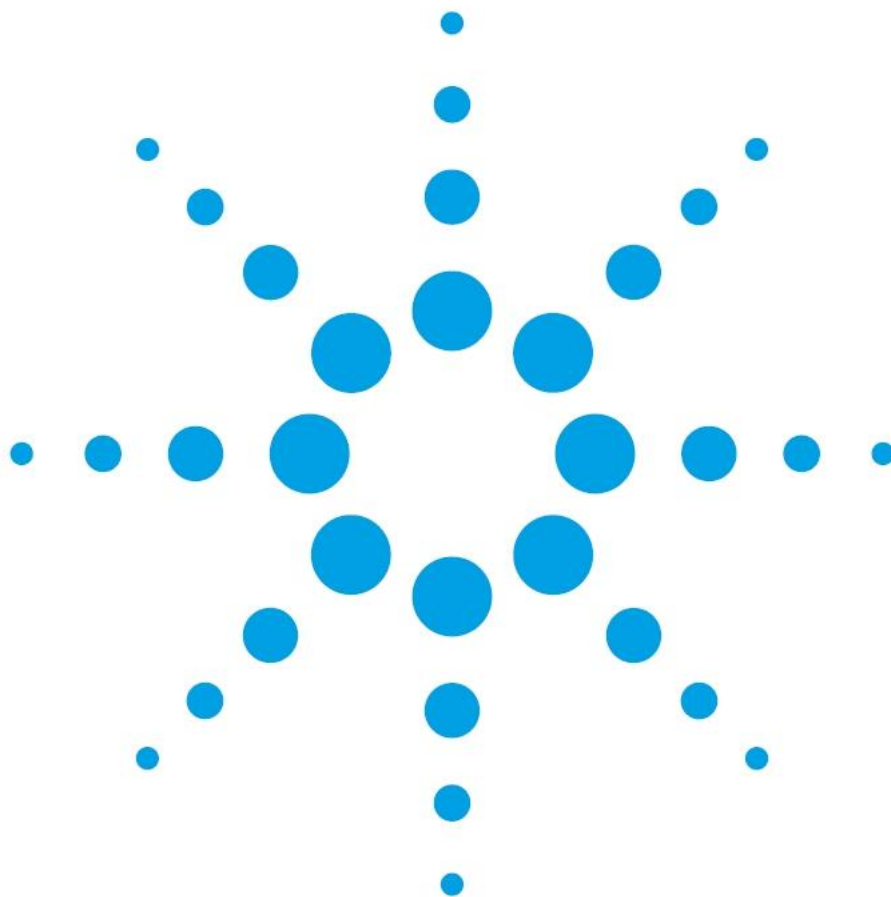


Agilent G1701FA
GC/MSD マスハンターソフトウェア



Agilent 7890GC / 5977MSD
マスハンターソフトウェア基本操作マニュアル
ケミステーション解析編



Agilent Technologies

Agilent G1701FA
GC/MSD マスハンターソフトウェア

Agilent 7890GC / 5977MSD
マスハンターソフトウェア基本操作マニュアル
ケミステーション解析編

ご注意

© Agilent Technologies, Inc. 2013
このマニュアルは米国著作権法
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
はいかなる形式や方法（電子媒
体による保存や読み出し、外国
語への翻訳なども含む）におい
ても、禁止されています。

マニュアル番号

AT2A4E11

エディション

初版, 2013年6月

Printed in Japan

**アジレント・テクノロジー
株式会社**

東京都八王子市高倉町9番1号
192-8510, Japan

ソフトウェアリビジョン

このマニュアルは、

- Agilent MassHunter Workstation
GC/MS Acquisition Software
Version B.07.00
- Agilent MSD ChemStation Data
Analysis Version F.01.00
に対応しています。

保証

このマニュアルに含まれる内容
は「現状のまま」提供されるも
ので、将来のエディションにお
いて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に
許可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
る情報の商品性および特定の目
的に対する適合性に関する黙示
の保証を含めて（ただしそれだ
けには限定されません）、いか
なる明示的または黙示的な保障
も行いません。**Agilent**は、この
マニュアルまたはそれに含まれ
る情報の所有、使用、または実
行に付随する過誤、または偶然
的または間接的な損害に対する
責任を一切負わないものとしま
す。**Agilent**とお客様の間に書面
による別の契約があり、本マニ
ュアルの内容に対する保証条項
が同文書の条項と矛盾する場合
は、別の契約の保証条項が適用
されます。

技術ライセンス

このマニュアルで説明されてい
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いて提
供され、そのライセンスの条項
に従って使用またはコピーでき
ます。

安全に関する注意

注意

注意は、危険を表します。これ
は、正しく実行されない場合、
または指示を順守されない場合
に、製品の損害または重要なデ
ータの損失にいたるおそれがあ
る操作手順や行為に対する注意
を喚起しています。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、危険を表します。これ
は、正しく実行されない場合、
または指示が順守されない場合
に、人身への傷害または死亡に
いたるおそれがある操作手順や
行為に対する注意を喚起してい
ます。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

第1章 システムの立ち上げ方

1 章-1	GC および MSD の電源を入れる	1-3
1 章-2	マスハンター測定ソフトウェアの起動	1-5
1 章-3	測定に使用する解析モードの設定	1-6
1 章-4	真空排気プログラムの実行	1-8
1 章-5	メソッドの読み込み	1-10

第2章 チューニング

2 章-1	チューニングとは	2-2
2 章-2	使用する標準物質	2-2
2 章-3	ゲイン係数	2-2
2 章-4	オートチューニングの実施方法	2-3
2 章-5	チューンレポート	2-5
2 章-6	チューニング結果の確認	2-6
2 章-7	マニュアルチューン	2-8
2 章-8	チューニング表示	2-10

第3章 定性のための測定条件作成

3 章-1	メソッド編集の開始	3-3
3 章-2	メソッド情報とメソッド実行範囲の設定	3-4
3 章-3	試料導入方法の設定	3-5
3 章-4	GC (Agilent 7890) のパラメータ編集画面	3-6
3 章-5	GC コンフィグレーション	3-9
3 章-6	オープン温度条件の設定	3-14
3 章-7	カラム流量の設定	3-15
3 章-8	注入口条件の設定	3-16
3 章-9	オートサンブラ条件の設定	3-17
3 章-10	Aux 温度条件の設定	3-19
3 章-11	GC 計算ツール	3-20
3 章-12	7890GC パラメータ編集画面の終了	3-24
3 章-13	GC リアルタイムプロットの設定	3-24
3 章-14	MSD の測定条件の設定	3-25
3 章-15	モニタ選択	3-28
3 章-16	メソッドの保存	3-29
3 章-17	メソッドの印刷方法	3-30

第4章 メソッドの実行とログブック

4 章-1	測定に使用するメソッドの読み込み	4-3
4 章-2	サンプル情報の入力とメソッドの実行（ランメソッド）	4-4
4 章-3	測定開始	4-7
4 章-4	ログブックを確認する	4-9

第5章 測定とスナップショット

5 章-1	解析画面の起動	5-3
5 章-2	スナップショット	5-5
5 章-3	データ解析画面の終了	5-6

第6章 定性のデータ解析

6 章-1	解析画面の起動	6-3
6 章-2	データファイルの読み込み	6-4
6 章-3	積分	6-6
6 章-4	パーセントレポート	6-14
6 章-5	イオンクロマトグラムの抽出	6-17
6 章-6	スペクトルの取り出し	6-19
6 章-7	スペクトルの減算	6-23
6 章-8	スペクトルのライブラリサーチ	6-25
6 章-9	ズームアウト	6-31
6 章-10	自動ライブラリ検索	6-32
6 章-11	画面の印刷	6-34
6 章-12	データ解析の終了	6-36

第7章 定量のための測定条件設定

7 章-1	SIM モードの特徴	7-3
7 章-2	ターゲットイオンとクオリファイアイオン	7-3
7 章-3	SIM イオンの選択	7-4
7 章-4	SIM イオンとタイムセグメント（グループ分け）	7-5
7 章-5	メソッドの読み込み	7-6
7 章-6	SIM 条件の設定	7-7
7 章-7	メソッドの実行範囲を変更する	7-10
7 章-8	SIM/Scan 同時取り込みの設定方法	7-11

第8章 シーケンス

8 章-1	シーケンスの作成	8-3
8 章-2	シーケンスの保存	8-9
8 章-3	シーケンスの実行	8-10
8 章-4	シーケンスログの印刷	8-14
8 章-5	その他の使用方法	8-15

第9章 定量データベース（検量線）の作成

9 章-1	検量線作成の準備	9-3
9 章-2	定量データベースの作成	9-6
9 章-3	定量データベースに 2 点目, 3 点目を登録する（レベルの追加）	9-17
9 章-4	定量データベースの確認	9-21
9 章-5	定量データベースの保存	9-24
9 章-6	内部標準法の定量データベース作成方法	9-25
9 章-7	拡張データ解析画面の終了	9-43

第10章 未知サンプルの定量とレポートの作成

10 章-1	シーケンスを実行して定量レポートを作成・出力する	
	（1）測定画面の起動	10-3
	（2）メソッドの読み込み	10-3
	（3）メソッドの変更	10-3
	（4）シーケンスの作成	10-6
	（5）シーケンスの保存	10-7
	（6）シーケンスの実行	10-8
10 章-2	データ解析画面を使用して定量レポートを作成する	
	（1）解析画面の起動	10-10
	（2）メソッドの読み込み	10-11
	（3）データファイルの読み込み	10-12
	（4）定量レポートの作成	10-12

第11章 リキャリブレーションと未知サンプルの定量

11 章-1	リキャリブレーション（検量線の更新）シーケンスの作成…	11-3
11 章-2	リキャリブレーションシーケンスの実行	11-9
11 章-3	測定済みデータでリキャリブレーションを実施する方法……	11-10

第12章 システムの停止方法

12 章-1	ベントメソッドを設定する	12-3
12 章-2	ベントサイクルを実行する	12-9
12 章-3	機器の停止	12-12
12 章-4	PC のシャットダウンと周辺機器の電源をオフにする	12-13

付録A カラムカタログの管理

付録 A-1	カラム管理の概要	A-2
付録 A-2	使用するカラムをカタログに設定する	A-3
付録 A-3	カラムを追加、修正する方法	A-5
付録 A-4	カタログからカラムを選択（インストール）する方法	A-6
付録 A-5	カラムをキャリブレーションする方法 （長さの実測が分かっている場合）	A-9
付録 A-6	カラムカタログに目録を作成する	A-11
付録 A-7	カタログに新しいカラムモデルを追加する	A-15

付録B カラムの交換手順

付録 B-1	最初にソフトウェアの設定を変更する方法	B-5
付録 B-2	最初にベントサイクルを実施する方法	B-13

付録C マウスアクション

付録 C-1	データ解析マウスアクション	C-2
付録 C-2	TIC 画面のマウスアクション	C-3
付録 C-3	スペクトル画面のマウスアクション	C-8

付録D リソース管理

付録 D-1	リソースの管理とは	D-2
付録 D-2	スケジュールの設定	D-2
付録 D-3	ウェイクメソッド（及びスリープメソッド）の設定	D-4

付録E

定量結果が得られない時

付録 E-1	イオンクロマトグラムの抽出		E-2
付録 E-2	自動積分の実行と保存		E-4
付録 E-3	積分パラメータ（積分条件）の変更		E-5
付録 E-4	積分パラメータの保存		E-7
付録 E-5	定量データベースへ積分パラメータを登録する		E-8
付録 E-6	変更結果の確認		E-11

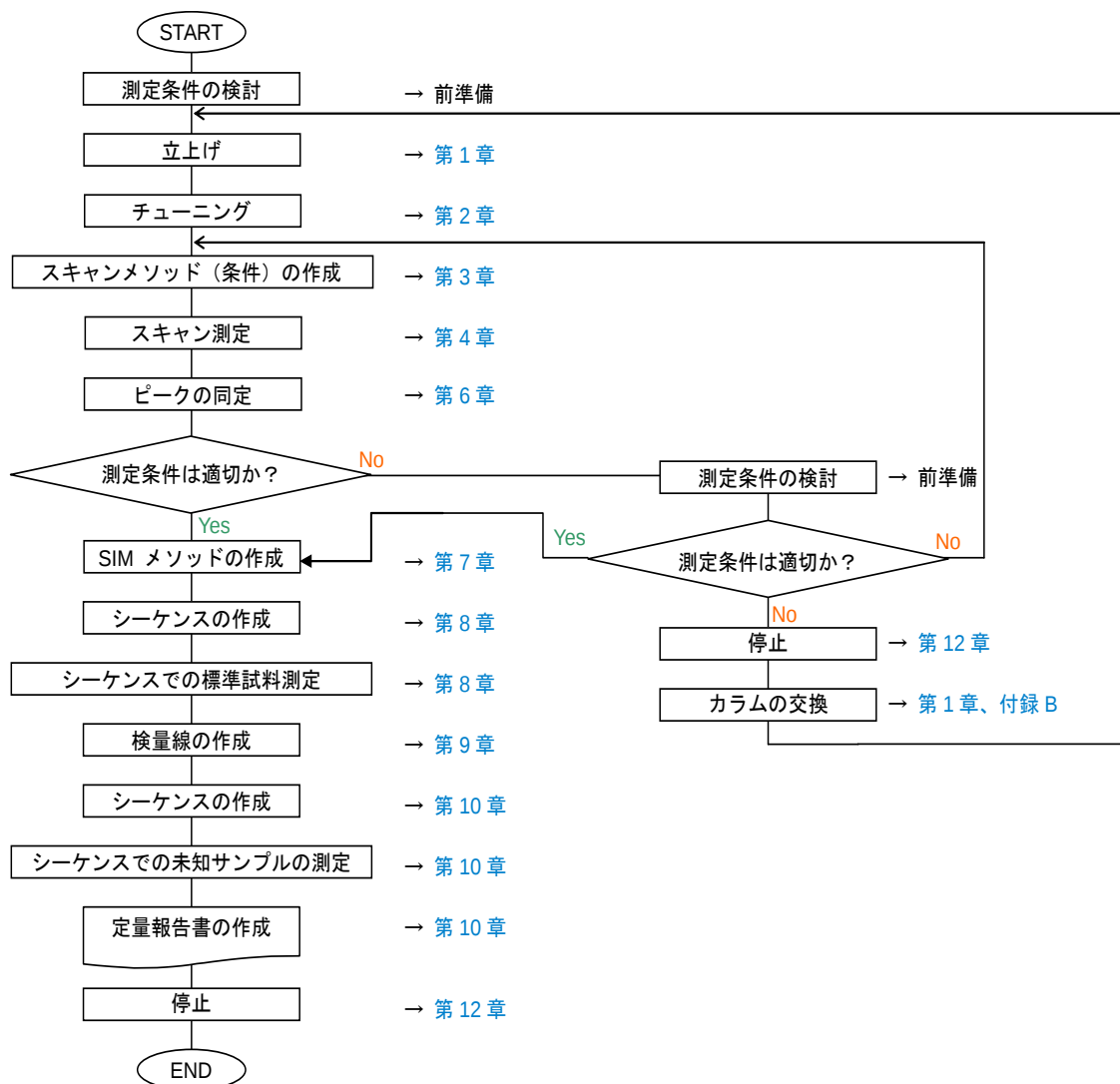
付録F

Q&A 集

付録G

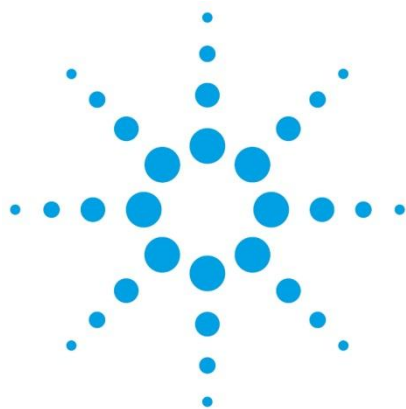
GC/MSD 用語集

<定量分析の流れ>



このマニュアルは Agilent 7890GC / 5977MSD（ターボ仕様） と G1701FA ケミステーションを用い、下記の注入口、カラム、サンプルを使用する前提で作成されています。また、未知サンプルを定量してレポートを出力する方法について必要な手順を習得する目的で作成されています。

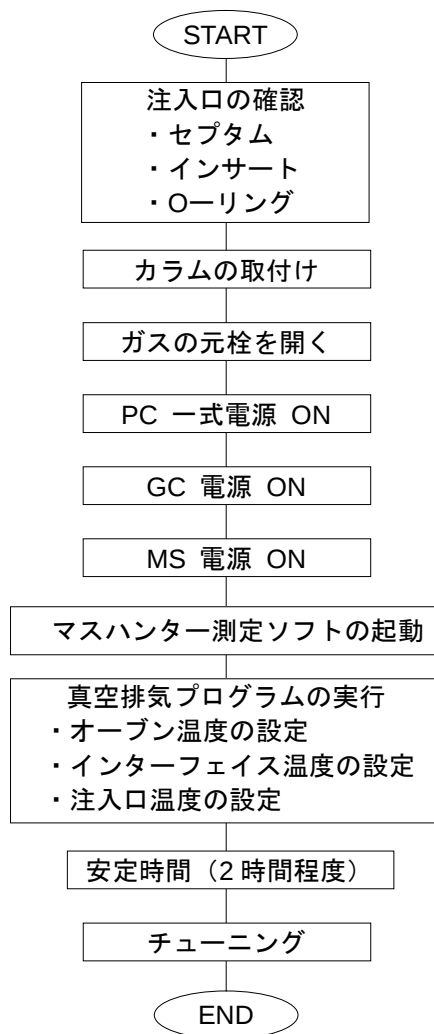
使用する GC 注入口 : EPC 付スプリット／スプリットレス注入口
 使用するカラム : HP-5 MS 30m × 250um × 0.25um
 使用するサンプル : GC/MSD Demo Sample (P/N 5064-3025)



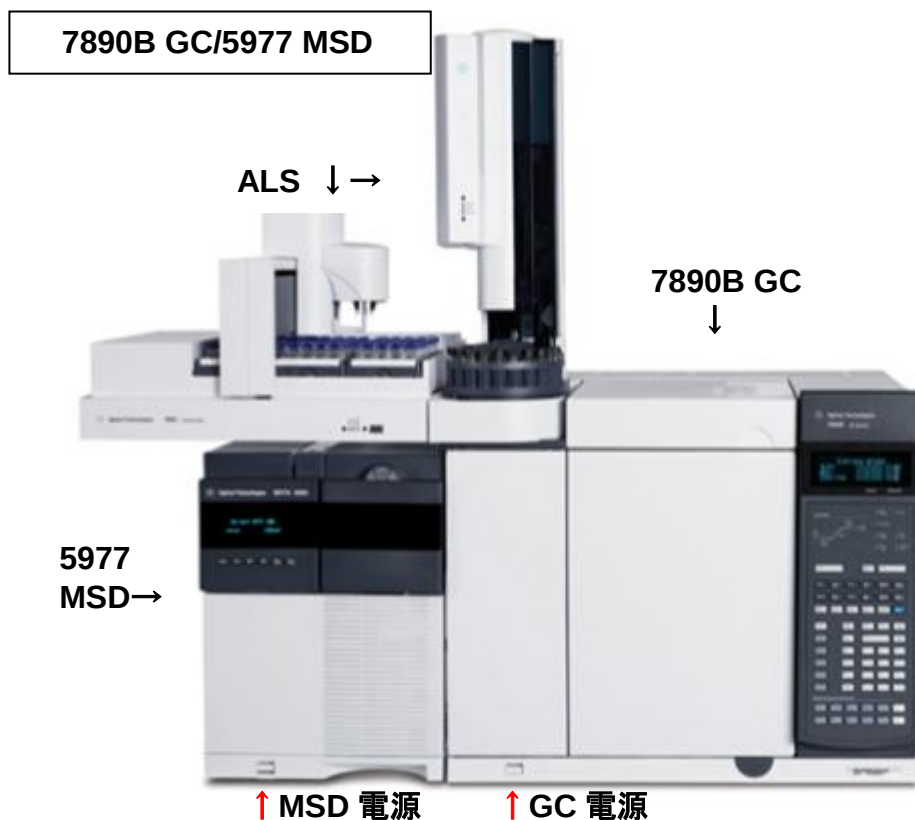
第1章 システムの立ち上げ方

1 章－1 GC および MSD の電源を入れる	1－3
1 章－2 マスハンター測定ソフトウェアの起動	1－5
1 章－3 測定に使用する解析モードの設定	1－6
1 章－4 真空排気プログラムの実行	1－8
1 章－5 メソッドの読み込み	1－10

<システムの立ち上げ方>



1章－1 GC および MSD の電源を入れる



- (1) 注入口セプタムとインサート、カラムが正しく取り付けられていることを確認して GC の電源を入れます。
- (2) MSD のサイドカバーを開き、サイドプレートが真空チャンバ側（正面から見て右側）へ押し付けながら MSD の電源を入れます。
- (3) MSに電源が入り、ロータリーポンプ（以後 R.P）、ターボポンプ（以後 T.P）が回り始めます（サイドパネルは押し続けてください）。

注意

MSD の電源を入れる前に、必ずベントバルブが閉まっていることを確認してください。



第 1 章 システムの立ち上げ方

<参考>

T.P の回転数が上がっていることを MSD 本体前面のディスプレイで確認することができます。

5977 体の操作ボタンでのディスプレイ表示の仕方

Menu

「+MSParameters」



Item

アナライザー真空度、T.P、イオン源温度、四重極温度が Item ボタンを押す度に切り替わって表示されます。

注意

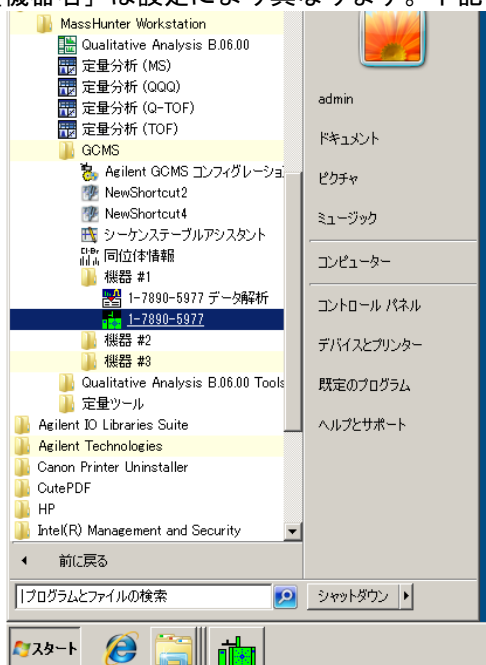
この段階で T.P が止まり、R.P もしばらくすると止まってしまう場合は、MS のどこかがシール出来ずに漏れている可能性があります。漏れ箇所を調べ、MS の電源スイッチを OFF にして再度 MS の起動をやり直してみてください。

1章-2 マスハンター測定ソフトウェアの起動

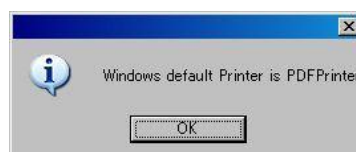


- (1) デスクトップ上のアイコン  をダブルクリックしてマスハンター測定ソフトウェアを起動します。

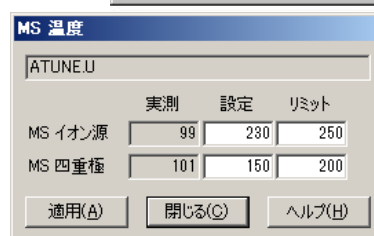
アイコンがデスクトップ上にない場合には、タスクバーの[スタート]ボタンから、
[プログラム]（[すべてのプログラム]）－[MassHunter Workstation]－[GCMS]
－[機器 #1]－[機器名]を選択してソフトウェアを起動します。
（[機器名]は設定により異なります。下記の例では[1-7890-5977]です。）



- (2) デフォルトプリンタの確認画面が表示された場合には  をクリックします。



- (3) MS 温度設定画面が表示された場合には  をクリックします。



第1章 システムの立ち上げ方

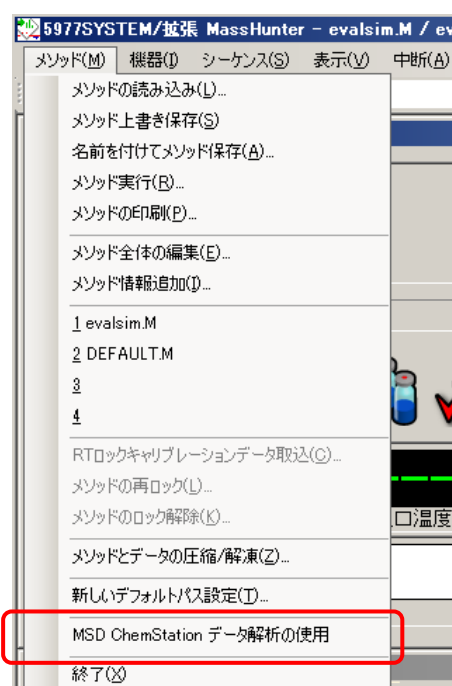
1章-3 測定に使用する解析モードの設定

マスハンター測定ソフトウェアは、マスハンター定性／定量データ解析とケミステーションデータ解析の二つの解析モードが準備されています。モードにより測定ソフトウェアが呼び出す解析ソフトウェアが変わり、解析と関連したメニューで項目に違いがあります。

(1) マスハンター定性／定量データ解析の使用

メニューから [メソッド] - [MSD Chemstation データ解析の使用] の項目を確認します。

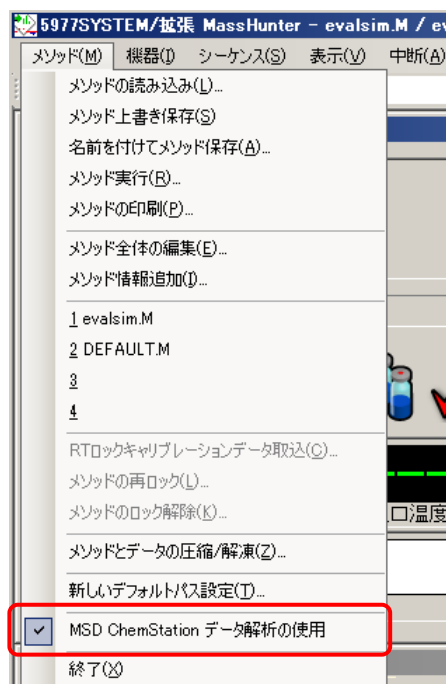
☒ (チェック) がある時は [MSD Chemstation データ解析の使用] をクリックして、チェックを外します。



(2) ケミステーションデータ解析の使用

メニューから [メソッド] - [MSD Chemstation データ解析の使用] の項目を確認します。

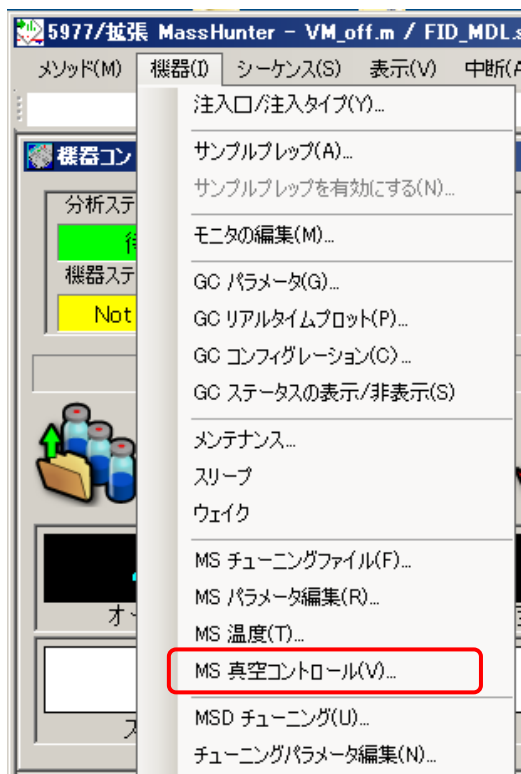
☒ (チェック) がない時は [MSD Chemstation データ解析の使用] をクリックして、チェックを入れます。



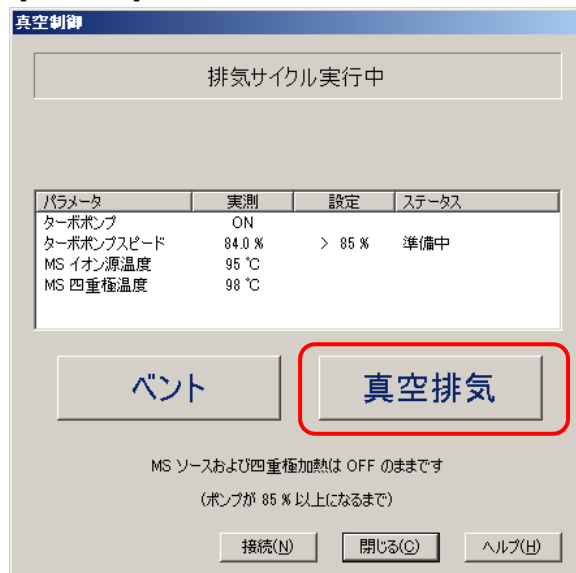
第1章 システムの立ち上げ方

1章-4 真空排気プログラムの実行

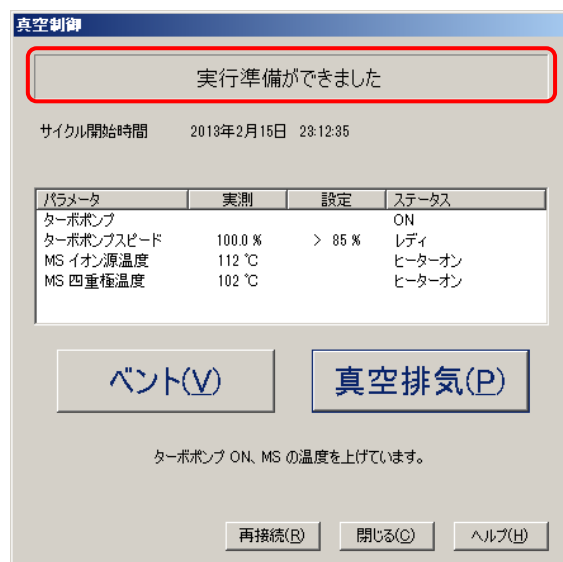
- (1) メニューから[機器]－[MS 真空コントロール...]を選択します。もしくは
アイコンを右クリックします。



- (2) [真空排気]ウィンドウが表示されるので、真空排気ボタンをクリックします。

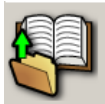


- (3) ステータスが [実行準備ができました] になったら、[閉じる]ボタンを押して、真空制御ウィンドウを閉じます。

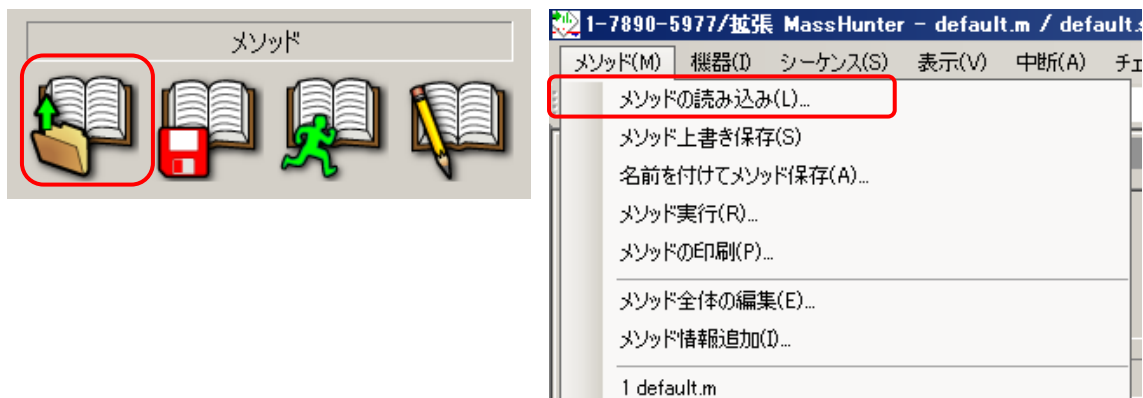


第1章 システムの立ち上げ方

1章-5 メソッドの読み込み



- (1) (メソッド読み込みアイコン) をクリックします。メニューから選択する場合は [メソッド] - [メソッドの読み込み] を選択します。



- (2) [メソッド読み込み] ダイアログボックスから使用するメソッドを選択し、
OK をクリックします。



注意

イオン源または四重極の温度がメソッドの設定値と異なると MS 温度設定画面が表示されます。表示された場合には **適用(A)** をクリックします。

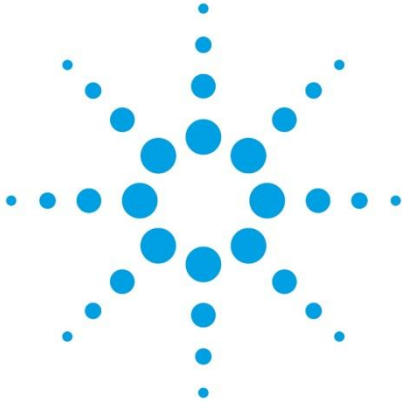
安定した分析を実行するためには、温度を上げて十分に時間をおいてから測定を開始する様にしてください。

	実測	設定	リミット
MS イオン源	99	230	250
MS 四重極	101	150	200

適用(A) 閉じる(C) ヘルプ(H)

第 1 章 システムの立ち上げ方





第2章 チューニング

2章-1	チューニングとは	2-2
2章-2	使用する標準物質	2-2
2章-3	ゲイン係数	2-2
2章-4	オートチューニングの実施方法	2-3
2章-5	チューンレポート	2-5
2章-6	チューニング結果の確認	2-6
2章-7	マニュアルチューン	2-8
2章-8	チューニング表示	2-10

第2章 チューニング

2章-1 チューニングとは

質量分析計で測定を開始する前に、既知の標準物質を用いて次のような調整を行う必要があります。

- ・ イオン源各部の電圧調整
- ・ イオンピークの半値幅(分解能)の調整
- ・ 感度の調整
- ・ マス軸の較正

チューニングの良し悪しにより、感度、分解能、マスパターンが変化しますので、チューニングは質量分析計を扱う際に非常に重要な操作です。

2章-2 使用する標準物質

Agilent 5977 MSD の EI モードではチューニング用の標準物質として、PFTBA (PerFluoroTriButylAmine) を用いています。この標準物質の主なフラグメントイオンは、 m/z 31, 50, 69, 100, 131, 219, 264, 414, 464, 502, 576, 614 です。

2章-3 ゲイン係数

G1701 MSD ケミステーション Rev.E.02.00 から拡張された新しいEM 電圧の設定法です。チューニングの度に、EM 電圧に対する MSD のゲイン（増幅率、シグナル値）が測定され、チューニングファイルに保存されます。

ゲイン係数とは、検出器シグナルの増幅を指定する値で、ゲイン係数が 1.00 のときシグナルは 1.00×10^5 倍に増幅されます。

メソッドで使用する EM 電圧の設定が [ゲイン係数] で指定可能になり、EM の使用年数や異なる機器間で一貫性のある MSD 検出器レスポンスが実現可能になりました。

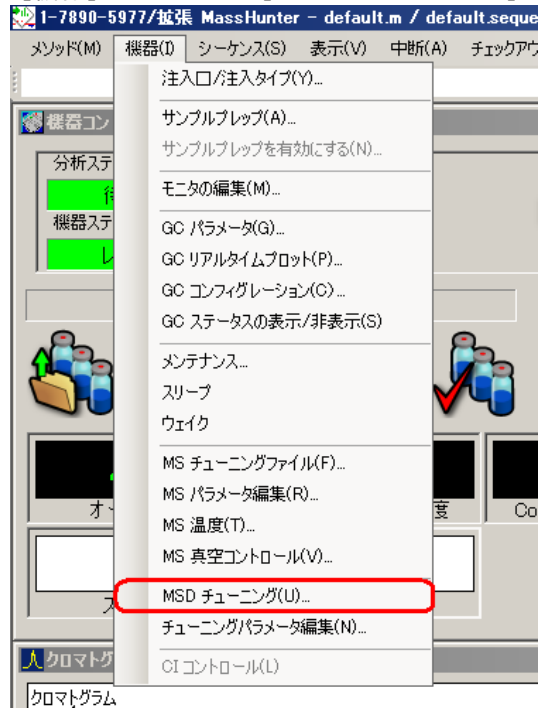
ゲイン係数の設定可能範囲は 0.3～25.00 です。ゲイン係数を 1.00 に設定すると従来のオートチューン結果の EM 電圧よりやや高い値になります。

詳細はオンラインヘルプ、および技術概要「Enhancements to Gain Normalized Instrument Tuning: Understanding the Benefits and Features」（文書番号 5989-7654EN）を参照してください。

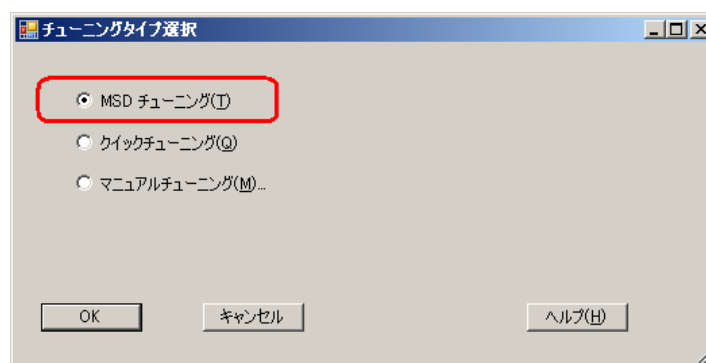
2章-4 オートチューニングの実施方法

次の手順でオートチューニングを実施します。

- (1) [機器] メニューの [MSD チューニング] をクリックします。



- (2) [チューニングタイプ選択] ダイアログボックスで [MSD チューニング] を選択して をクリックします。



第2章 チューニング

<参考>

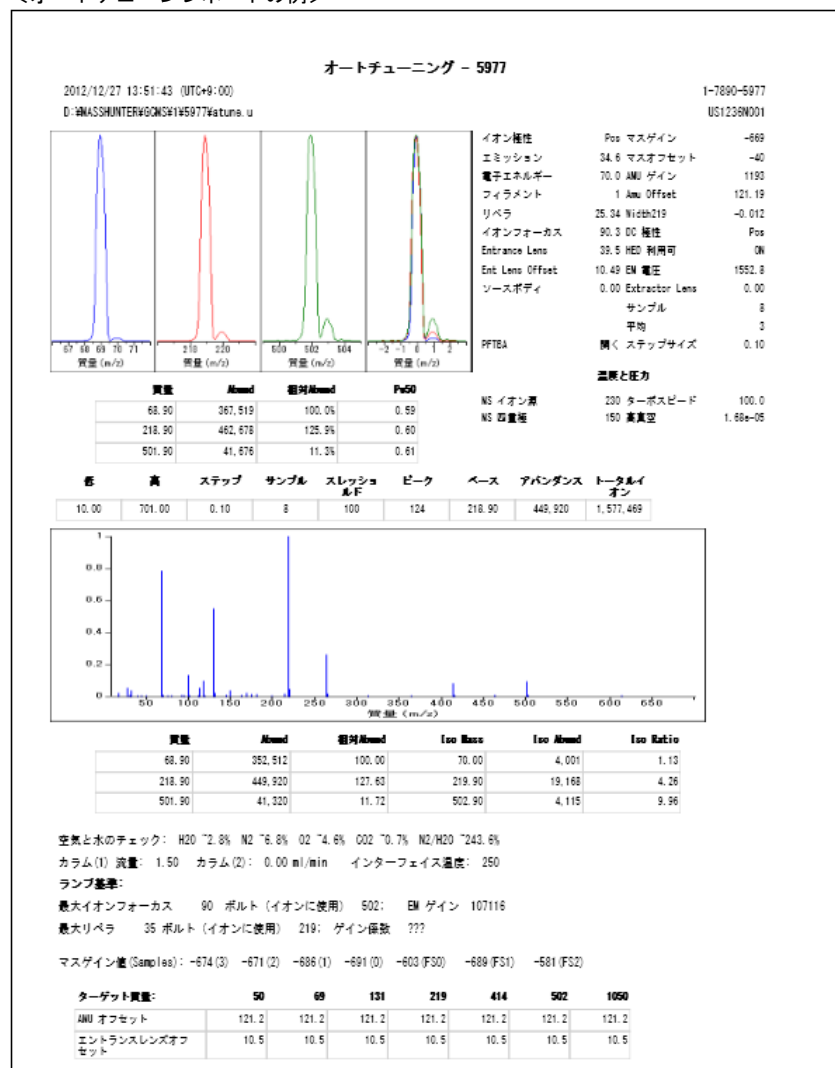
この手順で MSD チューニングを選択すると、現在読み込まれているメソッドで使用しているチューニングファイル（3 章-14 ①参照）を用いてチューニングが実行・保存されます。

エクストラクタ搭載 EI イオン源の場合は、(1)の「MSD チューニング」を実行する前に「MS チューニングファイル」をクリックして、使用するチューニングファイル(etune.U または atune.U)を選択しておきます。

2章-5 チューンレポート

チューニングが完了するとレポートが印刷されます。

＜オートチューンレポートの例＞



＜参考＞

チューンレポートは MSD の状態を判別するのに非常に有効です。
ファイルして保管しておくことを推奨します。

第2章 チューニング

2章-6 チューニング結果の確認

チューニングの評価メニューを使用してチューン結果を確認することができます。

- (1) メニューから [チェックアウト] - [チューニングの評価] を選択します。
- (2) 出力されたチューニング評価レポートの全ての項目が [OK] となっていることを確認します。

評価が良好に完了すると「チューン部のシステム確認はパスしました」とレポート上に印字されます。

<良いチューニング評価レポートの例>

システム確認 - チューン (検出器 最適化) 部		
機器名	: 1-7890-5977	
DC 極性	: ポジティブ	
フィラメント	1	
ベースピークが 69 か 219 である		
質量 69 の位置	68.90	OK
質量 219 の位置	218.90	OK
質量 502 の位置	501.90	OK
同位体質量 70 の位置	69.96	OK
同位体質量 220 の位置	219.90	OK
同位体質量 503 の位置	502.90	OK
質量 69 に対する質量 70 の比 (0.5~1.6%)	1.14	OK
質量 219 に対する質量 220 の比 (3.2~5.4%)	4.31	OK
質量 502 に対する質量 503 の比 (7.9~12.3%)	10.13	OK
219 の 69 に対する比は 40% 以上である	127.58	OK
502 の 69 に対する比は 2.4% 以上である	11.46	OK
質量 69 に対する質量 68 の比 (<= 3%)	0.14	OK
質量 219 に対する質量 218 の比 (<= 6%)	0.38	OK
質量 502 に対する質量 501 の比 (<= 12%)	0.50	OK
597x Air and Water Check		
Thu Dec 27 13:56:28 2012		
D:*MASSHUNTER*GCM5*1*5977*tatune.u		
	Instrument: 1-7890-5977	
	US1236N001	
システムのリークテスト中		
質量 69 に対する質量 18 の比 (<20%)	3.19	OK
質量 69 に対する質量 28 の比 (<10%)	7.26	OK
エレクトロンマルチプライア電圧	1553	OK
チューン部のシステム確認はパスしました。		

第2章 チューニング

チューニング評価の項目が規定値に入らない場合にはレポートに「範囲外の設定があります。続行する前に正しくしてください。」と印字され、考えられる要因が表示されます。

<悪いチューニング評価レポートの例>

システム確認 - チューン (検出器 最適化) 部		
機器名	: 1-7890-5977	
DC 極性	: ポジティブ	
フィラメント	1	
ベースピークが 69 か 219 である		OK
質量 69 の位置	69.00	OK
質量 219 の位置	218.91	OK
質量 502 の位置	502.00	OK
同位体質量 70 の位置	70.00	OK
同位体質量 220 の位置	219.97	OK
同位体質量 503 の位置	503.00	OK
質量 69 に対する質量 70 の比 (0.5~1.6%)	1.23	OK
質量 219 に対する質量 220 の比 (3.2~5.4%)	4.33	OK
質量 502 に対する質量 503 の比 (7.9~12.3%)	10.06	OK
219 の 69 に対する比は 40% 以上である	99.64	OK
502 の 69 に対する比は 2.4% 以上である	6.58	OK
質量 69 に対する質量 68 の比 (<= 3%)	0.16	OK
質量 219 に対する質量 218 の比 (<= 6%)	0.18	OK
質量 502 に対する質量 501 の比 (<= 12%)	0.33	OK
597x Air and Water Check		
Thu Dec 27 11:52:59 2012		
D:\MASSHUNTER\GCMS\1\5977\atune.u		
Instrument: 1-7890-5977		
US1236N001		
システムのリークテスト中		
質量 69 に対する質量 18 の比 (<20%)	9.12	OK
質量 69 に対する質量 28 の比 (<10%)	15.90	高
24時間後にもう一度システム確認を行ってください。		
もし問題があれば、エアリークまたはガスサプライの汚れを		
チェックしてください。		
エレクトロンマルチプライア電圧	1647	OK
範囲外の設定があります		
続行するまえに正しくしてください。		
一つ以上のテストに失敗しました。		
正しくない DC 極性を選んだ可能性があります。		
正しい DC 極性が選択されているかどうか		
検出器のカバーをはずして		
EID 上部のラベルを確認してください。		

第2章 チューニング

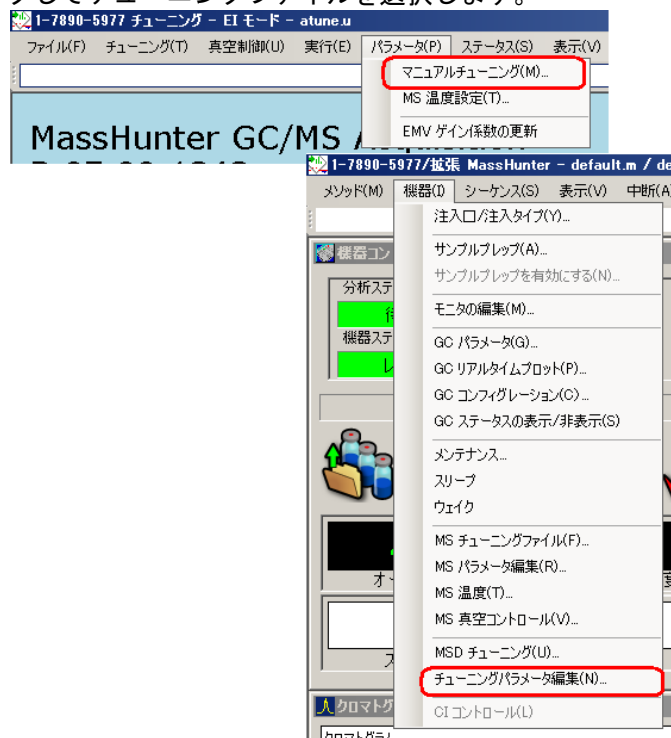
2章-7 マニュアルチューン

マニュアルチューンを使用すると、マスのプロフィールやスペクトルパターンをモニターしながら MSD の各パラメータを調整することができます。特定のパラメータをランプさせてチューンマスへの影響を確認し、チューニングを微調整することが可能です。

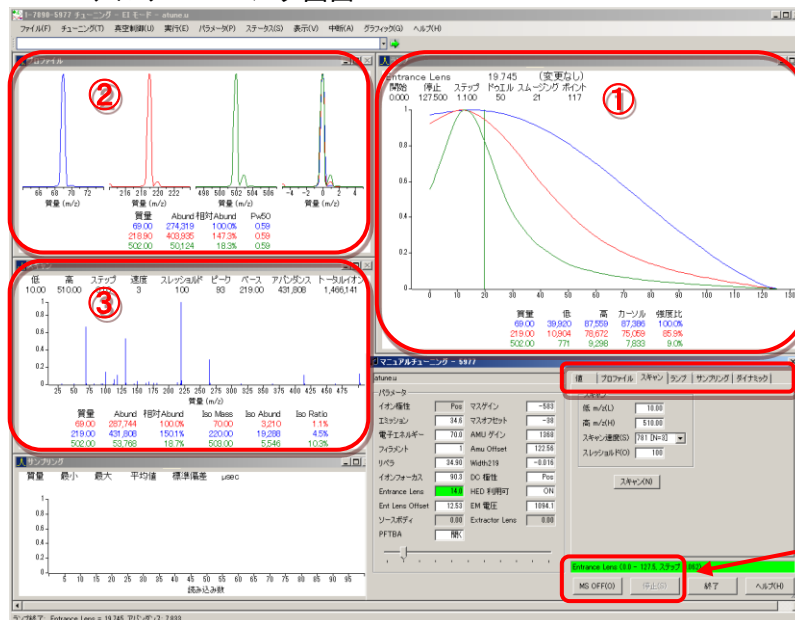
マニュアルチューンではトライ&エラーでチューニングの各設定項目を調整し、分解能やマス軸を許容範囲に保ちつつ、感度を上げたり、スキャンのスペクトルパターンを調整したりすることが可能です。

詳細な使用方法についてはマスハンター測定ソフトウェアのオンラインヘルプを参照して下さい。

- (1) [表示]－[チューニングと真空制御]で、チューニングと真空制御画面のメニューに入り、[パラメータ]－[マニュアルチューニング]を選択します。または、機器コントロール画面のメニューから[機器]－[チューニングパラメータ編集]をクリックしてチューニングファイルを選択します。



マニュアルチューニング画面



プロファイル タブ

チューニング&表示パラメータで指定した3つのチューニングマスについて継続的なプロファイルスキャンを実行します。結果は、①のプロファイルウィンドウに表示されます。

スキャン タブ

チューニング&表示パラメータの「スキャン範囲」のスペクトルスキャンを連続して実行・表示します。結果は、②のスキャンウィンドウに表示されます。

ランプ タブ

3つのチューニングマスに対して選択されたパラメータをランプします。結果は、③のランプウィンドウに表示されます。

停止(S) ボタン

プロファイルスキャン、スペクトルスキャン、ランプなどを停止します。

MS OFF(O) ボタン

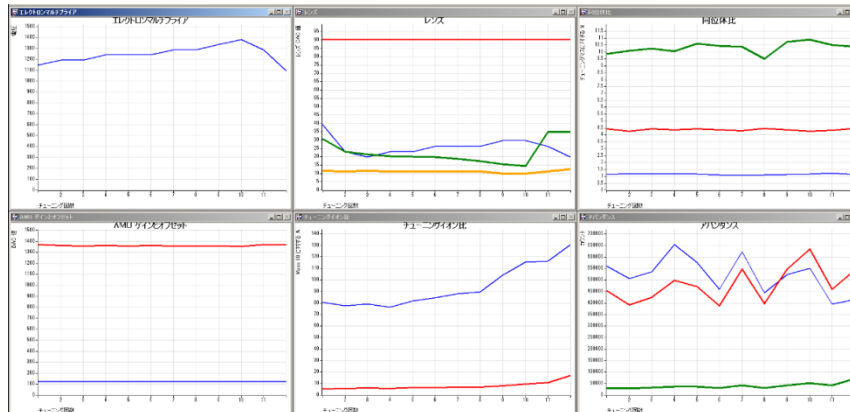
MS をオフにします。

第2章 チューニング

2章-8 チューニング表示

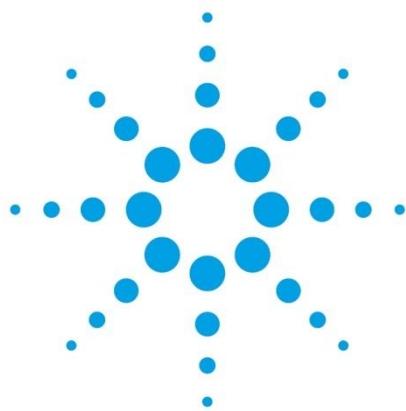
チューニング表示メニューから、チューニングの履歴を表示させることができます。

チューニングと真空制御画面のメニューから「ファイル」－「チューニング表示」をクリックします。



チューニングの各設定項目の履歴がグラフ化されて表示されます。画面左下に最小化されている「チューニングレポート」をクリックすると数値の履歴が表示されます。

チューニングレポート									
	A	B	C	D	E	F	G	H	I
1	HEADER	1-7890-5977	5977	D:MMASHU					
2	5977	Thu Dec 27 1-7890-59769	349952	4022	219	451648	19784	502	
3	5977	Thu Dec 27 1-7890-59769	352512	4001	219	449920	19168	502	
4									
5									
6									
7									
8									
9									
10									



第3章 定性のための 測定条件作成

3章-1	メソッド編集の開始	3-3
3章-2	メソッド情報とメソッド実行範囲の設定	3-4
3章-3	試料導入方法の設定	3-5
3章-4	GC (Agilent 7890) のパラメータ編集画面	3-6
3章-5	GC コンフィグレーション	3-9
3章-6	オープン温度条件の設定	3-14
3章-7	カラム流量の設定	3-15
3章-8	注入口条件の設定	3-16
3章-9	オートサンブラ条件の設定	3-17
3章-10	Aux 温度条件の設定	3-19
3章-11	GC 計算ツール	3-20
3章-12	7890GC パラメータ編集画面の終了	3-24
3章-13	GC リアルタイムプロットの設定	3-24
3章-14	MSD の測定条件の設定	3-25
3章-15	モニタ選択	3-28
3章-16	メソッドの保存	3-29
3章-17	メソッドの印刷方法	3-30

第3章 定性のための測定条件作成

<定性のための測定条件作成>



本章には、下記についての説明も含まれています。

- ・メソッドの印刷方法

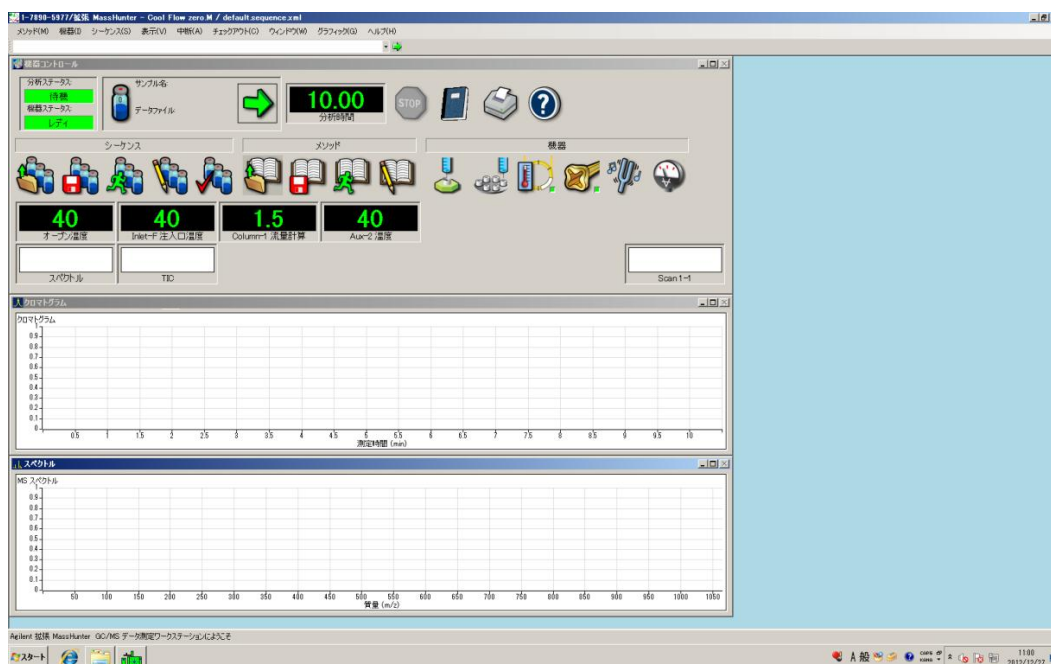
第3章 定性のための測定条件作成

本章では、定性のためのスキャン測定条件を作成する方法について説明しています。

マスハンターソフトウェアでは、測定や解析条件をメソッドと呼んでいます。測定ソフトウェアでは、測定条件を1つのメソッドファイルとして保存して使用します。

3章-1 メソッド編集の開始

- (1)  を起動します。



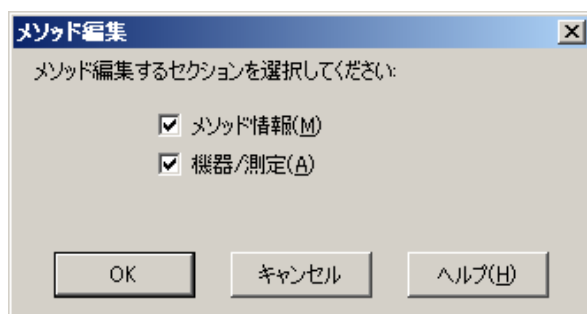
- (2)  (メソッド全体の編集アイコン) をクリックします。メニューからの場合は [メソッド] - [メソッド全体の編集] を選択します。



第3章 定性のための測定条件作成

- (3) [メソッド編集] ダイアログボックスが表示されます。

[メソッド情報] と [機器/測定] にチェックを付け、 をクリックします。



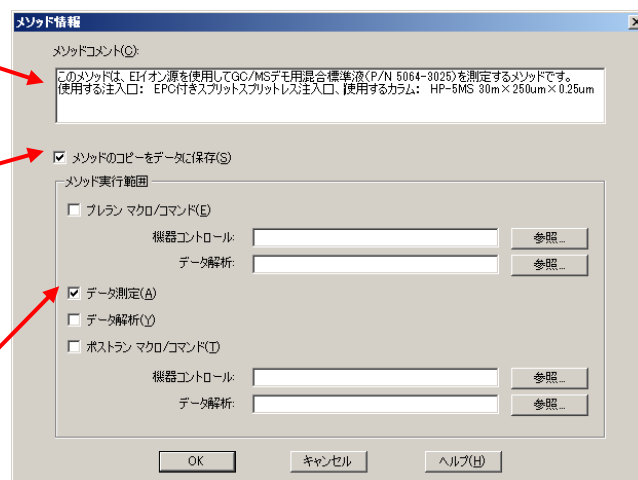
3章-2 メソッド情報とメソッド実行範囲の設定

- (1) メソッドの説明を入力します。

- (2) [メソッドのコピーを保存] にチェックを入れることにより、メソッドのコピーがデータに含まれます。

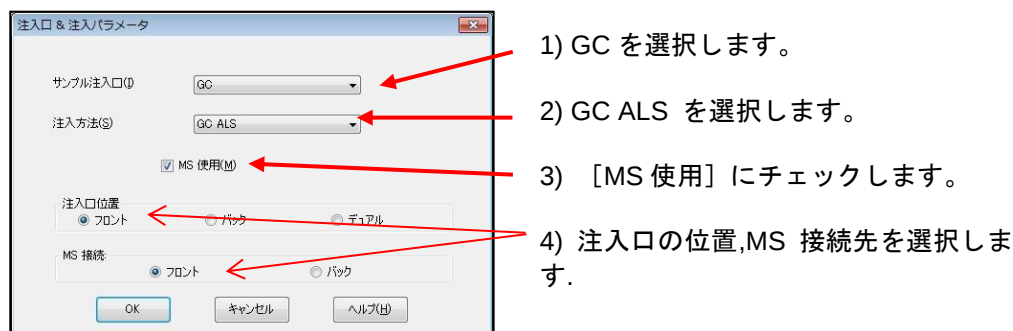
- (3) [データ測定] のみチェックし、その他の項目はチェックを外します。

- (4)  をクリックします。



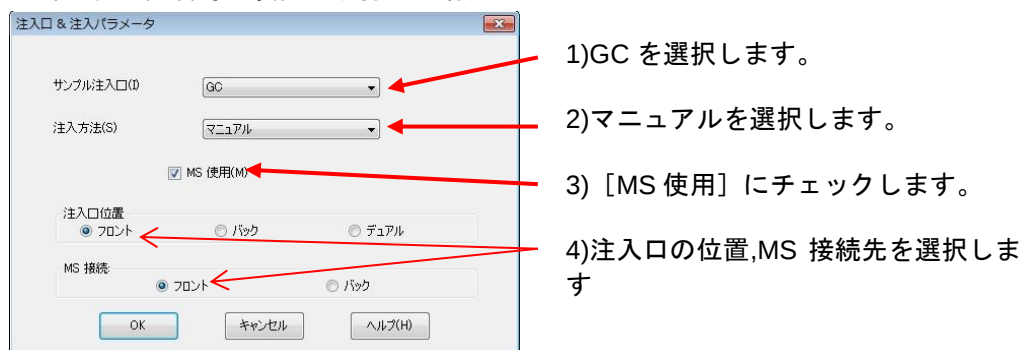
3章－3 試料導入方法の設定

(1) Agilent7693 オートサンプラ（ALS）使用の場合



設定を確認して **OK** をクリックします。

(2) その他の試料導入装置や手打ちの場合



設定を確認して **OK** をクリックします。

注意

注入方法に [マニュアル] を選択した場合、メソッド実行後にスタートボタンを押すようにメッセージが表示されます。また、試料導入装置（熱分解装置、加熱脱着装置、ページ & トラップ装置など）を使用する場合は一般的に注入方法に [外部デバイス] を選択しますが、[マニュアル] を選択することもできます。この場合、試料導入装置からのスタート信号が GC へ送信されるまで、注入待ちのメッセージが表示されるようになります。7697 ヘッドスペースサンプラーの場合は、注入方法に [ヘッドスペース] を選択します。

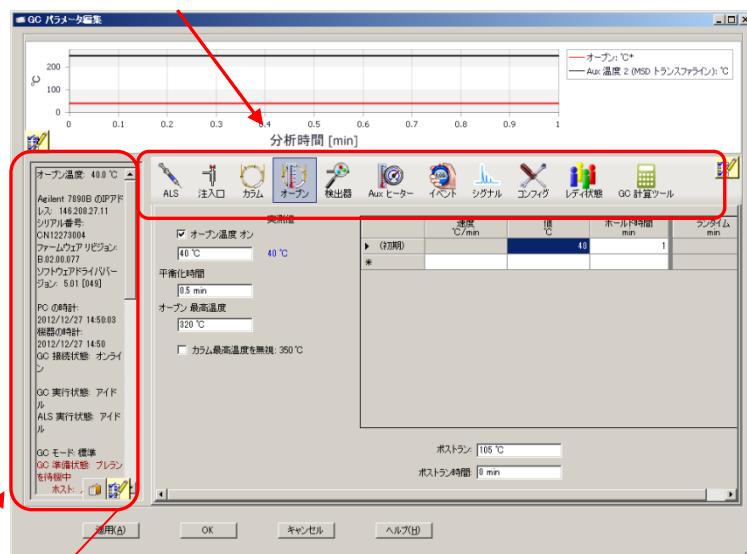
第3章 定性のための測定条件作成

3章-4 GC (Agilent 7890) のパラメータ編集画面

パラメータ編集画面では、GC の条件を入力します。

(1) GC パラメータ編集画面に共通した操作

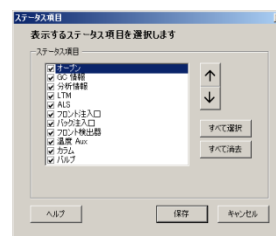
- ① 上部のアイコンをクリックすると、その項目の設定画面が表示されます。現在選択中の項目は青色で反転表示されます。



- ② 左側にはステータス（実測値）がリストされます。



をクリックするとステータス項目が選択できます。

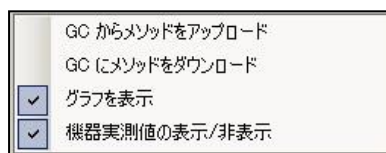


- ③ 各設定の単位（上の図の平衡化時間では [min] ）は自動的に入りますので、設定は数値のみ（上の図の平衡化時間の場合 [0] ）を入力します。
- ④ マウスカースルを設定欄の上に持ってくると、有効な設定範囲の値がポップアップで表示されます。

注意

有効な設定範囲外の値を入力した場合、その値は自動的に取り消されて元の値に再設定されます。設定は必ず有効設定範囲内で設定して下さい。

⑤ 右クリックメニュー（パラメータ編集画面上で右クリック）



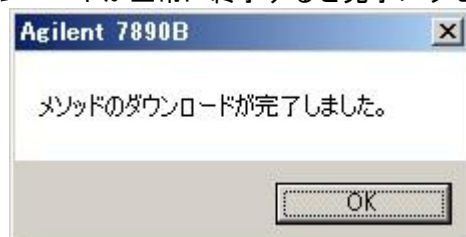
[GC からメソッドをアップロード]

7890GC の現在の設定値を MassHunter 測定ソフトウェアのメソッド編集画面に読み込み（アップロード）ます。GC のキーボードから設定を入力した場合、この機能を使用すると便利です。

[GC にメソッドをダウンロード]

パラメータ編集画面の設定値を 7890GC へ適用（ダウンロード）します。

ダウンロードが正常に終了すると完了メッセージが表示されます。



[グラフを表示]

温度や圧力・流量のグラフの表示／非表示の切り替えです。

[機器実測値の表示／非表示]

機器実測値のステータスの表示／非表示の切り替えです。

注意

ソフトウェア上のコンフィグレーション（後述）が、機器のコンフィグレーションと一致しない場合、パラメータをダウンロードしても適用されない場合があります。
このような場合には後述のメソッド編集画面上、「コンフィグ」を開いて機器とソフトウェア上のコンフィグレーションを一致させます。

各ボタン

適用 : 設定値を 7890GC へダウンロード（適用）します。

OK : 設定値を 7890GC へ適用してパラメータ編集画面を閉じます。

キャンセル : 変更内容を破棄して機器コントロール画面に戻ります。

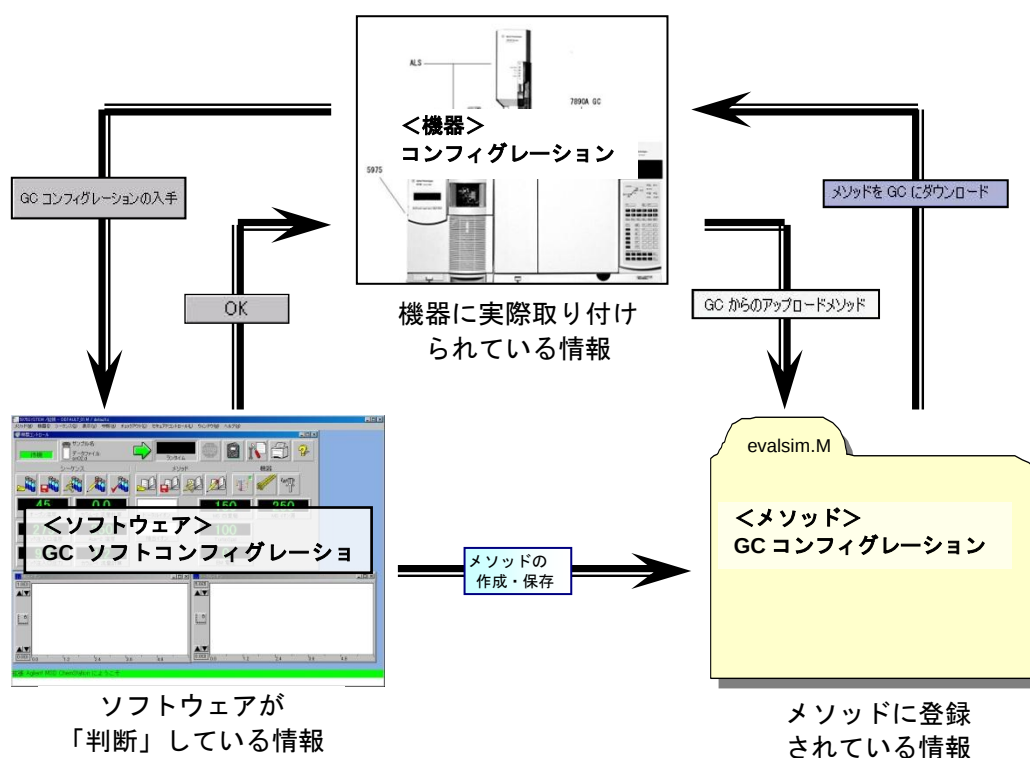
ヘルプ : 現在の設定画面に関するヘルプ情報を表示します。

3章-5 GC コンフィグレーション

マスハンターソフトウェアでは、機器にインストールされたハードウェア（注入口や検出器タイプなど）やリソース（カラムやガスタイプなど）をコンフィグレーションと呼びます。

圧力、流量のコントロールや注入量など、正確なオペレーションを実現するためには、実際の GC ハードウェアのコンフィグレーションとソフトウェア上の「GC コンフィグレーション」が一致している必要があります。

また、機器に設定値をダウンロードするためには、メソッドの「GC コンフィグレーション」が GC ハードウェアのコンフィグレーションに一致している必要があります。



第3章 定性のための測定条件作成

〔コンフィグレーション〕アイコン



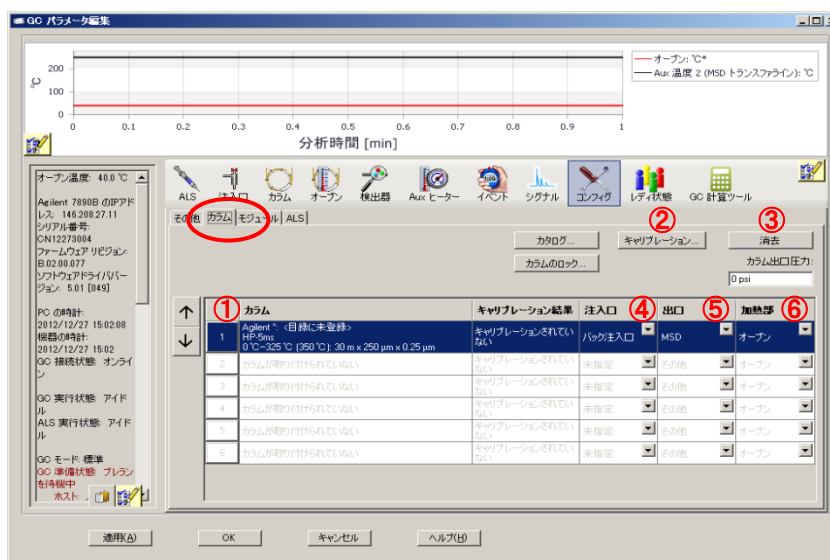
コンフィグ をクリックします。

(1) 〔カラム〕タブ

GCでは、最大6つのカラムをコンフィグレーションすることが可能です。

使用するカラムのみを登録します。

このタブでは、カラムの変更やキャリブレーション、接続位置（注入口・出口）、加熱部の設定をします。



- ① クリックしてカラムの変更を開始します。
- ② カラムをカットした場合にカラムのキャリブレーションを実施します。
- ③ メソッド上で使用しないカラムが表示されている場合は消去します。
- ④ ドロップダウンからカラム注入口側の取り付け位置を選択します。
- ⑤ ドロップダウンからカラム出口の設定を選択します。
- ⑥ ドロップダウンから加熱部の設定を選択します。

