

**Agilent G1701EA MSD
Productivity
ChemStation**

**ファミリアリゼーション
ガイド**



Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2011

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

G1701-96070

エディション

第1版、2011年7月

印刷：米国

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

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障を含めて（ただしそれだけに限定されない）、いかなる明示的または黙示的な保証も行いません。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。

権利の制限

ソフトウェアがアメリカ合衆国政府との元請契約または下請契約の履行目的で使用される場合、ソフトウェアは DFAR 252.227-7014 (1995年6月) に定義される「商用コンピュータソフトウェア (Commercial computer software)」、FAR 2.101 (a) に定義される「商用品 (commercial item)」、FAR 52.227-19 (1987年6月) に定義される「制限付きコンピュータソフトウェア (Restricted computer software)」、または同等の代理店規約または契約条項に従って、納品され使用許諾されます。ソフトウェアの使用、複製または開示は、Agilent Technologies の標準的な商用使用許諾条件を前提とし、アメリカ合衆国政府の国防総省以外の部局は、FAR 52.227-19(c)(1-2) (1987年6月) に定義される制限付き権利 (Restricted Rights) を超える権利を受けないものとします。アメリカ合衆国政府の利用者は、技術データに適用される FAR 52.227-14 (1987年6月) または

DFAR 252.227-7015 (b)(2) (1995年11月) に定義される制限付き権利 (Limited Rights) を超える権利を受けないものとします。

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。

このガイドについて

このガイドには、G1701EA MSD Productivity ChemStation ソフトウェアを使用した Agilent 7890A GC/5975 MSD の操作に慣れるためのステップバイステップの演習が含まれています。

このガイドを活用するには、以下が必要です。

- GC 注入口： EPC 付きのスプリット/スプリットレス注入口 (デフォルトの注入口コンフィグレーション)
- カラム： HP-5ms 30 m x 250 μ m x 0.25 μ m
- サンプル： 5975 MSD サンプル (P/N 05970-60045) または (P/N 5074-3025 日本のみ)
- MSD チューニング キャリブレーション： PFTBA (パーフルオロトリブチルアミン)

機器の操作を行う前に、必ず機器に同梱されている安全および規制に関する情報をお読みください。

1 システムのスタートアップ

データ測定用のシステムハードウェアおよびソフトウェアを起動します。

2 MS のチューニング

機器が正しくチューニングされているか判断します。

3 定性分析用のメソッドの作成

システムのデフォルトメソッドから、新しい定性分析スキャンメソッドを作成します。

4 スキャンメソッドの実行

第 3 章で作成したメソッドを実行して、サンプルデータを取り込みます。

5 定性データ分析

拡張データ解析プログラムを使用して、第 4 章で作成したデータを解析します。

6 SIM 定量メソッドの作成

第 3 章で作成したスキャンメソッドから SIM メソッドを作成します。

7 シーケンスの実行

第 6 章で作成したメソッドを使用して、シーケンスを作成および実行します。

8 定量データベースの設定

未知のサンプルを同定するため化合物とキャリブレータのデータベースを設定します。

9 レポートの作成

分析後に自動で、または後で以前の測定データからレポートを作成します。

10 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用にシーケンスを変更し、未知のサンプルの定量に使用します。

11 冷却メソッドの作成

メンテナンスメソッドを作成および保存します。

12 システムのシャットダウン

13 よくある質問

ヘルプ情報

ハードウェア

Agilent ではこのガイド以外に、Agilent 7890A GC/5975 MSD システムのインストール、操作、メンテナンス、およびトラブルシューティングの方法について文書化した複数のラーニングプロダクトを提供しています。この情報は、機器に同梱されている『Agilent Technologies GC and GC/MS Hardware User Information and Utilities』DVD に含まれています。



機器に同梱されている『Agilent Technologies GC and GC/MS Hardware User Information and Utilities』DVD では、現在の Agilent ガスクロマトグラフ、質量選択検出器、イオントラップ、および GC サンプラに関する幅広いオンラインヘルプ、ビデオ、および書籍が利用できます。ここには、次のような、もっとも必要な情報のローカライズ版が含まれています。

- 初心者向けマニュアル
- 安全および規制に関するガイド
- サイトの準備チェックリスト
- 据付に関する情報
- 操作ガイド
- メンテナンス情報
- トラブルシューティング詳細

ソフトウェア

G1701EA MSD Productivity ChemStation の紹介および詳細については『Agilent G1701EA GC/MSD ChemStation Getting Started』を参照してください。

目次

1 システムのスタートアップ

- ハードウェアのスタートアップ 12
- ChemStation ソフトウェアの実行 14
- チューニングファイルの選択 15
- メソッドの読み込み 16

2 MS のチューニング

- はじめに 18
- オートチューニングの実行 19
- オートチューニングの結果の評価 22
- チューニング履歴のトレンド 24

3 定性分析用のメソッドの作成

- はじめに 26
- メソッド全体の編集 27
 - GC コンフィグレーションの確認 28
 - GC のレディ状態の設定 32
 - GC オープンパラメータの設定 33
 - GC カラムパラメータの設定 35
 - GC 注入口パラメータの設定 36
 - GC インジェクタパラメータの設定 38
 - GC Aux ヒーターパラメータの設定 40
 - GC シグナルパラメータの設定 40
 - 表示する GC リアルタイムプロットの編集 42
 - MS パラメータの編集 42
 - メソッドの保存 46
- GC パラメータの編集に関する一般情報 47
 - [GC パラメータ編集] ウィンドウを開く 47
 - ChemStation ローカル目録へのカラムの追加 48
 - カラムの選択とコンフィグレーション 51
 - 7890A GC からのパラメータのアップロード 53
 - ステータスパネル表示のカスタマイズ 53

4 スキャンメソッドの実行

- サンプルの準備 56
- メソッドの読み込み 57
- メソッドの実行 58
- スナップショットの実行 61
- ログブックの表示 62

5 定性データ分析

- ピークの積分 66
 - 積分イベントの編集 69
 - 積分イベントのメソッドへの保存 71
 - ピークのマニュアル積分 72
 - 積分結果のテーブルでの表示 73
- メソッドの編集によるレポートの作成 74
- イオンクロマトグラム抽出 (EIC) の表示 76
- 右クリックメニュー (コンテキストメニュー) の有効化と無効化 78
- データの解析 79
 - スペクトルからのベースラインノイズの減算 81
 - ターゲットイオンとクオリファイアイオンの選択 82
- スペクトルライブラリの検索 83
 - 自動ライブラリ検索レポート作成 84
- ウィンドウ、TIC、スペクトル、またはメソッドの印刷 86
 - プリンタの選択 86
 - 印刷する項目の選択 87
- データ解析メソッドの保存 87
- データ解析プログラムの終了 88

6 SIM 定量メソッドの作成

- はじめに 90
- SIM メソッドの作成 91
- スキャンデータと SIM データの同時取り込み (SIM/スキャンモード)
96
- SIM/スキャンモードサイクル速度 98

7 シーケンスの実行

- サンプルの準備 100
- シーケンスの作成 101

シーケンスの保存	103
シーケンスの読み込み	104
シーケンスの実行	105
シーケンスログの印刷	106

8 定量データベースの設定

データベースへの化合物エントリの追加	108
化合物の同定	112
検量線の追加	115
キャリブレーションレベル1の追加	115
キャリブレーションレベル5、10、25、50の検量線への追加	117
データベースの保存	119
既存のデータベースの表示または編集	120

9 レポートの作成

分析後にレポートを自動生成	124
メソッドの読み込み	124
メソッドを編集してレポートを作成	124
メソッドの実行とレポートの作成	127
以前の測定データによる詳細レポートの作成	129
メソッドの読み込み	129
データファイルの読み込み	129
詳細定量レポートの作成	129

10 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シーケンスの作成	132
シーケンスの保存	134
シーケンスの実行	135

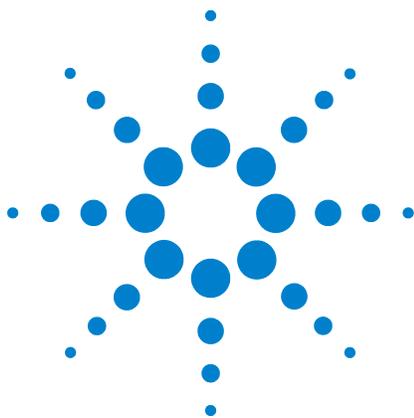
11 冷却メソッドの作成

冷却メソッドの作成	138
冷却メソッドの使用	139

12 システムのシャットダウン

MSのシャットダウン	142
GCのシャットダウン	143

13 よくある質問



1 システムのスタートアップ

ハードウェアのスタートアップ	12
ChemStation ソフトウェアの実行	14
チューニングファイルの選択	15
メソッドの読み込み	16

この章では、スタートアップチェックリストで機器の準備状態を確認します。必要に応じて、このマニュアルで分析するサンプルのデータ測定を処理するため、機器のハードウェアコンフィグレーションに変更を加えます。機器がオフで、G1701EA MSD Productivity ChemStation が実行されていない状態で、機器を起動し、MSD を真空排気します。最後に、すべての機器のパラメータをデータ測定に必要な値に設定するため、メソッドを読み込みます。



ハードウェアのスタートアップ

- 1 安全性の情報と機器の電源を入れる前のスタートアップの詳細については、『Agilent 7890A ガスクロマトグラフ 操作ガイド』(P/N G3430-96011) および『Agilent 5975 シリーズ MSD 操作マニュアル』(P/N G3170-96036) を参照してください。
- 2 スプリット/スプリットレス (S/SL) 注入口セプタム、ライナー、Oリングが清潔で適切に取り付けられ、良好な状態にあることを確認します。
- 3 コンディショニング済みの(HP-5ms 30 m x 250 μ m x 0.25 μ m)カラムを GC に取り付けます。カラム注入口を S/SL 注入口に取り付け、出口を MSD トランスファラインに取り付けます。詳細は、『Agilent 5975 シリーズ MSD 操作マニュアル』を参照してください。
- 4 EI イオン源が取り付けられていることを確認します。
- 5 純度 99.9995% 以上のヘリウムが S/SL 注入口のキャリアガス供給に取り付けられていることを確認します。
- 6 7890A GC の電源を入れます。
- 7 GC キーパッドから、オープン、Aux 2 の加熱部 (GC/MSD トランスファライン) および注入口ヒーターをオフにします。取り付けられている場合は、GC 検出器をオフにします。
- 8 以下を確認してから、MSD のスイッチを入れて運転を試みてください。
 - ベントバルブが閉まっている (つまみが時計回りに最後まで回っている)。
 - 他の真空シールおよびフィッティングすべてが所定の位置にあり、正しく固定されている。
 - サイドプレートのネジが固く締められていない。
 - MSD が接地された電源に接続されている。
 - GC/MSD インターフェイスが GC オープン内に引き込まれている。
 - コンディショニング済みのキャピラリカラムが GC 注入口と GC/MSD インターフェイスに取り付けられている。
 - GC はオンであるが、GC/MSD インターフェイスの加熱部、GC 注入口、およびオープンがオフである。
 - 純度 99.9995% 以上のキャリアガスが、推奨トラップを使用して GC に配管されている。
 - フォアラインポンプの排気が適切にベントされている。
- 9 MSD アナライザの上部カバーを開きます。
- 10 MSD ベントバルブを閉じます。

- 11 MSD 前面の電源ボタンを押して電源を入れます。フォアラインポンプがゴボゴボという音をたてます。

確実に密封するには、金属ボックスに取り付けられた MSD サイドボードを空気の音が止まるまで軽く押します。

- 12 MSD アナライザの上部カバーを閉じます。

- 13 MSD ローカルコントロールパネルから、**[真空排気]** を選択します。

真空排気は全自動で、オペレータの操作は必要ありません。

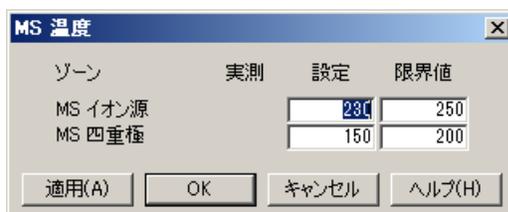
ターボポンプスピードが 100% に達して、イオンゲージ値が 100 mTorr に達したら、サンプルデータ測定前に、MSD を最低 2 時間動作させます。

ChemStation ソフトウェアの実行

- 1 PC の電源を入れます。
- 2 PC のデスクトップから、ChemStation 機器コントロールのショートカットアイコンを選択し、拡張モードの ChemStation の **[機器コントロール]** ウィンドウを表示します。



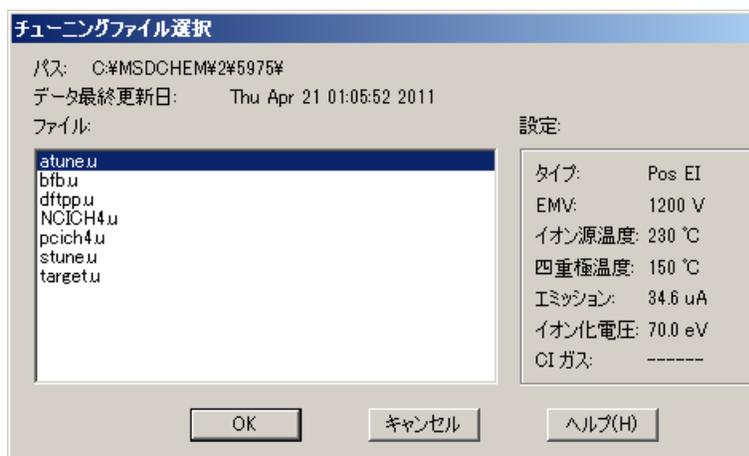
- 3 実測 MS 温度が設定に達していないと、**[MS 温度]** ダイアログボックスが表示されます。必要に応じて新しい設定を入力し、**[OK]** をクリックします。



- 4 Adobe Acrobat などの PDF ライタがコンピュータにインストールされている場合は、デフォルトプリンタを PDF プリンタに設定します。

チューニングファイルの選択

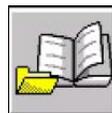
- 1 拡張モードの ChemStation の [メインコントロール] ウィンドウから、[表示] > [チューニングと真空制御] を選択して、[チューニングと真空制御] ウィンドウを表示します。
- 2 [ファイル] > [チューニングパラメータの読み込み] を選択します。
[チューニングファイル選択] ダイアログボックスが開きます。



- 3 [ファイル] のリストから、[atune.u] を選択します。[atune.u] ファイルには、最後のオートチューニング実行中に判断された最適 MSD パラメータ設定が含まれています。
- 4 [OK] を選択します。[atune.u] チューニングファイルが読み込まれ、ダイアログボックスが閉じます。

メソッドの読み込み

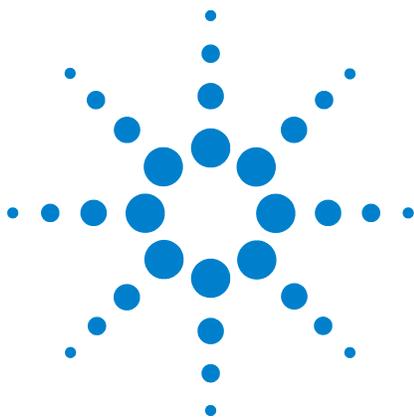
- 1 [表示] > [機器コントロール] を選択して、[チューニングと真空制御] を閉じ、拡張 ChemStation [機器コントロール] ウィンドウを表示します。



- 2 [メソッド読み込み] ボタンを選択します。[メソッド読み込み] ダイアログボックスが開きます。
- 3 移動して、msdchem/1/methods ディレクトリで、[default.m] を選択します。



- 4 [OK] を選択します。



2 MS のチューニング

はじめに	18
オートチューニングの実行	19
オートチューニングの結果の評価	22
チューニング履歴のトレンド	24

この章では、まず機器に実行するチューニング、次にオートチューニングについて簡単に説明します。それから、オートチューニングレポートを作成し、オートチューニングの結果を評価するチューニング評価を実行します。このレポートでは、チューニング評価でどの項目が合格または不合格かを確認します。最後に、最近実行した数回のオートチューニングでプロットしたチューニング済みパラメータのトレンドをグラフで表示する方法について確認します。



はじめに

チューニングは、質量範囲全体で MS の適切なパフォーマンスが得られるように調整するプロセスです。既知の化合物をキャリブレーションとして使用し、既知の校正イオンで適切な感度、分解能、質量数が達成できるように、チューニングパラメータを設定します。

チューニングは、オートチューニング機能またはマニュアルチューニング機能を使用して実行します。

マニュアルチューニングを使用すると、プロファイルスキャンとスペクトルで簡単に結果を表示しながら、MS チューンパラメータを調整できます。

マニュアルチューニングは次のような場合に使用します。

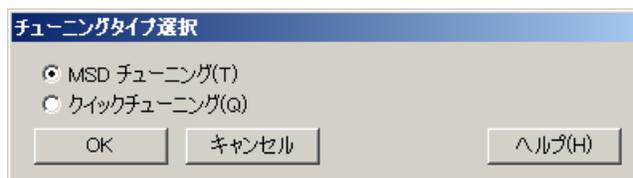
- 分解能をある程度犠牲にして、感度を最大に高める
- 特に質量範囲の低質量側をチューニングする (< 150 amu)
- 標準キャリブレーション以外の化合物でチューニングする

マニュアルチューニングパラメータにアクセスするには、[**チューニングと真空制御**] ウィンドウから [パラメータ] > [マニュアルチューニング] を選択するか、[**機器コントロール**] ウィンドウから [機器] > [MS チューニングパラメータ編集] を選択します。マニュアルチューニングの使用に関する詳細については、ChemStation オンラインヘルプを参照してください。

このセクションで説明するオートチューニングプログラムは、MS を調整して質量範囲全体で優れたパフォーマンスが得られるようにするので、大多数のアプリケーションにお勧めします。

オートチューニングの実行

- 1 [機器コントロール] ウィンドウから、[機器] > [MSD チューニング] を選択して、[チューニングタイプ選択] ダイアログボックスを表示します。



- 2 [MSD チューニング] を選択し、[OK] をクリックしてダイアログボックスを閉じて、オートチューニング手順を開始します。

機器のチューニングには PFTBA（パーフルオロトリブチルアミン）が使用されます。チューニングが完了すると、質量 69、219、および 502 のプロファイルスキャンがアバンドンスおよびピーク幅とともに表示されます。図 1 を参照してください。図 2（21 ページ）に示すように、チューニングレポートも作成されます。

