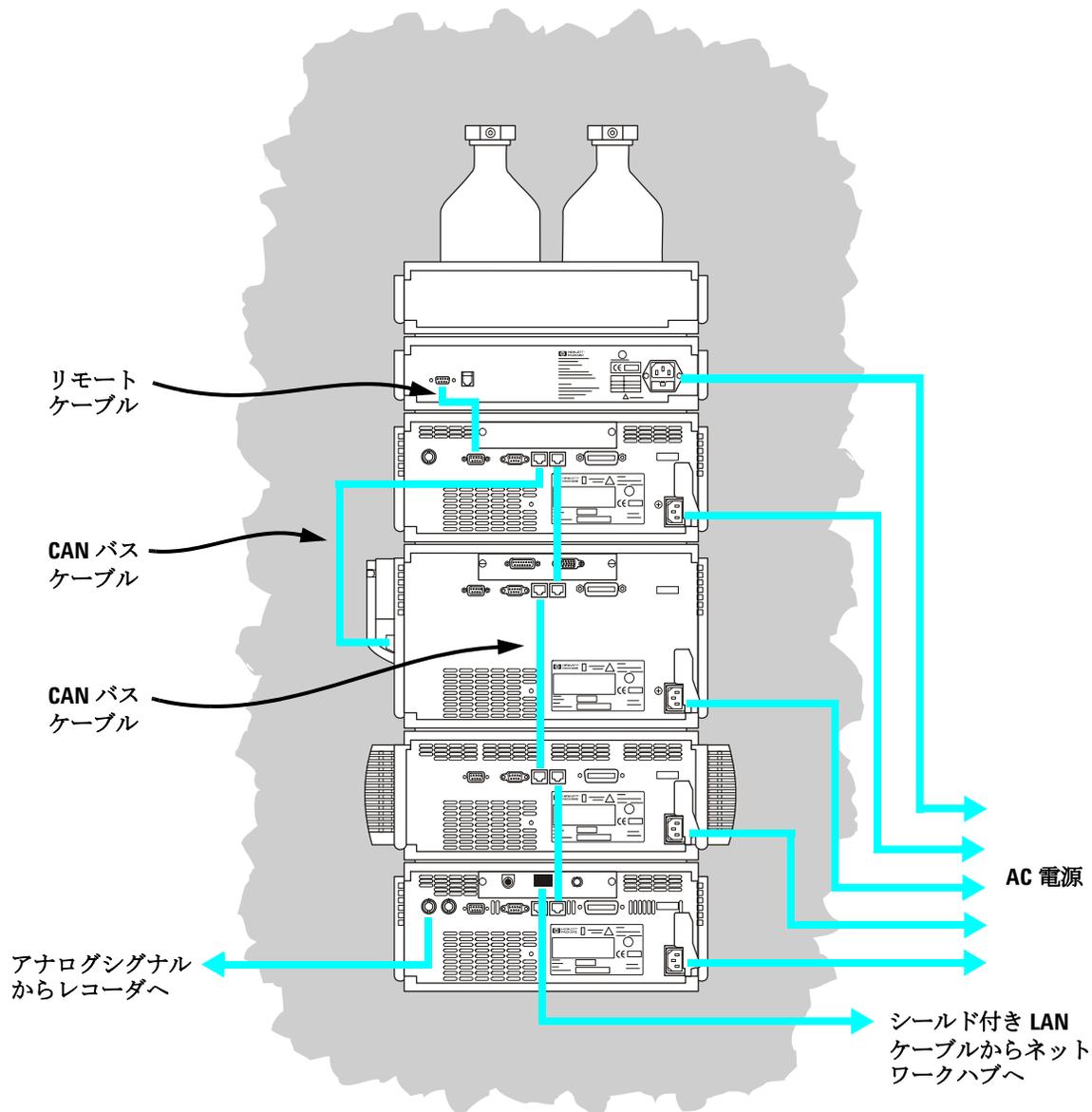
- 『*Agilent 6100 シリーズシングル四重極 LC/MS システム クイックスタートガイド*』
- 『*Agilent 6100 シリーズシングル四重極 LC/MS システムインストールガイド*』
- 『*Agilent 6100 シリーズシングル四重極 LC/MS システムメンテナンスガイド*』
- 『*Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS コンセプトガイド*』
- 『*Agilent 6100 シリーズ四重極 LC/MS ファミリアリゼーションガイド*』

# コンフィグレーションダイアグラム

## 1100 または 1200 シリーズ LC



## LC ケーブル



## ChemStation 表示

LC/MS 四重極 ChemStation ソフトウェア表示は、[メソッド & ランコントロール]ビュー、[データ解析]画面、[レポートレイアウト]ビュー、[ベリフィケーション (OQ/PV)]ビュー、[診断]ビュー、[MSD チューン]ビューから構成されています。これらのメニュー項目とツールバーボタンは、現在表示されているビューによって異なります。各ビューでは、固有の一連のタスクを実行できます。

別のビューに切り換えるには、画面の左下隅にあるいずれかのビューボタンをクリックします (下図)。



[ビュー]メニューから別のビューを選択することもできます。

### [メソッド & ランコントロール]ビュー

このビューでは、サンプルを注入して一度に 1 つのサンプルまたは自動シーケンスのどちらかでデータを取り込むように、メソッドを設定して機器パラメータを調整します。

### [データ解析]画面

このビューでは、クロマトグラムとスペクトルに関するさまざまなデータ評価タスクを実行できます。マススペクトルと UV シグナルの両方を同時に表示できます。一般的なタスクとしては、積分、定量、ピーク純度の確認、およびデコンボリューションがあります。データの解析が完了すると、定義済みのレポートタイプのいずれかを選択できます。

### [レポートレイアウト]ビュー

このビューでは、ChemStation によって生成されたデータを使用するためのカスタムレポートテンプレートをデザインできます。

### [ベリフィケーション (OQ/PV)] ビュー

このビューでは、予測可能な方法でシステムが動作しているかどうかについて、Agilent サービスエンジニアが判断を行います。これは、GLP 規制のコンプライアンスを示す場合に有用で、一部の政府機関によって要求される場合があります。