カラムの変更方法については、付録Bに手順が記述されています。

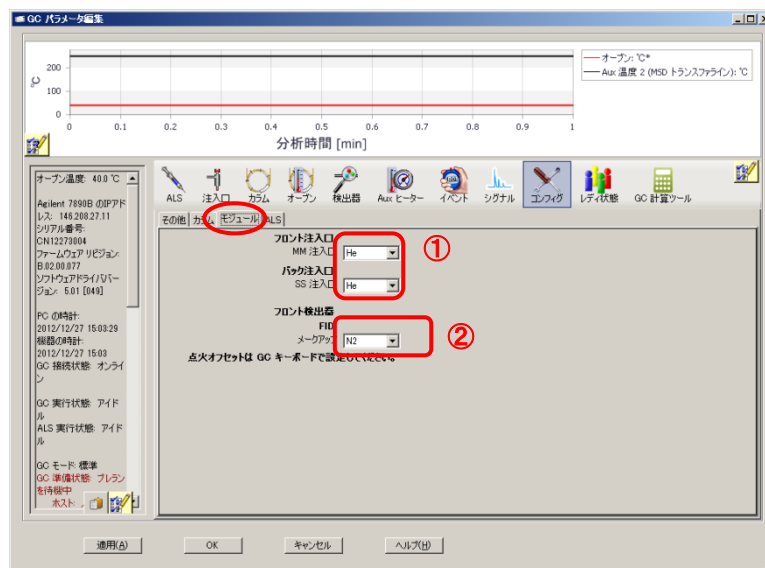
注意

カラムが正しくコンフィグレーションされていることを確認します。正確なカラム情報が入力されていないとカラム流量・圧力の計算が正しくできません。

(2) 「モジュール」タブ

GCに取り付けられている各モジュール（注入口、検出器、Aux 圧力コントローラなどの各デバイス）の設定を実施します。

モジュールの取り付け状況により、項目は増減しますので、必ずしも下図とは一致しません。



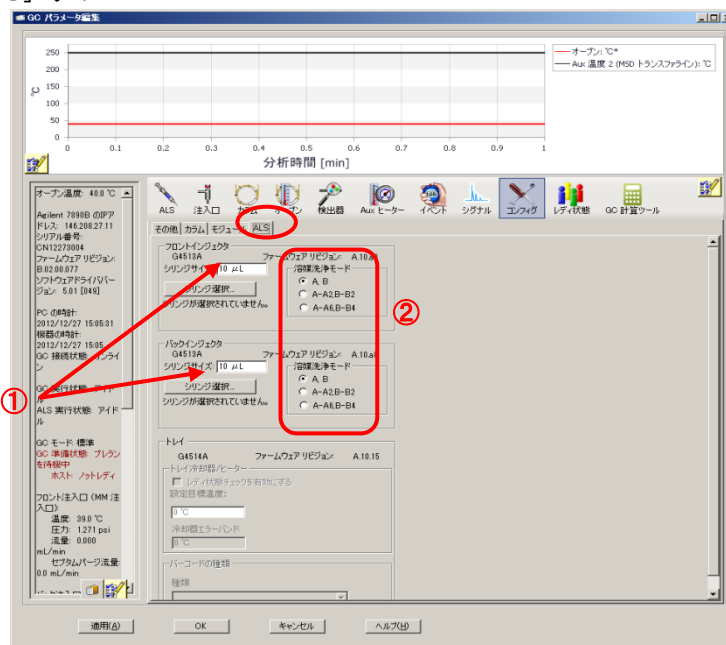
- ① 現在 GC に配管されているガスタイプをドロップダウンから選択します。
- ② GC 検出器が付属している場合、各検出器特有の設定やフローモジュールの設定を実施します

警告

火災の危険があります。水素をキャリアガスまたはその他のガスとして使用する場合は、コンフィグレーションのガスタイプを必ず正しく設定し、更新してください。更新しないと不正な流量の原因となるばかりでなく、GCの安全機能が正しく機能しません。

第3章 定性のための測定条件作成

(3) [ALS] タブ



- ① シリンジサイズ欄には、インジェクタに取り付けられているシリンジの最大容量を入力します

アジレント製のシリンジの場合は、**シリンジ選択/クリア...** をクリックして、一覧から選択することも出来ます。

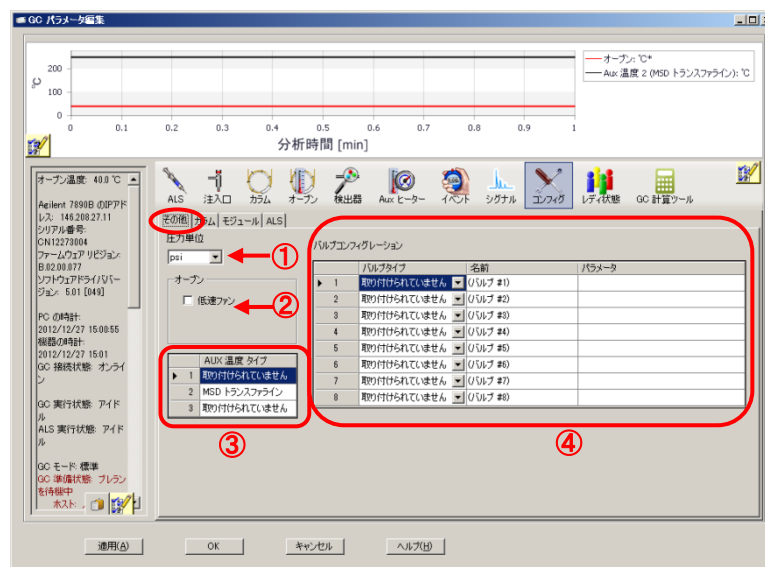
- ② 溶媒洗浄モードで必要に応じたモードを選択します。

注意

シリンジはメーカーによりラベルに注入可能な最大容量を表示している場合があります。シリンジサイズにはシリンジの最大容量を入力します。

なお、Agilent インジェクタにインストールされたシリンジの注入可能な最大容量は、シリンジ最大容量の 50%です。(10 μ L のシリンジの場合、1 回に注入できる容量は最大 5 μ L まで。)

(4) 「その他」タブ



- ① 使用する圧力単位をドロップダウンメニューから選択します。

・ 1 kPa = 0.145 psi = 0.01 bar
 ・ 6.895 kPa = 1 psi = 0.06895 bar
 ・ 100 kPa = 14.504 psi = 1 bar

- ② オープンの設定

「低速ファン」をチェックするとファンの速度が低速モードになります。低速モードを使用するとクールダウン時の音は低減しますが、クールダウンに要する時間は長くなります。

- ③ [AUX 温度タイプ]は、確認のみ可能です。通常 AUX#2 で「MSD トランスファライン」が使用されます。
- ④ バルブがインストールされている場合、そのタイプ、名前、およびパラメータを入力します。（バルブは自動的に認識されません。）

第3章 定性のための測定条件作成

3章-6 オープン温度条件の設定

オープン温度条件

初期温度 : 50°C ホールド時間 : 0min

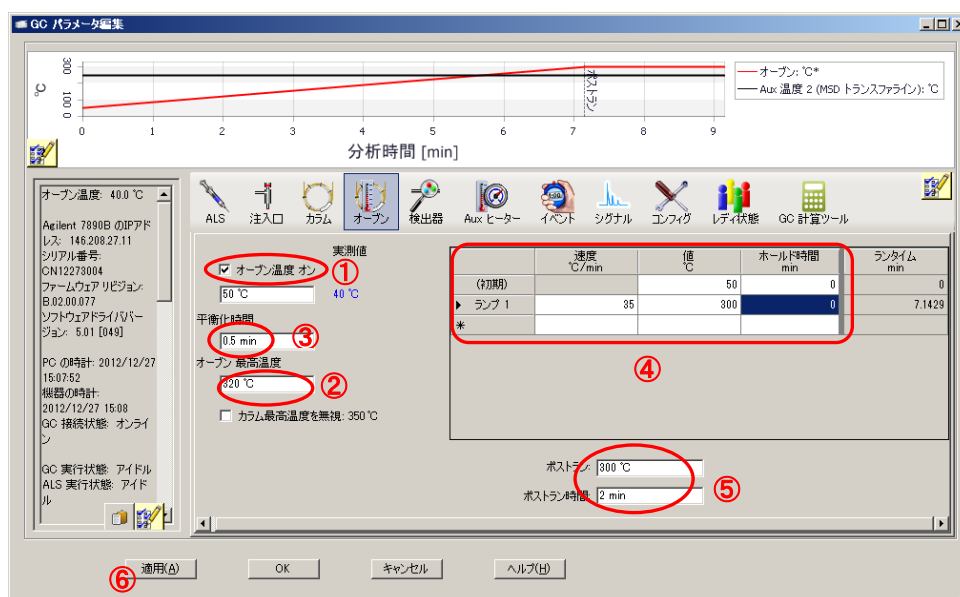
1 段目昇温 : 昇温速度 35°C/min 到達温度 300°C ホールド時間 0min

2 段目昇温 : なし

ポストラン : 温度 300°C 時間 2min



- (1) オープンをクリックします。



- ① オープン温度オンにチェックを入れます。
- ② ここで設定した値より大きい値がオープン温度プログラムやポストラン温度で入力できなくなります。
- ③ 平衡化時間に 0.5 を入力します。
- ④ テーブルに昇温プログラムを入力します。
- ⑤ ポストランに 300、ポストラン時間に 2 を入力します。（データは取られませんが、昇温終了後の焼きだしを行います。）
- ⑥ 必要に応じて **適用(A)** をクリックしオープンの設定を 7890GC ヘダウンロードします

3章-7 カラム流量の設定

カラム流量の条件

モード : コンスタントフロー (定流量)

流量 : 1mL/min

カラム : 19091S-433 (HP-5MS 30m x 250um x 0.25um)

イン : フロントまたはバック (スプリット/スプリットレス注入口の位置)

アウト : 真空

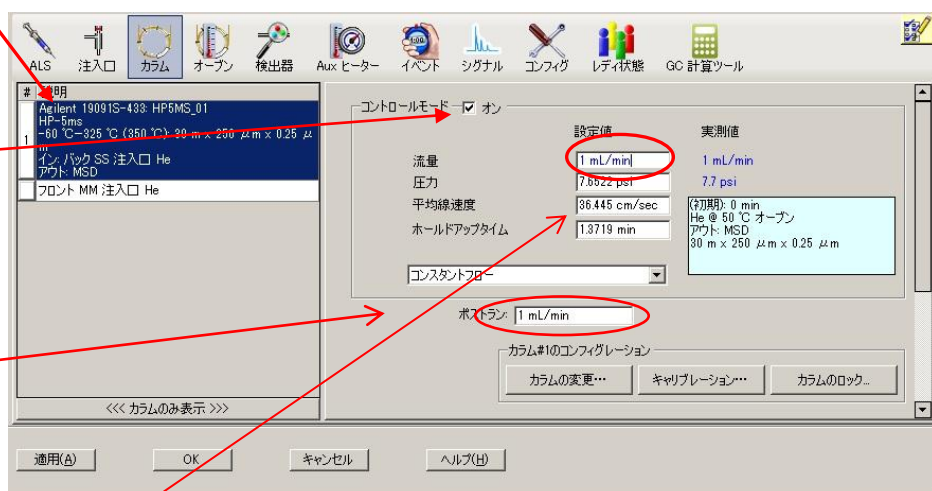


(1) カラム をクリックします。

(2) カラムの情報を確認します。実際に取り付けられているカラム情報が表示されているか、イン (入口) に使用する注入口とガスの種類が表示され、アウト (出口) が MSD になっていることを確認します。

(3) オンにチェックを入れます。

(4) 流量モードを選択します。(今回はコンスタントフロー)



(5) 流量の設定値に“1” (単位の入力は不要) を入力します。自動的に圧力、線速度、ホールドアップタイムが計算されます。

(6) ポストラン流量を入力します。(今回は“1”)

(7) 必要に応じて **適用(A)** をクリックしカラム流量の設定を 7890GC ヘダウンロードします。

第3章 定性のための測定条件作成

3章-8 注入口条件の設定

注入口の条件

モード : スプリットレス
ヒーター : オン、250℃
圧力 : オン (設定値はカラム流量の条件から自動設定)
セプタムパージ流量 : オン、3mL/min (スタンダードモード)
ベントへのパージ流量 : 50mL/min、開始時間 1min



(1) 注入口をクリックします。

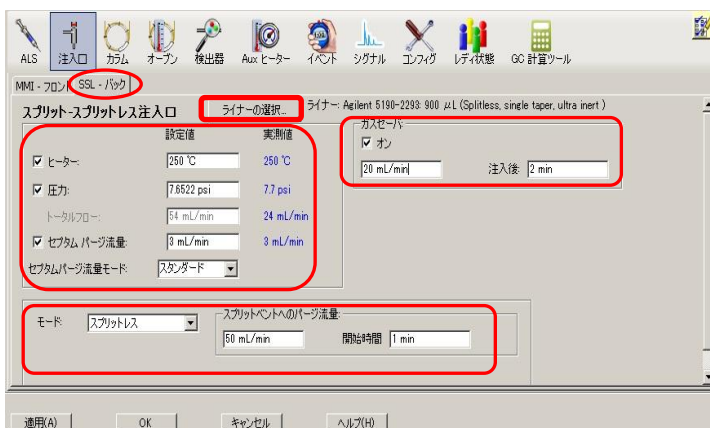
(2) 使用する注入口の位置をタブで選択します。

(3) ヒーターにチェックをして設定欄に 250 を入力します。

(4) ライナーの選択... をクリックし、一覧から、該当するものを選択します。

(5) 圧力にチェックをします。(設定欄はカラム流量の設定時に自動的に入力されます。)

(6) セプタムパージ流量をチェックして設定欄に 3 を入力します。セプタムパージ流量モードは「スタンダード」を選択します。



(7) ガスセーバーは、オンにチェックを入れ、設定欄に 20、注入後に 2 を入力します。

(8) モードは「スプリットレス」を選択し、スプリットベントのパージ流量に 50、開始時間に 1 を入力します。

注意

カラムが接続されている注入口の圧力は、必ずチェックを入れてキャリアガスを流します。チェックが入っていないとガスが流れません。使用していない注入口等で、ガスを流さない場合はチェックを外しておきます。

3章-9 オートサンブラ条件の設定

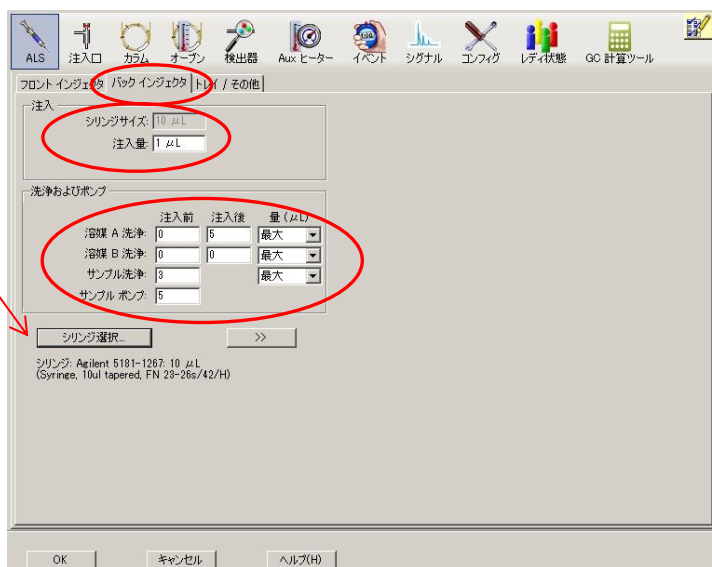
この項目は、オートサンブラを使用する場合のみ設定します。

インジェクタの条件

注入量	: 1 μ L
溶媒 A 洗浄回数	: 注入前 0 回 / 注入後 5 回
溶媒 B 洗浄回数	: 注入前 0 回 / 注入後 0 回
サンプル洗浄 (共洗い)	: 3 回
サンプルポンプ	: 5 回



- (1) ALS をクリックします。
- (2) インジェクタのタブ (フロントインジェクタ、またはバックインジェクタ) をクリックします。
- (3) 正しいシリンジサイズが表示されていることを確認します。注入量に 1 を入力します。
- (4) シリンジの選択が出来ます。
- (5) 溶媒 A 洗浄の注入後欄に 5 を入力します。
- (6) サンプル洗浄に 3 を入力します。
- (7) サンプルポンプに 5 を入力します。
- (8) 量はすべて「最大」を選択します。



<参考>

シリンジサイズ (シリンジ容量) はコンフィグレーションに含まれます。変更はメニューの [機器] - [GC ソフトコンフィグレーション編集] で実施します。

第3章 定性のための測定条件作成

- (9)  ボタンをクリックすると拡張設定画面が表示されます。

必要に応じて拡張設定を行います。

ドゥエルタイム：注入前または注入後にシリンジニードルを注入口に残しておく時間。

プランジャー速度：プランジャーを押すスピード。通常は高速を選択します。

粘性待ち時間は、プランジャーを引いてからの待ち時間です。粘性のあるサンプル時に適宜設定ください。通常は0か1。

サンプリング深さ：サンプリングの際のバイアル内へのニードル先端の深さです。デフォルトはバイアルの底から 3.6 ミリの位置です。

注入タイプ：サンプル吸引後のエアギャップです。

デフォルトは L1 エアギャップが 0.2ul です。

- (10) サンプルのオーバーラップ、ALS エラー

サンプルのオーバーラップを実施する場合には、トレイ/その他のタブをクリックします。[サンプルのオーバーラップを有効にする] をチェックし、オプションから次のサンプルを準備するタイミングを選択します。

エラー時の処理を選択します。

注意

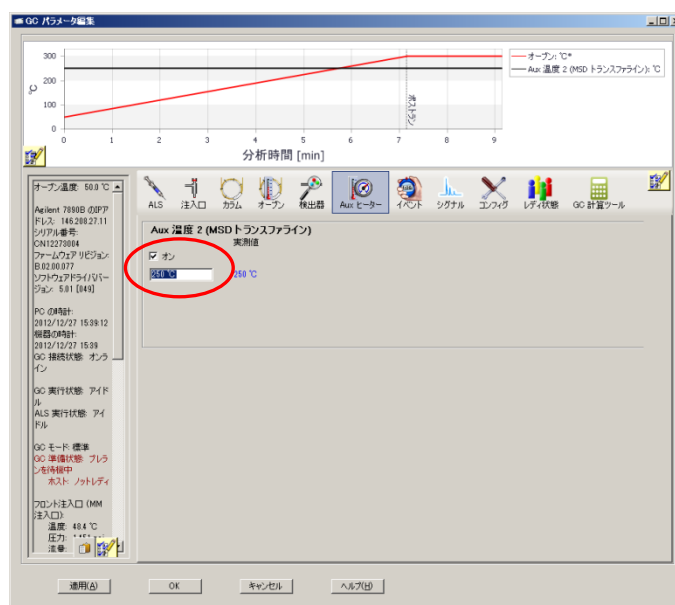
分析サイクルがサンプルの準備にかかる時間よりも短い場合にはサンプルのオーバーラップを使用しないでください。このような場合にサンプルのオーバーラップを使用するとシーケンスが停止します。

3章-10 Aux 温度条件の設定

GC/MSD トランスファーライン温度
Aux 2 温度 : オン、250°C



- (1)  をクリックします。
- (2) オンにチェックを入れます。
- (3) 値に 250 を入力します。



第3章 定性のための測定条件作成

3章-11 GC 計算ツール

測定条件の設定画面ではありませんが、流量や気化体積などが計算できるツール群です。



注入口のパラメータを選んでおきます。

- (1) 気化容量計算ツール
：溶媒の気化体積を計算し、ライナーからあふれないか等が計算出来ます。
- (2) メソッドトランスレータ
：使用中のメソッドを元に分析時間を短縮させる場合やガスの種類、カラム内径を変更した場合の推奨する測定条件を提案します。
- (3) 圧力／流量計算ツール
：カラム流量や圧力を相互に計算出来ます。
- (4) 溶媒ベント計算ツール
：オプションの Solvent Vaper Exit (SVE)用の計算ツールです。

(1) 気化容量計算ツール

- ① 溶媒のプロパティ：溶媒を選択します。
- ② 溶媒：リストに無い溶媒を追加できます。
- ③ 注入口ライナー：使用するライナーを選択します。
- ④ ライナー：リストに無いライナーを追加出来ます。
- ⑤ 注入量、注入口温度、注入口圧力、圧力単位をそれぞれ入力、選択します。
- ⑥ 溶媒が気化した体積と、ライナーに対する割合が計算されます。

第3章 定性のための測定条件作成

(2) メソッドトランスレータ

- ① 項目を選択します。
- ② 元になるメソッドを入力します（現在の測定条件が入力されて来ます）。
- ③ 必要なパラメータを選択・入力すると、計算・変換されたメソッドが表示されます。各パラメータは相互に関係しています。

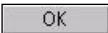
(3) 圧力／流量計算ツール

- ① カラムの情報を入力します。
- ② ガスの種類を選びます。
- ③ カラム出口を設定します。
- ④ これらは相互に計算されます。
- ⑤ スプリットベント流量とスプリット比が相互に計算されます。
- ⑥ ライナー容量から、スプリットレス注入時の推奨パージ時間が計算されます。

※：(4) 溶媒ベント計算ツールの詳細は、オペレーションマニュアルを参照下さい。

第3章 定性のための測定条件作成

3章-12 7890GC パラメータ編集画面の終了

 をクリックしてパラメータ編集画面を閉じます。

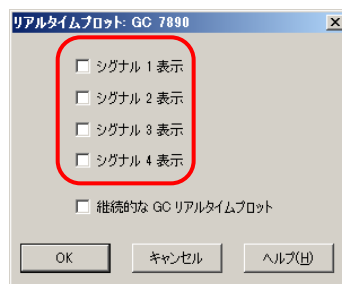
設定値が 7890GC へダウンロードされます。

3章-13 GC リアルタイムプロットの設定

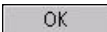
MSD での取り込時には、GC シグナルの表示は必要ありません。

GC 検出器等を使用する場合のみ設定を実施します。

- (1) シグナル 1、2、3、4 のすべての「表示」チェックがオフになっていることを確認します。



参考：「継続的な GC リアルタイムプロット」をオンにすると、継続的にクロマトがプロットされます。オフの場合は、分析中のみのプロットになります。

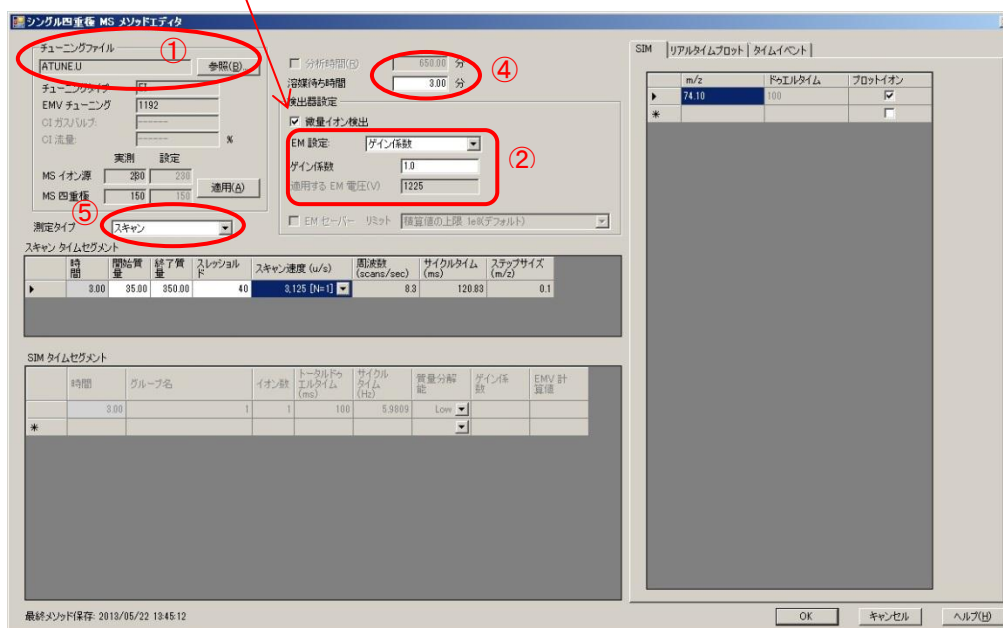
- (2)  をクリックしてこの画面を閉じます。

3章-14 MSD の測定条件の設定

MSD の測定条件① (MS 機器パラメータ)

チューニングファイル : atune.u
 測定タイプ : スキャン
 EM 設定 : ゲイン係数
 ゲイン係数 : 1.00
 溶媒待ち時間 : 3 分

- ① チューニングファイル「atune.u」を、**参照(B)...** タブより選択します。
- ② EMV モードの設定では、[ゲイン係数]を選択しゲイン係数には 1.00 を入力します。実際に使用される電圧値が画面上に表示されます。（下記の例では 1225V）
- ③ 「微量イオン検出」にチェックを入れると、微小なピークが検出され易くなります。

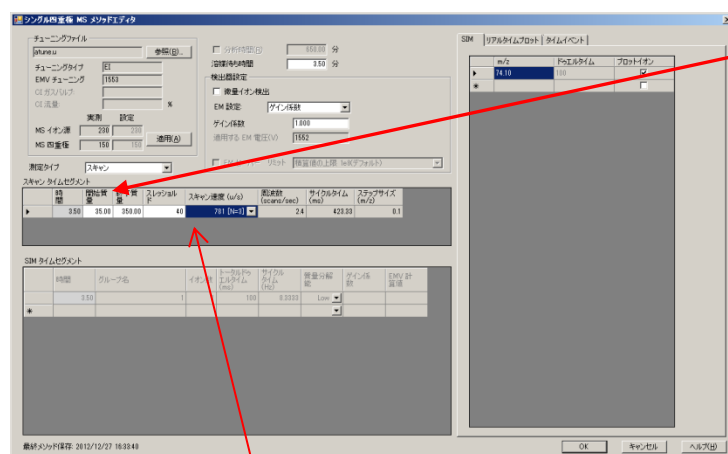


- ④ 溶媒待ち時間に 3 を入力します。
- ⑤ 測定モードは、[スキャン] を選択します。

第3章 定性のための測定条件作成

- ⑥ スキャンタイムセグメントを編集します。

MSD の測定条件②（スキャンパラメータ編集）
質量範囲 : Low 35、 High 350
スレッシュホールド : 40
スキャン速度 : 781(N=3)



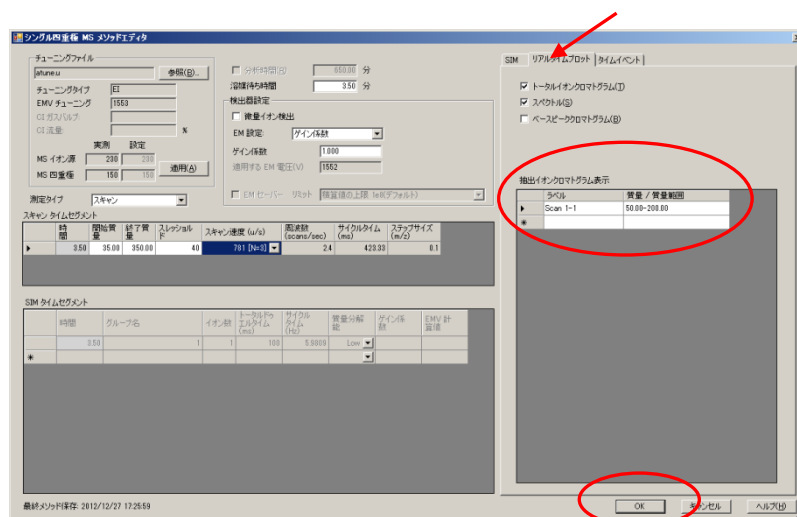
- ⑦ 質量範囲(Low)に 35、質量範囲(High)に 350 を入力します。

＜参考＞
5977MSD の質量範囲 (amu) は 1.6 ~ 1050 で指定可能です。

- ⑧ 「スレッシュホールド」に 40、「スキャン速度」は[781(N=3)]を選択します。

＜参考＞
周波数(scans/sec)が約 1~3 になるような値を設定します。

- ⑨ [リアルタイムプロット] タブをクリックします。
必要に応じて、プロットウィンドウの設定を実施します。

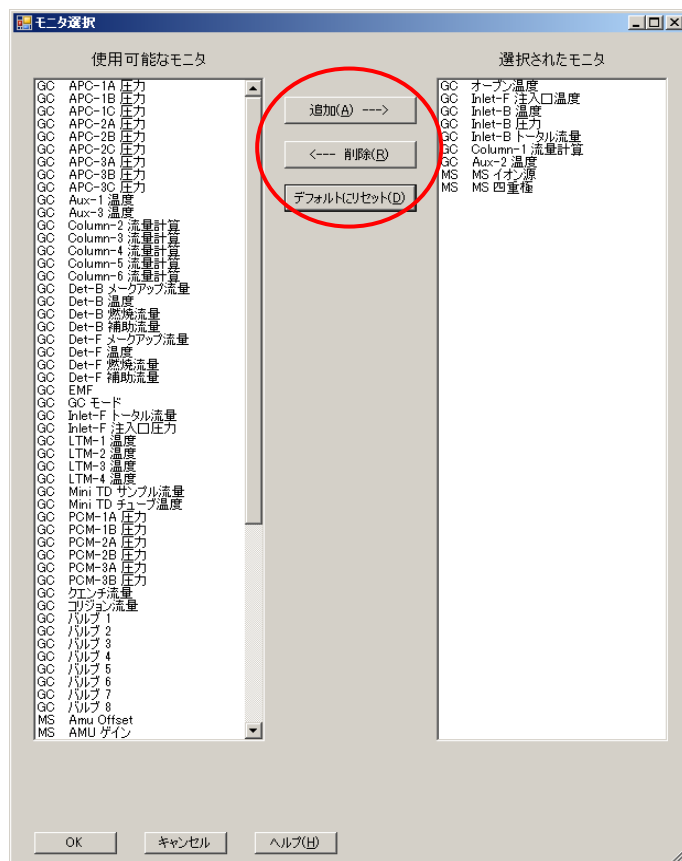


- ⑩ **OK** をクリックして MS メソッドエディタの設定を終了します。

第3章 定性のための測定条件作成

3章-15 モニタ選択

機器コントロール画面上で常時モニタされる項目を選択します。

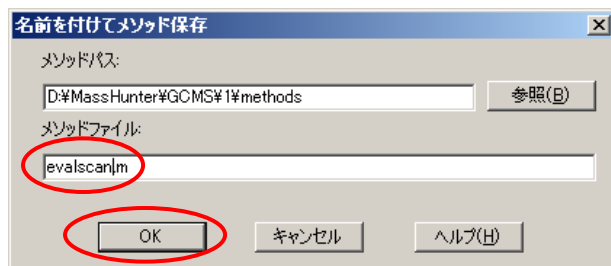


左の項目から、必要な項目を、**追加(A) --->** タブで追加します。

<--- 削除(R) タブで削除出来ます。

3章－16 メソッドの保存

メソッドファイル欄に evalscan と入力し、 をクリックします。



注意

メソッドファイル名に限らず、Microsoft Windows 上でファイル名をつける場合、記号類を使用することはお奨め出来ません。

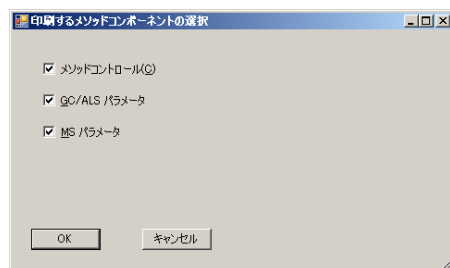
ファイル名に以下の記号や、全角のスペースを使用することは避けてください。

¥ / : * | ? “ < >

第3章 定性のための測定条件作成

3章-17 メソッドの印刷方法

- (1) [メソッド] — [メソッドの印刷] をクリックします。

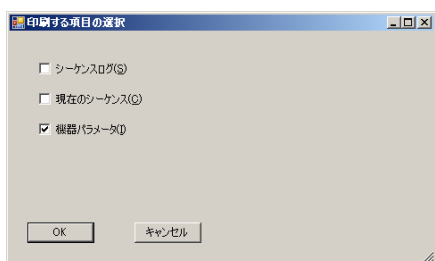


- (2) 印刷したい項目をチェックして  をクリックします。

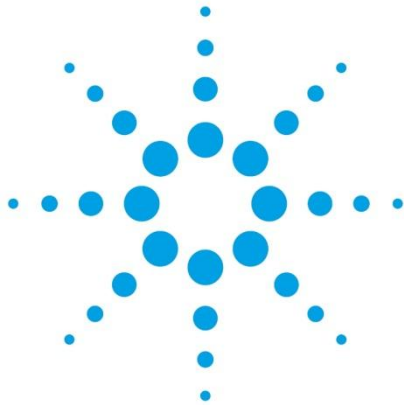
<参考>



機器コントロール画面上の印刷アイコンをクリックしてメソッドを印刷することが可能です。



この場合、メソッドコントロールパラメーター（メソッド実行範囲とメソッドコメント）は印刷されません。

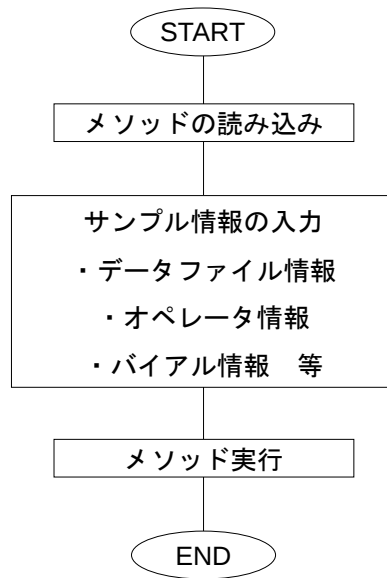


第4章 メソッドの実行と ログブック

4章-1	測定に使用するメソッドの読み込み	4-3
4章-2	サンプル情報の入力とメソッドの実行（ランメソッド）	4-4
4章-3	測定開始	4-7
4章-4	ログブックを確認する	4-9

第4章 メソッドの実行とログブック

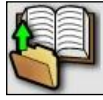
＜メソッドの実行＞



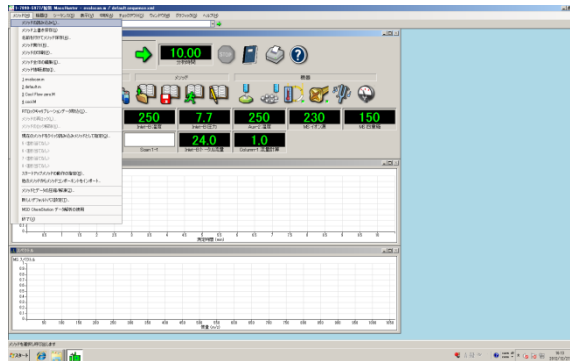
本章には、下記についての説明も含まれています。

- ・ ログブックの確認方法

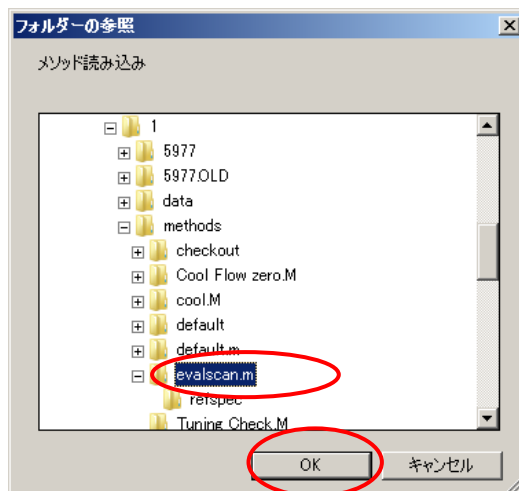
4章-1 測定に使用するメソッドの読み込み



- (1) (メソッドの読み込みアイコン) をクリックします。メニューから選択する場合は [メソッド] - [メソッドの読み込み] を選択します。



- (2) [フォルダの参照] ダイアログボックスから evalscan.M を選択し、 をクリックします。



第4章 メソッドの実行とログブック

4章-2 サンプル情報の入力とメソッドの実行（ランメソッド）

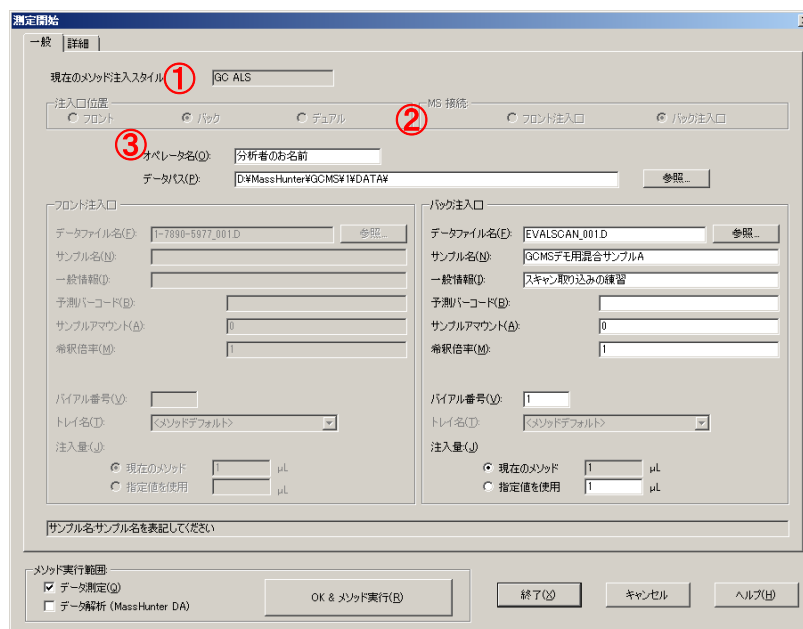


- (1) (メソッドの実行アイコン)をクリックします。メニューから選択する場合は[メソッド]－[メソッド実行]を選択します。



- (2) [測定開始] ダイアログボックスが開きます。

- ① 試料導入方法が[現在のメソッドの注入スタイル]欄に表示されます。
- ② [注入口位置] [MS 接続] 欄は、メソッドの設定に従いチェックが入っています。この設定は機器とはリンクせず、メソッド上に記録としてのみ保存されます。
- ③ [オペレータ名] に分析者のお名前を入力します。



第4章 メソッドの実行とログブック

測定開始

一般 | 詳細

現在のメソッド注入スタイル: GC ALS

注入口位置: フロント ☒ バック ☒ デュアル ☐ MS 接続: フロント注入口 ☐ バック注入口 ☒

オペレータ名(O): 分析者のお名前

④ データパス(P): D:\MassHunter\GCMS\1\DATA\ 参照...

フロント注入口

データファイル名(E): I-7890-5977_001.D 参照...

サンプル名(N):

一般情報(I):

予測バーコード(B):

サンプルアmount(A): 0

希釈倍率(M): 1

バイアル番号(V):

トレイ名(T): <メソッドデフォルト>

注入量(I):

☒ 現在のメソッド 1 µL

☐ 指定値を使用

バック注入口

データファイル名(E): EVALSCAN_001.D 参照...

サンプル名(N): GCMSデモ用混合サンプルA

一般情報(I): スキャン取り込みの練習

予測バーコード(B):

サンプルアmount(A): 0

希釈倍率(M): 1

バイアル番号(V): 1

トレイ名(T): <メソッドデフォルト>

注入量(I):

☒ 現在のメソッド 1 µL

☐ 指定値を使用

サンプル名/サンプル名を表記してください

メソッド実行範囲

☒ データ測定(O)

☐ データ解析 (MassHunter DA)

OK & メソッド実行(B) 終了(F) キャンセル ヘルプ(H)

- ④ [データパス] にデータファイルの保存先（フォルダ）を入力します。参照...をクリックして選択するか、フォルダを新規作成します。



第4章 メソッドの実行とログブック

- ⑤ [データファイル名] に EVALSCAN_001D を入力します。拡張子.D は自動的に追加されます。
- ⑥ [サンプル名]、[一般情報] は右例のように入力します。これらの欄の入力は任意です。
- ⑦ バイアルに 1 を入力します。
- ⑧ [注入量選択] は [現在のメソッド] を選択します。
- ⑨ [メソッドの実行範囲] は [データ解析] のチェックを外し、[データ測定] のチェックのみオンにします。

- ⑩ OK & メソッド実行(I) をクリックして測定を開始します。

<参考>

プレランおよびポストランマクロコマンドは [詳細] タブをクリックして実施出来ます。

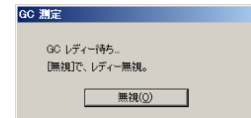
メソッド実行前 (プレラン) にマクロを実行させたり、メソッド実行後 (ポストラン) にマクロを実行させたりすることが出来ます。

第4章 メソッドの実行とログブック

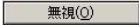
4章-3 測定開始

測定を開始すると、以下のような画面が表示されます。

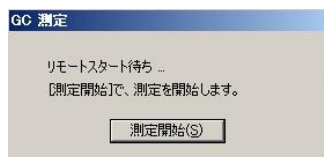
GC がレディーになっていない場合には、準備が完了するまでこのメッセージが表示されます。このメッセージが消えるまで待機します。



注意

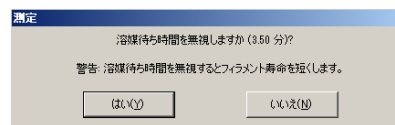
 をクリックすると、無視され、先へ進みます。その場合は、温度が設定に達していない等で分析結果に影響が出る恐れがあります。

※：注入方法が、[マニュアル] の場合は、メソッド実行時、以下のようなダイアログボックスが表示され、スタートボタンが押されるか、外部からのスタート信号を待ちます。（ALS の場合は表示されず、GC が準備出来たら自動で注入プロセスへ進みます。また、[外部デバイス] の場合は、以下は表示されず、外部からのスタート信号待ちとなります。）



GC がスタートすると、溶媒待ち時間の画面が表示されます。
（溶媒待ち時間を設定している場合）

待ち時間終了後、自動でフィラメント・イオン源が ON になります。



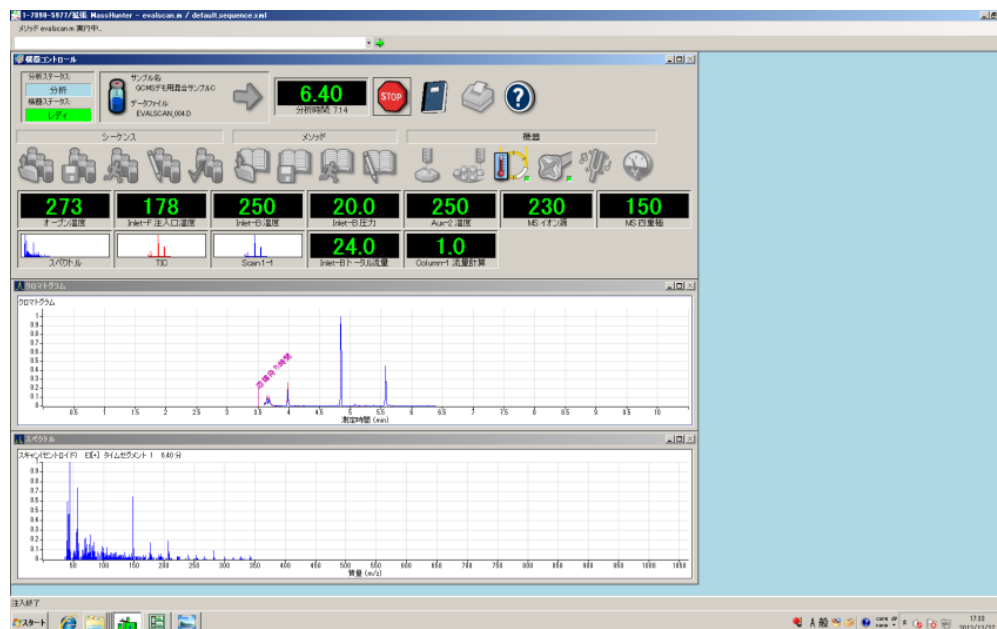
注意

 をクリックすると溶媒待ち時間が無視され、フィラメント・イオン源が ON になり、測定が開始されます。

溶媒等の過大な成分溶出時に、フィラメント・イオン源が ON になっていると、フィラメントが切れる、イオン源が著しく汚れる等のリスクがあります。

第4章 メソッドの実行とログブック

分析中は下図のような画面が表示されます。



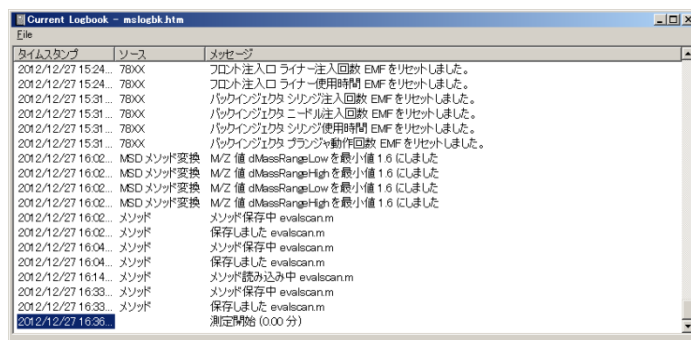
※モニター設定の内容等により、表示イメージは必ずしも上図と同様ではありません。

4章-4 ログブックを確認する

- (1) ログブックアイコンをクリックします。



- (2) 画面上にログブックが表示されます。



※：現在のログブックは、デフォルトでは、D:\¥MassHunter¥GCMS¥1¥mslogbk.htm に保存されています。

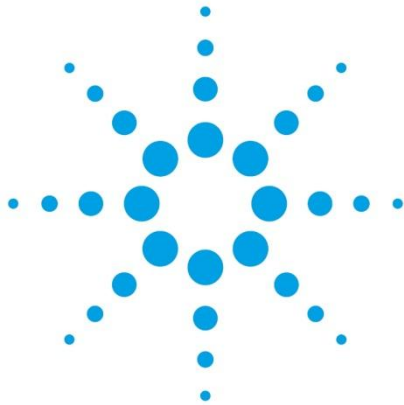
<参考>

その他のログブック（一部は別フォルダに保存されています）

- ・ MSINSCTL.log : 機器コントロールに関するログブック
- ・ MSTUNE.log : チューニングと真空制御に関するログブック
- ・ sequence.log : シーケンスに関するログブック

第4章 メソッドの実行とログブック





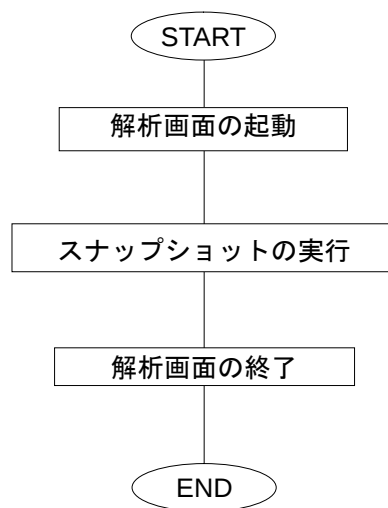
第5章 測定とスナップショット

5章-1	解析画面の起動	5-3
5章-2	スナップショット	5-5
5章-3	データ解析画面の終了	5-6

第5章 測定とスナップショット

測定中に、現在までに取り込んだデータを仮ファイルとして保存し、データ解析を行うことが可能です。ケミステーションではこの機能をスナップショットと呼んでいます。

<測定とスナップショット>

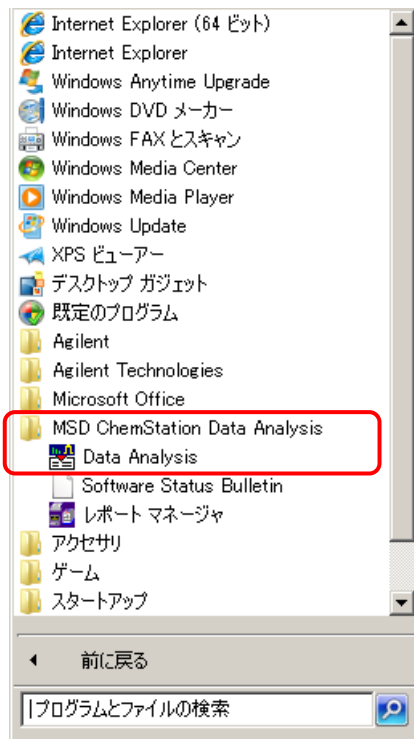


5章－1 解析画面の起動



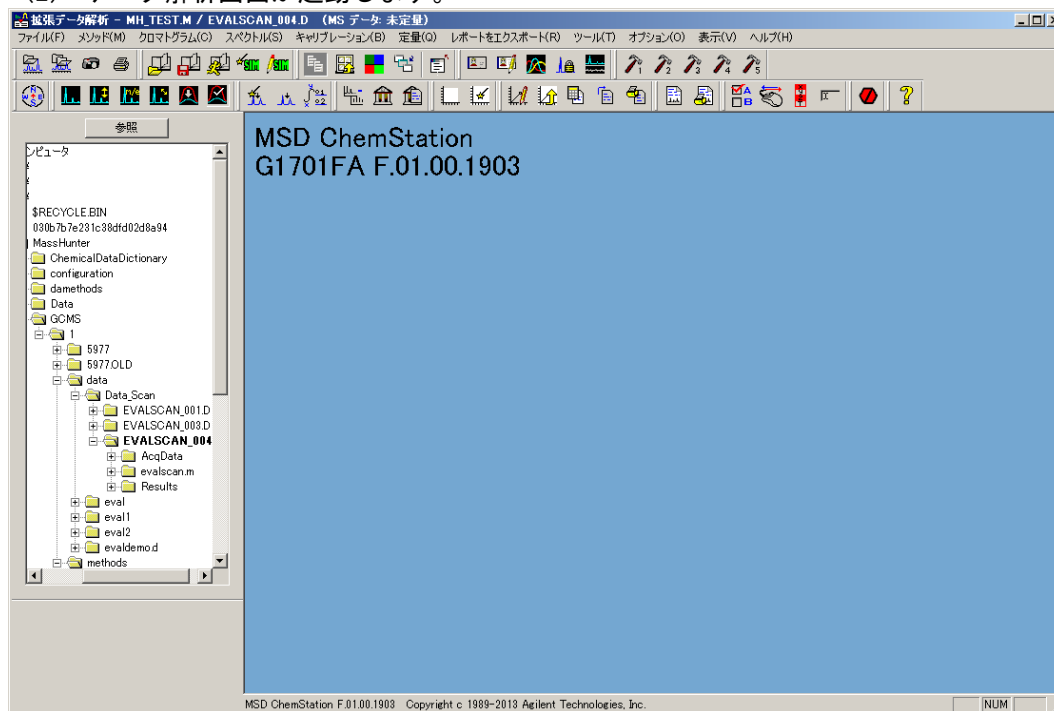
- (1) デスクトップ上のアイコンをダブルクリックして [拡張データ解析] 画面を起動します。

デスクトップ上にアイコンがない場合には、タスクバーの [スタート] ボタンから、[すべてのプログラム] – [MSD ChemStation Data Analysis] – [Data Analysis] を選択してソフトウェアを起動します。



第5章 測定とスナップショット

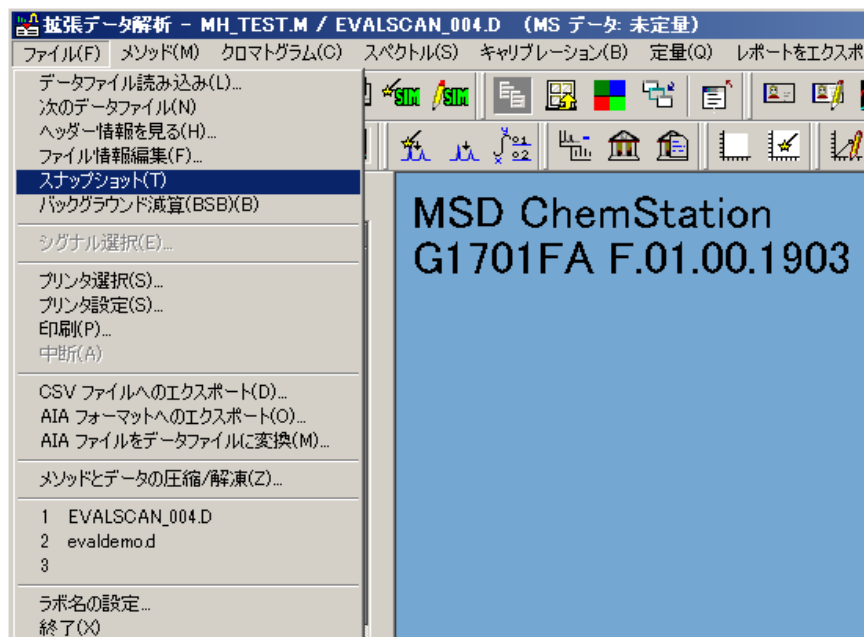
(2) データ解析画面が起動します。



5章-2 スナップショット

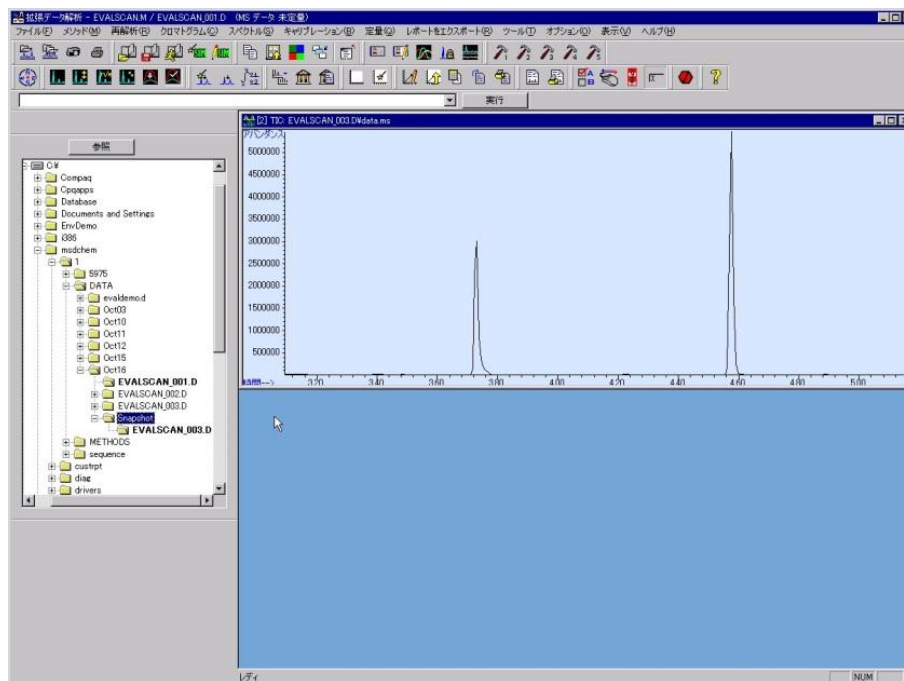


- (1) (スナップショットアイコン) をクリックします。メニューからの場合は、[ファイル] - [スナップショット] を選択します。



第5章 測定とスナップショット

- (2) データ取り込み開始からこのメニューを選択した時点までのデータファイルが作成されます。画面にはTICが表示され、データ解析が可能になります。

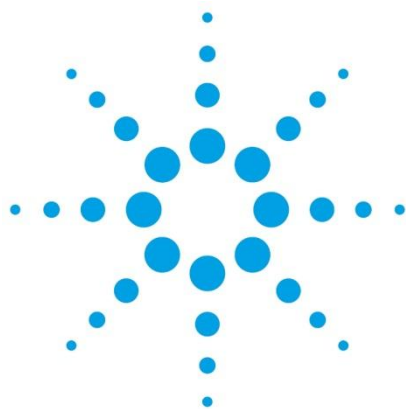


<参考>

スナップショットのデータは、SNAPCOPY.D という名前でデータフォルダに保存されます。

5章-3 データ解析画面の終了

データ解析が終了したら、[ファイル] メニューの [終了] で [拡張データ解析] 画面を終了します。

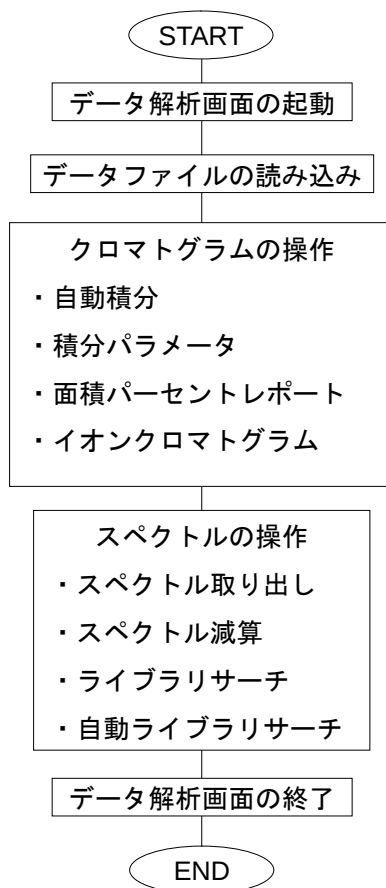


第6章 定性のデータ解析

6章-1 解析画面の起動	6-3
6章-2 データファイルの読み込み	6-4
6章-3 積分	6-6
6章-4 パーセントレポート	6-14
6章-5 イオンクロマトグラムの抽出	6-17
6章-6 スペクトルの取り出し	6-19
6章-7 スペクトルの減算	6-23
6章-8 スペクトルのライブラリサーチ	6-25
6章-9 ズームアウト	6-31
6章-10 自動ライブラリ検索	6-32
6章-11 画面の印刷	6-34
6章-12 データ解析の終了	6-36

第 6 章 定性のデータ解析

<定性のデータ解析>



本章には、下記についての説明も含まれています。

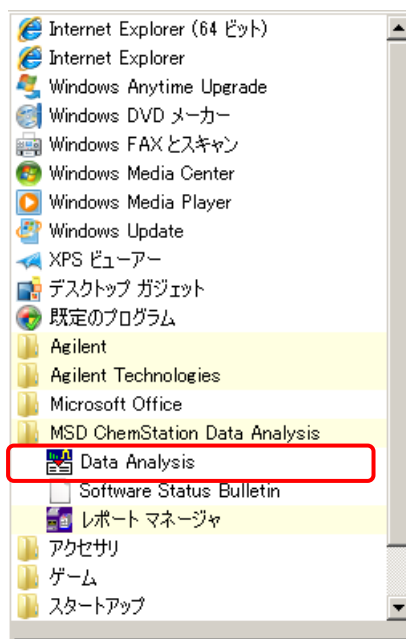
- ・ 画面の印刷方法

6章－1 解析画面の起動



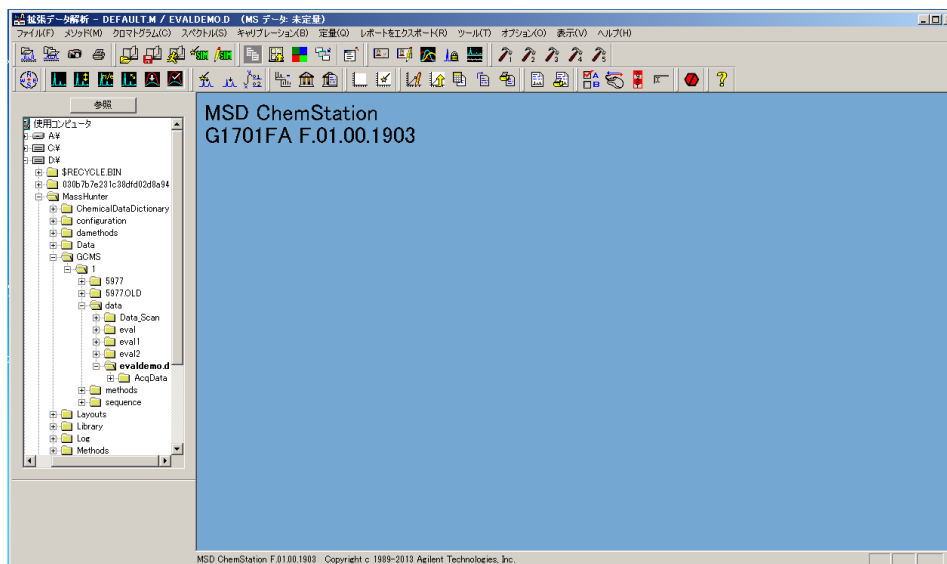
- (1) デスクトップ上のアイコンをダブルクリックして「拡張データ解析」画面を起動します。

デスクトップ上にアイコンがない場合には、タスクバーの「スタート」ボタンから、「プログラム」－「MSD ChemStation Data Analysis」－「Data Analysis」を選択してソフトウェアを起動します。



第 6 章 定性のデータ解析

- (2) データ解析で最初に表示される画面です。表示設定により、画面の構成が下記のスクリーンと異なる場合があります。



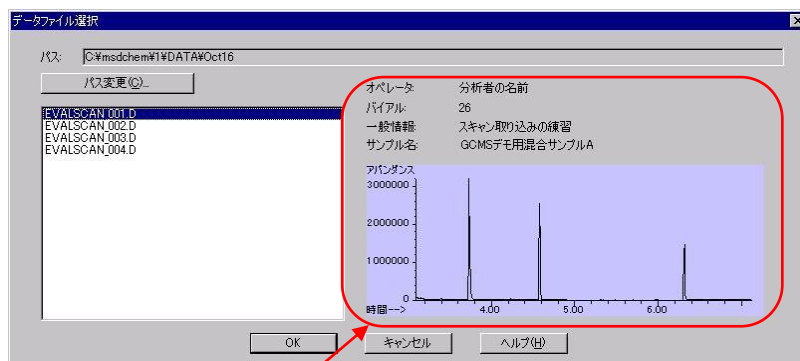
6章ー2 データファイルの読み込み



- (1) (データファイルの読み込みアイコン) をクリックします。

メニューを使用する場合には「ファイル」－「データファイル読み込み」をクリックします。

- (2) [データファイル選択] ダイアログボックスからデータ EVALSCAN_001.D を選択して **OK** をクリックします。

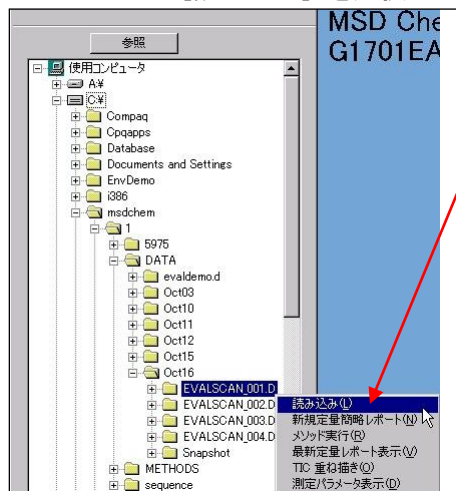


データを読み込む前にデータ情報と TIC をプレビューすることが可能です。目的のデータを素早く検索するのに便利です。

<参考>

ナビゲーションを使用したデータ読み込み方法

- ① ナビゲーションアイコン  をクリックしてナビゲーションを表示します。
- ② ツリーを目的のディレクトリまで開き、読み込むファイル名を右クリックしてメニューから [読み込み] を選択します。



第6章 定性のデータ解析

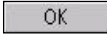
6章-3 積分

(1) クロマトグラムを自動積分する

- ①  (自動積分アイコン) をクリックします。
メニューの場合は [クロマトグラム] - [自動積分実行] をクリックします。

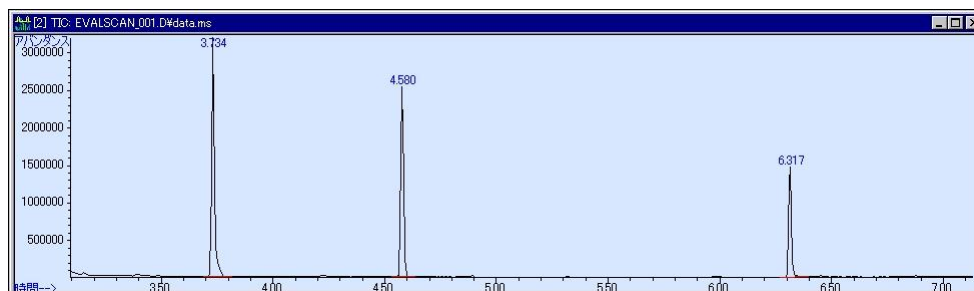
- ② 確認メッセージが表示されるので  をクリックします。



- ③ 自動積分の積分パラメータがメソッドに保存され、ファイル名が表示されます。
 をクリックします。



積分で認識されたピークには、ベースラインとリテンションタイムが表示されます。

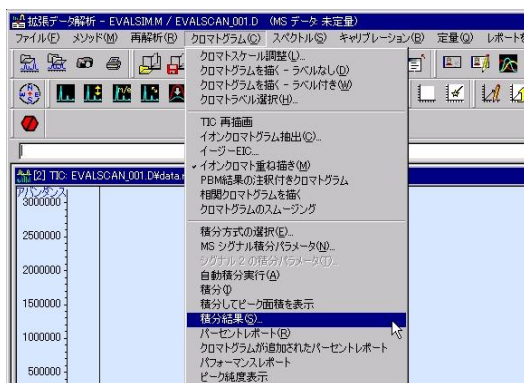


注意

自動積分は [RTE インテグレータ] が選択されている時には実行できません。自動積分が利用できない (メニューがグレイアウトしている) 場合には [クロマトグラム] - [積分方式の選択] をクリックして [ケミステーションインテグレータ] を選択します。

(2) 積分の結果テーブルを確認する

- ① メニューの「クロマトグラム」－「積分結果」をクリックします。



- ② 積分結果がテーブル表示されます。この画面から印刷やデータのコピーが可能です。

テーブル表示

積分

TIC: EVALSCAN_001.D\data.ms
GCMSデモ用混合サンプルA

ピーク #	RT	タイプ	幅	面積	開始時間	終了時間
1	3.734	BB	0.017	27916595	3.691	3.822
2	4.580	BB	0.015	21062873	4.532	4.639
3	6.317	BB	0.016	19322892	6.269	6.399

印刷(P) コピー(C)

閉じる ヘルプ(H)

第 6 章 定性のデータ解析

(3) 初期積分パラメータ

初期イベントを適切に設定することにより、ほとんどのクロマトグラムは正常に積分することができます。ケミステーションの初期積分パラメータは下記の通りです。

- ・ **初期面積リジェクト**

設定値よりも面積が小さいピークは、保存、計算、レポートされません。0～1E14 の範囲が指定可能です。デフォルトは 1 です。

- ・ **初期ピーク幅**

ピーク高さの半分の位置での値として定義されます。ピーク幅の設定値をもとにして時間毎に自動的に適切なピーク幅を割り当て、データに適用するスムージングの量を調整します。設定値を上げると、幅の狭いピークが積分されなくなります。0（自動）または 0.001～100.0 の範囲で設定可能です。デフォルトは 0.02 です。

- ・ **ショルダ検出**

ショルダは、2 つのピークが非常に近接していて、間に谷がない未分離ピークを指します。このようなピークを検出させる場合はオンに設定します。

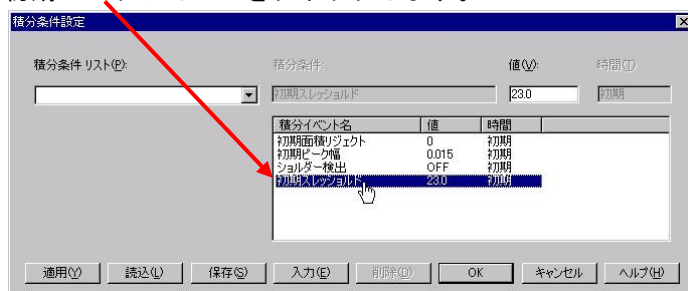
- ・ **初期スレッシュホールド（スレッシュホールド）**

初期感度を決定します。スレッシュホールドが 1 増加すると感度は 2 分の 1 に減少します。スレッシュホールドの設定値を高くすると、検出されるピークの数も減少します。設定可能範囲は -12.0～25.0 です。デフォルトは 18 です。

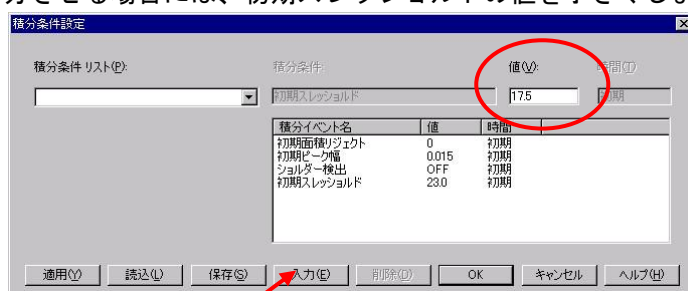
(4) 初期積分パラメータを変更する

- ①  (積分パラメータアイコン) をクリックします。メニューの場合は [クロマトグラム] - [MS シグナル積分パラメータ] をクリックします。

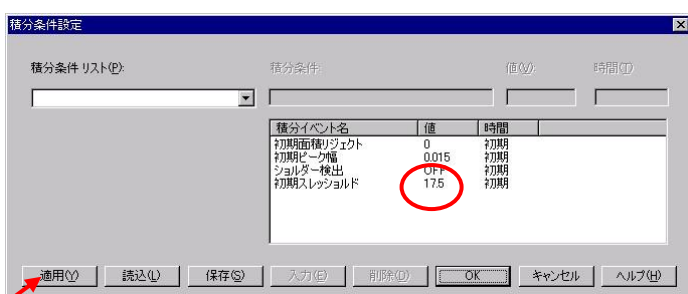
- ② 初期スレッシュホールドをクリックします。



- ③ 値を変更し、 をクリックします。(通常、積分されていないピークを積分させる場合には、初期スレッシュホールドの値を小さくします。)



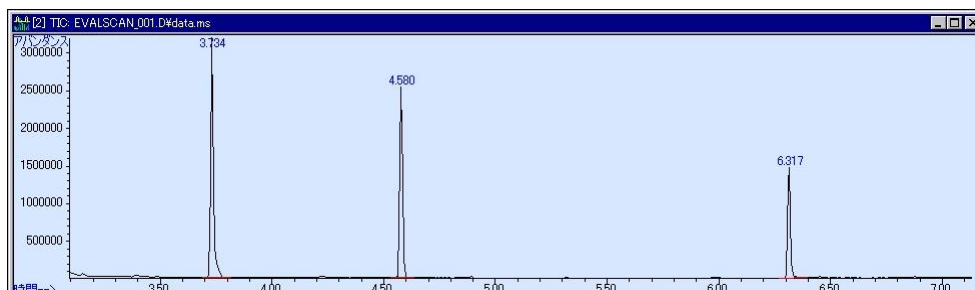
- ④ 初期スレッシュホールドの設定値が変更されていることを確認します。



- ⑤  をクリックします。

第 6 章 定性データの解析

入力したパラメータでクロマトグラムが積分され、表示されます。



※上記の例では、ピークが十分綺麗なため変化は見られません。
より小さな値を入れると、ノイズレベルのピークまで積分されるのが確認出来ます。

(5) 積分条件にイベントを追加する

下記では、積分を指定時間（3 分から 4 分の間）オフにする条件を積分条件テーブルに追加する方法について説明しています。

- ① 積分条件リストから [積分 OFF] を選択して、時間に 3（分）を入力し、入力(E) をクリックします。

積分条件設定

積分条件リスト(P): 積分 OFF 積分条件: 積分 OFF 値(V): 時間(T): 3.000

積分イベント名	値	時間
初期面積リジェクト	0	初期
初期ピーク幅	0.017	初期
ショルダー検出	OFF	初期
初期スレッショルド	175	初期
積分 OFF		3.000

適用(U) 読み(L) 保存(S) **入力(E)** 削除(D) OK キャンセル ヘルプ(H)

- ② 積分条件リストから [積分 ON] を選択して、時間に 4（分）を入力し、入力(E) をクリックします。

積分条件設定

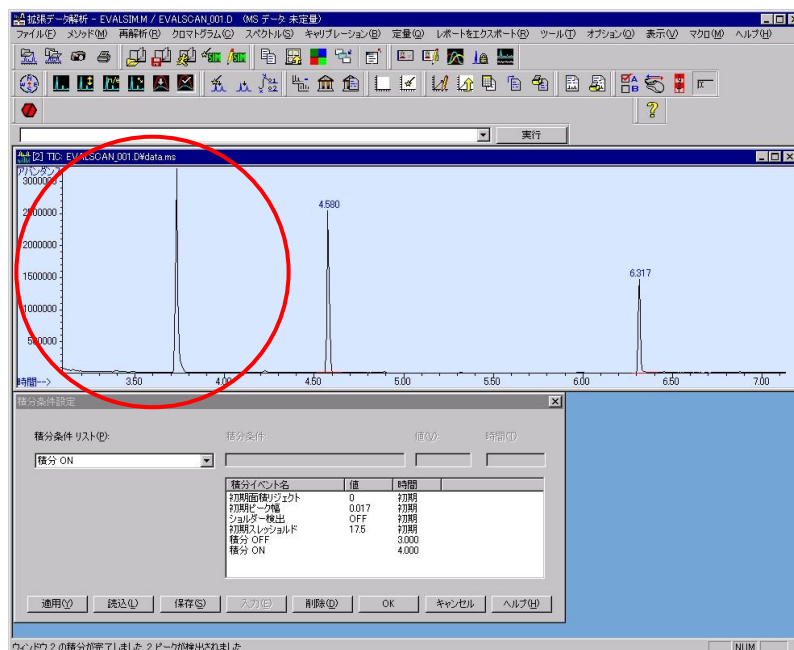
積分条件リスト(P): 積分 ON 積分条件: 積分 ON 値(V): 時間(T): 4

