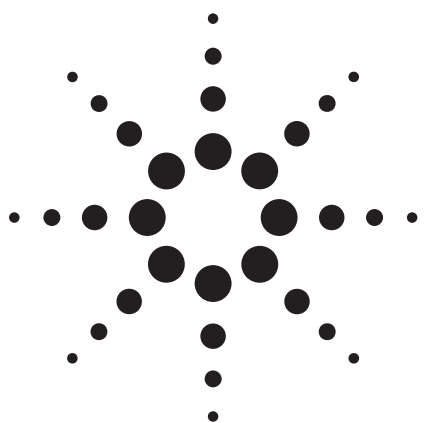


# トリプルアクシスディテクタ: 特性および操作に関するアドバイス



## 技術概要

Harry Prest and Jim Foote

新しいトリプルアクシスディテクタ (TAD) は、その独特な形状と改良されたエレクトロンマルチプライヤ設計により、分析をするうえで以下の利点を得ることができます。

- 指定されたゲインで、新しい検出器を使用すると、四重極を透過してくるイオンを数多く捕えるため、高いシグナル強度が得られます。
- シグナルを強化しつつ、イオン軸をずらした設計により、中性粒子由来のノイズ等を大幅に削減します。
- 一般的な使用条件における検出器の耐用年数が伸びます。

本文書では、操作上のアドバイスと共に、トリプルアクシスディテクタの特長等について説明します。

## トリプルアクシスディテクタの特性

TADを使用すると、シグナルが大幅に強化され、中性粒子由来のノイズ等を削減することができます。シグナルを強化することで、検出下限を下げる可以降低、成分の相対レスポンス比が増大する、検量線の傾きが増大するなど、多くの利点を得られます。TADは感度が高いため、操作時の設定電圧を低くできます。キャリブレーション化合物 (PFTBA) を用いてオートチューンを行う場合、TADでは、以前の検出器で検出されたものに比べ、わずかですが低質量域で検出されるイオン量が増えます。この「増加」は、高質量域に対するレスポンスの減少として誤って解釈される可能性があります。ゲインノーマライズメソッドでは実際に、 $m/z$  502以降の高質量側のイオンを含む化合物に対してよいレスポンスが示されています。

例えば、空気と水は、他の検出器で得られる結果より約2倍高く表示される場合がありますが、絶対カウント数のみです。 $m/z$  69に関連するアバンドランスは同じままです。[焼き出し]メニューコマンドを使用すると、バックグラウンドがさらに減少します。この新しい設計のエレクトロンマルチプライヤ (EM) の寿命は、慎重に使用すると、大幅に長くなります。オートチューンおよび通常の動作電圧は、以前の検出器よりも低くなります。実際の操作では、検出器からのシグナルを飽和させないように考慮する必要があります。

## トリプルアクシスディテクタの操作

新しいトリプルアクシスディテクタ使用時には、ゲインノーマライズ調整およびそのメソッドとの併用を推奨します。操作に当たっては、技術資料「ゲインノーマライズされた装置の調整による性能向上」も併せてお読みください。オートチューン時の電圧に、さらに電圧を追加する (ATUNE+400V など) など、MSDメソッドパラメータでの電圧設定に従来使用された方法は**使用しないでください**。過剰なシグナル電流により検出器が破損する危険性があります。調整や取り込みのシグナルでカウントが800万カウントに近くなった場合、検出器が飽和状態にあると考えられるため、マルチプライヤ電圧を下げる必要があります。このような状態になると、上が平らなピークや、途切れたような形状のピークが観察されます。飽和に近い過度的な状態は複雑なサンプルでは通常回避できませんが、分析対象化合物がわかっている場合、これらの高い値を生じないように、データを調べて、ゲインファクタを設定する必要があります。選択イオンモニタリング (SIM) では特に注意が必要です。この場合、検出器は相対的に長い時間高い値のイオン電流にさらされます。