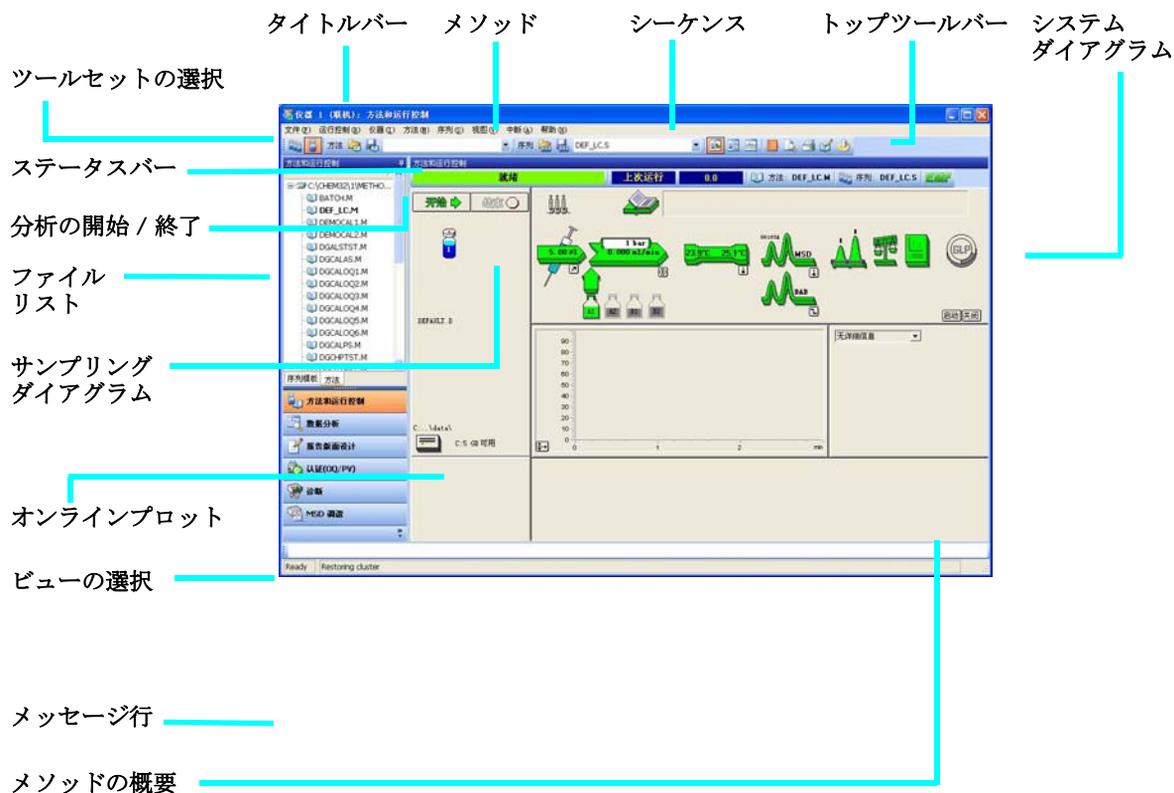
### [診断] ビュー

このビューでは、機器の問題を診断するためのテストを実行したり、それらの問題の解決方法に関する情報にアクセスできます。アーリーメンテナンスフィードバック機能 (EMF) は、問題が発生する前にシステムメンテナンスを実行する時期について通知を行う場合に使用します。

### [MSD チューン] ビュー

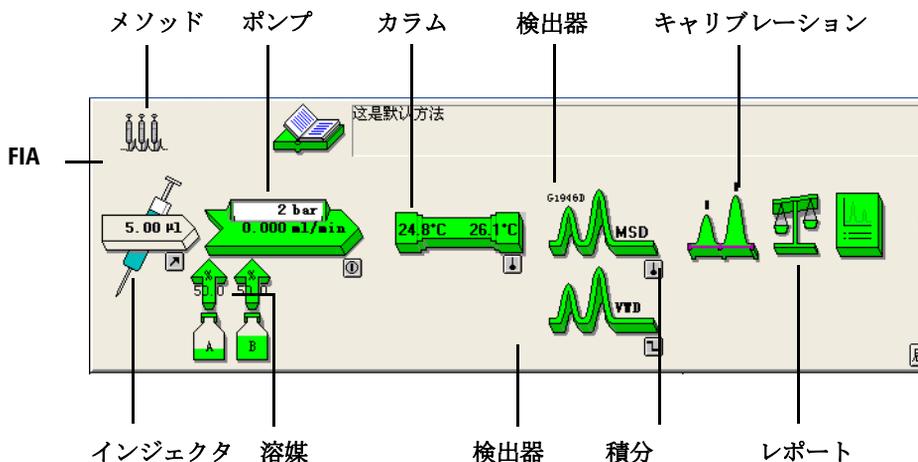
このビューでは、お使いの LC/MS 四重極を自動的にキャリブレーションできます。特定のモジュールタイプに対してマニュアルで MS パラメータを設定することもできます。

## [メソッド &amp; ランコントロール] ビュー



システムダイア  
グラム

システムダイアグラムの各アイコンは、システムにある 1 つのコンポーネントまたはモジュールを表します。メソッドパラメータを編集したり、その特定のコンポーネントに関するオンラインヘルプに移動するには、アイコンをクリックします。



[ シングルサン  
プル ] ツール  
セット

このツールセットを使用すると、メソッドの作業と、シングルサンプル用の分析を行うことができます。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



[ シングルサンプル ] アイコンをクリックすると、このツールセットが表示されます。



[ シーケンス ]  
ツールセット

このツールセットを使用すると、シーケンスの作業と、複数のサンプルの自動的分析を行うことができます。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。