積分イベント名	値	時間
初期面積リジェクト	0	初期
初期ピーク幅	0.017	初期
ショルダー検出	OFF	初期
初期スレッショルド	175	初期
積分 OFF		3.000
積分 ON		4.000

適用(U) 読み(L) 保存(S) **入力(E)** 削除(D) OK キャンセル ヘルプ(H)

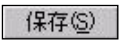
第 6 章 定性のデータ解析

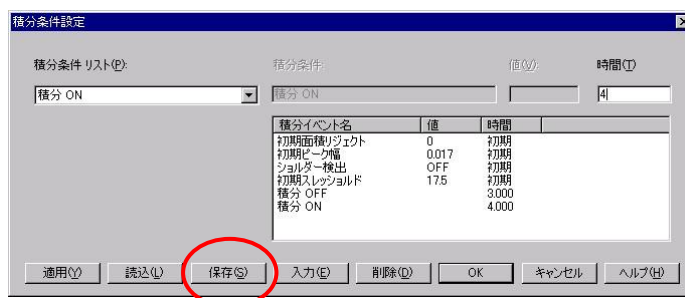
- ③  をクリックして追加したイベントをクロマトグラムに適用します。
表示されたクロマトグラムを見て条件が適切であることを確認します。



この例では 3 分から 4 分の間、積分がオフに設定されているため、1 本目のピークは積分されず、ベースラインとリテンションタイムが表示されていません。

(6) 積分条件（積分パラメータファイル）の保存

- ① 積分条件設定ダイアログボックスで  をクリックします。



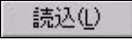
- ② 確認メッセージが表示されるので、 をクリックします。

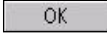


- ③ ファイル名を入力し、 をクリックします。積分パラメータが指定したファイルに保存されます。



注意

ファイルを保存すると、保存したファイルがこのメソッドの積分条件になります。異なるファイルを積分に使用したい場合には  をクリックして使用するファイルを選択します。

- ④  をクリックして積分条件設定ダイアログを閉じます。

注意

必要に応じて  (自動積分アイコン) をクリックし、使用する積分ファイルを autoint1.e に再変更します。

(通常の操作では自動積分を再実行する必要はありません。この説明書の後半部分を実行するために 3 分から 4 分の積分オフ条件をキャンセルしておきます。)

第 6 章 定性のデータ解析

6章-4 パーセントレポート

(1) スクリーンに表示させる

「クロマトグラム」－「パーセントレポート」をクリックして画面にレポートを表示させます。

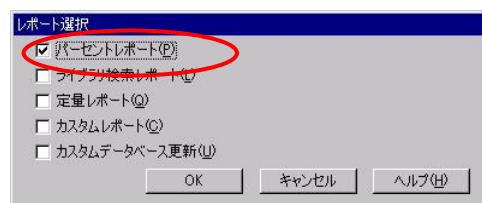
ピーク #	R.T. min	開始	終了	タイプ	高さ	面積	比率%	面積%
1	3.734	84	90	103 BB	2726833	27918595	100.00%	44.808%
2	4.580	202	209	217 BB	2312644	21062873	75.45%	33.808%
3	6.317	444	451	462 BB	1403374	13322682	47.72%	21.384%

面積合計 : 62302150
evalsim.M Fri Nov 16 16:19:29 2007

(2) プリンタに印刷する

① 「メソッド」－「メソッド編集」をクリックします。

② 「パーセントレポート」にチェックをし、**OK**をクリックします。



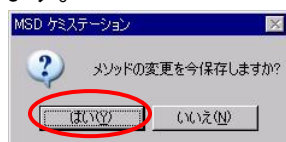
③ 「プリンタ」にチェックして、**OK**をクリックします。



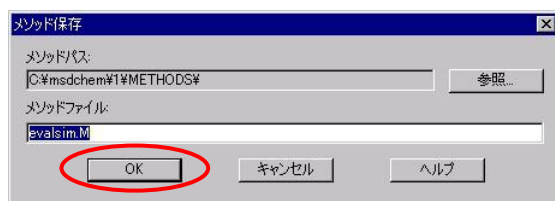
- ④ 使用するプリンタをクリックして **選択** をクリックします。



- ⑤ メソッド保存の確認メッセージが表示されるので **はい(Y)** をクリックします。



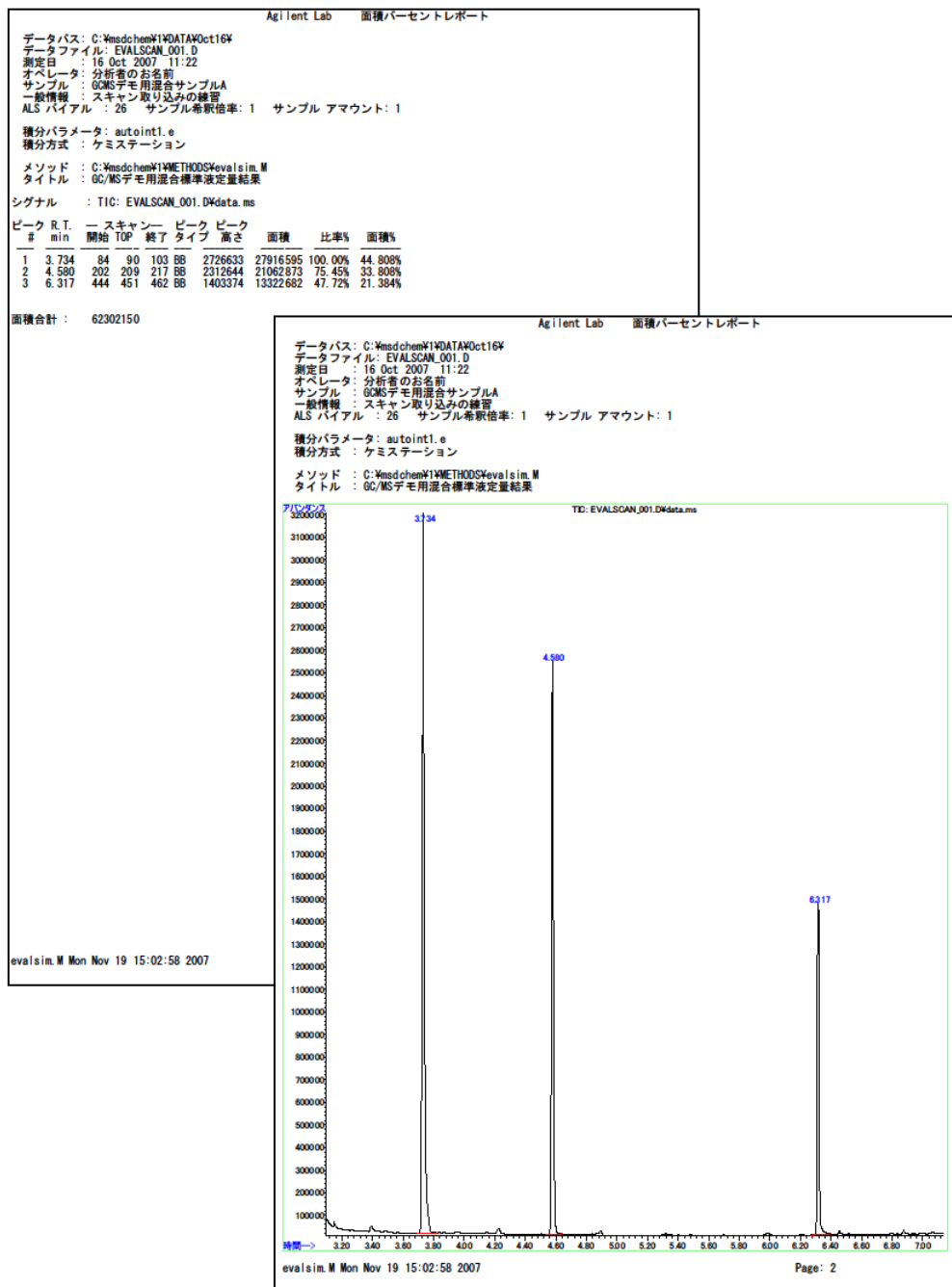
- ⑥ メソッド名を入力、または確認して **OK** をクリックします。



- ⑦  (メソッド実行アイコン) をクリックしてメソッドを実行させます。
レポートがプリンタへ出力されます。

第 6 章 定性データの解析

<面積パーセントレポートの例>



6章-5 イオンクロマトグラムの抽出

データから特定質量または質量範囲を指定して取り出したトレースをイオンクロマトグラムと呼びます。EIC (Extracted Ion Chromatogram)、またはマスキロマトグラムと呼ばれる場合もあります。



- (1) (イオンクロマトグラムアイコン) をクリックします。メニューからの場合には [クロマトグラム] - [イオンクロマトグラム抽出] をクリックします。

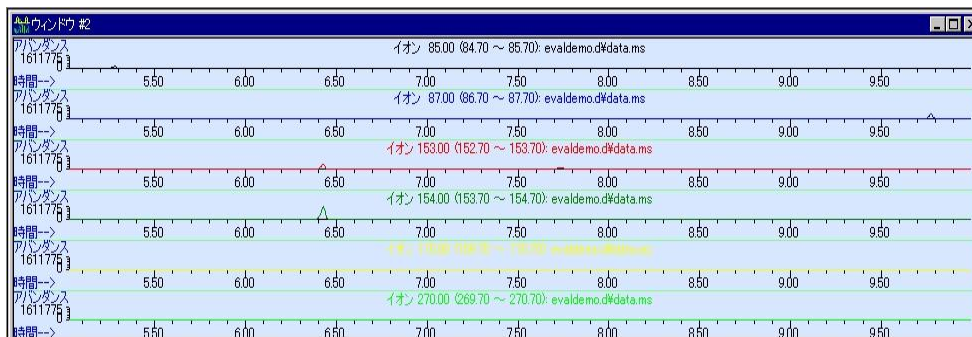
イオンクロマトグラム抽出ダイアログボックスのスクリーンショット。時間範囲 (R) は 5.030 ~ 9.997 分。イオン (I) は 1(1): 85, 2(2): 87, 3(3): 153, 4(4): 154, 5(5): 170, 6(6): 270。m/z 使用範囲 (F) は 0.30 ~ 0.70。

- (2) [時間範囲] に抽出する時間を入力します。

- (3) イオンを指定します。イオンは最大 6 つまで選択可能です。

- (4) m/z 使用範囲に抽出するイオンの質量範囲を入力します。

- (2) をクリックすると、イオンクロマトグラムが分割されて表示されます。



第 6 章 定性のデータ解析

- (3)  (イオンクロマト重ね描きアイコン) をクリックすると、ウィンドウ# [2] に重ね描きでイオンクロマトグラムが表示されます。



再度  をクリックするとクロマトグラムが分割で表示されます。

<参考>

イオンクロマトグラムの抽出はマウスアクションを使用して実行することも可能です。

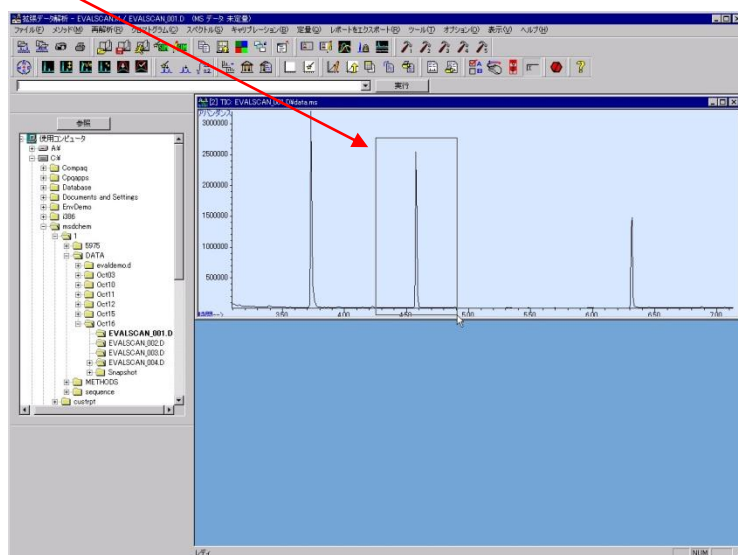
マウスアクションを使用すると、スペクトルをグラフィカルに確認しながらイオンの指定が可能のため、抽出イオンを正確に指定することが可能です。

マウスアクションを使用したイオンクロマトグラムの抽出方法の詳細については、本書の付録 C (ページ C-12~) を参照してください。

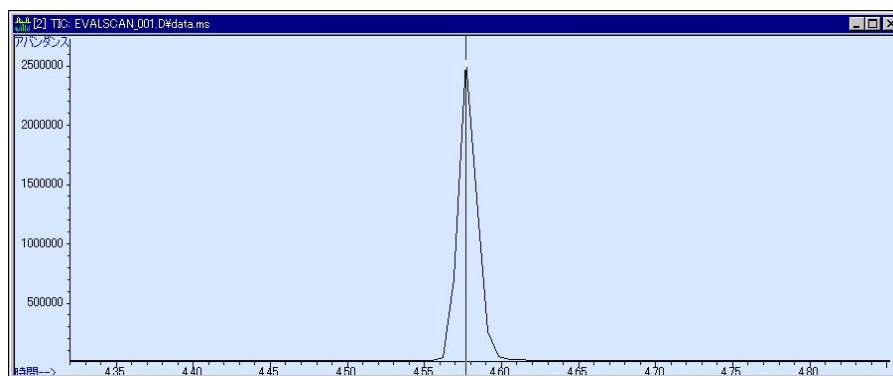
6章-6 スペクトルの取り出し

(1) ピークを拡大（ズームイン）します。

① 拡大したい部分をマウスの左ボタンでドラッグし四角で囲みます。



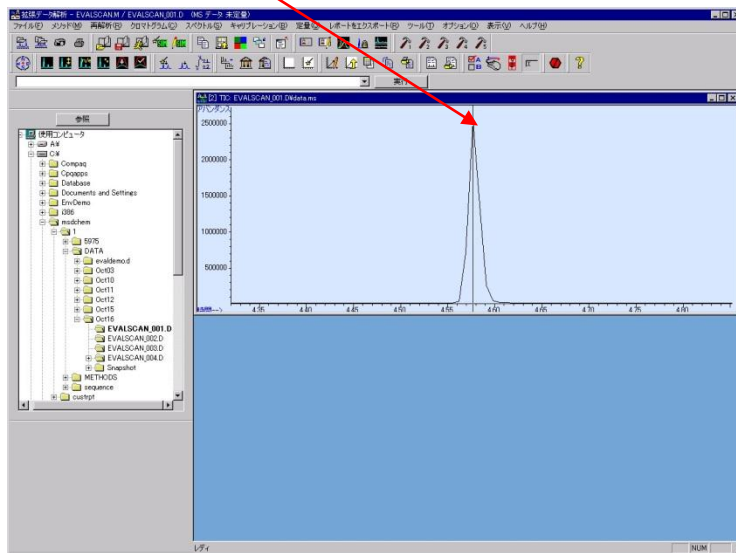
② 四角で囲まれた部分が拡大表示されます。



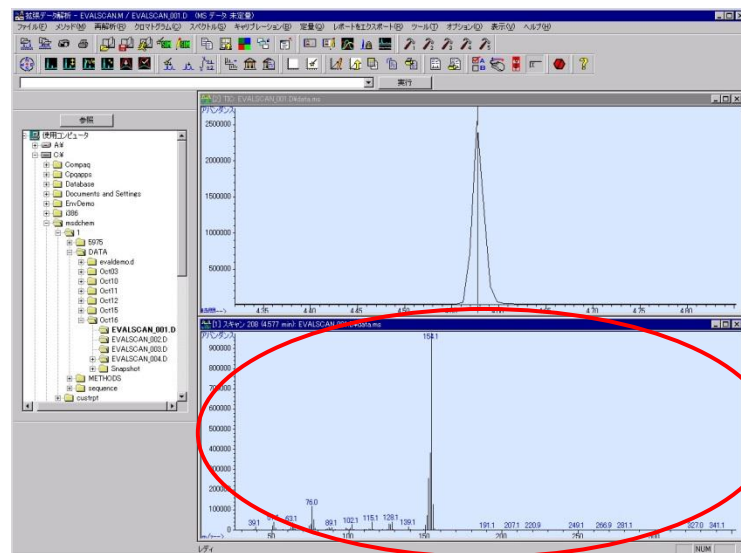
第6章 定性データの解析

(2) スペクトルの表示（取り出し）

- ① ピーク頂点にラインカーソルを合わせてマウスを右ダブルクリックします。

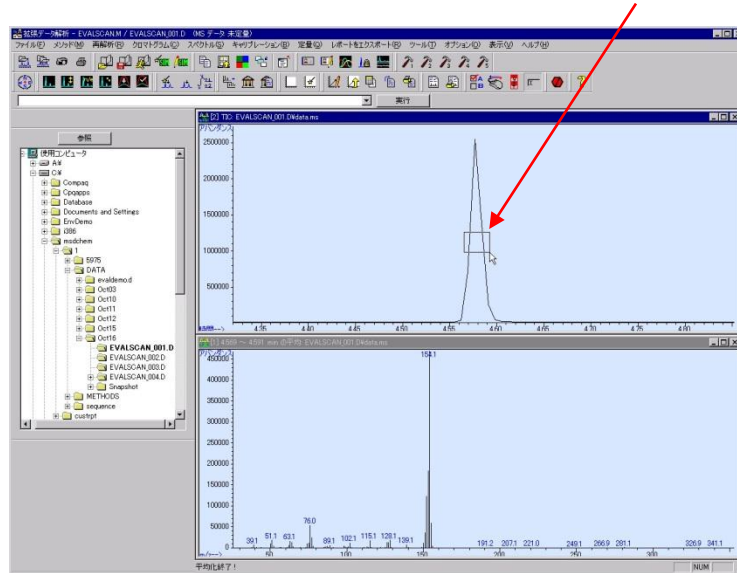


- ② ウィンドウ#1（解析画面の下半分）にスペクトルが表示されます。



(3) 平均スペクトルの選択

特定の時間ではなく、平均のスペクトルを取り出すには、クロマトピーク上で時間範囲を右ドラッグします。



第6章 定性のデータ解析

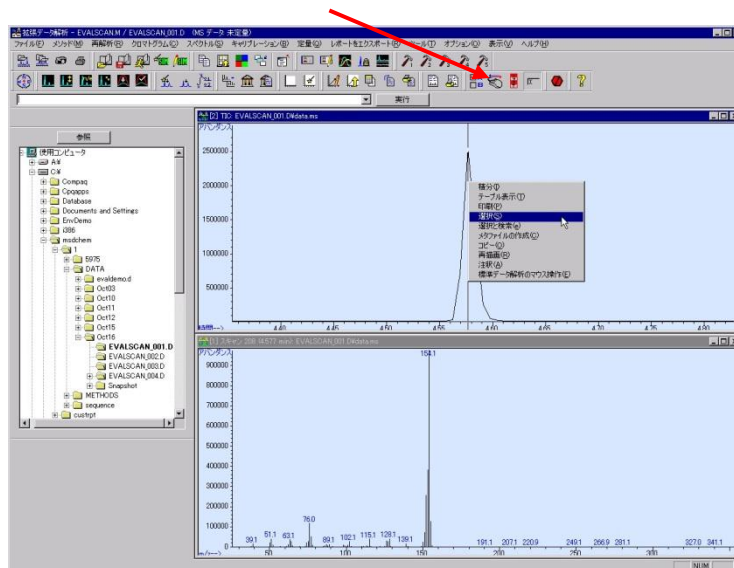
<参考> マウSACTIONを使ったスペクトルの表示

マウSACTIONを使用すると、様々な機能を右クリックで簡単に呼び出すことができます。TICからスペクトルを表示させる機能も、その一つです。

- ①  アイコンをクリックして、マウSACTIONを有効にします。

- ② ピークの頂点で右クリックし、メニューを表示します。

- ③ 「選択」を選ぶと、スペクトルが表示されます。



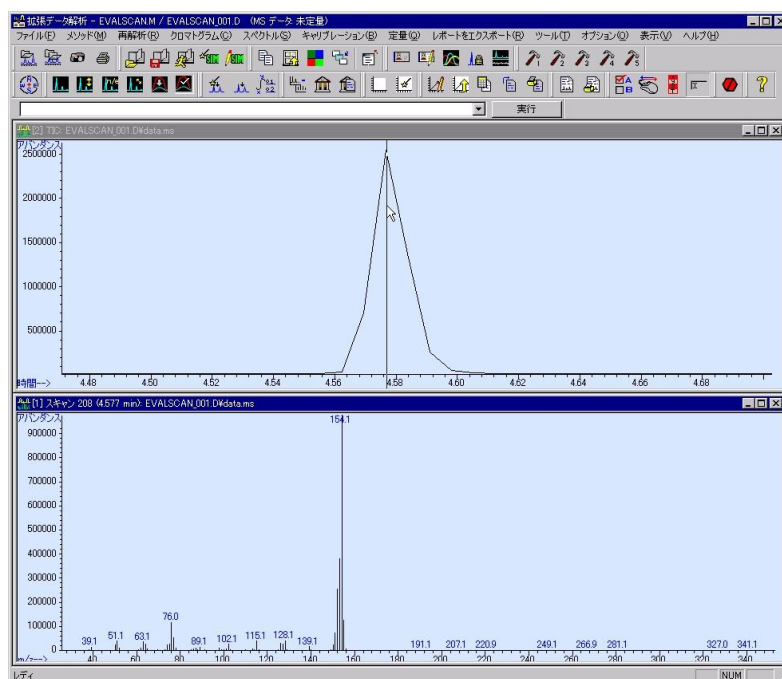
- ④ マウSACTIONを解除するときは、再度  アイコンをクリックします。

より詳しい使い方については、付録Cを参照してください。

6章-7 スペクトルの減算

より良い品質のスペクトルを得るために、バックグラウンドノイズ（ベースラインノイズ）のスペクトルの差し引き（減算）を実行します。特に低濃度のサンプルはバックグラウンドの影響を受けやすいのでこの操作を実施すると効果的です。

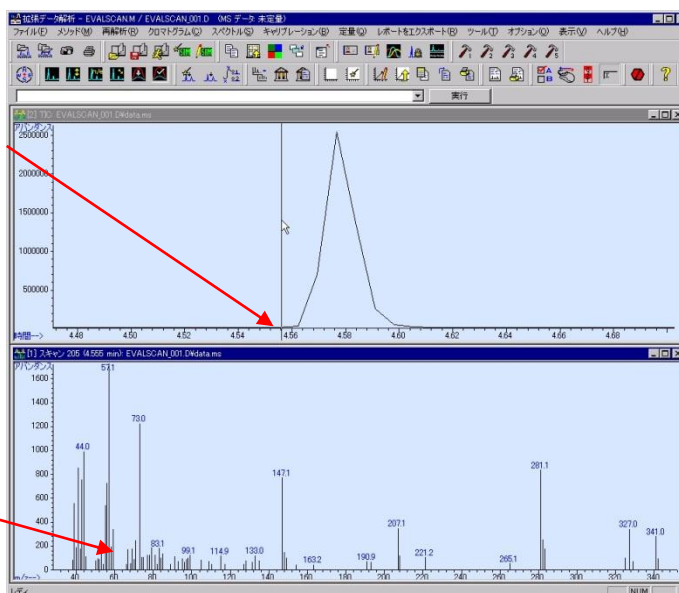
- (1) 差し引く前の頂点のスペクトル（目的物質のスペクトル）を取り出します。
（今回は既に表示されています。）



第6章 定性データの解析

- (2) バックグラウンド(ベースラインの位置)にラインカーソルを合わせて右ダブルクリックします。

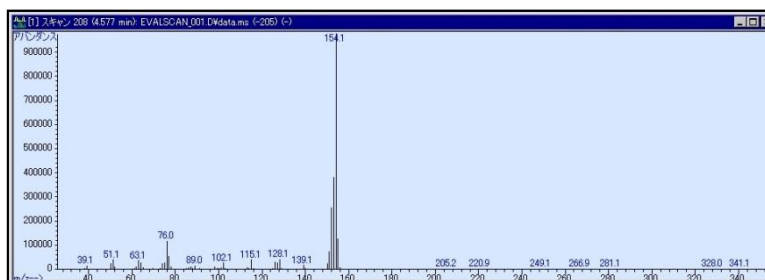
- (3) ウィンドウ#1(解析画面の下半分)にバックグラウンドスペクトルが表示されます。



- (4)  (減算アイコン) をクリックします。メニューを使用する場合には[スペクトル]メニューの[減算]をクリックします。



- (5) ウィンドウ# [1] にバックグラウンドが差し引かれたスペクトルが表示されます。



6章-8 スペクトルのライブラリサーチ

同じ条件のもとでイオン化された化合物のスペクトルは、化合物ごとに決まったパターンを示します。このスペクトルパターンをデータベースにしたものをライブラリと呼びます。

ライブラリサーチ（ライブラリ検索）を実行すると、選択したスペクトルとライブラリに登録されている既知の化合物のスペクトルが比較されます。検索条件に一致する化合物がある場合、そのリストが画面上に表示されます。品質の良いスペクトルを使用するとより良いライブラリサーチを実行できます。

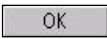
- (1) ライブラリ選択アイコン  をクリックします。またはメニューから[スペクトル] - [ライブラリの選択] をクリックします。[ライブラリ検索パラメータ] ダイアログボックスが開きます。



- (2)  をクリックしてフォルダを参照します。



- (3) C:\¥Database¥フォルダの demo.l（またはその他の適切なライブラリ）を選択します。

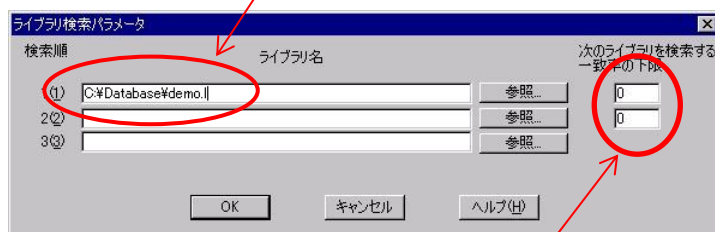
- (4)  をクリックします。

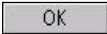
注意

ソフトウェア本体には、デモ用のライブラリ（demo.l）のみ付属します。NIST、WILEYや構造式ライブラリを使用するためには、別途ライブラリソフトウェアを購入する必要があります。

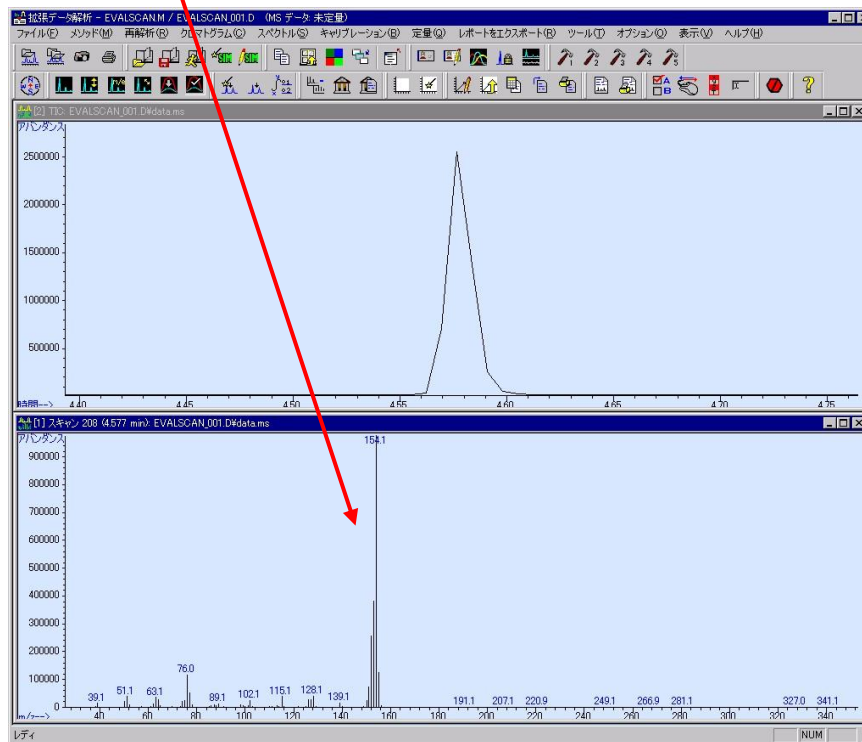
第 6 章 定性データ解析

- (2) 画面表示が「ライブラリ検索パラメータ」ダイアログボックスに戻り、選択したライブラリが表示されます。



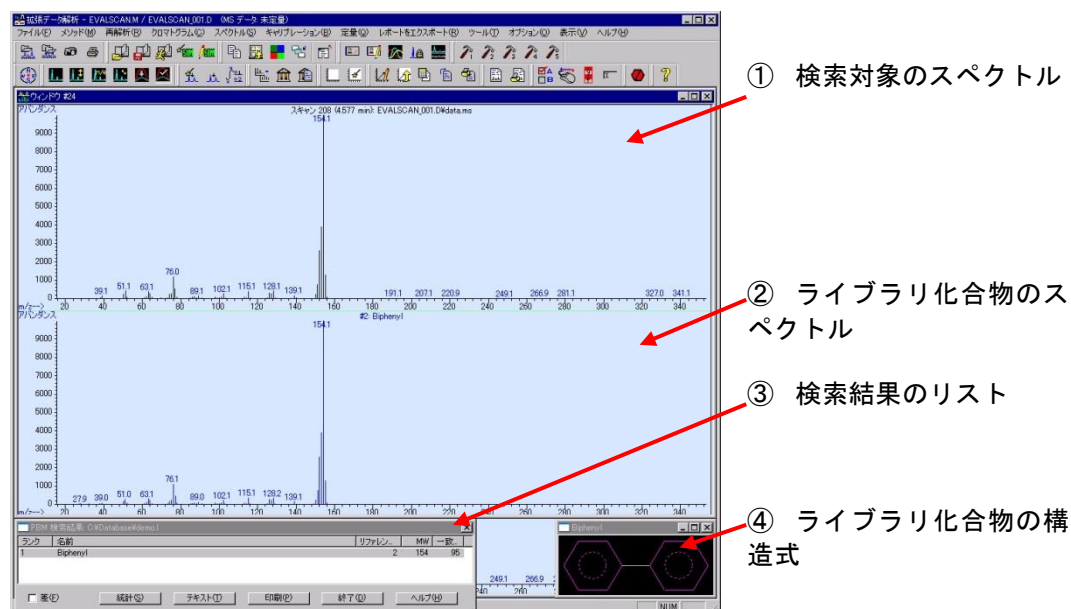
- (3) 「次のライブラリを検索する一致率の下限」には、次のライブラリが無ければ 0 を、あれば、次のライブラリに検索されに行く、一致率の閾値を入力します。（検索の結果、一番一致した結果がこの数値を下回る場合、次のライブラリを検索します。逆に上回った場合は、次のライブラリへは検索されません。）
- (4)  をクリックします。
- (5) 検索したいスペクトルを表示させます。（ベースラインの減算等を実施して良い品質のスペクトルを表示させます。）

- (6) ウィンドウ# [1] のスペクトル画面内（解析画面の下半分）で右ダブルクリックします。



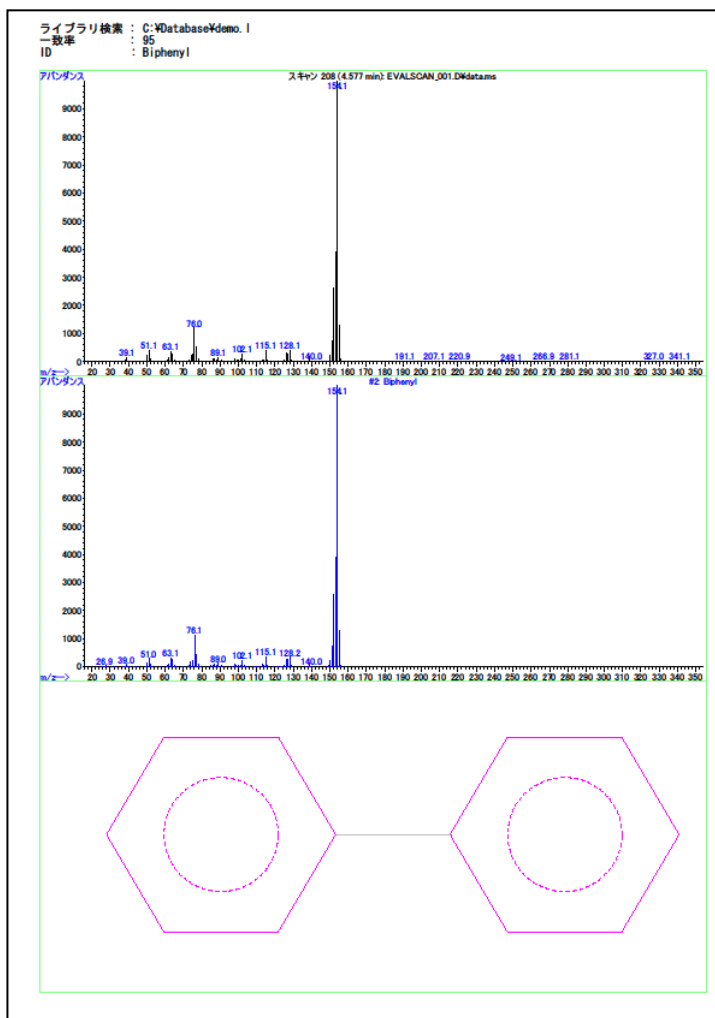
第6章 定性データ解析

(7) 検索結果が表示されます。



- (8) **印刷(P)** をクリックして画面のデータを印刷してみましょう。

<検索結果の印刷例>



- (9) **終了(D)** をクリックしてライブラリ検索結果画面を終了します。

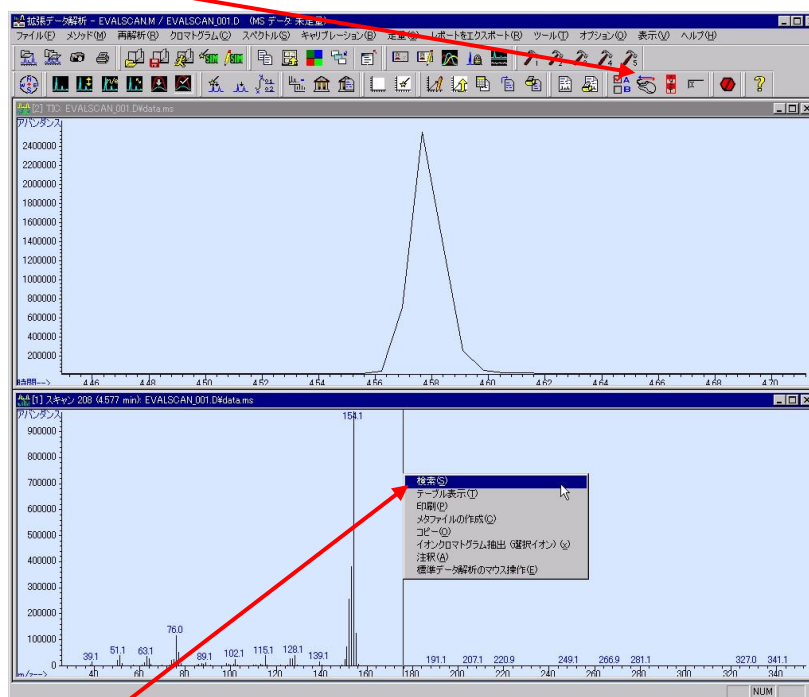
<参考>

次の検索結果を開始する前にスペクトルの表示画面 [ウィンドウ#1] で右ドラッグして領域を選択すると構造式を画面上に貼り付けすることができます。

第 6 章 定性データ解析

<参考> マウスイクソンを使ったスペクトル検索

- ①  アイコンをクリックして、マウスイクソンを有効にします。



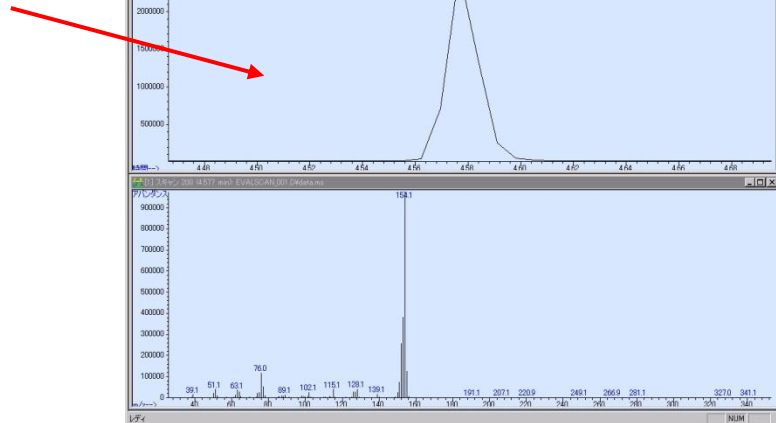
- ② スペクトル画面内（ウィンドウ# [1] ）で右クリックし、メニュー中から [検索] を選択します。
- ③ ライブラリ検索が実行されます。
- ④ マウスイクソンを解除するときは、再度  アイコンをクリックします。

より詳しい使い方については、付録 C を参照してください。

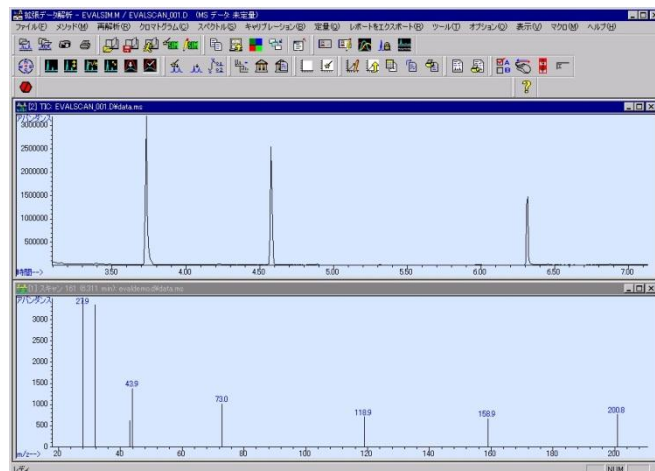
6章-9 ズームアウト

拡大したクロマトグラム（TIC）の画面を、元の大きさにズームアウトする方法です。

- (1) クロマトグラムの画面内で左ダブルクリックします。



- (2) クロマトグラムがひとつ前の大きさに戻ります。



<参考>

クロマトグラムを初期の状態に表示させたい場合には



（クロマトグラムの再描画アイコン）をクリックしま

第 6 章 定性のデータ解析

6章－10 自動ライブラリ検索

自動ライブラリ検索機能を使用すると、積分で認識されるピークについて、ライブラリ検索を自動的に実施させることができます。

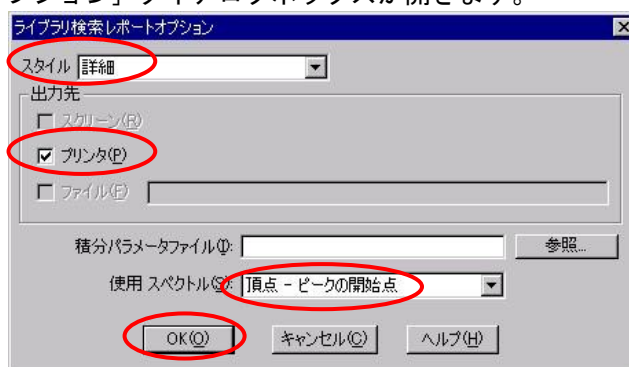
- (1) 「[スペクトル]」メニューの「[ライブラリ選択]」をクリックし、「[ライブラリ検索パラメータ]」ダイアログボックスを開き、検索に使用するライブラリを選択します（既に選択されている場合は必要ありません）。（6 章－8、6－25 ページ参照）

- (2) （ライブラリ検索レポートアイコン）をクリックします。または「[スペクトル]」メニューの「[ライブラリ検索レポート]」をクリックします。



- (3) 「[ライブラリ検索レポートオプション]」ダイアログボックスが開きます。

- ① 「[詳細]」を選択します。
- ② プリンタにチェックを入れます。
- ③ 「[頂点－ピークの開始点]」を選択します。

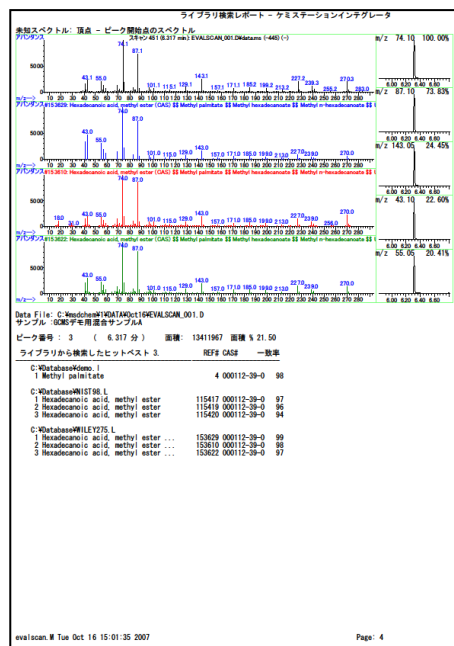
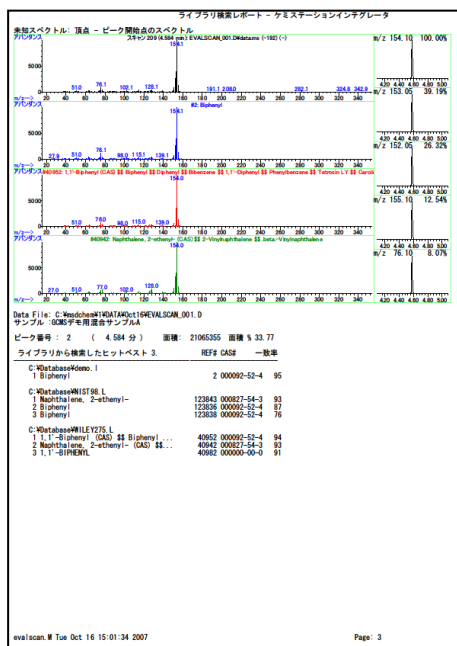
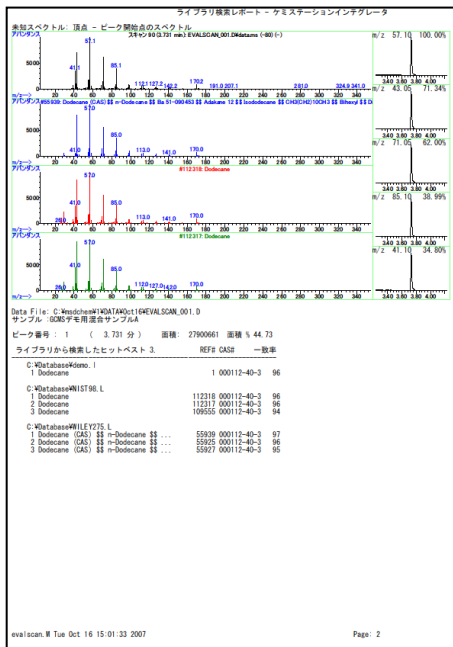
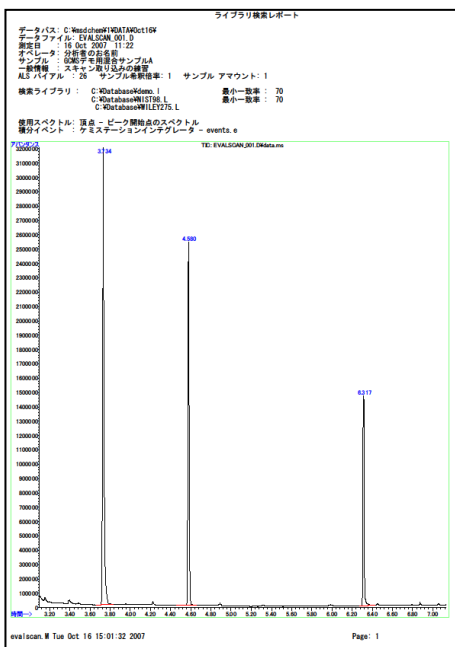


- ④  をクリックして自動ライブラリ検索を実行します。

※：スタイルが「[簡略]」の場合は、テキスト文字のみのレポートとなり、スクリーンやファイルにも出力出来ず。

第6章 定性データの解析

＜自動ライブラリ検索レポート（詳細）の例＞

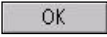


第 6 章 定性のデータ解析

6章－11 画面の印刷

クロマトグラム（TIC）の画面を、横長に印刷する方法です。

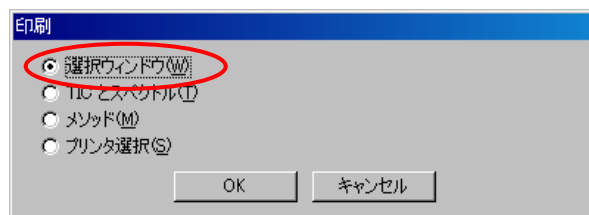
(1) 用紙の向き（印刷方向）の設定

- ① [ファイル] メニューの [プリンタ設定] をクリックし、[印刷方向] ダイアログボックスを開きます。
- ② [横] を選択し、 をクリックします。

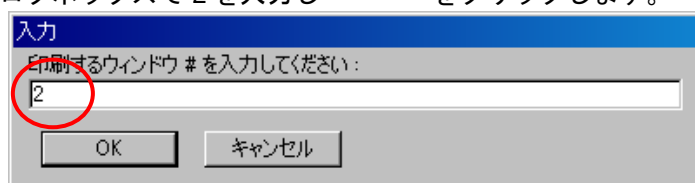


(2) 画面の印刷

- ① [ファイル] メニューの [印刷] をクリックし、[印刷] ダイアログボックスを開きます。
- ② [選択ウィンドウ(W)] を選び、 をクリックします。



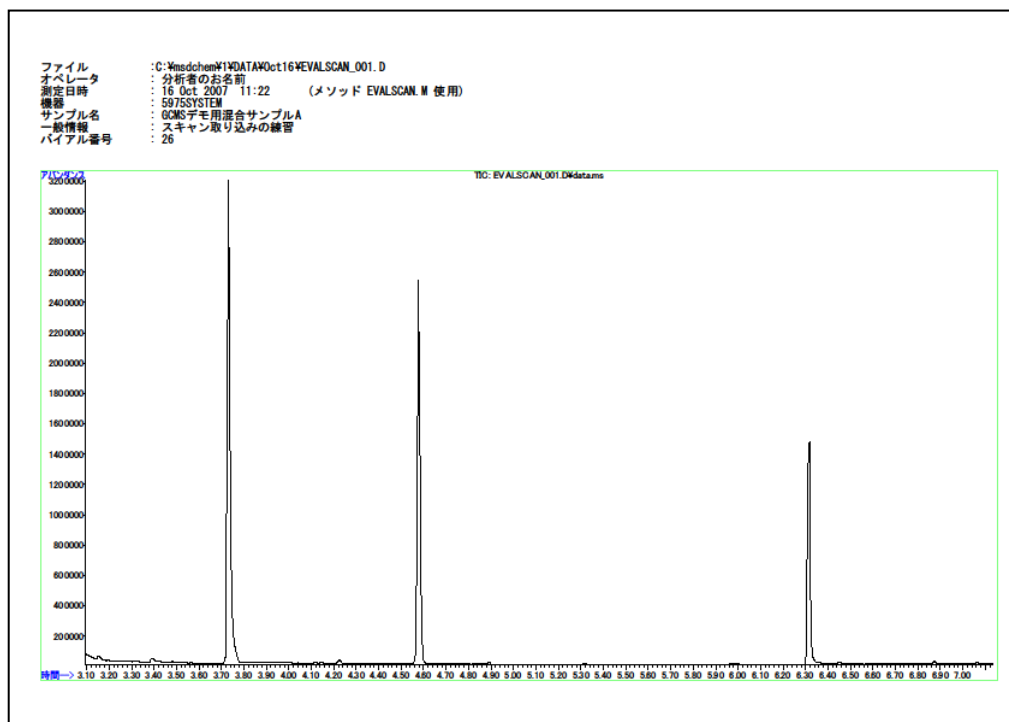
- ③ [入力] ダイアログボックスで 2 を入力し  をクリックします。



<参考>

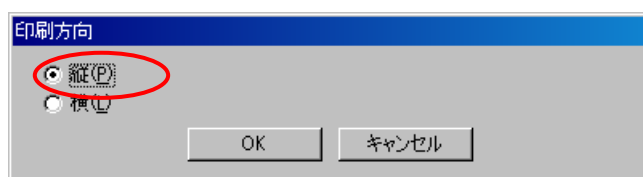
ウィンドウ#は各ウィンドウのタイトルバーに [] で表記されています。

＜クロマトグラム（TIC）印刷例－印刷方向：横－＞



(3) 印刷が終了したら、用紙の向き（印刷方向）の設定を元に戻します。

- ① [ファイル] メニューの [プリンタ設定] をクリックし、[印刷方向] ダイアログボックスを開きます。
- ② 縦を選択し、 をクリックします。縦を選択し、 をクリックします。



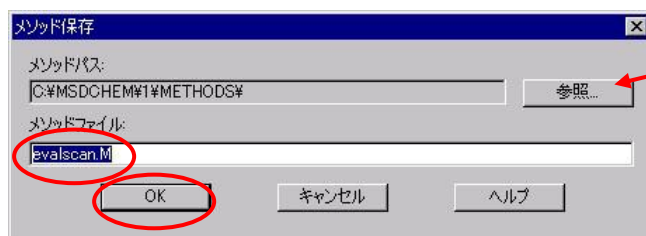
第6章 定性のデータ解析

6章-12 データ解析の終了

データ解析の変更内容をメソッドファイルに保存してデータ解析画面を終了します。

(1) メソッドの保存

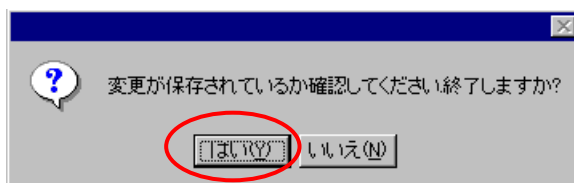
- ①  (メソッド保存アイコン) をクリックします。メニューから選択する場合は [メソッド] - [メソッド保存] をクリックします。[メソッド保存] ダイアログボックスが開きます。
- ② 必要に応じ  をクリックし、メソッドパスを変更します。

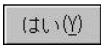


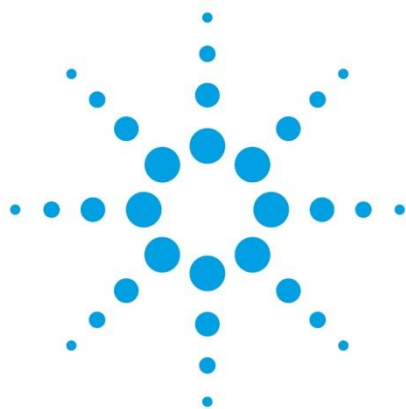
- ③ evalscan.M が表示されていることを確認します。
- ④  をクリックしてメソッドを保存します。

(2) 解析画面の終了

- ① [ファイル] メニューの [終了] をクリックします。



- ②  をクリックしてデータ解析を終了します。

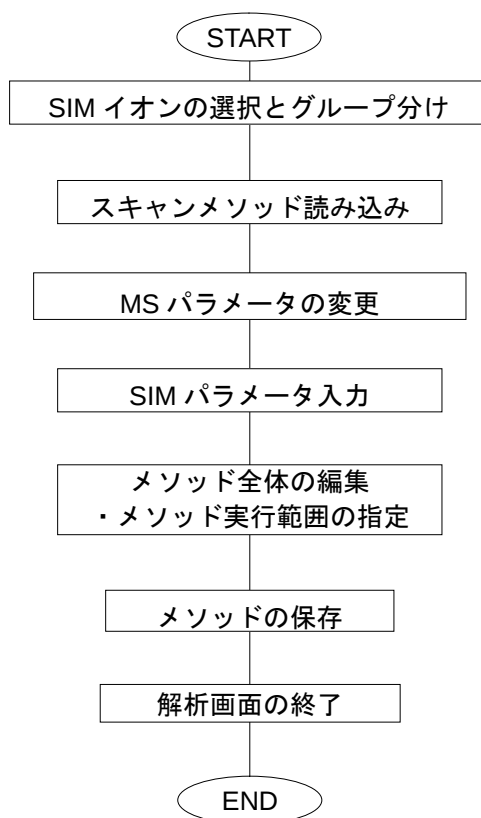


第7章 定量のための 測定条件設定

7章-1	SIM モードの特徴	7-3
7章-2	ターゲットイオンとクオリファイイオン	7-3
7章-3	SIM イオンの選択	7-4
7章-4	SIM イオンとタイムセグメント（グループ分け）	7-5
7章-5	メソッドの読み込み	7-6
7章-6	SIM 条件の設定	7-7
7章-7	メソッドの実行範囲を変更する	7-10
7章-8	SIM/Scan 同時取り込みの設定方法	7-11

第7章 定量のための測定条件設定

＜定量のための測定条件設定＞



本章には、下記についての説明も含まれています。

- ・ SIM 測定の特徴
- ・ SIM/Scan 同時測定の設定方法

本章では、未知サンプルの定量を実施するための SIM 測定条件を設定します。未知サンプルの定量を行う場合、一般的に MSD の測定モードは SIM を使用します。

7章-1 SIM モードの特徴

SIM (Selected Ion Monitoring) モードには下記の特徴があります。

- ・ 高選択性である
- ・ 高感度（シグナル/ノイズ比）が得られる
- ・ ライブラリ検索はできない

7章-2 ターゲットイオンとクオリファイアイオン

・ ターゲットイオン（定量イオン）

1 つのピークに対して必ず 1 つ必要です。
このイオンの積分結果が定量計算に使用されます。

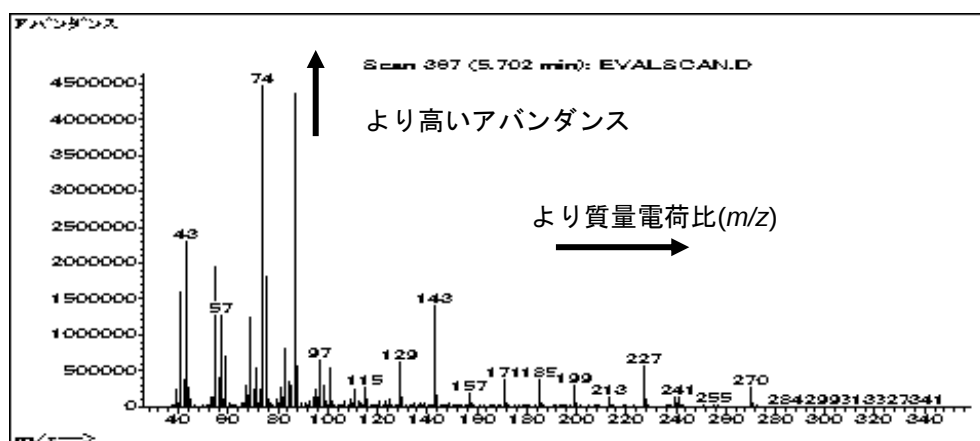
・ クオリファイアイオン（定性確認イオン）

ターゲットイオンとのアバンダンス比から本当にその化合物であるかどうかを確認するために設定するイオンです。

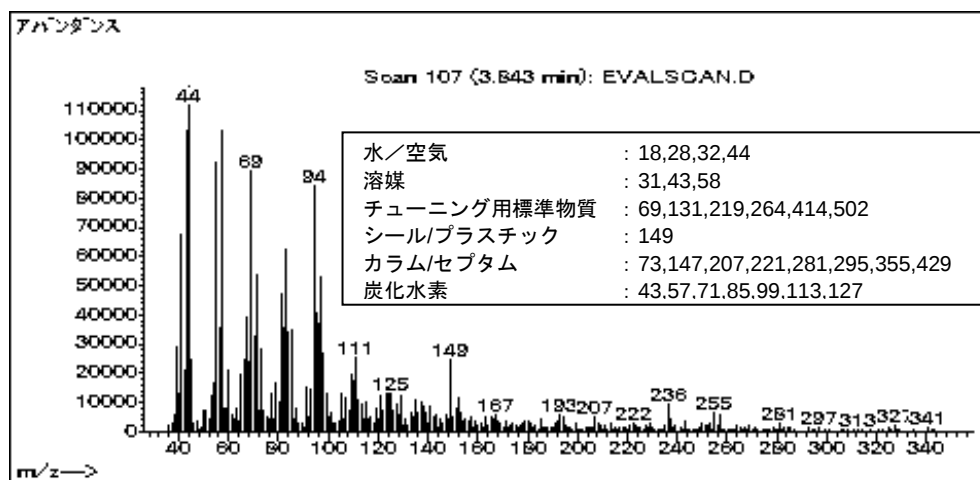
第7章 定量のための測定条件設定

7章-3 SIM イオンの選択

選択する SIM イオンは、そのピークに特徴的（ユニーク）で、より高い質量電荷比(m/z)とアバンダンスを持つものが望ましいとされています。



下図は、ベースラインのスペクトルです。これらのイオンを使用すると、ベースラインノイズの影響により、正確な定量が難しくなります。これらのイオンの使用は避けることを推奨します。



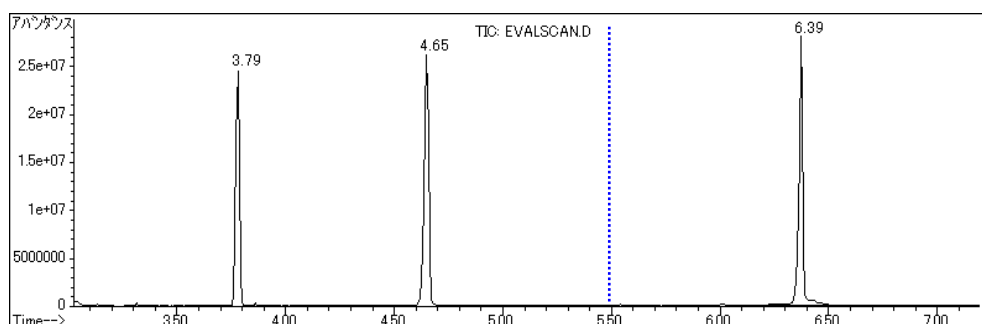
7章-4 SIM イオンとタイムセグメント（グループ分け）

同時に取り込めるイオンの数には制限があります。また、同時に取り込むイオンの数が少ないほどシグナル/ノイズ比の値が良くなります。そのため、通常取り込むイオンを時間で区切って切り替えます。1つの時間で区切られているイオンをグループ化したものをタイムセグメントと呼び、それぞれにグループ名を付けます。

クロマトグラムは、マトリックスの影響などにより、多少リテンションタイムが前後する可能性があります。そのため、グループ分けはピークとピークの間が離れているところで実施する事を推奨します。

以下のように、SIM 測定に必要な条件をスキャン測定 of データを元に決定します。

- ・各ピークでどのイオン (m/z) を取り込むか
- ・クロマトグラムのどの位置（時間）で、グループ分けを行うか



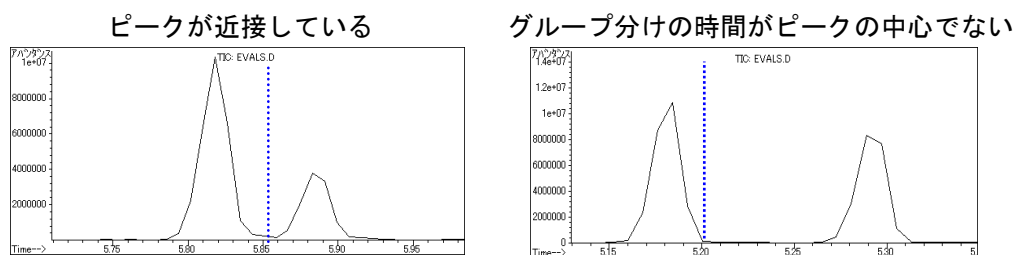
グループ名	1		2
区切りの時間	5.5 分		
ピーク番号	1	2	3
ターゲット	170	154	270
クオリファイア	85	153	87

<備考>

1 つのグループ中で取り込むイオンの数が少ない程、ベースラインノイズの変動が小さくなります（微量分析に適します）。

注意

以下の 2 例のようなグループ分けを実施するとリテンションタイムの変動や濃度によるピーク形状の変化などにより、正確な定量結果が得られない場合があります。

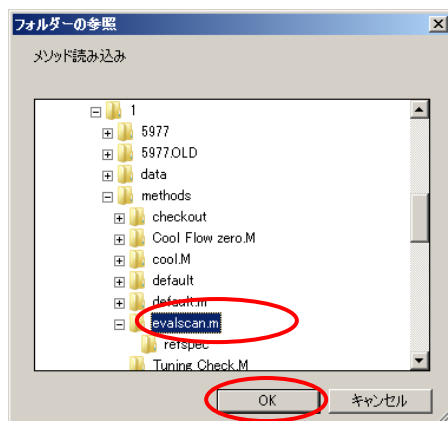


7章-5 メソッドの読み込み

既に作成したスキャン測定用メソッドを使用し、その MSD 取込み条件のみ変更して SIM メソッドを作成します。そのため、まずスキャンで測定したメソッドを読み込みます。



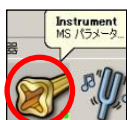
- (1) (メソッドの読み込みアイコン) をクリックします。メニューからの場合は、[メソッド] - [メソッドの読み込み] を選択します。
- (2) [フォルダーの参照] ダイアログボックスから evalscan.M を選択し、 をクリックします。



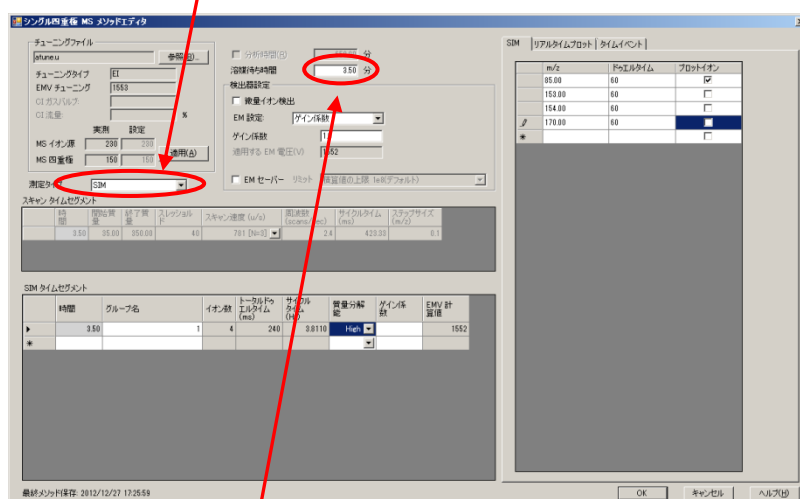
7章-6 SIM 条件の設定

MSD の測定条件 1 (MS パラメータ)

測定モード : SIM
EM 電圧 : 0、相対
溶媒待ち時間 : 3.5min



- (1)  (MS パラメータアイコン) をクリックします。メニューからの場合は、
[機器] (I) - [MS パラメータ編集] をクリックします。[シングル四重極MS ソフトウェアエディタ] ダイアログボックスが開きます。
- (2) 測定モードで [SIM] を選択します。



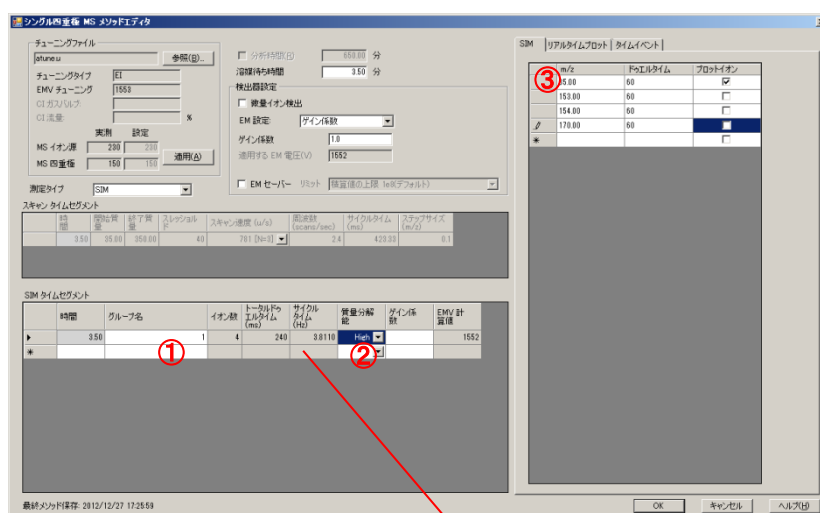
- (3) 溶媒待ち時間に 3.5 分を設定します。

第7章 定量のための測定条件設定

(4) SIM タイムセグメント、SIM タブ にデータを入力します。

MSD の測定条件 2 (SIM パラメータ編集 : グループ 1)

グループ名 : 1
 開始時間 : 3.50min (溶媒待ち時間から自動で入力されます)
 質量分解能 : High
 イオン : 170, 85, 154, 153 (ドゥエルタイム各 60)
 サイクル/sec : 3~4

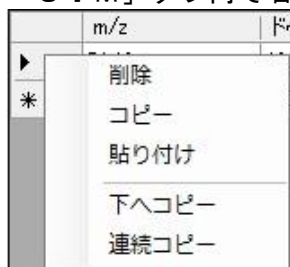


① グループ名に [1] を入力します。

② 質量分解能は [High] を選択します。

③ m/z に [85] ドゥエルタイムに [60] を入力します。同様にイオン 153、154、170 を追加します。

④ 「SIM」タブ内で右クリックするとラインの削除などのメニューが出ます。



<参考>

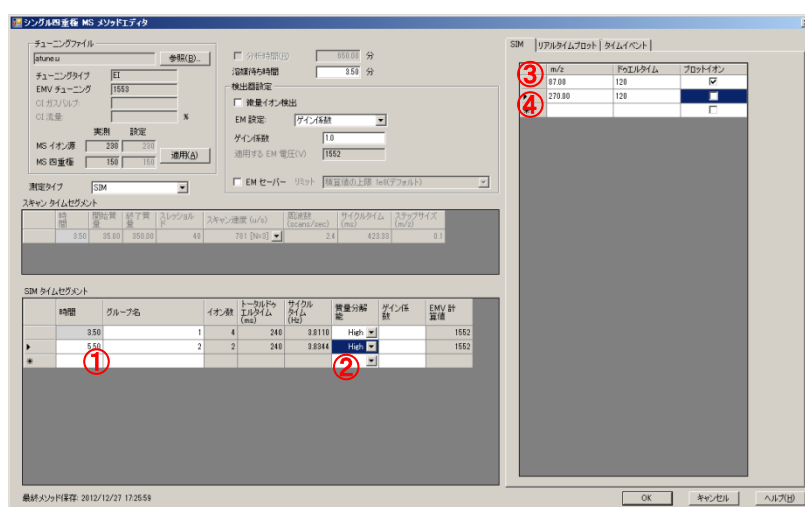
ドゥエルタイム (1 質量あたりに割り当てる時間 ms は [サイクルタイム(Hz)] の値が、3~4Hz 程度になるような値を使用します。

※ : ゲイン係数や、溶媒待ち時間などの他のパラメータは、スキャン測定時と同様のままにします。

- (5) [SIM タイムセグメント]、[SIM] タブ でグループ 2 を設定します。

MSD の測定条件 3 (SIM パラメータ編集: グループ 2)

グループ名	: 2
開始時間	: 5.5min
質量分解能	: High
イオン	: 87, 270 (ドウエルタイム各 120)
サイクル/sec	: 3~4



- ① グループ名に [2]、開始時間に [5.5] を入力します。
- ② 質量分解能は [High] を選択します。
- ③ m/z に [87]、ドウエルに [120] を入力します。
- ④ 同様にイオン 270 を追加します。

- (6) [シングル四重極MSメソッドエディタ] 画面で、**OK** をクリックし SIM 設定を終了します。

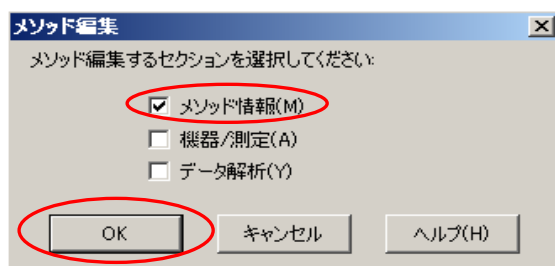
第7章 定量のための測定条件設定

7章-7 メソッドの実行範囲を変更する

メソッドには、実行範囲の設定があります。メソッド実行範囲は[メソッド情報]画面で設定します。シーケンスを実行する際には、この実行範囲に注意する必要があります。



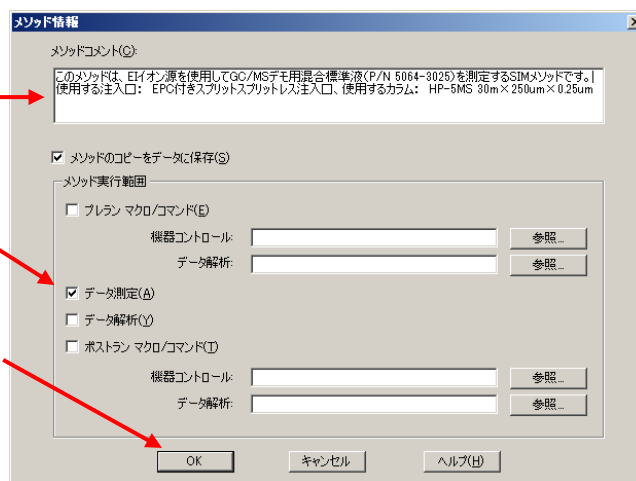
- (1) (メソッド全体の編集アイコン) をクリックします。メニューの場合には[メソッド] - [メソッド全体の編集] をクリックします。
- (2) [メソッド情報] のみチェックして **OK** をクリックします。



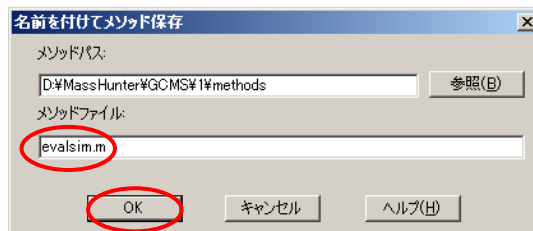
- (3) メソッドのコメントを適宜入力します。

- (4) データ測定のみチェックをオンにします。

- (5) **OK** をクリックします。



- (6) [メソッドファイル] 欄 [evalsim] と入力して **OK** をクリックします。

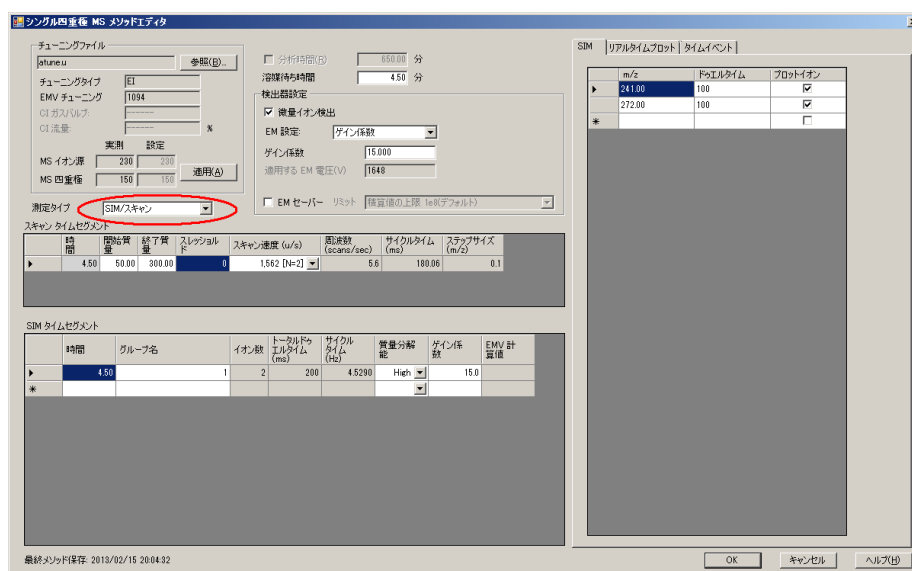


7章-8 SIM/Scan 同時取り込みの設定方法

SIM/Scan 同時取り込みを使用すると、1回の分析でSIMとスキャンのデータを同時に取得することができます。測定条件は、SIMとScanの両方を設定する必要があります。