2 MSのチューニング

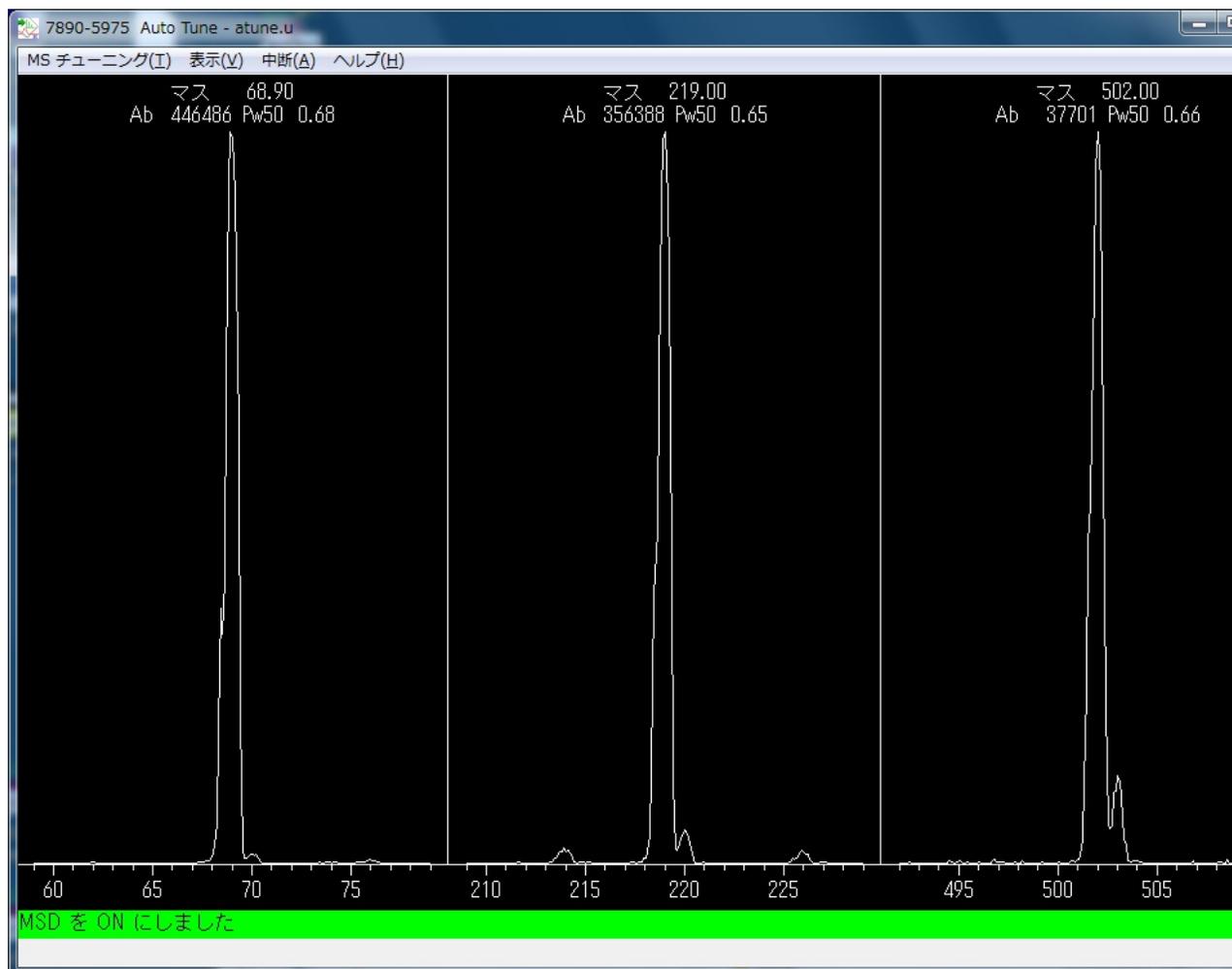


図1 質量 69、219、および 502 のプロファイルスキャン結果

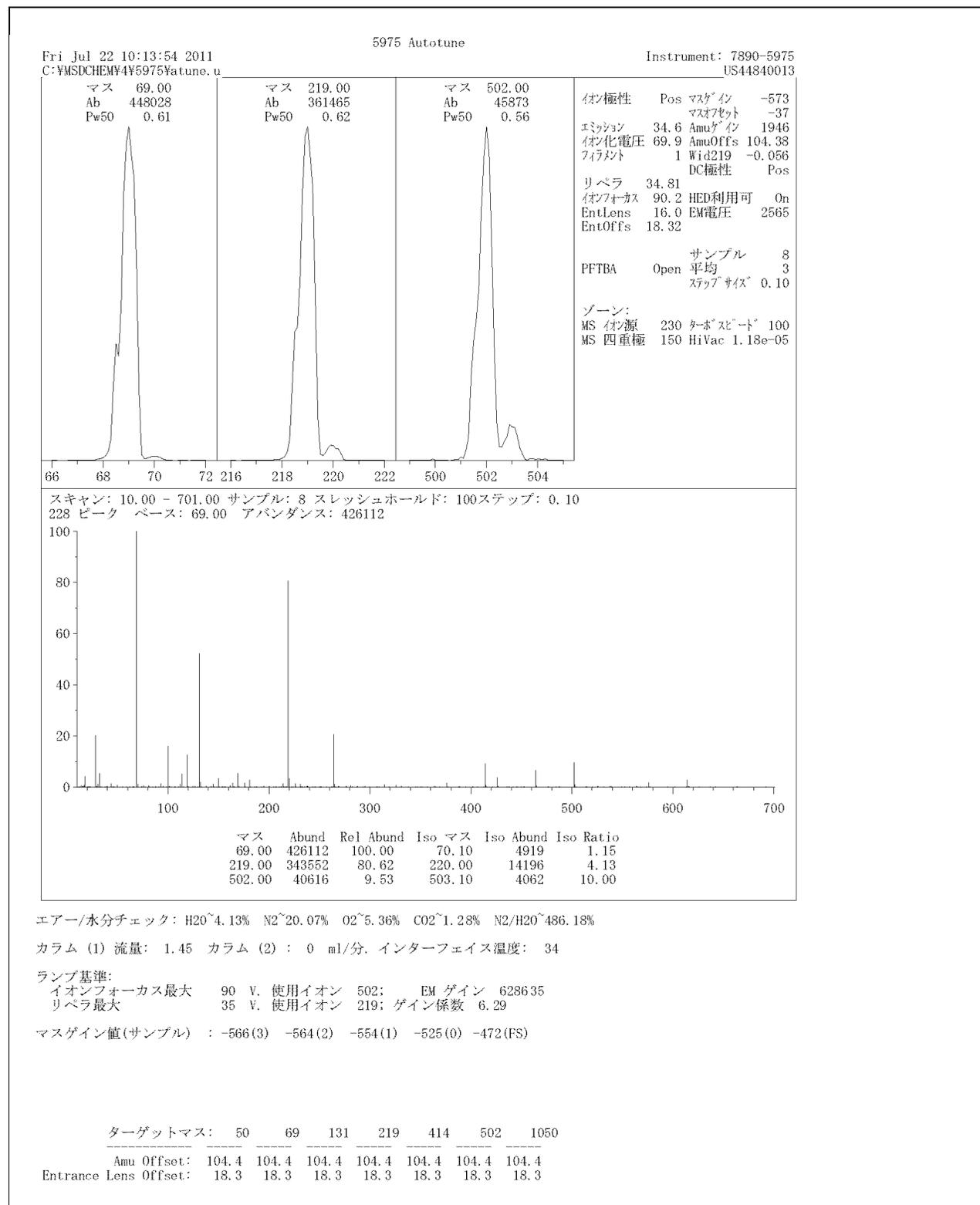


図2 オートチューニングレポート

オートチューニングの結果の評価

- 1 [表示]>[機器コントロール] を選択します。
- 2 [チェックアウト]>[チューニングの評価] を選択します。チューニングパラメータ結果と設定済みで許容範囲の結果が比較され、システム確認レポートが表示されます。図3を参照してください。
- 3 レポートを確認します。[OK] とマークされた評価基準は正しく機能しています。すべての評価基準が [OK] にマークされると、レポートの最後の行に「チューン部のシステム確認はパスしました」と印刷されます。図3を参照してください。

1つ以上の基準について確認に合格しない場合、考えられる原因と推奨される修正作業が記載されます。図4(23ページ)では、レポートが18対69という高い質量比を示しています。このレポートは、システムの水分量が多く、修正作業が必要であると警告しています。

システム確認 - チューン (検出器 最適化)部		
機器名	: 7890-5975	
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	219.00	OK
質量 502 の位置	502.08	OK
同位体質量 70 の位置	70.05	OK
同位体質量 220 の位置	220.02	OK
同位体質量 503 の位置	503.08	OK
質量 69 に対する質量 70 の比 (0.5~1.6%)	1.10	OK
質量 219 に対する質量 220 の比 (3.2~5.4%)	4.22	OK
質量 502 に対する質量 503 の比 (7.9~12.3%)	10.24	OK
219 の 69 に対する比は 40% 以上である	91.33	OK
502 の 69 に対する比は 2.4% 以上である	11.87	OK
質量 69 に対する質量 68 の比 (<= 3%)	0.87	OK
質量 219 に対する質量 218 の比 (<= 6%)	2.53	OK
質量 502 に対する質量 501 の比 (<= 12%)	2.70	OK
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%)	6.83	OK
質量 69 に対する質量 28 の比 (<10%)	9.40	OK
エレクトロンマルチブライア電圧	2565	OK
チューン部のシステム確認はパスしました。		

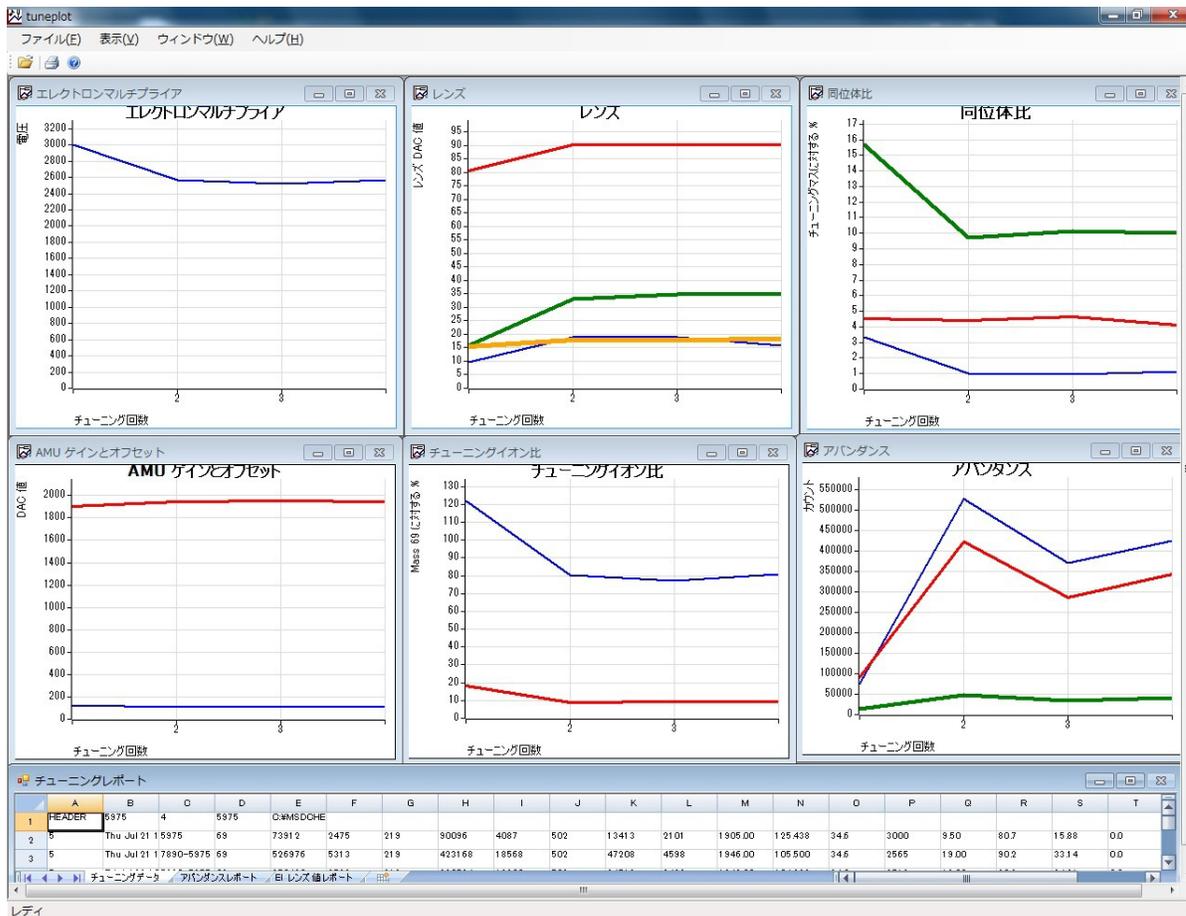
図3 システム確認合格のチューニングレポート

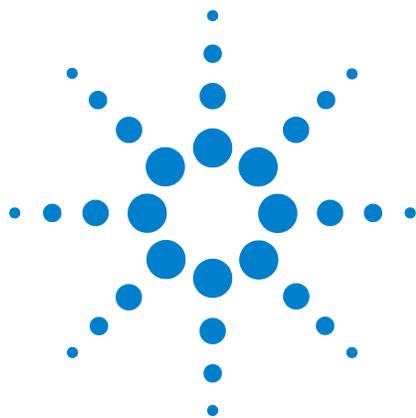
システム確認 - チューン (検出器 最適化)部		
機器名	: 7890-5975	
DC 極性	: ポジティブ	
フィラメント	: 1	
ベースピークが 69 か 219 である		OK
質量 69 の位置	69.00	OK
質量 219 の位置	219.00	OK
質量 502 の位置	502.03	OK
同位体質量 70 の位置	70.04	OK
同位体質量 220 の位置	220.01	OK
同位体質量 503 の位置	503.03	OK
質量 69 に対する質量 70 の比 (0.5~1.6%)	1.06	OK
質量 219 に対する質量 220 の比 (3.2~5.4%)	4.14	OK
質量 502 に対する質量 503 の比 (7.9~12.3%)	9.94	OK
219 の 69 に対する比は 40% 以上である	81.44	OK
502 の 69 に対する比は 2.4% 以上である	9.96	OK
質量 69 に対する質量 68 の比 (<= 3%)	0.72	OK
質量 219 に対する質量 218 の比 (<= 6%)	2.16	OK
質量 502 に対する質量 501 の比 (<= 12%)	2.74	OK
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%)	3.55	OK
質量 69 に対する質量 28 の比 (<10%)	20.58	高
酸素に対する窒素の比 (O2:N2=1:5以下)	3.42	エアリーク
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	2565	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。		

図 4 システム確認不合格のチューニングレポート

チューニング履歴のトレンド

- 1 [表示] > [機器コントロール] を選択します。
- 2 [チェックアウト] > [前のチューニングの表示] を選択して、最新のチューニングパラメータの結果をプロットする [チューニングプロット] ウィンドウを表示します。





3 定性分析用のメソッドの作成

はじめに 26

メソッド全体の編集 27

GCパラメータの編集に関する一般情報 47

この章では、後で Agilent 標準サンプル内のすべての化合物の同定に使用する、測定メソッドの作成方法について説明します。メソッドを作成するには、MS スキャンを使用するようにデフォルトメソッドを編集します。MS スキャンは、各化合物の EI で作成されたすべてのイオンを同定するために使用されます。



はじめに

作成するメソッドは、Agilent サンプル PN 05970-60045 (PN 5074-3025 日本のみ) で既知の化合物の検索するために使用します。サンプル化合物は、イソオクタン溶媒の 1 mL アンプル (濃度 10 ng/μL、100 ng/μL、および 100 pg/μL) に入っています。表 1 を参照してください。

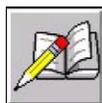
表 1 サンプル化合物リスト

化合物	MW	分子式
ドデカン	170	C ₁₂ H ₂₆
ビフェニル	154	C ₁₂ H ₁₀
4-クロロビフェニル (PN 05970-60045 のみ)	188	C ₁₂ H ₉ Cl
パルミチン酸メチル	270	C ₁₇ H ₃₄ O ₂

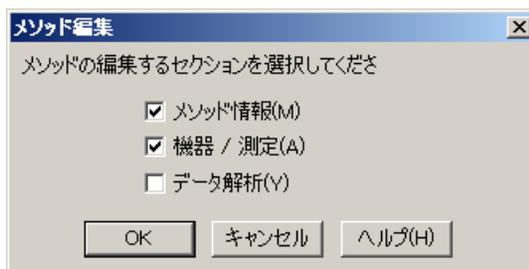
メソッドの MS 部分の設定は、化合物の全分子量を含む範囲の全イオンのスキャンが必要です。テーブルに示されるように、分子イオンの範囲は 0 ~ 270 です。このため、メソッドでは 0 ~ 300 のイオンをスキャンします。

メソッド全体の編集

- 1 デフォルトメソッドを読み込んだ場合は、「メソッドの読み込み」(16 ページ) を参照してください。[メソッド全体の編集] ボタン



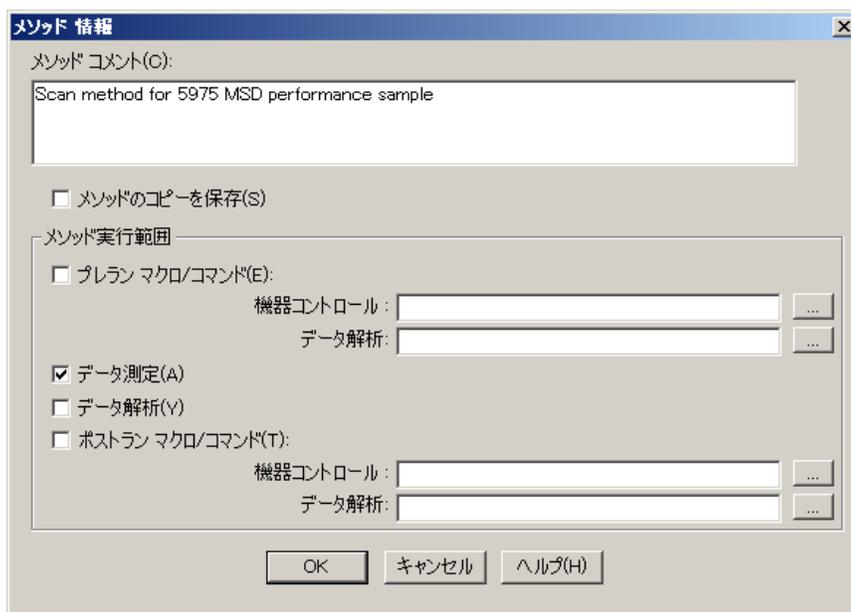
を選択して、現在読み込まれているメソッドを編集します。
[メソッド編集] ダイアログボックスが開きます。



- 2 [メソッド情報] と [機器/測定] チェックボックスのみをマークします。[データ解析] チェックボックスをクリアします。

[機器/測定] を選択すると、現在読み込まれているメソッドの GC と MS 両方の部分の測定パラメータの編集に必要な、すべてのダイアログボックスが表示されます。ここでは、メソッドの [データ解析] 部分は変更しません。

- 3 [OK] を選択して、[メソッド編集] ダイアログボックスを閉じます。[メソッド情報] が選択されている場合は、[メソッド情報] ダイアログボックスが開きます。



- 4 [メソッドコメント] フィールドに、このメソッドの説明を入力します。
- 5 [メソッドのコピーを保存] チェックボックスをマークします。このメソッドを使用して、ChemStation でサンプルデータを測定する場合は、データとともにメソッドのコピーが自動的に保存されます。
- 6 [メソッド実行範囲] エリアで、[データ測定] チェックボックスのみをマークします。データ解析はここでは実行されません。
- 7 [OK] を選択して、[メソッド情報] ダイアログボックスを閉じ、[注入口 & 注入パラメータ] ダイアログボックスを表示します。



- 8 [サンプル注入口] ドロップダウンリストから、[GC] を選択します。
- 9 [注入方法] ドロップダウンリストからソースを選択します。
 - オートサンプラ (ALS) を使用して GC から注入している場合は、[GC ALS] を選択します。
 - マニュアル注入を行っているか、別の注入方法を使用している場合は、[マニュアル] を選択します。
- 10 [MS 使用] チェックボックスをマークして、ChemStation が MS アナライザをオンにして、分析中に測定した MS サンプルデータを保存できるようにします。GC (MS 以外) 検出器を使用しており、GC 検出器のみのデータを測定している場合、このボックスのチェックを外します。
- 11 [注入口位置] エリアで、サンプル注入を行う注入口の位置を選択します。
- 12 [MS 接続] エリアで、MS に接続しているカラムが取り付けられている S/SL 注入口の位置を選択します。
- 13 [OK] を選択し、[注入口 & 注入パラメータ] ダイアログボックスを閉じて、[GC パラメータ編集] ウィンドウを表示します。

GC コンフィグレーションの確認



- 1 [コンフィグ] ボタン  を選択します。詳細は ChemStation オンラインヘルプを参照してください。
- 2 [その他] タブを選択し、[圧力単位] を [psi] に設定します。[バルブ コンフィグレーション] で、すべての [バルブタイプ] を [取り付けられていません] に設定し、[AUX 温度タイプ] には [MSD トランスファライン] が表示されていることを確認します。

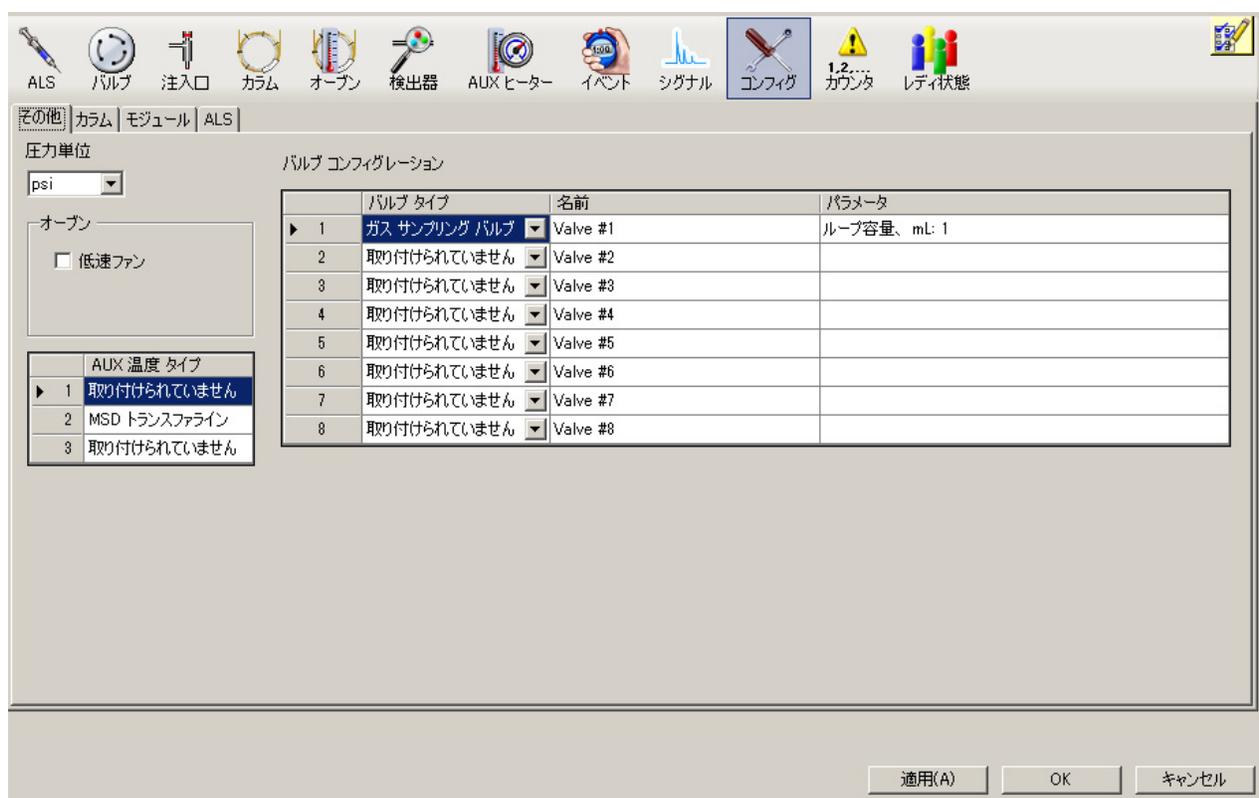


図 5 [その他] コンフィグレーションタブ

- 3 [カラム] タブを選択して、カラムコンフィグレーションパラメータを表示します。チェックアウトで使用される HP-5ms カラムが、[カラム] の下にリスト表示されます。