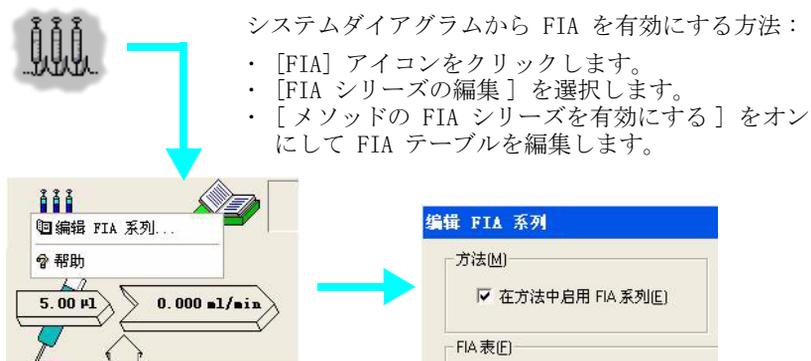


[ シーケンス ] アイコンをクリックすると、このツールセットが表示されます。サンプルダイアグラムには、サンプルトレイが表示されます。



## フローインジェクションアナリシス (FIA)

このツールセットを使用すると、クロマトグラフカラムをバイパスして、複数のサンプルを検出器に直接注入できます。この結果はシングルデータファイルに送信されます。**FIA** は、メソッドの開発や、クロマトグラフが不要なアプリケーションにおいて使用できます。



## [ データ解析 ] 画面

The screenshot shows the ChemStation software interface with the following components labeled:

- タイトルバー** (Title Bar): Located at the top of the window.
- ナビゲーションツール** (Navigation Tools): Located in the top toolbar.
- カーソルツール** (Cursor Tool): A specific tool in the top toolbar.
- ファイルリスト** (File List): Located in the left sidebar.
- ツールセットの選択** (Toolset Selection): A button in the left sidebar.
- シグナルビューの選択** (Signal View Selection): A button in the left sidebar.
- DAD シグナル** (DAD Signal): A label pointing to the top chromatogram plot.
- ビューの選択** (View Selection): A button in the left sidebar.
- メッセージ行** (Message Line): A button in the left sidebar.
- LC/MS 四重極シグナル** (LC/MS Quadrupole Signal): A label pointing to the bottom chromatogram plot.

The interface displays a table of analysis results and two chromatograms. The table shows two entries for 'MS3FRA0.D' with different dates and operators. The chromatograms show peaks at various retention times, with the bottom plot showing a zoomed-in view of a peak at approximately 260 minutes.

## [ 一般 ] ツールセット

このツールセットは常に、[ データ解析 ] 画面に表示されます。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



### [ グラフィック ] ツールセット

このツールセットを使用すると、グラフィック表示を操作できます。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



このツールセットは、[ グラフィック ] アイコンをクリックすると、プロットウィンドウの右側に表示されます。





### [シグナル] ツールセット

このツールセットを使用すると、UV シグナルまたは MS シグナルをグラフィカルに作業できます。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



[シグナル] アイコンをクリックすると、このツールセットが表示されます。



### [純度] ツールセット

このツールセットを使用すると、ピュリフィケーションデータをグラフィカルに作業できます。



[純度] アイコンをクリックすると、このツールセットが表示されます。

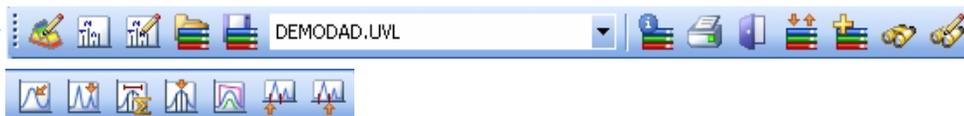


### [スペクトル] ツールセット

このツールセットを使用すると、スペクトル定量タスクを実行できます。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



[スペクトル] アイコンをクリックすると、このツールセットが表示されます。



## [ レポートレイアウト ] ビュー



## [ レポートレイアウト ] ツールセット

このツールセットは [ レポートレイアウト ] ビューに表示されます。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



## レポートレイアウトのヒント

- レポートレイアウトの編集や作成は、オンラインヘルプの説明に従ってください。
- レポートレイアウトをテストするには、ドロップダウンリストボックスから計算方法を選択して、結果を計算する方法を定義します。
- データファイルを読み込みます。結果は、選択した計算方法によって、レポートテンプレートに読み込まれます。
- [ファイル] から [レポートスタイル追加] を選択すると、使用できるレポートスタイルのリストに、完了したレポートテンプレートが追加されます。これにより、メソッド内でカスタマイズレポートを使用できます。