Agilent Technologies

SIM中の飽和を回避するには、**メソッド**メニューの中の**EMセーバ**機能を使用する必要があります(図1)。**EMセーバ**は、SIM取り込み時に検出器で発生する可能性のあるイオン電流を限界値として設定します。**EMセーバ**の使用により、EMの機能を低下させる高電流からTAD(および標準検出器)が保護され、シグナル値が振り切れるサンプルであっても、安定したデータが得られるようになります。**EMセーバ**はTADを用いるすべてのSIMメソッドで有効にする必要があります。ただし、**EMセーバ**はデフォルトではオフになっており、ユーザーが選択してオンにする必要があります。デフォルトの最大カウント数の設定は $10^8$ ですが、適宜SIMメソッドに適した値に設定してください。

エレクトロンマルチプライヤは空気への暴露にある程度敏感であり、TADも例外ではありません。アナライザ内が真空下でない場合、エレクトロンマルチプライヤは乾燥窒素またはアルゴンの下でデシケータに入れて置くことをお勧めいたします。TADのEMを交換する場合、EMの入った密封袋を開封したら、すぐに取り付けます。

## トリプルアクシスディテクタの比較例

顕著なケミカルノイズがない場合、標準検出器から得られたデータとゲインノーマライズ調整条件のもとに新しいTADから得られたデータを比較した場合、全体的な「感度」には2倍

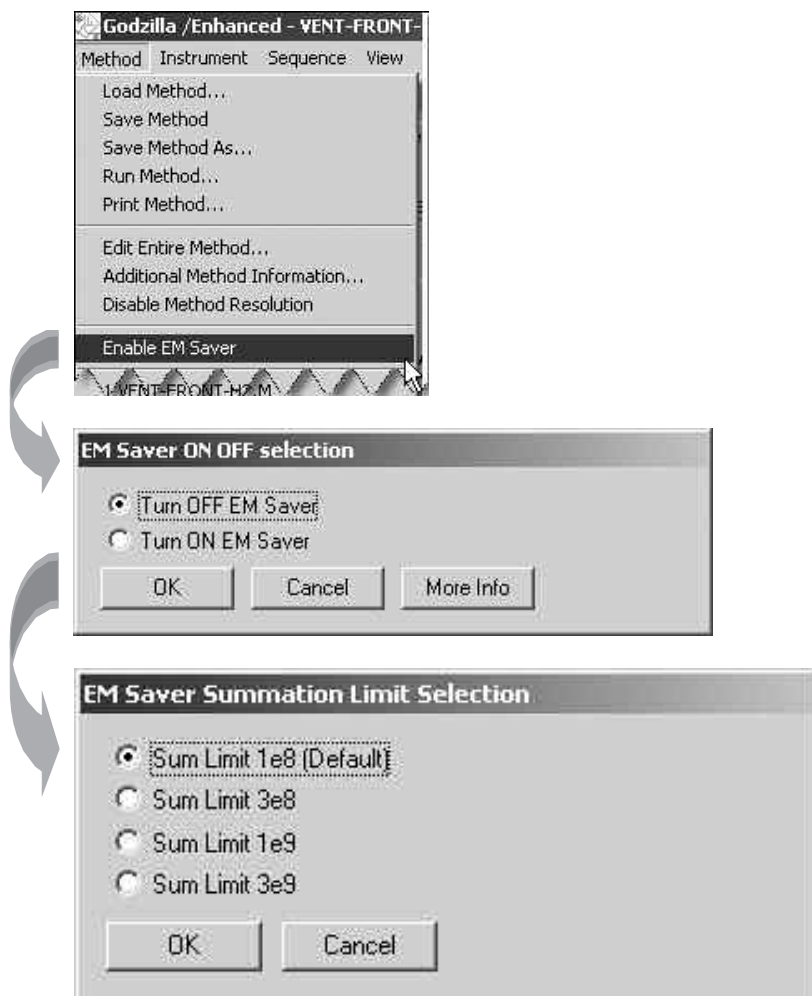


図1. [EMセーバ]メニューアイテムデフォルトでは、EMセーバはオフなので、ユーザーがオンにする必要があります。

近い向上が見られるはずですが。典型的な結果を図2に示しています。シグナルも大きくなり、中性粒子由来のノイズ等も減少しています。定量分析の例(図3)では、感度の定義からすると、検量線の傾きが約2倍になっているのが分かります。