(1) SIM/Scan 同時取り込みの設定

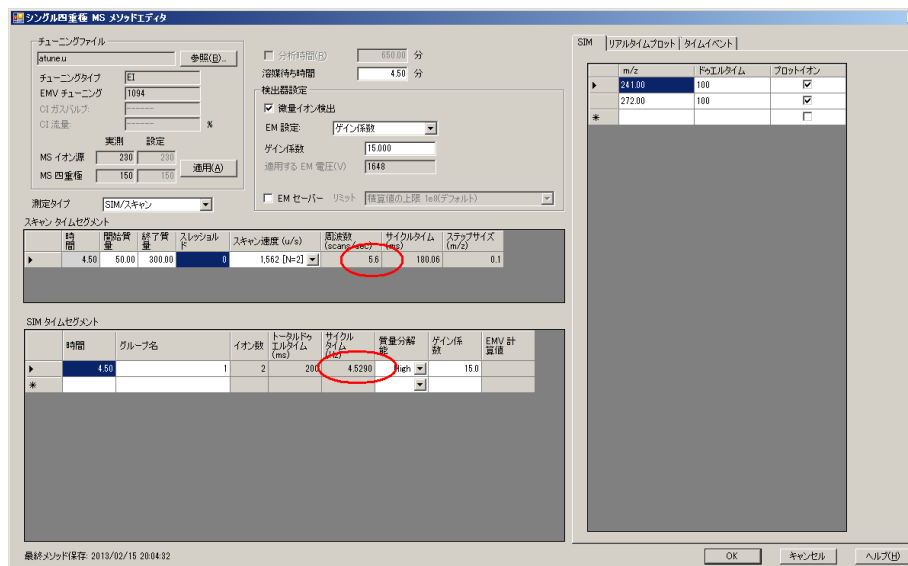
- ① [機器] メニューの [MS パラメータ編集] をクリックし、[シングル四重極 MS メソッドエディタ] ダイアログボックスを開きます。
- ② 測定タイプを [SIM/スキャン] にします。



- ③ これまでに設定してきた、[スキャンタイムセグメント]と[SIM タイムセグメント]、[SIM] タブの両方が設定可能となります。
- ④ [スキャンタイムセグメント] 内の設定を確認します。
- ⑤ [SIM タイムセグメント]、[SIM] タブ内の設定を確認します。

第7章 定量のための測定条件設定

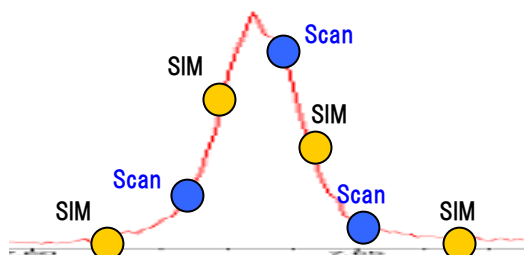
- ⑥ その際、表示されている周波数及びサイクルタイムは、実際のデータ取り込み周期とは異なりますので注意してください。詳細については後述の「SIM/Scan 同時取り込みでのデータポイント数」を参照してください。



- ⑦ 設定が終了したらメソッドを保存します。

(2) SIM/Scan 同時取り込みでのデータポイント数

SIM/Scan 同時取り込みでは、実際には SIM と Scan のデータを交互に取り込みます。したがって、別々に取り込んだ場合よりも各モードのデータポイントが少なくなります。



実際の取り込みの速度は次式に従います。

$$\text{SIM/Scan サイクル速度} = \frac{1}{\left(\frac{1}{A} + \frac{1}{B}\right) \times 1.05}$$

A = スキャン速度 (スキャン/Sec)

B = SIM サイクル速度 (サイクル/Sec)

SIM から Scan への切り替え時間は、実行時間の約 5%

第7章 定量のための測定条件設定

<計算例>

内径 0.25mm の一般的なキャピラリカラムを使用し、下記の取り込み条件におけるサイクル速度の計算例

一般的なピーク幅 : 6sec 程度
スキャン設定 : 35 ~ 550 amu,
スレッシュホールド 40, サンプリングレート 1 の時 スキャン/Sec = 5.36
スレッシュホールド 40, サンプリングレート 2 の時 スキャン/Sec = 2.83
SIM 設定 : 取込イオン数 27, ドウエル 各 10 msec の時サイクル/Sec = 3.18

1 ピークあたりのポイント数を 10 ポイントに調整したい場合

計算式 1 10 ポイント ÷ 6sec = 1.67 Cycle/sec

よって 1 ピークにつき 10 以上のデータポイントを取得するためには、1.67cycle/sec 以上のサイクル速度が必要です。次のいずれかの方法でサイクル速度を調整します。

- (1) Scan のサンプリングレートの値を小さくしてスキャン速度を速くする
- (2) SIM のドウエルタイムを短くする
- (3) 上記の両方を実施する

SIM 条件が Dwell Time = 10 msec で最小値の 5msec に近い場合、(1) の Scan のサンプリングレートの値を調整します。

サンプリングレート 2 (2^2) の場合

$$\text{計算式 2} \quad \text{SIM/Scan サイクル速度} = \frac{1}{\left(\frac{1}{2.83} + \frac{1}{3.18}\right) \times 1.05} = 1.43 \text{ Cycle/sec}$$

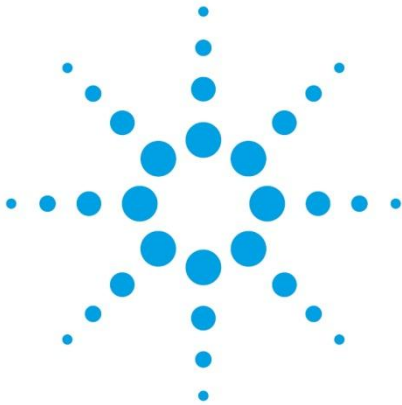
サンプリングレート 1 (2^1) の場合

$$\text{計算式 3} \quad \text{SIM/Scan サイクル速度} = \frac{1}{\left(\frac{1}{5.36} + \frac{1}{3.18}\right) \times 1.05} = 1.90 \text{ Cycle/sec}$$

計算式 1 より、1.67Cycle/sec 以上の速さが必要なため、Scan のサンプリングレートを 1 (2^1) に設定するとピーク幅 6 秒程度のピークのポイント数を 10 ポイント以上に調整することが可能です。

<参考>

サイクル速度を増加させると一般的にノイズが増加します。ノイズの増加により S/N 比の低下や、データファイルのサイズの増加などを考慮して、SIM/Scan サイクル速度を調節してください。



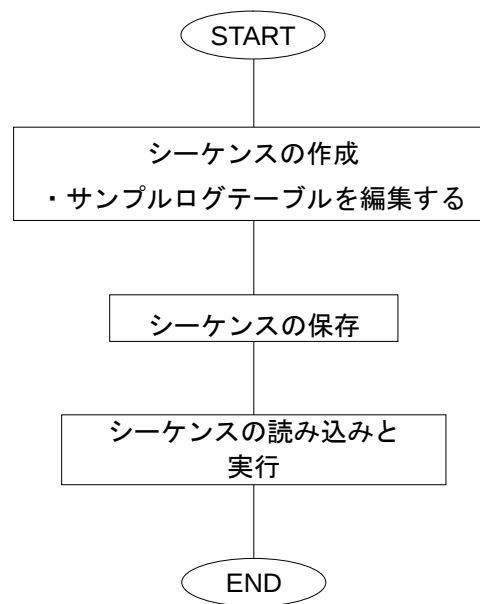
第8章 シーケンス

8 章－1 シーケンスの作成	8－3
8 章－2 シーケンスの保存	8－9
8 章－3 シーケンスの実行	8－10
8 章－4 シーケンスログの印刷	8－14
8 章－5 その他の使用方法	8－15

第8章 シーケンス

<シーケンス>

本章では、シーケンスの作成および実行方法について説明しています。



本章には、下記についての説明も含まれています。

- ・ サンプルログテーブルへ連続したバイアルを入力する
- ・ 行を指定してシーケンスを実行する

第 8 章 シーケンス

マスハンターソフトウェアでは指定した順番に指定したメソッドを連続して実行することをシーケンスと呼んでいます。シーケンスを用いると多点検量線の標準サンプル測定や、未知サンプルの連続分析を効率良く行うことが可能です。

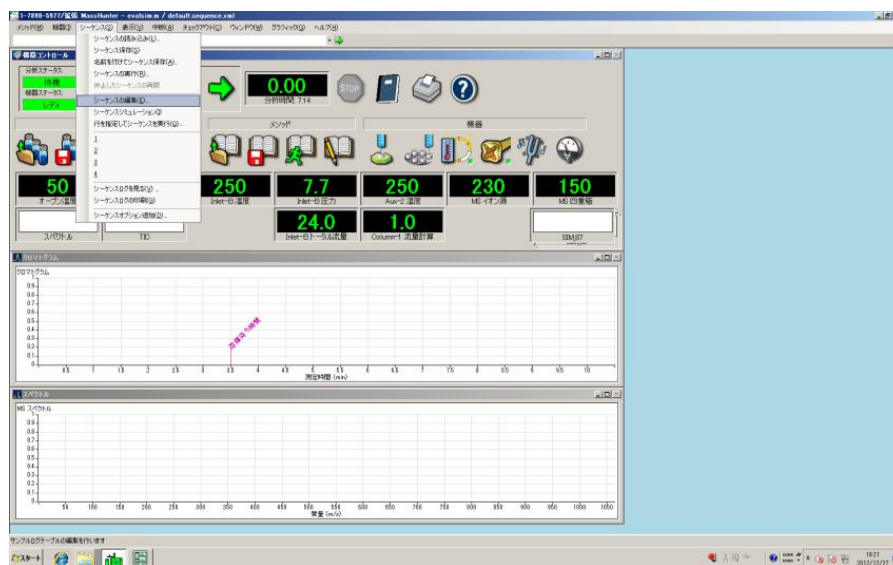
未知サンプルの定量を行うためには検量線が必要です。本章では前章で作成した SIM メソッドを使用して、下記の表のとおり標準サンプルのシーケンスを作成し、連続分析を実施して検量線に必要なデータ取り込みを行います。

ライン	タイプ	サンプル名	使用メソッド	データファイル
1	キャリブレーション	標準試料 A 5ng/uL	evalsim.M	SIM01.D
2	キャリブレーション	標準試料 B 10ng/uL	evalsim.M	SIM02.D
3	キャリブレーション	標準試料 C 20ng/uL	evalsim.M	SIM03.D

8章-1 シーケンスの作成



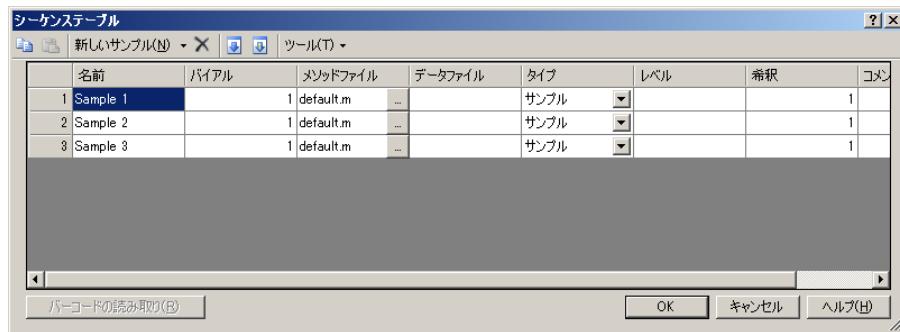
- (1) (シーケンスの編集アイコン) をクリックします。メニューからの場合は [シーケンス] - [シーケンス編集] をクリックします。



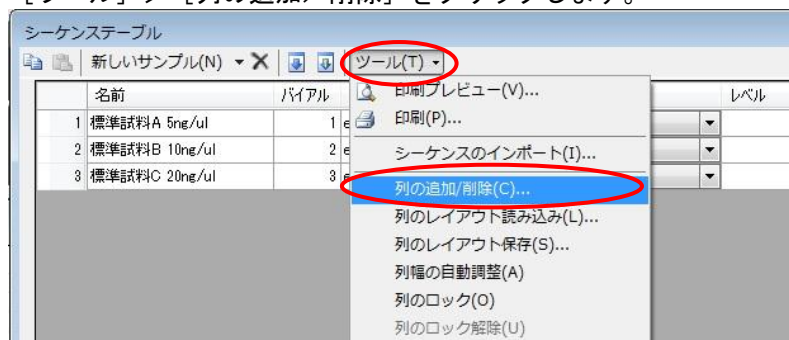
第8章 シーケンス

(2) シーケンステーブルの編集

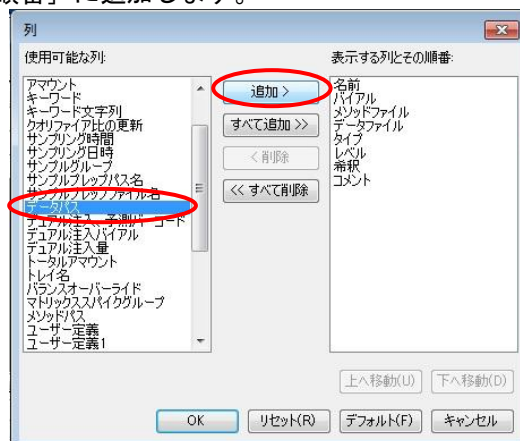
<シーケンステーブル>



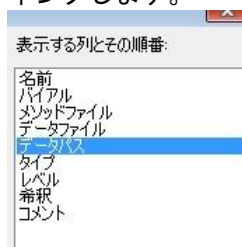
- ① [ツール] > [列の追加/削除] をクリックします。



- ② 左の [利用可能な列] から [データパス] を選択し、[追加] にて右側の [表示する列とその順番] に追加します。



- ③ 追加後、見易くする為に、[データパス]を選択し、[上へ移動]にて、[データファイル]の下にリスティングします。



- ④ OK をクリックします。

- ⑤ 1 行目の [名前] 欄に [標準試料 A 5ng/uL] と入力します。



- ⑥ 1 行目の [名前] 欄を選択し、 (下へコピー) をクリックします。



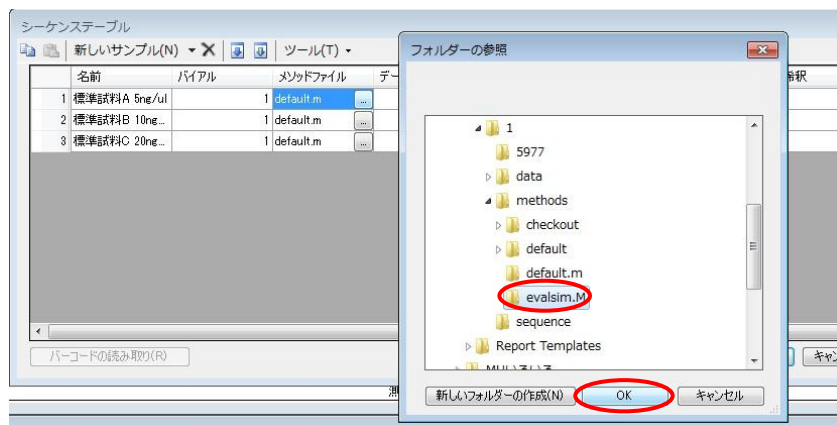
- ⑦ サンプル名がコピーされるので、下図のように適宜入力内容を訂正します。

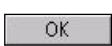
シーケンステーブル						
名前	バイアル	メソッドファイル	データファイル	データパス	タイプ	レベル
標準試料 A 5ng/uL	1	default.m	...		サンプル	
標準試料 A 10ng/uL	1	default.m	...		サンプル	
標準試料 A 5ng/uL	1	default.m	...		サンプル	

ライン	サンプル名
1	標準試料 A 5ng/uL
2	標準試料 B 10ng/uL
3	標準試料 C 20ng/uL

第8章 シーケンス

- ⑧ 1 行目の [メソッドファイル] セルのプルダウン  をクリックして、[フォルダーの参照] から [evalsim.M] を選択します。
(D:\MassHunter\GCMS\1\methods がデフォルトの保存先フォルダーです。)



- ⑨ 先の章で作成した SIM メソッド [evalsim.M] を選択して  をクリックします。

- ⑩ 1 行目の [メソッドファイル] 欄を選択し、 (下へコピー) をクリックします。



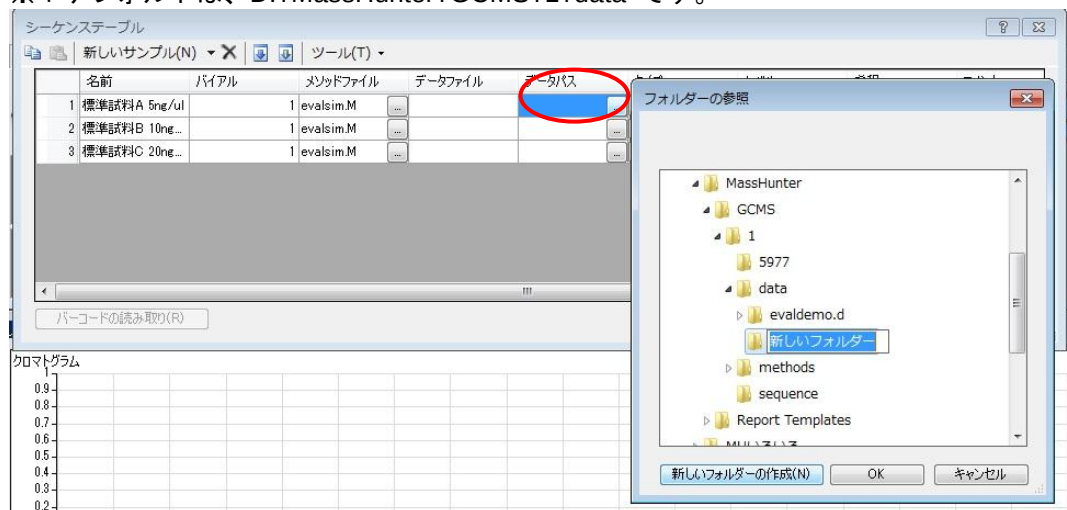
- ⑪ メソッドが選択した欄にコピーされます。



- ⑫ 1 行目の「データパス」セルのプルダウンをクリックして、「フォルダーの参照」からデータ保存先フォルダーを選択します。（新しく作ることも出来ます）

データの上書きや、後の分かり易さを考え、必ず何らかのフォルダーを作成することを推奨いたします。（今回は eval とします。）

※：デフォルトは、D:\MassHunter\GCMS\1\data です。



- ⑬ 1 行目の「データパス」の情報を、（下へコピー）をクリックし、他の行へ適用します。



第8章 シーケンス

- ⑭ 1行目の「データファイル」欄に「SIM01」と入力します。



- ⑮ 1行目の「データファイル」欄を選択し、 (連続コピー) をクリックします。

- ⑯ 連続したデータファイル名が入力されます。



- ⑰ バイアル番号を適切に入力します。



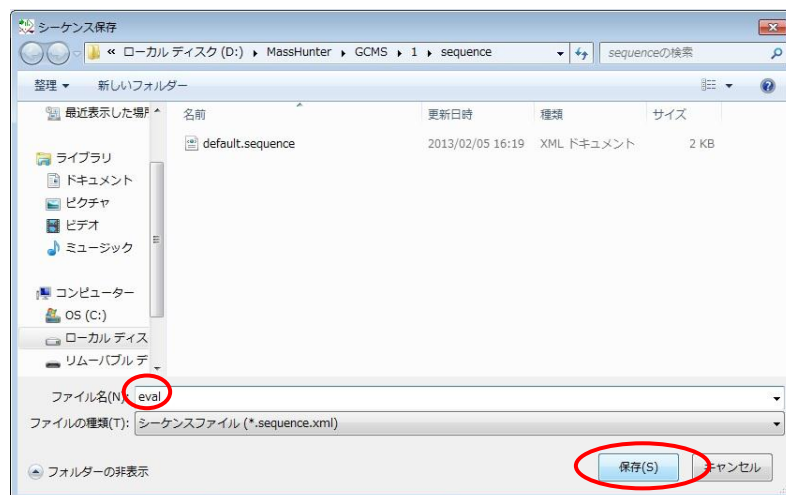
8章-2 シーケンスの保存



- (1) (シーケンスの保存アイコン) をクリックします。メニューの場合は、[シーケンス] – [名前を付けてシーケンス保存] をクリックします。



- (2) ファイル名に [eval] と入力して **保存(S)** をクリックします。
※: デフォルトの保存先フォルダは、D:\MassHunter\GCMS\1\sequence です。

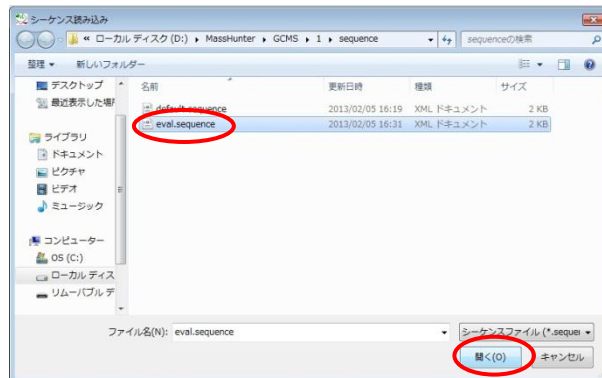


第8章 シーケンス

8章-3 シーケンスの実行



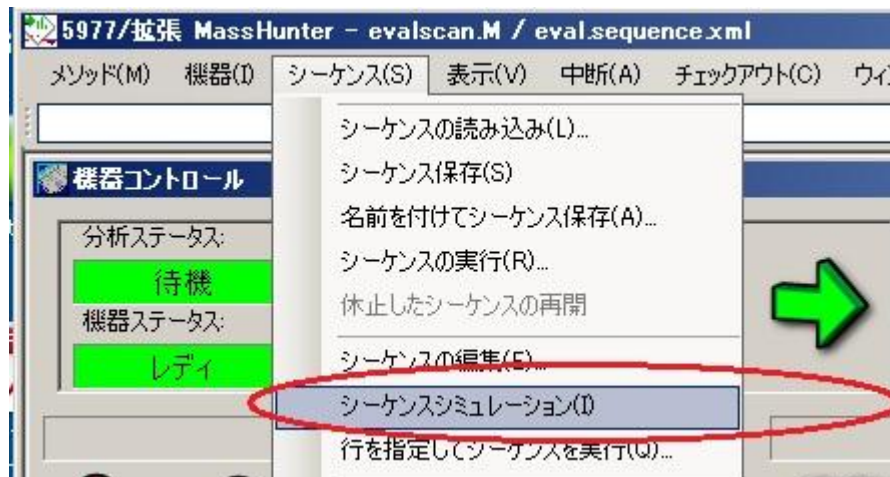
- (1) (シーケンス読み込みアイコン) をクリックします。



- (2) [eval.sequence] を選び 開く(O) をクリックします。



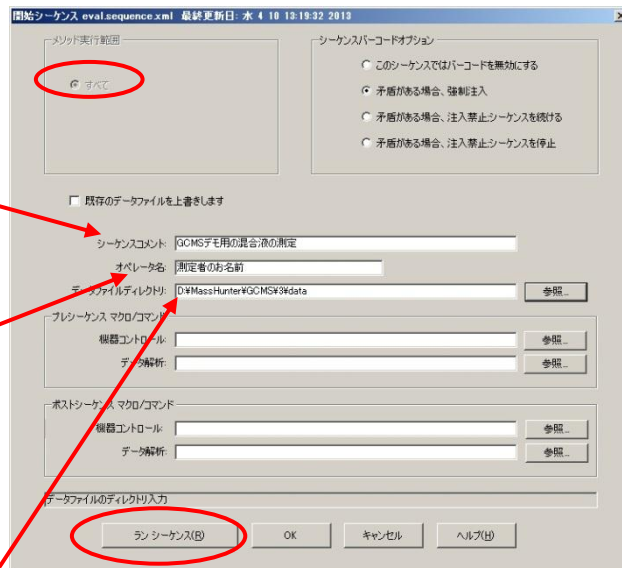
- (3) (シーケンスチェック) をクリックします。メニューの場合は、[シーケンス]―[シーケンスシミュレーション]をクリックします。



- (4) メソッドの実行範囲はグレースアウトしています。

- (5) コメントを適宜入力します。

- (6) 名前を入力します。



- (7) 先の「シーケンステーブルの編集」のデータパスが優先されます。

「シーケンステーブルの編集」のデータパスが空白の場合は、ここでの設定が採用されます。

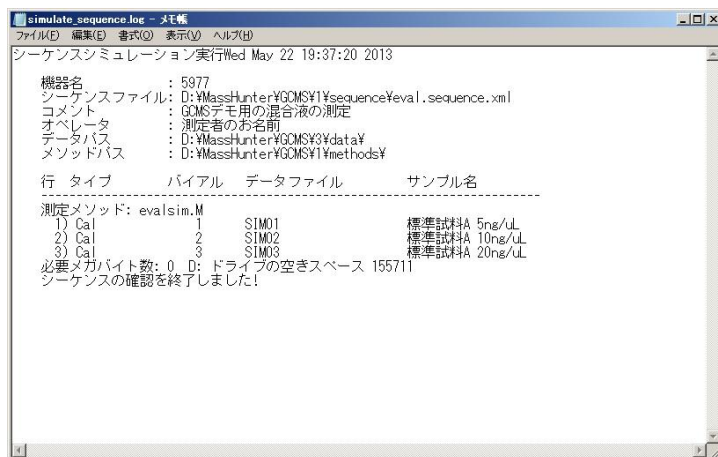
- (8)  をクリックしてシミュレーションを開始します。

- (9) 結果の表示を促されますので、[はい]をクリックします。



第8章 シーケンス

- (10) シミュレーションの結果が表示されます。（シーケンスの内容により、下図とは必ずしも一致しません。）



- (11) シミュレーションに問題がなければ、実際の測定に入ります。



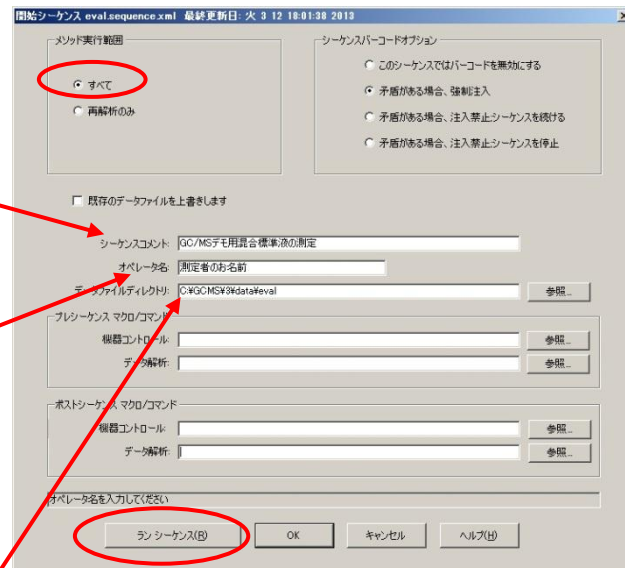
- (12) (シーケンスの実行アイコン) をクリックします。メニューの場合は、[シーケンス] - [シーケンスの実行] をクリックします。



- (13) メソッドの実行範囲は「全て」を選択します。

- (14) コメントを適宜入力します。

- (15) 名前を入力します。



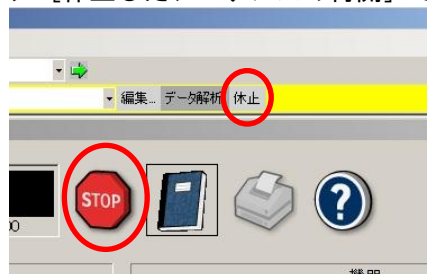
- (16) 先の「シーケンステーブルの編集」のデータパスが優先されます。
「シーケンステーブルの編集」のデータパスが空白の場合は、ここでの設定が採用されます。

- (17) 「ラン シーケンス(R)」をクリックして測定を開始します。

シーケンス実行中は、装置コントロール画面上部に、ステータス画面が表示されます。



- ・「STOP」を押すと、分析が強制的にその段階で STOP します。
- ・「休止」を押すと、分析最中のものの測定で一時的に終了します（次へは進みません）。
「シーケンス」 > 「休止したシーケンスの再開」で再開出来ます。



第8章 シーケンス

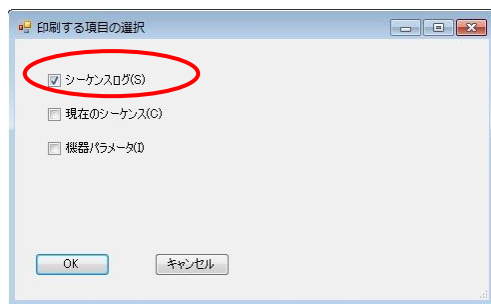
8章-4 シーケンスログの印刷

シーケンスが動作しない場合や、エラーで停止していた場合、ログブックを見ることによって、原因を確認し、修正することが可能です。



(1) (機器コントロール画面上の印刷アイコン) をクリックします。

(2) [シーケンスログ] にチェックをし、**OK** をクリックします。



[シーケンス] > [シーケンスログの印刷] からでも印刷できます。

<シーケンスログの例>

シーケンススタート Tue Mar 12 18:36:28 2013

機器名 : LEFT GCMS
シーケンスファイル: C:\GCMS\3\data\eval\sequence.xml
コメント : GC/MSデモ用混合標準液の測定
オペレータ : 5977JP-1\Agilent
データパス : C:\GCMS\3\data\eval\
メソッドパス : C:\GCMS\3\methods\

行	タイプ	バイアル	データファイル	サンプル名
測定メソッド: evalscan.M				
1)	サンプル	1	SIM01	標準試料A 5ng/ul
2)	サンプル	2	SIM02	標準試料B 10ng/ul
3)	サンプル	3	SIM03	標準試料C 20ng/ul

シーケンス終了 Tue Mar 12 18:40:14 2013

C:\GCMS\3\data\eval\2013 Mar 12 1836 Quality Log.LOG
C:\GCMS\3\data\eval\2013 Mar 12 1836 Sequence Log.LOG

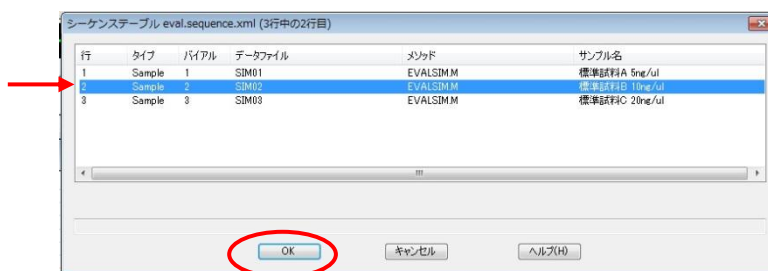
第8章 シーケンス

(3) 指定行からシーケンスを実行する

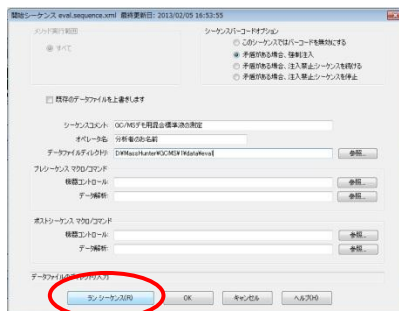
- ① メニューから「シーケンス」－「行を指定してシーケンスを実行」をクリックします。

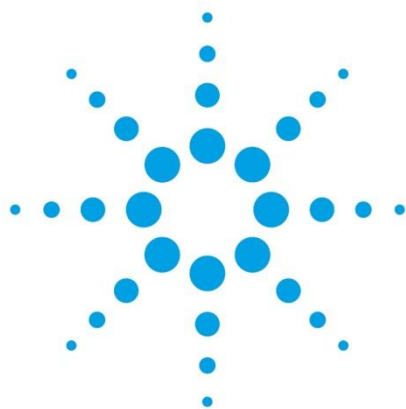


- ② シーケンスを開始させる行を選択して **OK** をクリックします。



- ③ 必要事項を入力し、 **ランシーケンス(R)** をクリックしてシーケンスを開始します。





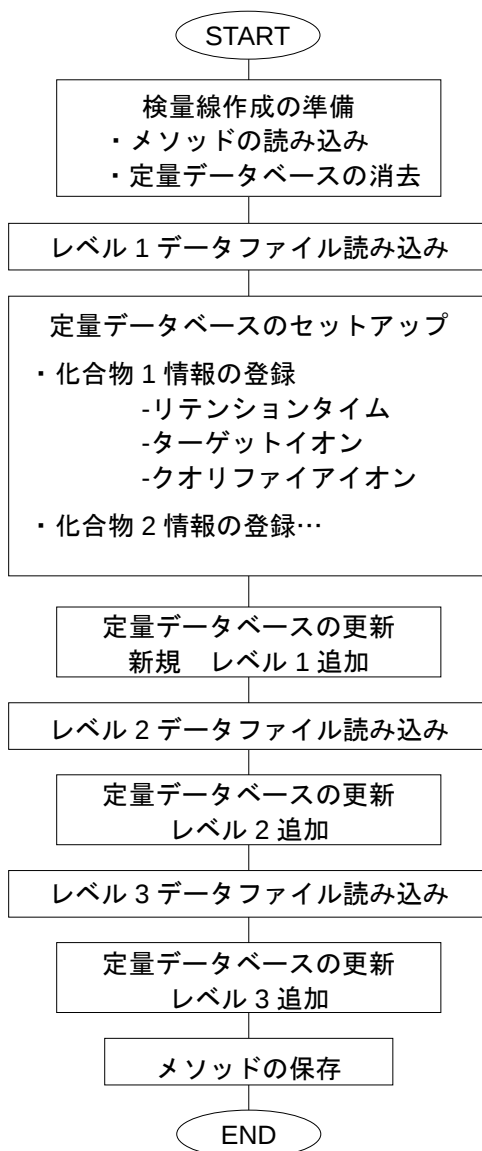
第9章 定量データベース （検量線）の作成

9章-1 検量線作成の準備	9-3
9章-2 定量データベースの作成	9-6
9章-3 定量データベースに2点目、3点目を 登録する（レベルの追加）	9-17
9章-4 定量データベースの確認	9-21
9章-5 定量データベースの保存	9-24
9章-6 内部標準法の定量データベース作成方法	9-25
9章-7 拡張データ解析画面の終了	9-43

第9章 定量データベース（検量線）の作成

<定量データベース（検量線）の作成>

本章では、定量データベース（検量線）の作成方法について説明しています。



本章には、下記についての説明も含まれています。

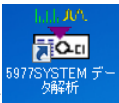
- ・ 内部標準を使用した検量線の作成方法

本章では、前章で取得した標準試料の測定結果を用いて、定量に使用する検量線を作成します。検量線情報はすべてメソッドの「定量データベース」に保存されます。

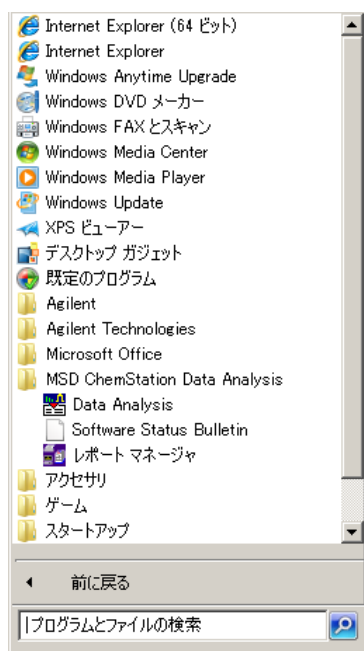
測定したデータに含まれる 3 化合物（ドデカン、ビフェニル、パルミチン酸メチル）のうち、ビフェニルとパルミチン酸メチルの 2 化合物を使って絶対検量線法の定量データベースを作成します。

9章－1 検量線作成の準備

(1) データ解析画面の起動

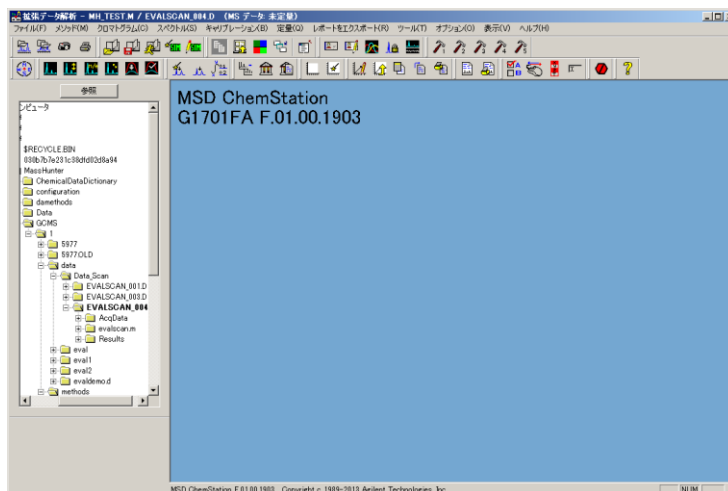
- ① デスクトップ上のアイコン  をダブルクリックして [拡張データ解析] 画面を起動します。

デスクトップ上にアイコンがない場合は、タスクバーの [スタート] ボタンから、[すべてのプログラム] － [MSD ChemStation Data Analysis] － [Data Analysis] を選択してソフトウェアを起動します。



第9章 定量データベース（検量線）の作成

- ② データ解析の初期画面が表示されます。表示設定により、画面の構成が下記のスクリーンと異なる場合があります。

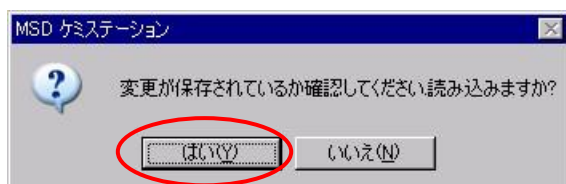


(2) メソッドの読み込み

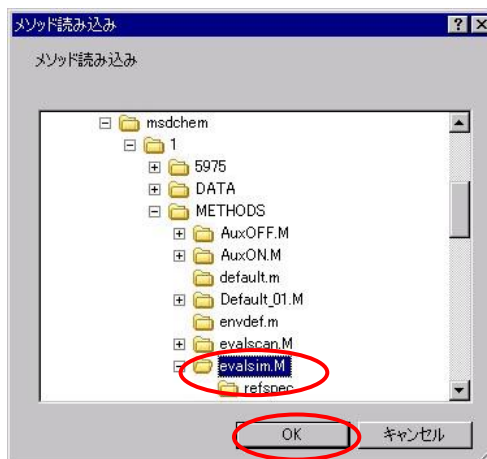


- ① (メソッド読み込みアイコン) をクリックします。メニューからの場合は [メソッド] - [メソッド読み込み] をクリックします。

- ② 確認メッセージが表示されたら をクリックします。



- ③ evalsim.M を選択し、
OK をクリックしま



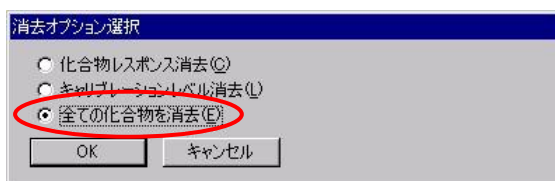
す。

(3) 検量線の消去

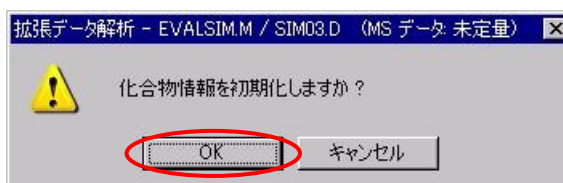
- ① [キャリブレーション] メニューの [消去] をクリックして [消去オプション
選択] ダイアログボックスを開きます。



- ② [全ての化合物を消去] を
選択して OK をクリ
ックします。



- ③ 化合物初期化の確認メッ
セージが表示されるので
OK をクリックしま
す。



第9章 定量データベース（検量線）の作成

9章-2 定量データベースの作成

定量データベース条件

#	化合物 1	化合物 2
名前	ビフェニル	パルミチン酸メチル
リテンションタイム	約 4.5min	約 6.3min
ターゲットイオン	m/z 154	m/z 270
クオリファイアイオン	m/z 153	m/z 87

検量線のレベルと化合物濃度

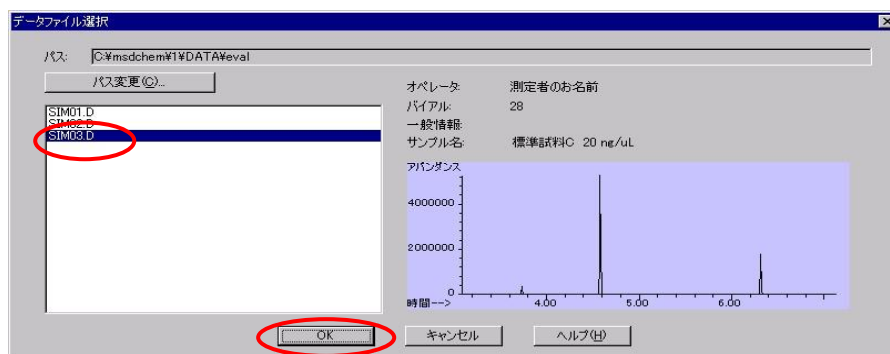
レベル 1	標準試料 C 20 ng/uL
レベル 2	標準試料 B 10 ng/uL
レベル 3	標準試料 A 5 ng/uL

定量データベースへ登録するレベルの順序は任意です。また、レベル（レベル ID）は高濃度順、または低濃度順のどちらでも指定可能です。
ただし、ピークが正しく認識されて定量データベースの作成がスムーズに行われるよう、検量線を初めて作成する場合には、最も高濃度のサンプルから実施することを推奨しています。

(1) データファイルの読み込み

最も高い濃度の標準試料データファイル（標準試料 C 20ng/uL）を読み込みます。

- ① （データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合には [ファイル] - [データファイル読み込み] をクリックします。
- ② パスを eval フォルダに変更し、データファイル SIM03.D を選択します。



- ③  をクリックしてデータを読み込みます。



- ④ (定量のセットアップアイコン) をクリックします。メニューの場合には [キャリブレーション] - [定量データベース設定] をクリックし、[定量データベースグローバル] ダイアログボックスを開きます。

(2) [定量データベースグローバル] ダイアログボックスの設定

このダイアログボックスでは検量線全般に関する設定を実施します。

- ① [タイトル] 欄に定量データベースの名前を入力します。例では [GC/MS デモ用混合標準液の定量結果] と入力しています。

- ② [積分パラメータファイル] が空欄の場合は、自動積分が適用されます。ピーク強度が小さい場合など、必要に応じて積分パラメータを設定します。積分パラメータの設定は 6 章 - 3 を参照してください。
- ③ [濃度単位] に [ng/uL] を入力します。

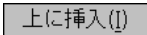
第9章 定量データベース（検量線）の作成

④ [RTEINT 使用] のチェックを外します。

⑤  をクリックします。

(3) 化合物の編集の開始

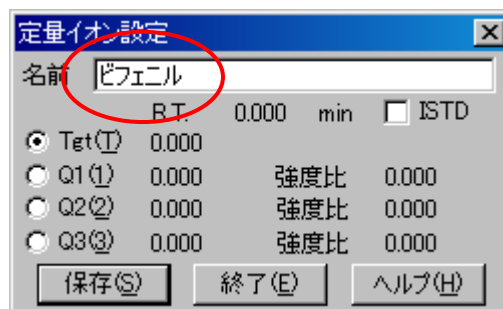


 をクリックします。

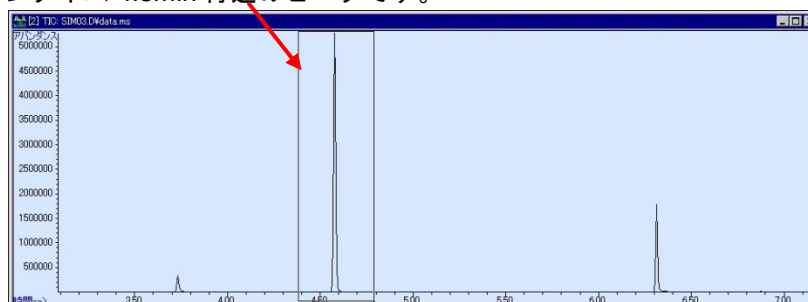
(4) 化合物情報（ビフェニル）の登録

〔定量イオン設定〕ダイアログボックスが表示されます。

- ① 1 番目の化合物名〔ビフェニル〕を入力します。

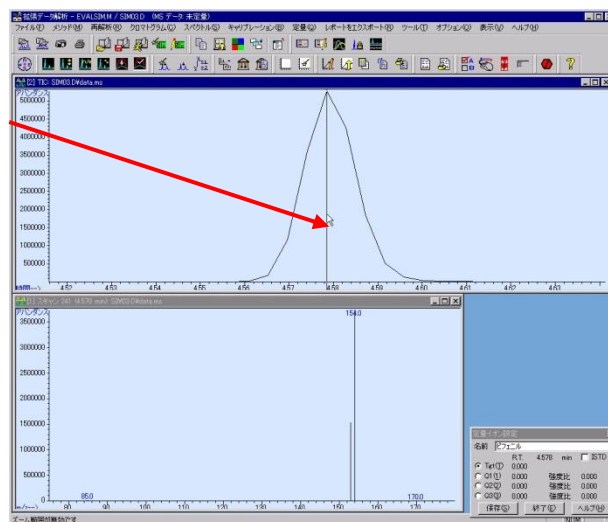


- ② TIC で登録するピークをズームインします。ビフェニルは2 本目、リテンションタイム 4.5min 付近のピークです。



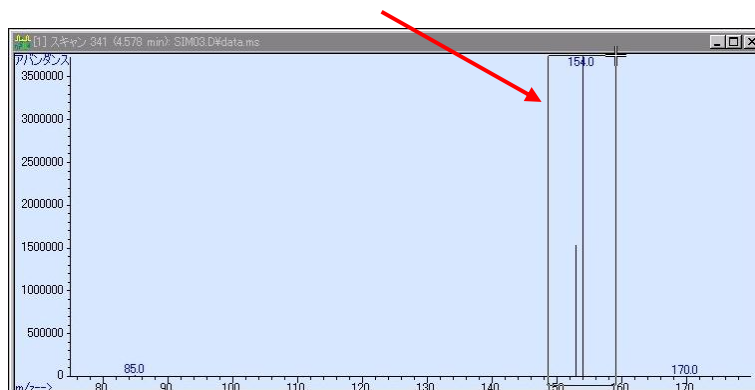
- ③ ピークの頂点でスペクトルを取り出します（右ダブルクリック）。

〔定量イオン設定〕ダイアログボックスの[R.T.]にリテンションタイムが入力されます。



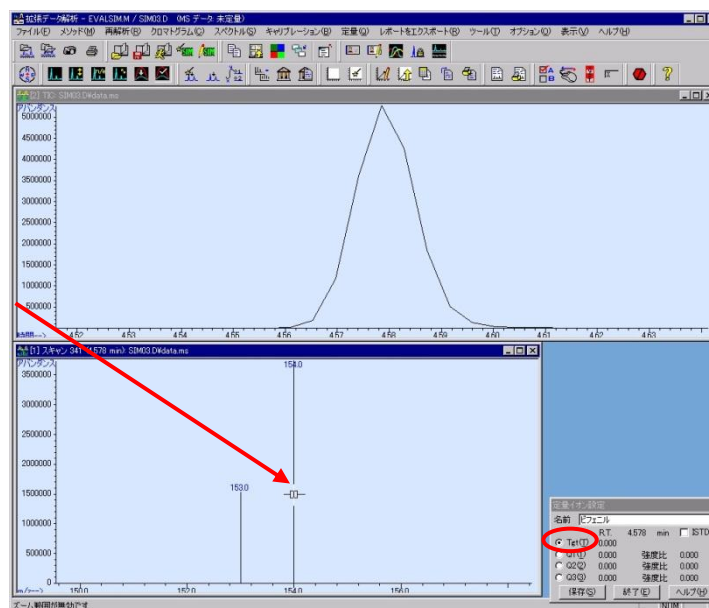
第9章 定量データベース（検量線）の作成

- ④ SIM 取込イオンが接近している場合には、スペクトル画面をズームインします。



- ⑤ [定量イオン設定] ダイアログボックスで [Tgt] を選択します。

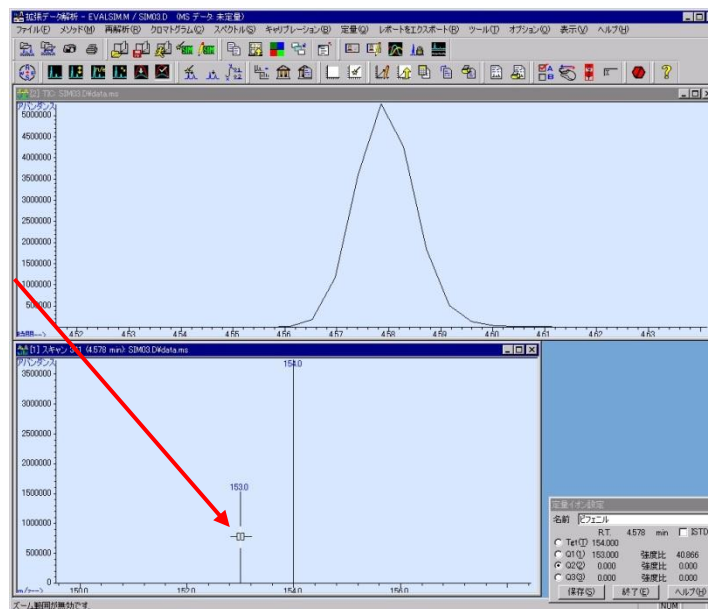
- ⑥ ビフェニルのターゲットイオン $m/z154$ にカーソルを合わせ、マウスの左右のボタンを同時に1回クリックします。



この操作で [定量イオン設定] ダイアログボックスの [Tgt] にイオンが登録されます。

第9章 定量データベース（検量線）の作成

- ⑦ 同様にビフェニルのクオリファイアイオン $m/z153$ にカーソルを合わせ、マウスの左右のボタンを同時に1回クリックします。



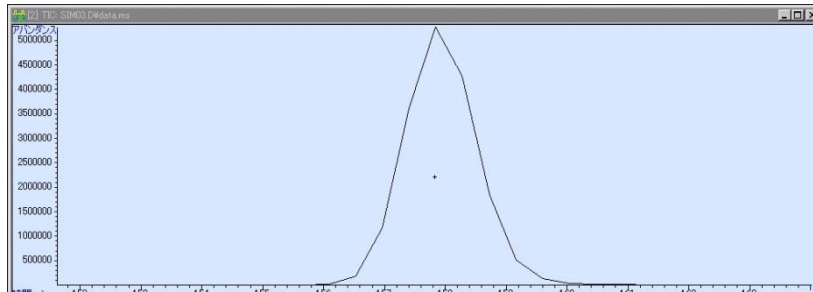
この操作で「定量イオン設定」ダイアログボックスの「Q1」にイオンが登録されます。

- ⑧ 「定量イオン設定」ダイアログボックスの「保存(S)」をクリックします。



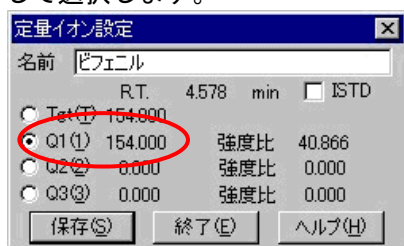
第9章 定量データベース（検量線）の作成

定量データベースに登録されたピークの TIC 上には [+] マークが付きます。



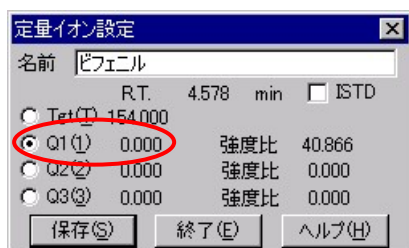
(5) ターゲットイオン (Tgt) やクオリファイアイオン (Q1~Q3) の訂正方法

- ① [定量イオン設定] ダイアログボックスで、間違えて登録した項目をクリックして選択します。



- ② スペクトル上のイオンのない場所で、左右のボタンを同時に1回クリックします。

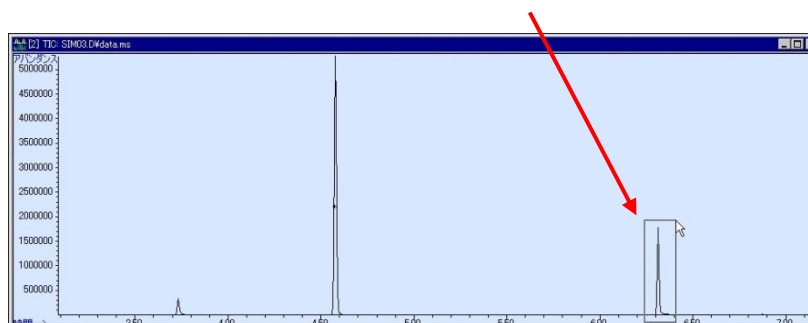
- ③ イオンの表示に 0 が入力されて登録が削除されます。



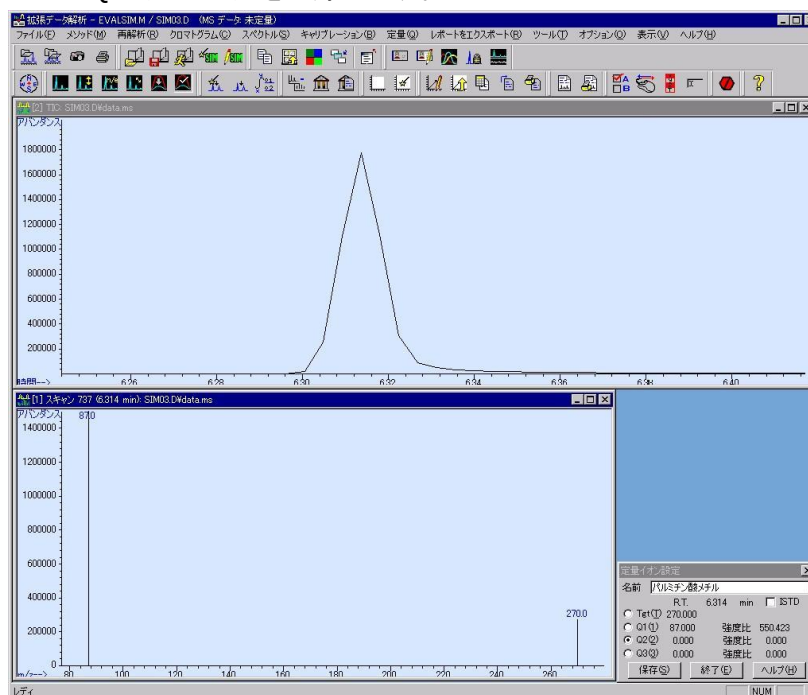
- ④ 必要に応じて正しいイオンを登録します。

(6) 化合物情報（パルミチン酸メチル）の登録

- ① TIC をズームアウト（左ダブルクリック）します。さらに次に登録するピークをズームインします。パルミチン酸メチルは 3 本目、リテンションタイム 6.3min 付近のピークです。



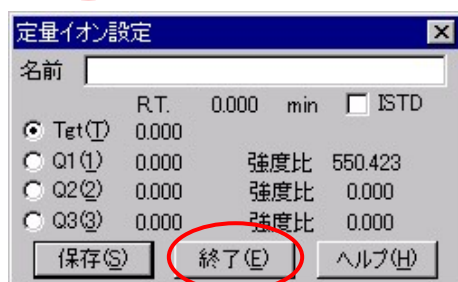
- ② ビフェニルの登録と同様にして名前（パルミチン酸メチル）、R.T、Tgt (m/z 270)、および Q1 (m/z 87) を登録します。



第9章 定量データベース（検量線）の作成

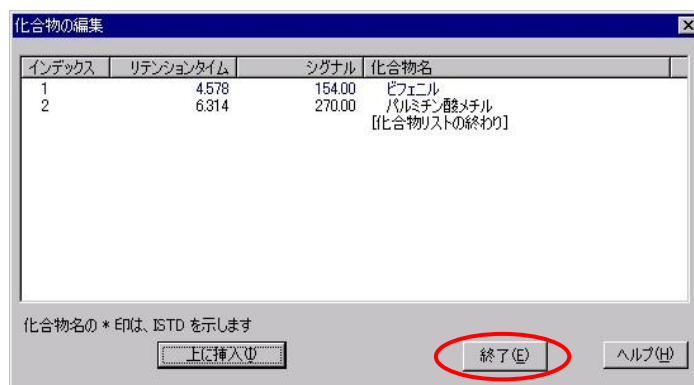


③ 設定が終了したら[定量イオン設定]ダイアログボックスの「保存(S)」をクリックします。

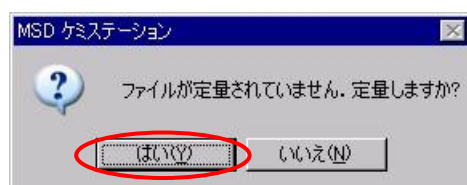


④ [定量イオン設定]ダイアログボックスがクリアされたら「終了(E)」をクリックします。

⑤ 化合物の編集画面に戻るので、「終了(E)」をクリックします。



⑥ 定量の確認メッセージが表示されるので「はい(Y)」をクリックします。



(7) 定量データベースの更新

① [レベル追加]
を選択します。

② [化合物濃度]
に 20 を入力し
ます。

③ [レベル ID] に
1 を入力します。

④ 更新(U) をク
リックします。

1 点目のデータが入力された定量データベースが表示されます。

⑤ [同定] タブの [減算方法] で [最初と最後の平均] を選択します。

⑥ パルミチン酸メチルの [同定] タブでも同様に [最初と最後の平均] を選択します。

注意

減算方法のデフォルトはお使いのバージョンにより「拡張面積定量」になっている場合があります。減算方法で「拡張面積定量」を選択した場合、クオリファイアイオンの積分方法が変わり、クオリファイアの比率が範囲外になる場合があります。このような現象を避けるために各クオリファイアイオンに対して積分条件を設定する必要がある場合があります。

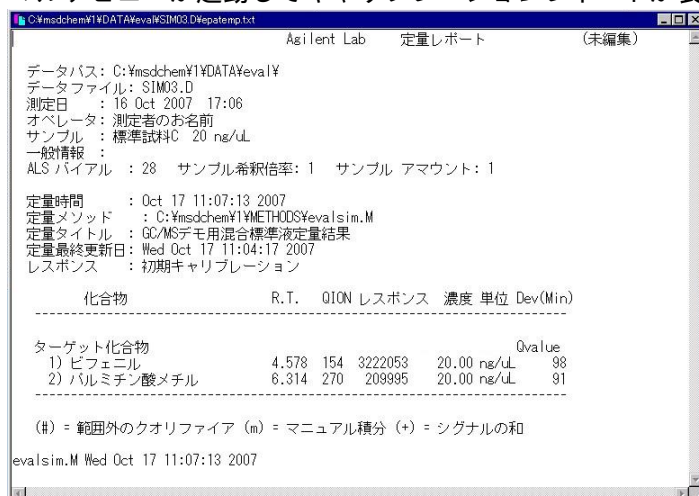
減算方法で「最初と最後の平均」を選択すると、このような現象を避けることができます。

⑦  をクリックします。

⑧ 確認メッセージが表示されるので  をクリックします。



⑨ マルチビューが起動してキャリブレーションレポートが表示されます。

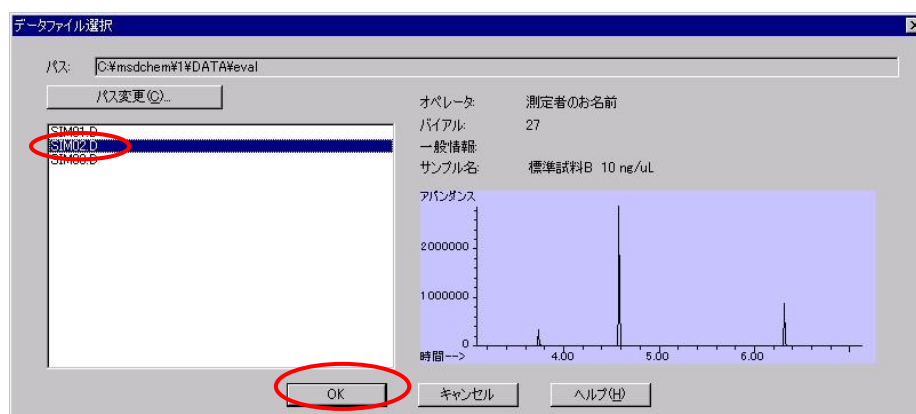


9章-3 定量データベースに 2 点目、3 点目を登録する（レベルの追加）

定量データベースの検量線に 2 点目、3 点目の濃度レベルを登録します。

(1) 2 点目データファイル（標準試料 B 10ng/uL）の読み込み

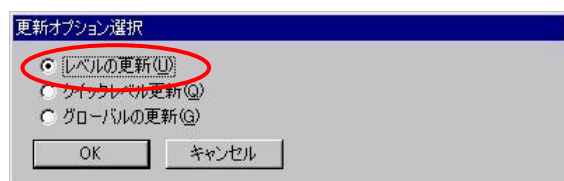
- ① （データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューからは [ファイル] - [データファイル読み込み] をクリックします。
- ② データファイル SIM02.D を選択します。



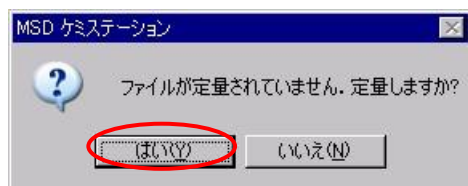
- ③  をクリックしてデータを読み込みます。

(2) 定量データベースの更新（2 点目）

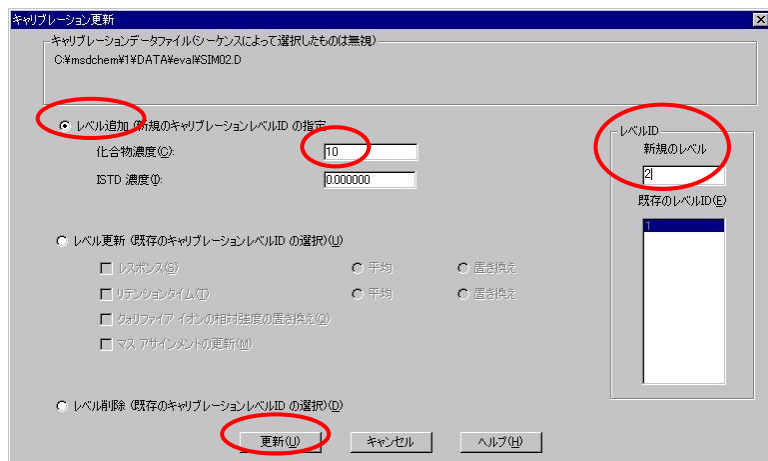
- ① （キャリブレーションの更新アイコン）をクリックします。メニューの場合は [キャリブレーション] - [更新] をクリックします。[更新オプション選択] ダイアログボックスが開きます。
- ② レベルの更新を選択して  をクリックします。



第9章 定量データベース（検量線）の作成



③ **はい(Y)** をクリックします。



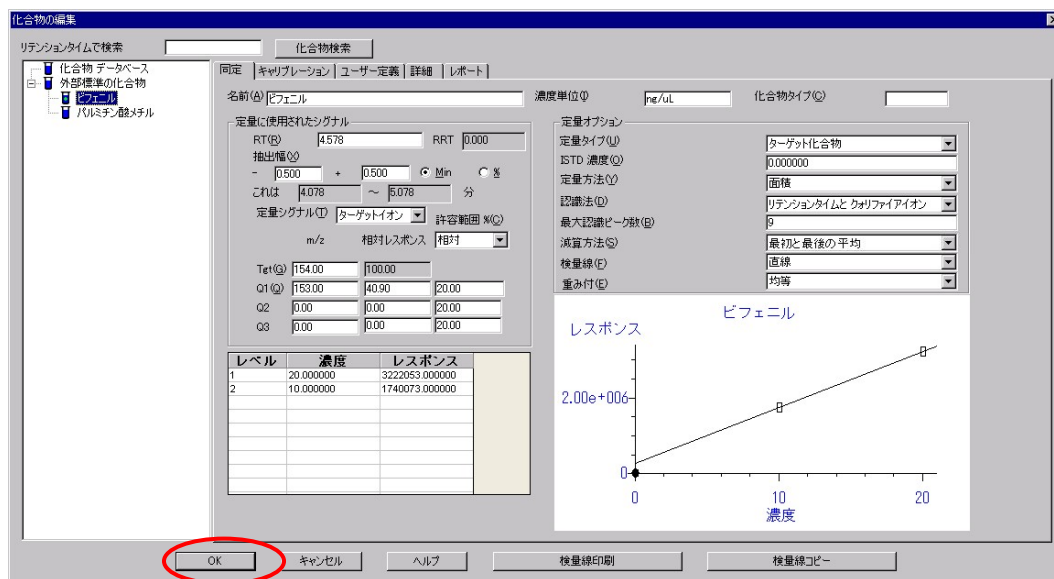
④ [レベル追加] を選択します。

⑤ [化合物濃度] に 10 を入力します。

⑥ [レベル ID] に 2 を入力します。

⑦ **更新(U)** をクリックします。

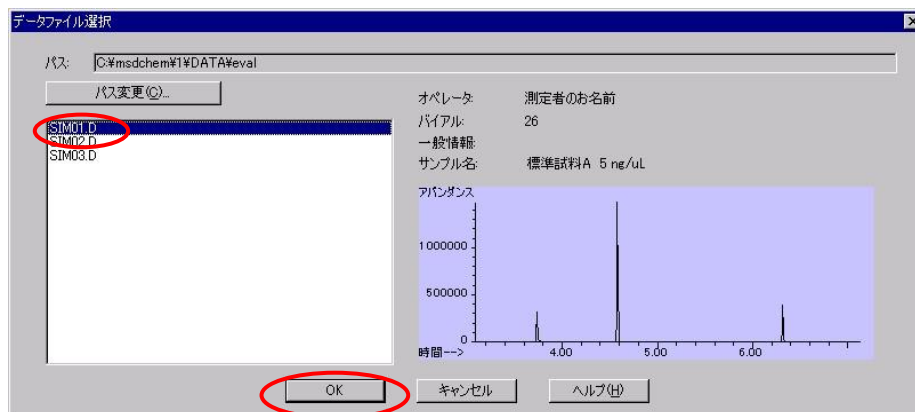
2 点目のデータが追加された定量データベースが表示されます。



⑧ **OK** をクリックします。

(3) 3 点目データファイル（標準試料 A 5ng/uL）の読み込み

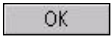
- ① （データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューの場合は [ファイル] - [データファイル読み込み] をクリックします。
- ② データファイル SIM01.D を選択します。

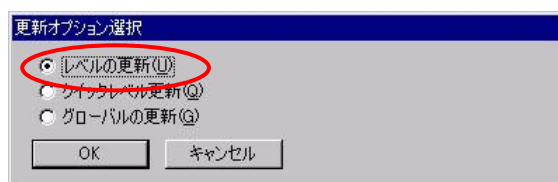


- ③  をクリックしてデータを読み込みます。

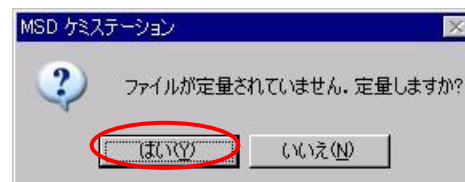
(4) 定量データベースの更新（3 点目）

- ① （キャリブレーションの更新アイコン）をクリックします。メニューの場合は [キャリブレーション] - [更新] をクリックします。[更新オプション選択] ダイアログボックスが開きます。

- ② レベルの更新を選択して  をクリックします。



- ③  をクリックします。



第9章 定量データベース（検量線）の作成

キャリブレーション更新

キャリブレーションデータファイル(シーケンスによって選択したものは無視)
C:\msdchem\1#DATA\eval\SIM01.D

☒ レベル追加 (新しいキャリブレーションレベルIDの指定)

化合物濃度 (C): 5

ISTD 濃度 (D): 10.000000

☐ レベル更新 (既存のキャリブレーションレベルIDの選択 (U))

☐ レスポンス (D) ☐ 平均 ☐ 置き換え

☐ リテンションタイム (D) ☐ 平均 ☐ 置き換え

☐ クロマトグラフィーイオンの相対強度の置き換え (D)

☐ マス アサインメントの更新 (U)

☐ レベル削除 (既存のキャリブレーションレベルIDの選択 (U))

更新 (U) キャンセル ヘルプ (H)

レベルID

新規のレベル: 3

既存のレベルID (E):

④ [レベル追加] を選択します。

⑤ [化合物濃度] に 5 を入力します。

⑥ [レベル ID] に 3 を入力します。

⑦ 更新 (U) をクリックします。

3 点目のデータが追加された定量データベースが表示されます。

化合物の編集

リテンションタイムで検索 化合物検索

同定 | キャリブレーション | ユーザー定義 | 詳細 | レポート

名前 (A): ビフェニル 濃度単位 (U): mg/μL 化合物タイプ (C):

定量に使用されたシグナル

RT (D): 4.578 RRT

抽出幅 (D): - 0.500 + 0.500 Min %

これは 4.078 ~ 5.078 分

定量シグナル (D): ターゲットイオン 許容範囲 (R) (D):

m/z 相対レスポンス 相対

Tet (D): 154.00 100.00

Q1 (D): 153.00 40.90 20.00

Q2 0.00 0.00 20.00

Q3 0.00 0.00 20.00

レベル	濃度	レスポンス
1	20.000000	3222053.000000
2	10.000000	1740073.000000
3	5.000000	891196.000000