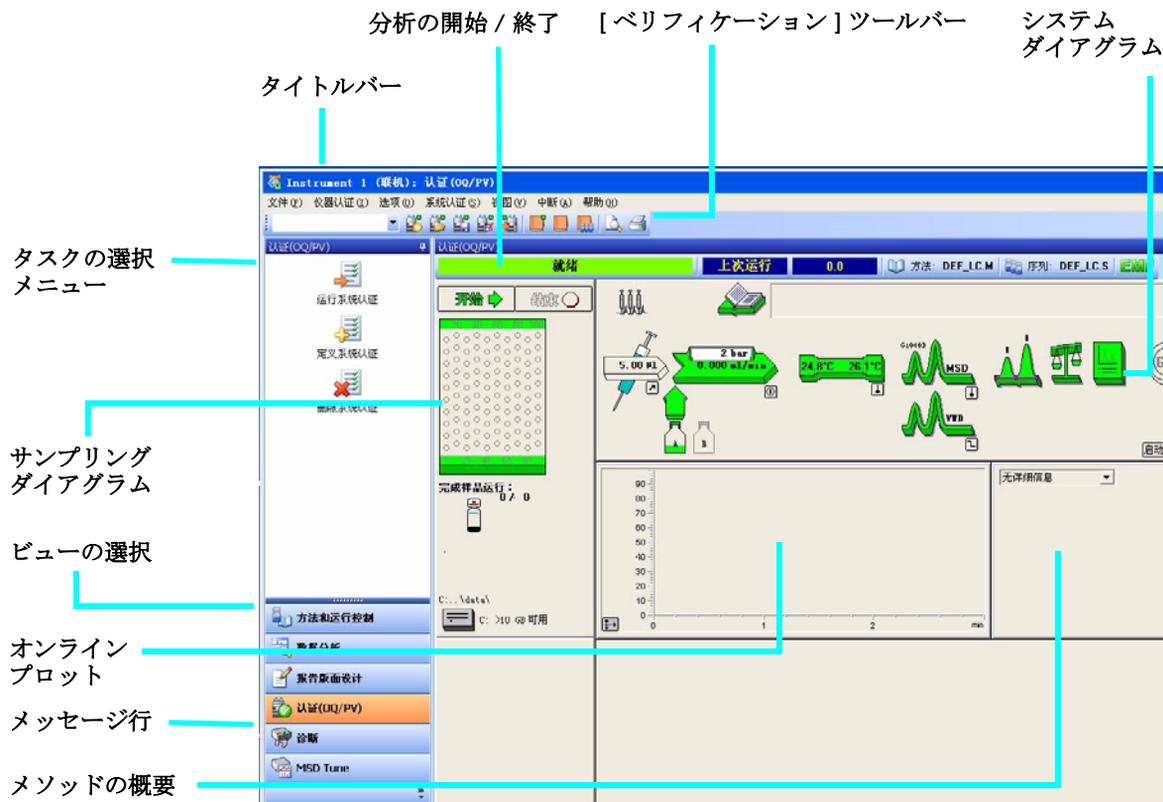
## レポートレイアウトのサンプル (\chem32\repstyle 内)

## テンプレート 説明

SIMPLE.FRP	クロマトグラム、およびキャリブレーションされた化合物ごとの検量線が入っています。
NESTED.FRP	サブセクションをネストする方法が示されています。
SPECTRA.FRP	スペクトルを含める方法が示されています。
PURITY.FRP	ピーク純度データを含める方法が示されています。
ESTD.FRP	外部標準レポートをカスタマイズできるように、標準的な ESTD レポートと同じエレメントを使用します。
AREAPCT.FRP	面積パーセントレポートをカスタマイズできるように、標準的な面積パーセントレポートと同じ素子を使用します。
LIBRARY.FRP	ライブラリサーチ結果を使用するカスタマイズされたレポートです。スペクトルライブラリを指定するメソッドを読み込む必要があります。

[印刷プレビュー]  
ボタン

## [ベリフィケーション (OQ/PV)] ビュー



[ベリフィケーション (OQ/PV)] ビューは、お使いの分析機器と ChemStation ソフトウェアが定義済み性能基準に従って正確に動作しているかどうかをテストするために、Agilent サービスエンジニアが使用します。

- 稼働性能適格性確認 (OQ)

稼働性能適格性確認 (OQ) とは、機器関連のシステムやサブシステムが典型的な範囲または予測された動作範囲内で目的どおりに動作していることを文書で確認します。

- 性能ベリフィケーション (PV)

性能ベリフィケーション (PV) とは、プロセスや全体プロセスに関連するシステムがすべての予測動作範囲内で目的どおりに動作していることを文書で確認します。

**システムダイアグラム** システムダイアグラムの各アイコンは、システムにある 1 つのコンポーネントまたはモジュールを表します。

**【ベリフィケーション】ツールバー** 【ベリフィケーション】ツールバーを表示するには、【ビュー】メニューから【**トップツールバー表示**】を選択します。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



**使用可能なテスト** Agilent サービスエンジニアが使用するための ChemStation ソフトウェアに、以下のベリフィケーションテストが付属しています。これらのテストの詳細情報については、オンラインヘルプを参照してください。

- VWD 波長真度
- 強度
- ホルミウム
- 温度真度
- ノイズ、流量、温度
- DAD 波長真度
- インジェクタ精度 \*
- 検出器直線性 / キャリーオーバー \*
- インジェクタ直線性 \*
- グラジエント組成

---

\* これらのテストは、LC/MS 四重極の性能を評価するために使用できます。

## [ 診断 ] ビュー

The screenshot shows the ChemStation interface in the [Diagnosis] view. The window title is "Instrument 1 (联机): 診断 DEF\_LC\_M, MRC\_PI\_5.D, ATUNES.TUN". The menu bar includes "文件(F)", "診断(D)", "维护(M)", "视图(V)", "中断(B)", "帮助(H)", "Maintenance", and "Diagnosis". The toolbar contains icons for "测试结果/日志", "OQ/PV 分析", "观察到的症状", "Thermostat T...Accuracy Failed", "可能原因", and "Defective Heater".

Labels and their corresponding parts in the interface:

- タイトルバー**: Points to the window title bar.
- 現象**: Points to the central diagnostic diagram showing a chemical process with a heater and various components.
- 考えられる原因**: Points to the "可能原因" (Possible Causes) dropdown menu.
- 原因情報パッド**: Points to the "Memo Pad" on the right, which displays "Defective Heater" and a table of energy consumption data.
- タスクの選択メニュー**: Points to the left sidebar menu containing "診断", "测试...", "启动系统", and "关闭系统".
- 機器パネル**: Points to the "Instrument Variables" section in the center.
- ビューの選択**: Points to the bottom-left navigation pane with options like "方法和运行控制", "数量分析", "报告版面设计", "认证(OQ/PV)", "诊断", and "MSD Tune".
- メッセージ行**: Points to the status bar at the bottom.
- 変数表示**: Points to the "Copy to Memo Pad", "Send Changes", and "Cancel Changes" buttons.