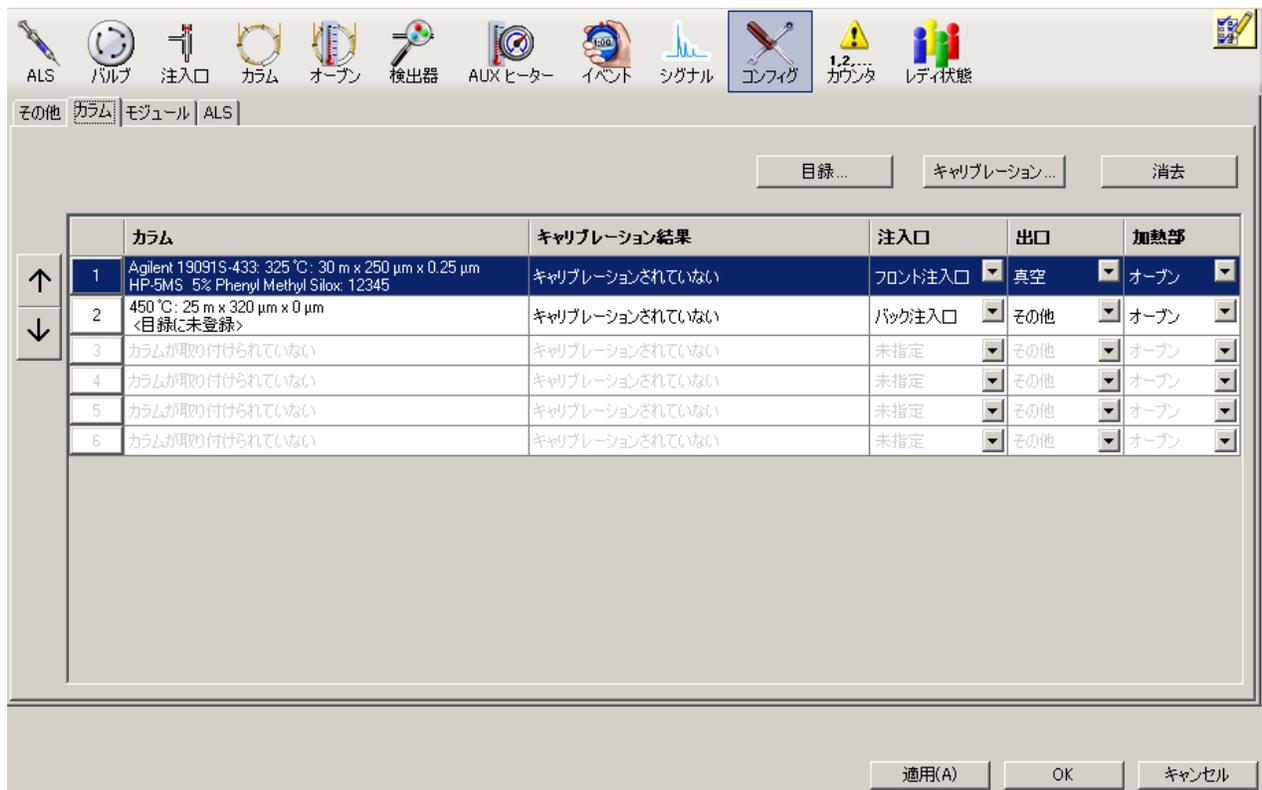


図 6 [カラム] コンフィグレーションタブ

- 4 一覧表示されている [カラム] が使用している注入口位置にコンフィグレーションされているか、または MS に取り付けられている場合、選択して [消去] をクリックします。
- 5 [カラム] に HP-5ms が表示されていない場合、ここで一覧表示する前に [目録] ボタンをクリックして目録に追加します。「[ChemStation ローカル目録へのカラムの追加](#)」(48 ページ) を参照してください。
- 6 必要に応じて、上下の矢印キーを使用して、HP-5ms カラムを [1] 位置にします。
- 7 このカラムの [注入口] については、ドロップダウンから [フロント注入口] または [バック注入口] を選択します。
- 8 カラム [出口] については、MS に [真空] を選択します。
- 9 カラム [加熱部] については、ドロップダウンから [オープン] を選択します。
- 10 [適用] ボタンをクリックし、次に [モジュール] タブを選択します。

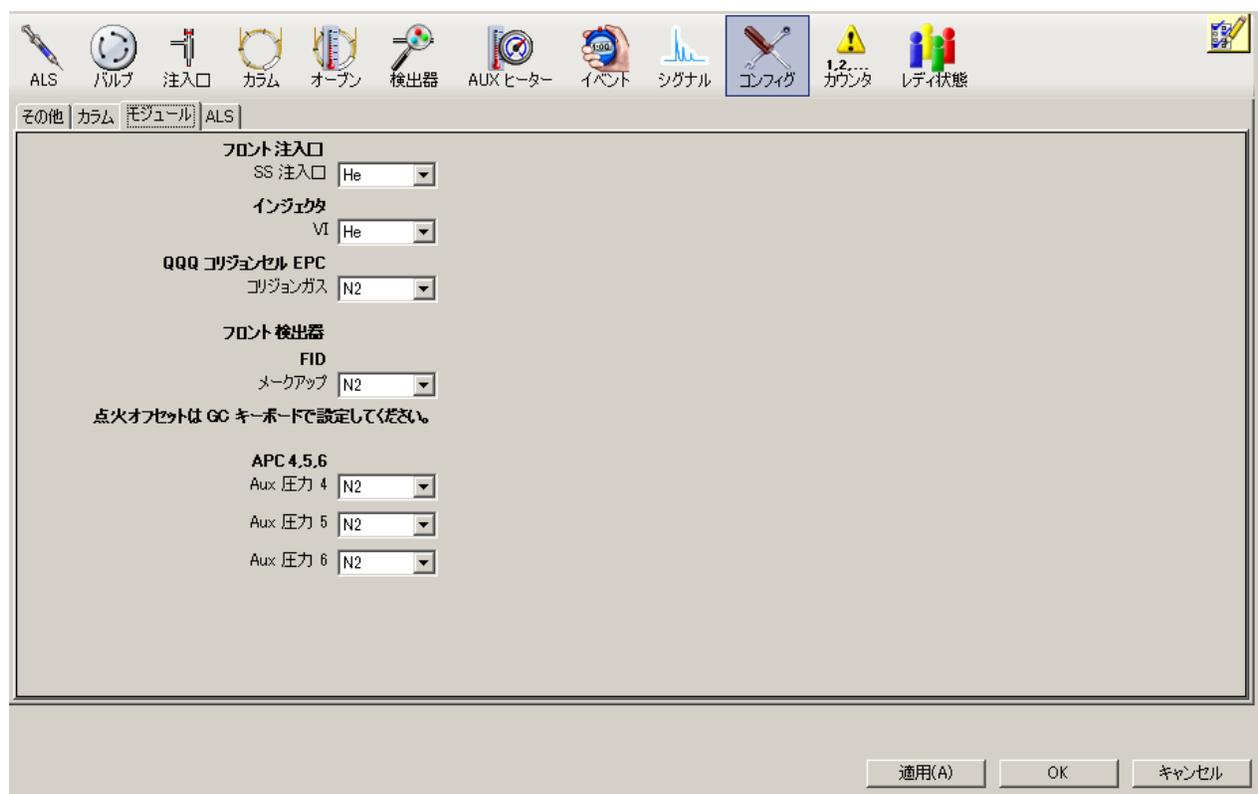


図 7 [モジュール] コンフィグレーションタブ

- 11 カラム 1 に接続された注入口のドロップダウンから **[He]** ガスを選択します。システムではヘリウムの特性を考慮して、カラムに対する正確な流量と圧力の関係を適用します。
- 12 **[適用]** ボタンをクリックして、編集内容を GC にダウンロードします。

GC のレディ状態の設定

- 1 [レディ状態] ボタン  を選択します。[レディ状態] パラメータが表示されます。

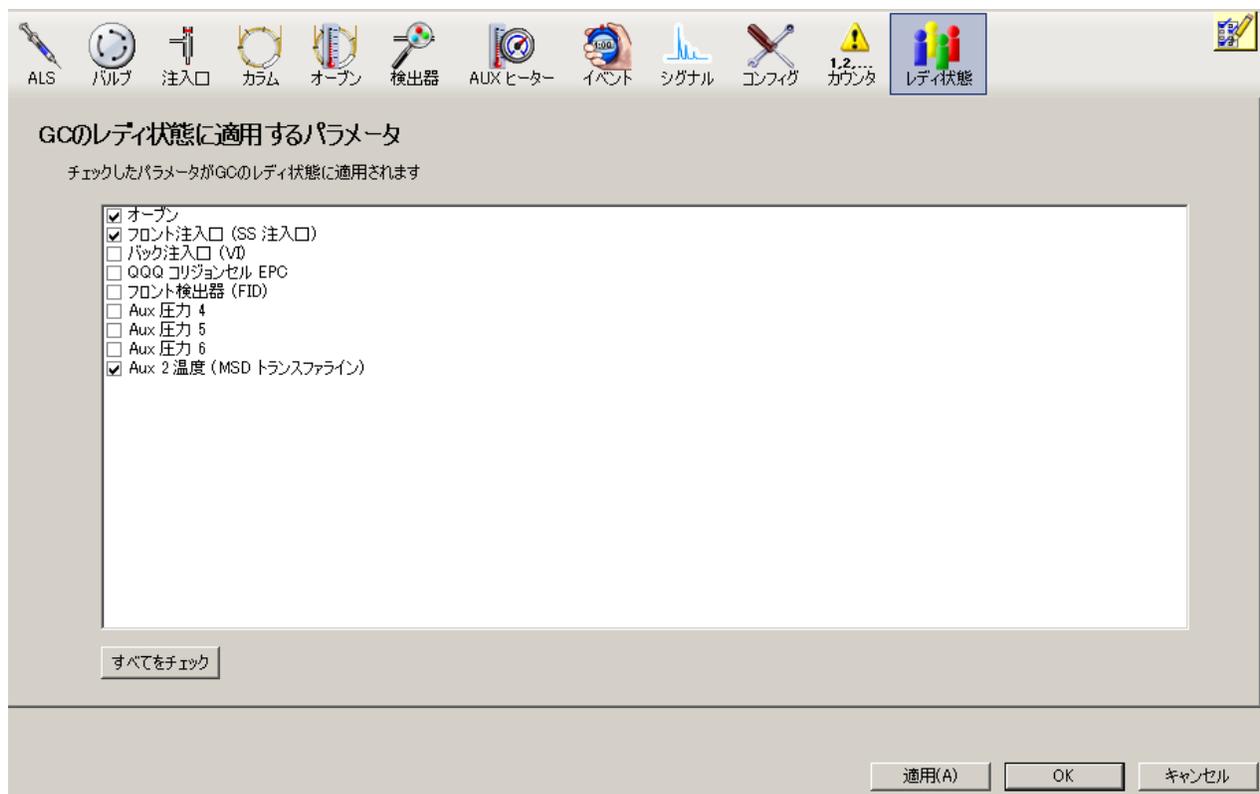


図 8 レディ状態のコンポーネントの選択

- 2 [オープン]、[SS 注入口] (カラム 1 に接続) 、および [Aux 2 温度] (MSD トランスファライン) を選択します。GC が分析を開始するには、オープン、注入口、およびトランスファラインに関するすべての設定が安定した値に保持されている必要があります。
- 3 [適用] をクリックして、これらの選択を GC にダウンロードします。

GC オープンパラメータの設定



- 1 [オープン] ボタン  を選択します。[オープン] パラメータが表示されます。

この例には、最初のカラム温度を 50℃ に保つオープンプログラムが必要です。分析が開始すると、カラム温度は 35℃/min の割合で、この温度から 300℃ に上がります。その後、カラムはさらに 2 分 300℃ に保たれます。ここで、オープンは 50℃ に冷却され、次のデータ測定の実行に向けて待機します。

実測値

オープン温度 オン
50 °C 50 °C

平衡時間
0.5 min

オープン 最高温度
325 °C

カラム最高温度を無視: 325 °C

クライオ
 オン
 クイック冷却
クライオ使用温度:
0 °C
 タイムアウト検出
0 min
 フォルト検出

	速度 °C/min	値 °C	ホールド時間 min	ランタイム min
▶ (初期)		50	0	0
ランプ 1	35	300	0	7.1429
*				

ポストラン: 300 °C
ポストラン時間: 2 min

適用(A) OK キャンセル

図 9 GC オープンパラメータ

3 定性分析用のメソッドの作成

- 2 [オープン温度 オン] チェックボックスをマークし、対応するフィールドに「50 °C」と入力します。
- 3 [平衡時間] フィールドに、「0.5 min」と入力します。
- 4 [オープン最高温度] フィールドに、「325 °C」と入力します。これは、HP-5ms カラムの最高温度です。
- 5 [カラム最高温度を無視 : 325 °C] チェックボックスをクリアします。
- 6 [オープンランプ] テーブルに、表 2 に記載された設定を入力します。

表 2 オープンランプの設定

オープンランプ	速度 °C/min	値 °C	ホールド時間 min
(注入)		50	0
ランプ 1	35.00	300	0

- 7 [ポストラン設定値] フィールドに、「300 °C」と入力します。
- 8 [ポストラン時間] フィールドに、「2 min」と入力します。分析終了後、オープン温度は 300°C で 2 分保持された後、次の分析開始のため 50°C に冷却されます。
- 9 [適用] をクリックして、設定を GC にダウンロードします。

GC カラムパラメータの設定



- 1 [カラム] ボタン  を選択します。[カラム] パラメータが表示されます。
- 2 [説明] リストでカラム情報をチェックします。
 - カラム：19091S-433 (HP-5ms 30 m x 250 μ m x 0.25 μ m)
 - 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
- 3 [コントロールモード] チェックボックスをマークします。
- 4 [流量] フィールドに、「1.0 mL/min」と入力します。[圧力]、[平均線速度]、および [ホールドアップタイム] が計算され、対応するフィールドに表示されます。
- 5 ドロップダウンリストで、[コンスタントフロー] を選択します。
- 6 [ポストラン] フィールドに、「1.0 mL/min」と入力します。
- 7 [適用] をクリックして、設定を GC にダウンロードします。

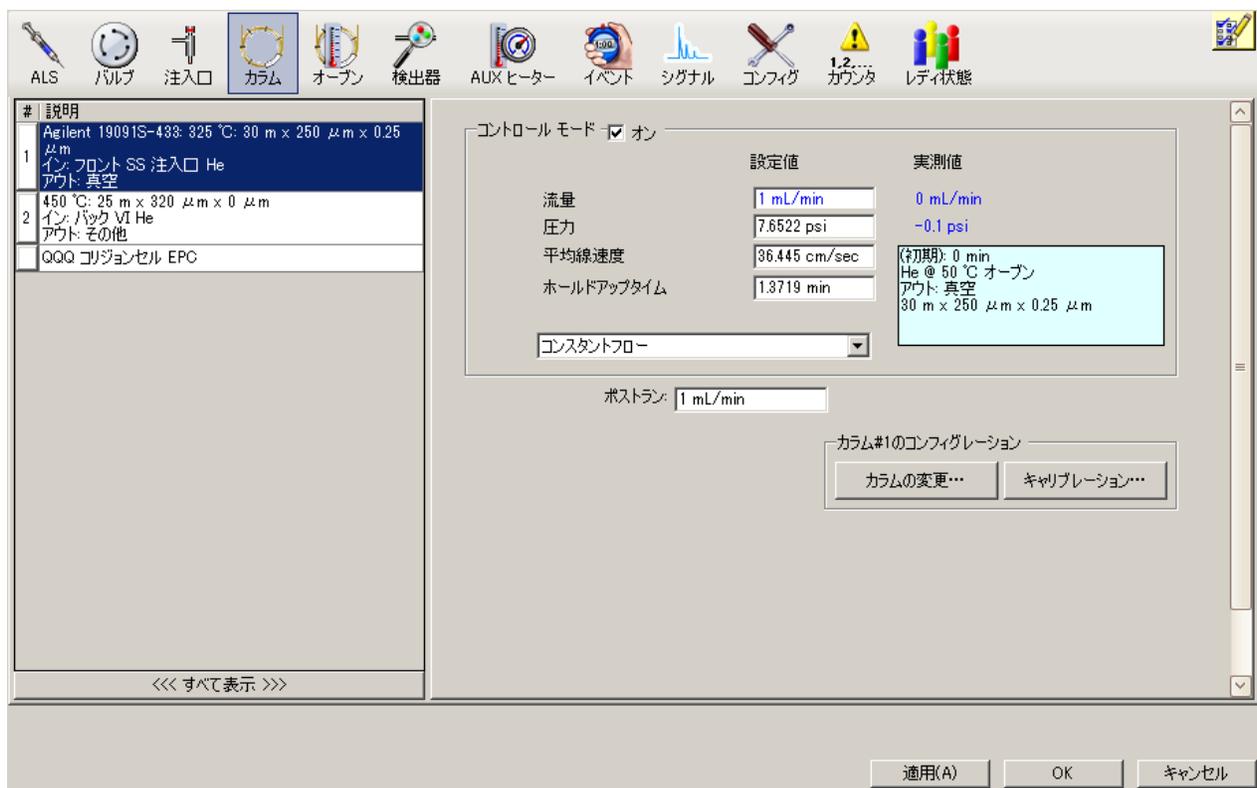
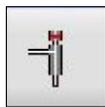


図 10 GC カラムのパラメータ

GC 注入口パラメータの設定



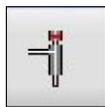
- 1 [注入口] ボタン  を選択します。[注入口] パラメータが表示されます。
- 2 ハードウェアコンフィグレーションに応じて、[フロント] または [バック] タブを選択します。
- 3 [ヒーター] チェックボックスをマークし、対応する [設定] フィールドに「250 °C」と入力します。
- 4 [圧力] チェックボックスをマークします。カラム流量を設定すると、対応する [設定] フィールドの [psi] が自動的に設定されます。
- 5 [セプタムパージ流量] チェックボックスをマークし、対応する [設定] フィールドに「3 mL/min」と入力します。
- 6 [セプタムパージ流量モード] ドロップダウンリストから、[スタンダード] を選択します。
- 7 [ガスセーバ] エリアで、以下を実行します。
 - a [オン] チェックボックスをマークします。
 - b 下のフィールドに、「20 mL/min」と入力します。
 - c [注入後] フィールドに、「2 min」と入力します。
- 8 [モード] エリアで、以下を実行します。
 - a [モード] ドロップダウンリストから [スプリットレス] を選択します。
- 9 [スプリットベントへのパージ流量] エリアで、以下を実行します。
 - a フィールドに、「50 mL/min」と入力します。
 - b [開始時間] フィールドに、「1」と入力します。
- 10 [適用] を選択します。



図 11 GC 注入口パラメータ

GC インジェクタパラメータの設定

オートサンプラを使用していない場合は、このセクションをスキップしてください。



- 1 [ALS] ボタン  を選択します。
- 2 ハードウェアコンフィグレーションに応じて、[フロントインジェクタ] または [バックインジェクタ] タブを選択します。
- 3 [注入] エリアで、以下を実行します。
 - a [シリンジサイズ] がハードウェアコンフィグレーションと一致していることを確認します。
 - b [注入量] フィールドに、「1」と入力します。
- 4 [洗浄およびポンプ] エリアで以下を実行します。
 - a [溶媒 A 洗浄] の [注入後] フィールドに「5」と入力します。
 - b [サンプル洗浄] の [注入前] フィールドに「3」と入力します。
 - c [サンプルポンプ] の [注入前] フィールドに「5」と入力します。
- 5 [詳細] ボタン  を選択します。ウィンドウに追加オプションが表示されます。
- 6 [プランジャー速度] エリアで [高速] を選択します。
- 7 [サンプリング深さ] エリアで、以下を実行します。
 - a [有効] チェックボックスをマークします。
 - b フィールドに、「3.6」と入力します。
- 8 [適用] を選択します。



図 12 ALSパラメータ

GC Aux ヒーターパラメータの設定



- 1 [AUX ヒーター] ボタン  を選択します。
- 2 [Aux 2 温度] で、[オン] チェックボックスをマークします。
- 3 [ランプ] テーブルで、[値°C] フィールドに「280」と入力します。
- 4 [適用] を選択します。

Aux 2 温度

実測値

オン 280 °C 21.9 °C

	速度 °C/min	値 °C	ホールド時間 min	ランタイム min
▶ (初期)		280	0	7.1429

最終的な値は GC ランタイムによって拡張されます。

図 13 GC Aux ヒーターのパラメータ

GC シグナルパラメータの設定



- 1 [シグナル] ボタン  を選択します。
- 2 [シグナルソース] ドロップダウンリストで、すべてのシグナルソースに [なし] を選択します。

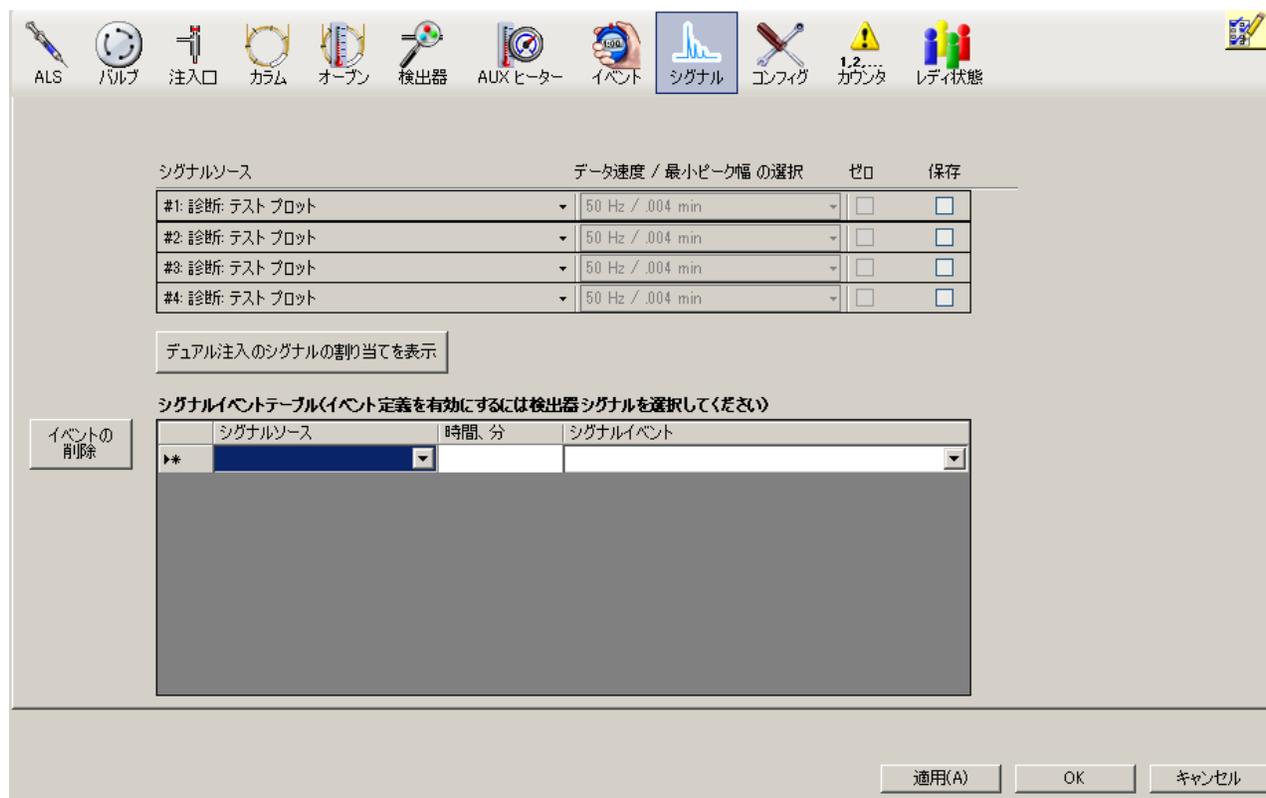


図 14 GC シグナルパラメータ

- 3 [OK] を選択して、選択したパラメータを GC にダウンロードし、[GC パラメータ編集] ウィンドウを閉じます。[GC リアルタイムプロット] ダイアログボックスが開きます。図 15 (42 ページ) を参照してください。