定量オプション

定量タイプ (U): ターゲット化合物

ISTD 濃度 (D): 0.000000

定量方法 (U): 面積

認識法 (D): リテンションタイムとクロマトグラフィーイオン

最大認識ピーク数 (D): 9

減算方法 (D): 最初と最後の平均

検量線 (C): 直線

重み付け (D): 均等

レスポンス

濃度

OK キャンセル ヘルプ 検量線印刷 検量線コピー

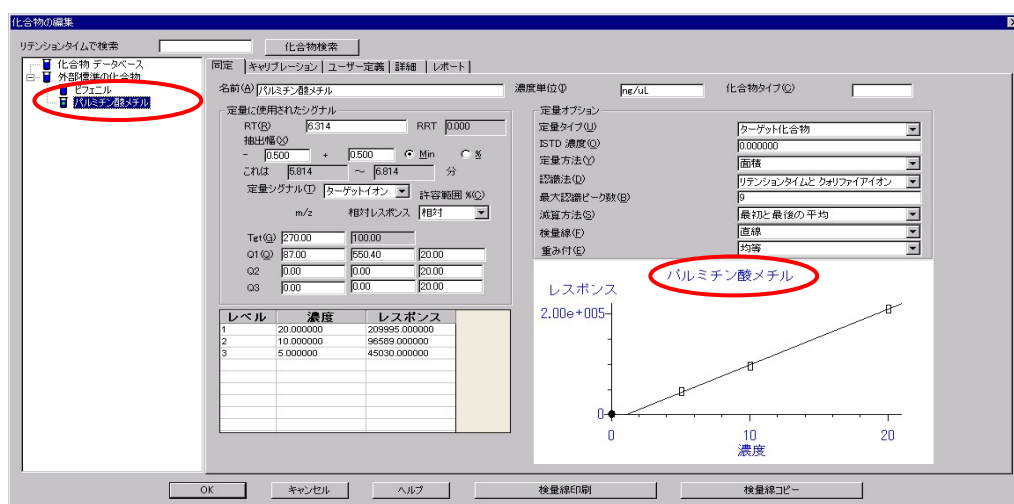
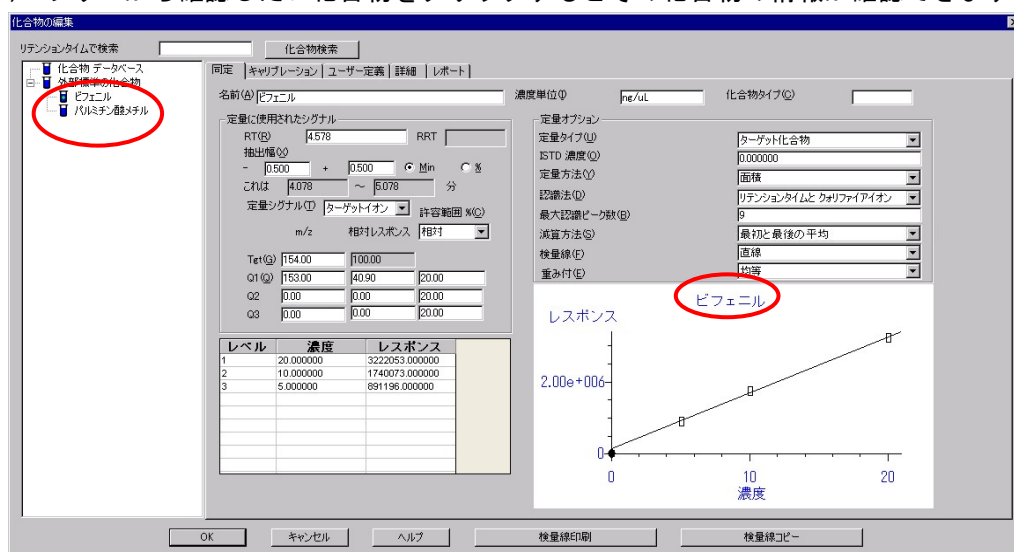
⑧ OK をクリックします。

9章-4 定量データベースの確認

定量データベースの内容を確認します。



- (1) (化合物の編集アイコン) をクリックします。メニューの場合には「キャリブレーション」－「化合物編集」をクリックします。「化合物の編集」ダイアログボックスが開きます。
- (2) ツリーから確認したい化合物をクリックするとその化合物の情報が確認できます。



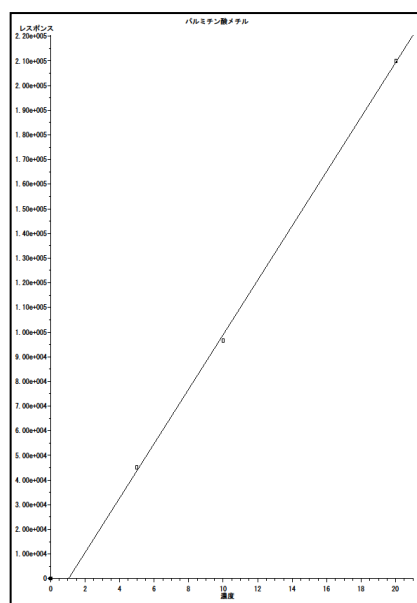
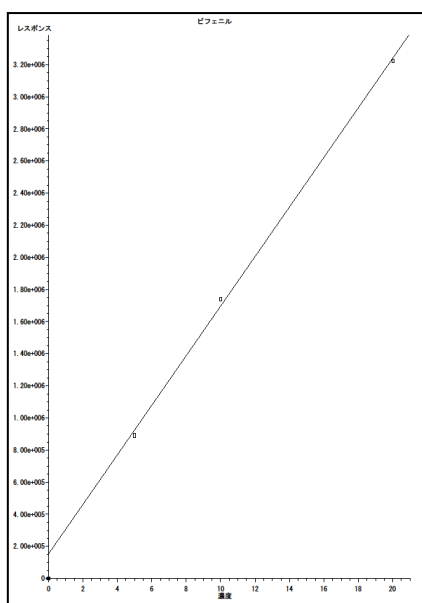
第9章 定量データベース（検量線）の作成

(3) 検量線の印刷

検量線印刷

をクリックすると検量線を印刷することができます。

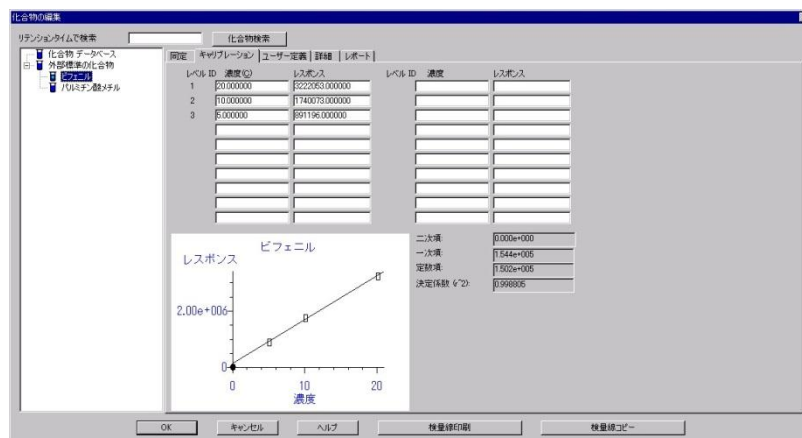
<検量線の印刷例>



(4) その他のタブ

① [キャリブレーション] タブ

濃度、レスポンス、検量線方程式の定数項が表示されます。



② 「詳細」 タブ

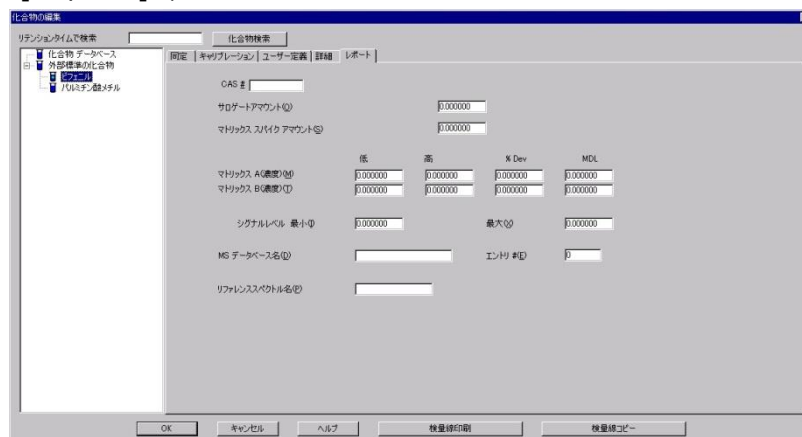
面積補正マス、補正ファクター、および積分パラメータファイルが表示されます。[加算] チェックボックスを選択すると、定量時にそのクオリファイアイオンのレスポンスをターゲットイオンのレスポンスに追加することができます。



注意

クオリファイアイオンのレスポンスを追加して定量させる場合には、[同定] タブの[減算方法] で[拡張面積定量] を選択しておく必要があります。

③ 「レポート」 タブ

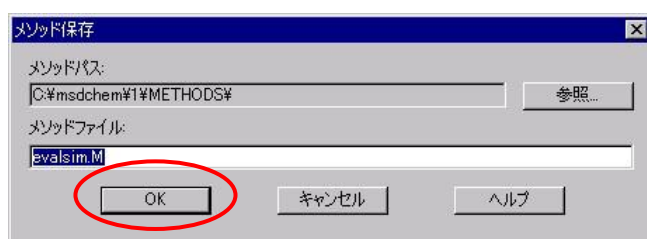


第9章 定量データベース（検量線）の作成

9章-5 定量データベースの保存

定量データベースの内容は、メソッドファイルに保存されます。

- (1) （メソッド保存アイコン）をクリックします。メニューから選択する場合は
[メソッド] – [メソッド保存] をクリックします。
- (2) メソッド名を確認し、 をクリックします。



9章-6 内部標準法の定量データベース作成方法

この項目では下記の化合物情報を定量データベースに登録し、内部標準法の検量線を作成する方法について説明しています。

定量データベース条件

#	内部標準 (IS)	化合物 1	化合物 2
名前	ドデカン	ビフェニル	パルミチン酸メチル
リテンションタイム	約 3.7min	約 4.5min	約 6.3min
ターゲットイオン	m/z 170	m/z 154	m/z 270
クオリファイアイオン	m/z 85	m/z 153	m/z 87

検量線のレベルと濃度

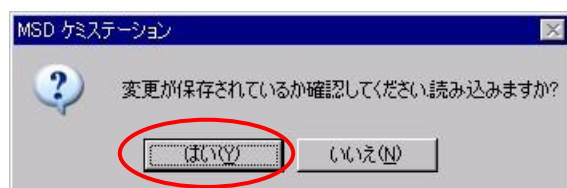
	データファイル名	内部標準 (IS) 濃度	IS 以外の化合物濃度
レベル 1	SIM01.D	10 ng/uL	20 ng/uL
レベル 2	SIM02.D	10 ng/uL	10 ng/uL
レベル 3	SIM03.D	10 ng/uL	5 ng/uL

(1) メソッドの読み込みと保存



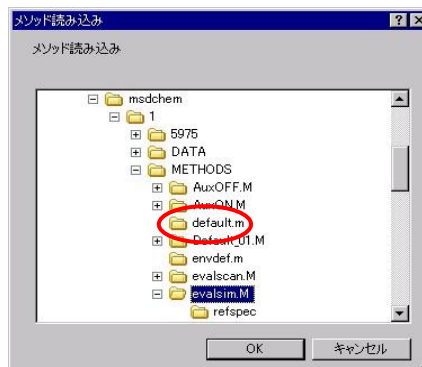
- ① (メソッド読み込みアイコン) をクリックします。メニューからの場合は [メソッド] - [メソッド読み込み] をクリックします。

- ② 確認メッセージが表示されたら をクリックします。



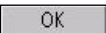
第9章 定量データベース（検量線）の作成

- ③ default.M を選択し、 をクリックします。



をクリック

- ④  （メソッド保存アイコン）をクリックします。メニューから選択する場合は [メソッド] - [メソッド保存] をクリックします。

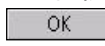
- ⑤ メソッドファイルに適宜名前を入力し（例では [evalsimIS] ） をクリックします。

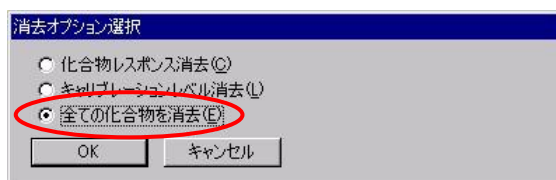


(2) 検量線の消去

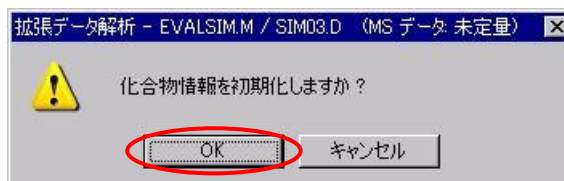
- ① [キャリブレーション] メニューの [消去] をクリックして [消去オプション選択] ダイアログボックスを開きます。



- ② 「全ての化合物を消去」を選択して  をクリックします。



- ③ 化合物初期化の確認メッセージが表示されるので  をクリックします。

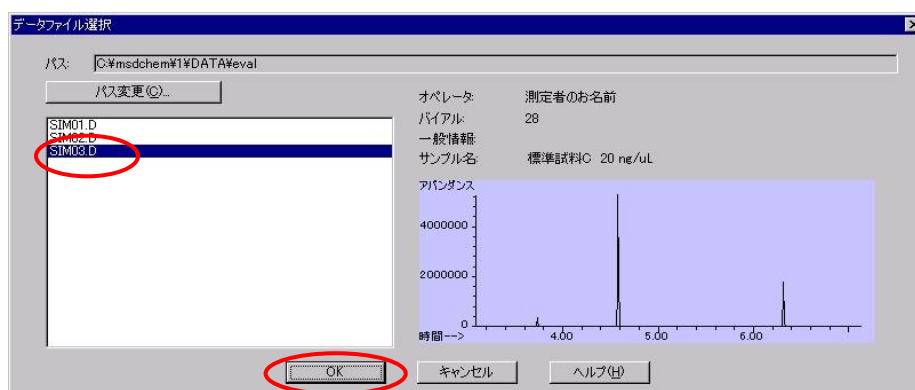


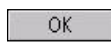
(3) データファイルの読み込み

最も高い濃度の標準試料データファイル（標準試料 C 20ng/uL）を読み込みます。



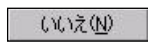
- ① （データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合には「ファイル」－「データファイル読み込み」をクリックします。
- ② パスを eval フォルダに変更し、データファイル SIM03.D を選択します。

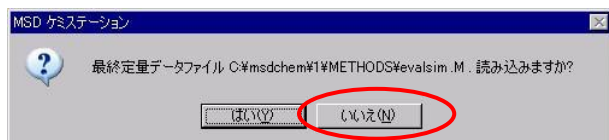


- ③  をクリックしてデータを読み込みます。

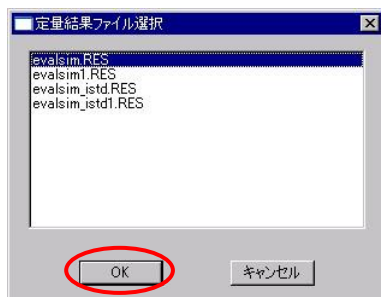
第9章 定量データベース（検量線）の作成

- ④ 読み込んだデータファイルが別のメソッドを使用して定量されたことがある場合、そのメソッドを読み込むかどうか確認のメッセージが表示されます。

 をクリックします。



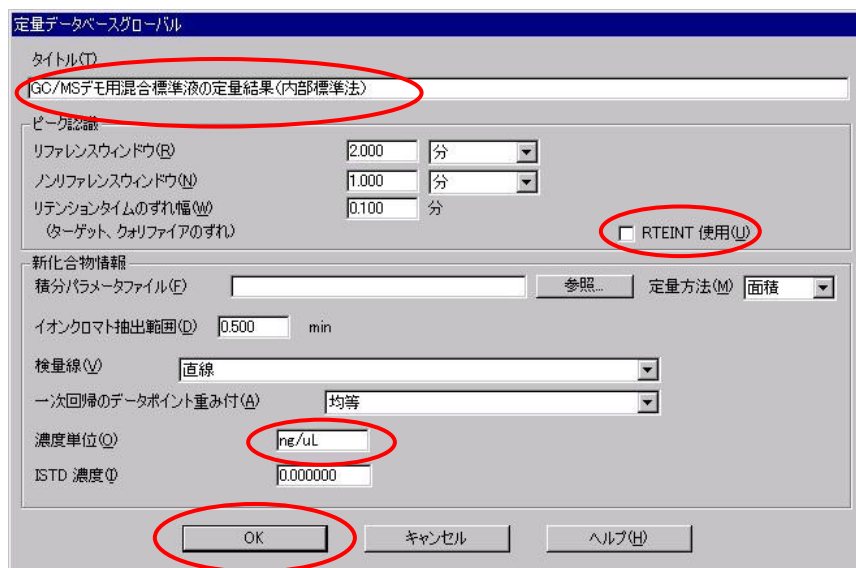
- ⑤ 同様に定量結果が複数存在する場合、どの結果を読み込ませるか選択します。今回はどの結果を選択してもかまいません。デフォルトの状態で  をクリックします。

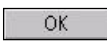


- (4) （定量のセットアップアイコン）をクリックします。メニューの場合には［キャリブレーション］－［定量データベース設定］をクリックし、［定量データベースグローバル］ダイアログボックスを開きます。

［定量データベースグローバル］ダイアログボックスでは検量線全般に関する設定を実施します。

- ① 〔タイトル〕欄に定量データベースの名前を入力します。例では［GC/MS デモ用混合標準液の定量結果（内部標準法）］と入力しています。

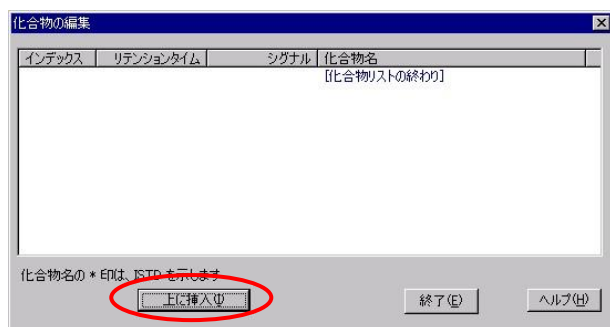


- ② 〔濃度単位〕に［ng/uL］を入力します。
- ③ 〔RTEINT 使用〕のチェックを外します。
- ④  をクリックします。

第9章 定量データベース（検量線）の作成

(5) 化合物の編集の開始

上に挿入(I)をクリックします。



注意

ここに表示される化合物リストで [*] 印が付いているものは内部標準物質（ISTD）を示します。また、[*] 印の化合物の下にリストされる化合物がその ISTD を使用して定量されます。

(6) 内部標準物質の登録

化合物は登録順に化合物リストに追加されます。定量するピークを登録する前に、まず内部標準物質を定量データベースに登録します。

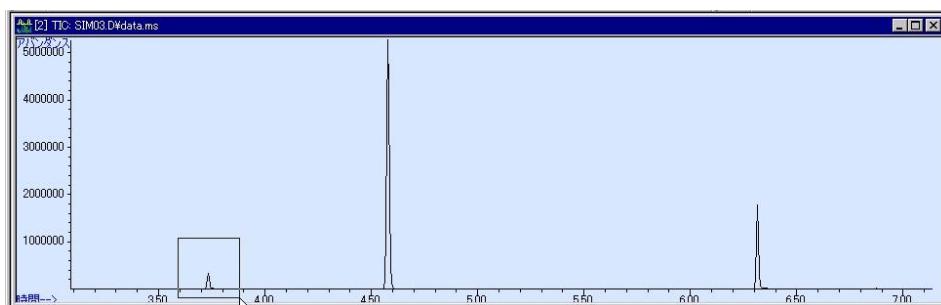
- ① 定量イオン設定ダイアログボックスに化合物名 [ドデカン] を入力します。

- ② [ISTD] にチェックを入れます。



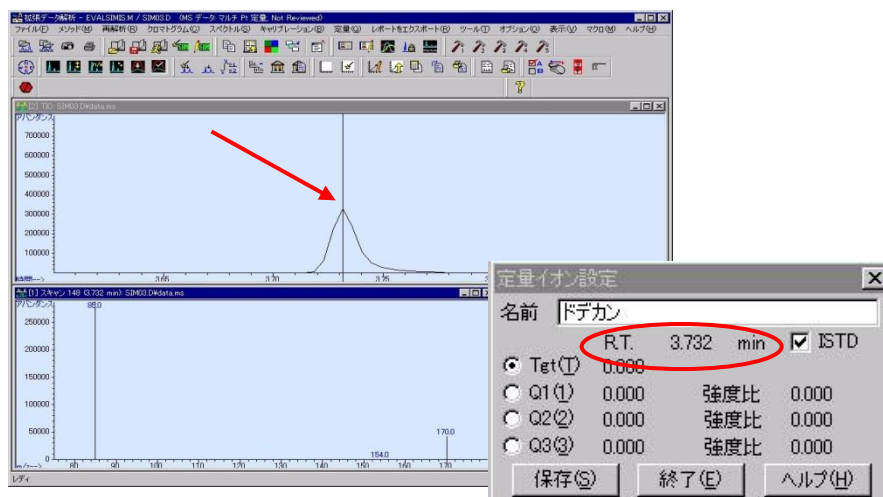
第9章 定量データベース（検量線）の作成

TIC でピークをズームインします。内部標準物質のドデカンは1本目、リテンションタイム 3.7min 付近のピークです。



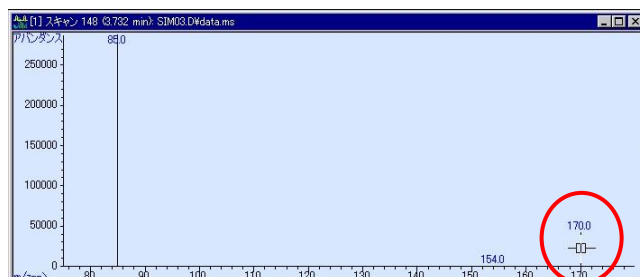
③ ピークの頂点でスペクトルを取り出します（右ダブルクリック）。

「定量イオン設定」ダイアログボックスの「R.T.」にリテンションタイムが入力されます。



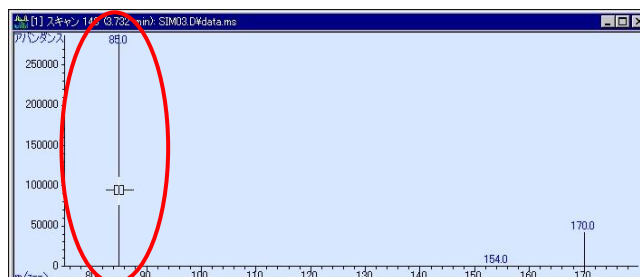
第9章 定量データベース（検量線）の作成

- ④ [定量イオン設定] ダイアログボックスで [Tgt] が選択されていることを確認します。ドデカンのターゲットイオン m/z 170 にカーソルを合わせ、マウスの左右のボタンを同時に1回クリックします。



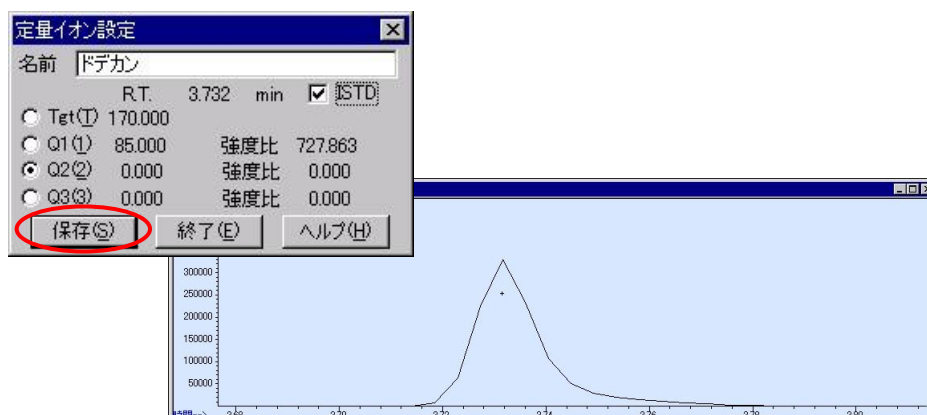
この操作で [定量イオン設定] ダイアログボックスの [Tgt] にイオン m/z 170 が登録されます。

- ⑤ 同様にしてビフェニルのクオリファイアイオン m/z 85 にカーソルを合わせ、マウスの左右のボタンを同時に1回クリックします。



この操作で [定量イオン設定] ダイアログボックスの [Q1] にイオン m/z 85 が登録されます。

- ⑥ [定量イオン設定] ダイアログボックスの [保存(S)] をクリックします。



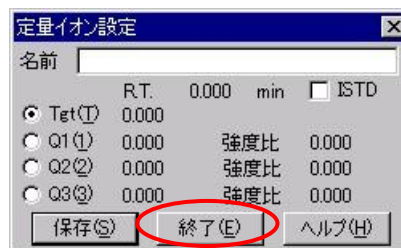
定量データベースに登録されたドデカンのピークには[+]マークが付きます。

(7) ビフェニルおよびパルミチン酸メチルの登録

ページ 9-9 から 9-14 を参照してビフェニル、およびパルミチン酸メチルを定量データベースに登録します。

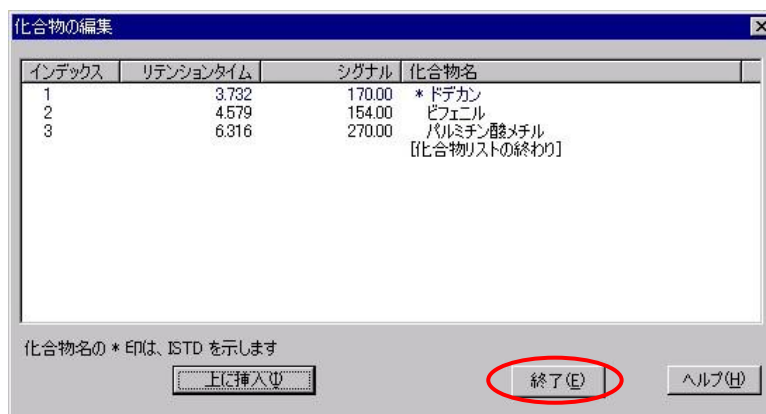


(8) [定量イオン設定] ダイアログボックスがクリアされたら **終了(E)** をクリックします。



(9) 化合物の編集の終了

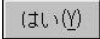
- ① 化合物の編集画面に戻るので、再度 **終了(E)** をクリックします。

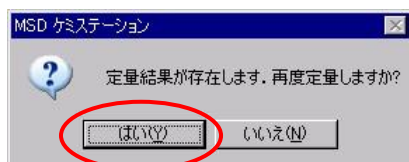


注意

ここに表示される化合物リストで [*] 印が付いているものが内部標準物質（ISTD）です。[*] 印の下にリストされているピークのみが、その ISTD を使用して定量されます。内部標準物質より前に登録された化合物は、外部標準物質として定量計算されます。

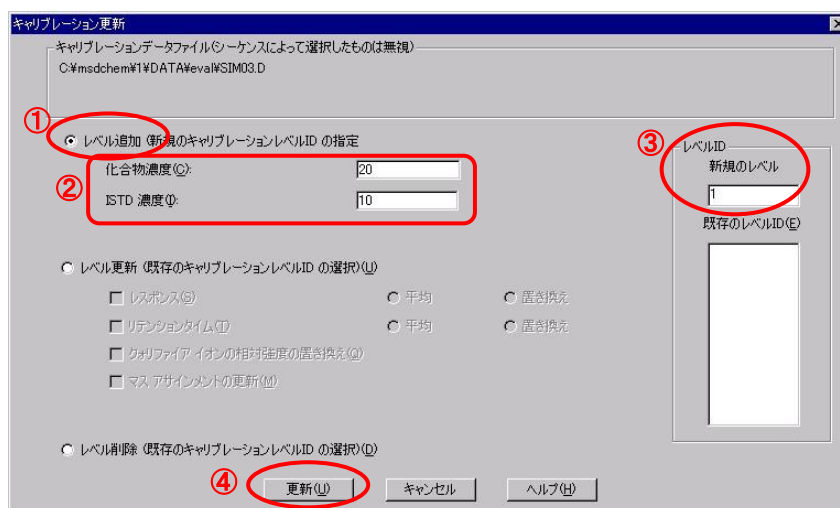
第9章 定量データベース（検量線）の作成

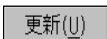
- ② 定量の確認メッセージが表示されるので  をクリックします。



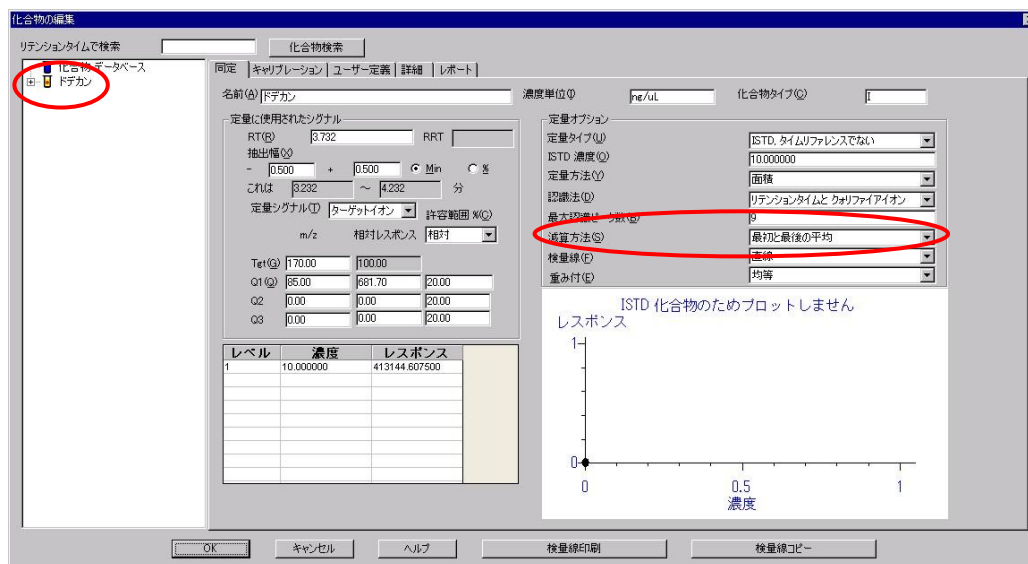
(10) 定量データベースの更新

- ① [レベル追加] を選択します。
- ② [化合物濃度] に 20、[ISTD 濃度] に 10 を入力します。
- ③ [レベル ID] に 1 を入力します。

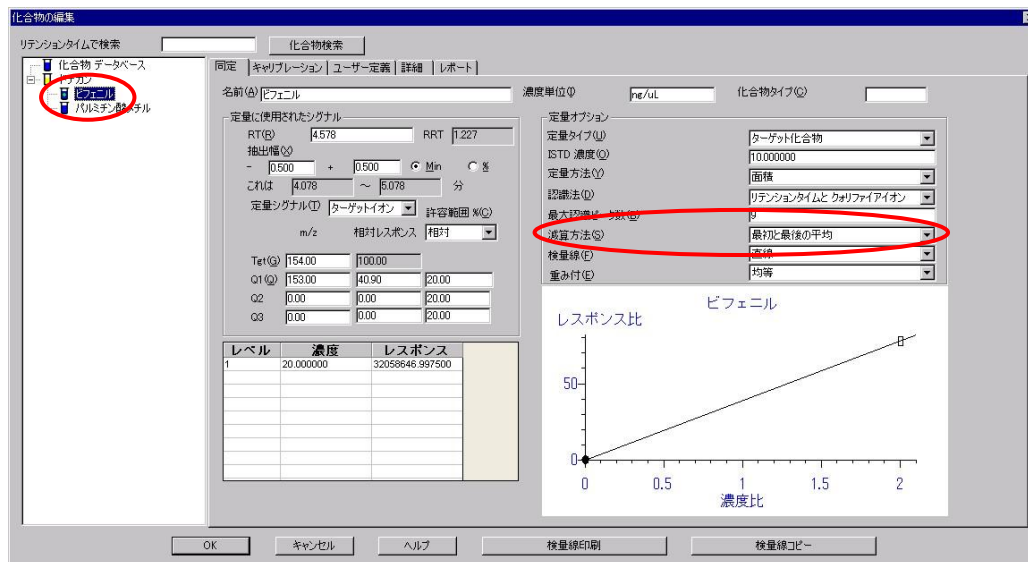


- ④  をクリックします。

1 点目のデータが入力された定量データベースが表示されます。

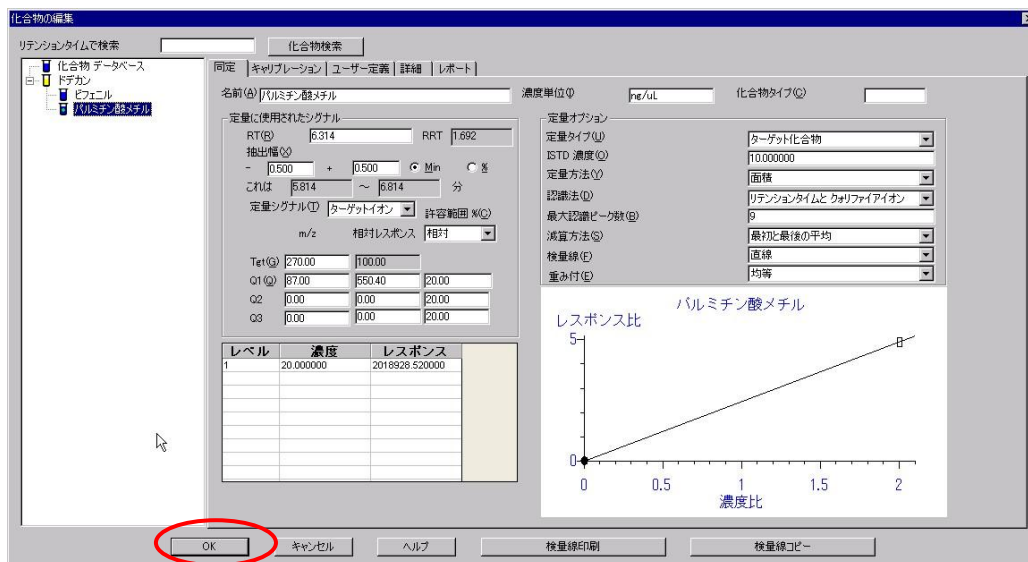


- ⑤ 「同定」タブの「減算方法」で「最初と最後の平均」を選択します。
- ⑥ 左側に表示されているドデカンの「+」をクリックしてドデカンを実験標準化合物とするその他のピークを表示させます。



- ⑦ ビフェニルの「同定」タブの「減算方法」でも「最初と最後の平均」を選択します。

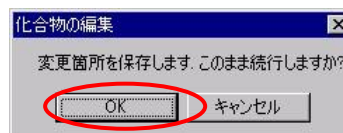
第9章 定量データベース（検量線）の作成



- ⑧ 同様にしてパルミチン酸メチルの「[同定]」タブの「[減算方法]」でも「最初と最後の平均」を選択します。

- ⑨ をクリックします。

- ⑩ 確認メッセージが表示されるので をクリックします。



- ⑪ マルチビューが起動してキャリブレーションレポートが表示されます。

Agilent Lab 定量レポート (未編集)

データベース: C:\msdchem\1\DATA\Evals\SIM03.D\datastep.txt
 データファイル: SIM03.D
 測定日: 18 Oct 2007 17:06
 オペレータ: 測定者のお名前
 サンプル: 標準試料C 20 ng/μL
 一般情報: ALS バイアル: 28 サンプル希釈倍率: 1

定量時間: Dec 25 15:50:42 2007
 定量メソッド: C:\msdchem\1\METHODS\Evals\sim1s.m
 定量タイトル: GC/MSデモ用混合標準液の定量結果 (内部標準法)
 定量最終更新日: Tue Dec 25 15:47:53 2007
 レスポンス: 初期キャリブレーション

化合物	R.T.	Q10N	レスポンス	濃度	単位	Dev(Min)
内部標準						
1) ドデカン	3.736	170	413145	10.00	ng/μL	# 0.00
ターゲット化合物						Qvalue
2) ビフェニル	4.581	154	32058647	20.00	ng/μL	91
3) パルミチン酸メチル	6.317	270	2018929	20.00	ng/μL	# 32

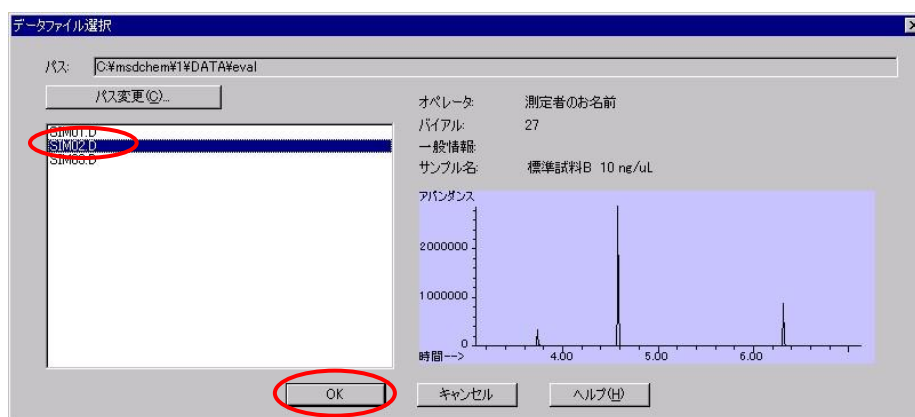
(#) = 範囲外のクオリファイア (m) = マニュアル積分 (+) = シグナルの和

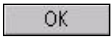
evalsim1s.m Tue Dec 25 15:50:42 2007

(11) 定量データベースに 2 点目を登録する（レベルの追加）

定量データベースの検量線に 2 点目（標準試料 B 10ng/uL）の濃度レベルを登録します。

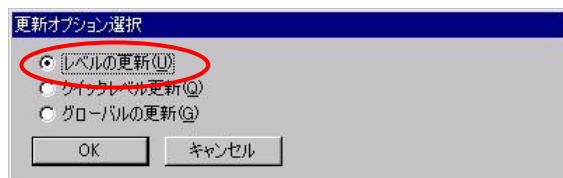
- ① （データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合は［ファイル］－［データファイル読み込み］をクリックします。
- ② データファイル SIM02.D を選択します。



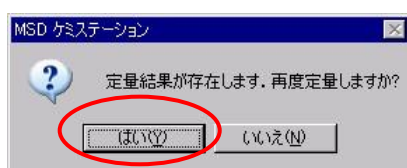
- ③  をクリックしてデータを読み込みます。
- ④ （キャリブレーションの更新アイコン）をクリックします。メニューの場合には［キャリブレーション］－［更新］をクリックします。［更新オプション選択］ダイアログボックスが開きます。

第9章 定量データベース（検量線）の作成

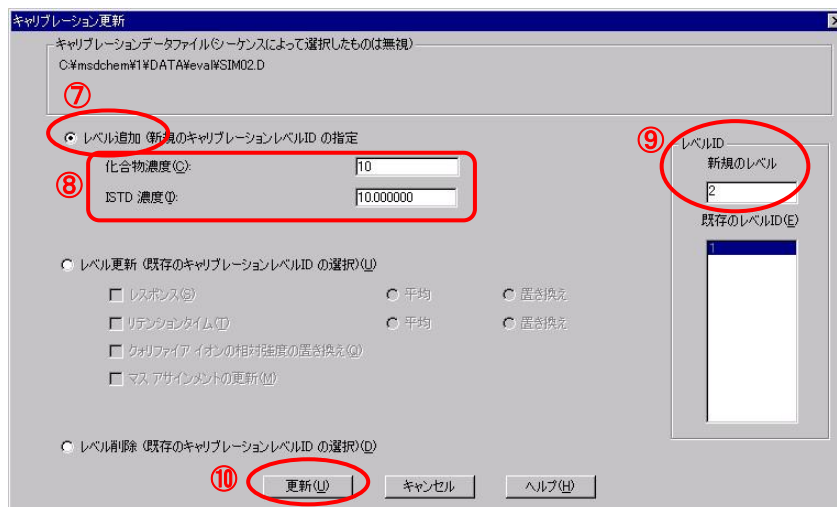
- ⑤ レベルの更新を選択して **OK** をクリックします。



- ⑥ 下記のメッセージが表示された場合には、**はい(Y)** をクリックします。

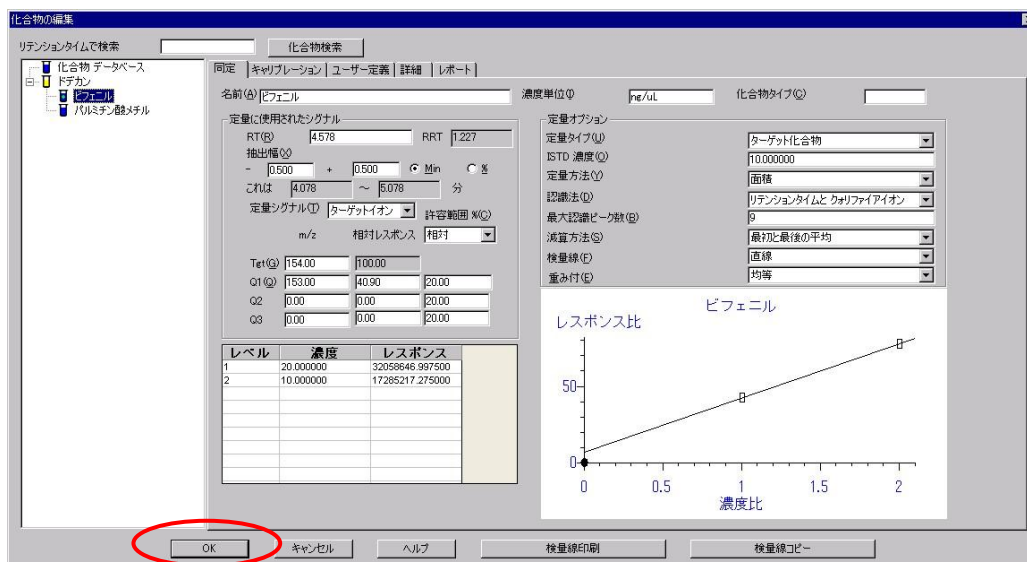


- ⑦ [レベル追加] を選択します。
⑧ [化合物濃度] に 10、[ISTD 濃度] に 10 を入力します。
⑨ [レベル ID] に 2 を入力します。



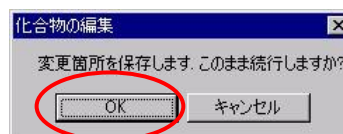
- ⑩ **更新(U)** をクリックします。

- ⑪ 2 点目のデータが追加された定量データベースが表示されます。



- ⑫ OK をクリックします。

- ⑬ 変更の確認メッセージが表示されるので再度 OK をクリックします。

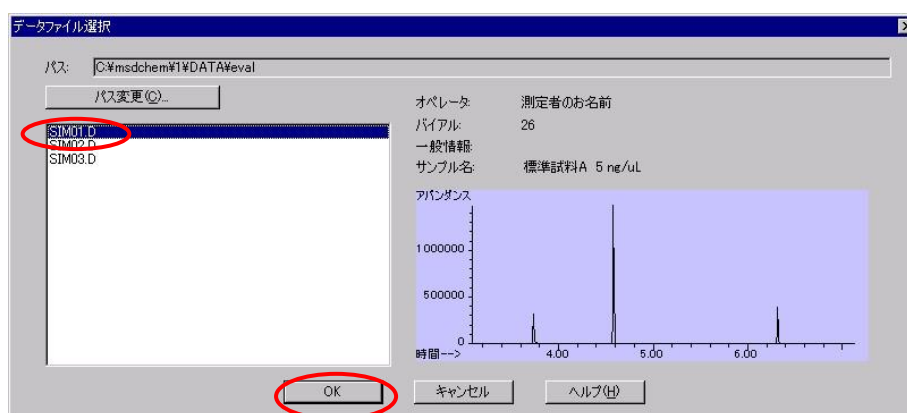


第9章 定量データベース（検量線）の作成

(12) 定量データベースに3点目を登録する（レベルの追加）

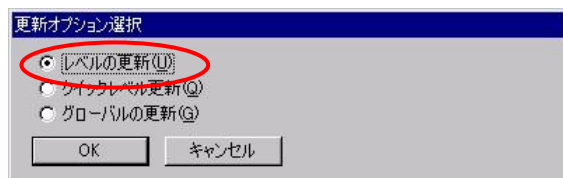
定量データベースの検量線に3点目（標準試料 A 5ng/uL）の濃度レベルを登録します。

- ① （データファイル読み込みアイコン）をクリックします。メニューからの場合は［ファイル］－［データファイル読み込み］をクリックします。
- ② データファイル SIM01.D を選択します。

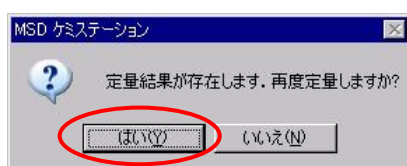


- ③  をクリックしてデータを読み込みます。
- ④ （キャリブレーションの更新アイコン）をクリックします。メニューの場合は［キャリブレーション］－［更新］をクリックします。［更新オプション選択］ダイアログボックスが開きます。

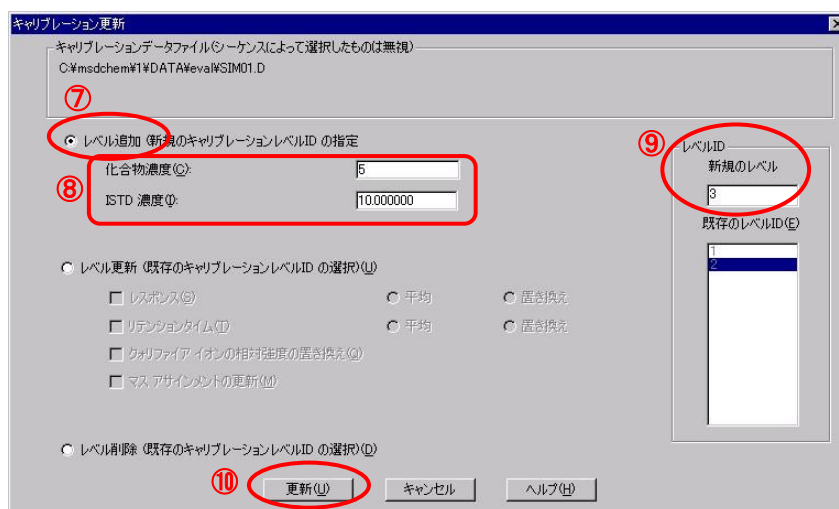
- ⑤ レベルの更新を選択して **OK** をクリックします。



- ⑥ 下記のメッセージが表示された場合には、**はい(Y)** をクリックします。



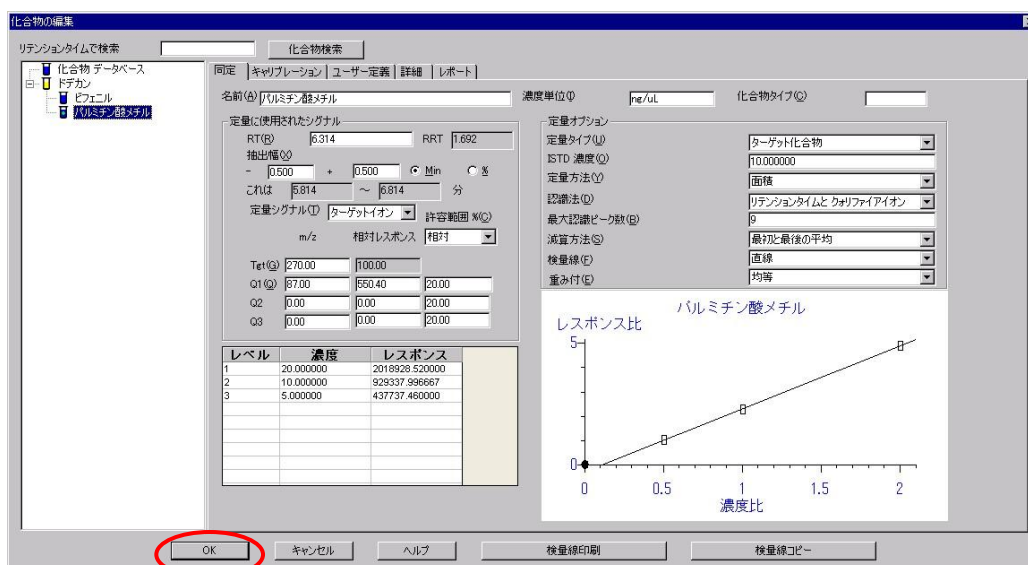
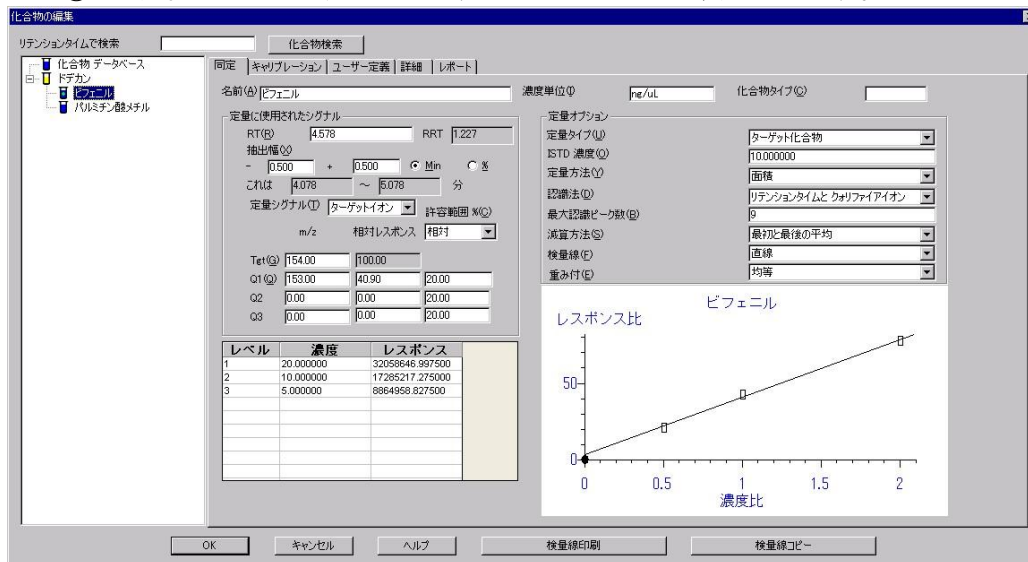
- ⑦ [レベル追加] を選択します。
 ⑧ [化合物濃度] に 5、[ISTD 濃度] に 10 を入力します。
 ⑨ [レベル ID] に 3 を入力します。



- ⑩ **更新(U)** をクリックします。

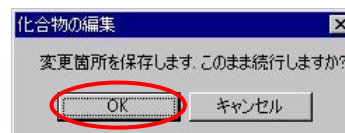
第9章 定量データベース（検量線）の作成

- ⑪ 3点目のデータが追加された定量データベースが表示されます。



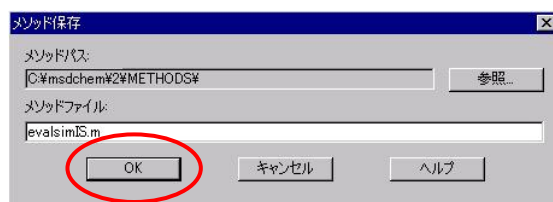
- ⑫ OK をクリックします。

- ⑬ 変更の確認メッセージが表示されるので再度 OK をクリックします。



(13) メソッドの保存

- ①  (メソッド保存アイコン) をクリックします。メニューから選択する場合は [メソッド] - [メソッド保存] をクリックします。
- ② メソッドファイルを確認、または入力し（例では [evalsimIS]）  をクリックします。



(14) 定量レポート例

レポートの出力方法については第 10 章を参照します。

Agilent Lab 定量レポート (未編集)

データベース: C:\msdchem\1\DATA\eval11\Y
 データファイル: unknown01.D
 測定日: 17 Oct 2007 12:18
 オペレータ: 測定者のお名前
 サンプル: 未知試料
 一般情報: デモ用混合標準液
 ALS パイプ: 29 サンプル希釈倍率: 1

定量時間: Dec 26 14:25:09 2007
 定量メソッド: C:\msdchem\1\METHODS\evalsimIS.m
 定量タイトル: GC/MSデモ用混合標準液の定量結果 (内部標準法)
 定量最終更新日: Wed Dec 26 14:24:12 2007
 レスポンス: 初期キャリブレーション

化合物	R.T.	QION	レスポンス	濃度	単位	Dev(Min)
内部標準						
1) ドデカン	3.738	170	413714	10.00	ng/μL	0.00
ターゲット化合物						Qvalue
2) ビフェニル	4.583	154	19115722	11.47	ng/μL	95
3) ノルミチン酸メチル	6.320	270	1046464	10.88	ng/μL	91

(#) = 範囲外のクオリファイア (m) = マニュアル積分 (+) = シグナルの和

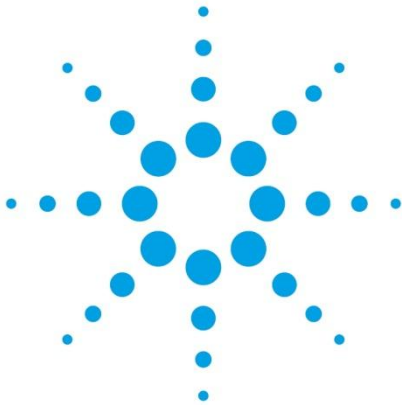
evalsimIS.m Wed Dec 26 14:25:09 2007

9章-7 拡張データ解析画面の終了

[ファイル] メニューの [終了] をクリックし、[拡張データ解析] 画面を終了します。

第9章 定量データベース（検量線）の作成





第10章 未知サンプルの定量と レポートの作成

10 章ー1 シーケンスを実行して定量レポートを作成・出力する

- | | |
|---------------|------|
| (1) 測定画面の起動 | 10-3 |
| (2) メソッドの読み込み | 10-3 |
| (3) メソッドの変更 | 10-3 |
| (4) シーケンスの作成 | 10-6 |
| (5) シーケンスの保存 | 10-7 |
| (6) シーケンスの実行 | 10-8 |

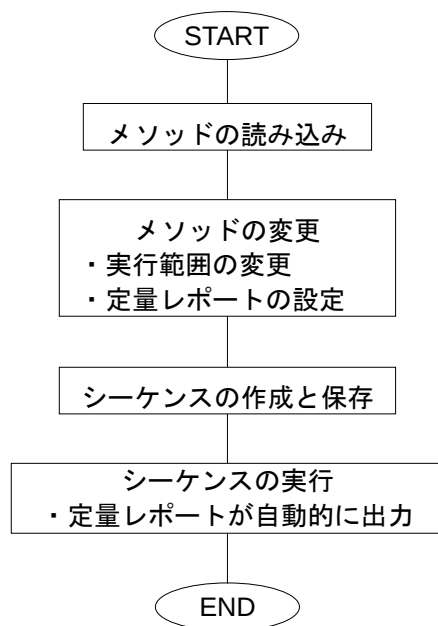
10 章ー2 データ解析画面を使用して定量レポートを作成する

- | | |
|------------------|-------|
| (1) 解析画面の起動 | 10-10 |
| (2) メソッドの読み込み | 10-11 |
| (3) データファイルの読み込み | 10-12 |
| (4) 定量レポートの作成 | 10-12 |

第 10 章 未知サンプルの定量とレポートの作成

＜未知サンプルの定量とレポートの作成＞

本章では、シーケンスを利用して濃度未知のサンプルを測定し、定量計算を行ってそのレポートを作成・出力する方法について説明しています。



本章には、下記についての説明も含まれています。

- ・ データ解析を使用して測定済みデータの定量レポート（詳細スタイル）を作成する方法

10章－1 シーケンスを実行して定量レポートを作成・出力する

(1) 測定画面の起動



デスクトップ上のアイコンをダブルクリックしてマスハンター測定ソフトウェアを起動します。

(2) メソッドの読み込み



- ① (メソッド読み込みアイコン) をクリックします。メニューからの場合は [メソッド] - [メソッドの読み込み] をクリックします。

- ② evalsim.M を選択し、 をクリックします。



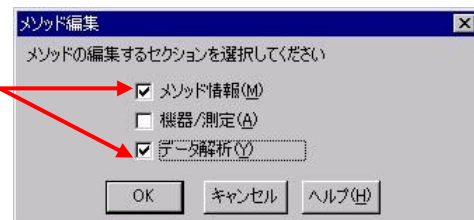
(3) メソッドの変更

メソッド実行範囲の変更と、定量レポートの設定を実施してメソッドに定量レポート（報告書）を組み込みます。



- ① (メソッド全体の編集アイコン) をクリックします。メニューから選択する場合は [メソッド] - [メソッド全体の編集] をクリックします。[メソッド編集] ダイアログボックスが開きます。

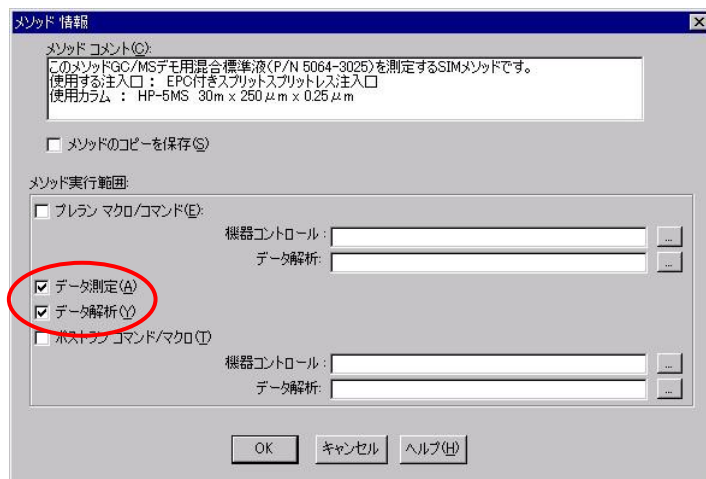
- ② [メソッド情報] と [データ解析] をチェックし、機器/測定のチェックを外します。

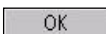


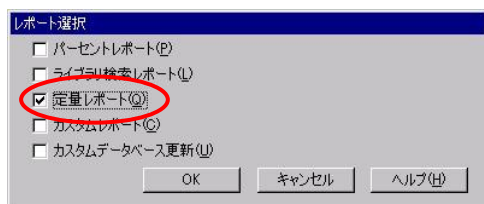
- ③  をクリックします。

第 10 章 未知サンプルの定量とレポートの作成

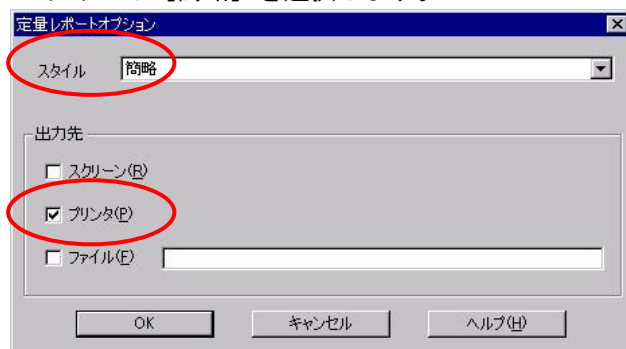
- ④ [データ測定] と [データ解析] にチェックをします。その他のチェックボックスはオフにして  をクリックします。



- ⑤ [定量レポート] にチェックをし、その他のチェックボックスはオフにして  をクリックします。



- ⑥ スタイルは [簡略] を選択します。



- ⑦ 出力先は [プリンタ] のみにします。

- ⑧  をクリックします。

- ⑨ 印刷に使用するプリンタを選び **選択** をクリックします。



- ⑩ メソッドファイル名を確認して **OK** をクリックします。



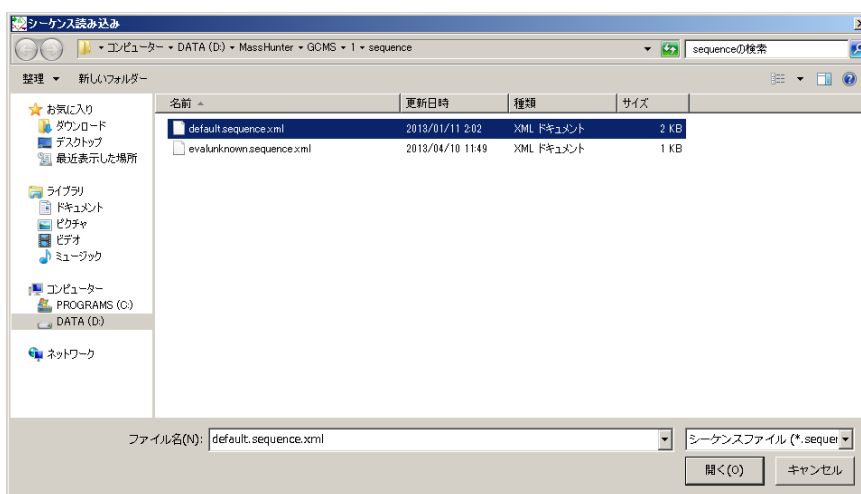
第 10 章 未知サンプルの定量とレポートの作成

(4) シーケンスの作成



- ① (シーケンス読み込みアイコン) をクリックします。メニューを使用する場合は [シーケンス] - [シーケンスの読み込み] をクリックします。

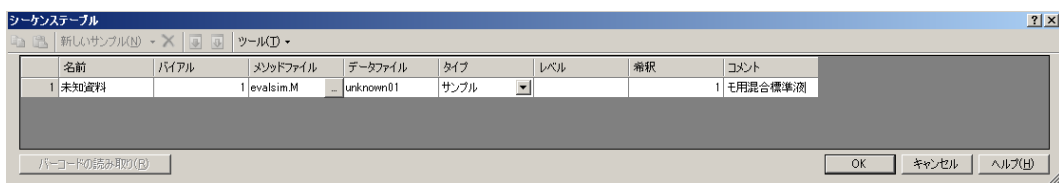
- ② [default.sequence.xml] を選び、開く(O) をクリックします。

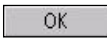


- ③ (シーケンスの編集アイコン) をクリックします。メニューを使用する場合は [シーケンス] - [シーケンスの編集] をクリックします。

- ④ サンプルログテーブルで次のとおり 1 行のシーケンスを作成します。

シーケンス設定	
タイプ	: サンプル
バイアル	: 未知サンプルのバイアル番号を入力
データファイル名	: unknown01.D
メソッド	: evalsim.M
サンプル	: 未知試料
コメント	: デモ用混合標準液

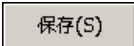


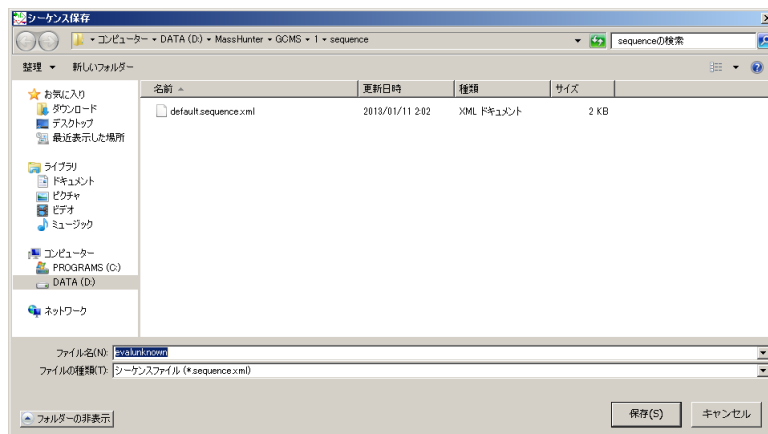
- ⑤  をクリックします。

(5) シーケンスの保存



- ① (シーケンスの保存アイコン) をクリックします。メニューを使用する場合は [シーケンス] - [名前を付けてシーケンス保存] をクリックします。

- ② ファイル名に evalunknown と入力し、 をクリックします。



第 10 章 未知サンプルの定量とレポートの作成

(6) シーケンスの実行



- ① (シーケンスの実行アイコン) をクリックします。メニューを使用する場合には [シーケンス] - [シーケンスの実行] をクリックします。

- ② メソッドの実行範囲は [全て] を選択します。

- ③ シーケンスコメントに [未知サンプルの定量] と入力します。

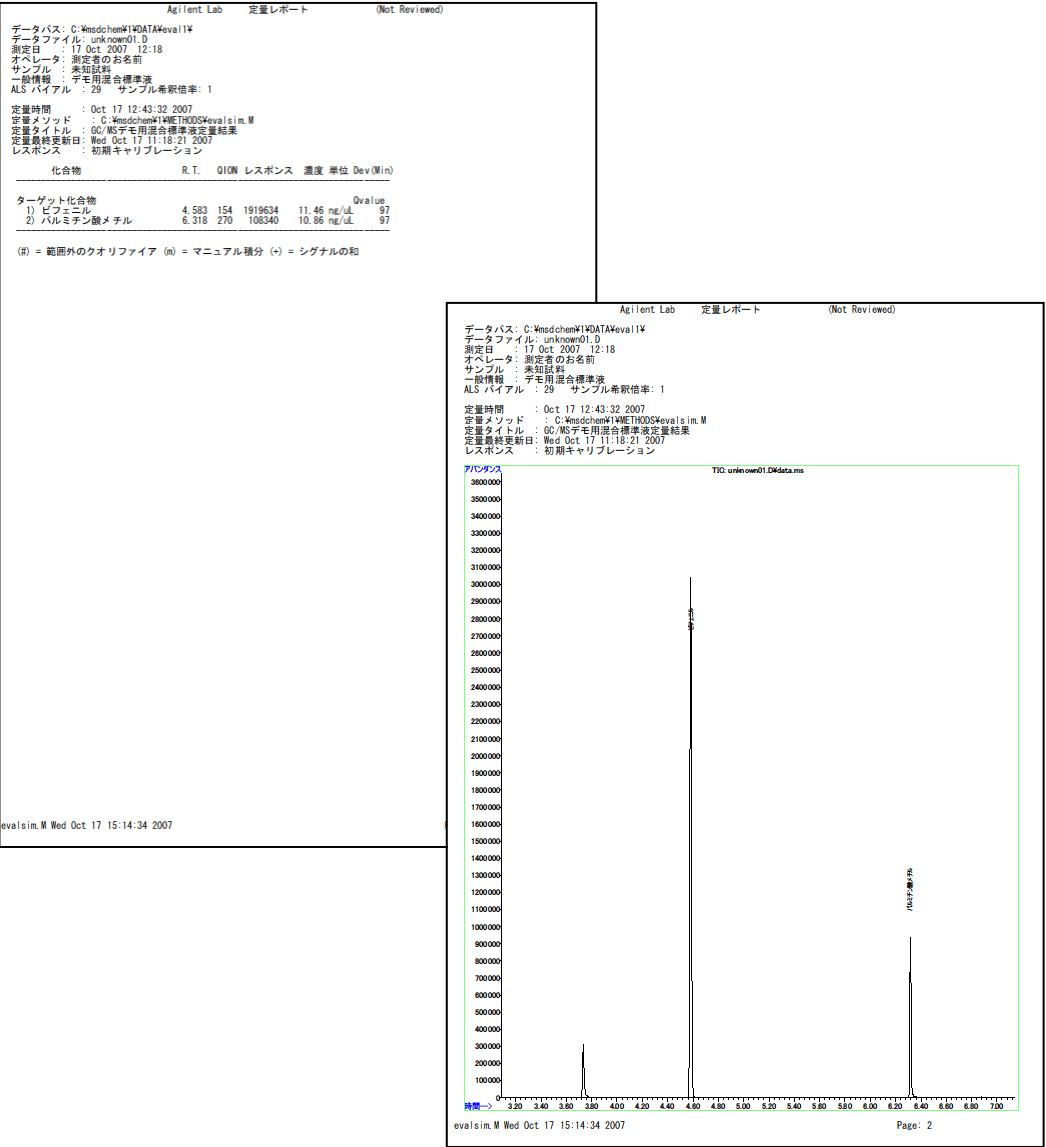
- ④ 名前を入力します。

- ⑤ データファイルディレクトリに、C:\MSDCHEM\1\DATA\eval1 と入力します。

- ⑥ ラン シーケンス(U) をクリックしてシーケンスを開始します。

分析終了後、自動的に定量レポートが印字されます。

<定量レポート（簡略スタイル）の例>



第 10 章 未知サンプルの定量とレポートの作成

10章-2 データ解析画面を使用して定量レポートを作成する

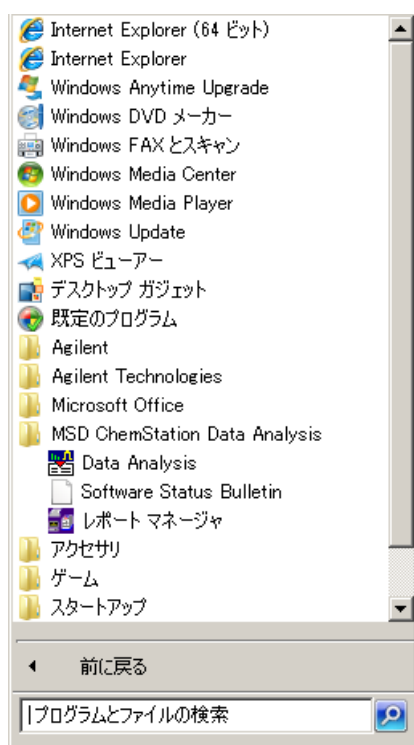
この項目では、データ解析画面から測定済みデータを読み込んで、定量レポートを詳細フォーマットで出力する方法について説明しています。

(1) 解析画面の起動



デスクトップ上のアイコンをダブルクリックして [拡張データ解析] 画面を起動します。

デスクトップ上にアイコンがない場合には、タスクバーの [スタート] ボタンから、[すべてのプログラム] – [MSD ChemStation Data Analysis] – [Data Analysis] を選択してソフトウェアを起動します。

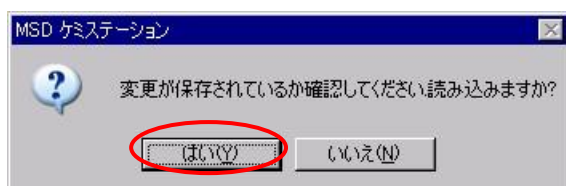


(2) メソッドの読み込み

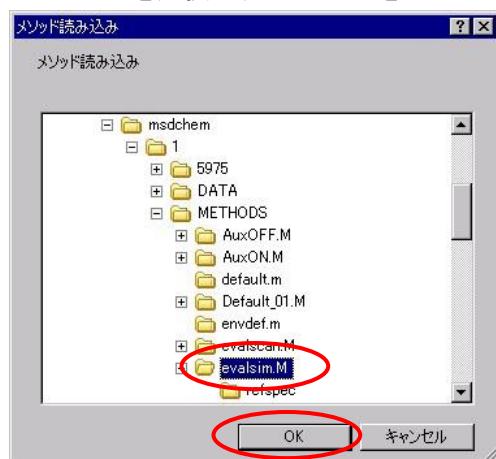


- ① (メソッド読み込みアイコン) をクリックします。メニューからの場合は [メソッド] - [メソッド読み込み] をクリックします。

- ② 確認メッセージが表示されたら をクリックします。



- ③ evalsim.M を選択し、 をクリックします。

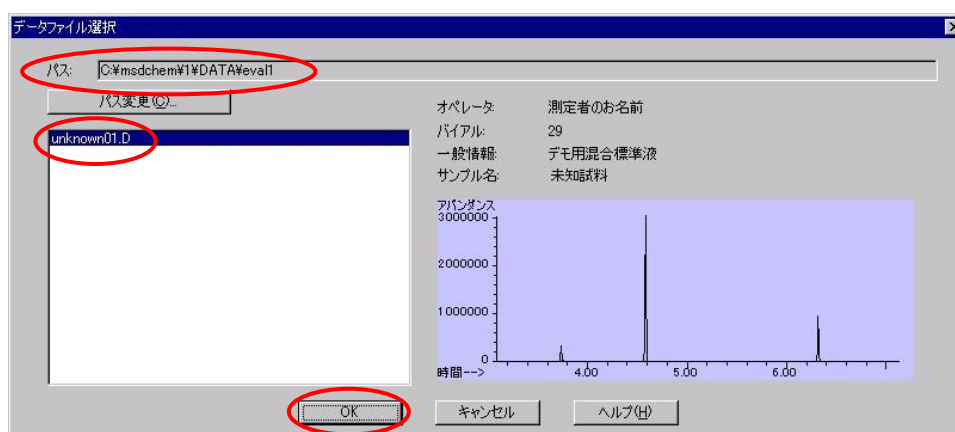


第 10 章 未知サンプルの定量とレポートの作成

(3) データファイルの読み込み



- ① (データファイル読み込みアイコン) をクリックします。メニューからの場合は [ファイル] - [データファイル読み込み] をクリックします。
- ② パスを **eval1** フォルダに変更し、データファイル **unknown01.D** を選択します。