Item	Value
Thermostat Test	Start
Left Energy Cons.	17265.40 kW/s
Right Energy Cons.	17212.77 kW/s

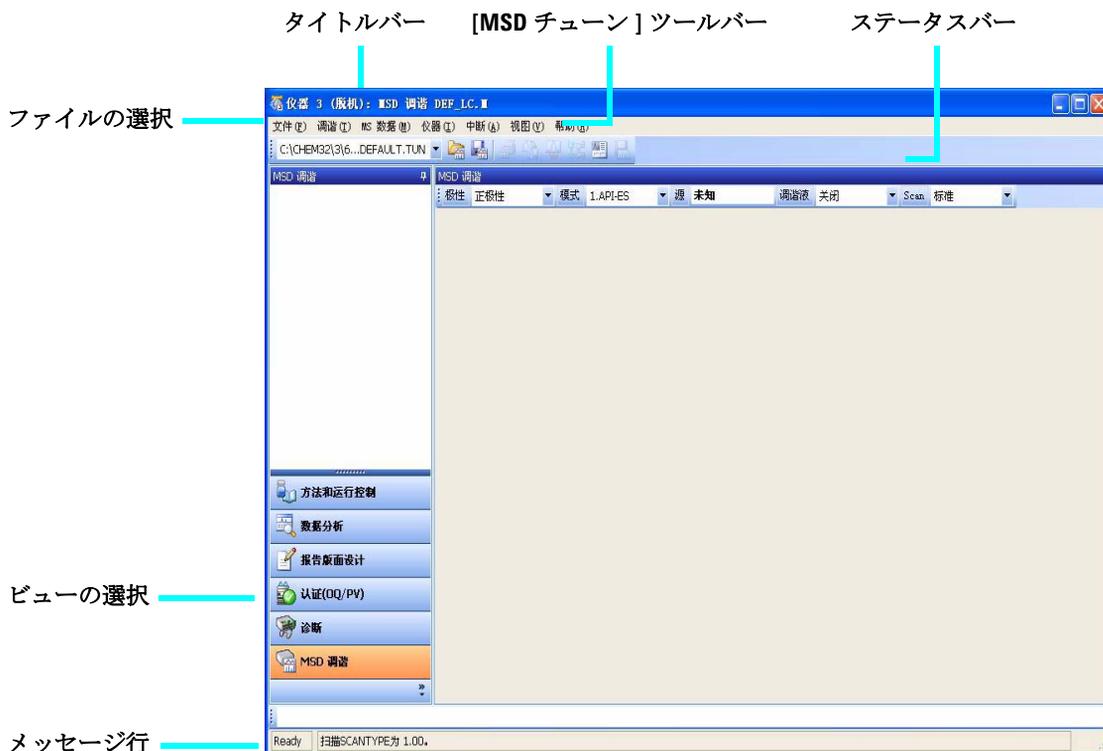
このビューでは、システム上の診断およびメンテナンスを実行できます。

### [ 診断 ] ツールバー

[ 診断 ] ツールバーを表示するには、[ ビュー ] メニューから [ トップツールバー表示 ] を選択します。ボタンの上にカーソルを移動すると、このボタンの説明が表示されます。



## [MSD チューン] ビュー



### [MSD チューン] ツールセット

このツールセットは [MSD チューン] ビューに表示されます。



**LC/MS 四重極チューニング**  
ファイルを読み込みます。



マス軸をキャリブレーション  
します。



現在のチューニングファイル  
を保存します。



スプレイチャンバパラメータ  
を変更します。



プロフィールとスキャンレ  
ポートを作成します。



**LC/MS 四重極パラメータをマ  
ニュアルチューン用に編集し  
ます。**



LC/MS 四重極をオートチュー  
ンしてチューンレポートを印  
刷します。



複数のスキャンを取り込み、  
データファイルに結果を送信  
します。

## 基本機能

## システムの起動とシャットダウン

タスク	説明	コメント
システムを起動する	<ol style="list-style-type: none"> <li>1 [メソッド &amp; コントロール] ビューで、システムダイアグラムにある [オン] ボタンをクリックします。</li> <li>2 LC の条件 (ポンプ、カラムヒーター、検出器) を設定します。</li> <li>3 LC/MS 四重極スプレイチャンバの条件の設定は、オンラインヘルプの「[MSD スプレイチャンバ] ダイアログボックス」トピックの記載に従ってください。 システムのウォームアップには 15 分かかります。</li> </ol>	この手順は、システムが真空下であり LC および LC/MS 四重極が正しく接続されていることを前提にしています。また、液体流量経路が正しく設定されていることも前提にしています。
システムをスタンバイモードにする	<ol style="list-style-type: none"> <li>1 精製された移動相でシステムをフラッシュして、流量経路でバッファが除去されるようにします。これによってネブライザの詰まりが回避されます。ネブライザが詰まると、背圧が高くなり LC フローセルが損傷する可能性があります。カラムを含む流量経路をフラッシュするには、50:50 水 / アセトニトリルなどのバッファなし移動相で 5 ~ 10 分間行うことをお勧めします。</li> <li>2 システムダイアグラムにある [オフ] ボタンをクリックします。すべてのモジュールがスタンバイモードに設定されます (システムダイアグラムでは灰色で示されます)。LC/MS 四重極のスタンバイ値は、ネブライザで 20 psi、ドライガスで 3 L/min、ドライガス温度で 300×C です。また、APCI ベポライザが存在する場合は 325×C です。また、MS ストリームの選択バルブは [LC から排出] に設定されています。</li> </ol>	システムは終夜スタンバイモードにしておいてください。また、長時間サンプルを分析しない場合でもスタンバイモードにしておいてください。LC/MS 四重極のスタンバイ状態によって、ネブライザとドライガスが低流量のオンの状態に保たれます。

## LC/MS 四重極のチューニング

LCD/MSD 四重極が LC の検出器として使用される場合、マススペクトルは LC クロマトグラムの各データポイントに関連付けられます。高品質で正確なマススペクトルを得るには、以下のように、LC/MSD 四重極を最適化する必要があります。