表示する GC リアルタイムプロットの編集



図 15 リアルタイムでプロットする GC シグナルの選択

- 4 [GC リアルタイムプロット] ダイアログボックスで、すべてのシグナルのチェックボックスをクリアします。GC シグナルはプロットしません。
- 5 [OK] を選択して設定を保存し、ダイアログボックスを閉じます。[MS チューニングファイル] ダイアログボックスが開きます。図 16 を参照してください。

MS パラメータの編集

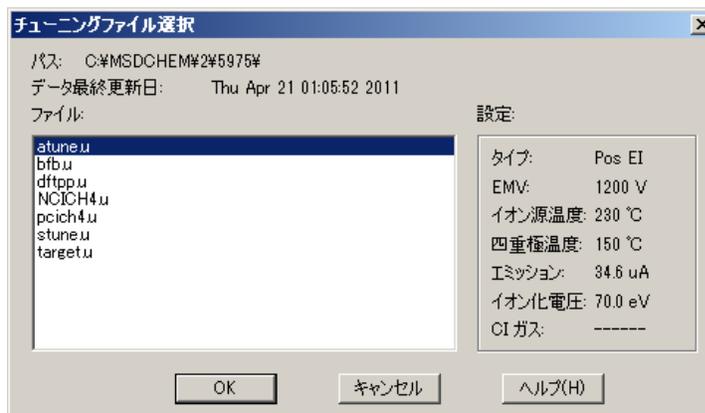


図 16 メソッドの MS チューニングパラメータファイルの選択

- 1 [ファイル] リストから、[atune.u] を選択します。
- 2 [OK] を選択して現在のメソッドにチューニングファイルを割り当て、[MS チューニングファイル] ダイアログボックスを閉じます。[MS SIM/スキャンパラメータ] ダイアログボックスが開きます。
- 3 [MS 機器] エリアから、以下を入力します。
 - a [溶媒待ち時間] フィールドに、「3.00 min」と入力します。
 - b [EMV モード] ドロップダウンリストで、[ゲイン係数] を選択します。
 - c [ゲイン係数] フィールドに、「1.00」と入力します。
 - d [測定モード] ドロップダウンリストで [スキャン] を選択します。

- e [スキャン速度] ドロップダウンリストで [標準] を選択します。
 - f [スキャン&SIM 同時測定] チェックボックスをクリアします。
- 4 [リアルタイムプロット] エリアの [時間幅] フィールドに「10」と入力します。
 - 5 [MS ウィンドウ 1] エリアで、以下を実行します。
 - a [プロットタイプ] ドロップダウンから [トータル] を選択します。
 - b [Y-スケール] フィールドに「0」～「2000000」と入力します。
 - 6 [MS ウィンドウ 2] エリアで、以下を実行します。
 - a [プロットタイプ] ドロップダウンから [スペクトル] を選択します。
 - b [Y-スケール] フィールドに「0」～「1000000」と入力します。

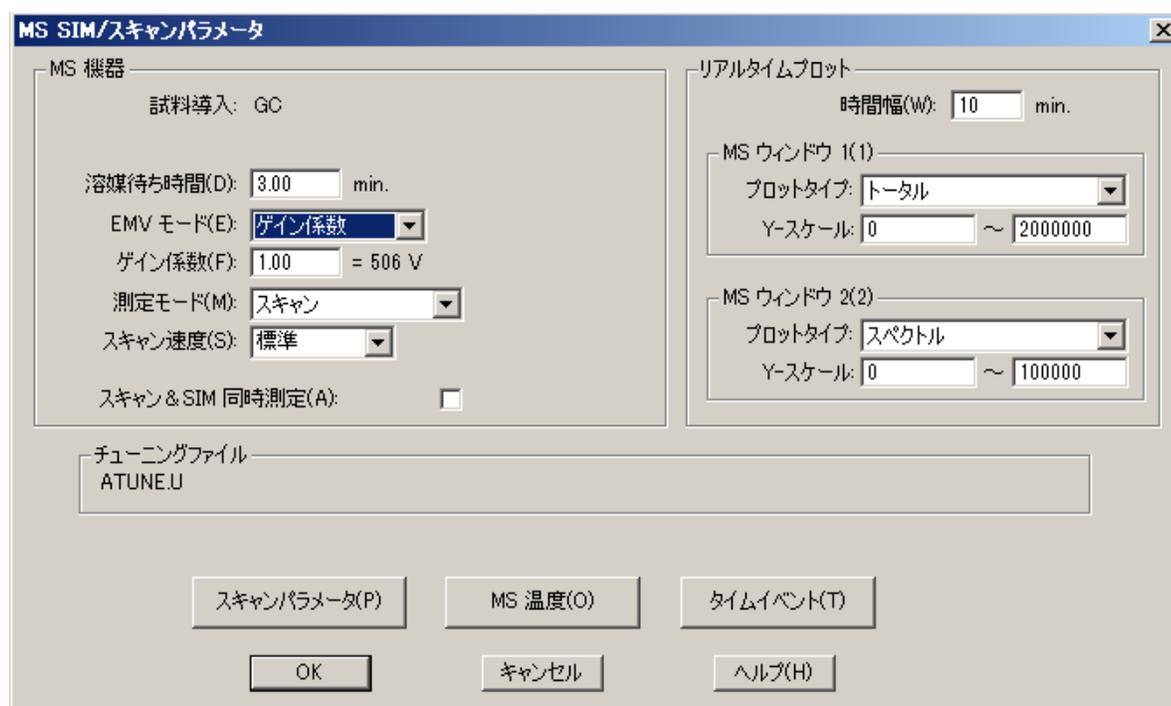


図 17 MS スキャンパラメータの設定

- 7 [スキャンパラメータ] を選択します。[スキャンパラメータ編集] ダイアログボックスが開きます。
- 8 [スキャンする質量範囲] タブを選択して、以下を実行します。
 - a [スキニンググループ 1] チェックボックスをマークします。
 - b [質量範囲(Low)] フィールドに、「50.00」と入力します。
 - c [質量範囲(High)] フィールドに、「300.00」と入力します。
 このスキャン範囲には、すべての予想イオンが含まれます。

3 定性分析用のメソッドの作成

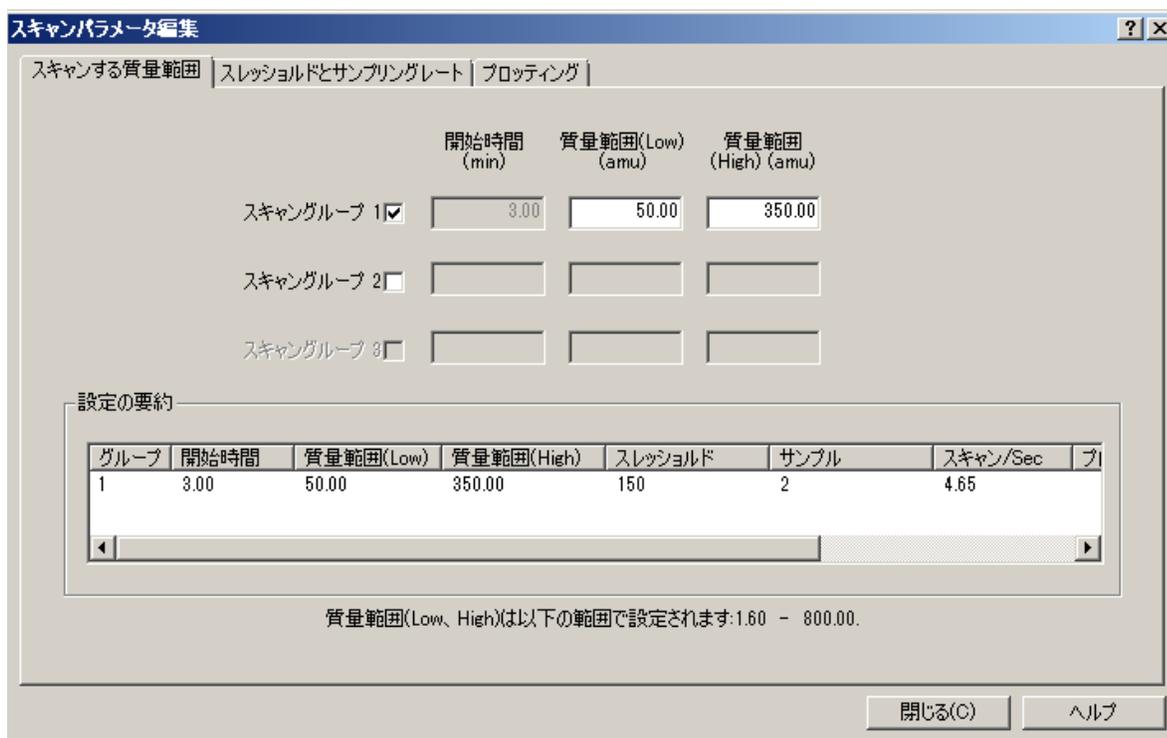


図 18 スキャン範囲の指定

- 9 [スレッシュホールドとサンプリングレート] タブを選択して、以下を実行します。
 - a [スレッシュホールド] フィールドに、「40」と入力します。
 - b [サンプリングレート] フィールドに、「3」と入力します。

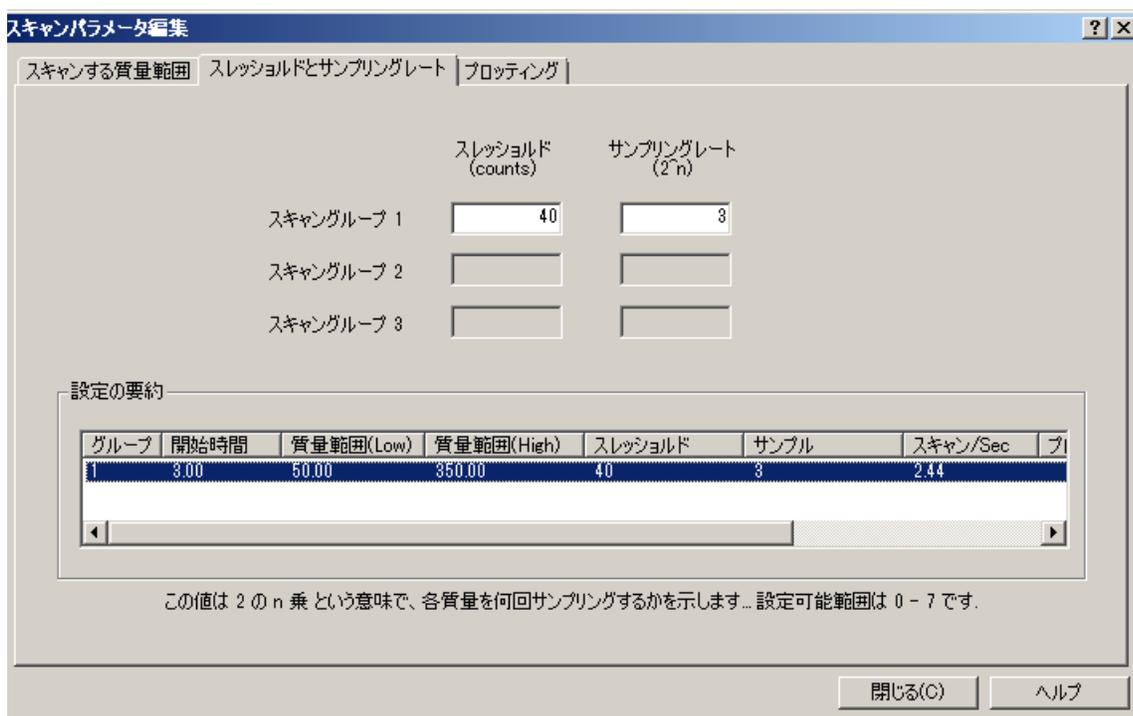


図 19 サンプリングレートとスレッシュホールドフィルタの設定

10 [プロットイング] タブを選択して、[プロットウィンドウ #2] エリアで以下を実行します。

- a [質量範囲 (Low)] の下に、「50」と入力します。
- b [質量範囲 (High)] の下に、「400」と入力します。

[プロットウィンドウ #1] は TIC に設定されているため、プロットイングの入力は必要ありません。[プロットウィンドウ #2] は、50 ~ 400 m/z の範囲で検出されたすべてのイオンが含まれるスペクトルです。

3 定性分析用のメソッドの作成

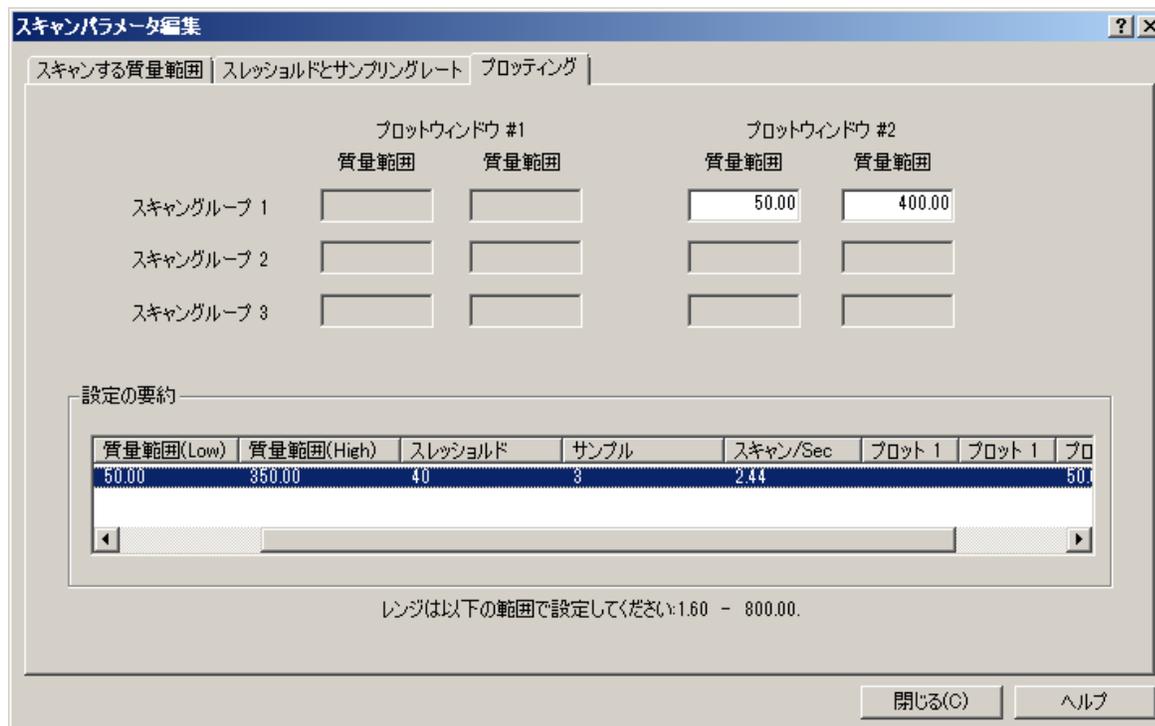


図 20 リアルタイムプロットスキャン範囲の指定

- 11 [閉じる] を選択して設定を保存し、[MS SIM/スキャンパラメータ] ダイアログボックスに戻ります。
- 12 [OK] を選択してパラメータを保存し、ダイアログボックスを閉じます。[メソッド保存] ダイアログボックスが開きます。図 21 を参照してください。

メソッドの保存

- 1 [メソッドファイル] フィールドに、「demoscan.M」と入力します。
- 2 [OK] を選択して、現在の ChemStation メソッドを [demoscan.m] メソッドとして保存します。

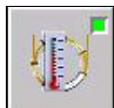


図 21 メソッドの保存

GC パラメータの編集に関する一般情報

[GC パラメータ編集] ウィンドウを開く

- 1 [機器コントロール] から [GC パラメータ編集] ボタンを選択して、[GC パラメータ編集] ウィンドウを表示します。図 9 (33 ページ) を参照してください。



- 2 画面一番上のパラメータボタンを選択すると、選択している項目のボタンが青で強調表示され、項目の説明が右側に表示されます。GC 機器ステータスを左側のパネルに表示できます。

表 3 には、[GC パラメータ編集] ウィンドウボタンの説明が一覧表示されています。

表 3 [GC パラメータ編集] ウィンドウのボタン

ボタン	アクション
適用	変更された設定を GC にダウンロードします。
OK	変更された設定を GC にダウンロードして、[GC パラメータ編集] ウィンドウを閉じます。
キャンセル	変更された設定を破棄して、[GC パラメータ編集] ウィンドウを閉じます。
ヘルプ	現在のパラメータのヘルプトピックを表示します。

ChemStation ローカル目録へのカラムの追加

[カラムをローカル目録に追加] ダイアログボックスを使用して、[カラムカタログ] からカラムを選択し、[ローカルカラム目録] に追加します。この例では、供給されたチェックアウトカラムをローカル目録に追加します。

