

アジレント・テクノロジー





- ・<u>最初に</u>
- ・<u>分析前の確認</u>
- ・<u>分析後の確認</u>
- 困ったときは
- ・<u>FAQなどの資料について</u>
- トラブル事例







こちらの資料では装置の日常的な使用に当たって 点検・メンテナンスをしていただくべき主な項目を説明しています。

より詳しいシステムの操作説明などについては、お手元の各機種の**ガイドブック** (装置据え付け時説明資料)のご案内も参照してください。

さらに詳しいご案内をご希望のお客様は、アジレントが提供する お客様向けトレーニングの受講もご検討ください。

<ご案内・お申込みページ>

https://www.chem-agilent.com/customertr/

*本資料の内容は予告なく変更される場合がございます。ご了承ください。



分析前の確認

- ・真空度の確認(<u>SQ</u>, <u>TQ</u>, <u>TOF</u>, <u>QTOF</u>)
- ・窒素ガス供給圧力の確認
- ・<u>高純度窒素ガスの供給圧力を確認(TQ,QTOF)</u>
- ・<u>ロータリーポンプオイルの確認</u>
- ・<u>MSのチューニング実施</u>
- ・LC移動相、ニードル洗浄液の更新
- ・動作状態の確認





<u>MS真空度の確認(毎日実施)</u> LC/SQ(シングル四重極)G6100シリーズ

「メソッド&ランコントロール」画面の、MSステータス表示、 または「**診断(Diagnostics)**」画面のメニューから Maintenance>MSD VENTを選択します。

表示された画面の"More"ボタンを押すと機器の詳しい真空情報を確認できます。



<u>MS真空度の確認(毎日実施)</u> LC/SQ(シングル四重極)G6100シリーズ

※VENT画面のボタンについて、 VENTの"Start"ボタンは 装置の<u>真空を停止したい場合以外は押さないで</u>ください。

装置の真空停止プロセスが作動すると、 再度使用可能な状態になるまで長時間がかかります。

真空数値目安は、

Rough vacuumはおよそ<u>1.5-3torr程度</u>です。

High vacuumは、<u>0.010mtorr またはそれ以下程度</u>です。





LC/TQ(トリプル四重極)G6400シリーズ

MassHunter Data AcquisitionソフトのActual部分の表示で確認します。 (デフォルトでは右上)

Rough vacuumはSQと同様(1.5-3.0torr)程度です。(一部機種では異なります) High vacuumはスタンバイ時でE-6torr、MS ON時でE-5torrの桁数が目安です。 以下の表示は一例です。実際の詳細な適正数値範囲は機種によって異なります。

Actuals	
Parameter	Value
QQQ: Rough Vac	1.79E+0 Torr
QQQ: Sheath Gas Temp	250 °C
QQQ: Not Ready Text Long	Turning on/off collision gas
QQQ: High Vac	2.91E-5 Torr
QQQ: Capillary Current	4324 nA
QQQ: Chamber Current	0.25 μΑ
QQQ: MS 1 Heater	100 °C
QQQ: MS 2 Heater	100 °C





LC/TOF (飛行時間型) G6200シリーズ

MassHunter Data AcquisitionソフトのActual部分の表示で確認します。 装置の起動直後の場合はTOF&QTOF Diagnostics toolから確認します。 Rough vacuumは (1.5-3.0torr)程度です。(一部機種では異なります) High vacuumはE-7torrの桁数に達していること。

一部の機種では再起動後に十分に真空度が下がるまでに数日以上必要な場合があります。

8.0*E-7torr程度まで真空低下することを確認してから、 動作確認を行っていただくことをおすすめします。





LC/QTOF (四重極-飛行時間型タンデム) G6500シリーズ

MassHunter Data AcquisitionソフトのActual部分の表示で確認します。 装置の起動直後の場合はTOF & QTOF Diagnostics toolから確認します。

Rough vacuumは (1.5-3.0torr)程度です。(一部機種では異なります) Quad vacuumはTQと同じ (E-5からE-6)程度です。 TOF vacuumはTOFと同じ (E-7)程度です。