- ③ **OK** をクリックしてデータを読み込みます。

(4) 定量レポートの作成

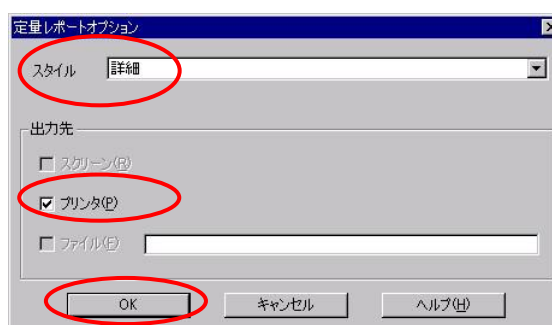


- ① (定量レポートの作成アイコン) をクリックします。メニューからの場合は [定量] - [レポート作成] をクリックします。

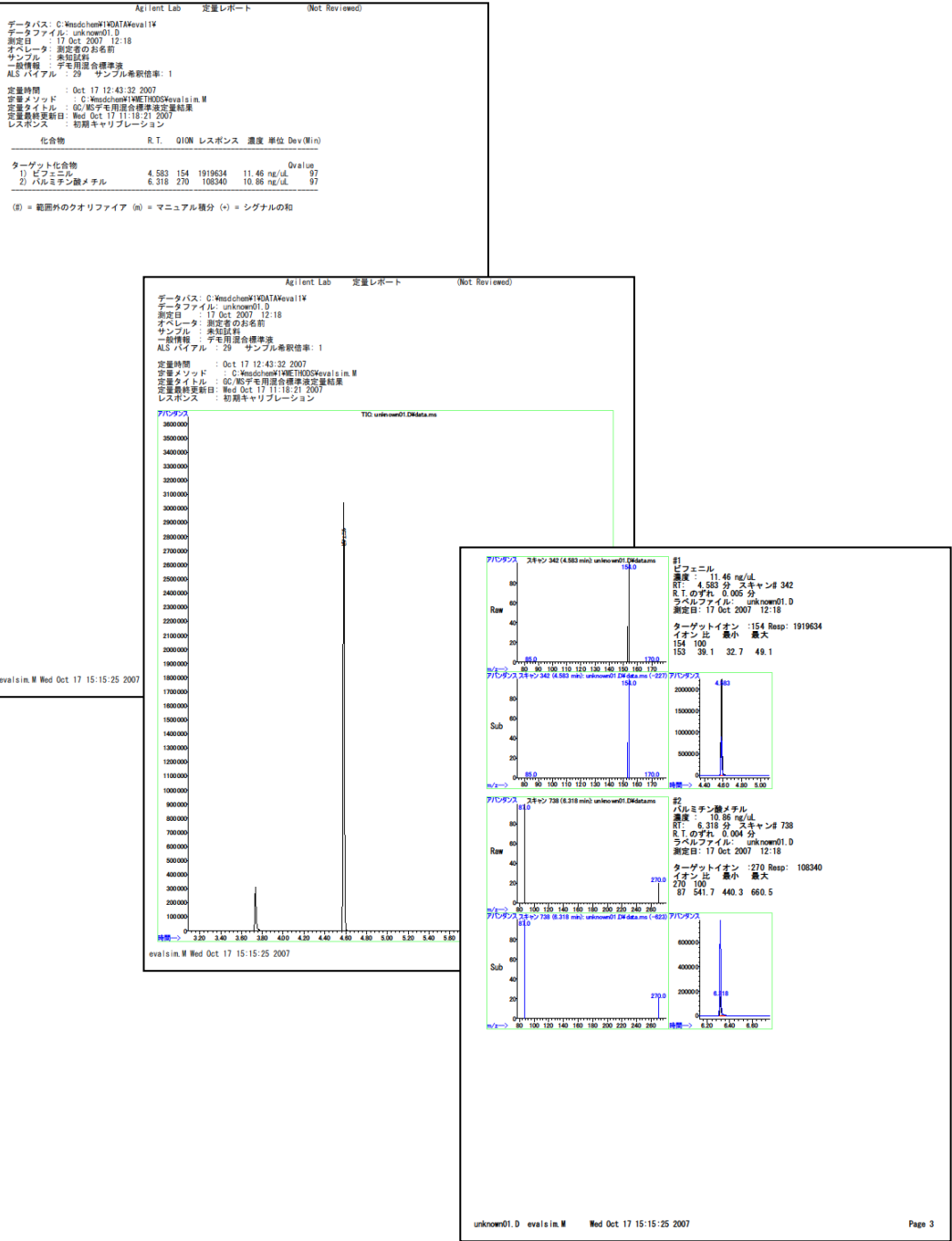
- ② スタイルで [詳細] を選択します。

- ③ 出力先で [プリンタ] にチェックを入れます。(プリンタのみ選択可能)

- ④ **OK** をクリックすると、レポートが出力されます。

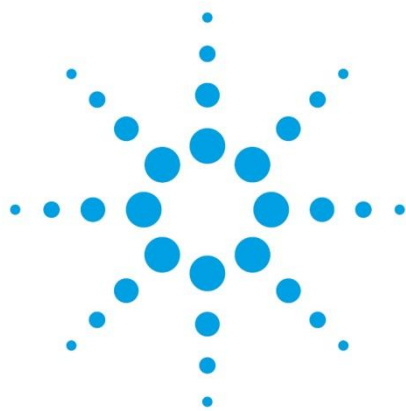


<定量レポート（詳細スタイル）の例>



第 10 章 未知サンプルの定量とレポートの作成





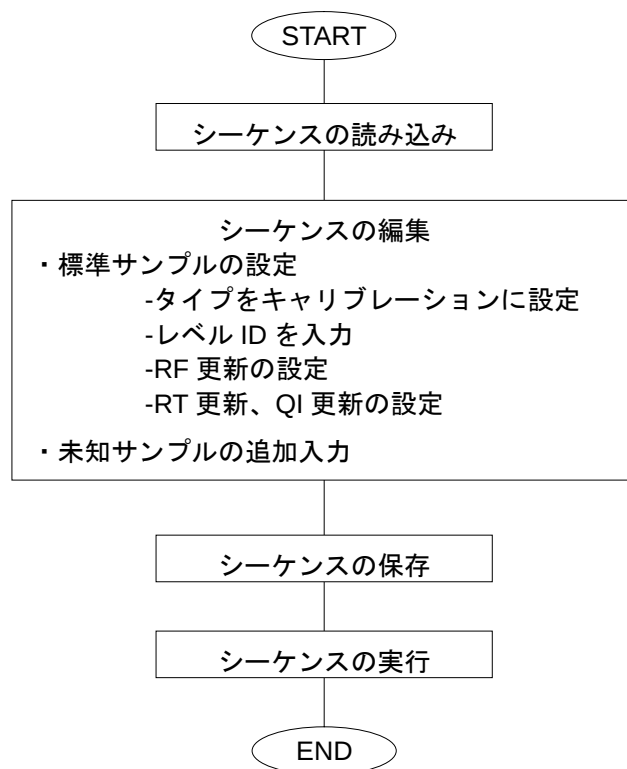
第11章 リキャリブレーションと 未知サンプルの定量

- | | | |
|--------|----------------------------|-------|
| 11 章－1 | リキャリブレーション（検量線の更新）シーケンスの作成 | 11－3 |
| 11 章－2 | リキャリブレーションシーケンスの実行 | 11－9 |
| 11 章－3 | 測定済みデータでリキャリブレーションを実施する方法 | 11－10 |

第 11 章 リキャリブレーションと未知サンプルの定量

＜リキャリブレーションと未知サンプルの定量＞

本章では、シーケンスを使用することにより、定量データベース（検量線）の更新から未知サンプルの定量までを自動化する方法について説明しています。



本章には、下記についての説明も含まれています。

- ・ データ解析を使用して測定済みデータからリキャリブレーションを実施する方法

第 11 章 リキャリブレーションと未知サンプルの定量

下表のとおりシーケンスを作成し、1つのシーケンス中で検量線の各レベルをリキャリブレーションし、続けて未知サンプルを測定して定量レポートを出力させます。

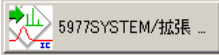
ライン	タイプ	サンプル名	使用メソッド	データファイル
1	キャリブレーション	標準試料 A 5ng/uL	evalsim.M	SIM01.D
2	キャリブレーション	標準試料 B 10ng/uL	evalsim.M	SIM02.D
3	キャリブレーション	標準試料 C 20ng/uL	evalsim.M	SIM03.D
4	サンプル	未知試料	evalsim.M	unknown02.D

シーケンス続き

ライン	レベル	RF 更新	RT 更新	QI 更新
1	3	置換	更新せず	更新せず
2	2	置換	更新せず	更新せず
3	1	置換	置換	置換
4	(未入力)	(未入力)	(未入力)	(未入力)

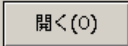
11章ー1 リキャリブレーション（検量線の更新）シーケンスの作成

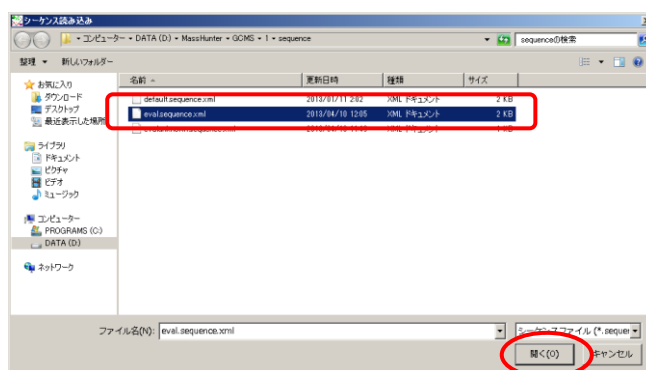
(1) シーケンスの読み込み

- ① タスクバーの  をクリックして、オンライン画面を表示します。

- ②  (シーケンスの読み込みアイコン) をクリックします。メニューから
の場合は [シーケンス] - [シーケンスの読み込み] をクリックします。

- ③ [eval.s] を選択します。

- ④  をクリックします。



第 11 章 リキャリブレーションと未知サンプルの定量

(2) シーケンスにリキャリブレーションを設定する



- ① (シーケンスの編集アイコン) をクリックします。メニューからの場合は [シーケンス] - [シーケンス編集] をクリックします。

- ② サンプルログテーブルの列ラベルを右クリックしてメニュー [列] - [列の追加と削除] をクリックします。

シーケンステーブル

新しいサンプル(N) × ツール(T) ▾

	名前	バイアル	メソッドファイル	データファイル	タイプ	レベル	希釈
1	標準試料 A 5ng/uL				サンプル ▾		
2	標準試料 B 10ng/uL				サンプル ▾		
3	標準試料 C 20ng/uL				サンプル ▾		

バーコードの読み取り(R)

0.4
0.3
0.2
0.1
0

0.5 1 1.5

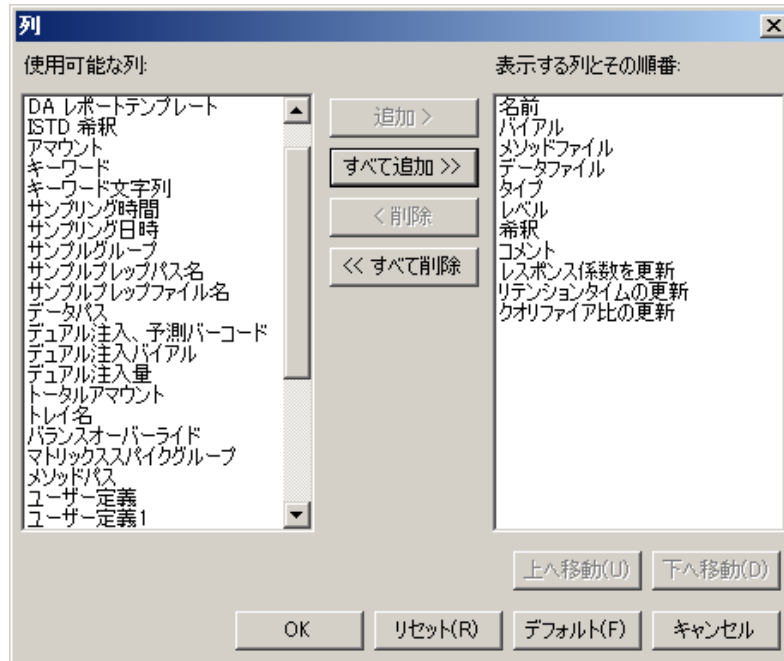
スペクトル

S スペクトル

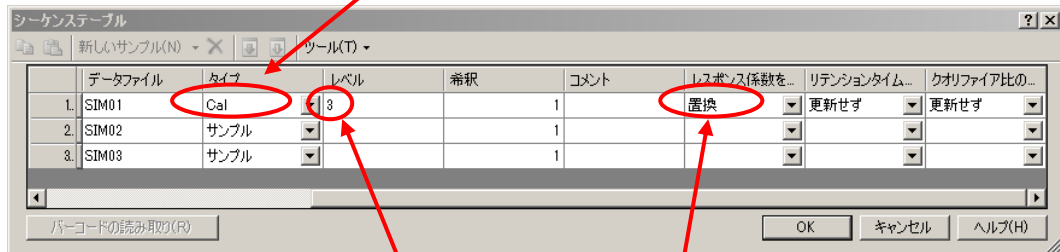
...

列の追加/削除...
列のレイアウト保存...
列のレイアウト読み込み...
列幅の自動調整
列のロック
列のロック解除

- ③ [列] ダイアログボックスで [使用可能な列] から、レスポンス係数を更新、リテンションタイムの更新、クオリファイア比の更新を [表示する列とその順番] に追加して をクリックします。



- ④ サンプルログテーブルを右にスクロールして 1 行目の [タイプ] を [Cal] に変更します。



- ⑤ [レベル] 欄にレベル ID [3] を入力します。
- ⑥ [レスポンス係数を更新] 欄で [置換] を選択します。このレベル ID の検量線のレスポンスが測定後置換されます。

第 11 章 リキャリブレーションと未知サンプルの定量

- ⑦ 2 行目、3 行目の [タイプ] も [Cal] に設定します。

名前	バイアル	メソッドファイル	データファイル	タイプ	レベル	希釈	コメント
1 標準試料 A 5ng/...		1 evalsim.M	SIM01	Cal	3	1	
2 標準試料 A 10ng...		2 evalsim.M	SIM02	Cal		1	
3 標準試料 A 20ng...		3 evalsim.M	SIM03	Cal		1	

- ⑧ 2 行目、3 行目の [レベル] をそれぞれ、[2] および [1] に設定し、[レスポンス係数を更新] 欄で [置換] を選択します。

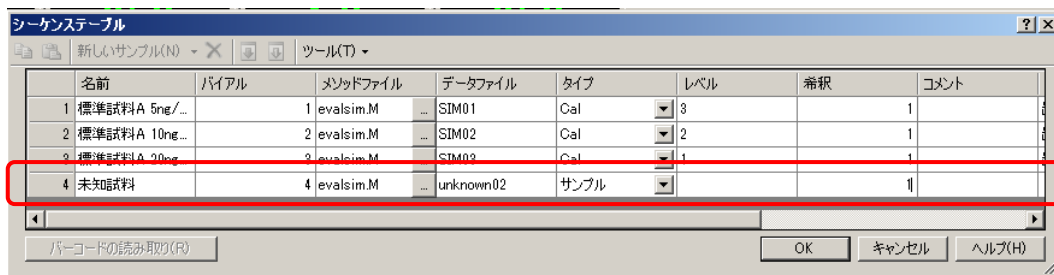
データファイル	タイプ	レベル	希釈	コメント	レスポンス係数を...	リテンションタイム...	クオリファイア比の...
1. SIM01	Cal	3	1		置換	更新せず	更新せず
2. SIM02	Cal	2	1		置換	更新せず	更新せず
3. SIM03	Cal	1	1		置換	置換	置換

- ⑨ 3 行目については [リテンションタイムの更新] と [クオリファイア比の更新] も [置換] に設定します。

※:[リテンションタイム] と [クオリファイア比] は、レベル毎に存在する値ではなく、その化合物では共通の値なので、一番濃度の濃いサンプルで置換します。

(3) シーケンスに未知サンプルを追加する

- ① ツールバーの **新しいサンプル(N)** をクリックして行を追加し、[タイプ] 欄で [サンプル] を選択します。



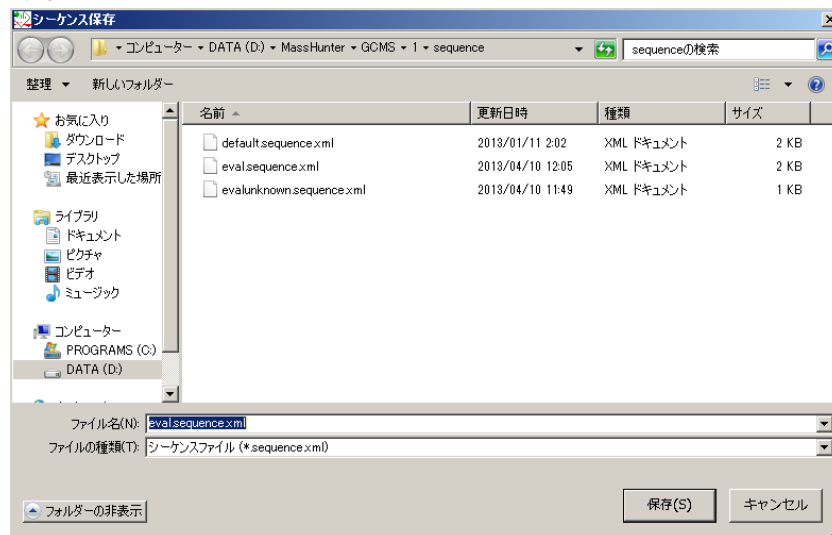
- ② [名前] 欄に [未知試料] と入力します。
- ③ [メソッド] 欄は 3 行目のメソッドをコピーします。
- ④ [データファイル] 欄に [unknown02] と入力します。

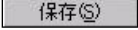
- ⑤ **OK** をクリックします。

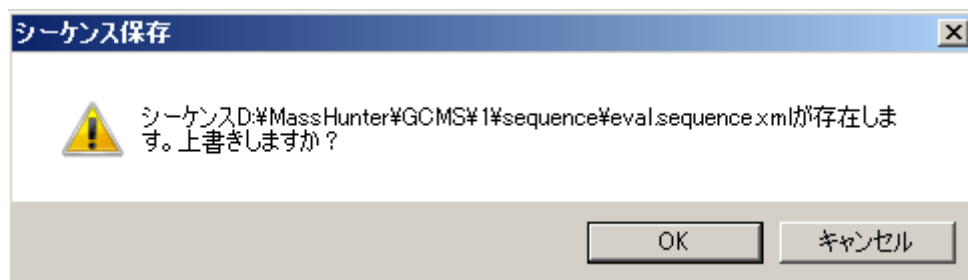
(4) シーケンスの保存

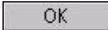


- ① (シーケンスの保存アイコン) をクリックしてシーケンスを上書き保存します。メニューを使用する場合は [シーケンス] - [シーケンス保存] をクリックします。



- ② 「eval.sequence.xml」が選択されていることを確認して、 をクリックします。



- ③ 上書きの確認のメッセージが表示されるので  をクリックして上書き保存します。

11章-2 リキャリブレーションシーケンスの実行

(1) シーケンスの実行



- ① (シーケンスの実行アイコン) をクリックします。メニューからの場合は [シーケンス] - [シーケンスの実行] をクリックします。

- ② メソッドの実行範囲は [すべて] を選択します。

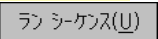
- ③ シーケンスコメントに [リキャリブレーションおよび未知サンプルの定量] と入力します。(任意)

- ④ オペレータ名を入力します。

- ⑤ データファイルディレクトリに、D:\MassHunter\GCMS\1\data\eval2 と入力します。

- ⑥  をクリックします。

注意

ここで  をクリックすると、まずキャリブレーションサンプルが測定され、定量データベースが更新されます。次に未知サンプルが測定され、更新された定量データベース（検量線）を使用して、定量結果のレポートが作成・出力されます。

第 11 章 リキャリブレーションと未知サンプルの定量

11章-3 測定済みデータでリキャリブレーションを実施する方法

本項目ではデータ解析を使用して測定済みデータから定量データベースの更新（リキャリブレーション）を実行する方法について説明しています。

(1) データ解析の起動とメソッドの読み込み



- ①  をクリックしてデータ解析画面を起動します。

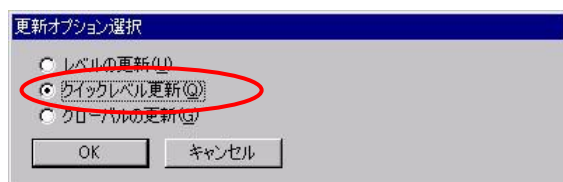


- ②  (メソッド読み込みアイコン) をクリックし、リキャリブレーションするメソッドを選択して読み込みます。

(2) キャリブレーション更新（クイックレベルの更新）

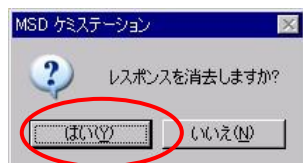


- ①  (キャリブレーションの更新アイコン) をクリックします。メニューの場合は [キャリブレーション] - [更新] をクリックします。

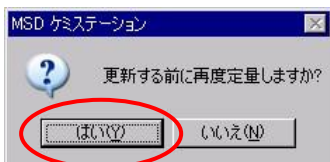


- ② [クイックレベル更新] を選択して  をクリックします。

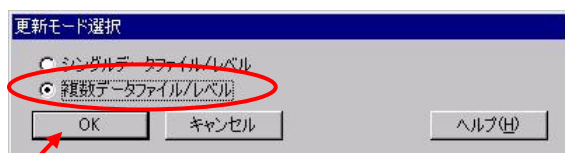
- ③ レスポンスの消去確認で  をクリックします。



- ④ 定量の計算確認で  をクリックします。

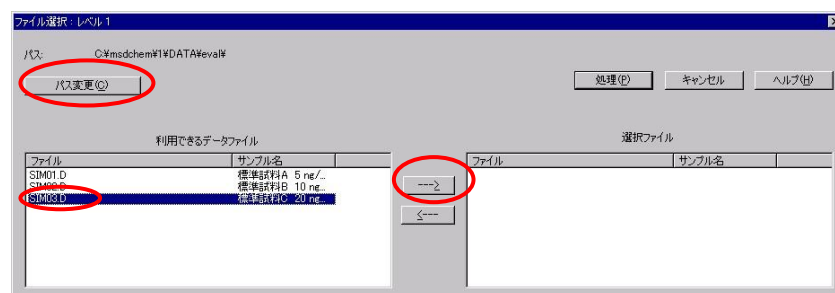


- ⑤ 更新モード選択で「複数データファイル/レベル」を選択し、**OK** をクリックします。

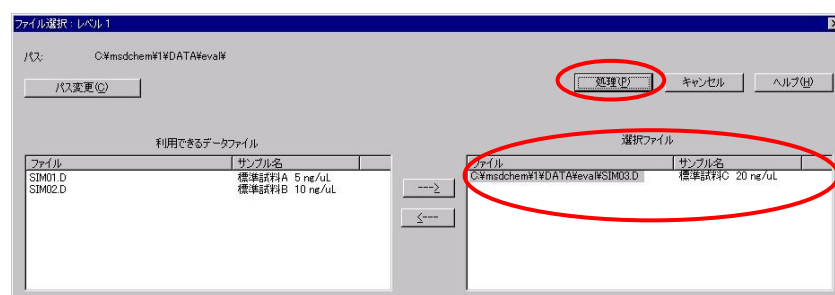


- ⑥ 必要に応じ、**パス変更(C)** をクリックしてデータが保存されているディレクトリを選択します。

- ⑦ 濃度レベル 1 のキャリブレーションデータを「利用できるデータファイル」から選択し、**--->** ボタンをクリックして「選択ファイル」に移動させます。

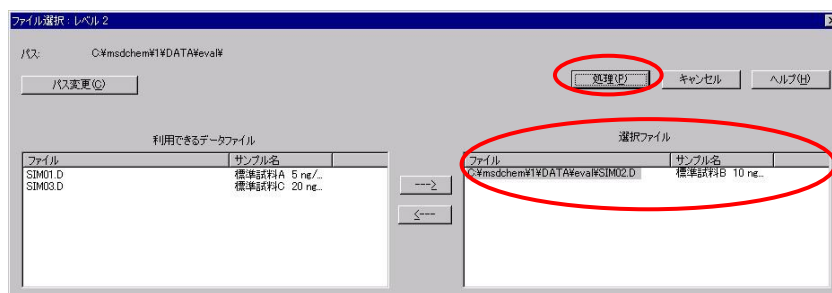


- ⑧ 「選択ファイル」欄にレベル 1 のデータがあることを確認して **処理(P)** をクリックします。

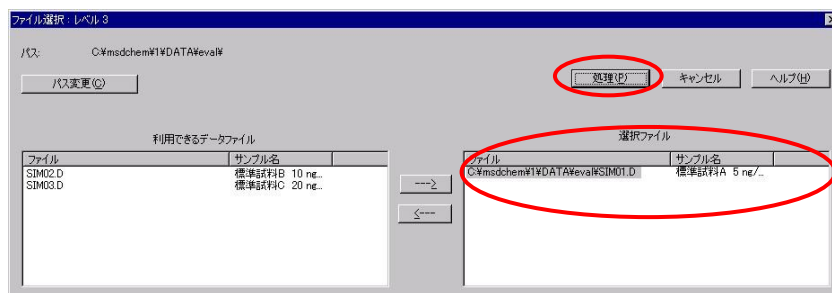


第 11 章 リキャリブレーションと未知サンプルの定量

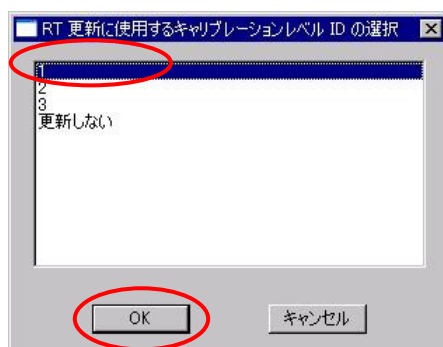
- ⑨ ⑦と同様にしてレベル 2 のキャリブレーションデータファイルを選択し
処理(P) をクリックします。



- ⑩ 次に⑦と同様にしてレベル 3 のキャリブレーションデータファイルを選択し
処理(P) をクリックします。

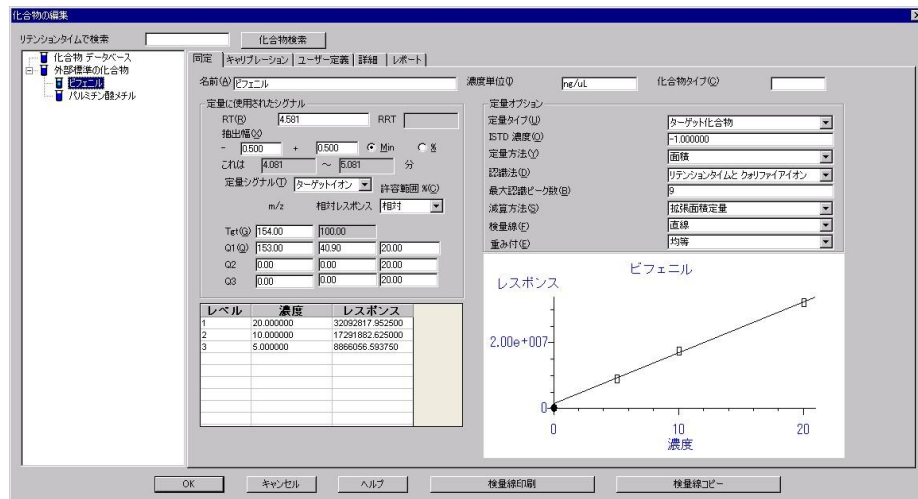


- ⑪ リテンションタイム更新に使用するデータファイルを選択して OK をクリックします。



第 11 章 リキャリブレーションと未知サンプルの定量

- ⑫ リキャリブレーションが実施され、定量データベースが表示されます。内容を
確認して **OK** をクリックします。



- ⑬ 確認メッセージが表示されるので **OK** をクリックします。

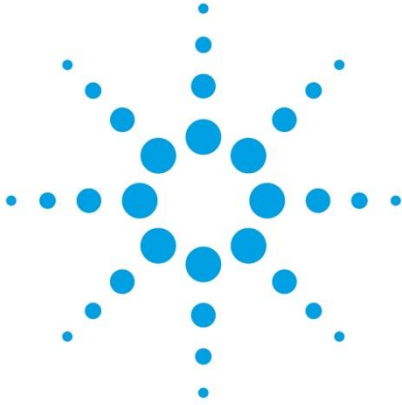


(3) メソッドの保存

更新した検量線情報を保存するために  (メソッドの保存アイコン) をクリックしてメソッドを上書き保存します。メニューからの場合は[メソッド]－[メソッド保存]をクリックし、必要に応じて別名でメソッドを保存します。

第 11 章 リキャリブレーションと未知サンプルの定量



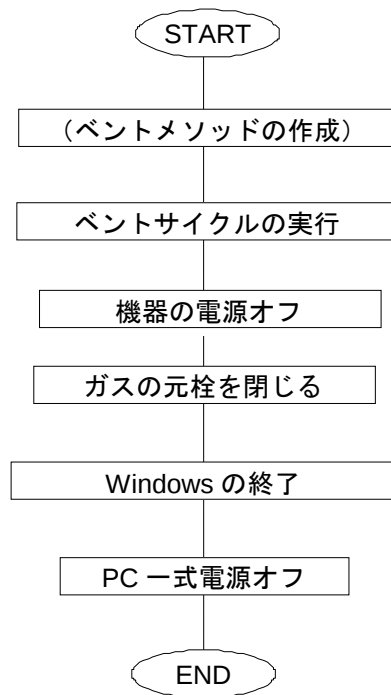


第12章 システムの停止方法

12 章-1	ベントメソッドを設定する	12-3
12 章-2	ベントサイクルを実行する	12-9
12 章-3	機器の停止	12-12
12 章-4	PC のシャットダウンと周辺機器の電源をオフにする	12-13

第 12 章 システムの停止方法

<システムの停止方法>

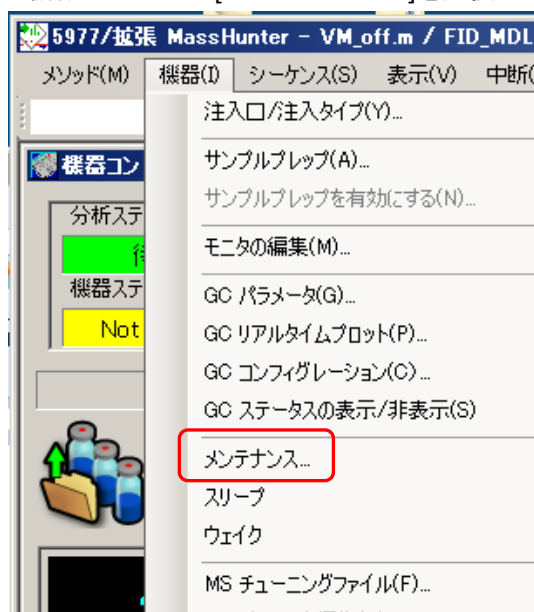


システムを停止する場合、あらかじめベントメソッドを設定しておき、ベントサイクルを実行して電源をオフにする準備をします。

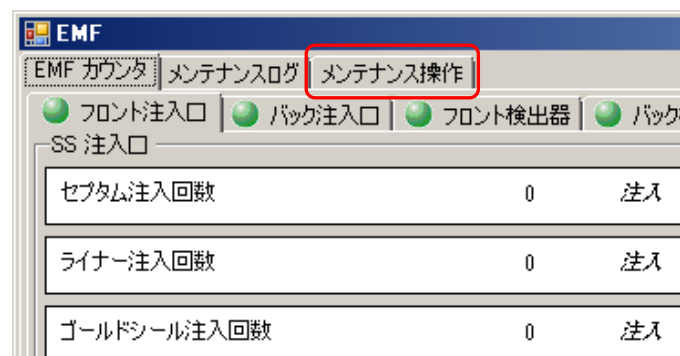
12章-1 ベントメソッドを設定する

(1) ベントメソッド設定画面を開く。

① 機器メニューの[メンテナンス...]を選択します。

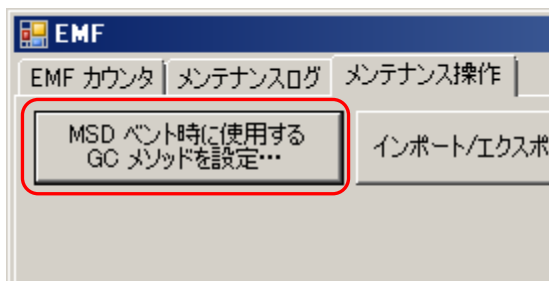


② [EMF]ダイアログボックスが開くので、[メンテナンス操作]タブを右クリックします。

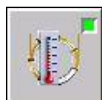


第 12 章 システムの停止方法

- ③ [MSD ベント時に使用する GC メソッドを設定...]ボタンを右クリックすると、GC パラメータ編集画面の様な[MSD ベントメソッド]ウィンドウが開きます。

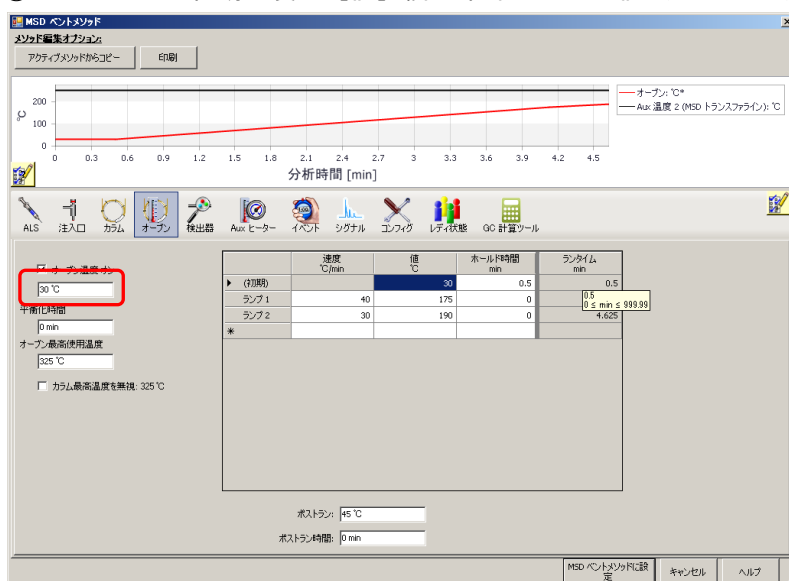


(2) オープン温度



- ① (GC パラメータアイコン) をクリックします。

- ② オープンの初期温度の [値] 欄に冷却に適当な値 (30℃など) を入力します。



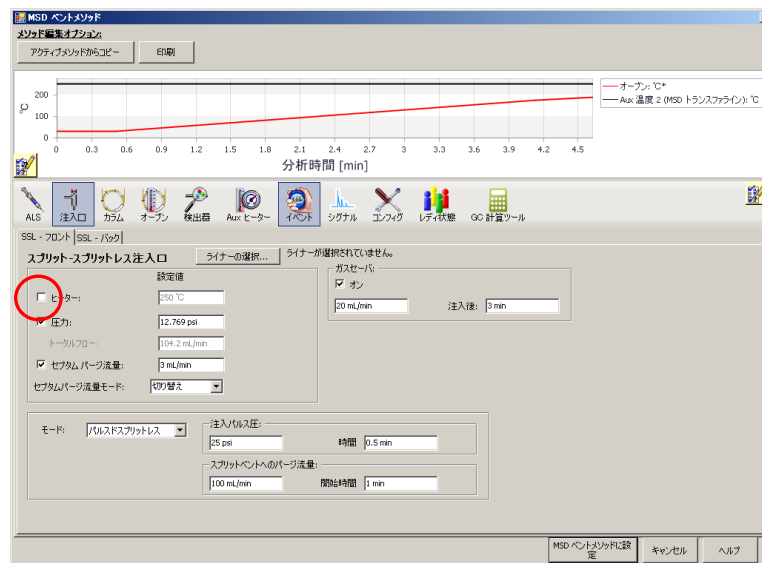
通常、オープン は低い温度に設定し、オンの状態にしておきますが、必要に応じてオフに設定します。

(3) GC 注入口の温度



① をクリックします。

② 使用している注入口のタブをクリックし、ヒーターのチェックボックスをオフ（チェックを外す）にします。



必要に応じてガスセーバーをオンにして流量を調節してください。

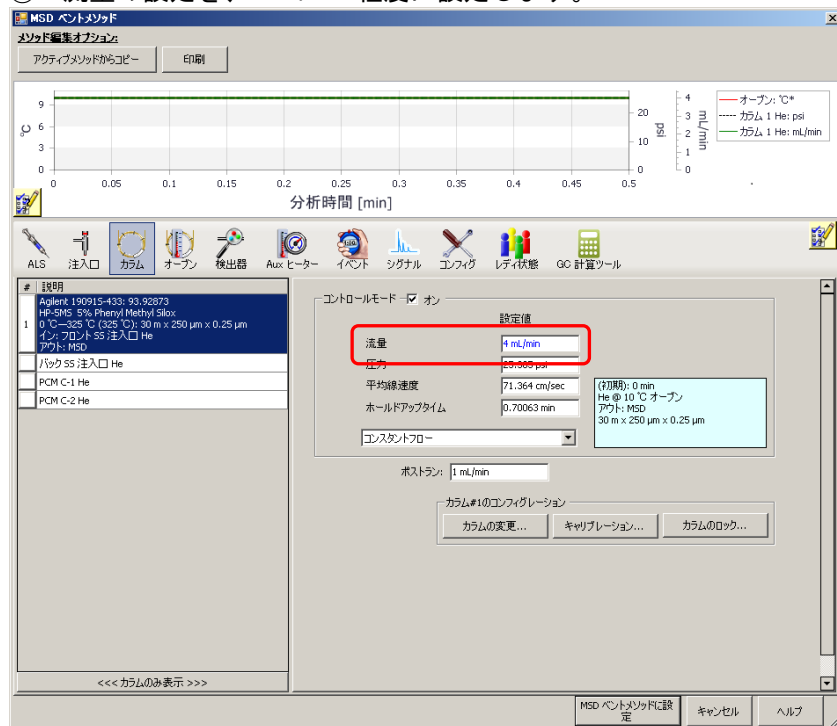
第 12 章 システムの停止方法

(4) カラム流量



① **カラム** をクリックします。

② 流量の設定を、4 ml/min 程度に設定します。

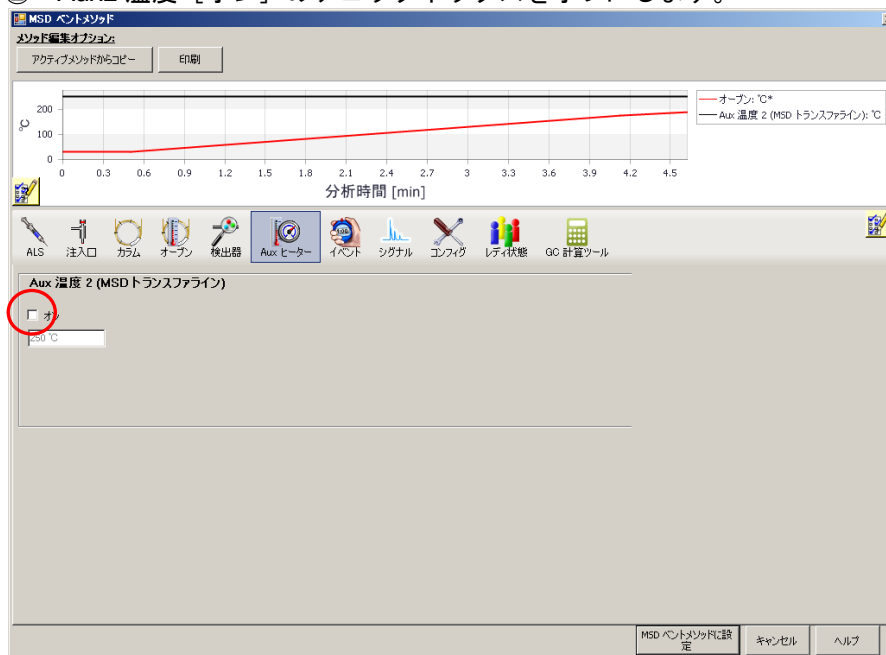


(5) トランスファーライン温度



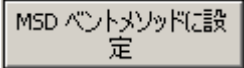
①  をクリックします。

② Aux2 温度 [オン] のチェックボックスをオフにします。



第 12 章 システムの停止方法

(6) ベントメソッドを保存します。

① MSD ベントメソッドウィンドウの右下にある  ボタンを右クリックします。

② ウィンドウが閉じますので、EMF ウィンドウも×印をクリックして閉じます。

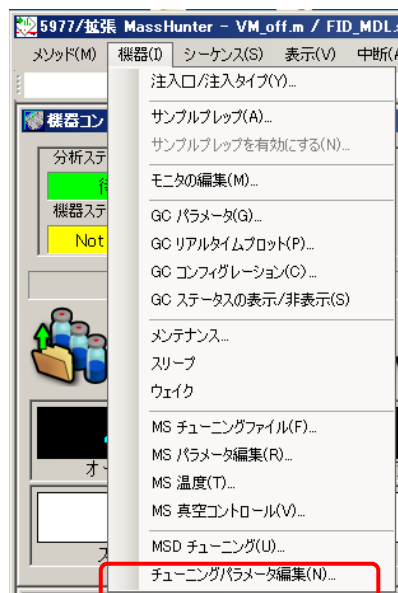
注意

ここで設定したベントメソッドは、GC 本体に保存されます。マスハンターソフトウェアで保存されているメソッドファイルには含まれません。

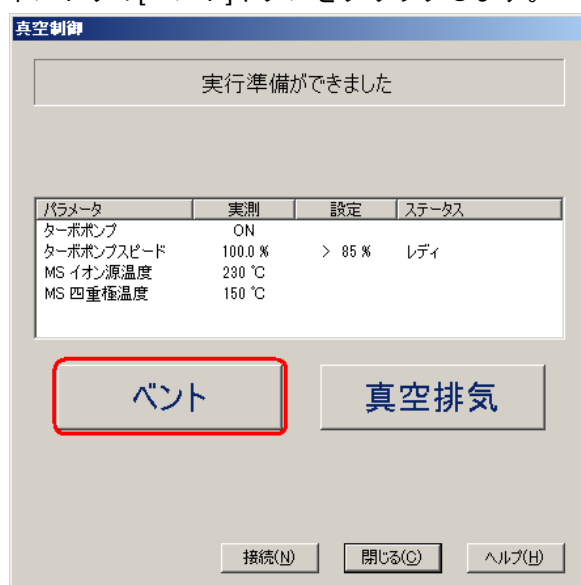
12章-2 ベントサイクルを実行する

- (1) メニューから「機器」－
「MS 真空コントロール...」
を選択します。

もしくは  アイコンを右クリックします。



- (2) 表示されたウィンドウの[ベント]ボタンをクリックします。



第 12 章 システムの停止方法

- (3) ベントサイクルのステータスが「ベントサイクル実行中」に変わります。通常、ステータスが「ベントサイクル完了」となるまで待ちます。ベントサイクルを実行すると高真空ポンプ、およびイオン源と四重極の温度は自動的にオフになります。

真空制御

ベントサイクル実行中

サイクル開始時間 2013年2月15日 22:03:40

パラメータ	実測	設定	ステータス
ターボポンプ			OFF
ターボポンプスピード	97.0 %	< 50 %	減速
MS イオン源温度	210 °C	< 100 °C	ヒーターオフ
MS 四重極温度	145 °C	< 100 °C	ヒーターオフ

ベント(V)

真空排気(P)

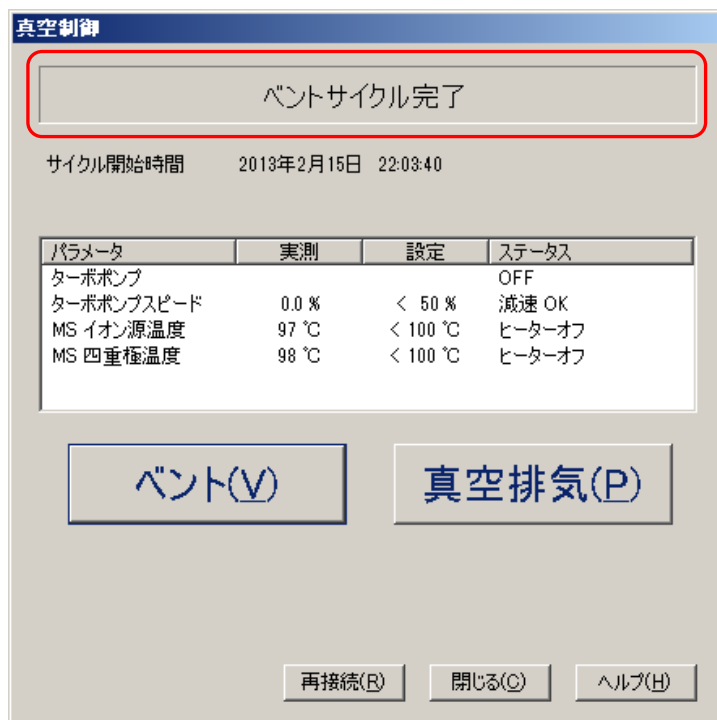
ターボポンプは OFF で、MS は冷却中です。

再接続(R)

閉じる(C)

ヘルプ(H)

- (4) ステータスが「ベントサイクル完了」になったら、「閉じる」ボタンを押して、真空制御ウィンドウを閉じ、「ファイル」メニューの「終了」をクリックしてマスハンター測定ソフトウェアを終了します。



<参考>

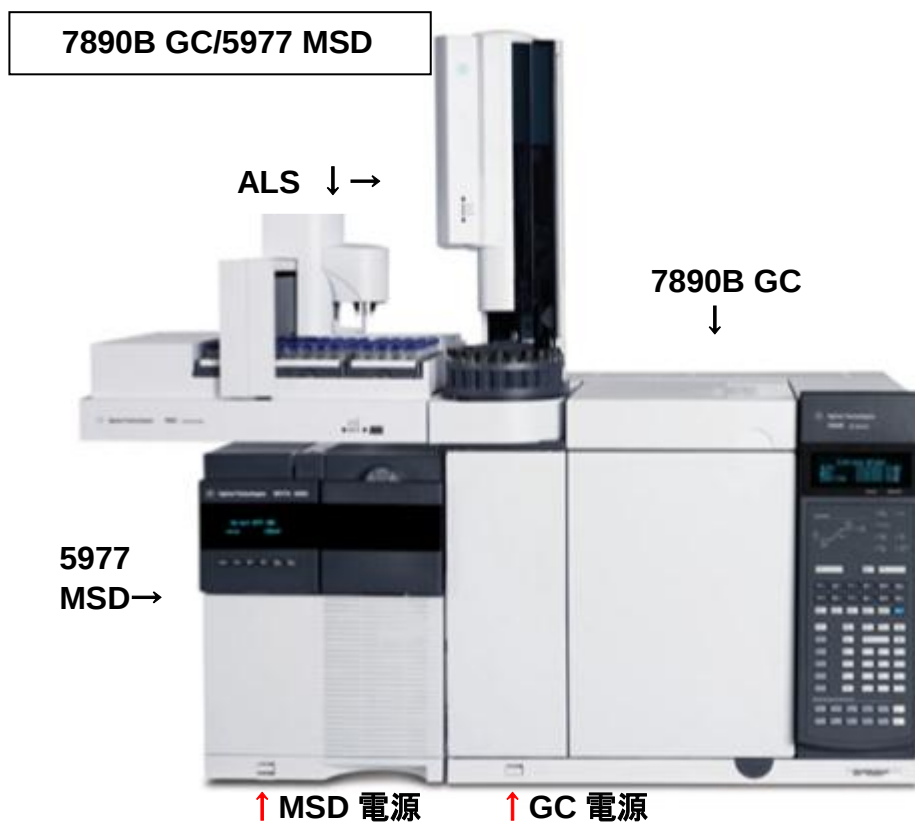
ベントサイクルの完了を待たずにマスハンター測定ソフトウェアを終了したい場合には  をクリックします。

この場合でもベントサイクルは続行されます。ベントサイクルが完了するのに十分な時間、待機してから MSD の電源をオフにします。

第 12 章 システムの停止方法

12章－3 機器の停止

- (1) 必要に応じて MSD、GC の電源をオフにします。また、キャリアガスやその他のサポートガスの元栓を閉じます。



注意

カラムにダメージを与えないよう、GC の電源をオフにする前にオープン、トランスファーライン、および注入口が充分冷却されていることを確認します。

- (2) 必要に応じてフロントウィンドウのカバーを外し、ベントバルブを開けて MSD を大気開放します。



注意

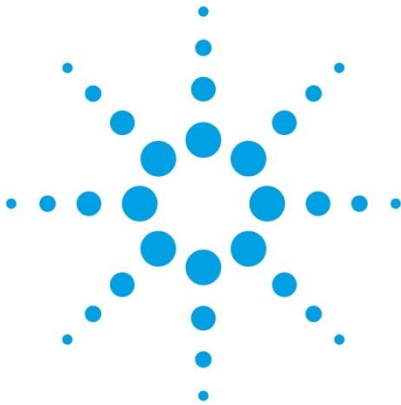
MSD の大気開放を実施する際には、必ずベントサイクルを実行し MSD の電源をオフにします。また、大気開放は必要時のみ実施します。

12章-4 PC のシャットダウンと周辺機器の電源をオフにする

- (1) タスクバーの [スタート] ボタンから、[シャットダウン] をクリックして Windows を終了します。
- (2) PC、モニタ、プリンタ等の電源をオフにします。

第 12 章 システムの停止方法





付録A カラムカタログの管理

付録 A-1	カラム管理の概要	A-2
付録 A-2	使用するカラムをカタログに設定する	A-3
付録 A-3	カラムを追加、修正する方法	A-5
付録 A-4	カタログからカラムを選択（インストール）する方法	A-6
付録 A-5	カラムをキャリブレーションする方法 （長さの実測が分かっている場合）	A-9
付録 A-6	カラムカタログに目録を作成する	A-11
付録 A-7	カタログに新しいカラムモデルを追加する	A-15

付録 A カラムカタログの管理

付録A-1 カラム管理の概要

カタログ：

カタログは、ソフトウェアに保存されている、製造元、モデル番号、説明、タイプ（キャピラリまたはパッキド）、最高温度、長さ、内径、膜厚など、各モデルの仕様が記載された、Agilent のすべてのカラムのリストです。Agilent 以外のカラムをカタログに追加することもできます。

目録（ローカルの目録）：

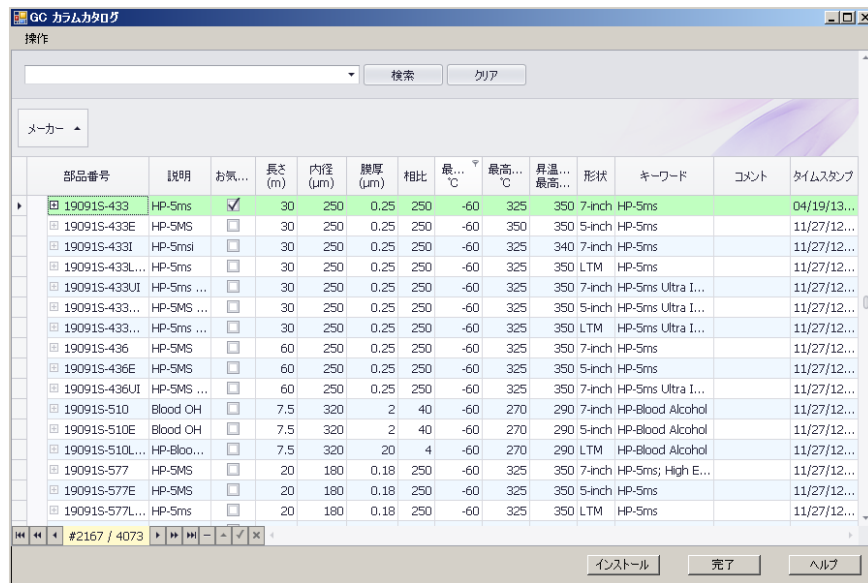
目録は、カタログのモデル番号毎にキャリブレーション情報などの詳細情報が保存されます。

目録を作らずにカタログ記載のカラムを使用することもできますが、この場合キャリブレーション情報はカタログに保存されません。

付録A-2 使用するカラムをカタログに設定する

お気に入り欄を使って、カタログ内に普段使うカラムを設定します。

- (1) **カタログ...** をクリックして [GC カラムカタログ] ウィンドウを表示します。



- (2) 検索ボックスを使って絞り込みます

- ① ボックスに検索する文字列を入力します。(例は HP-5ms)

- ② カatalog内で HP-5ms という文字列を持つカラムが表示されます



付録 A カラムカタログの管理

(3) 列フィルター機能を使用して絞り込みます

- ① 列見出しの右上をポイントするとフィルター設定がポップアップします。
長さ欄で 30 (30m) を選びます。

部品番号	説明	お気に入り	長さ (m)	内径 (μm)	膜厚 (μm)	相比	最低温度 ℃	最高温度 ℃	昇温フ... 最高温度	形状	キーワード	コメント	タイムスタンプ
19091S-433	HP-5ms	☒	30	250	0.25	250	-60	325	350	7-inch	HP-5ms		04/19/13 1...
19091S-433E	HP-5ms	☐	30	250	0.25	250	-60	350	350	5-inch	HP-5ms		11/27/12 2...
19091S-433I	HP-5ms	☐	30	250	0.25	250	-60	325	340	7-inch	HP-5ms		11/27/12 2...
19091S-433LTM	HP-5ms	☐	30	250	0.25	250	-60	325	350	LTM	HP-5ms		11/27/12 2...
19091S-433UI	HP-5ms Ultra Inert	☐	30	250	0.25	250	-60	325	350	7-inch	HP-5ms Ultra Inert		11/27/12 2...
19091S-433UIE	HP-5ms Ultra Inert	☐	30	250	0.25	250	-60	325	350	5-inch	HP-5ms Ultra Inert		11/27/12 2...
19091S-433ULTM	HP-5ms Ultra Inert	☐	30	250	0.25	250	-60	325	350	LTM	HP-5ms Ultra Inert		11/27/12 2...
19091S-436	HP-5ms	☐	30	250	0.25	250	-60	325	350	7-inch	HP-5ms		11/27/12 2...
19091S-436E	HP-5ms	☐	30	250	0.25	250	-60	325	350	5-inch	HP-5ms		11/27/12 2...

- ② 同様に内径で 250 μm、膜厚で 0.25 μm を選んで、HP5ms 30m × 0.25mm × 0.25 μm のカラムをカタログから見つけることができます。

部品番号	説明	お気に入り	長さ (m)	内径 (μm)	膜厚 (μm)	相比	最低温度 ℃	最高温度 ℃	昇温フ... 最高温度	形状	キーワード	コメント	タイムスタンプ
19091S-433	HP-5ms	☒	30	250	0.25	250	-60	325	350	7-inch	HP-5ms		04/19/13 1...
19091S-433E	HP-5ms	☐	30	250	0.25	250	-60	350	350	5-inch	HP-5ms		11/27/12 2...
19091S-433I	HP-5ms	☐	30	250	0.25	250	-60	325	340	7-inch	HP-5ms		11/27/12 2...
19091S-433LTM	HP-5ms	☐	30	250	0.25	250	-60	325	350	LTM	HP-5ms		11/27/12 2...
19091S-433UI	HP-5ms Ultra Inert	☐	30	250	0.25	250	-60	325	350	7-inch	HP-5ms Ultra Inert		11/27/12 2...
19091S-433UIE	HP-5ms Ultra Inert	☐	30	250	0.25	250	-60	325	350	5-inch	HP-5ms Ultra Inert		11/27/12 2...
19091S-433ULTM	HP-5ms Ultra Inert	☐	30	250	0.25	250	-60	325	350	LTM	HP-5ms Ultra Inert		11/27/12 2...
29091S-433LTM	HP-5ms LTM Colu...	☐	30	250	0.25	250	-60	325	350	LTM	HP-5ms LTM Colu...		11/27/12 2...
29091S-433ULTM	HP-5ms Ultra Inert;...	☐	30	250	0.25	250	-60	325	350	LTM	HP-5ms Ultra Inert;...		11/27/12 2...
G3900-63001	HP-5ms Ultra Inert;...	☐	30	250	0.25	250	0	0	0	LTM	HP-5ms Ultra Inert;...		11/27/12 2...
G3900-63007	HP-5ms LTM Colu...	☐	30	250	0.25	250	0	0	0	LTM	HP-5ms LTM Colu...		11/27/12 2...

× [長さ (m)] = '30' And [内径 (μm)] = '250' And [膜厚 (μm)] = '0.25' And [メーカー] = 'Agilent' ×

フィルターを編集

- ③ 現在適用されているフィルターはウィンドウ下部に表示されます

(4) 目的のカラムが見つかったら、お気に入りにチェックします。

付録A-3 カラムを追加、修正する方法

- ① 変更するカラムの番号をクリックします。

カラム... キャリブレーション... 消去

カラム出口圧力:
0 psi

	カラム	キャリブレーション結果	注入口	出口	加熱部
↑	1 Agilent 19091S-433. <目録に未登録> P-5ms 80 °C-325 °C (350 °C): 30 m x 250 μm x 0.25 μm	キャリブレーションされていません	フロント注入口	MSD	オープン
↓	2 カラムが取り付けられていない	キャリブレーションされていません	未指定	バック検出器	オープン
	3 カラムが取り付けられていない	キャリブレーションされていません	未指定	その他	オープン
	4 カラムが取り付けられていない	キャリブレーションされていません	未指定	その他	オープン
	5 カラムが取り付けられていない	キャリブレーションされていません	未指定	その他	オープン
	6 カラムが取り付けられていない	キャリブレーションされていません	未指定	その他	オープン

- ② 変更や修正を実施して **OK** をクリックします。

インストール済み GC カラムのプロパティを編集

キャピラリーカラムの寸法

長さ: 30.00 m 内径: 250 μm 膜厚: 0.25 μm

カラムタイプ

☒ キャピラリー ☐ パックド ☐ 複合

最高使用温度: 325 °C
最高温度プログラム: 350 °C
最低温度: -60 °C

追加情報 (オプション)

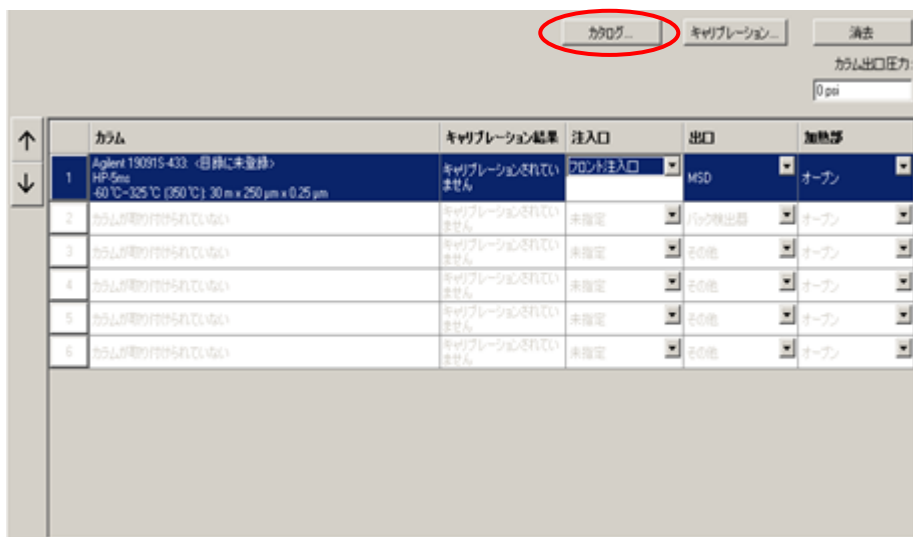
メーカー: Agilent モデル番号: 19091S-433
説明: HP-5ms

カタログから選択... **OK** キャンセル ヘルプ

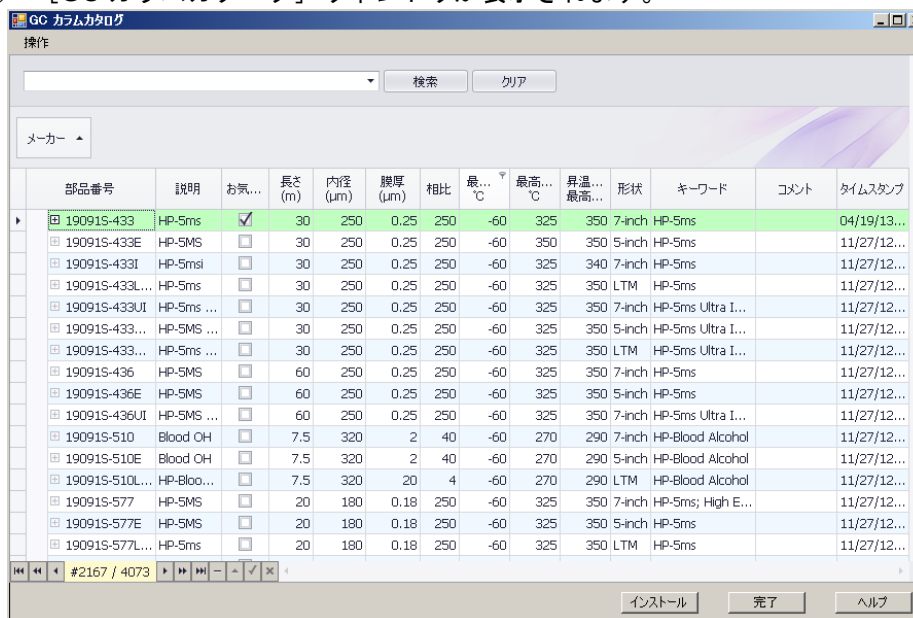
付録 A カラムカタログの管理

付録A-4 カタログからカラムを選択（インストール）する方法

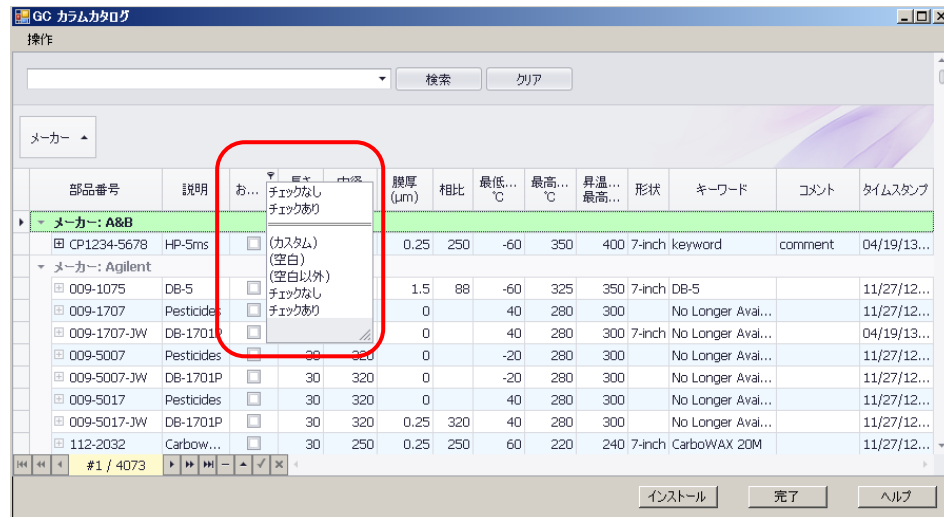
- ① 変更するカラムが反転表示されていることを確認して、**カタログ...**をクリックします。



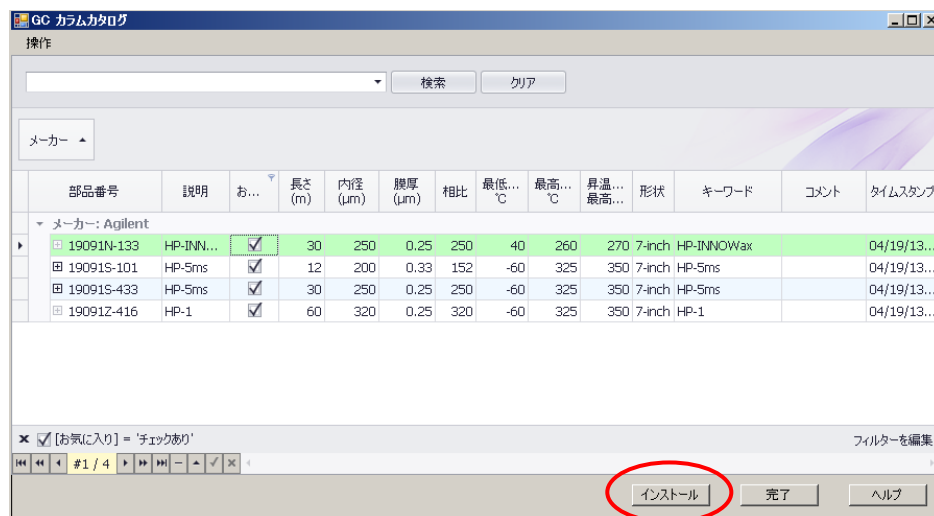
- ② [GC カラムカタログ] ウィンドウが表示されます。

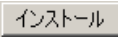


- ③ お気に入りの  をクリックして [チェックあり] でフィルターを掛けます。



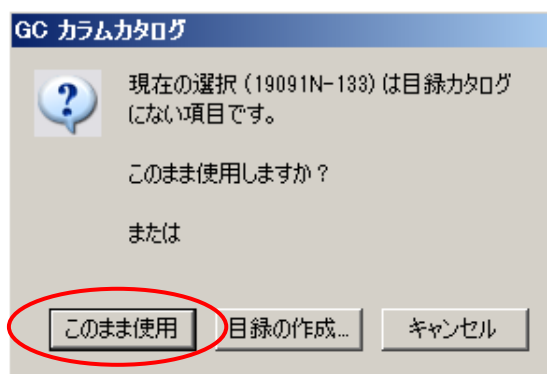
- ④ リストからインストールしたいカラムを選択します。



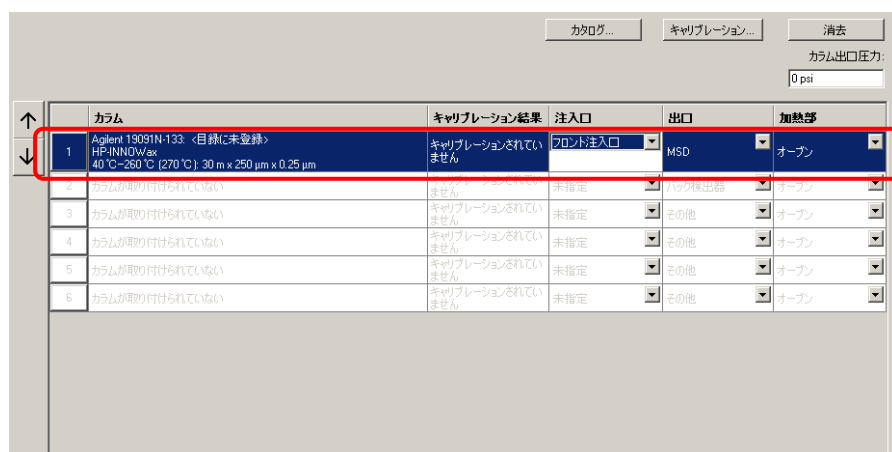
- ⑤  をクリックします。

付録 A カラムカタログの管理

- ⑥ 【GC カラムカタログ】ダイアログボックスで **このまま使用** をクリックします。



- ⑦ カタログで選択したカラムが GC ソフトコンフィグレーションにインストールされます。



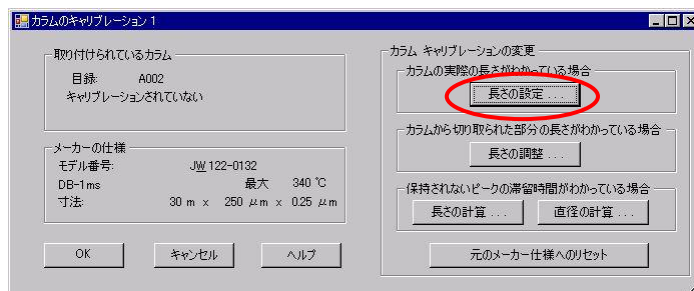
付録A-5 カラムをキャリブレーションする方法（長さの実測が分かっている場合）

汚染を除去するために端を大きくトリミングするなど、既存のカラムに重大な変更を加えたときには、カラムのキャリブレーションを行います。目録を作成しておく（付録 A-6 参照）と、カタログ内にキャリブレーション結果を保存できます。

- ① キャリブレーションするカラムを反転表示させ、キャリブレーション... をクリックします。



- ② 長さの設定... をクリックします。



付録A-6 カラムカタログに目録を作成する

目録を作成することで、キャリブレーション結果をカタログ内に保存できます。同じモデル番号のカラムでも、個々のカラムごとにキャリブレーション結果を保存できます。

- ① **カタログ...** をクリックします。

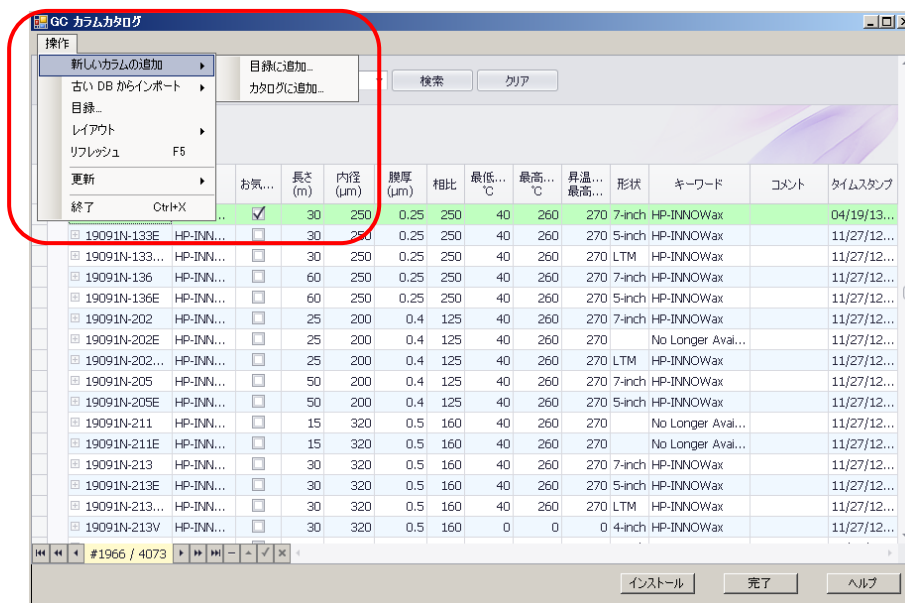
The screenshot shows a window titled 'カタログ...' (Catalog). It contains a table with the following columns: カラム (Column), キャリブレーション結果 (Calibration Result), 注入口 (Injection Port), 出口 (Outlet), and 加熱部 (Heating Section). The first row is highlighted in blue and contains the following data: 1, Agilent 19091N-133. <目録に未登録> (Not registered in the catalog), 28 m x 250 µm, 2013年4月19日 (April 19, 2013), フロント注入口 (Front Injection Port), MSD, and オープン (Open). The subsequent rows are numbered 2 through 6 and contain placeholder text for columns that have not been calibrated.