また、装置検出下限(IDL)は、標準検出器に対してさらに低い濃度まで到達します。低濃度での高い反復再現性は、分析でのシグナルが限られている場合でも、より良いメソッド検出下限(MDL)を与えます。

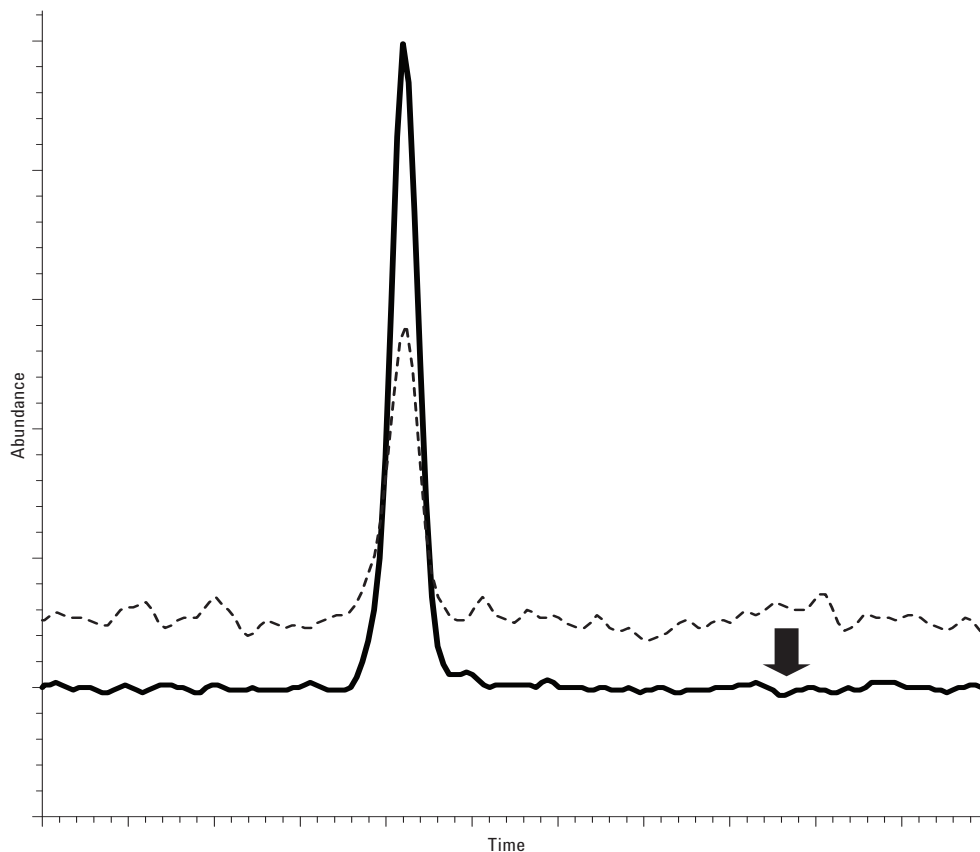


図2. TAD(実線)および標準検出器(破線)によるヘキサクロロビフェニルのクロマトグラム。増加するシグナルと減少するノイズにより、S/N比(rms)が7倍増加します。