- 感度を最大にする
- 満足できる分解能を維持する
- 精密質量の割り当てを確保する

チューニングは、これらの目標を達成するために LC/MS 四重極パラメータを調整するプロセスです。LC/MS 四重極パラメータが最適化された後には、これらをチューニングファイル (.tun) に保存する必要があります。これで、このチューニングファイルが、使用サンプルについてのデータを取り込む際に使用されるメソッドで指定されます。

周波数のチューニングは自動でもマニュアルでも必要ありません。LC/MS 四重極はいったんチューニングされると、非常に安定します。一般的にチューニングは、毎月 1 回、多くても毎週 1 回で十分です。

LC/MS 四重極をチューニングまたは操作するには、真空排気後最大で 12 時間お待ちいただきます。アナライザは、熱平衡になるまで約 12 時間かかります。LC/MS 四重極が熱平衡になる前に作成されたチューニングファイルや取り込まれたデータは、不正確な質量の帰属や、その他の誤差を持っている可能性があります。

タスク	説明	コメント
オートチューンを使用する	<ol style="list-style-type: none"> <li>1 [MSD チューン] ビューで、 [チューン] メニューから [オートチューン] を選択するか、 [オートチューン] ツールバーボタンをクリックします。</li> <li>2 チューンレポートを見直します。 このレポートは、チューニング完了後自動的に印刷されます。</li> </ol>	LC/MS 四重極の自動調整には、オートチューンを使用してください。

タスク	説明	コメント
チューンチェックを使用する	<ol style="list-style-type: none"> <li>1 [ <b>チューン</b> ]メニューから [ <b>チューンチェック</b> ]を選択します。</li> <li>2 チューンチェックのレポートを見直します。許容範囲外の値に対して調整を行うことをお勧めします。</li> </ol>	<p>チューンチェックを使用すると、LC/MS 四重極が正確にチューニングされているかどうかをすばやく判定できます。これによって、チューンマスのシングルプロファイルスキャンが実行され、ピーク幅とマス軸がターゲット値と比較されます。</p>
マニュアルチューニングを使用する	<ol style="list-style-type: none"> <li>1 [ <b>チューン</b> ]メニューから [ <b>マニュアルチューニング</b> ]を選択します。</li> <li>2 目的のマス分離度を設定します (幅のゲインと幅のオフセットを調整します)。</li> <li>3 マス軸をキャリブレーションします (質量のゲインと質量のオフセットを調整します)。</li> <li>4 イオン源イオン光学系 (フラグメンタ、スキマー、レンズ1、レンズ2、オクタポールピーク、およびオクタポールニー) によって、イオン伝播を最適化します。</li> <li>5 シグナル強度を調整します (Iris を設定してマルチプライアのゲインを調整します)。</li> </ol> <p>フラグメンタとゲインはメソッドパラメータであることに注意してください。フラグメンタはイオンの伝播やフラグメント化に影響します。詳細については、オンラインヘルプを参照してください。</p>	<p>マニュアルチューニングは、以下を行う場合に使用します。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• 分解能をいくらか犠牲にして最大の感度を獲得する場合</li> <li>• 非常に低いマスレンジのローエンド (&lt;150 amu) に対して、明確にチューニングする場合</li> <li>• 標準キャリブレーション化合物以外の化合物を使用してチューニングする場合</li> </ul>

## LC/MS データの取込

### データ取込のモード

データ取込には、以下の 3 つのモードがあります。

- 単一のサンプルに対するメソッドの分析
- 複数のサンプルに対するシーケンスの分析
- 単一の FIA シリーズの分析

データ取込については、以下の点に注意してください。

- 3 つすべての取込モードで適切なメソッドが必要です。
- サンプルは、手動または ALS のいずれかで注入できます。
- 分析はソフトウェアから開始する必要があります。
- 単一の FIA メソッドはシーケンスでは使用できませんが、複数の FIA メソッドはシーケンスで分析できます。

## メソッドを編集して分析を開始する

使用する取込モードが分かったら、適切なメソッドを設定する必要があります。メソッドの設定は、[メソッド & ランコントロール]で行います。

説明	コメント
<p>1 [メソッド]から[メソッド読み込み]を選択するか、ツールバーの[メソッドを開く]ボタンをクリックします。リストからメソッドを選択します。</p>	
<p>2 [メソッド]から[メソッド全体の編集]を選択します。このメニュー項目は、システムダイアグラムで[メソッド]アイコンをクリックしてもアクセスできます。</p>	<p>メソッドおよび機器のパラメータを設定するための一連のダイアログボックスが表示されます。使用できる項目に関する記述的情報については、以下のいずれかのダイアログボックスにある[ヘルプ]ボタンをクリックします。</p>
<p>3 編集するメソッドセクションを選択します (すべてのセクションを選択すると、使用できるメソッドパラメータが分かるようになります)。</p>	
<p>4 レポートに表示させるメソッドのコメントがあれば追加します。</p>	
<p>5 以下の機器パラメータを設定します。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• ポンプのパラメータを設定します。</li> <li>• インジェクタのパラメータを設定します。</li> <li>• DAD (または VWD) のパラメータを設定します。</li> <li>• カラムサーモスタットのパラメータを設定します。</li> <li>• MS 四重極シグナルを設定します。</li> <li>• MS 四重極スプレイチャンバを設定します。</li> </ul>	
<p>6 以下のデータ解析パラメータを設定します。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• シグナル詳細を設定します。</li> <li>• 積分イベントを編集します。</li> <li>• レポートパラメータを指定します。</li> <li>• 機器カーブを選択します。</li> <li>• 検量線を選択します。</li> <li>• キャリブレーションテーブルを設定します。</li> <li>• イオンパラメータを検索します。</li> </ul>	
<p>7 ランタイムチェックリストを完了します。</p>	