🔆 Agilent

窒素ガス発生装置の圧力表示を確認(<u>全機種共通・毎日実施</u>)

窒素ガス発生装置は0.65MPa以上の供給圧力を維持していることをご確認ください。

>窒素ガス発生装置の圧力が低下している場合は、 圧力調整ネジ(レギュレーター)を調整して圧力を回復できるかどうかを確認します。 改善しない場合は窒素発生装置の**型名やシリアル番号**(管理番号)をご確認の上で、 各メーカー窓口へご相談ください。

下図の左は**エアテック**社、右は**システムインスツルメンツ**社の製品例です。







高純度窒素ガス(コリジョンガス)の供給圧力を確認 (毎日・TQ,QTOFのみ)

高純度窒素ボンベまたは、ラボの集中配管ラインから供給しているガスの圧力を確認します。 通常は同の配管でMS本体に接続されています。

0.1-0.2MPaで供給されるのが正常な設定です。

ガスの残量が少なくなっている場合はボンベの交換をご検討ください。

<u>交換作業時は装置の真空を停止する必要はありません</u>。

スタンバイ状態で交換して、ガス漏れがないことを確認し、 装置の動作確認をしてください。

※Ultivoの場合は高純度窒素ガスは使用しておりませんので、 こちらの項目には該当しません。





MSロータリーポンプのオイル確認(毎日実施)

外付けポンプについて、内部のオイル量を確認できるゲージがあります。 ゲージから現在の液面を確認します。(下図の赤で囲んだ部分がゲージです)

上限と下限の線の間に液面があることを確認します。 一般的には半分以上のオイルが入っていることが望ましいです。

オイルが漏れていて液面が下限を下回っているなど、 異常が見られた場合はコンタクトセンターへご相談ください。







MSの動作確認と再調整のために、オートチューンまたはチェックチューンを行います。

-実施目安

週に1回程度を目安にチェックチューンを実施

- ・チェックチューンの結果が従来と比べてよくない場合
- ・正常にチェックチューンを完了しなかった場合
- ・前回のオートチューンから1-2か月以上経過している場合
- > このような場合はオートチューンを実施します。

★チューニングの実施前にはチューン溶液ボトルに 専用の溶液が十分残っていることを必ず確認してください。 (残量が不十分なままチューンをスタートすると チューンに失敗することがあります。)

ボトルは回すと簡単に取り外せます。

補充した場合はゆるみのないように取り付けてください。

(Ultivoの場合はボトルを手前にスライドさせてから脱着してください)



Mass A:	xis Calib:	ration	Resolu	tion Se	tting		Signal	Intensity
Target	Tuno	D/F	LTaxget	Peak	D/P		ei a	
rargec	rune	272	liarder	reak	172		Dig.	101
Mass	Mass		I PW	Width				
118.09	118.08	pass	0.65	0.66	pass		121504	
622.03	621.97	pass	0.65	0.63	pass		161045	
922.01	921.90	pass	0.65	0.63	pass		195306	
1221.99	1221.90	pass	0.65	0.61	pass	1	181312	
Results	Summary							
		Mass A	xis	Peak W	idth			
Allowed	Diff.	<=0.13	amu	<=0.1	anu			
Actual I	Diff.							
Mass 1		pass		pass				
Mass 2		pass		pass				
Mass 3		pass		pass				
Mass 4		pass		pass				