- 1 [コンフィグ] アイコンを選択し、機器にコンフィグレーションされたカラムを表示します。

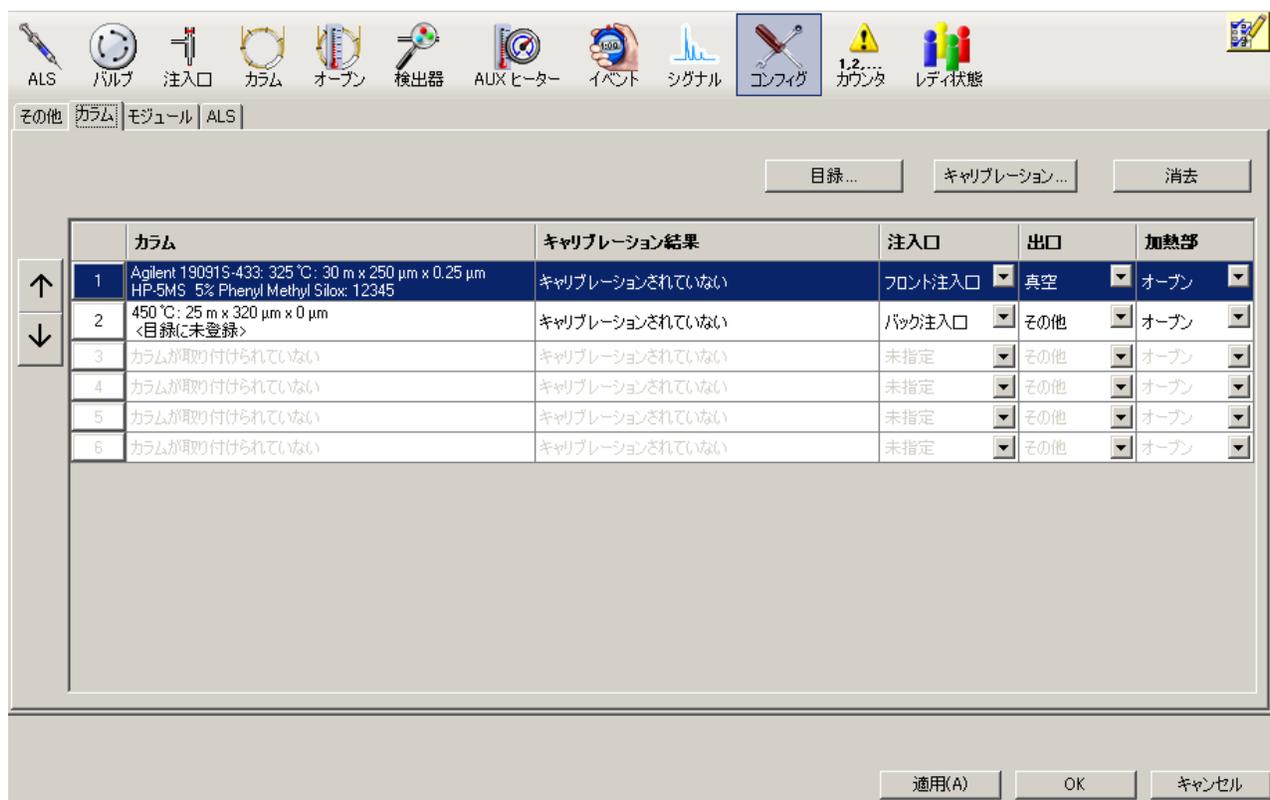


図 22 機器にコンフィグレーションされたカラム

- 2 [目録] をクリックして、ローカル目録のカラムのリストを含む [インストールカラム 1] ダイアログボックスを表示します。

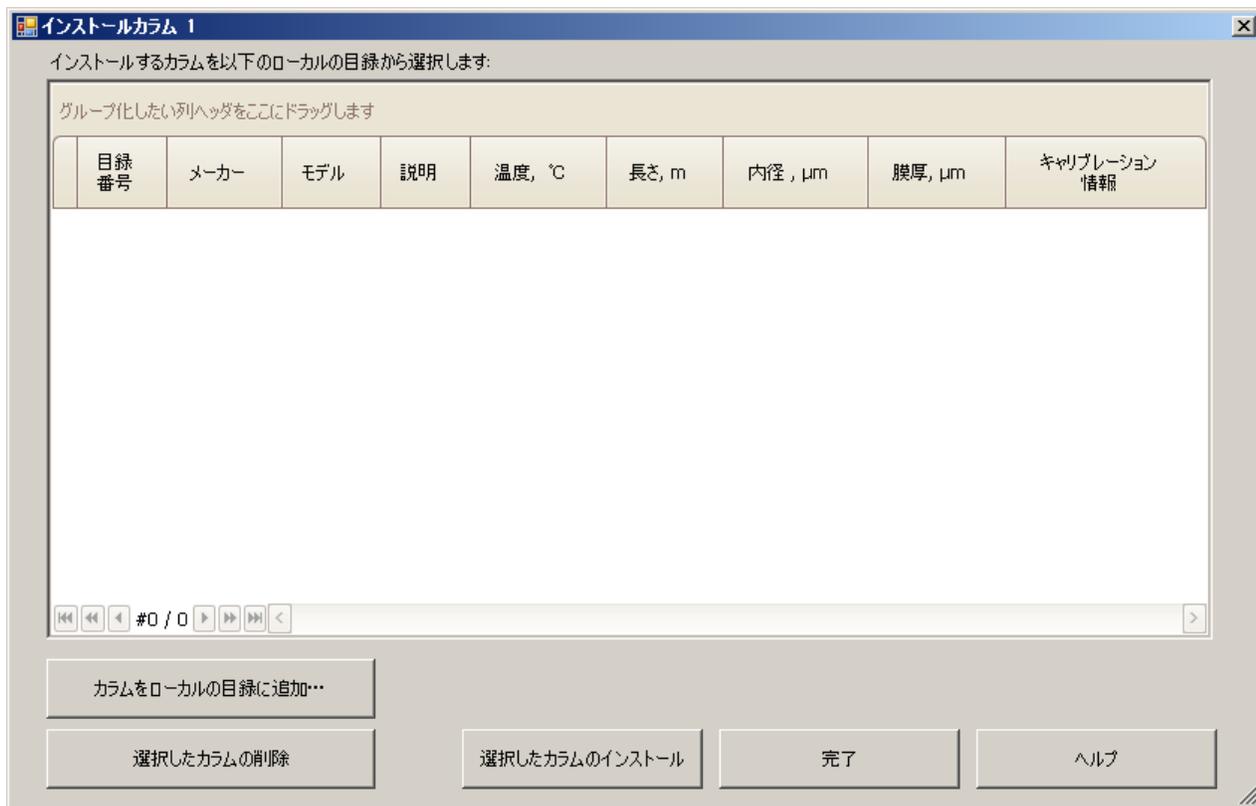


図 23 カラムのローカル目録

3 定性分析用のメソッドの作成

- 3 [カラムをローカルの目録に追加] をクリックして、[カラムをローカルの目録に追加] ダイアログボックスを表示します。

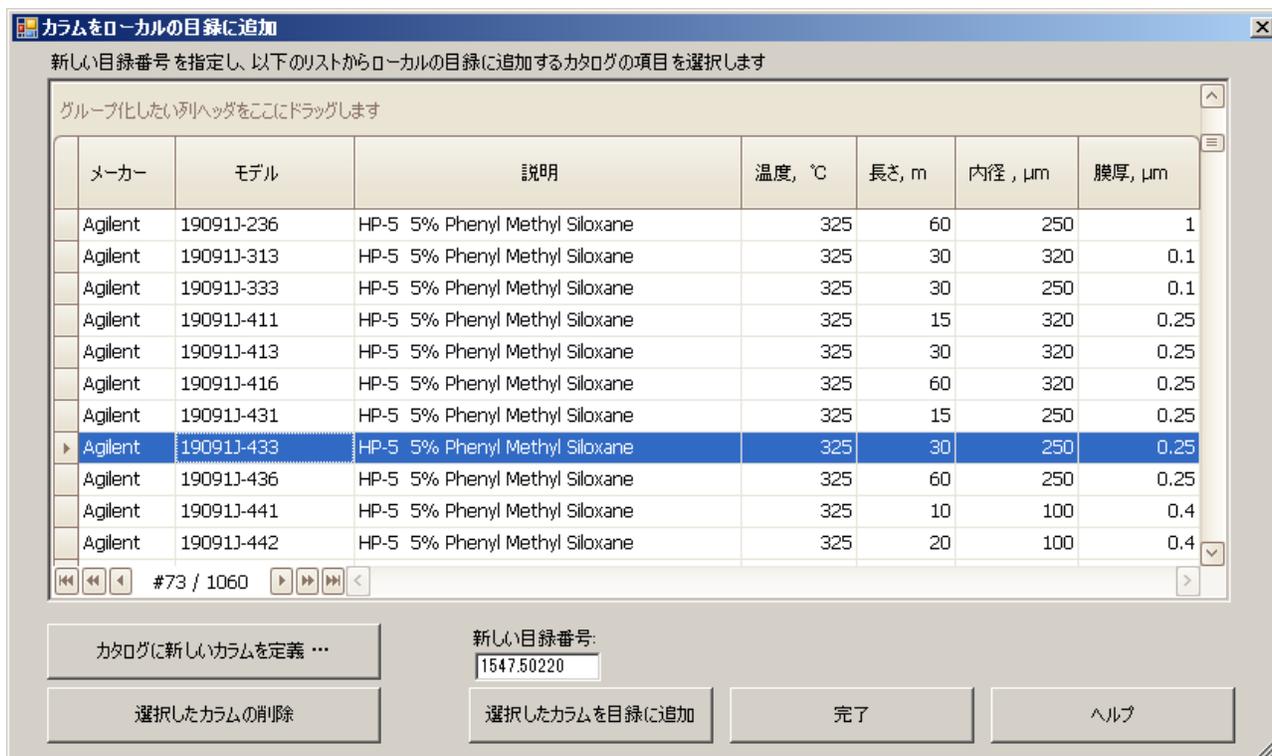


図 24 カラムのカタログ

- 4 カラムのリストを [19091J-433] まで下にスクロールし、[新しい目録番号] に「hp5ms433」と入力します。
- 5 [選択したカラムを目録に追加] をクリックして、選択したカラムがローカル目録リストに追加された状態で、[インストールカラム 1] ダイアログボックスを表示します。



図 25 カラムが追加されたローカル目録

ローカル目録に追加されたカラムは、すぐに機器に追加してコンフィグレーションできます。「カラムの選択とコンフィグレーション」(51 ページ) を参照してください。

カラムの選択とコンフィグレーション

この例では、以前にローカルのカラム目録に追加されたカラムを選択し、カラム番号 1 としてコンフィグレーションします。「[ChemStation ローカル目録へのカラムの追加](#)」(48 ページ) を参照してください。

- 1 [コンフィグ] アイコンを選択して、カラム 1 の [カラム] の説明をクリックして選択します。ここで選択したカラム番号は、追加するカラムで置換されます。



図 26 機器にコンフィグレーションされたカラム

- 2 [目録] をクリックして、ローカル目録のカラムのリストを含む [インストールカラム 1] ダイアログボックスを表示します。



図 27 カラムのローカル目録

3 定性分析用のメソッドの作成

- ローカル目録リストからカラムを選択し、[選択したカラムのインストール] をクリックして [GC パラメータの編集] の [コンフィグレーション] パネルを表示します。以前に機器にコンフィグレーションされたカラム 1 が、選択したカラムと置換されています。



図 28 機器にコンフィグレーションされたカラム

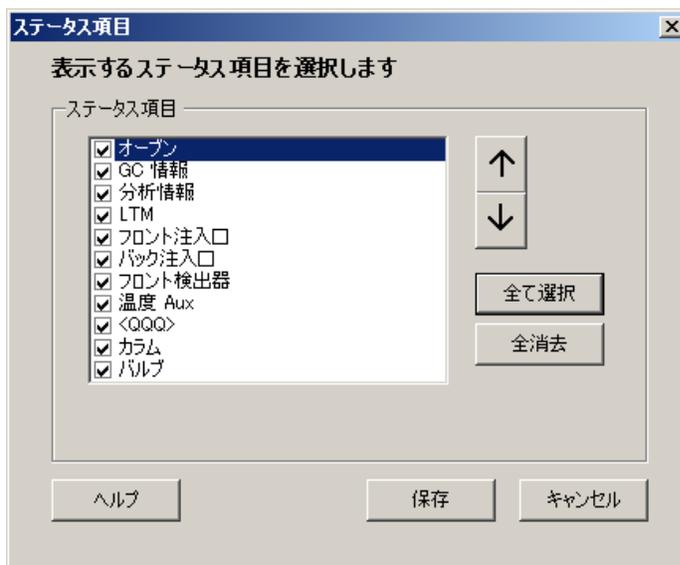
- [注入口] のドロップダウンから、カラム注入口を取り付ける項目を選択します。
- [出口] のドロップダウンから、カラム出口を取り付ける項目を選択します。MS には、[真空] を選択します。
- [加熱部] のドロップダウンから、カラム温度の制御方法を選択します。

7890A GC からのパラメータのアップロード

- 1 右側のパネルを右クリックします。
- 2 ショートカットメニューから [GC からのアップロードメソッド] を選択します。

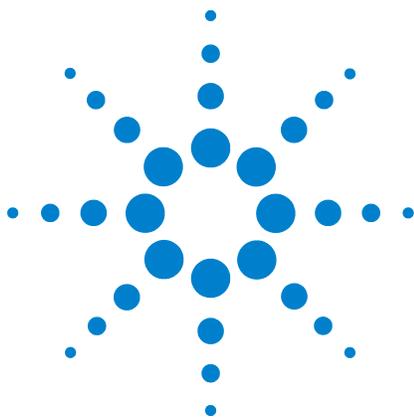
ステータスパネル表示のカスタマイズ

- 1 ステータスパネルで、[表示項目設定] ボタンを選択します。[ステータス項目] ダイアログボックスが開きます。



- 2 [ステータス項目] リストで、ステータスパネルに表示する項目のチェックボックスをマークします。
- 3 表示されたリストで項目を上下に移動するには、項目を選択し、上下の矢印ボタンで目的の位置に移動します。
- 4 [保存] を選択して設定を保存し、[GC パラメータ編集] ウィンドウに戻ります。

3 定性分析用のメソッドの作成



4 スキャンメソッドの実行

サンプルの準備	56
メソッドの読み込み	57
メソッドの実行	58
スナップショットの実行	61
ログブックの表示	62

この章では、データ測定用のサンプルを準備し、ALS にサンプル、溶媒洗淨バイアル、および溶媒排液バイアルを装てんします。シングルサンプルを分析し、データ測定中にスナップショットを実行して、分析完了前に部分的な解析結果を確認する方法を示します。最後に、分析中に実行したアクションを示すログブックを確認します。



サンプルの準備

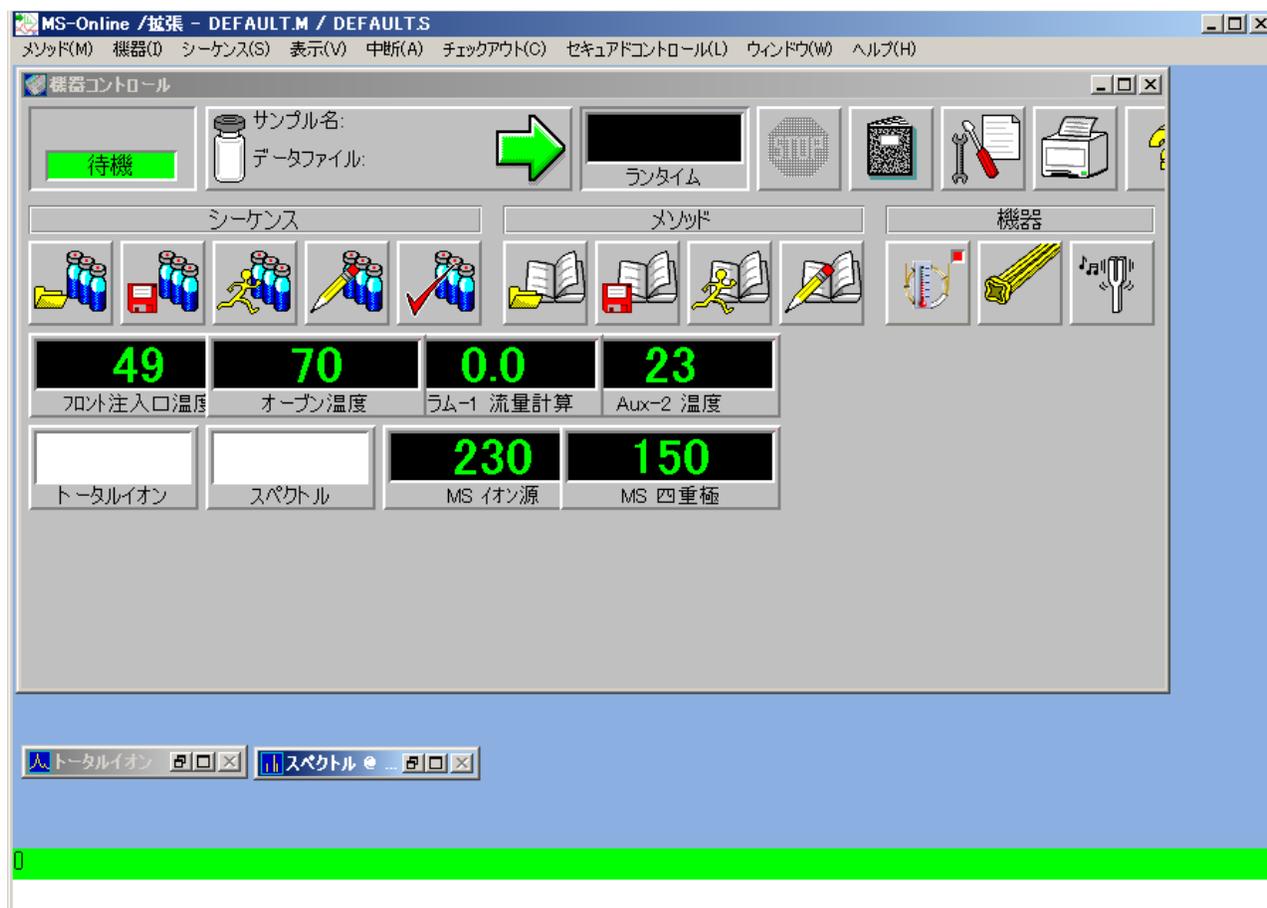
- 1 サンプルバイアルに容量 10 ng/mL の 5975 MSD サンプル (P/N 05970-60045 または P/N 5074-3025 日本のみ) を充てんし、バイアルにキャップを付けます。

ALS を使用していない場合は、残りのステップをスキップします。

- 2 サンプルバイアルを GC サンプルトレイのポジション 1 に置きます。
- 3 溶媒洗浄バイアルにイソオクタンを充てんし、溶媒洗浄モード A、B の場合、インジェクタタレット位置 A に置きます。
- 4 廃液バイアルは、溶媒洗浄モード A、B の場合タレット位置 B に置きます。

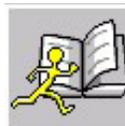
メソッドの読み込み

- 1 PC のデスクトップから、[ChemStation] ショートカットアイコンを選択して、[機器コントロール] ウィンドウを開きます。



- 2 [メソッド読み込み] ボタン  を選択し、[メソッド読み込み] ウィンドウを開きます。移動して [demoscans.M] を選択します。
- 3 [OK] を選択してメソッドを読み込み、ダイアログボックスを閉じます。

メソッドの実行



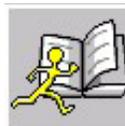
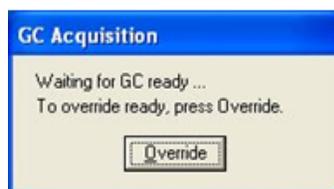
- 1 [メソッド実行] ボタン  を選択します。[GC ALS]、[注入口位置]、および [MS 接続] の項目が既に選択された状態の、[測定開始] ダイアログボックスが開きます。

図 29 シングルサンプルの分析開始

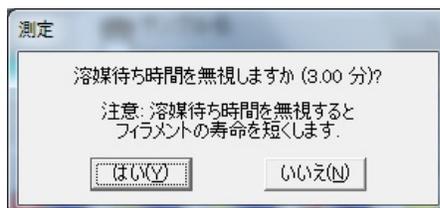
- 2 [オペレータ名] フィールドに自分の名前を入力します。

- 3 [フロント注入口] エリアで、以下を実行します。
 - a [データファイル] フィールドに、「EVALSCAN_1」と入力します。
 - b [サンプル名] フィールドにサンプル名を入力します (オプション)。
 - c [一般情報] フィールドにスキャンの説明を入力します (オプション)。
 - d [予測バーコード] フィールドにバーコードを入力します (オプション)。
 - e [バイアル番号] フィールドに、「1」と入力します。
 - f [注入量選択] フィールドで、[現在のメソッド] を選択します。
- 4 [メソッド実行範囲] エリアで、以下を実行します。
 - a [データ測定] チェックボックスをマークします。
 - b [データ解析] チェックボックスをクリアします。
- 5 機器がレディの場合 (左上隅のインジケータが緑色になり、[待機] と表示されている場合)、[OK & メソッド実行] を選択するとダイアログボックスが閉じ、分析が開始されます。図 30 (60 ページ) を参照してください。

機器がレディ状態でない場合、レディを無視するかどうか確認するプロンプトが表示されます。状態が [レディ] になると、ダイアログボックスは自動的に閉じます。



溶媒待ち時間中、溶媒待ち時間を無視するかどうか確認するプロンプトが表示されます。時間が終わるとダイアログボックスは自動的に閉じます。



- 6 TIC リアルタイムプロットを確認し、2 番目の化合物が溶出したら、「スナップショットの実行」(61 ページ) に進みます。

4 スキャンメソッドの実行

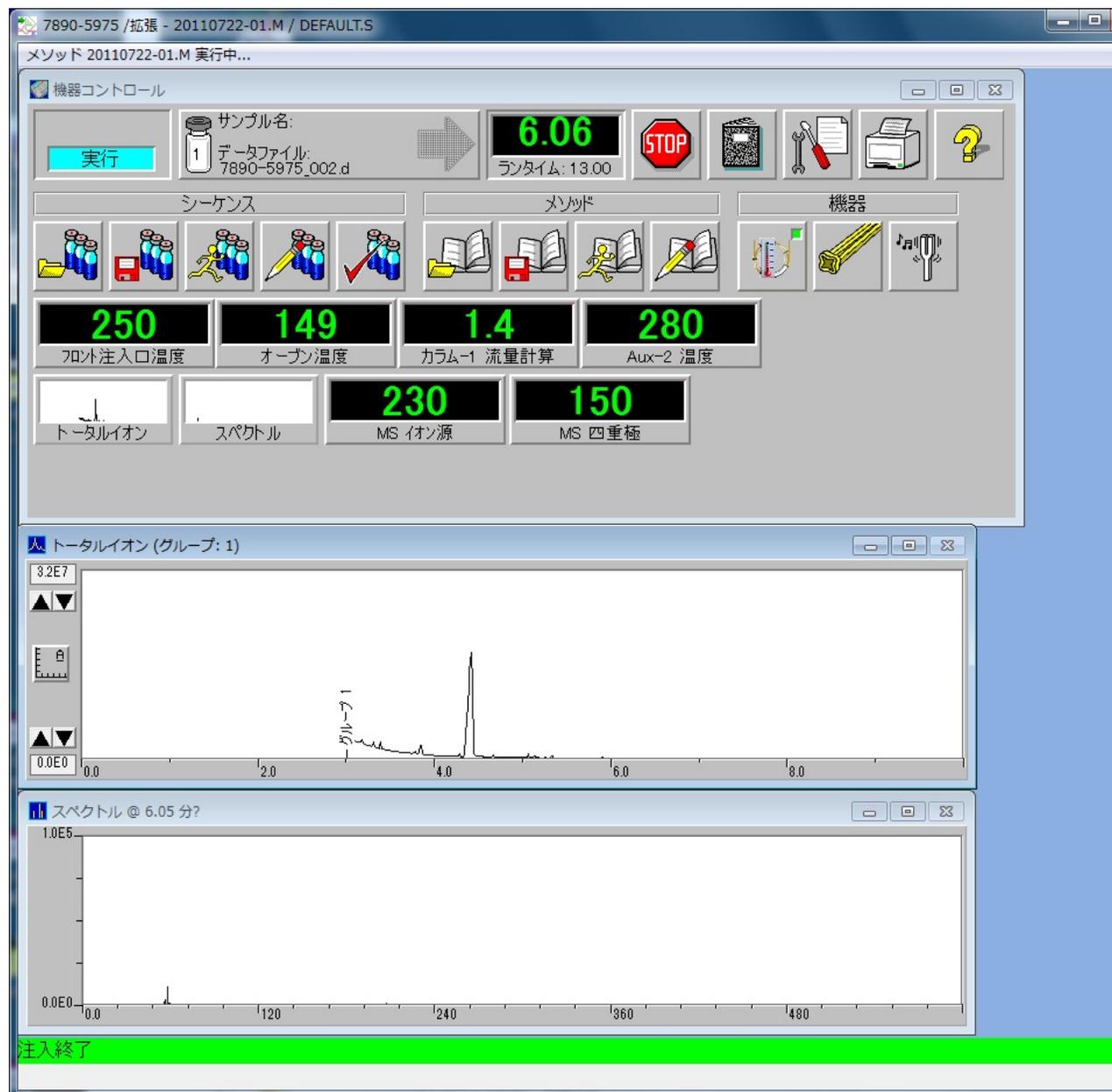


図 30 シングルサンプル分析中の [機器コントロール] ウィンドウ

スナップショットの実行

スナップショットは、目的とする化合物が長時間の分析の早い段階で溶出し、化合物をすぐに解析したい場合に役立ちます。スナップショットを実行した時間までに測定されたデータで、スナップショットデータファイルが作成されます。

- 1 分析中、[表示] > [データ解析] を選択して、データ解析画面を開きます。
- 2 [ファイル] > [スナップショット] を選択します。データ解析ウィンドウが開き、測定に対して現時点までに取得した TIC が表示されます。