説明	コメント
8 別名でメソッドを保存します。[メソッド]から[名前を付けてメソッド保存]を選択するか、ツールバーの[メソッド保存]ボタンをクリックします。	使用できるオプションが分かっただら、メソッドプロセス全体の編集機能ではなく、システムダイアグラムのメニューを使用して特定のメソッドパラメータにクイックアクセスします。
9 分析の開始準備が完了したら、[開始]ボタンをクリックします。	

## デコンボリューションの使用

デコンボリューションとは、マススペクトルを多価イオンから分子量計算値に変換するためのプロセスです。

### マススペクトルをデコンボリュートする

説明	コメント
1 [データ解析]画面で、エレクトロスプレー MS データファイルを読み込みます。TIC が表示されます。	
2 デコンボリュートする MS スペクトルを生成します ([スペクトルタスク]ツールセットを選択して、スペクトル選択ツールを使用して目的のスペクトルを選択します)。	これらの操作は、フルスキャンモードで取り込まれたデータに対して実行されることに注意してください。
3 [デコンボリューションの入力ツール] ボタンをクリックして、デコンボリューション表示領域を設定します。	
4 スペクトルが表示されている状態で、[イオンの検索] ボタンをクリックして、デコンボリューションに使用するマスを検索します。	
5 見つかったイオンを調べます。非常にノイズの多いデータまたは未分離領域を持つデータは、イオンを検索するために特別な設定が必要なことがあります。	
6 [デコンボリューションパラメータの編集] ボタンをクリックして、いずれかのパラメータを変更します。	

説明	コメント
<p>7 <b>[デコンボリューションの実行]</b> ボタンをクリックして、デコンボリューションプロセスを開始します。</p>	 <p>デコンボリューションが完了すると、右上のウィンドウにコンポーネントが表示されます。電荷状態は、右下のウィンドウに表示されます。</p>
<p>8 <b>[コンポーネント]</b> リストから特定のコンポーネントを選択することで、個々のコンポーネントまたはコンポーネントのグループを見ることができます。</p>	<p>状況に応じて、<b>[デコンボリューションレポートのプレビュー]</b> ボタンをクリックします。</p>  <p>あるいは、<b>[レポートの印刷]</b> ボタンをクリックします。</p> 
<p>9 状況に応じて、<b>[コンポーネント]</b> リストボックスからコンポーネントを選択してから <b>[コンポーネントの削除]</b> ボタンをクリックします。</p> <p>10 このプロセスを繰り返します。</p>	 <p>この処置により、オリジナルスペクトルから、選択されたコンポーネントのピークが削除されます。次に、この新しいスペクトルを使用すると、上記の手順 4 を続行できます。</p>

## デコンボリューションレポート

デコンボリューションレポートには、選択されている各コンポーネントについてのサマリ情報と、コンポーネント内にある各ピークがコンポーネントの分子量にどのように影響するかの詳細情報があります。レポートの最初の部分には、パーセント相対存在量でコンポーネントがランクされており、これが不純物質のパーセントの評価に役立ちます。

データがガウス曲線に完全に一致する場合でも、マス軸割り当てのエラーや未分離の化学不純物質などのその他のエラーによって、実際の分子量が計算された分子量と異なることがあります。

デコンボリューションソフトウェアはオプションであり、G2720AA 生物分析ソフトウェアパッケージの一部です。

## 操作のヒント

- データとメソッドを**定期的**にバックアップすることで、ファイルが誤って上書きまたは削除がされたり、ディスクドライブにハードウェアの問題が発生した場合に、データの損失を避けることができます。
- システムは終夜スタンバイモードにしておいてください。また、長時間サンプルを分析しない場合でもスタンバイモードにしておいてください。
- 使用しているチューニングファイルがサンプルに適していることを確認します。
- 今後参照できるように、MS ログブックにチューンレポートを保存します。
- 定期的システムメンテナンスによって、問題の発生を減らすことができます。メンテナンスの記録を保存しておいてください。
- [ 診断 ] ビューにあるメンテナンスログブック機能と **EMF** 機能を使用すると、メンテナンスが必要な時期を常に追跡できたり、オンラインのメンテナンス記録を保存できます。
- サンプル経路のフラッシュと、スプレイチャンバ、キャピラリチップ、スプレイシールドの洗浄は毎日または各シフトの終わりに行ってください。フォアラインポンプの液体は、毎週チェックしてください。
- スプレイチャンバのベントホースは、イオン源のみに使用されるラボベントに接続する必要があります（フォアラインポンプ用のベントホースとは完全に別です）。そうでない場合、廃液物がスプレイチャンバのベントに入り込み化学的ノイズが発生する可能性があります。
- サンプルはフィルタを行う必要があります。サンプルは、クロマトグラフを使用しない場合には塩分や洗剤が含まれないようにしてください。
- UV 検出器が使用できる場合には、この検出器を **LC/MS** 四重極と直列に使用してください。低分散チューブを使用して、クロマトグラフピークの拡大の最小化に努めてください。
- クロマトグラフバンドの拡大を避けるため必ず、すべてのチューブ接続にデッドボリュームがないことを確認してください。可能であれば、ゼロデッドボリューム (**ZDV**) フィッティングを使用してください。
- **LC** 注入口ユニオンには、手締めタイプのフィッティングを使用してください。スウェッジタイプのフィッティングを使用すると、フリットが圧縮される可能性があります。
- **APCI** を使用する場合に最適な流量は **1.0 mL/min** です。範囲は **0.5 ~ 1.5 mL/min** です。

## 操作のヒント

- **SIM** モード、濃縮スキャンモード、およびフルスキャン取込モードを使用するガイドとして、以下の表をご利用ください。

タスク	モード
大量の多価化合物を含有しているサンプルのエレクトロスプレーデータを取り込む。	フルスキャン
未知のコンポーネント（小分子）を含んでいる混合物を分析する。	スキャン
未知の量の既知の子コンポーネントを含んでいる混合物を分析する（定量する）。	スキャンまたは <b>SIM</b>
混合物内にある低濃度の少数の既知コンポーネントが存在していることを同定する。	<b>SIM</b>
未検出のピークなしで <b>SL MS</b> 四重極で高速クロマトグラフを使用する。	高速スキャン
未検出のピークなしで <b>6140A SL-HT MS</b> 四重極で高速クロマトグラフを使用する。	超高速スキャン