チューニングボトル

写真の左下にあるボトルがチューニング溶液ボトルです。 蓋が固定されているので、中身の補充の際などはボトルを回して外します。 取り付け時はゆるみがないようにしてください。 ※機種によってボトルの取り付け位置は異なります (写真はSQの例です。) Cable Clamp CDS Valves Inlet assembly. **MS** Selection Valve チューニング溶液 CDS Valves ボトル Leak



sensor/tray



溶液のパージは毎日、各チャンネル5分程度の実施を推奨しております。

1200/1260シリーズのポンプでは<u>パージバルブを開いて</u>、 <u>5mL/minの流量で5分程度</u>のパージを行います。

<u>パージが終わったらパージバルブは閉じた状態</u>にします。

※開封から数日以上経過した移動相は LC/MS分析に適さない状態に劣化している可能性があります。

※移動相の交換を行う場合は古い溶媒が残っていても継ぎ足しはしないでください。 古い溶媒を破棄して、ボトルを十分に共洗いしてから新しい溶媒を準備してください。













1290シリーズ(高耐圧機種)の場合は、 ポンプのイラスト部分の右クリックメニューから 3mL/minの流量で<u>パージを5分程度</u>と、 必要に応じて<u>プライム</u>操作を行います。

🛃 Control			
Pump			
	💿 On		
	O Off		
	Standby		
Carlbring			
Seal Wash			
C Off			
C Single Wash	h Duration	3.0 📜 min	
Periodic	Period	7.0 🗧 min	
	on for	0.5 🔶 min	
Cool) (och Dun Mode			
Seal wash hun Mode		-	
Un when	i pump is on	×	
Automatic Turn On			
T.m. en et	Mandau April 200	015 1 00 00 PM	
	Monday, April 20, 2	015 1:00:00 PM	
Purce			
C0n Du	ration 5.00 min.	Composition A	0.00 1 %
© 0#	Elow 2 000 ml /min	P	0.00 * %
	1000 UNEX1111	<u>י</u>	50.00
		L .	50.00
		D	50.00 %
Prime			
C On			
🖸 Off			
		Ok	ancel Help
		UK	Lancel Help

サンプラーのニードル洗浄液などの交換

ポンプの移動相と同様にセットされているニードル洗浄溶液についても、 分析前に残量の確認と必要に応じて溶液の更新を行います。 こちらについても継ぎ足しての使用は極力避けてください。

送液チューブ内が乾燥してしまって呼び水が必要な場合は、 オートサンプラーの**右クリックメニュー**から 「ニードル洗浄(Wash needle)」を選択して 30-60秒程度の洗浄を実行していただくと ポンプが動作して溶液が流れます。

※標準的なチューブ仕様のペリスタリックポンプの場合、 有機溶媒 100%は使用できません。 詳しくはコンタクトセンターまでご相談ください。





動作状態の確認

普段分析されているメソッド、移動相、カラムの組み合わせで装置の動作状況を確認します。 具体的には以下のような例が挙げられます。 (※お客様ラボのルールによって判断基準は異なります)

- ・初期移動相での圧力状態(いつもと同じくらいか)
- ・ベースラインの安定具合(動かし始めてしばらく待つと平らな状態になるか)
- ・標準試料分析時のピーク保持時間(=Retention Time)(いつもと同じ時間にピーク出るか)
- ・ピーク形状などを確認します。(形が崩れたりピークが割れたりしていないか) 必要に応じて、再現性の確認なども行います。

圧力が安定しない場合はさらにパージを行ったり、 通常よりも極端に圧力が高い場合は、流路に詰まりが起こっていないかなどを確認します。



分析後の確認

- ・<u>バラストバルブの開閉(必要時)</u>
- ・<u>カラム洗浄</u>
- ・<u>MSイオンソースのふき取り清掃</u>
- ・<u>MSネブライザの超音波洗浄</u>
- ・LC廃液、サンプル冷却結露水処理



ロータリーポンプのバラストバルブ開放(必要なシステムでは<u>毎週</u>実施)

Edwards社製ポンプ(中央の白いポンプ)の場合は、ポンプ上部の灰色のバルブ (赤矢印部分)を緩めてオイルを上部のミストフィルター(左の写真部品)から本体に戻します。

バラストバルブについてはEdwards社製白色のポンプの場合のみ該当します。

ポンプ上部の灰色のバルブを緩めた状態で15分程度置いてから元通りにバルブを閉めます。ポン プ駆動中かつ分析時間外のタイミングで週に1回程度実施します。

※バルブを開けたままだと、停電などで装置が予期せずシャットダウンした場合に、 ポンプオイルがMS本体に逆流する恐れがあります。

アジレント製の灰色のポンプ(MS40+、写真**右**のポンプ)の場合は バラストバルブの操作はありません。







(一連の分析終了ごと。またはしばらく装置を停止しておく場合など)