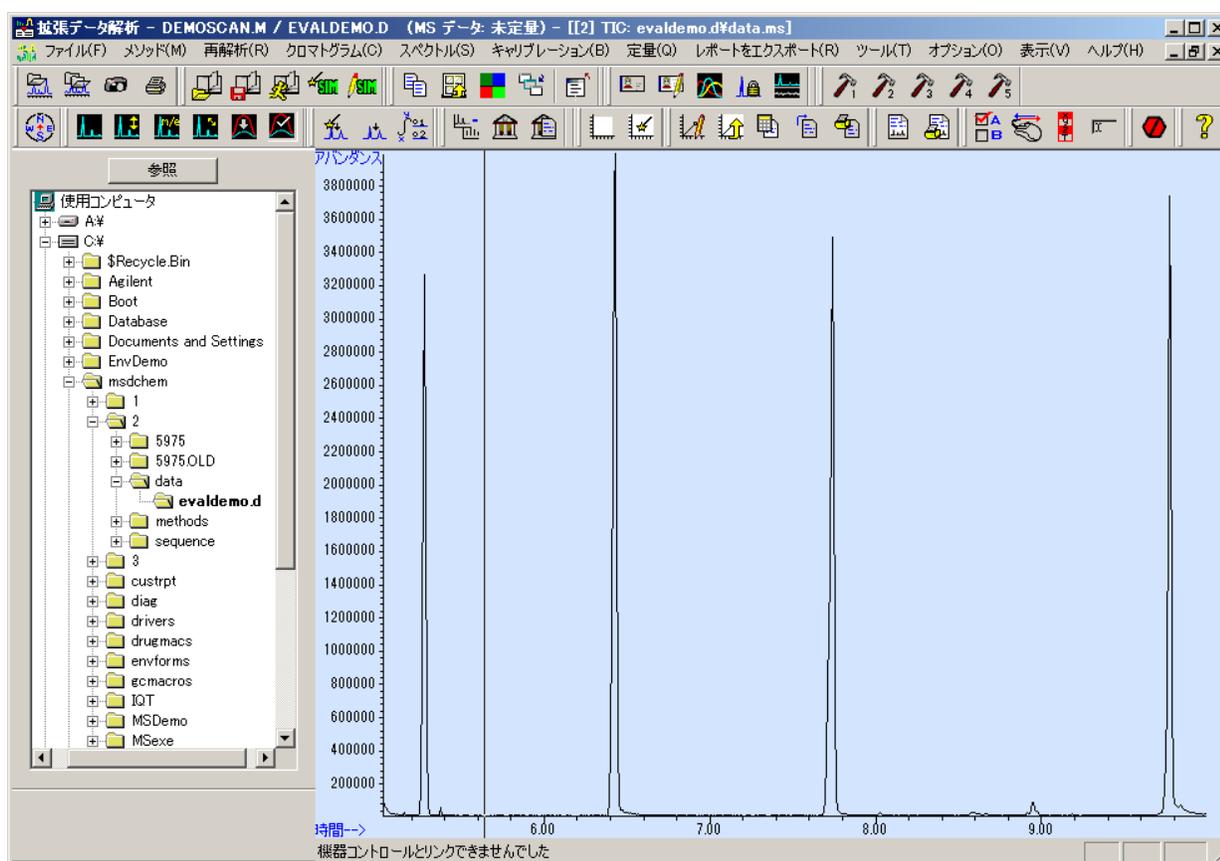


図 31 スナップショットデータファイルの TIC

ナビゲーションペインで、スナップショットデータファイルの場所を確認します。スナップショットデータファイルは、スナップショットサブディレクトリの下に、サンプルに指定したデータファイルと同じ名前で保存されます。

- 3 目的とする化合物を解析します。
- 4 データ解析を終了し、[機器コントロール] 画面に戻ります。

ログブックの表示

システムには、機器の測定前と測定中のすべてのエラーメッセージと状態メッセージを記録した MSLOGBK.LOG という名前のログブックが保持されています。

[現在のログブック] を使用して、現在および以前の測定中に記録された、機器の診断情報や質量分析の故障を確認できます。ログブックは機器のディレクトリに置かれています。



- 1 [ログブック] ボタン  を選択します。[ログブック] メニューが開きます。
- 2 [現在のログブック] を選択して、アクティブなログを表示します。

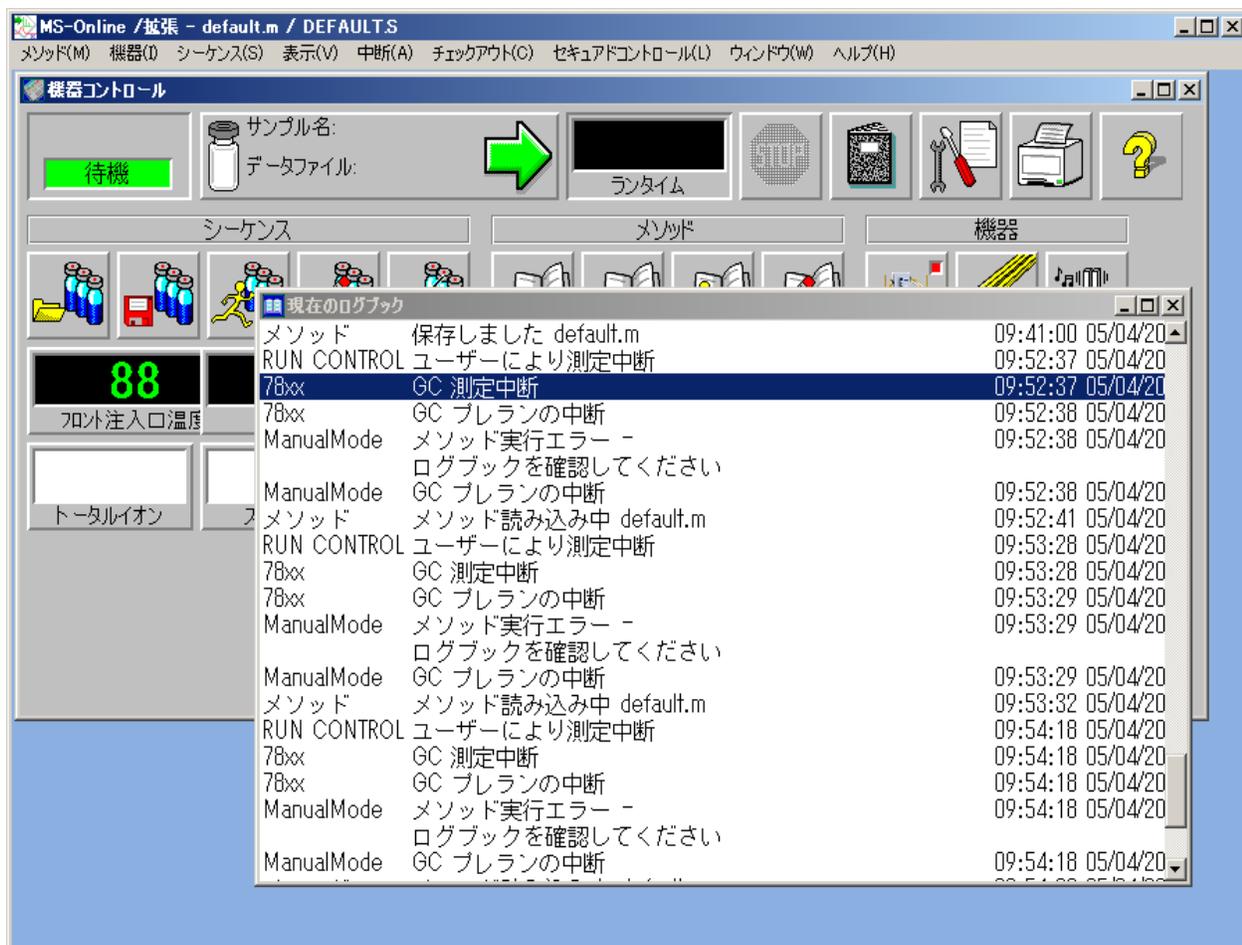
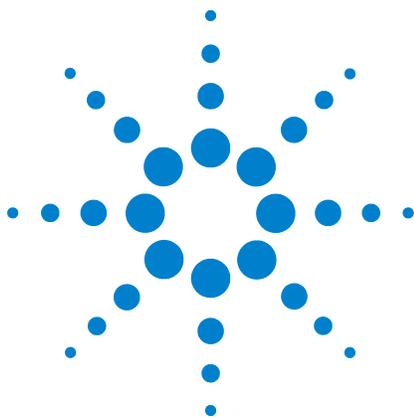


図 32 現在のログブックが開いた状態

- 3 ログブックを開いた状態で、**[ログブック]** ボタンを再度選択し、メニューから以下を選択します。
 - **[ログブックを開く]** 機器のディレクトリのすべてのログブックのリストからログブックを選択して開きます。
 - **[ログブッククリア]** 現在表示されているログブックを削除します。
 - **[名前を付けてログブック保存]** 表示されたログブックを新しいファイルに保存します。
 - **[ログブック印刷]** 表示されたログブックを印刷します。
- 4 機器コントロールプログラムを終了します。

4 スキャンメソッドの実行



5 定性データ分析

ピークの積分	66
メソッドの編集によるレポートの作成	74
イオンクロマトグラム抽出 (EIC) の表示	76
右クリックメニュー (コンテキストメニュー) の有効化と無効化	78
データの解析	79
スペクトルライブラリの検索	83
ウィンドウ、TIC、スペクトル、またはメソッドの印刷	86
データ解析メソッドの保存	87
データ解析プログラムの終了	88

定性データ分析では、サンプルの化合物を次の方法で同定します。

- 測定スキャンデータのピークの積分
- ピークからスペクトルのイオンを同定
- 検出されたピークからのイオンと、システムに保存された既知の化合物のライブラリのイオンを比較
- 各ピークで検出された化合物の同定を報告

この章ではこれらの各プロセスを確認します。



ピークの積分

積分とは、クロマトグラムでピークを検出し、サイズを判断するツールです。定性分析では、パーセントレポートの作成、ライブラリ検索レポートの作成、および積分されたピークでのライブラリ検索の実行に積分が必要です。

- 1 デスクトップの [データ解析] アイコン  を使用して、データ解析プログラムを開始します。

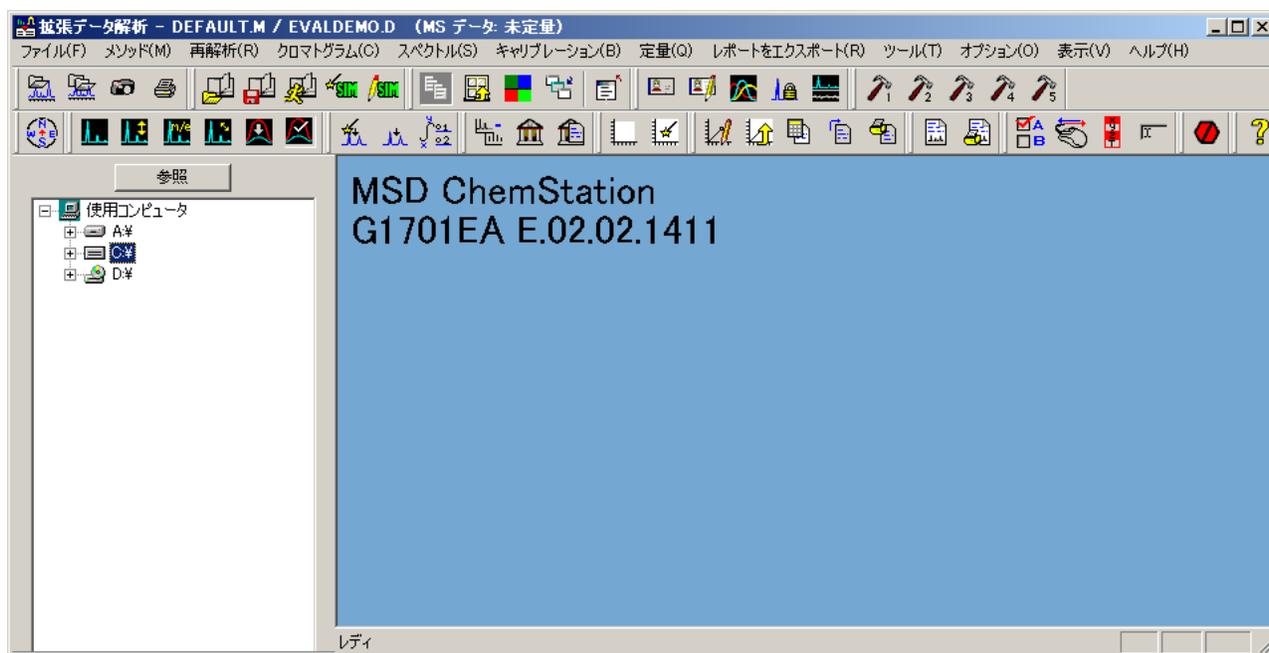
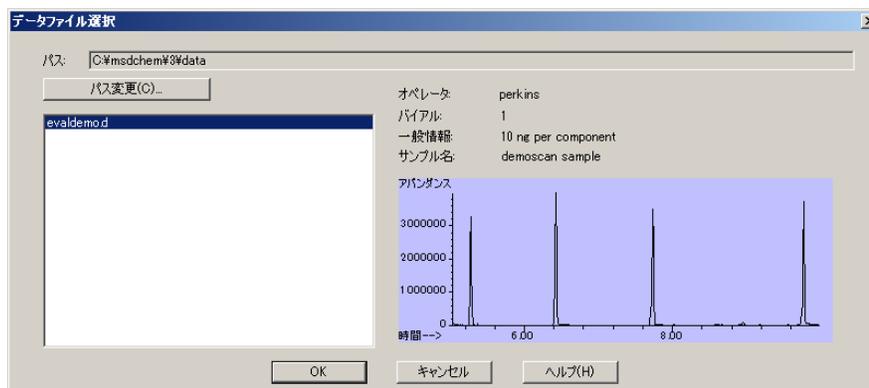
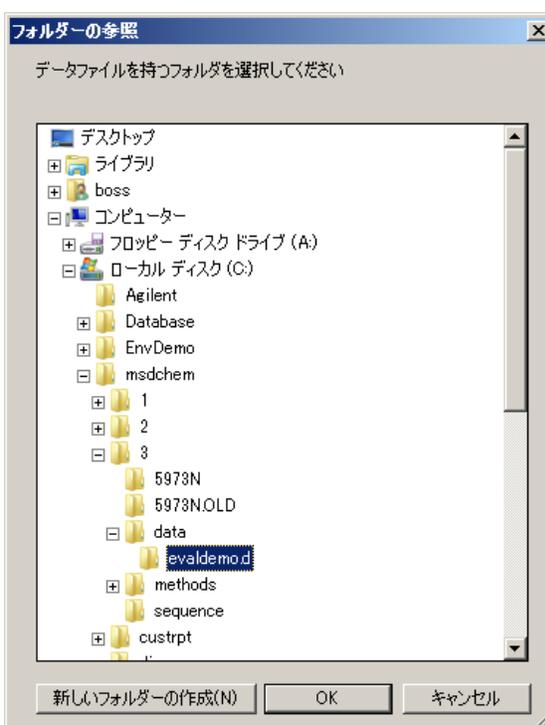


図 33 最初のデータ解析ウィンドウ

- 2 [データファイル読み込み] ボタン  を選択します。[データファイル選択] ダイアログボックスが表示されます。



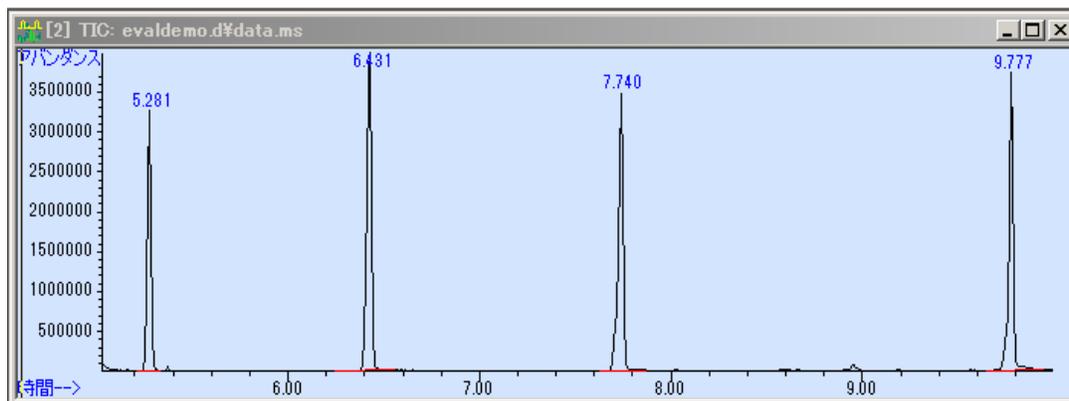
- 3 [パス変更] を選択します。[フォルダーの参照] ダイアログボックスが開きます。



- 4 [evaldemo.d] に移動します。これはサンプルのスキャン解析からのデータファイルです。
- 5 [OK] を選択します。

5 定性データ分析

- 6 **[データファイル選択]** ダイアログボックスで、**[OK]** を選択します。データファイルが読み込まれ、トータルイオンクロマトグラム (TIC) が表示されます。



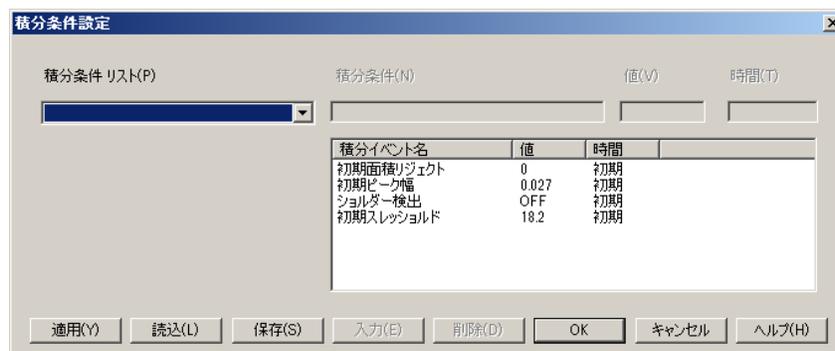
積分イベントの編集

メソッドのデータ解析の部分が実行されると、自動積分を使用してクロマトグラムが積分されます。クロマトグラムの大部分は、ChemStationのデフォルトの自動積分パラメータを使用して適切に積分できます。ただし、自動積分パラメータをカスタマイズして、特定のクロマトグラム向けの積分イベントを追加できます。イベントは保存して、メソッドの実行時に使用できます。

- 1 [積分パラメータ] ボタン  を選択します。[積分条件設定] ダイアログボックスが開きます。

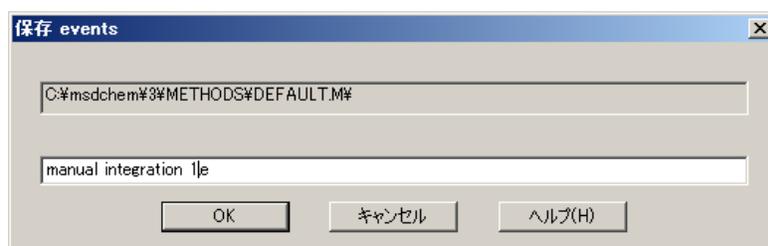
注記

これは、積分方式として [ChemStation インテグレータ] が指定されていることを前提としています。



- 2 [初期面積リジェクト]、[初期ピーク幅]、または [初期スレッシュホールド] を変更するには、以下を実行します。
 - a [積分イベント名] リストで、変更するパラメータを選択します。[積分条件] フィールドにパラメータが表示され、[値] フィールドに現在の値が表示されます。
 - b [値] フィールドにユーザー設定値を入力します。
 - c [入力] を選択します。ユーザー設定値が [値] リストに表示されます。

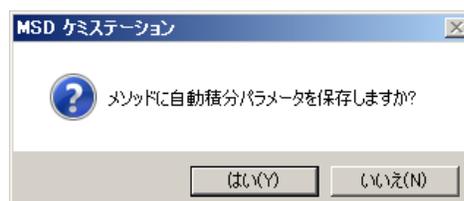
- 3 [シヨルダー検出] を変更するには、以下を実行します。
 - a [積分イベント名] リストで [シヨルダー検出] を選択します。[積分条件] フィールドにパラメータが表示され、[値] フィールドに現在の設定が表示されます。
 - b [値] フィールドを選択します。[積分条件設定] 確認メッセージが表示されます。
 - c [はい] を選択して設定を変更します。
- 4 積分イベントを追加するには、以下を実行します。
 - a [積分条件リスト] ドロップダウンリストから積分に追加したい積分条件を選択します。
 - b [値] または [時間] フィールドに必要な情報を入力します。
 - c [入力] を選択します。[積分イベント名]、[値]、[時間] にそれぞれの値がリスト表示されます。
- 5 [適用] を選択して、[TIC] ウィンドウに結果を表示します。
- 6 [保存] を選択して、自動積分パラメータを保存します。[イベントの保存] ダイアログボックスが開きます。



- 7 ファイル名を入力します。
- 8 [OK] を選択して、[積分条件設定] ダイアログボックスを閉じます。結果が [TIC] ウィンドウに表示されます。

積分イベントのメソッドへの保存

- 1 [自動積分] ボタン  を選択します。積分結果が [TIC] ウィンドウ (図 34) に表示され、確認メッセージが表示されます。



- 2 [はい] を選択して積分を保存するか、[いいえ] を選択して、この積分をメソッドに保存せずに続行します。

[はい] を選択した場合: 保存される自動積分パラメータのファイル名が示された確認メッセージが表示されます。[OK] を選択して、積分をメソッドに保存します。

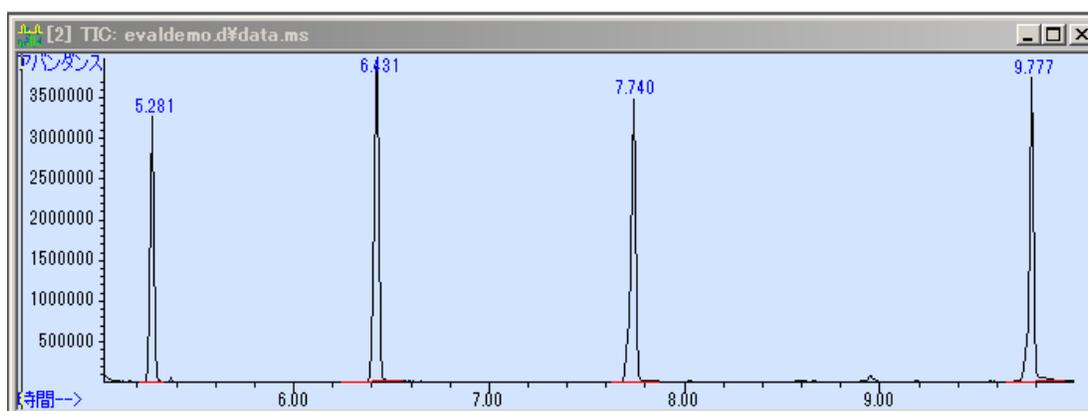
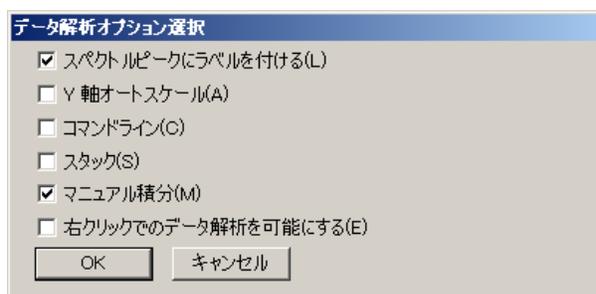