- ② [GC カラムカタログ] ウィンドウで目録を作成する部品番号を選択します。

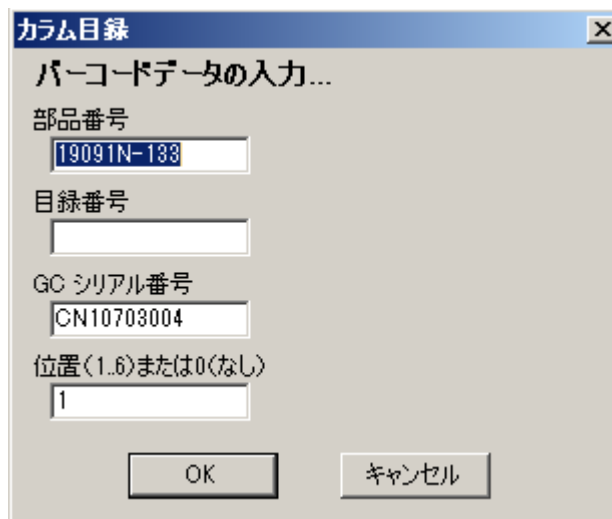
The screenshot shows a window titled 'GC カラムカタログ' (GC Column Catalog). It contains a table with the following columns: 部品番号 (Part Number), 説明 (Description), お気... (Check), 長さ (Length), 内径 (Inner Diameter), 膜厚 (Film Thickness), 相対... (Relative), 最低... (Minimum), 最高... (Maximum), 昇... (Rise), 形状 (Shape), キーワード (Keywords), コメント (Comments), and タイムスタンプ (Timestamp). The first row is highlighted in red and contains the following data: 19091N-133, HP-INN..., [checked], 30, 250, 0.25, 250, 40, 260, 270 7-inch, HP-INNOWax, and 04/19/13... The subsequent rows are numbered 2 through 13 and contain placeholder text for columns that have not been calibrated.

付録 A カラムカタログの管理

- ③ メニューの「操作」-「新しいカラムの追加」-「目録に追加」をクリックします。



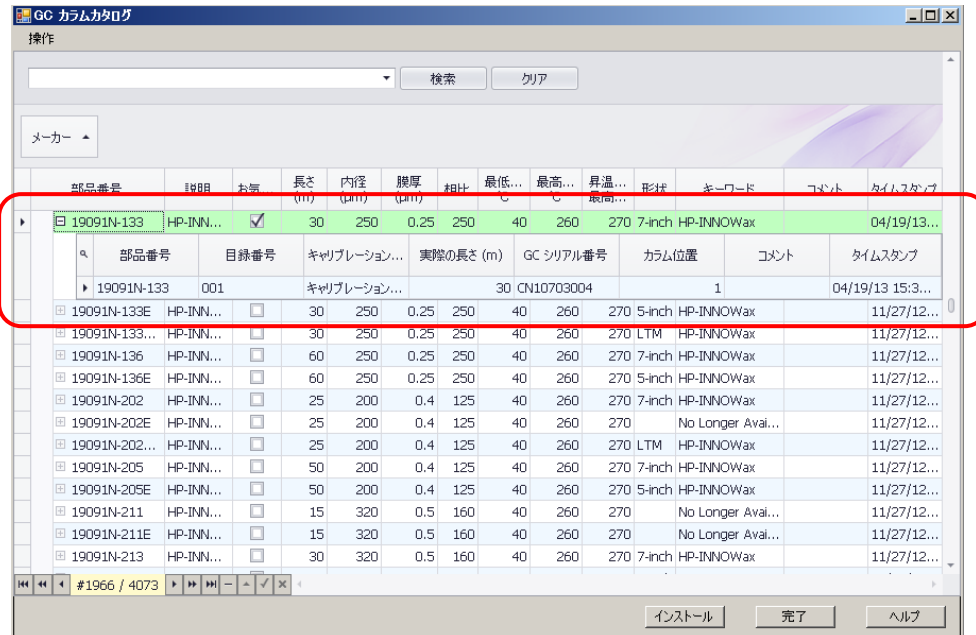
- ④ [カラム目録] ダイアログボックスが表示されます。



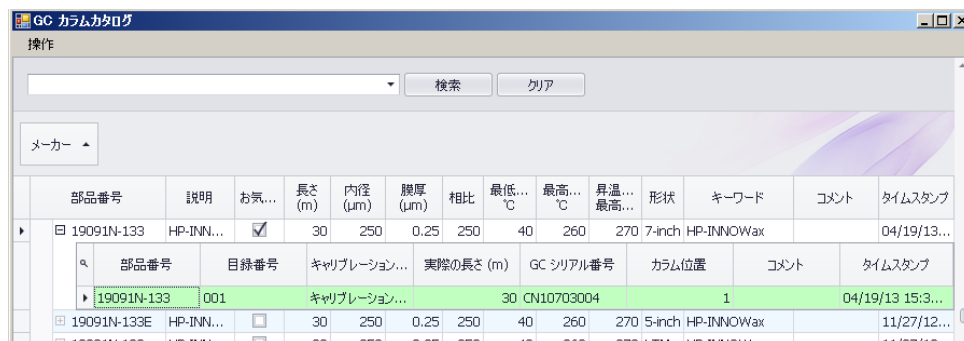
- ⑤ 目録番号（任意）を入力
します

- ⑥  をクリックし
ます。

- ⑦ [GC カラムカタログ] ウィンドウに目録が作成されました。



- ⑧ 目録のカラムを選択して **インストール** をクリックします。



付録 A カラムカタログの管理

- ⑨ カラム欄に目録番号が表示されます。

	カラム	キャリブレーション結果	注入口
1	Agilent 19091N-133: 001 HP-INNOWax 40 °C–260 °C (270 °C): 30 m x 250 µm x 0.25 µm	キャリブレーションされていません	フロント注入口
2	カラムが取り付けられていない	キャリブレーションされていません	未指定

	カラム
1	Agilent 19091N-133: <目録に未登録> HP-INNOWax 40 °C–260 °C (270 °C): 60 m x 250 µm x 0.25 µm

カタログに目録があるかどうかの確認

〔GC カラムカタログ〕ウィンドウの部品番号欄に注目します。
目録が設定されているカラムは  をクリックして目録が表示できます。

部品番号	説明
メーカー: Agilent	
 19091N-... HP-INNO...	
 19091S-... HP-5ms	
 19091S-... HP-5ms	
 19091Z-... HP-1	

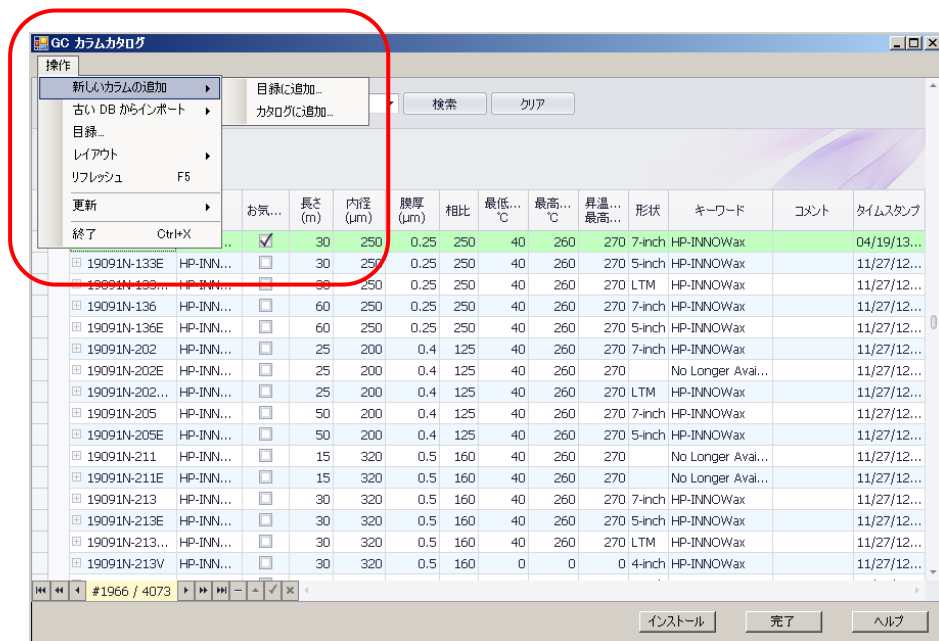
付録A-7 カタログに新しいカラムモデルを追加する

カタログリストに存在しない新しいカラムをカタログに追加する方法を説明します。

- ① **カタログ...** をクリックします。



- ② メニューの [操作] - [新しいカラムの追加] - [カタログに追加] をクリックします。



付録 A カラムカタログの管理

- ③ 開いたダイアログボックスでカラム情報を入力します。
(※下图は、まだパラメーターが未入力です。)

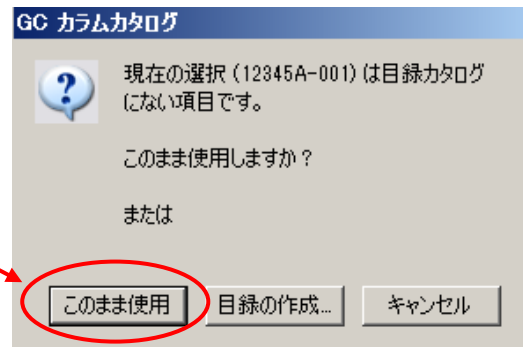
※値が適切で無い場合、黄色になります。

- ④  をクリックします。カタログに新しいカラムモデルが追加されます。

部品番号	説明	お気...	長さ (m)	内径 (μm)	膜厚 (μm)	相比	最低... ℃	最高... ℃	昇温... 最高...	形状	キーワード	コメント	タイムスタンプ
G3900-63032	DB-5ht	☐	30	250	0.1	625	0	0	0	LTM	LTM Column ...		11/27/12...
G3900-63033	DB-5ht	☐	15	250	0.1	625	0	0	0	LTM	LTM Column ...		11/27/12...
G3900-63034	DB-WAX	☐	15	250	0.5	125	0	0	0	LTM	LTM Column ...		11/27/12...
G3900-63035	DB-WAX	☐	30	250	0.5	125	0	0	0	LTM	LTM Column ...		11/27/12...
G3900-63036	INNOWax	☐	20	180	0.18	250	0	0	0	LTM	LTM Column ...		11/27/12...
G3900-63037	HP-VOC	☐	30	200	1.12	45	0	0	0	LTM	LTM Column ...		11/27/12...
G3900-63038	HP-5ms Ultra Inert	☐	15	250	0.25	250	0	0	0	LTM	LTM Column ...		11/27/12...
G3900-63039	HP-5ms Ultra Inert	☐	20	180	0.18	250	0	0	0	LTM	LTM Column ...		11/27/12...
G3900-63040	HP-1ms	☐	20	180	0.18	250	0	0	0	LTM	LTM Column ...		11/27/12...
G3900-63041	HP-1ms	☐	30	250	0.1	625	0	0	0	LTM	LTM Column ...		11/27/12...
G3900-63042	HP-1ms	☐	15	250	0.25	250	0	0	0	LTM	LTM Column ...		11/27/12...
12345A-001	新しいカラムモデルの登録	☐	30	250	0.25	250	-60	350	400				04/19/13...

- ⑤ 追加したカラムが選択されていることを確認して **インストール** をクリックします。

- ⑥ [GC カラムカタログ] ダイアログボックスに **このまま使用** をクリックします。

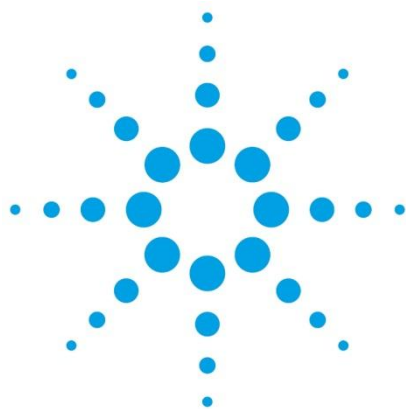


- ⑦ 新しいカラムが GC ソフトコンフィグレーションにインストールされます。

	カラム	キャリブレーション結果	注入口	出口	加熱部
	NEW 12345A-001: <目録に未登録> 新しいカラムモデルの登録 -60 °C -350 °C (400 °C), 30 m x 250 µm x 0.25 µm	キャリブレーションされていません	フロント注入口	MSD	オープン
2	カラムが取り付けられていない	キャリブレーションされていません	未指定	バック検出器	オープン
3	カラムが取り付けられていない	キャリブレーションされていません	未指定	その他	オープン
4	カラムが取り付けられていない	キャリブレーションされていません	未指定	その他	オープン
5	カラムが取り付けられていない	キャリブレーションされていません	未指定	その他	オープン
6	カラムが取り付けられていない	キャリブレーションされていません	未指定	その他	オープン

付録 A カラムカタログの管理



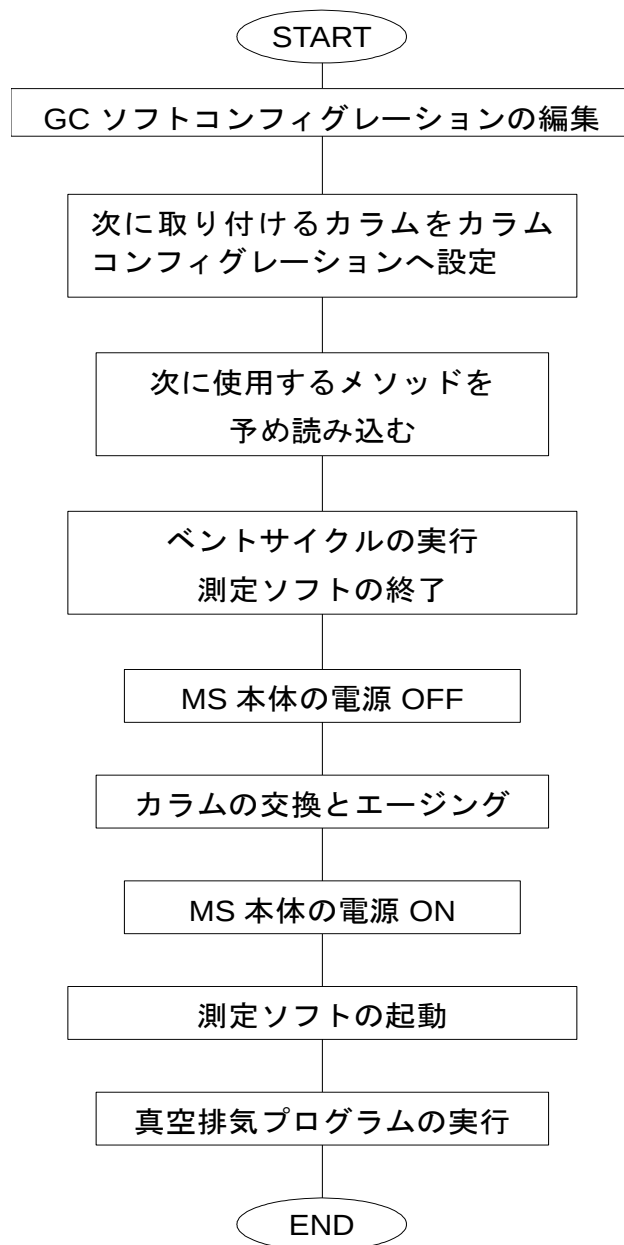


付録B カラムの交換手順

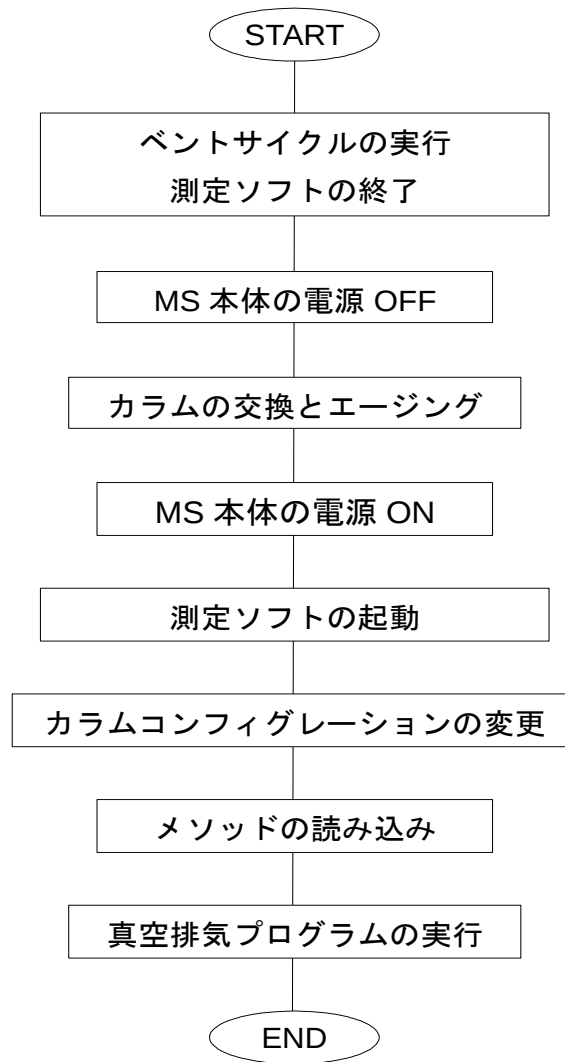
付録 B-1	
最初にソフトウェアの設定を変更する方法	B-5
付録 B-2	
最初にベントサイクルを実施する方法	B-13

付録 B カラムの交換手順

＜最初にソフトウェアの設定を変更する方法＞



＜最初にベントサイクルを実施する方法＞



付録 B カラムの交換手順

カラムを交換する場合、予め交換するカラムの条件に測定ソフトを設定後、ベントサイクルを実行してカラム交換を実施する方法と、ベントサイクルを実行してカラム交換を実施した後に、マスハンターソフトウェア上で交換したカラムの条件を設定するという2つの方法があります。

これらの2つの方法は、それぞれ以下のような特徴があります。

それぞれの特徴を理解した上で、お好みの方法でカラム交換を行います。

＜最初にソフトウェアの設定を変更する方法＞

ベントサイクルを実施する前に次に接続するカラムの条件を設定します。

測定ソフトを終了する前に次のメソッドを読み込んでいるため、カラムの交換後にマスハンターソフトウェアを起動した時には、ハードウェアとソフトウェアのコンフィグレーションが一致しています。そのため、測定ソフト起動時にメソッド変換の画面が現れません。カラム交換前に設定を行うので、カラム交換後の作業が簡単でスムーズです。

ただし、カラムを交換する前に次に接続するカラム条件のメソッドを読み込むため、短時間ではありますが、カラムの読み込みからベントサイクル実行までの間、メソッドが実際のカラムとは違う設定になります。

したがって、最高使用温度の低いカラムから最高使用温度の高いカラムへ交換する場合で、インターフェイス温度が現在使用しているカラムに比べて高く設定されている時には、現在取り付けているカラムの液相にダメージを与える恐れがあります。

この方法でカラムの交換を実施する場合には、次に読み込むメソッドの設定を十分理解した上で作業を行う必要があります。

＜最初にベントサイクルを実施する方法＞

前準備をすることなく、ベントサイクルを実行できます。

カラムの交換前に設定の変更がないため、メソッドが実際のカラムと違った設定になることはありません。

カラム交換後にエージングを実施する場合、7890GC 本体には以前のカラム情報が残っているため、GC のキーボードから次のカラム情報を設定する必要があります。

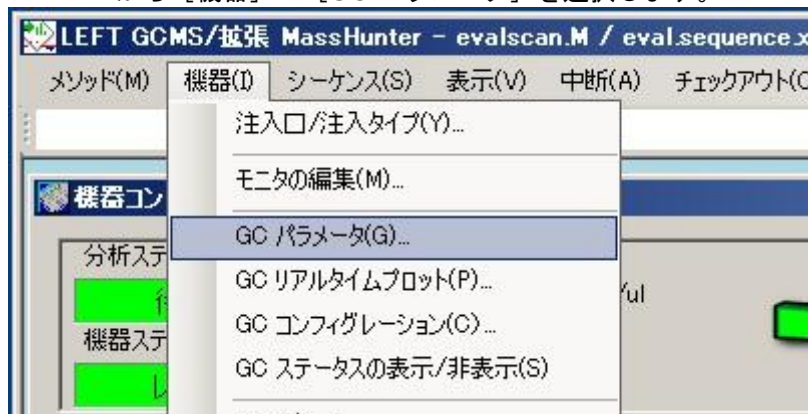
また、カラム交換後の測定ソフト起動時には、ハードウェアとソフトウェアのコンフィグレーションが一致しないため、メソッド変換の画面が表示されます。その際、誤ってメソッドを保存してしまうと、交換前のカラムで使用していたメソッドの内容が変更されてしまいます。

ここにある手順に従って操作を行うことにより、そのような誤操作を回避します。

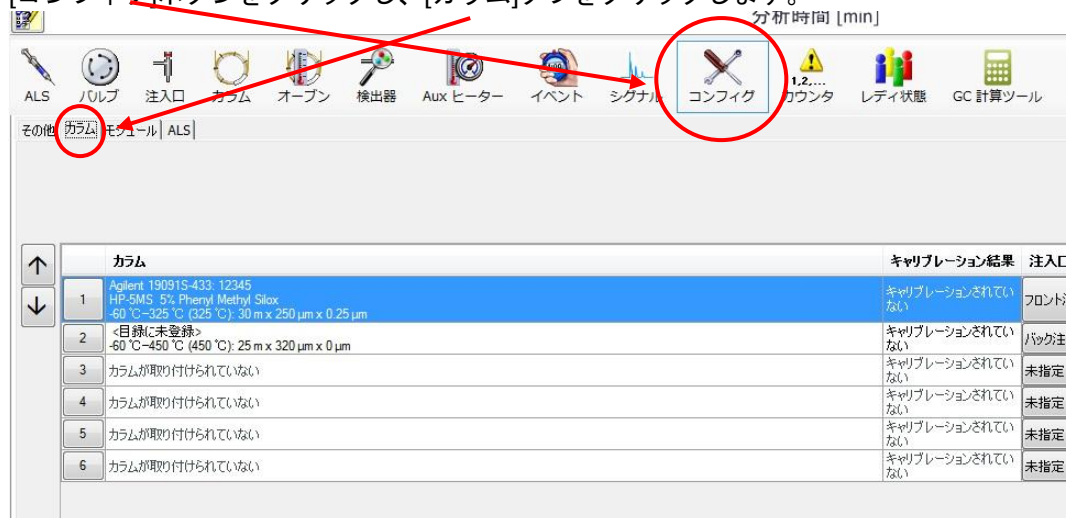
付録B-1 最初にソフトウェアの設定を変更する方法

(1) コンフィグレーションを次に交換するカラムに設定する

メニューから「機器」－「GC パラメータ」を選択します。

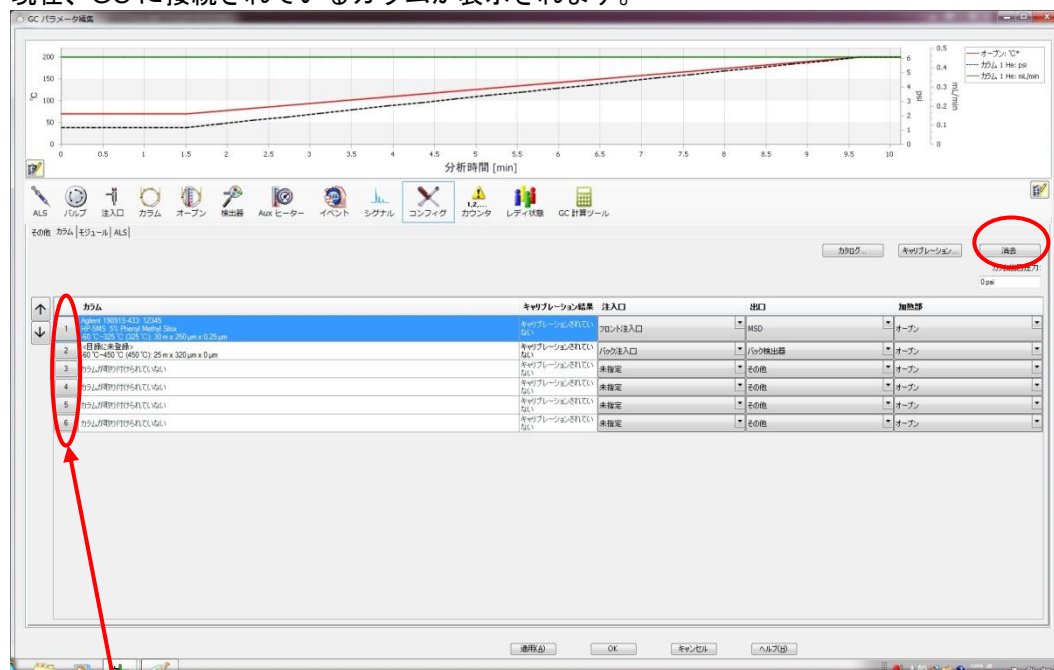


[コンフィグ]ボタンをクリックし、[カラム]タブをクリックします。



付録 B カラムの交換手順

現在、GCに接続されているカラムが表示されます。



1 から 6 ボタンのうち、変更したいカラムのボタンをクリックします。

注意

コンフィグレーションに表示されているカラムは、実際の状態と同じにしておきます。注入口に接続されていないカラムは消去して、カラムを未接続な状態でリストに残さないようにしてください。

該当するカラムのボタンを選択後、 ボタンクリックで消去出来ます。

GC カラムのプロパティの編集画面が表示されます。

インストール済み GC カラムのプロパティを編集

キャピラリー カラムの寸法

長さ: 30.00 m 内径: 250 μm 膜厚: 0.25 μm

カラムタイプ

☒ キャピラリー 最高使用温度: 325 °C

☐ パックド 最高温度プログラム: 325 °C

☐ 複合 最小温度: -60 °C

追加情報 (オプション)

メーカー: Agilent モデル番号: 19091S-433

説明: HP-5MS 5% Phenyl Methyl Silox

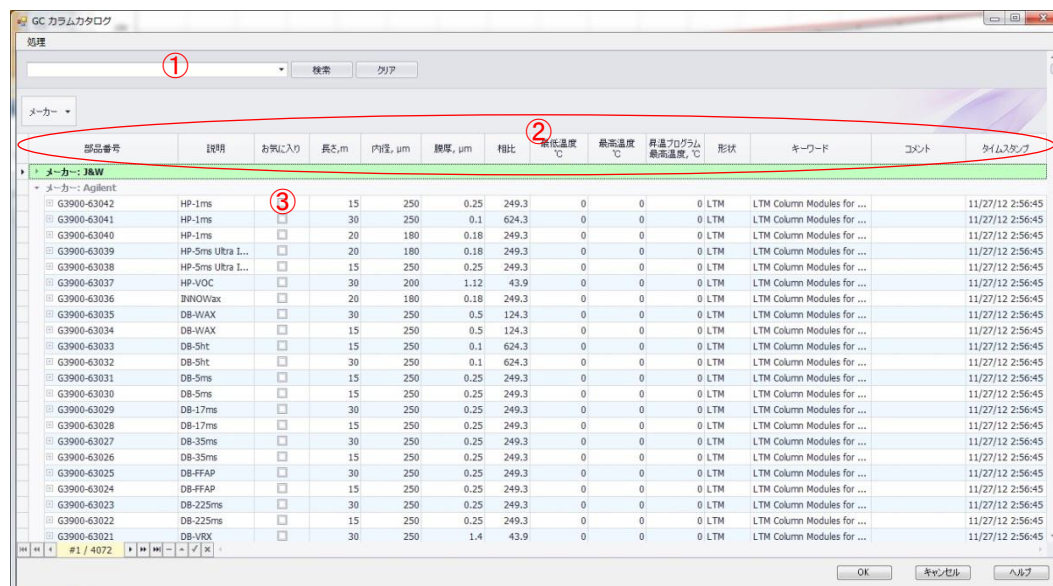
カタログから選択... OK キャンセル ヘルプ

ここで、全ての項目を手動で入力して反映させることができます。

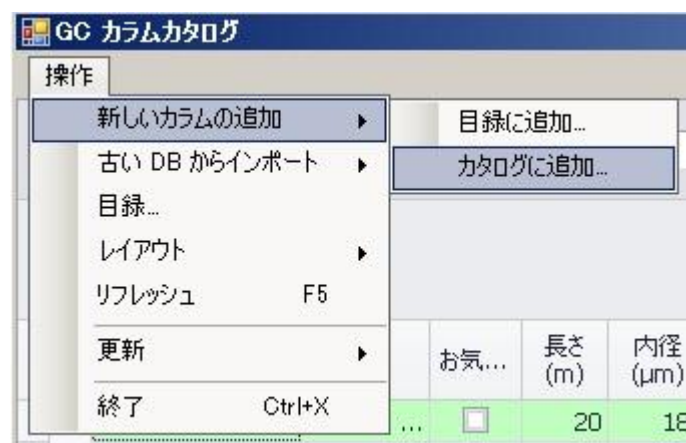
各項目を訂正・入力後、 で反映されます。

もうひとつの方法は、 をクリックし、一覧から選択します。

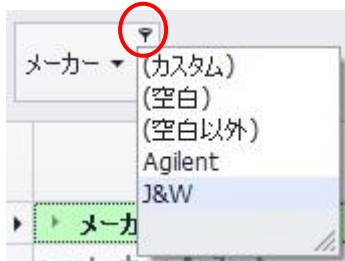
付録 B カラムの交換手順



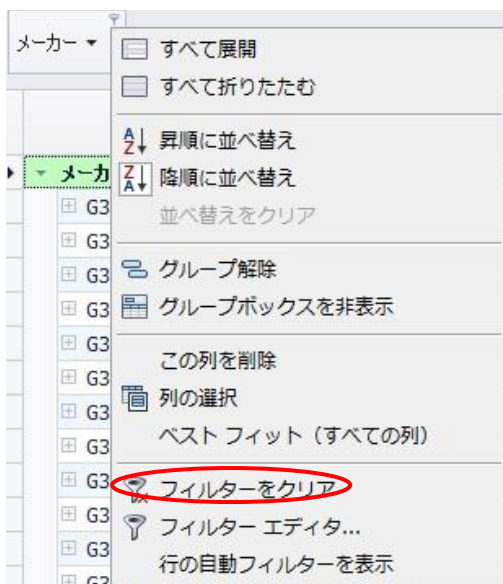
- ① 色々な文字列で検索できます。（製品番号など）
- ② 各タブをクリックすると、そのタブの項目で昇順<>降順でソートされます。
- ③ 所有しているカラムの「お気に入り」にチェックを入れてソートすると便利です。



「操作」>「新しいカラムの追加」>「カタログに追加」でデータベースにカラムを追加出来ます。



各タブ（この例では「メーカー」）右上にマウスを持って行き、現れるマークをクリックすると、そのタブ内の一覧が表示されます。
一覧から選択を行うと、フィルタリングをかけることができます。



フィルタリングのクリアは、タブを右クリックして、現れるメニューから「フィルターをクリア」を選択します。

該当するカラムを選んだら、 をクリックします。

付録 B カラムの交換手順

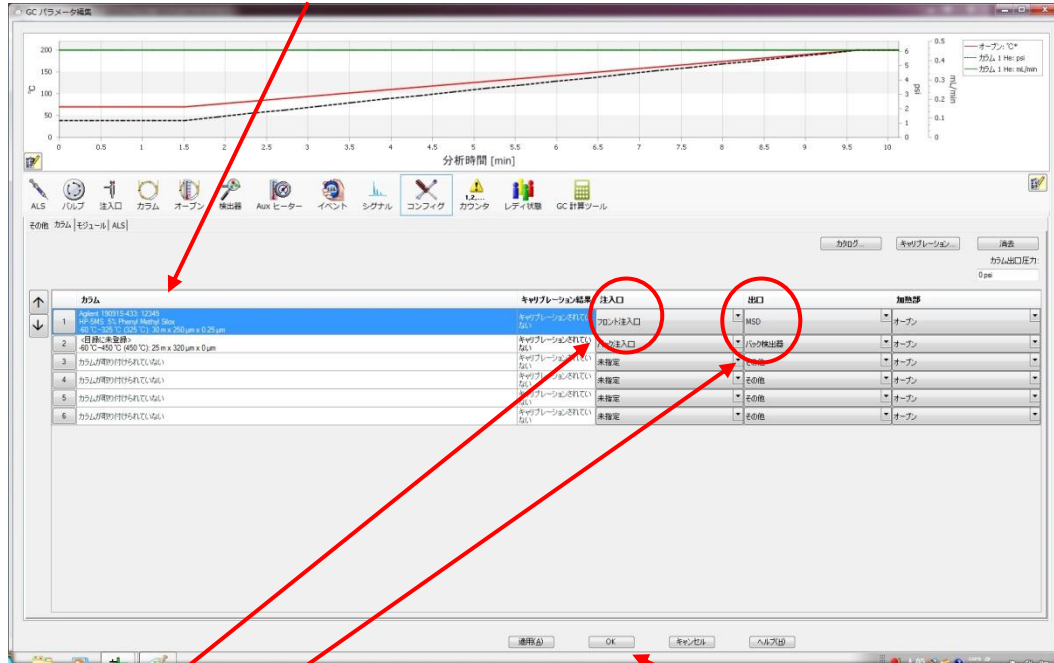


目録の作成選択が出ますので、**このまま使用**をクリックします。

〔目録の作成〕を選択すると、同じ型番のカラムを目録として複数設定を持つことが出来ます。（シリアル番号で使い分けたい時など。）

※：カラムカタログの扱いについては、付録 A「カラムカタログの管理」も参照ください。

カラム欄に選択したカラムが入力されます。



接続する注入口、出口などに間違いが無い確認を行い、**OK** をクリックします。

カラム情報が正しくダウンロードされたことを、GC 本体から確認します。

(2) 次に使用するメソッドの読み込み

メニューから [メソッド] - [メソッドの読み込み] を選択します。

GC のコンフィグレーションと読み込んだメソッドのコンフィグレーションが一致しているため、メソッド変換の画面 (GC パラメータの編集画面) が表示されることなくメソッドが読み込まれます。

メソッド変換の画面 (GC パラメータの編集画面) が表示された場合は、**OK** や **適用** ボタンをクリックする前に、読み込んだメソッドに間違いが無い十分確認を行います。

また、すぐにベントサイクルを実施しない場合は、GC 本体もしくは測定ソフトから MS インターフェイスのヒータを OFF にします。

注意

読み込んだメソッドの条件（特に MS インターフェイスの温度）が実際に取り付けられているカラムの最高使用温度を超えている場合、カラムの液相を損傷してしまう恐れがあります。このような恐れを回避するために、ただちに以下のようにベントサイクルを実施するか、MS インターフェイスの温度を OFF にします。

(3) ベントサイクルの実行

1 1 章－2 の手順に従い、ベントサイクルを実施します。

(4) MS 本体の電源を OFF にし、カラムの交換を行います。

必要に応じて、カラムのエージングを実施します。

エージングの条件は、GC 本体キーボードより設定します。

(5) MS にカラムを接続し、サイドプレートを押しながら MS 本体の電源を ON にします。

(6) 測定ソフトの起動

最後に読み込んだメソッド（これから使用するメソッド）が読み込まれます。

ハードウェアとソフトウェアのコンフィグレーションが一致しているため、メソッド変換の画面が表示されることはありません。

注意

測定ソフトの終了後、GC のキーボードからコンフィグレーション（カラム情報や最高使用温度など）を変更してしまうと、メソッドのコンフィグレーションと一致なくなり、マスハンターソフトウェア起動時にメソッド変換の画面が表示されます。

(7) 真空排気プログラムの実行

1 章－3 手順に従い、真空排気プログラムを実施します。

注意

真空排気プログラムが終了しても、真空度が安定するまでには時間がかかります。

付録B-2 最初にベントサイクルを実施する方法

(1) ベントサイクルの実行

1 1 章-2 の手順に従い、ベントサイクルを実施します。

(2) MS 本体の電源を OFF にし、カラムの交換を行います。

GC 本体には、交換前のカラム情報が登録されているので、カラムの条件をキーボードから変更します。

カラムにキャリアガスが流れていることを確認して、必要に応じてカラムのエージングを行います。

(3) MS にカラムを接続し、サイドプレートを押しながら MS 本体の電源を ON にします。

(4) 測定ソフトの起動

ソフトは起動時に、交換前のカラムのメソッドを読み込みます。

ハードウェアとソフトウェアのコンフィグレーションが一致しないため、メソッド変換の画面が表示されます。

ボタンが選択できない状態の場合は、 をクリックします。
表示されたパラメータが GC 本体へダウンロードされます。

MS 温度の画面が表示されます。

ゾーン	実測	設定	限界値
MS イオン源	100	200	250
MS 四重極	100	150	200

適用(A) OK キャンセル ヘルプ(H)

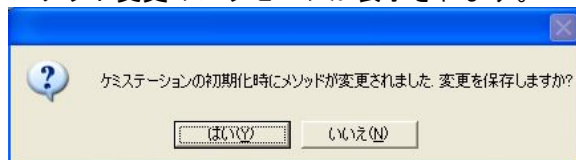
ボタンをクリックすると設定温度が MS 本体へダウンロードされます。

注意

リークの恐れがある場合は、 をクリックしてリークチェックを行います。リークが無いことを確認した上で設定温度を MS 本体へダウンロードします。

付録 B カラムの交換手順

メソッド変更のメッセージが表示されます。



いいえ(N) を選択し、メソッドの保存をキャンセルします。

注意

ここでは必ず **いいえ(N)** を選択します。誤って **はい(Y)** を選択すると交換前のカラムで使用していたメソッドの内容が変更されてしまいます。

(5) 真空排気プログラムの実行

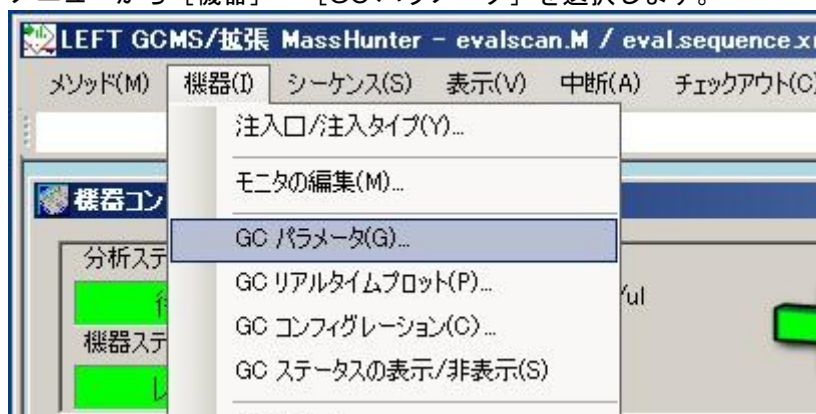
1 章－3 手順に従い、真空排気プログラムを実施します。

注意

真空排気プログラムが終了しても、真空度が安定するまでには時間がかかります。

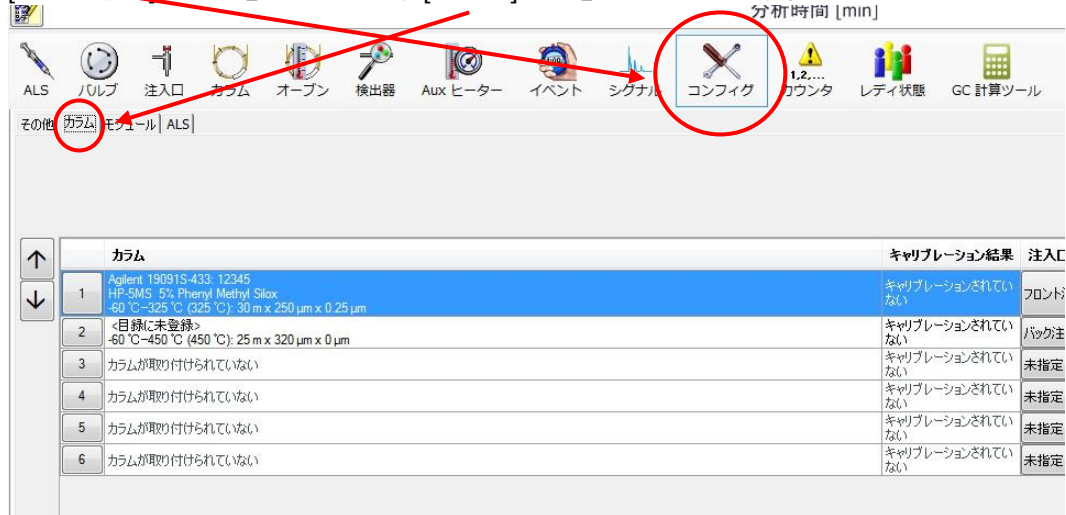
(6) カラムの設定を変更する

メニューから [機器] - [GC パラメータ] を選択します。



付録 B カラムの交換手順

[コンフィグ]ボタンをクリックし、[カラム]タブをクリックします。



カラムを交換した際に GC 本体から入力したカラム情報が表示されます。

1 から 6 ボタンのうち、該当するカラムのボタンをクリックします。

注意

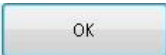
コンフィグレーションに表示されているカラムは、実際の状態と同じにしておきます。
注入口に接続されていないカラムは消去して、カラムを未接続な状態でリストに残さない
ようにしてください。

該当するカラムのボタンを選択後、消去 ボタンクリックで消去出来ます。

付録 B カラムの交換手順

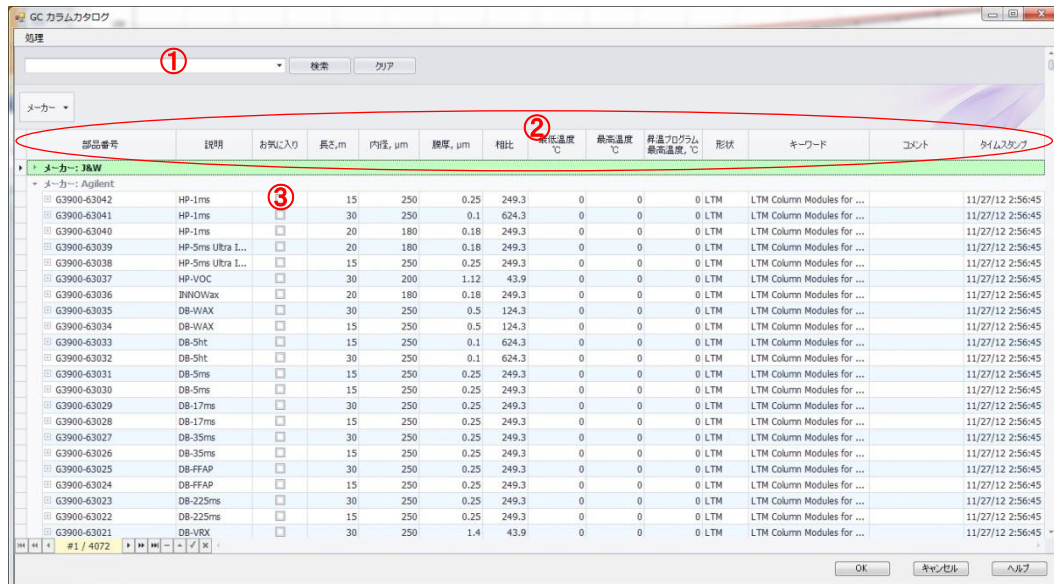
GC カラムのプロパティの編集画面が表示されます。

ここで、全て項目を手動で入力して反映させることができます。

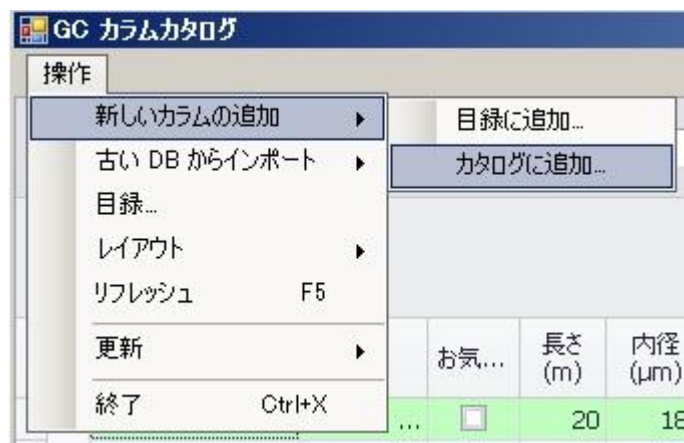
各項目を訂正・入力後、 で反映されます。

もうひとつの方法は、 をクリックし、一覧から選択します。

付録 B カラムの交換手順



- ① 色々な文字列で検索できます。（製品番号など）
- ② 各タブをクリックすると、そのタブの項目で昇順<>降順でソートされます。
- ③ 所有しているカラムの「お気に入り」にチェックを入れてソートすると便利です。



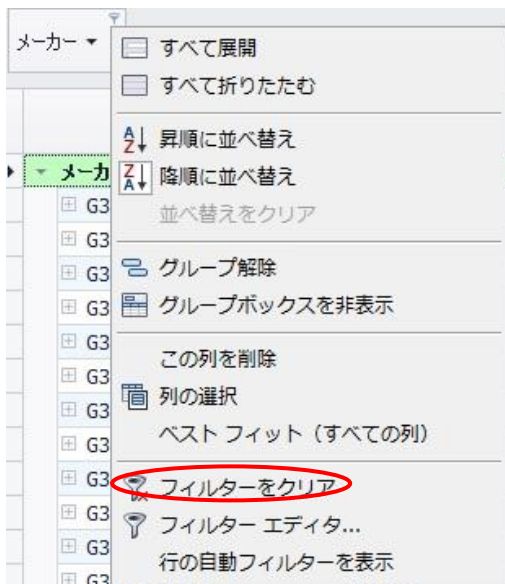
「操作」>「新しいカラムの追加」>「カタログに追加」でデータベースにカラムを追加出来ます。

付録 B カラムの交換手順



各タブ（この例では「メーカー」）右上にマウスを持って行き、現れるマークをクリックすると、そのタブ内の一覧が表示されます。

一覧から選択を行うと、フィルタリングをかけることができます。



フィルタリングのクリアは、タブを右クリックして、現れるメニューから「フィルターをクリア」を選択します。

該当するカラムを選んだら、 をクリックします。



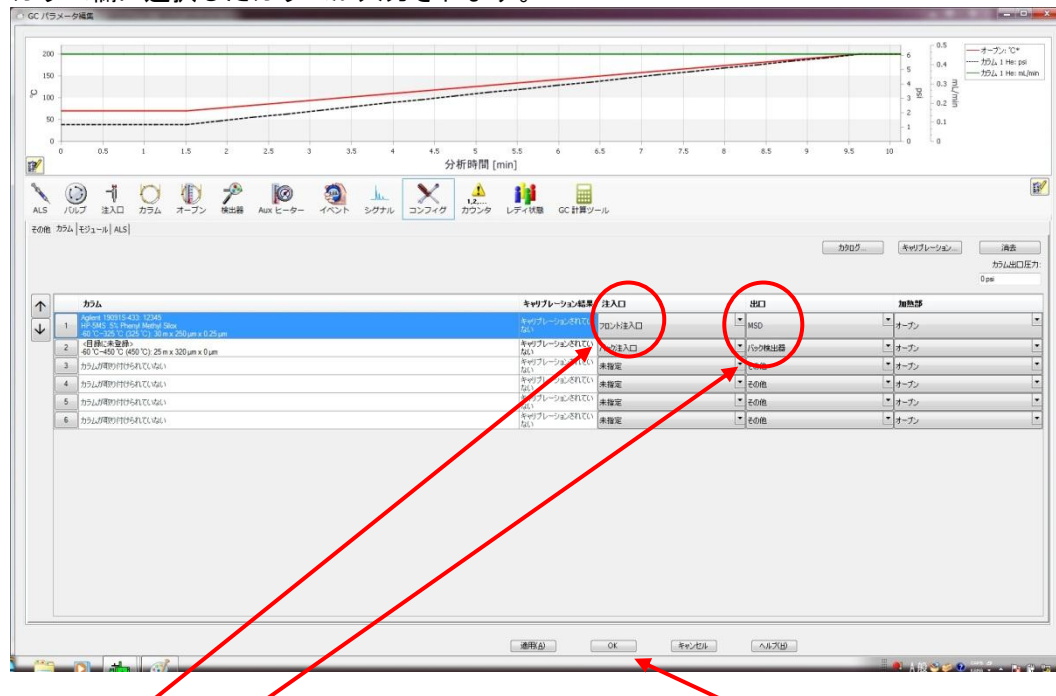
目録の作成選択が出ますので、**このまま使用**をクリックします。

〔目録の作成〕を選択すると、同じ型番のカラムを目録として複数設定を持つことが出来ます。（シリアル番号で使い分けたい時など。）

※：カラムカタログの扱いについては、付録 A「カラムカタログの管理」も参照ください。

付録 B カラムの交換手順

カラム欄に選択したカラムが入力されます。



接続する注入口、出口などに間違いが無いか確認を行い、**OK** をクリックします。

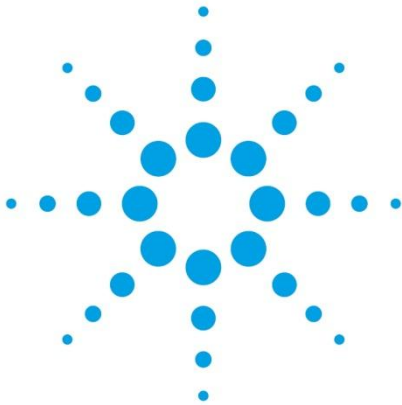
カラム情報が正しくダウンロードされたことを、GC 本体から確認します。

(7) 使用するメソッドの読み込み

メニューから [メソッド] - [メソッドの読み込み] を選択します。

GCのコンフィグレーションと読み込んだメソッドのコンフィグレーションが一致しているため、メソッド変換の画面（GCパラメータの編集画面）が表示されることなくメソッドが読み込まれます。

メソッド変換の画面（GCパラメータの編集画面）が表示された場合は、**OK** や **適用** ボタンをクリックする前に、読み込んだメソッドに間違いが無いか十分確認を行います。



付録C マウスアクション

付録 C-1	データ解析マウスアクション	C-2
付録 C-2	TIC 画面のマウスアクション	C-3
付録 C-3	スペクトル画面のマウスアクション	C-8

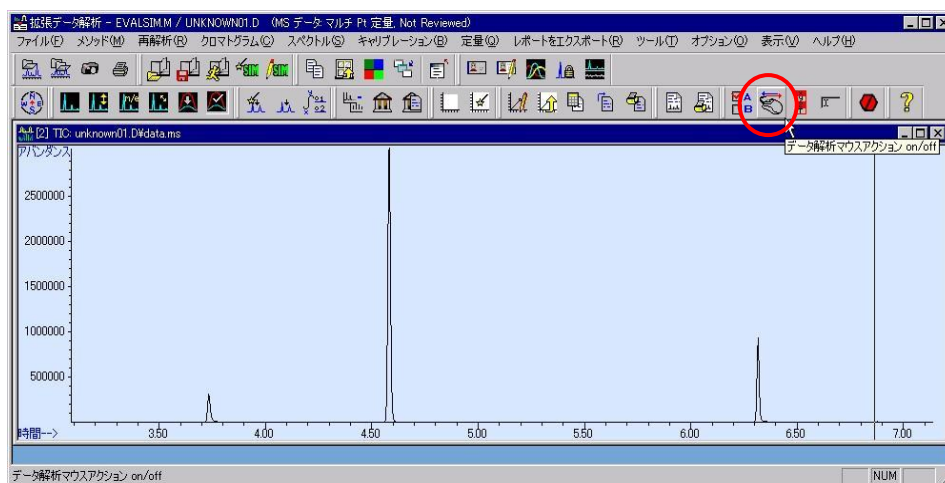
付録 C マウスアクション

付録C-1 データ解析マウスアクション

データ解析で使用するマウスの右クリック機能を、従来の機能から、右クリックメニューに切り替えます。この機能をオンにすると従来は特殊なコマンド等で行っていた操作を、簡単な右クリックだけで行えるようになります。例えば、イオンクロマトグラムの表示などをより簡単に行うことができます。

マウスアクションモードの切り替え

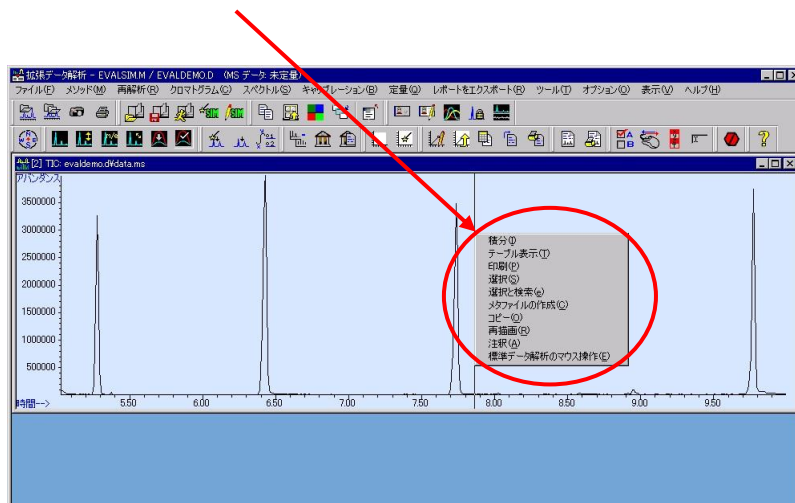
ツールバーにある  (マウスアクション on/off アイコン) をクリックします。このアイコンをクリックする度に、マウスアクション機能のオン/オフが切り替わります。



標準データ解析のマウス操作に戻す場合は、 アイコンを再度クリックするか、右クリックメニューから「標準データ解析のマウス操作」を選択します。

付録C-2 TIC 画面のマウスアクション

- (1)  (データファイル読み込みアイコン) をクリックしてデータファイルを読み込み、TIC を表示させておきます。
- (2) まだ実施していない場合には  (マウスアクション on/off アイコン) をクリックしてマウスアクションモードをオンにします。
- (3) TIC 画面上で右クリックすると TIC のマウスアクションメニューが表示されます。



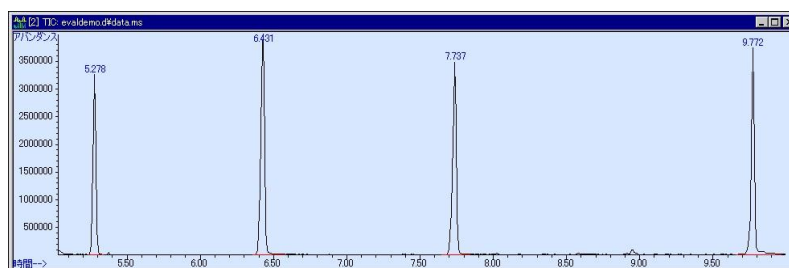
付録 C マウスアクション

<TIC 画面マウスアクションメニュー一覧>

積分	[クロマトグラム] – [積分] 現在指定されている積分パラメータで積分を実行し、TIC を表示します。
テーブル表示	現在表示されているクロマトグラムの数値データ、および認識されているピークの積分結果を表示します。
印刷	トータルイオンクロマトグラムを印刷します。
選択	右クリックした位置（リテンションタイム）のスペクトルを表示します。標準のマウス操作の右ダブルクリックと同じ機能です。
選択と検索	上記の〔選択〕で実施されるスペクトルの表示に加えてライブラリ検索が実行され、結果を表示します。
メタファイルの作成	現在表示されているスケールでデータの TIC から画像メタファイルが作成されます。メタファイルはデータファイルディレクトリ内に保存されます。文書へのクロマトグラムの挿入等に使用できます。
コピー	ウィンドウ#2（TIC 画面）がクリップボードにコピーされます。そのままペーストすると、簡単に文書へクロマトグラムを挿入できます。
再描画	クロマトグラムを再描画します。
注釈	クロマトグラム上に注釈を加えます。
標準データ解析のマウス操作	標準のマウス操作モードに戻ります。

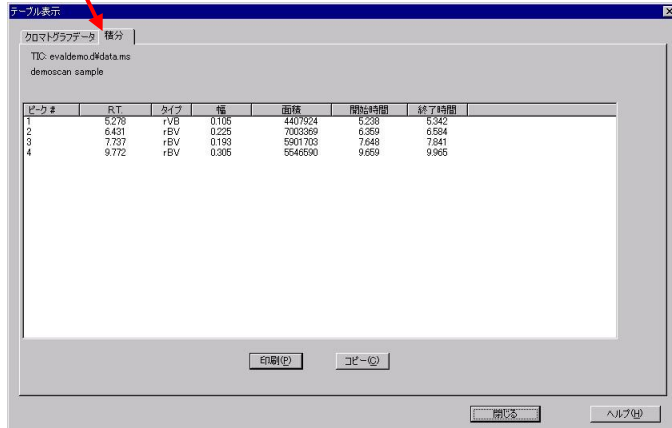
(4) 積分

現在指定されている積分パラメータで積分を実行します。
積分されたピークにリテンションタイムとベースラインが表示されます。



(5) テーブル表示

「積分」タブをクリックします。



テーブル表示

TIC: evaldemo.d\data.ms
demo scan sample

ピーク #	RT	タイプ	幅	面積	開始時間	終了時間
1	5.278	rVB	0.105	4407924	5.238	5.342
2	6.431	rBV	0.225	7003369	6.359	6.584
3	7.737	rBV	0.193	5901703	7.648	7.841
4	9.772	rBV	0.305	5546590	9.659	9.955

印刷(P) コピー(C) 閉じる ヘルプ(H)

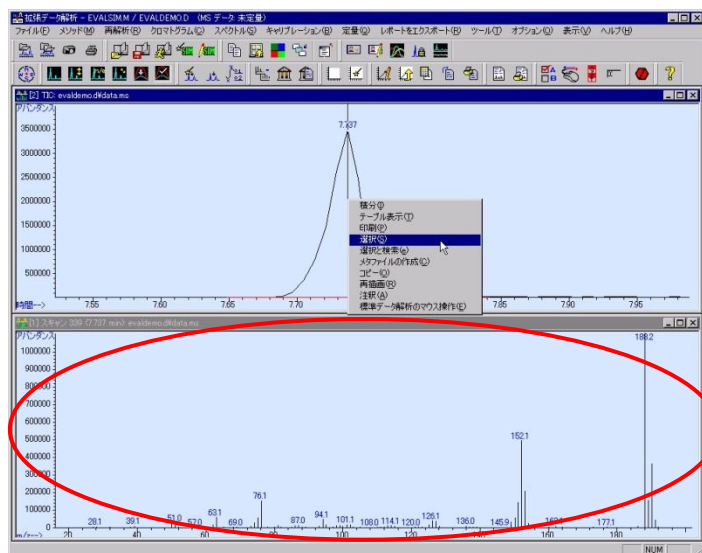
積分結果が表形式で表示されます。この画面から内容を印刷したり、クリップボードへコピーしたりすることができます。

(6) 選択

① マウスカーソルを TIC 上のスペクトル表示したいリテンションタイムに合わせ、右クリックし、「選択」を選びます。

② スペクトルが表示されます。

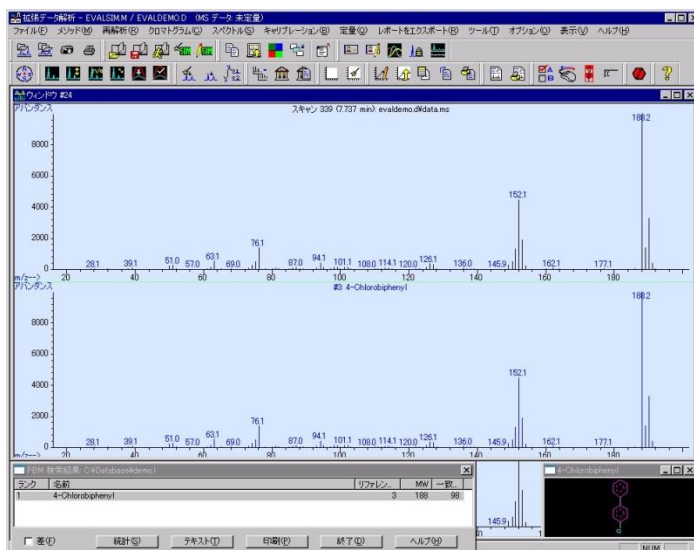
この機能は、標準マウス操作の右ダブルクリックに相当します。



付録 C マウスアクション

(7) 選択と検索

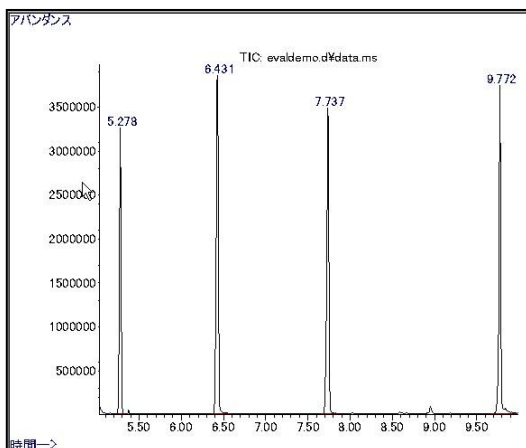
マウスカーソルを TIC 上のスペクトル表示したいリテンションタイムにあわせ、右クリックし、「選択と検索」を選びます。



右クリックしたリテンションタイムでのスペクトルとそのライブラリ検索結果が表示されます。

(8) メタファイルの作成

クロマトグラム上の任意の位置で右クリックし「メタファイルの作成」をクリックします。

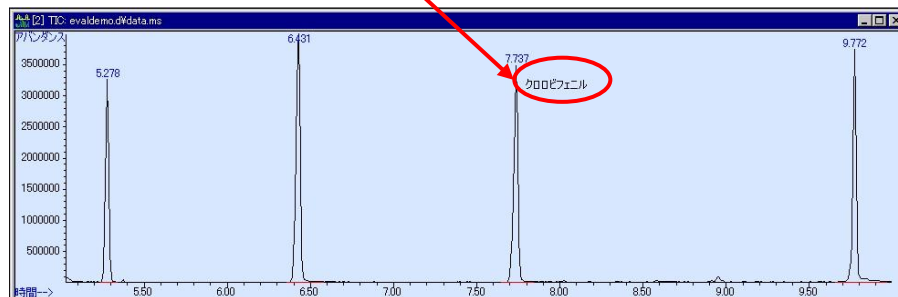
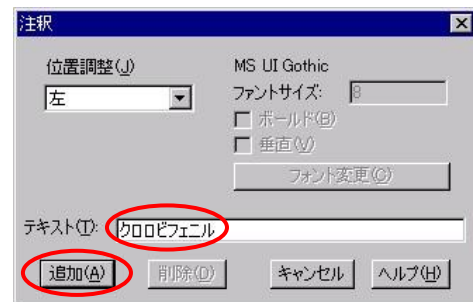


現在表示中のスケールで TIC のメタファイル画像が作成されます。

メタファイルはデータファイルディレクトリ内に.wmf の拡張子で保存されます。

(9) 注釈

- ① クロマトグラム上の注釈を表示したい位置で右クリックし「注釈」を選択します。
- ② 注釈ダイアログボックスでテキスト欄に注釈の内容を入力します。
- ③ 追加ボタンをクリックします。
- ④ TIC 上に注釈が表示されます。



(10) 注釈の削除

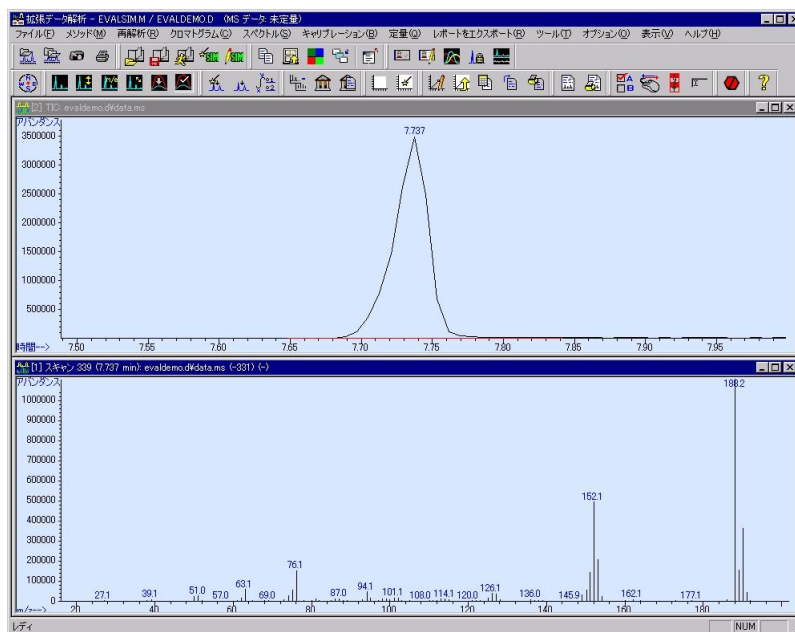
- ① 注釈を削除する場合は、削除したい注釈の上にマウスカーソルを合わせ、左右同時にマウスボタンをクリックします。
- ② テキストの内容を確認して **削除(D)** ボタンをクリックします。
- ③ クロマトグラムから注釈が削除されます。



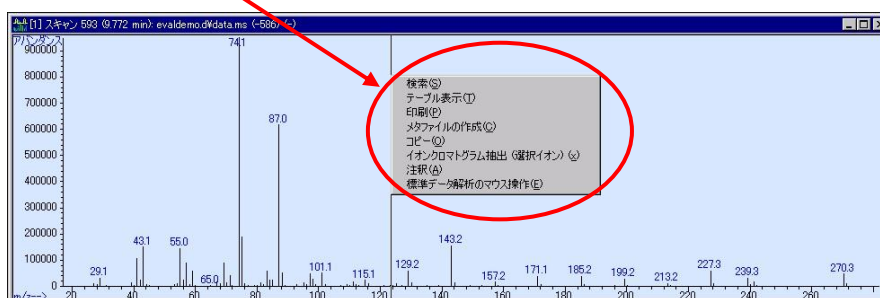
付録 C マウスアクション

付録C-3 スペクトル画面のマウスアクション

- (1)  (データファイル読み込みアイコン) をクリックしてデータファイルを読み込み、スペクトルを選択し、ウィンドウ#1 にスペクトルを表示させておきます。
- (2) まだ実施していない場合には  (マウスアクション on/off アイコン) をクリックしてマウスアクションモードをオンにします。



- (3) スペクトル画面上で右クリックすると TIC のマウスアクションメニューが表示されます。

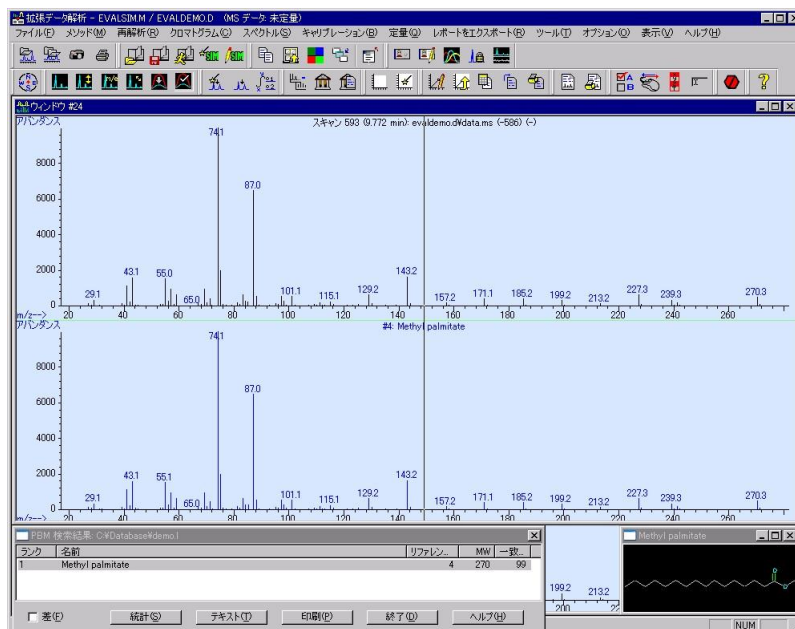


<スペクトル画面マウスアクションメニュー一覧>

検索	現在表示されているスペクトルのライブラリ検索を実行します。
テーブル表示	スペクトルを数値化したテーブルを表示します。
メタファイルの作成	現在表示されているスペクトルの、画像メタファイルが作成され、データファイルディレクトリに保存されます。文書へのスペクトル図挿入等に使用できます。
コピー	スペクトルがクリップボードにコピーされます。
イオンクロマトグラム抽出 (選択イオン)	クリックした位置 (m/z、イオン) のイオンクロマトグラムを抽出して表示します。
注釈	スペクトル上に注釈を加えます。
標準データ解析のマウス操作	標準のマウス操作モードに戻ります。

(4) 検索

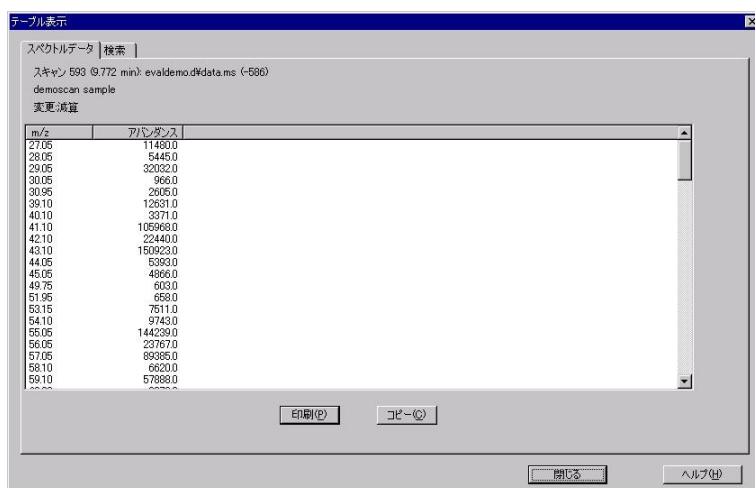
- ① スペクトル画面で右クリックして「検索」を選択します。
- ② ライブラリ検索が実行され、結果が表示されます。



付録 C マウスアクション

(5) テーブル表示

- ① スペクトル画面で右クリックして「テーブル表示」を選択します。
- ② 「スペクトルデータ」タブをクリックします。



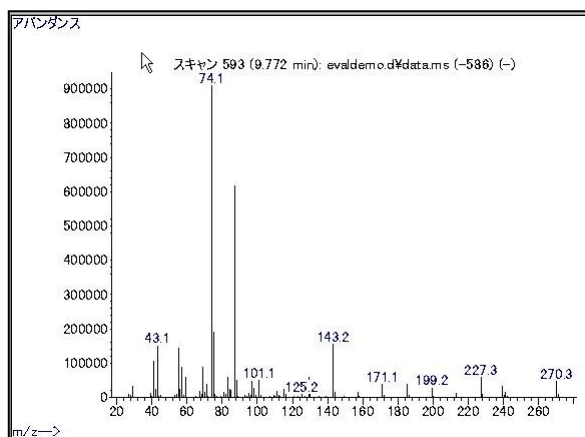
The screenshot shows a window titled 'テーブル表示' (Table Display). It contains a table with two columns: 'm/z' and 'アビダンス' (Abundance). The table lists various mass-to-charge ratios and their corresponding relative abundances. Below the table, there are buttons for '印刷(P)' (Print), 'コピー(C)' (Copy), '閉じる' (Close), and 'ヘルプ(H)' (Help).

m/z	アビダンス
27.05	11480.0
28.05	5445.0
29.05	32032.0
30.05	966.0
30.95	2005.0
39.10	12531.0
40.10	2371.0
41.10	105968.0
42.10	22440.0
43.10	150923.0
44.05	5393.0
45.05	4866.0
49.75	603.0
51.95	658.0
53.15	7511.0
54.10	9743.0
55.05	144239.0
56.05	23767.0
57.05	89385.0
58.10	6620.0
59.10	57888.0
...	...