バッファを含まない水溶液での洗浄や、有機溶媒での洗浄を行うことで、 配管やカラムの劣化を防ぎます。

ー般的な逆相分析の場合は、まずバッファを含まない水で流路を洗浄し、 次いでメタノールやアセトニトリルなどを一定程度含む溶液で流路の洗浄をします。 詳しい対処法については、各カラムに付属している説明文書などもご確認ください。





MSイオンソース内側のふき取り清掃(一連の分析終了後に実施)

イオンソース内部を洗浄溶媒で拭取る イオンソース内部を洗浄溶媒をかけて洗浄 ※洗浄時、洗浄溶媒が直接キャピラリー入口 にかからないように注意

※MassHunterまたはケミステーションから

MSをスタンバイにしてから行ないます

※ケーブルにも直接かからないように注意

洗浄溶媒 IPA: $H_2O = 50: 50$ または IPAのみと H_2O のみで交互に ※汚れを溶かし易い溶媒を使います

※ iFunnel機種の場合は、微細な塵が吸い込まれ ないように、専用布(05980-60051, Cloth, lint free 15/PK)のみ使用可能です



特にAJSの場合は MSスタンバイに切り替えた 後シースガス表示温度が 125℃になるのを待ってか らソースを開けてくださ い。 熱いままソースを開ける とヒーターが

故障する恐れがあります





MSネブライザの超音波洗浄 (イオンソースふき取りと同様。またはチューンが失敗した場合に実施)



 ネブライザがイオン源に取り付けられている状態。
 LCからのライン①と、ネブライザガスチューブ②を 外します。
 イオン源開けてからの方が作業しやすくなります。

1 イン協用りてからの方が作業しやすくなります。 【注意】ネブライザ先端をぶつけないようにします。





2. ネブライザガスチューブにはキャップをつけます。

(キャップが見当たらない場合は開放したままで問題ありません。 しばらく窒素ガスが出ている音がして装置は一時的にエラー状態 になりますが、洗浄が完了してから元に戻してシステムをONにし ていただくと解消されます。)



MSネブライザの超音波洗浄



ネブライザを専用台にセットし、ルーペ③と 小型ライト④も差し込みます。③と④とを逆にすると、 スプレーの同軸方向から詰まり等をチェックできます。



(参考)正しく調整された、清浄なネブライザの様子



4.洗浄する場合は、先端のみが溶液に届くように、小ビンか三角フラスコに乗せた状態で、超音波洗浄機に入れると便利です。
 洗浄溶液は、水、イソプロパノール等、汚れを溶かし易いものを選択します。

左側はインナーニードルをつけたまま、右側はインナーニー ドルを外した状態です。



<u>LC廃液</u>処理、 サンプラー冷却結露水の処理(一連の分析終了時または次回分析開始時)

サンプラーが冷却機能を搭載しており、使用している場合は、 タンク内の廃液の処分と、排水チューブ内部に水が残っていないか確認をしてください。

廃液が処理されていなかったり、チューブ内に水が残ったままになっていると 冷却機能が低下したり、故障の原因になります。

※特に夏場や梅雨の時期など湿度が高くなるような場合は、十分にご注意ください。









機器の**エラー**が発生した場合(機器のステータスランプが**赤く**なった場合など)、 対処方法がわからない場合はお手元のガイドブックを確認いただき、 対処法の説明がないかをご確認ください。

具体的なエラーの内容はログブックから確認できます。

使用されているソフトウェアのログブックを表示して内容をご確認ください。

確認されたエラー内容について、対処法が不明な場合は、 お電話、メールまたはwebからのお問い合わせフォームにて状況をお知らせください (エラーメッセージの内容やエラーが表示されている画面キャプチャを送っていただくと 早期解決につながることが多いです)