## トラブルシューティングのヒント

### ピークがない

- ✓ ネブライザからのスプレイがあることを確認します。
- ✓ キャピラリ電圧が正しく設定されていることを確認します。
- ✓ LC/MS 四重極が正しくチューニングされていることを確認します。
- ✓ LC/MS 四重極の圧力が正常範囲内にあることを確認します。
- ✓ ドライガスの流量と温度を確認します。
- ✓ フラグメンタが正しく設定されていることを確認します。

### 質量精度が悪い

- ✓ マス軸をリキャリブレーションします。
- ✓ チューニングに使用されるイオンがサンプルイオンのマスレンジにわたっていること、およびそれらのイオンが強力で安定したシグナルを示していることを確認します。

### シグナルが低い

- ✓ 溶液の化学組成を確認します。使用している溶媒がサンプルに適していることを確認します。混合サンプルは、1つ以上のコンポーネントのシグナル抑制を示す可能性があります。
- ✓ サンプルが新鮮で正しく保存されていることを確認します。
- ✓ LC/MS 四重極が正しくチューニングされていることを確認します。
- ✓ ネブライザの状態を確認します。
- ✓ キャピラリの入口を清掃します。
- ✓ キャピラリの損傷と汚染についてチェックします。

### シグナルが不安定である

- ✓ ドライガスの流量と温度が、使用する溶媒フローに対して正しいことを確認します。
- ✓ 溶媒が完全に脱気されていることを確認します。タンパク質で超音波脱気を使用しないでください。
- ✓ LC の背圧が安定していることを確認します。これは、溶媒フローが安定していることを示します。

### スペクトルノイズが高い

- ✓ 適切なマスフィルタ値を使用してください。
- ✓ スプレイの形状を確認します。ネブライザが損傷していたり、設定が正しくない可能性があります。
- ✓ ドライガスの流量と温度が、使用する溶媒フローに対して正しいことを確認します。
- ✓ 溶媒が完全に脱気されていることを確認します。タンパク質で超音波脱気を使用しないでください。
- ✓ LC の背圧が安定していることを確認します。これは、溶媒フローが安定していることを示します。
- ✓ 水を移動相の一部として使用する場合には、水が脱イオン化 (>18M $\Omega$ ) されていることを確認します。

### スプレイでなく液滴がネブライザから出てくる

- ✓ ネブライザガスの圧力が、使用している LC 流量に対して十分に高く設定されていることを確認します。
- ✓ ネブライザ内のニードルの位置を確認します。
- ✓ 溶媒フローを停止して、ネブライザアセンブリを取り外します。拡大鏡を使用して、ネブライザの端に損傷がないかどうか調べます。

### 流量がない

- ✓ LC がオンになっていて、正しい容器内に十分な溶媒があることを確認します。
- ✓ LC のエラーメッセージを確認します。
- ✓ 詰まりがないかどうか確認します。詰まっているコンポーネントがあれば修理または交換を行ってください。
- ✓ リークがないかどうか確認します。
- ✓ MS ストリームの選択バルブが **[LC から排出]** に設定されていることを確認します。

### フラグメント化が目的どおりでない

- ✓ フラグメンタの設定が高すぎます。
- ✓ イオン化が、フラグメント化を引き起こしています（APCI 対エレクトロスプレーイ）。
- ✓ APCI の温度が高すぎます。

## 安全性警告

### 目的

LC/MS 四重極をメーカーの用途以外で使用することは禁止されています。

### 安全性クラス

LC/MS 四重極は安全性クラス 1 の機器であり、IEC Publication 1010-1, Safety Requirements for Electrical Equipment for Measurement, Control, and Laboratory Use に従って設計および検査されています。

### スタックコンフィグレーション

#### 警告

**LC/MS 機器の最上部に、どんな種類の LC モジュールも 3 つ以上積み重ねないでください。LC モジュールを 3 つ以上積み重ねると、不安定で危険になる可能性があります。**

---

LC/MS 四重極の上部に LC モジュールを配置することも不都合です。溶媒ボトルと一部の LC コントロールをすぐ手が届かない場所に置くことになり、LC/MS 四重極のメンテナンスを行うには LC スタックを分解して取り外す必要があります。

#### 警告

乾燥およびネブライザのガスには、窒素のみを使用してください。空気、酸素、または他のガスを使用した場合、揮発性の溶媒およびスプレイチャンバ内の高電圧と組み合わせると、爆発が生じる可能性があります。

---

#### 警告

**LC/MS 四重極は、保護アース接地の設備がない電源には接続しないでください。オペレータに感電の危険性を与えたり機器が損傷する可能性があります。**

---

#### 警告

**LC/MS の内部または外部にある保護導体は遮断しないでください。また、保護アース端子の接続を解除しないでください。オペレータに感電の危険性を与えたり機器が損傷する可能性があります。**

---

警告

電源を接続している間は、開いている機器に対して調整、メンテナンス、修理を行わないでください。これらの操作は、危険を熟知している訓練された人員のみが行ってください

---

警告

電子コントローラまたはターボコントローラに対するメンテナンスを行う前には、主ブレーカーをオフにして電源コードを外してください。**LC/MS** 四重極の前面にある電源スイッチで、機器の電源を完全に切れるわけではありません。

---

## 安全性警告



[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

## 本書では

本書の内容

- 新機能
- 詳細情報の入手先
- コンフィグレーションダイアグラム
- ChemStation 表示
- 基本機能
- 操作のヒント
- トラブルシューティングのヒント
- 安全性警告

© Agilent Technologies, Inc. 2007-2008

USA にて印刷  
2008 年 1 月



G1960-96026



**Agilent Technologies**