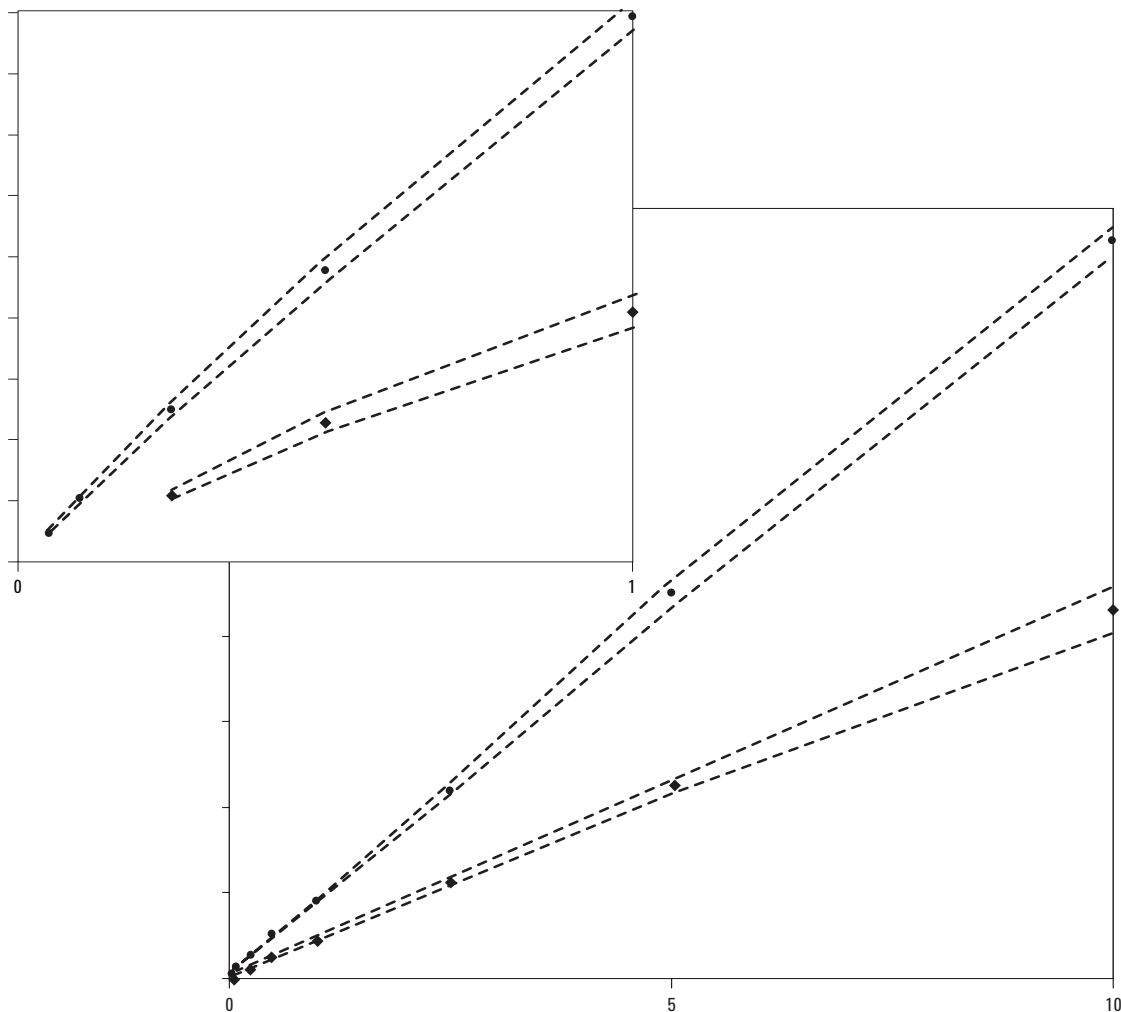


図3. トリクロロビフェニルのレスポンス対量 (pg) のプロットで標準検出器と比較したTADでの検出下限および感度の例。データポイントの上のシリーズはTAD用で、下のシリーズは標準検出器用です。波線は95%の信頼限界を示しています。感度の定義になるレスポンス曲線の高い傾きと、フェムトグラム (fg) の量であっても再現性のレベルが高いこと (拡大されたセクション) に注目してください。

## 参考文献

1. H. Prest, J. Foote, J. Kernan, D. Peterson  
“Enhancements to Gain Normalized Instrument  
Tuning,” Agilent publication 5989-7654EN.

## 詳細情報

当社の製品およびサービスの詳細情報については、当社のホームページ、[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

また、本文書掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。本書に記載されている情報、説明、および仕様は予告なく変更されることがあります。

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Printed in Japan  
January 11, 2008  
5989-7655JAJP



Agilent Technologies