ログブックの表示例

LC/SQ:「表示(View)」メニュー> ログブック> 現在のログブック(Current logbook)

🕌 LCMS (online): Method and Run Control									
File RunControl Instrument Method Sequence ASR Walkup MassHunter View User Abort Help									
🔁 🖥 Methods 🔄 🛃 DEF_LC.M 🔹 Sequences 🔐 🛃 fctest.S 🔹 💽 🖼 🔛 📙 🔛 🏝 🏠									
Not Read Select from most previously loaded Method Files 0.0 0.0 Nethod: DEF_LC.M Sequence: fctest.S									
Method and Run Control	P Method and Run (Control							
1 -	Instrument Contro	Run C	Queue Sample Entry Easy Sequence Easy Sequence Setup						
C:¥Chem32¥1¥Methods Batch.M CSWalkupStandby.M									
CSWalkupStandby.M									
	Current L	ogbook	File INSTR1.LOG		×				
	Current L Module	ogbook #	File INSTR1.LOG Event Message	Date Time					
CSWalkupStandby.M DA.M def_LC.M DemoCal1.M DemoCal2.M	Current L Module Logbook	ogbook #	File INSTR1.LOG Event Message Closing ChemStation	Date Time 6/21/2017 4:12:26 PM					
W CSWalkupStandby,M W DA.M W def_LC.M W DemoCal1.M W DemoCal2.M W DGALSTst.M	Current L Module Logbook G6130B	ogbook #	File INSTR1.LOG Event Message Closing ChemStation Previous version of method translated, verify parameters and save method	Date Time 6/21/2017 4:12:26 PM 6/21/2017 3:57:45 PM					
CSWalkupStandby,M DA.M def_LC.M DemoCal1.M DemoCal2.M DGALSTst.M DGCalAS.M	Current L Module Logbook G6130B G6130B	ogbook # 1 1	File INSTR1.LOG Event Message Closing ChemStation Previous version of method translated, verify parameters and save method Calibration delivery system leak occurred.(0501)	Date Time 6/21/2017 4:12:26 PM 6/21/2017 3:57:45 PM 6/21/2017 3:56:59 PM					
CSWalkupStandby,M DA.M def_LC.M DemoCal1.M DemoCal2.M DGALSTst.M DGCalAS.M DGCalOQ1.M	Current L Module Logbook G6130B G6130B G6130B	ogbook # 1 1 1	File INSTR1.LOG Event Message Closing ChemStation Previous version of method translated, verify parameters and save method Calibration delivery system leak occurred.(0501) Calibration delivery system leak occurred.(0501)	Date Time 6/21/2017 4:12:26 PM 6/21/2017 3:57:45 PM 6/21/2017 3:56:59 PM 6/21/2017 3:56:51 PM					
CSWalkupStandby,M DA.M def_LC.M DemoCal1.M DemoCal2.M DGALSTst.M DGCalAS.M DGCalOQ1.M DGCalOQ2.M	Current L Module Logbook G6130B G6130B G6130B G6130B	ogbook # 1 1 1 1	File INSTR1.LOG Event Message Closing ChemStation Previous version of method translated, verify parameters and save method Calibration delivery system leak occurred.(0501) Calibration delivery system leak occurred.(0501) Calibration delivery system leak occurred.(0501)	Date Time 6/21/2017 4:12:26 PM 6/21/2017 3:57:45 PM 6/21/2017 3:56:59 PM 6/21/2017 3:56:51 PM 6/21/2017 3:56:51 PM 6/21/2017 3:56:51 PM 6/21/2017 3:56:42 PM					