図 34 積分クロマトグラム

ピークのマニュアル積分

- 1 必要に応じて、「[積分イベントの編集](#)」を実行するか、または保存された積分イベントファイルを読み込みます。
- 2 **[ツール] > [オプション]** を選択して、**[データ解析オプション選択]** ダイアログボックスを表示します。

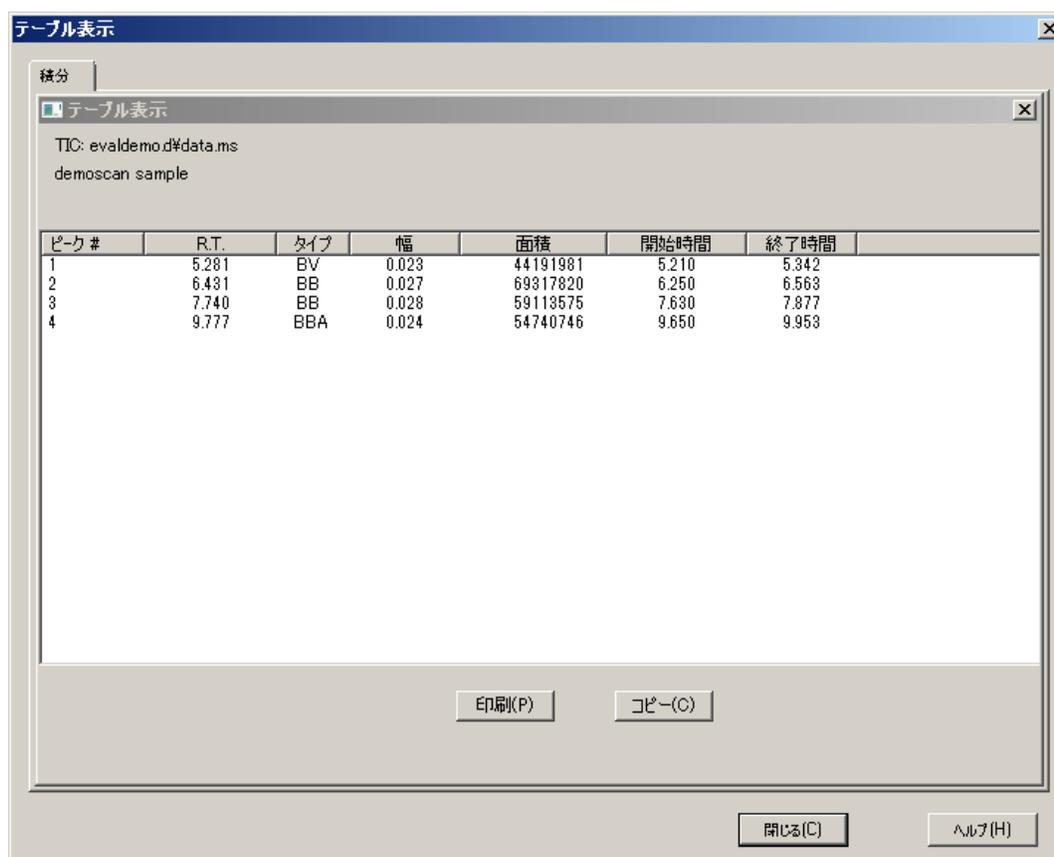


- 3 **[マニュアル積分]** を選択してオンにし、**[OK]** をクリックします。**[TIC]** ウィンドウで、マウスのカーソルが十字線に変わります。
- 4 TIC で右クリックすると、コンテキストメニューが表示される場合、メニューから **[標準データ解析のマウス操作]** を選択します。
- 5 クロマトグラムの目的のピークで左マウスボタンをクリックアンドドラッグして、ズームインします。
- 6 ピークで右マウスボタンをクリックアンドドラッグして、積分ベースラインを描きます。マウスボタンを放すと、選択したインテグレータを使用して、ピークが積分されます。

積分されたピークを削除する場合は、カーソルを上置き、右マウスボタンをダブルクリックします。

積分結果のテーブルでの表示

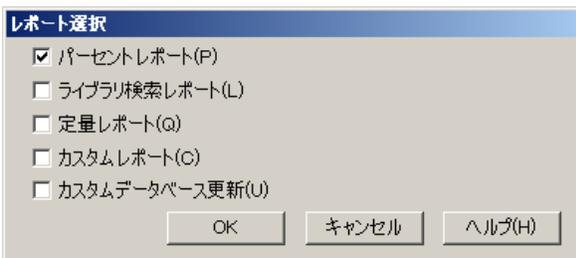
- 1 [クロマトグラム] > [積分結果] を選択します。[テーブル表示] ウィンドウが開き、結果がリスト表示されます。



- 2 積分テーブルを印刷するには、[印刷] を選択して印刷したいプリンタを指定します。
- 3 テーブルをクリップボードにコピーして、MS Excel などの別のアプリケーションで使用するには、[コピー] を選択します。
- 4 [閉じる] を選択してダイアログボックスを閉じます。

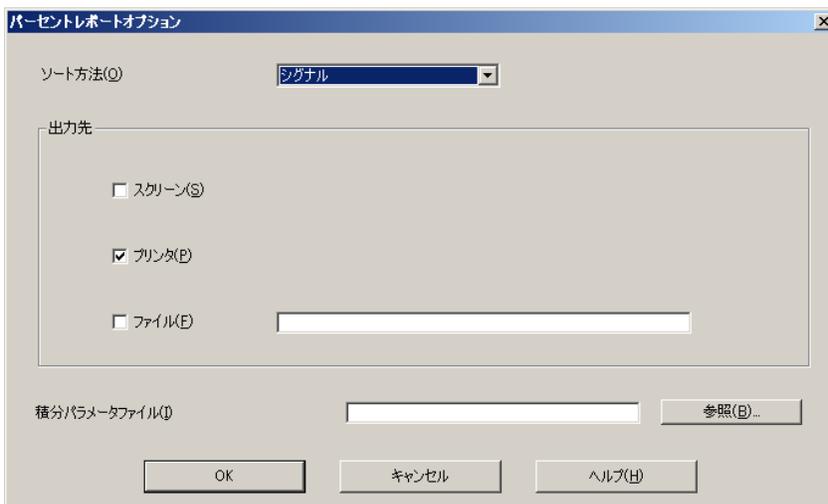
メソッドの編集によるレポートの作成

- 1 [メソッド]>[メソッド編集] を選択します。[レポート選択] ダイアログボックスが開きます。

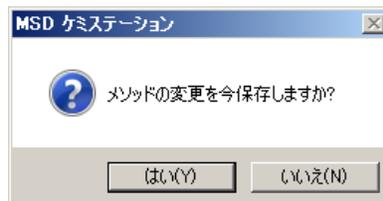


- 2 [パーセントレポート] をチェックして、[OK] します。その他のレポートタイプも選択できます。

[パーセントレポートオプション] ダイアログボックスが開きます。



- 3 [出力先] ペインで、レポートの出力先をチェックします。
- 4 [OK] を選択します。確認メッセージが表示されます。

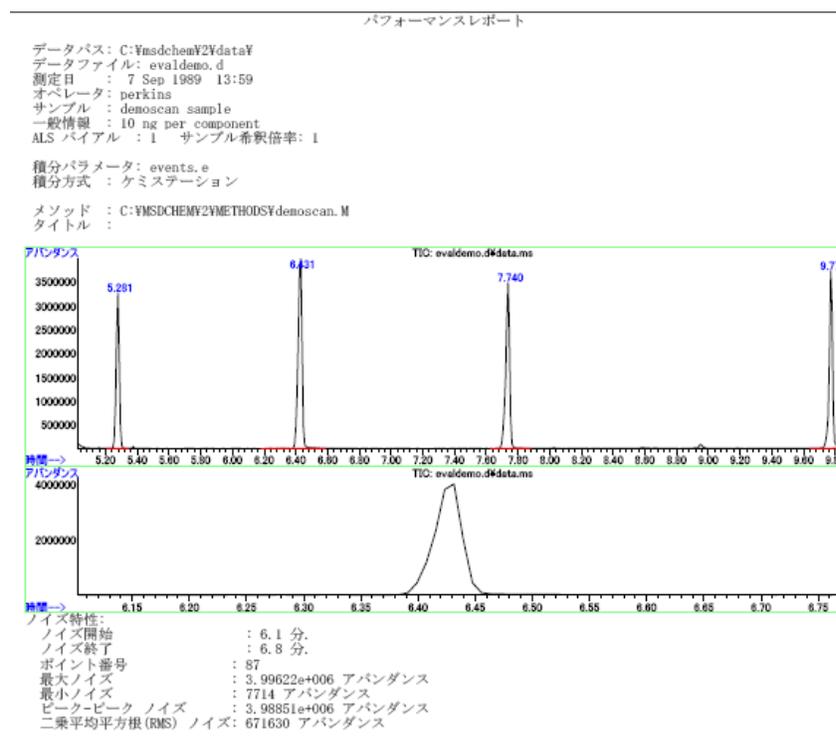


5 [はい] を選択します。[メソッド保存] ダイアログボックスが開きます。



6 [OK] を選択して、設定を現在のメソッドに保存します。

7 対話形式でレポートを作成するには、[クロマトグラム] > [パーセントレポート] を選択します。レポートが新しいウィンドウに表示されます。



イオンクロマトグラム抽出 (EIC) の表示

- 1 [イオンクロマトグラム] ボタン  を選択します。[イオンクロマトグラム抽出] ダイアログボックスが開きます。



イオンクロマトグラム抽出

時間範囲(R): 5.030 ~ (T) 9.997 分

イオン(I)

1: 85.00 4: 154.00

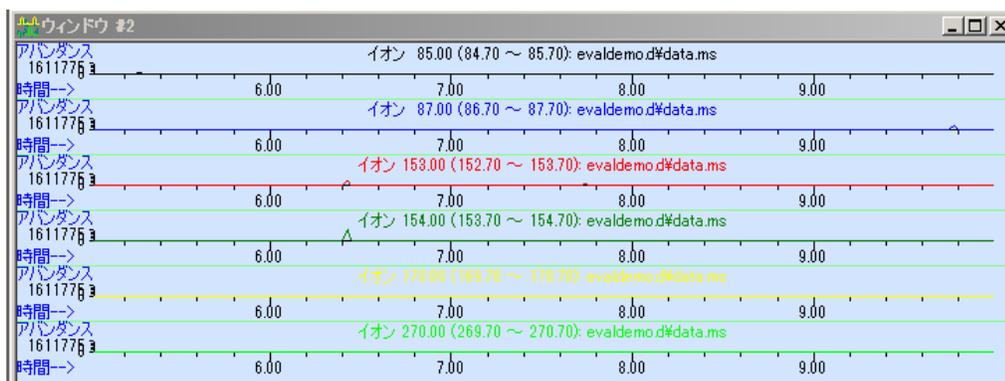
2: 87.00 5: 170.00

3: 153.00 6: 270.00

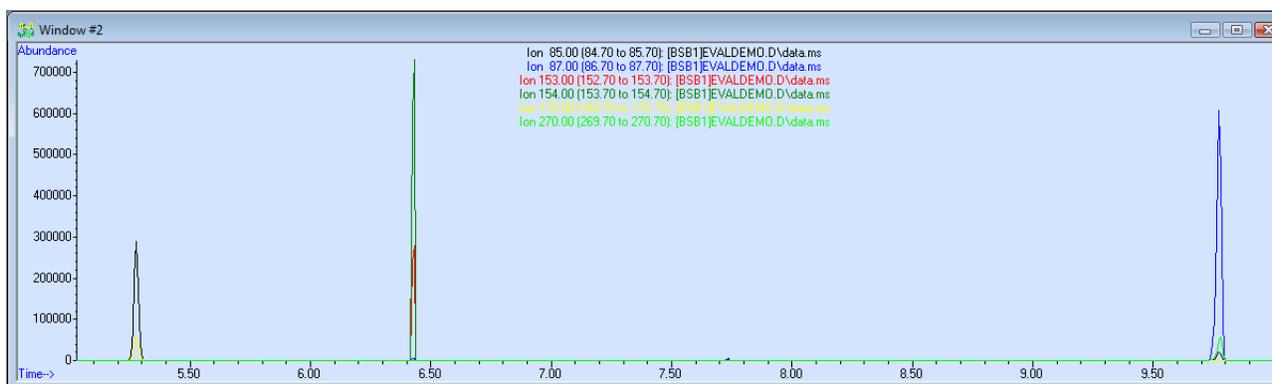
m/z 使用範囲(F) - 0.30 ~ (O)+ 0.70

OK キャンセル ヘルプ(H)

- 2 [時間範囲] フィールドに、抽出する範囲を入力します。最初に表示されているのは、データファイルが取り込まれた全体の測定時間です。適切な開始と終了の値を入力して、これより短い時間範囲を指定できます。
- 3 [イオン] エリアに、目的のイオン質量を入力します。最大 6 個のイオンを指定できます。
- 4 [m/z 使用範囲] フィールドに、目的の範囲を入力します。各イオンのデフォルトの m/z 範囲は、指定されたイオン質量の -0.3 ~ +0.7 です。適切な開始と終了の値を入力して、範囲を変更できます。
- 5 [OK] を選択します。各イオンのクロマトグラムを表示するウィンドウが表示されます。



- 6 [重ね描きフォーマット] ボタン  を選択して、イオンを別々に表示するクロマトグラムから、イオンを重ねて表示するクロマトグラムに切り替えます。



右クリックメニュー（コンテキストメニュー）の有効化と無効化

右クリックで表示されるコンテキストメニューを有効にするとメインメニューやツールバーのボタンではなく、クロマトグラムやスペクトルウィンドウから、一般的 なデータ解析タスクに直接簡単にアクセスできます。

ツールバーから、[データ解析マウスアクション] ボタンを選択すると、コンテキストメニューの有効化と無効化が切り替わります。拡張データ解析でコンテキストメニューを有効にすると、標準の右マウスボタン操作が無効になります。コンテキストメニューが有効化された状態を図 35 に示します。

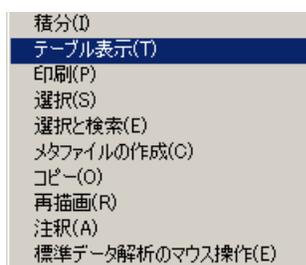


図 35 右クリックで表示されるコンテキストメニュー

ピークスペクトルの平均化、ピークのベースラインのマニュアル編集など特定のマウス操作は、標準の右マウス操作からしか実行できません。

データの解析

- 1 左マウスクリックを使用して最初のピークの周辺に長方形を作成すると、ピークを拡大することができます。クロマトグラムの選択したエリアが拡大されます。これは化合物ドデカンのピークです。

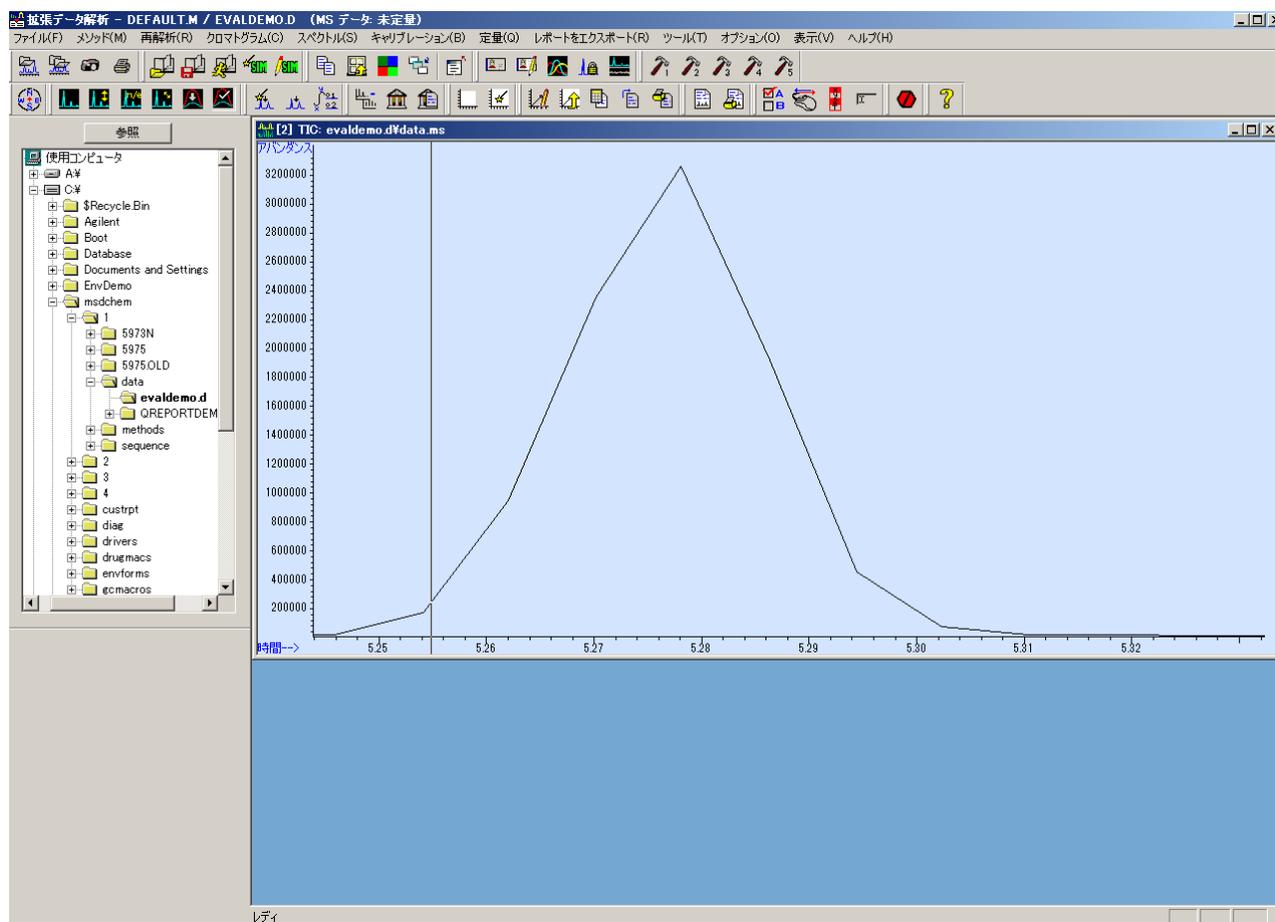
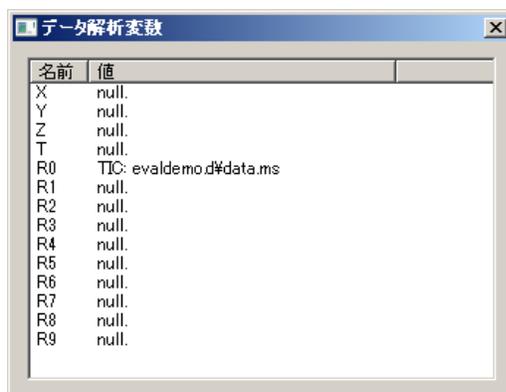


図 36 拡大されたピーク

5 定性データ分析

- 2 スタックウィンドウを有効にするには、以下を実行します。
 - a メインメニューから、[ツール] > [オプション] を選択します。
 - b [データ解析オプション選択] ダイアログボックスで、[スタック] と [OK] をチェックします。[データ解析変数] ウィンドウが開きます。



- 3 カーソルを最初のピークの最高点近くに置き、右マウスボタンをダブルクリックして、スペクトルを表示します。

この例では標準の右マウス操作での説明になります。

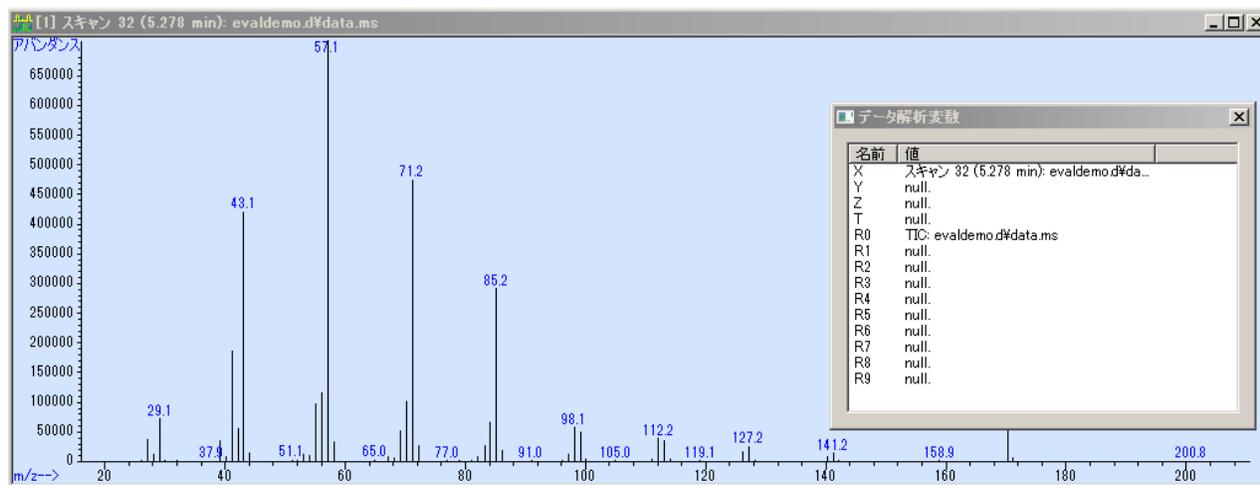


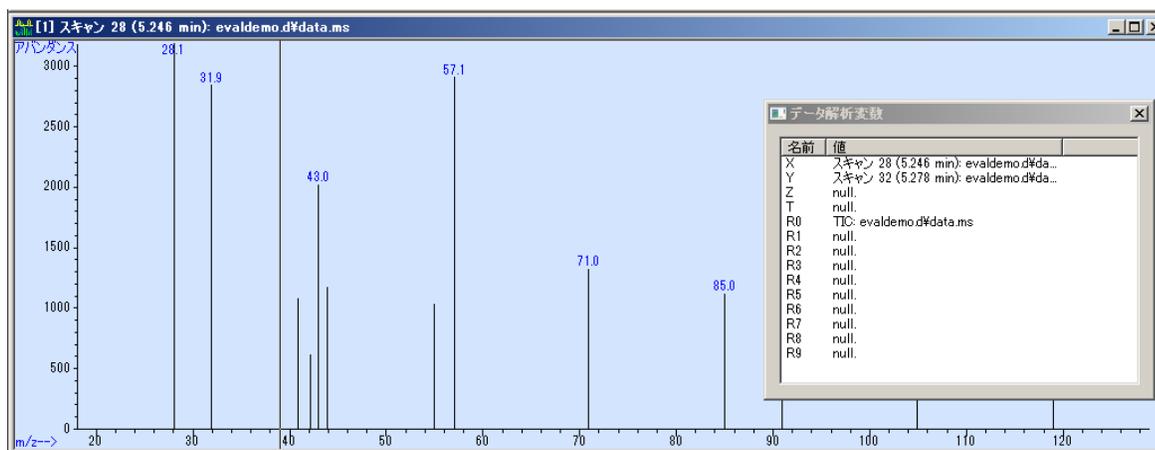
図 37 ピーク頂点のスペクトル

[データ解析変数] ウィンドウに [X] レジスタのピークスペクトルが表示されます。

スペクトルからのベースラインノイズの減算

スペクトルの品質を向上させるには、スペクトル減算を使用して、目的のピークからベースラインシグナル（ノイズ）を差し引きます。

- 1 ピークのベースラインにカーソルを置き、右マウスボタンをダブルクリックします。スペクトルが表示され、[データ解析変数] ウィンドウの [X] レジスタに置かれます。[X] レジスタの前のスペクトル（ピーク頂点）は、[Y] レジスタに移動されます。