スペクトルの質量ピークそれぞれに対して、質量電荷比 (m/z) およびアバダンスが表形式でリストされます。この画面から内容を印刷したり、クリップボードへコピーしたりすることができます。

(6) メタファイルの作成

クロマトグラム上の任意の位置で右クリックし「メタファイルの作成」をクリックします。

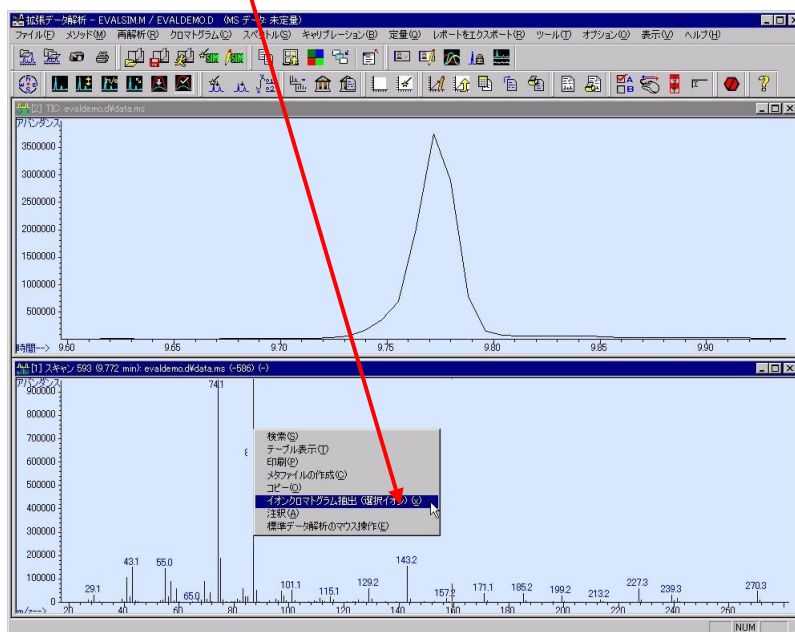


現在表示中のスケールでスペクトルのメタファイル画像が作成されます。

メタファイルはデータファイルディレクトリ内に.wmf の拡張子で保存されます。

(7) イオンクロマトグラム抽出（選択イオン）

- ① 抽出したいイオンにカーソルを合わせ、右クリックのメニューから「イオンクロマトグラム抽出（選択イオン）」を選びます。



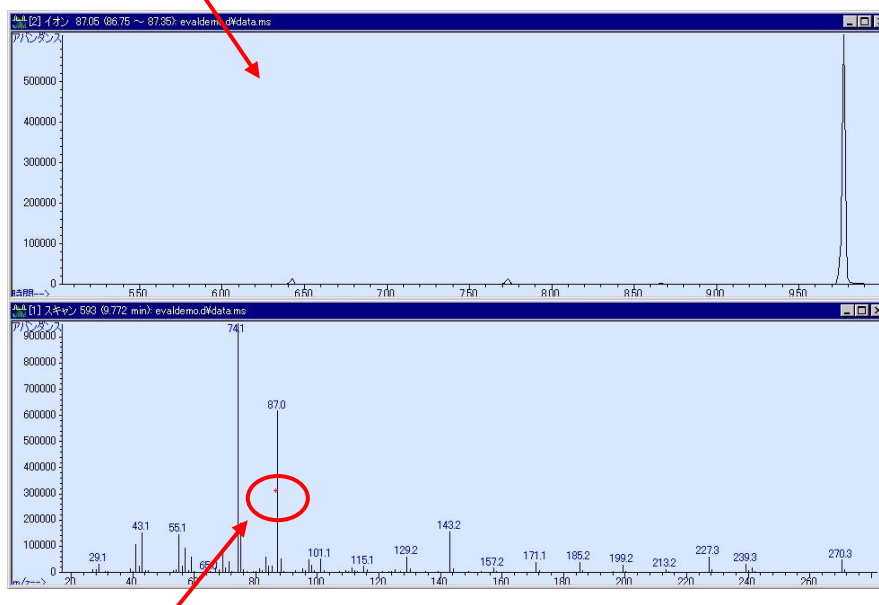
上の例ではカーソルを $m/z = 87$ にあわせ、右クリックしています。

- ② をクリックします。



付録 C マウスアクション

- ③ $m/z = 154$ のイオンクロマトグラムがウィンドウ#2（画面上部）に表示されます。

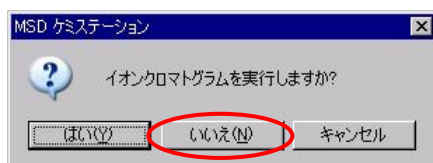


- ④ スペクトル画面の抽出されたイオンには「+」マークがつきます。

(8) 複数のイオンクロマトグラムを抽出して表示する

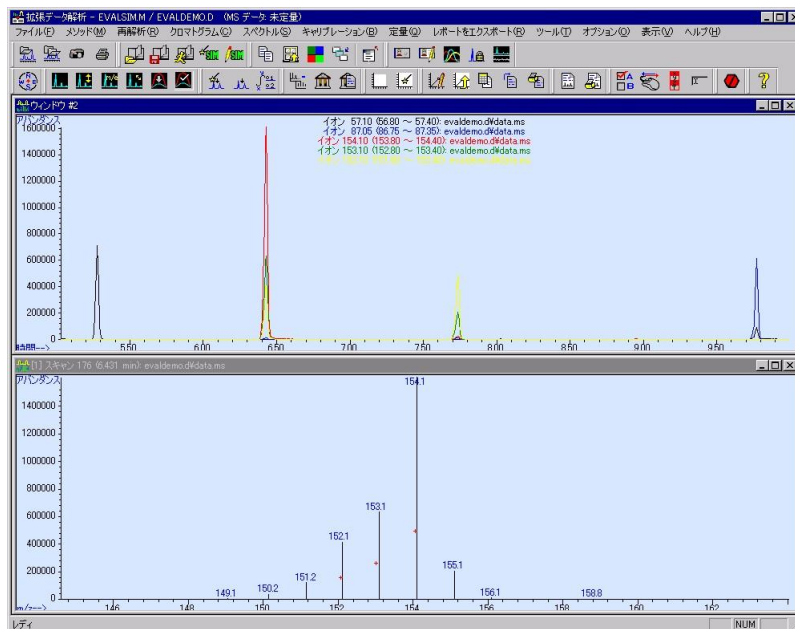
- ① 抽出したいイオンにカーソルをあわせ右クリックのメニューから「イオンクロマトグラム抽出（選択イオン）」を選びます。

- ② 確認メッセージで をクリックします。



- ③ 二つ目に抽出するイオンにカーソルを合わせ、同様に右クリックメニューの「イオンクロマトグラム抽出（選択イオン）」を選びます。
- ④ 抽出させたいイオンを選び終わるまで同様の操作を繰り返します。
（最大 6 イオンまで選択可能）

- ⑤ 最後に、 をクリックします。（6つのイオンを選択すると確認メッセージは表示されず、自動的にイオンクロマトグラムが表示されます。）



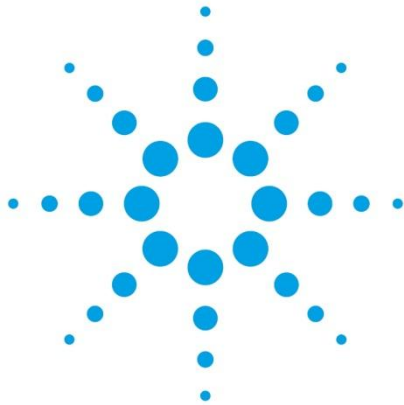
抽出された複数のイオンクロマトグラムが表示されます。

(9) 注釈

TIC マウスアクションメニューと同様の操作で、スペクトル画面に注釈が加えられます。（C-7 ページ参照）

付録 C マウスアクション





付録D リソースの管理

付録 D-1	リソースの管理とは	D-2
付録 D-2	スケジュールの設定	D-2
付録 D-3	ウェイクメソッド（及びスリープメソッド）の設定	D-4

付録 D リソース管理

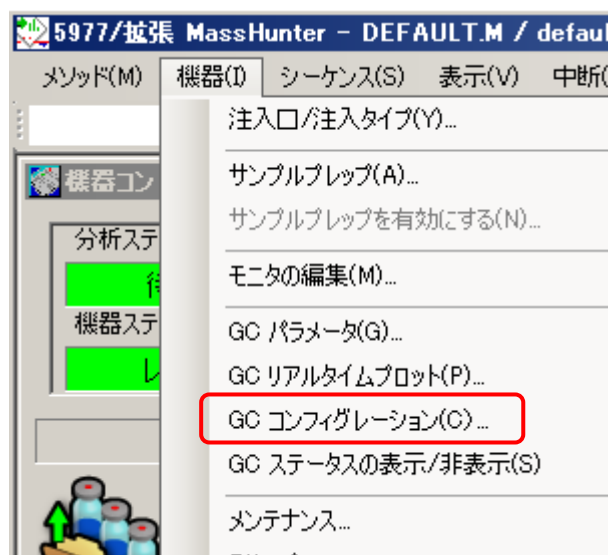
付録D-1 リソースの管理とは

[リソースの管理]では、指定した時刻に 2 つの特別なメソッド（ウェイクメソッド及びスリープメソッド）のいずれかを自動的に読み込む用に GC をプログラムすることが出来ます。

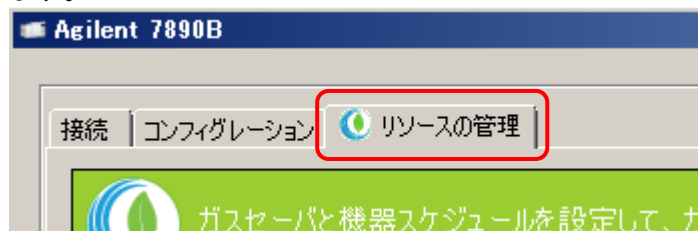
通常、[リソースの管理]は、装置が動作していない時間帯のガスと電力の消費を削減し、次に使用する時間に合わせて GC を準備するために使用します。

付録D-2 スケジュールの設定

- (1) [機器]メニューの[GC コンフィグレーション...]をクリックします。



- (2) [Agilent 7890B]ウィンドウが開きますので、[リソースの管理]タブをクリックします。



- (3) [機器スケジュール]にあるプルダウンから、使用したいスケジュールを選択します。選択できるスケジュールは以下の通りです。それぞれにウェイクメソッド（及びスリープメソッド）を読み込む時間を入力するフォームが表示されます。

機器スケジュール
この機器の使用状況に最もよく当てはまるスケジュールを選択してください。

機器を常にオン

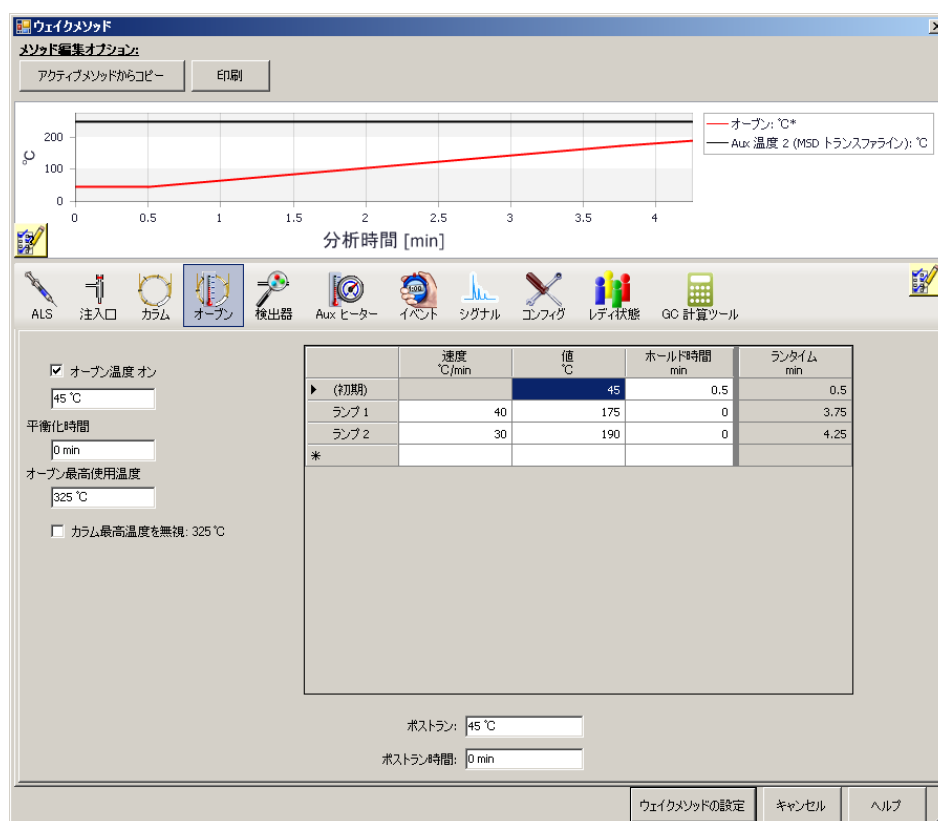
ユーザー設定
週7日間、同じスケジュール
月～金は同じスケジュール、土・日はオフ
月～金は同じスケジュール、土・日は別のスケジュール
機器を常にオン

機器スケジュール	コメント
週 7 日間、同じスケジュール	毎日同じ時間にスリープメソッドとウェイクメソッドを読み込みます。
月～金は同じスケジュール、土・日はオフ	月曜日から金曜日まで、平日は同じ時間にスリープメソッドとウェイクメソッドを読み込みます。土曜日と日曜日はスケジュールを使用しません。週末に機器の電源を切る場合には、この選択をお勧めします。
月～金は同じスケジュール、土・日は別のスケジュール	月曜日から金曜日まで、平日は同じ時間にスリープメソッドとウェイクメソッドを読み込みます。土曜日と日曜日は別のスケジュールを使用します。この選択は、週末は作業スケジュールを変えて、GC を週7日間使用する場合に便利です。
ユーザー設定	毎日別の時間にスリープメソッドとウェイクメソッドを読み込みます。
機器を常にオン	GC を常に使用する場合に選択します。これを選択すると、機器スケジュールが無効になります。ウェイクメソッドとスリープメソッドは適用されません。

付録 D リソース管理

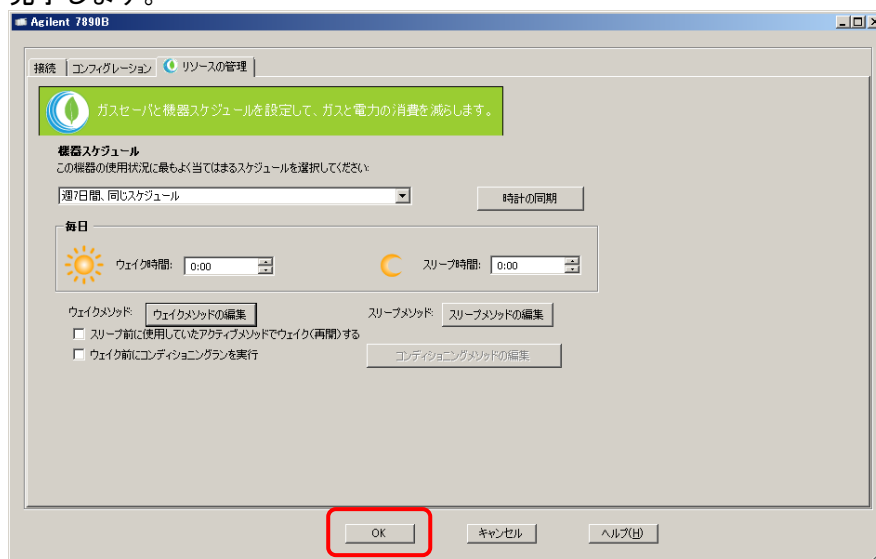
付録D-3 ウェイクメソッド（及びスリープメソッド）の設定

- (1) ウェイクメソッド（およびスリープメソッド）の編集画面
スケジュールで[機器を常にオン]以外を選んでいると、画面上に
ウェイクメソッドの編集 ボタンと スリープメソッドの編集 ボタンが表示されます。その
ボタンをクリックすると、[ウェイクメソッド]ウィンドウ（もしくは[スリープメ
ソッド]ウィンドウ）が表示されるので、各パラメータを設定します。

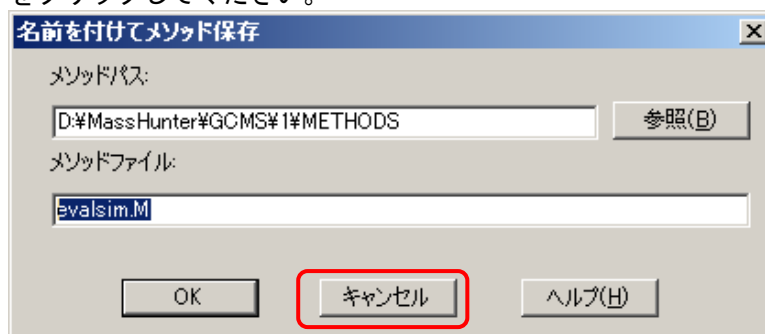


(2) ウェイクメソッド（及びスリープメソッド）の適用

- ① 各パラメータの設定が終わったら、ウィンドウ右下の **ウェイクメソッドの設定** ボタンをクリックします。
- ② さらに、OK ボタンをクリックすることで、メソッドが GC に送られ設定が完了します。



- ③ メソッドを保存するウィンドウが表示された場合には、キャンセルボタンをクリックしてください。

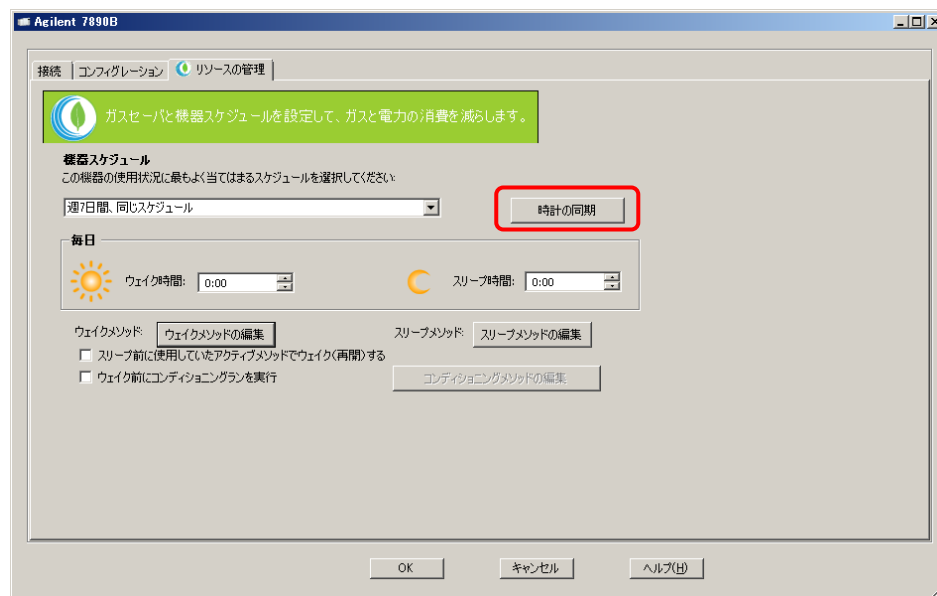


注意

ウェイクメソッド、スリープメソッドが読み込まれる時間は、GC 本体に設定されている時計の時間となります。もし、GC 本体の時計が本来の時刻とずれていると、期待通りの時間にメソッドが読み込まれませんので、注意してください。

時計の同期

ボタンをクリックすると、PC と GC 本体の時計が同期されます。この場合、PC の時計が優先されることに注意してください。



[スリープ前に使用していたアクティブメソッドでウェイク（再開）する]チェックボックス

：ウェイクメソッドを使用せず、スリープになる直前に設定されていたパラメータを、ウェイク時に読み込む場合にチェックします。その場合、

ウェイクメソッドの編集

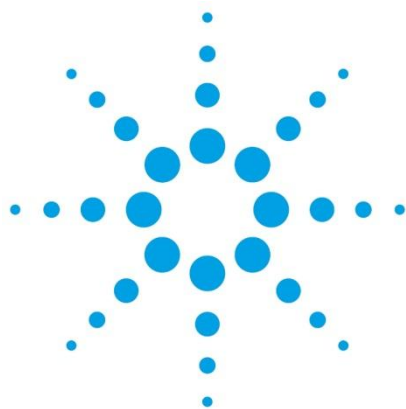
ボタンはグレースアウトして選択出来なくなります。

[ウェイク前にコンディショニングランを実行]チェックボックス

：ウェイクメソッドの読み込み時間になると、ウェイクメソッドの前に、コンディショニングメソッドを読み込み、レディになった後に、自動でブランクランを実施します。終了後、ウェイクメソッドが読み込まれます。コンディショ

コンディショニングメソッドの編集

ニングメソッドの設定方法は、ボタンを押して、後はウェイクメソッド（及びスリープメソッド）と同様です。



付録E 定量結果が得られない時

付録 E-1	イオンクロマトグラムの抽出	E-2
付録 E-2	自動積分の実行と保存	E-4
付録 E-3	積分パラメータ（積分条件）の変更	E-5
付録 E-4	積分パラメータの保存	E-7
付録 E-5	定量データベースへ積分パラメータを登録する	E-8
付録 E-6	変更結果の確認	E-11

付録 E 定量結果が得られない時

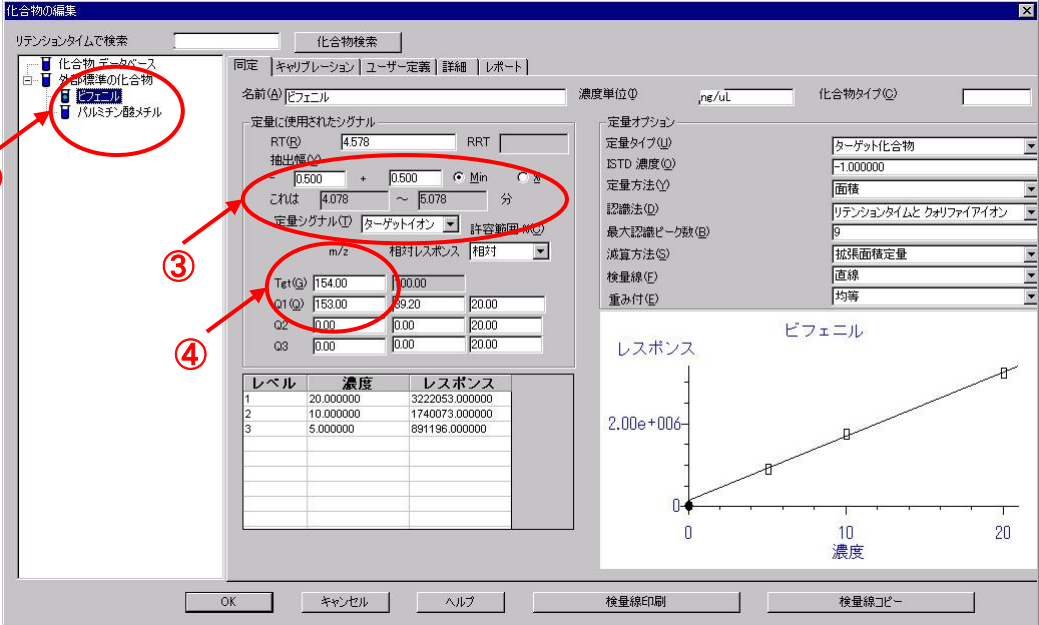
期待する定量結果が得られない原因として、「積分条件が適切でない」場合や「リテンションタイムがずれている」場合などが考えられます。ここでは、「積分条件が適切でない」場合の修正方法を説明します。

付録E-1 イオンクロマトグラムの抽出

積分条件が適切でない場合、ピークが認識されず、定量値が計算されません。定量では、イオンクロマトグラムを積分しますので、イオンクロマトグラムで積分条件を検討します。

(1) イオンクロマトグラム抽出条件の確認

- ①  (化合物の編集アイコン) をクリックします。メニューの場合には [キャリブレーション] - [化合物編集] をクリックします。



② 認識されていない化合物名をクリックします。(以降、ビフェニルを例に説明を実施します。)

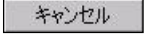
③ リテンションタイム (RT) の抽出幅を確認します。この例のイオンクロマトグラム抽出の時間範囲は 4.078~5.078 分です。

④ 定量イオンを確認します。この例では m/z 154 と m/z 153 です。

レベル	濃度	レスポンス
1	20.000000	3222053.000000
2	10.000000	1740073.000000
3	5.000000	891196.000000

レスポンス

濃度

- ⑤  をクリックして化合物の編集ダイアログを閉じます。

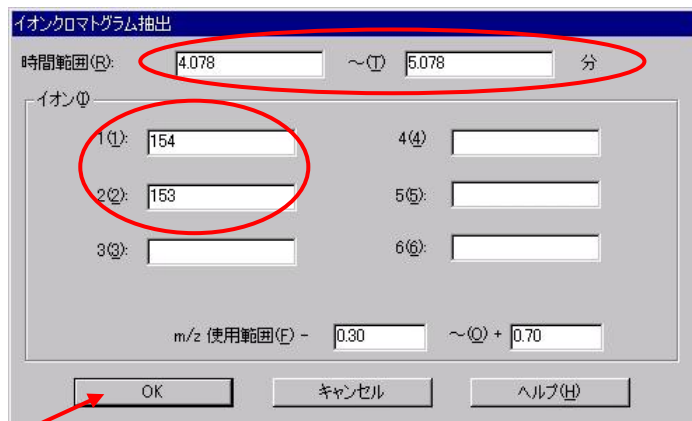
(2) イオンクロマトグラムを表示させる

- ①  (イオンクロマトグラムアイコン) をクリックします。メニューの場合は [クロマトグラム] - [イオンクロマトグラム抽出] をクリックします。

- ② 時間範囲に手順③で確認した時間を入力します。(例では 4.078 ~ 5.078)

- ③ イオンに手順④で確認したイオンを入力します。(例では 154、153)

- ④  をクリックします。



イオンクロマトグラム抽出

時間範囲(R): 4.078 ~ 5.078 分

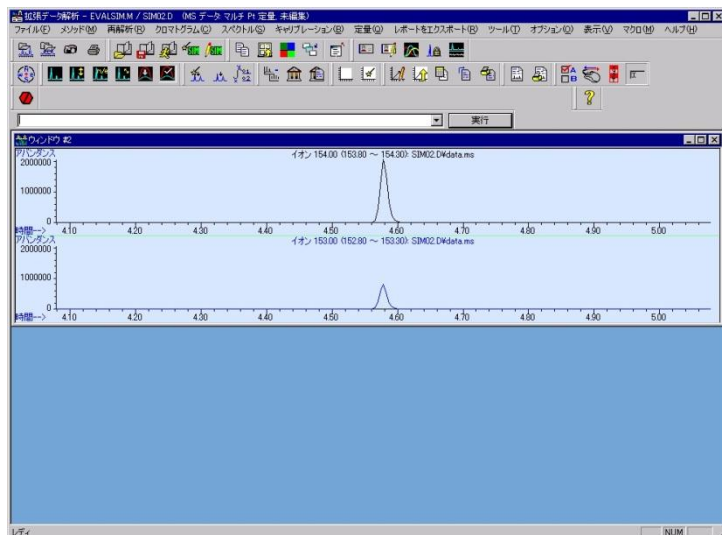
イオン(I):

1(I): 154	4(I):
2(I): 153	5(I):
3(I):	6(I):

m/z 使用範囲(E) - 0.30 ~ 0.70

OK キャンセル ヘルプ(H)

- ⑤ イオンクロマトグラムが指定した条件で表示されます。



付録 E 定量結果が得られない時

付録E-2 自動積分の実行と保存

- (1)  (自動積分アイコン) をクリックします。メニューの場合は [クロマトグラム] – [自動積分実行] をクリックします。

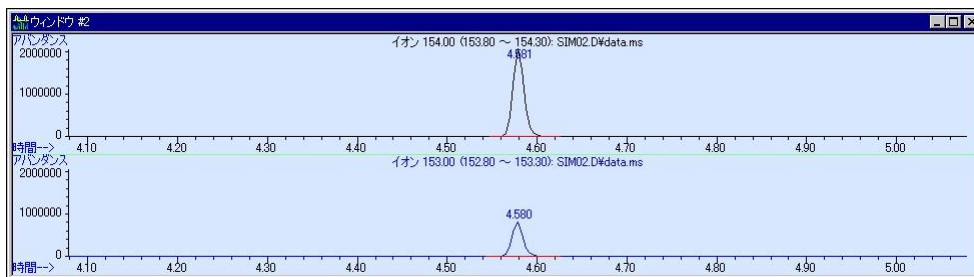
- (2) 確認メッセージが表示されるので  をクリックします。



- (3) 自動積分の積分パラメータがメソッドに保存され、パラメータが保存されているファイル名が表示されます。  をクリックします。



- (4) 積分で認識されたピークには、ベースラインとリテンションタイムが表示されます。

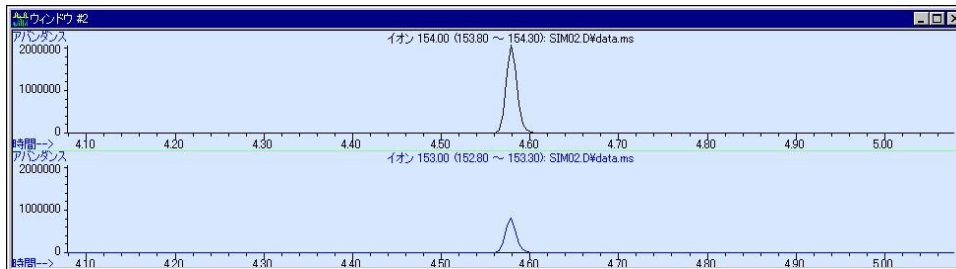


注意

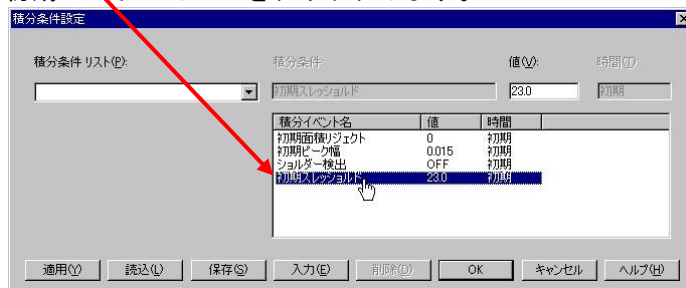
自動積分は [RTE インテグレータ] が選択されている時には実行できません。自動積分が利用できない (メニューがグレイアウトしている) 場合には [クロマトグラム] – [積分方式の選択] をクリックして [ケミステーションインテグレータ] を選択します。

付録E-3 積分パラメータ（積分条件）の変更

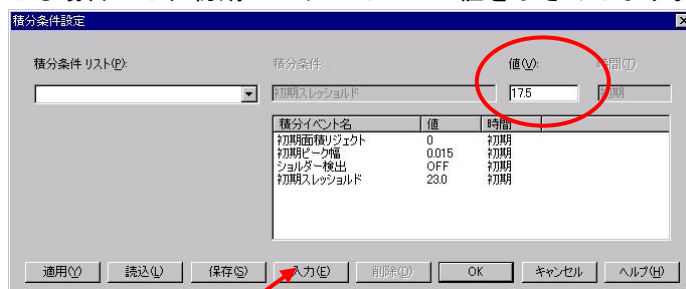
思い通りの積分ができていない場合は、積分パラメータを変更して積分条件を調整する必要があります。以下の例ではターゲット、クオリファイア共にピークが認識されておらず、積分を実行してもリテンションタイムが表示されていません。



- (1) （積分パラメータアイコン）をクリックします。メニューの場合は［クロマトグラム］－［MS シグナル積分パラメータ］をクリックします。
- (2) 初期スレッシュールドをクリックします。

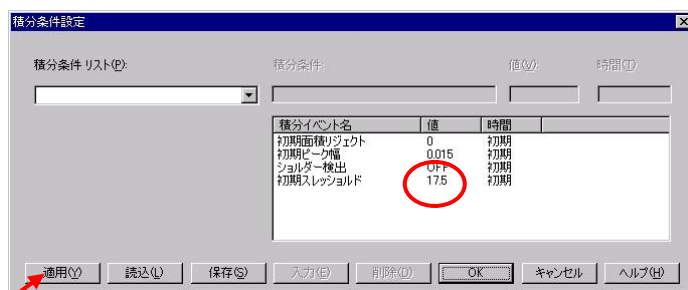


- (3) 値を変更し、を入力(E)をクリックします。（通常、積分されていないピークを積分させる場合には、初期スレッシュールドの値を小さくします。）



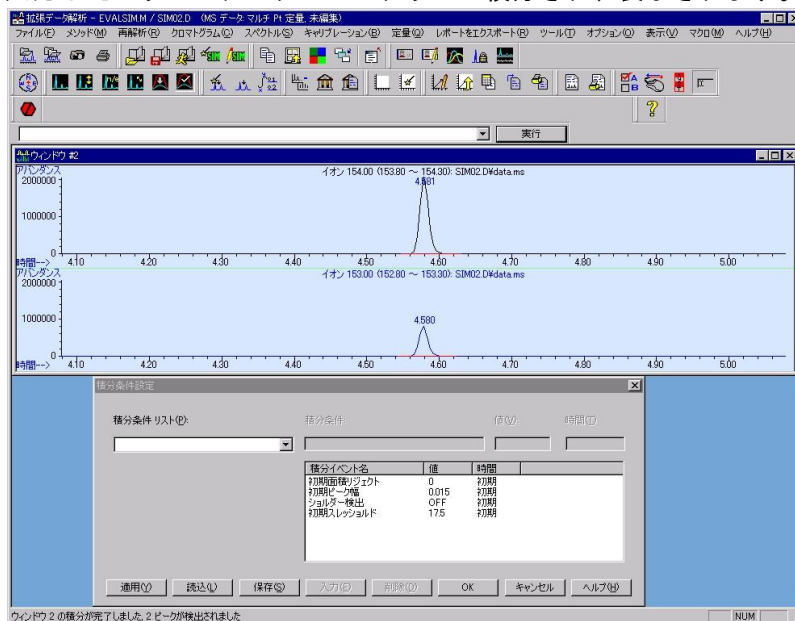
付録 E 定量結果が得られない時

- (4) 初期スレッシュホールドの設定値が変更されていることを確認します。



- (5) **適用(Y)** をクリックします。

- (6) 入力したパラメータでクロマトグラムが積分され、表示されます。



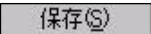
- (7) 必要に応じて再度初期スレッシュホールドの変更やその他の積分イベントを変更するなどの手順 (5) を繰り返して最適な条件を探します。

<備考>

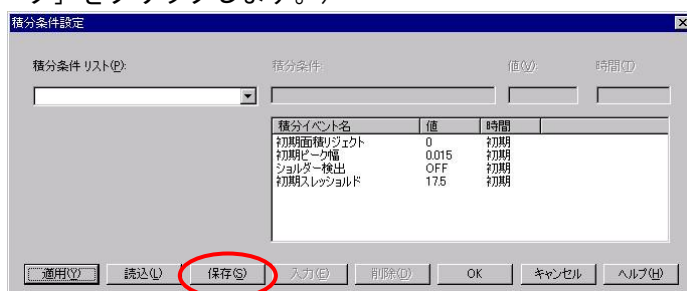
一般的に、初期スレッシュホールドの値を調節して積分パラメータを設定します。この値が 1 増加すると、ピーク認識の高さのしきい値が 2 倍になります。

付録E-4 積分パラメータの保存

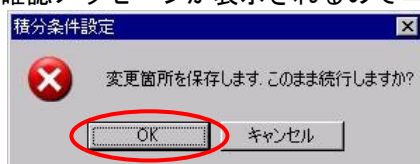
最適な積分結果が得られたら、積分パラメータをファイルに保存します。

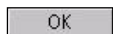
- (1) 積分条件設定ダイアログボックスで  をクリックします。

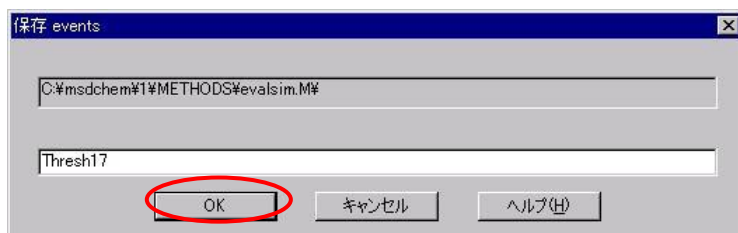
(積分条件設定画面が開いていない場合には  (積分パラメータアイコン) をクリックします。メニューの場合は [クロマトグラム] - [MS シグナル積分パラメータ] をクリックします。)



- (2) 確認メッセージが表示されるので  をクリックします。



- (3) 積分パラメータファイル名（例では Thresh17）を入力し、  をクリックします。ファイルの拡張子.e は自動的に付きます。

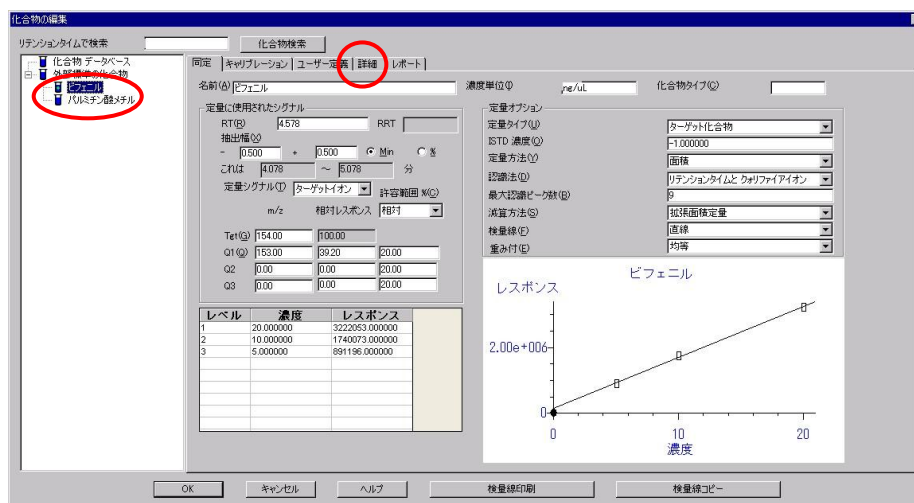


付録 E 定量結果が得られない時

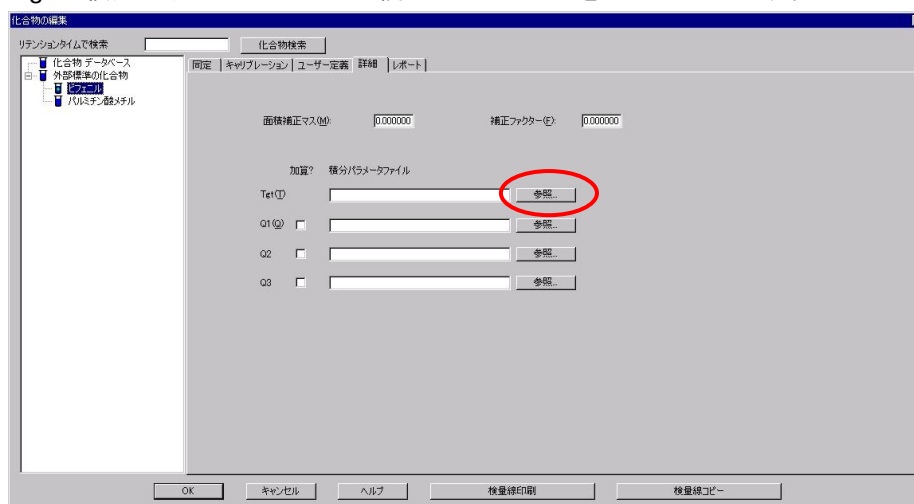
付録E-5 定量データベースへ積分パラメータを登録する

マニュアルで積分パラメータを最適化し、ファイルを保存した場合にはその積分条件を定量データベースに登録することにより、毎回その条件で積分させることが可能です。

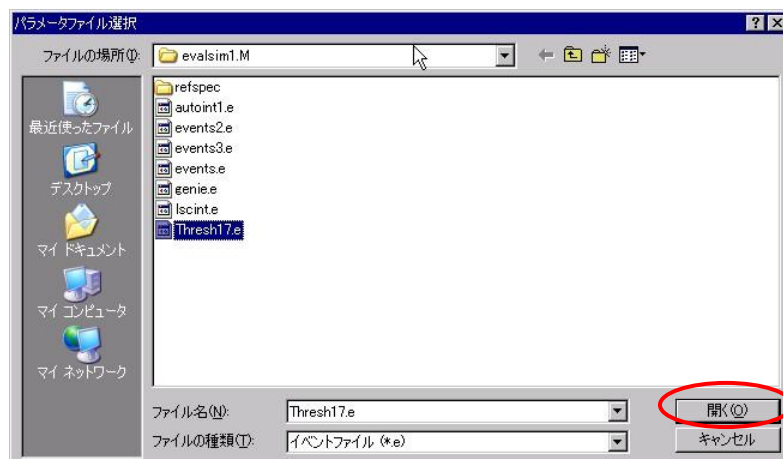
- (1)  (化合物の編集アイコン) をクリックします。メニューの場合には [キャリブレーション] - [化合物編集] をクリックします。
- (2) 積分条件を登録する化合物名 (例ではビフェニル) をクリックします。



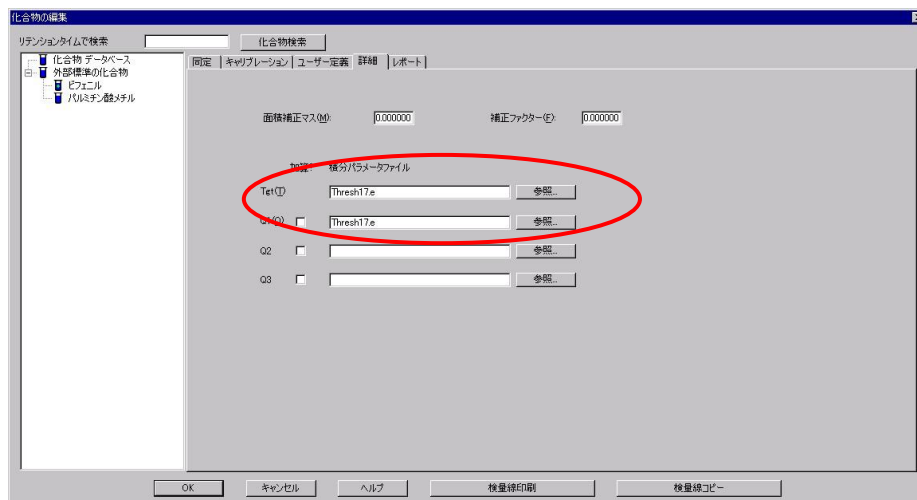
- (3) 詳細タブをクリックします。
- (4) Tgt の積分パラメータファイル欄の  をクリックします。



- (5) 保存したファイル（例では Thresh17.e）を選択し  をクリックします。



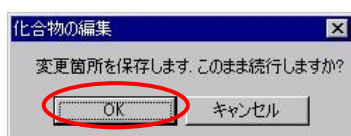
- (6) 同様に Q1 にも積分パラメータファイルを設定します。（使用している場合には Q2 および Q3 の設定も実施します。）



付録 E 定量結果が得られない時

(7)  をクリックします。

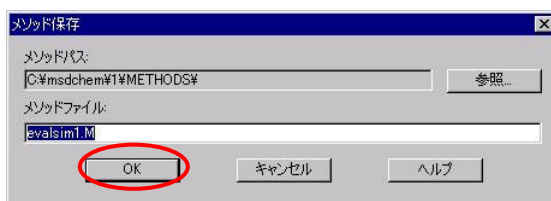
(8) 確認メッセージが表示されるので  をクリックして変更を保存します。



注意

ここでは、変更内容がメモリ上に保存されますが、メソッドには保存されません。必ずメソッドの保存を実行して変更内容をメソッドファイルに保存します。

(9)  (メソッド保存アイコン) をクリックしてファイル名を入力・確認し、 をクリックしてメソッドファイルを保存します。



付録E-6 変更結果の確認

積分条件の調整が終了したら定量結果が計算されていることを、レポートを出力させて確認します。



- (1) (定量レポート計算アイコン) をクリックします。メニューの場合は [定量] - [計算] をクリックします。

- (2) 定量結果が画面に表示されます。

Agilent Lab 定量レポート (未編集)

データベース: C:\msdchem\1\DATA\eval\%
 データファイル: SIM02.D
 測定日: 16 Oct 2007 16:52
 オペレータ: 測定者のお名前
 サンプル: 標準試料B 10 ng/ul
 一般情報:
 ALS バイアル: 27 サンプル希釈倍率: 1

定量時間: Nov 12 15:35:37 2007
 定量メソッド: C:\msdchem\1\METHODS\evalsim.M
 定量タイトル: GC/MSデモ用混合標準液定量結果
 定量最終更新日: Mon Nov 12 15:35:25 2007
 レスポンス: 初期キャリブレーション

化合物	R.T.	Q10N	レスポンス	濃度	単位	Dev.(Min)
ターゲット化合物						Qvalue
1) ビフェニル	4.579	154	1740073	10.30	ng/ul	99
2) パルミチン酸メチル	6.314	270	96589	9.80	ng/ul	91

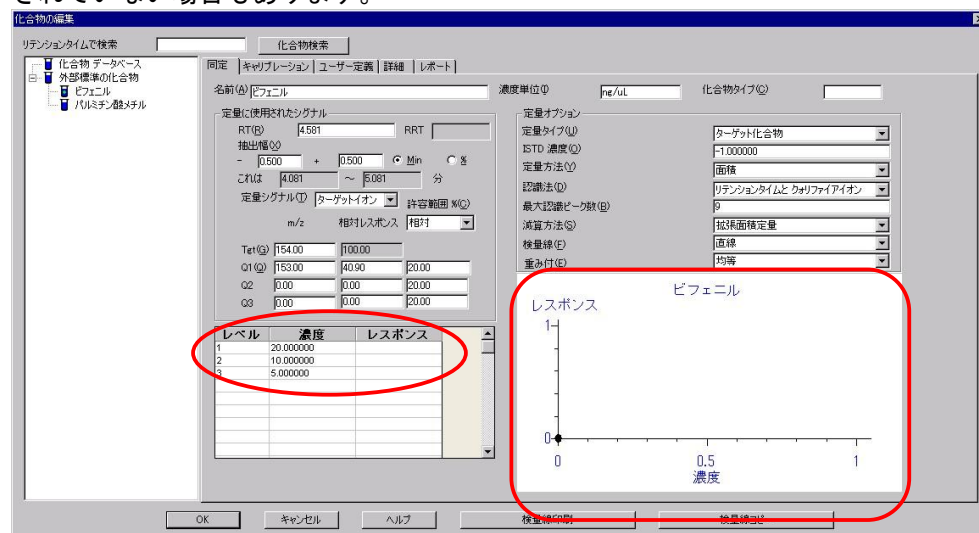
(#) = 範囲外のクオリファイア (m) = マニュアル積分 (+) = シグナルの和

evalsim.M Mon Nov 12 15:35:37 2007

付録 E 定量結果が得られない時

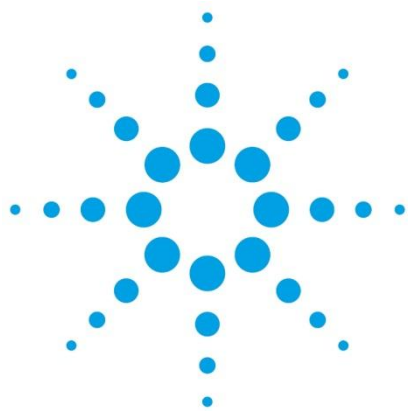
<備考>

積分条件が適切でない場合、下記のように化合物の編集画面でレスポンスが登録されていない場合もあります。



この例では、レベル1、2、3ともに検量線にレスポンスが登録されていませんが、濃度の低いレベル3のみ登録されていない場合もあります。

このような場合には、本付録に従って積分条件を検討後、第11章-3(ページ11-10)の手順に従ってキャリブレーションの更新を実施します。



付録F Q&A 集

質問の一覧

- Q1. チューニングを行う頻度は？
- Q2. 「MSD チューニング」と「クイックチューニング」の使い分け方は？
- Q3. 「標準スペクトルチューニング」とは？
- Q4. 溶媒ピークの前にも定量しなければならないピークがある。どうすればよいか？
- Q5. 感度が悪くなってしまった。どうすれば感度が回復するか？
- Q6. データを読み込もうとすると、「No MS Data」と表示される。
- Q7. マウスを TIC 画面内でダブルクリックしてもスペクトルが表示されない。
- Q8. スペクトルを取り出す方法はいろいろある。どのような方法で、スペクトルを取り出すのが一番いいのか？
- Q9. ピークの開始と頂点と最後で取り出したスペクトルの強度比が違っていた。2 つの成分が混ざっているのか？
- Q10. ライブラリ検索の結果、ヒット率が表示されるが、この値がどのくらいだったら、その化合物であると考えてよいか？
- Q11. ライブラリ検索の結果で、同じ化合物が複数表示されるのはどうしてか？
- Q12. ライブラリに登録されている任意の化合物のスペクトルを調べる方法は？
- Q13. クロマトグラムを任意のスケールで印刷したい。どのようにすればよいか？
- Q14. SIM 分析でカラムを交換したらピークが現れなくなった。どうしたらいいか？
- Q15. 定量を行う際に、TIC ではなくイオンクロマトグラムを使用するのはどうしてか？
- Q16. 自動積分を実行しても、積分されないピークがある。どうすればよいか？
- Q17. ピークの形状が悪くて、積分パラメータを調整してもピークを積分できない。
- Q18. 積分結果を、マイクロソフトのエクセル（表計算ソフト）で処理したい。
- Q19. マイクロソフトのワード文書中に、クロマトグラムを載せたい。
- Q20. 定量レポートの積分値と、自分で積分した値が異なる。
- Q21. 定量レポートを見ると、ピークはあるのに定量結果がないと出ている。
- Q22. 定量データベース（検量線）に登録するのに使用したデータを定量しても、クオリファイアイオンの比率が違って出力される。

Q1. チューニングを行う頻度は、どれくらいか？

- A1. チューニングの頻度は、測定サンプルの特性、濃度、分析回数など、様々な要因によって異なるので、一概に目安を言うことはできません。
しかし、充分安定化させたシステムでは 1 日で MSD の状態が大きく変化することは少ないと思われます。よって通常のチューニングと、クイックチューニングを組み合わせて行うのも一つの手法です。

例えば、連続運転している機器で 2 日毎にクイックチューニングを実施して MSD の状態をチェックし、1 週間毎に通常のチューニングを実行することで、MSD の最適化を図るというような手法です。

ただし、次のようなケースには通常のチューニング実施する必要があります。

1. カラム交換、MS 部のメンテナンス、システム停止を行った場合
 2. イオン源温度、MS トランスファーライン温度、カラム流量を変更したメソッドを実行する場合
 3. 感度変動試験において、基準を満たさない場合
- 3.のような基準を特に設けていない場合は、定量分析を開始する前に通常のチューニングを実行すると良いと思われます。また、その際には GC オープン温度、カラム流量、イオン源温度、MS トランスファーライン温度の条件を常に一定にしておく必要があります。

Q2. 「MSD チューニング」と「クイックチューニング」の使い分け方は？

- A2. 通常は、MSD チューニングを使用します。クイックチューニングは、MSD チューニングからイオン源内レンズ類（リペラー/イオンフォーカスレンズ/エントランスレンズ）の電圧調整を取り除いたもので、マス軸、ピーク幅、および EM 電圧のみが調整されます。

Q3. 「標準スペクトルチューニング」とは？

- A3. Agilent 5975 では、EM 検出器の前に HED が付いています。HED が付いていると高質量域の感度が増大します。そのため、HED の付いていない MS（5970/71/72 や他社製磁場型 MS）とスペクトルパターンの比較をしたい時は、そのスペクトルパターンに似たスペクトルパターンを持つよう MSD をチューニングしてやらなければなりません。そのような場合に使用するのが標準スペクトルチューニングです。

Q4. 溶媒ピークの前にも定量しなければならないピークがある。溶媒待ち時間で溶媒ピークの出終わった時間を指定すると溶媒ピークの前に出てくる成分を定量出来ない。どのようにすれば、うまく定量できるのか？

A4. タイムイベントの設定を行います。例えば、溶媒ピークが 5.5 分～5.7 分に溶出し、4.5 分に溶媒前の目的ピーク A があり、7.5 分に溶媒後の目的ピーク B がある場合を考えます。[機器コントロール] 画面の [機器] メニューの「MS SIM/スキャンパラメータ」をクリックし [MS SIM/スキャンパラメータ] ダイアログボックスを開きます。溶媒待ち時間を 4min にしておきます（最初の目的ピークが 4.5 分に溶出するため）。画面下部にある [タイムイベント] をクリックし、[MS タイムイベントテーブル] ダイアログボックスを開きます。[時間] の項目に 5.0（分）を入力し、[イベントタイプ] で検出器を選択、[パラメータ 1] に [Off] を選択し、[追加] をクリックします。同様に、[時間] の項目に 7.0（分）を入力し、[イベントタイプ] で [検出器] を、[パラメータ 1] で [On] を選択し、[追加] をクリックします。設定が終わったら [OK] をクリックします。この条件でデータ測定すると、溶媒溶出時のみ、検出器がオフになり、フィラメントを傷めずに測定/定量できます。

Q5. 感度が悪くなってしまった。どうすれば感度が回復するか？

A5. 感度が悪くなる原因はいろいろと考えられます。代表的なものは下記のとおりです。

1. サンプルに問題がある場合
目的成分が揮発して少なくなっている/変質している
2. カラムに問題がある場合
カラムが汚れている/液相が壊れている等
3. GC 注入口に問題がある場合
インサートが汚れている/セプタムに穴が空いている/変質している等
4. MSD に問題がある場合
イオン源が汚れている/マス軸がずれている/リークで真空度が悪い等
5. 接続に問題がある場合
リークでサンプルが逃げている/注入口フェラルのカラム長さが正確でない等
6. 注入条件に問題がある場合
スプリット比が変わっている/ページ時間が短い等
7. 注入に問題がある場合
計量が不正確/ニードルにセプタムかすが詰まりサンプルが吸引できていない等
8. 故障している場合
MSD の故障/GC フローシステムの故障等 MSD については、オートチューニングの結果から状態を判断することが可能です。原因と思われるところを順番に調べてゆき、必要に応じて調整します。それでも回復しない場合には、アジレント・テクノロジー（株）のカスタマコンタクトセンター（電話番号 0120-477-111）に御連絡下さい。

- Q6. データを読み込もうとすると、「No MS Data」と表示されて読み込めない。どうして読み込めないのか？
- A6. 実は、データ（例えば eveldemo.d 等）は、ファイルではなくディレクトリです。実際の MS の生データは、データのディレクトリの中に入っている data.ms というファイルです。測定を始めようとして、データのディレクトリが作成されますが測定を中断したり測定が異常終了すると data.ms は作成されません。この場合、データのディレクトリはありますがその中に生データの data.ms は存在しません。「No MS Data」と表示されるのはこの様な場合で、実際にデータが保存されていないため読み込むことができません。
- Q7. マウスをクロマトグラム画面内でダブルクリックしてもスペクトルが表示されない。どうして表示されなくなってしまったのか？ソフトが壊れてしまったのか？
- A7. クロマトグラム内にマウスカーソルを移動してください。十字（+）のカーソルの場合は現在マニュアル積分モードになっています。[ツール]メニューの[オプション]をクリックします。[データ解析オプション選択]ウィンドウの[マニュアル積分]のチェックマークを外して下さい。カーソルが縦棒（|）に変わり、平均スペクトルモードになります。これで、クロマトグラム画面内でダブルクリックするとスペクトルが表示されるようになります。
- Q8. スペクトルを取り出すには、ピーク頂点で取り出したり、ピークが出ている間の平均で取り出したり、あるいは、バックグラウンドを差し引いたりできる。どのような方法で、スペクトルを取り出すのが一番いいのか？
- A8. ピーク頂点付近で取り出して使用することを推奨します。ただし、濃度が低い場合には、ピーク近辺のベースラインのスペクトルをバックグラウンドとして差し引いたものを使用することを推奨します。また、ピークの前（後）方に別のピークがかぶっている場合には、ピーク後（前）方のスペクトルを取り出した方が適切です。
- Q9. ピークのスペクトルを取り出す際に、ピークの立ち上がりと頂点と最後の部分で取り出したスペクトルの強度比が違っていた。2つの成分が混ざっているのか？
- A9. 5977 でスペクトルを採取すると、ピーク前半では低質量域の強度が高くなり、ピーク後半では高質量域の強度が高くなります。これは、スキャンする際に高質量側より低質量側へとスキャンするため起こります。GC ではピークは正規分布するため、カラム出口より出てくる分子数はだんだん増えていき、ピーク頂点となり、また減っていきます。

ピーク前半で、高質量側のイオンを測定している時にはイオン源中のサンプル分子数が少ないのですが、低質量側を測定するにつれて、イオン源中のサンプル分子数が多くなります。このため、ピーク前半では、低質量域の強度が高質量域より高くなります。ピーク後半ではこの現象と逆の現象が起こります。強度比が違っていても 2 つの成分が混ざっているとは限りません。

Q10. ライブラリ検索の結果、ヒット率が表示されるが、この値がどのくらいだったら、その化合物であると考えてよいか？

A10. ヒット率と言うのは、あるアルゴリズムでスペクトルの一致具合を数値化したものです。この値が 80 以上でしたら、スペクトルのパターンは似ていると考えられます。ただし、高質量側に 1 つ別のスペクトルピークが出てくるだけで、この値はかなり変化します。定性は、そのサンプルの内容を考えて、化合物の沸点や前後のピークとの位置関係より総合的に考えていかなければなりません。

Q11. ライブラリ検索の結果で、同じ化合物が複数表示されるのはどうしてか？

A11. NIST や WILEY のライブラリは Agilent 以外の組織が作成しています。そのため、磁場型で採取したスペクトルや、いろいろなメーカーの MS で採取したスペクトルが含まれています。同じ化合物も複数採取されているので、複数表示されます。拡張データ解析画面の [スペクトル] メニューより [検索ストラテジ編集] をクリックし、[検索ストラテジ] ダイアログボックスを開き、[重複 CAS 番号削除] のチェックボックスをオンにすると、同じ化合物は複数表示されなくなります。

Q12. ライブラリに登録されている任意の化合物のスペクトルを調べたい。方法はあるのか？

A12. パラメータ検索という機能を使用します。拡張データ解析画面の [表示] メニューより [パラメータ検索] をクリックします。[拡張オフラインデータ解析 パラメータ検索モード] 画面が開き、[検索パラメータ] ダイアログボックスが表示されます。[ライブラリ] に使用したいライブラリが表示されていることを確認します。（ライブラリが表示されていない場合には一度 [キャンセル] して [ライブラリ] - [ライブラリの選択] メニューを開き、希望するライブラリを選択します。その後 [リトリール] - [パラメータの設定] を開きます。）[検索パラメータ] の [化合物名] のチェックボックスをオンにし、テキストボックスに調べたい化合物名（または化合物名の一部）を入力します。[検索] をクリックするとライブラリの先頭から、入力した化合物名（文字）を含む化合物が 10 個表示されます。この中に、目的の化合物がない場合には [次を検索] をクリックします。検索が終了し

たら「パラメータ検索結果」の画面を「閉じる」で終了後、「表示」メニューより「データ解析画面に戻る」をクリックし、拡張データ解析モードに戻ります。

Q13. クロマトグラムを任意のスケールで印刷したい。どのようにすればよいか？

A13. コマンドを使用してクロマトグラムを描きます。拡張データ解析画面の上部に、コマンドラインが表示されていない場合、「ツール」メニューより「オプション」をクリックします。「データ解析オプション選択」ダイアログボックスの「コマンドライン」のチェックボックスをオンにして「OK」をクリックしコマンドラインを表示します。例えば、リテンションタイム 3 分～5 分までを、強度 0～500000 で印刷したい場合には、キーボードよりコマンドラインに「draw 2,r0,3:5,0:500000」と入力しエンターします。この操作で、目的の範囲が画面上部（ウィンドウ#2）に表示されます。後は、通常通り、「ファイル」－「印刷」から「選択ウィンドウ」を選び、印刷するウィンドウ#に「2」と入力して印刷します。（第 6 章参照）

Q14. SIM 分析でカラムを交換したらピークが現れなくなった。ピークを元通り出現させるには、どうしたらいいか？

A14. SIM 分析では一般的にグループ分けを行い、時間を区切って取り込むイオンを変えていきます。カラムを交換すると、ほとんどの場合ピークのリテンションタイムが変化します。ある化合物ピークのリテンションタイムが変わり、別の SIM グループまで移動してしまうと、その化合物ピークを取り込むのに必要なイオンが設定されていなければピークは出現しなくなってしまいます。このような場合は、もう一度スキャンモードで測定し、そのデータを基に SIM 取込みのグループ分けを実施しなおしてから SIM 測定をします。

Q15. 定量を行う際に、TIC ではなくイオンクロマトグラムを使用するのはどうしてか？

A15. TIC よりもイオンクロマトグラムの方がマトリックスの影響が少なく、S/N 比も良くなります。そのため、イオンクロマトグラムを使用すると定量値が安定するため、通常は定量にイオンクロマトグラムの積分結果を使用します。

Q16. 自動積分を実行しても、積分されないピークがある。どうすれば積分できるのか？

A16. 自動積分では、ピークの様子やベースラインの変動幅をソフトが判断して積分パラメータを決定しクロマトグラムを積分します。これはあくまでソフトが判断した結果であり、人間の意志とは異なります。うまく積分できないピークがある場合は、「付録 E 定量値が出てこなかった場合」を参照して積分パラメータを手動で設定

します。

Q17. ピークの形状が悪くて、積分パラメータを調整してもピークを積分できない。何かほかに積分する方法はないのか？

A17. マニュアル積分モードを使用します。クロマトグラム内にマウスカーソルを移動してください。縦棒（|）のカーソルの場合、平均スペクトルモードになっています。
[ツール] メニューより [オプション] をクリックして [データ解析オプション選択] ダイログボックスを表示します。[マニュアル積分] にチェックを付けて [OK] をクリックします。カーソルが十字（+）に変わり、マニュアル積分モードになります。この状態でクロマトグラムを適宜拡大し、ピークの積分開始点から積分終了点へ右ドラッグすると、その部分が積分のベースラインとなりピークが積分されます。

Q18. 積分結果を、マイクロソフトのエクセル（表計算ソフト）で処理したい。どのようにすればいいのか？

A18. データ解析画面の [クロマトグラム] メニューより [積分結果] をクリックします。積分結果が表示された画面の [コピー] をクリックします。エクセル上の積分結果を表示したい場所（セル）をクリックします。エクセルの [編集] メニューより [貼り付け] をクリックします。

Q19. マイクロソフトのワード文書中に、クロマトグラムを載せたい。どのようにすればいいのか？

A19. データ解析画面の [ツール] メニューより [ウィンドウをコピー] をクリックします。ウィンドウ#を入力する画面で [2]（クロマトグラムの場合。スペクトルの場合は [1]）を入力します。ワード上のクロマトグラムを挿入したい場所をクリックします。ワードの [編集] メニューより [貼り付け] をクリックします。貼り付けられたクロマトグラムの 4 隅の四角いカーソルをドラッグすることによって、大きさを調整します。

Q20. 定量レポートの積分値と、自分で積分した値が異なる。何故このような現象が起こるのか？

A20. 定量レポートでは、イオンクロマトグラムが定量データベースグローバルに設定されたとおりの抽出範囲（デフォルト値 0.5 分）で取り出され、定量データベースの詳細タブに登録されている積分条件で積分されます。自分で積分する際も同じ条件

でイオンクロマトを抽出し積分すれば同じ値になります。

Q21. 定量レポートを見ると、ピークはあるのに定量結果がないと出ている。なぜこのような現象が起こるのか？

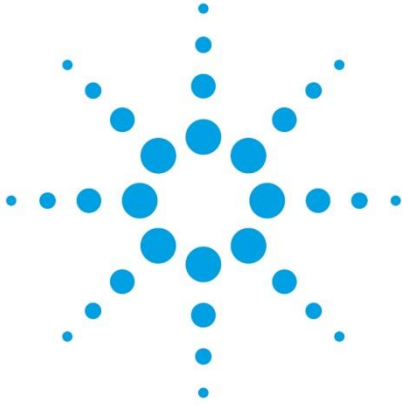
A21. 2つの原因が考えられます。1つは、定量計算時に適切な積分条件が使用されていない場合です。データ解析画面から定量データベースを開き（[キャリブレーション]－[化合物編集]）、目的の化合物名をクリックして詳細タブを開きます。この画面の Tgt（ターゲットイオンの）の積分パラメータファイル欄に、使用する積分条件ファイルを登録します。

もう1つの考えられる原因は、ピーク濃度が定量可能、または定量が必要な濃度より低い場合です。①積分パラメータファイルの[スレッシュホールド]や[面積リジェクト]で、ある強度のピークまでしか積分できないように作成している、②[定量]－[レポートオプション]で[検出下限]を入力している等が考えられます。定量レポートの詳細スタイルで印刷されてくるターゲットイオンやクオリファイアイオンのイオンクロマトグラムは正規化されて印刷されるので大きく見えますが実際は非常に小さいピークである場合があります。このような場合は、定量したい濃度以下なので定量結果がない方が適当です。

Q22. 定量データベース（検量線）を登録するのに使用したデータを定量しても、クオリファイアイオンの比率が違って出力される。どうしてこのような現象が起こるのか？

A22. 定量データベース（検量線）を登録するときに、同定タブに入力されるクオリファイアイオンの比率は、登録時に使用したスペクトルのターゲットイオンに対するクオリファイアイオンのアバンダンス比率（アバンダンス比）です。定量レポートのクオリファイアイオンの比率は、ターゲットイオンに対するクオリファイアイオンの積分値の比率（面積比）です。そのため、定量レポート出力されるクオリファイアイオンの比率は登録時と異なります。この値が同じになるようにするには、データ解析画面で[キャリブレーション]メニューの[更新]をクリックし、[キャリブレーション更新]ダイアログボックスで[レベル更新]を選択し、同じデータを使用して、[クオリファイアイオンの相対強度の置き換え]を行います。同じ比率になるはずです。





付録G GC/MSD 用語集

amu (Atomic Mass Unit)

¹²Cの質量の1/12を1とした質量単位。
(古い用語)

CI (Chemical Ionization)

化学イオン化法。試薬ガスをイオン化し、生成した反応イオンと試料分子のイオン-分子反応により試料のイオン化を行う。

EI (Electron Ionization)

電子イオン化法。加速した電子を試料分子などに衝突させることによりイオン化する方法。

EM (Electron Multiplier)

エレクトロンマルチプライヤー。二次電子倍増管。イオンの検出を行う。

EPC (Electronic Pneumatics Control)

ガスクロマトグラフのガス圧力コントロールを電子的に行う。

m/z

イオンの質量を電荷数で割ったもの。
マススペクトルの横軸の単位。

Q ポール

四重極のこと。
四重極型質量分析計を参照のこと

SIM (Selected Ion Monitoring)

化合物に特有なイオンを選択してモニターすること。スキャンでモニターするより、選択的に高感度に分析する事が出来る。

TIC (Total Ion Chromatogram)

トータルイオンクロマトグラム。
正式には TICC (Total Ion Current Chromatogram) と言う。

u

amuを参照のこと。最近では"u"と記述するのが正しい表記方法である。

アイソトープ

同位体。

アナライザー

質量分析装置において、*m/z* ごとに分離する部分。特定の成分を分析する装置を総称してアナライザーと呼ぶこともある。

イオン源

質量分析装置の中で試料をイオン化するための部屋。

イオン化エネルギー

基底状態にある気体分子、原子、または原子団から一個の電子を無限遠に引き離すのに要するエネルギー。イオン化電圧、イオン化ポテンシャルとも呼ばれる。

イオンクロマトグラム

トータルイオンクロマトグラムから、指定した *m/z* のクロマトグラムを取り出したもの。マスクロマトグラムあるいは抽出イオンクロマトグラムが正しい表記である。

オートチューニング

質量分析計でマス軸、分解能の校正、イオン源の電圧調整、感度の調整を自動で行うこと。

開裂

結合の切断の事。

化学イオン化

CIを参照のこと。

ガスクロマトグラフ質量分析計

ガスクロマトグラフと質量分析計を結合した装置。GC/MS。

クオリファイアイオン（確認イオン）

SIM モードを用いて定量分析を行う場合、ターゲットイオンの他に 1~3 本、その化合物に固有なイオンを指定する。この化合物確認用イオンをクオリファイアイオンという。目的の化合物であるかどうかは、ターゲット、クオリファイアイオンのリテンションタイムとその強度比が標準物質と同じであるかどうかで判断される。
→ターゲットイオン。

コンスタントフローモード

ガスクロマトグラフのキャリアガスを一定流量に保つこと。昇温分析を行うとキャリアガスの流量は次第に減少するので、EPC の機能を用いて、昇温と共にカラムヘッド圧を昇圧し、一定流量に保てるように制御する。

四重極型質量分析計

直流と高周波を重ね合わせた電圧を双曲線断面を持つ四重極電極に印加し、それによって生成した四重極電場により、 m/z ごとに分離する装置。

質量数

^{12}C を 12 とした質量単位で原子の質量を表した時の最も近い整数。原子核を構成する核子の数。すなわち、陽子の数と中性子の数との和に等しい。質量分析では、イオンなどを構成する原子の質量数の和こと。

質量スペクトル

各イオンの強度を棒グラフなどで表わし、これを m/z 順にならべたもの。

スキャン

質量スペクトルを測定するために、磁場や電場の強さを一方向に連続的に変化させる。

相対強度

質量スペクトルにおいて、ある質量のイオンビームの強度と最大強度のイオンビームとの比、通常この比は質量スペクトルの各ピークの高さを、最大ピーク高さを 100 として表わす。

ターゲットイオン（定量イオン）

質量分析計で定量分析を行う場合に、検量線を作成するのに用いられるイオン。
→ クオリファイアイオン。

ディフュージョンポンプ

拡散ポンプ。油または水銀の蒸気の流れが気体分子の拡散を一方向に抑えることを利用した真空ポンプ。一般的に $10^{-5} \sim 10^{-8}$ Torr 程度に排気できるが 10^{-2} Torr まで排気できる補助ポンプを必要とする。

同位体イオン

存在比が最大ではない同位体を含むイオン。ハロゲン化合物では顕著に観察できる。

同位体ピーク

同位体イオンが与えるピーク。

ピーク

質量分離されたイオンを検出、倍増してチャートとして表わした時、 m/z に対して得られた棒グラフの一本一本をいう。また、GC/MS の場合には、クロマトグラム中の山形の形状のものを指すこともある。

フォアラインポンプ

拡散ポンプなどの高真空用ポンプを作動させるのに必要な真空度まで排気するための補助ポンプ。GC/MS では、ロータリーポンプを使用している。

フラグメントイオン

フラグメンテーションにより生じたイオン。

フラグメントピーク

フラグメントイオンが与えるピーク。

フラグメンテーション

イオンが一つまたはいくつかの結合開裂によって、より小さい質量のイオンを生成する反応。

分子イオン

分子内の結合が切れることなく、電子を失うかまたは付加することによって生じたイオン。EI でイオン化した場合には M^+ で表される。

ベースピーク

質量スペクトルにおいて各イオンの相対強度を求める際基準に用いるピーク。通常最大強度のピークを用いる。ベースピーク。

マスキロマトグラム

イオンクロマトグラムを参照。

改訂履歴

版 (Rev.)	内容	日付	改訂者
初版	・ 以前のバージョンより G1701FA 用に改訂 *電子ファイルのみ。	2013/06/25	TO

本書の内容の一部または全部を無断で複写・転載することは禁止されています。

本書に記載されている情報は予告なく変更されることがあります。



Agilent Technologies



© Agilent Technologies, Inc. 2013

Printed in Japan
Rev. 1 (Jun 2013)
AT2A4E11