- 🔆 Agilent

ログブックの表示例

TQ, TOF, QTOFの場合: Toolsメニュー> System logbook viewer





FAQについて

アジレントのwebサイトではFAQにて、 基本操作説明やトラブルシューティングガイドなどをご案内しております。

これまでにご相談の多かったトラブルとその対処方法なども掲載しておりますので、 ぜひご覧ください。

・FAQ website(日本語)

https://www.chem-agilent.com/contents.php?id=1000011





				Title	Value	Unit	Limit	Progress
	- 8	COM5						
ICメンテナンス作業	-	G7120A	1290 High Speed	Pumped Volume Channel A	1.605	L	120	1%
	<u>• • • •</u>	Serial #	PP0000005	Pumped Volume Channel B	3.782	L	120	3%
を サポート しょう しょう しんしょう しんしょう しんしょう しんしょう しんしょう しんしょう かんしょう しんしょう しんしょ しんしょ				Seal Wash Pump On-Time	13.04	h	3000	0%
				Automatic Purge Valve Switches	1080	Count	15000	7%
				Solvent Selection Valve Switches (A)	7	Count	20000	0%
				Solvent Selection Valve Switches (B)	5	Count	20000	0%
				Pumped without seal wash solvent (A)	1071	ml	100	100%
				Pumped without seal wash solvent (B)	1071	ml	100	100%
	•	G7167B	1290	Right Needle Up-and-Down Counter	42	Count	60000	0%
		Serial #	DEBAQ00126	Right Seat Wearout Counter	42	Count	60000	0%
メンテナン人固所の椓慟状況をモニター				Injection Valve Switches	568	Count	30000	1%
的変も吐用に、ありま、ノ、ニート、フィンズキ				Peristaltic Pump On-Time	0.07	h	3000	0%
的唯な時期に週切なメノナノノスかでさ		G7116B	1290 MCT	Valve Switches	15	Count	30000	0%
ます!		Serial #	PP10000013					
		G7114B	1290 VWD	Accumulated UV Lamp On-Time	443.85	h	2000	22%
		Serial #	PPBAU00057	Number of UV Lamp Ignitions	39	Count	200	19%





Agilent Information Center

Aiglne InfinytLabモジュール付属ツール。 PCのスタートメニューからAgilent Information Centerを 選択することで利用いただくことが可能です。







窒素ガス発生装置からのガス供給圧力が下がっていることが原因で以下のような エラーが出ることがあります。

ログブックでこれらのエラーが出ていた場合は、窒素ガス発生装置のガス供給圧力が 0.65MPaを下回っていないかをご確認ください。

- Nebulizer pressure control timeout
- Dry gas control timeout
- Sheath gas controller could not maintain fixed amount of time など
- ネブライザに接続するガスコネクタが曲がっていたり緩んでいないかをご確認ください

窒素ガス発生装置の*ガス供給圧力が0.65MPaを下回って*おり、 調整部分を動かしても圧力が上がらない場合は、窒素発生装置のサポート窓口 (エアテックやシステムインスツルメンツなど)までご相談ください。





LCMSシステムのいずれかの部分でリーク(液漏れ)が発生すると、リークセンサーが 濡れを検知し、システム全体にShutdownの信号を送って動作を停止させます。

ログブックには以下のように記録されることが多いです。

G6460C	leak detected	
G7112B	shutdown	
G7167A	shutdown	
G7116A	shutdown	
G7117A	shutdown	

いくつもの機器で**Shutdown**と表示されるのでわかりづらいですが、 ほぼ同時刻に<u>Shutdown以外の</u>、具体的な原因 (この場合は矢印で示したLeak detected)のメッセージを見つけていただくと、 トラブル解決の手掛かりになります。

トラブル発生時刻の前後の時間についてもログを確認してください。

<u>カラムの交換後、配管の取り付けなおし後などはリークが起こりやすいので注意が必要です。</u>



トラブル事例3 計画停電前後の機器のシャットダウンと起動方法

電源設備の停電など、停電が予定されている場合には あらかじめシステム全体のシャットダウンを実施していただく必要があります。

機種ごとのご案内についてはお手元のガイドブック、 またはFAQ webサイトに掲載された資料にて手順をご確認いただけます。

- LCMS機器の停止と起動手順

https://www.chem-agilent.com/contents.php?id=1000594

※再起動後は真空度が十分に安定したことを確認してから動作確認手順へと進んでください。