- 2 [減算] ボタン  を選択します。差 (Y - X) を示すスペクトルのラベルには、タイトルの後に [-] が付けられています。図 38 を参照してください。

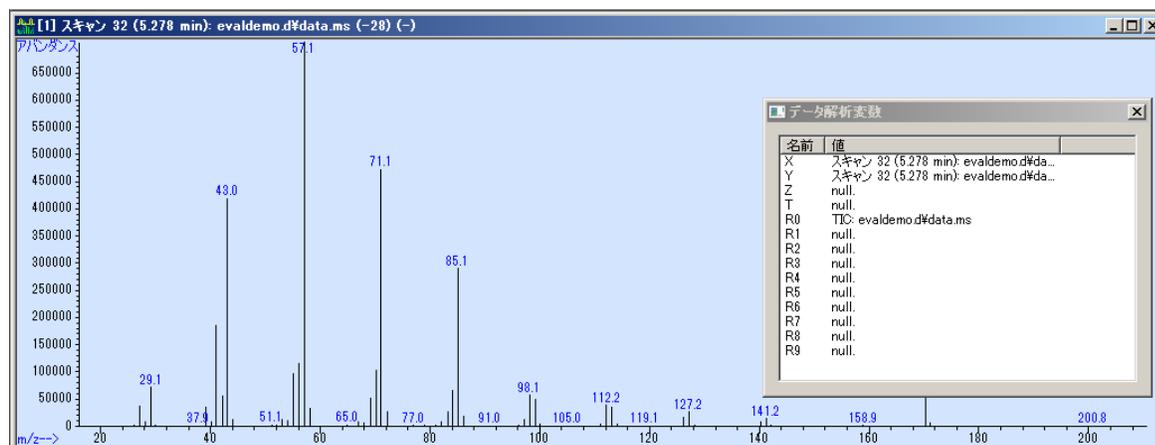


図 38 ドデカンの減算済みスペクトル

ターゲットイオンとクオリファイアイオンの選択

ターゲットイオン

各定量対象化合物（ターゲット化合物）には、1つのターゲットイオンを選択する必要があります。ターゲットイオンは、ターゲット化合物の特性を示し、リテンションタイムが類似した他の化合物と区別できるのが理想です。

クオリファイアイオン

クオリファイアイオンは、ターゲット化合物のマスペクトルに存在する、二次的な特性のイオンです。クオリファイアイオンがターゲットイオンに対して適切な比で存在することで、正しいターゲット化合物を同定していることが裏付けられます。

ドデカンに対するピークイオンとクオリファイアイオンの選択

図 38 (81 ページ) に示すドデカンのスペクトルの確認では、170 にドデカン (mw = 170) 分子イオンが存在し、ターゲットイオンとして使用されることが示されています。ドデカンの分子量の半分にあたる 85 のイオンも有意であり、クオリファイアイオンとして使用されます。

その他の化合物に対するピークイオンとクオリファイアイオンの選択

「データの解析」(79 ページ) の手順を繰り返し、サンプルで別の化合物のピークを選択し、それらの化合物のターゲットイオンとクオリファイアイオンを決定します。推奨される選択肢を表 4 に示します。後で SIM 測定と定量分析の設定に使用されます。

表 4 ターゲットイオンとクオリファイアイオンの選択

化合物	ターゲットイオン	クオリファイアイオン	ドゥエル時間
ビフェニル	154	153	60
ドデカン	170	85	60
クロロビフェニル	188	152	60
パルミチン酸メチル	270	87	60

スペクトルライブラリの検索

ライブラリ検索では、リファレンススペクトルのライブラリと未知の化合物のスペクトルを比較します。検索により、リファレンスライブラリから、未知の化合物と最も類似したスペクトルが同定されます。

個別のピーク（スペクトル）または TIC で積分されたすべてのピークについて、検索を実行できます。

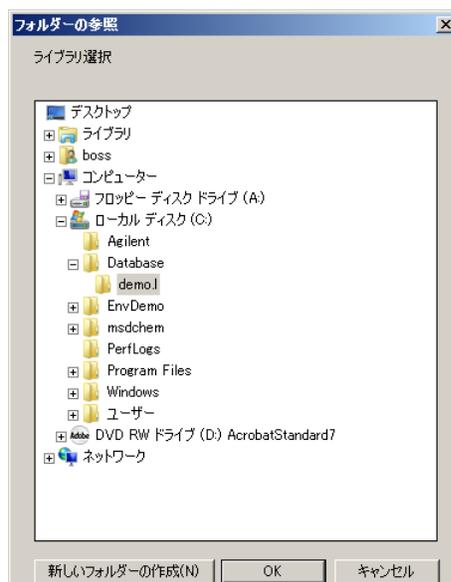
個別のスペクトルの検索

- 1 検索するスペクトルを選択します（[データ解析変数] ウィンドウの [X]）。[図 38](#)（81 ページ）を参照してください。

- 2 [ライブラリ選択] ボタン  を選択します。[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。

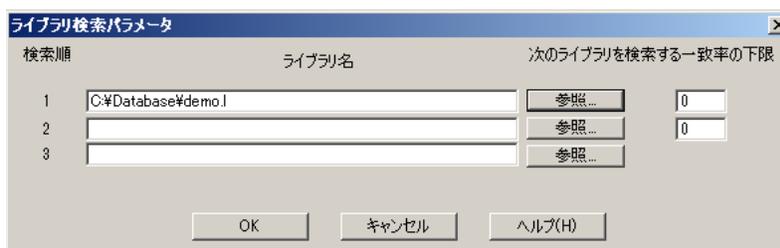


- 3 [参照] を選択して移動し、[フォルダの参照] ウィンドウで、デモンストレーションライブラリ [demo.l] を選択します。

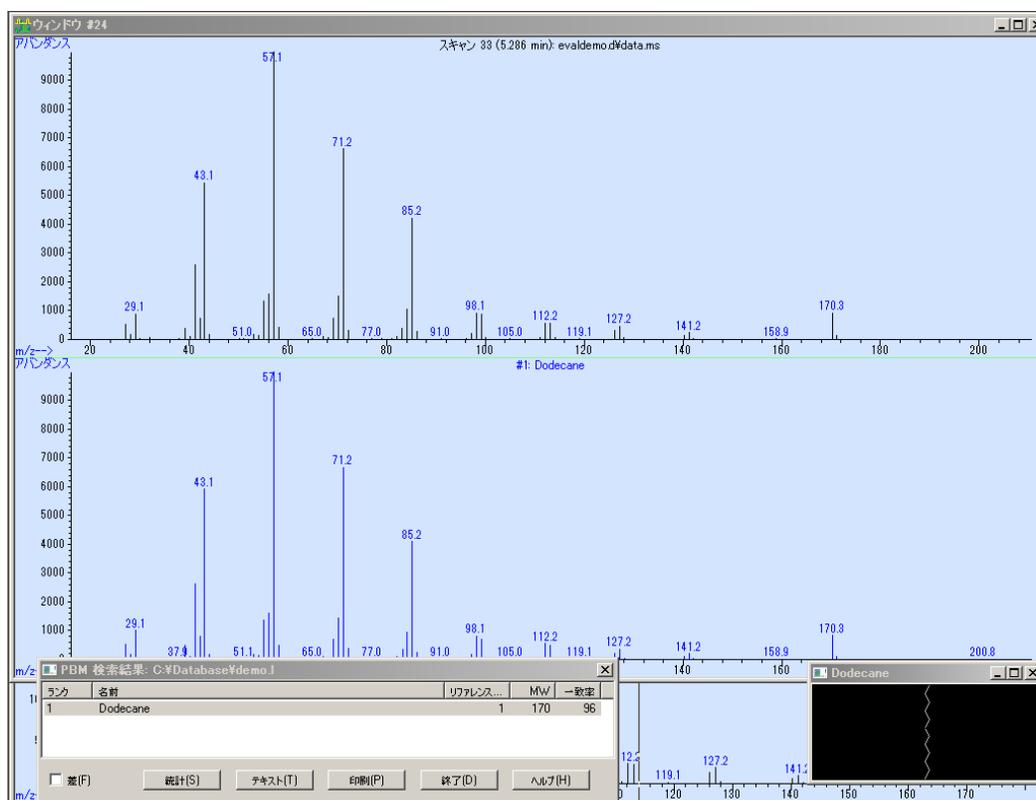


5 定性データ分析

- 4 [OK] を選択します。ファイルパスが入力され、このライブラリが最初に検索されます。購入したライブラリや、インストールしたライブラリを検索ライブラリに追加したい場合は、2、3 を使用してください。

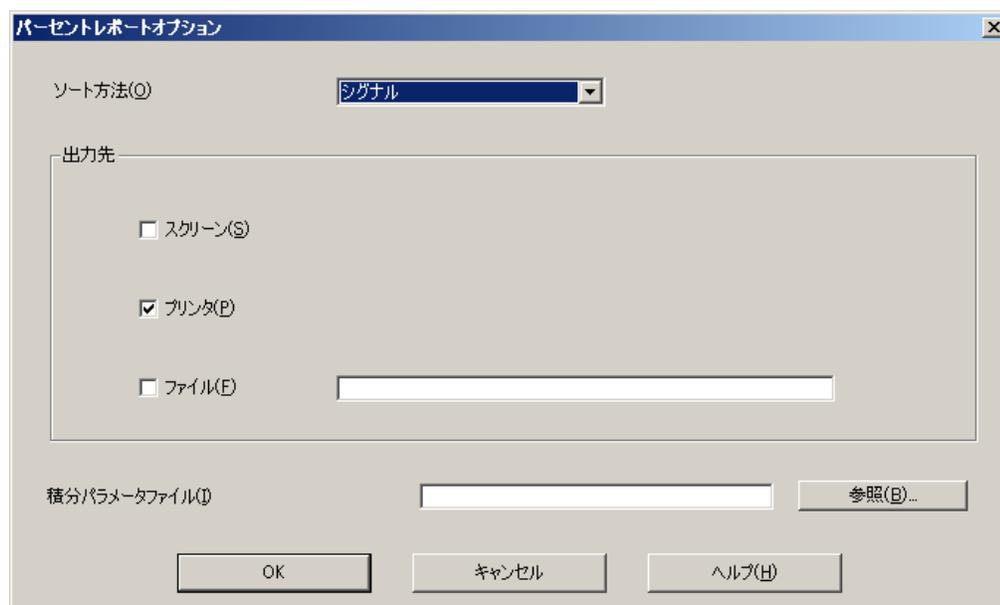


- 5 [OK] を選択して選択内容を保存します。
- 6 スペクトルで右マウスボタンをダブルクリックします。検索が実行され、結果が表示されます。



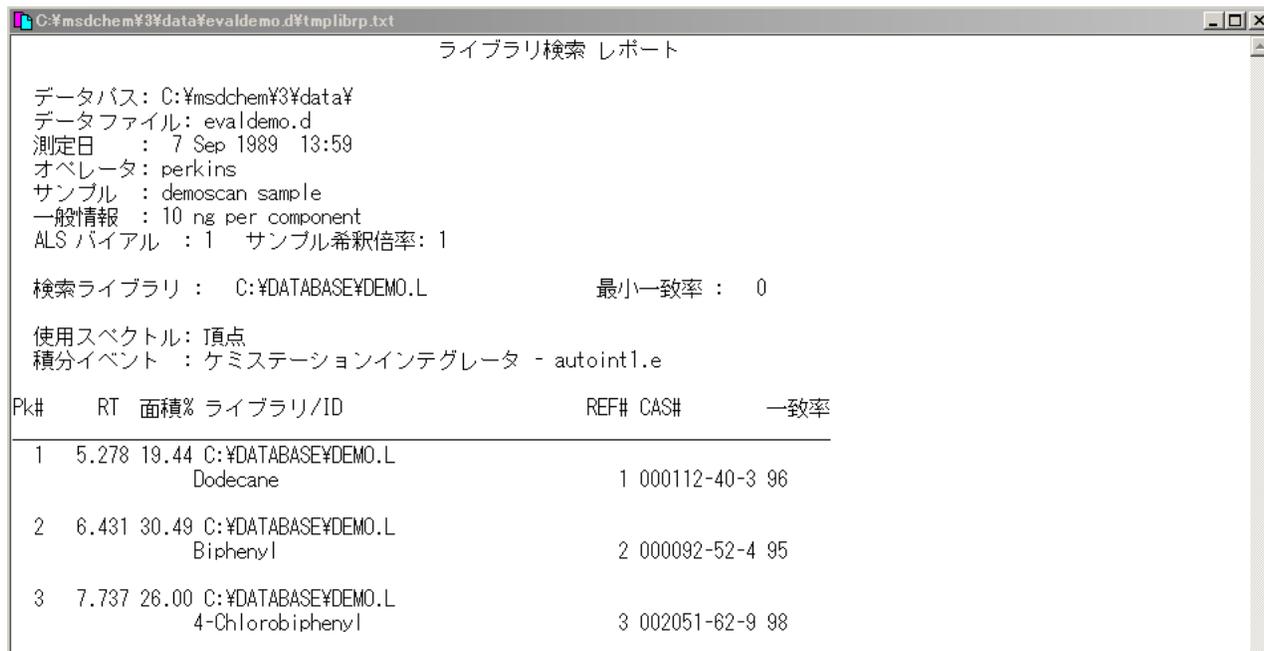
自動ライブラリ検索レポート作成

- 1 データファイルを開きます。
- 2 [ライブラリ検索レポート] ボタン  を選択します。[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。



- 3 [スタイル] ドロップダウンリストから [詳細] を選択します。
- 4 出力先エリアで、[プリンタ] をチェックします。
- 5 [使用スペクトル] ドロップダウンメニューで、[頂点 - ピークの開始点] を選択します。この選択により、前のセクション「[スペクトルからのベースラインノイズの減算](#)」(81 ページ) でマニュアルで行ったピーク頂点のスペクトルからピーク開始時のスペクトルの減算が自動的に行われます。
- 6 [OK] を選択してレポートを作成します。

5 定性データ分析



The screenshot shows a window titled "ライブラリ検索 レポート" (Library Search Report). The window contains the following text:

データパス: C:\msdchem\3\data\evaldemo.d\tmlbrp.txt
データファイル: evaldemo.d
測定日 : 7 Sep 1989 13:59
オペレータ: perkins
サンプル : demoscan sample
一般情報 : 10 ng per component
ALS バイアル : 1 サンプル希釈倍率: 1

検索ライブラリ : C:\DATABASE\DEMO.L 最小一致率 : 0

使用スペクトル: 頂点
積分イベント : ケミステーションインテグレータ - autoint1.e

Pk#	RT	面積%	ライブラリ/ID	REF#	CAS#	一致率
1	5.278	19.44	C:\DATABASE\DEMO.L Dodecane	1	000112-40-3 96	
2	6.431	30.49	C:\DATABASE\DEMO.L Biphenyl	2	000092-52-4 95	
3	7.737	26.00	C:\DATABASE\DEMO.L 4-Chlorobiphenyl	3	002051-62-9 98	

図 39 ライブラリ検索レポート

ウィンドウ、TIC、スペクトル、またはメソッドの印刷

プリンタを設定したら、画面で表示中のデータファイルのウィンドウ、スキャン、スペクトルまたはメソッドを印刷できます。

プリンタの選択

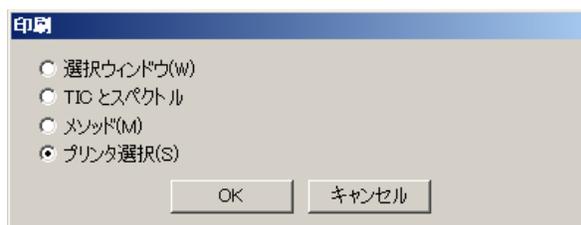
- 1 [ファイル] > [プリンタ選択] を選択します。
- 2 システムのプリンタのリストから、プリンタを選択します。
- 3 [OK] を選択します。

用紙の向きを変更するには

- 1 [ファイル] > [プリンタ設定] を選択します。
- 2 [印刷方向] を選択します。
- 3 [OK] を選択します。

印刷する項目の選択

- 1 [ファイル] > [印刷] を選択します。[印刷] ダイアログボックスが表示されます。



- 2 以下の内容を選択します。
 - [選択ウィンドウ] 開いているウィンドウを印刷します。[入力] ダイアログボックスで、ウィンドウヘッダーのウィンドウ番号を入力します。
 - [TIC とスペクトル] グラフィックを印刷します。
 - [メソッド] メソッドパラメータを印刷します。
 - [プリンタ選択] システムのプリンタのリストから、プリンタを選択します。
- 3 [OK] を選択して選択内容を印刷します。

データ解析メソッドの保存



- 1 [メソッド保存] ボタン  を選択します。[メソッド保存] ダイアログボックスが開きます。



- 2 メソッドの名前を入力し、[OK] を選択して、更新されたパラメータをこのメソッドに保存します。

データ解析プログラムの終了

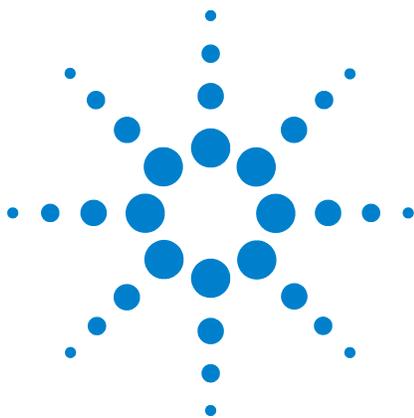
- 1 [ファイル] > [終了] を選択します。警告メッセージが表示されます。



- 2 [はい] を選択してプログラムを閉じます。

注記

メソッドを保存していない場合は、ここで [はい] をクリックして終了すると、変更が失われます。



6 SIM 定量メソッドの作成

はじめに 90

SIM メソッドの作成 91

スキャンデータと SIM データの同時取り込み (SIM/スキャンモード)
96

SIM/スキャンモードサイクル速度 98

この章では、定性分析中に検出されたターゲットイオンとクオリファイアイオンを使用して、標準サンプル向けの SIM メソッドを作成する方法について説明します。SIM とスキャンの同時データ測定を実行するメソッドの設定方法も確認します。



はじめに

選択イオンモニタリング (SIM) モードとは、選択したイオンフラグメントのみがモニタされ、感度を最大に高めるデータ測定テクニックです。

SIM データ測定に適した条件を検索するには、スキャンデータを以下について解析します。

- **各ピークでモニタ中のイオン (m/z)** - MS SIM パラメータを使用すると、選択イオンモニタリングに対して、最大 100 グループ、各グループ最大 60 イオンを定義できます。ただし、S/N比を最大化するため、Agilent では使用するイオンはできる限り少なくすることを推奨します。
- **グループの切り替えに最も適した時間** - サンプルマトリックスの影響でリテンションタイムにばらつきが生じるのを避けるため、Agilent では、ピークが十分に離れている時間を選んでグループを切り替えることを推奨します。

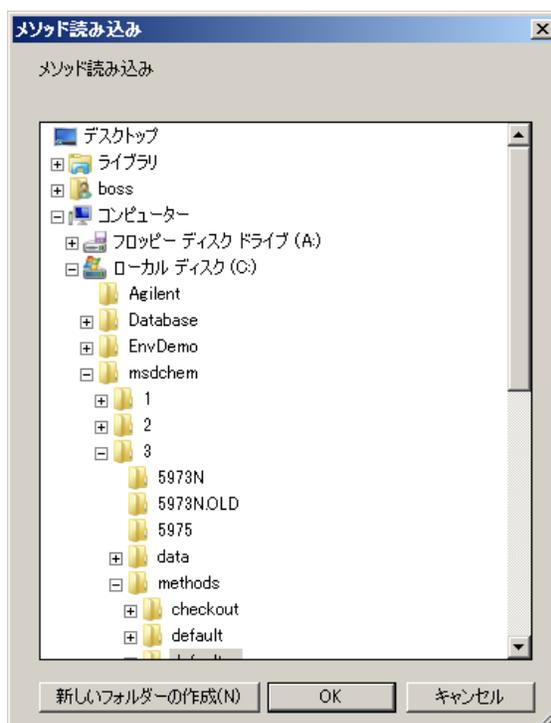
SIM メソッドの作成

- 1 [機器表示] から、[メソッド読み込み] ボタンを選択して、[メソッド読み込み] ダイアログボックスを開きます。



- 2 移動して [evalscan.M] を選択します。

このメソッドの GC 測定パラメータは、クロマトグラフデータが適切に分離できるように設定されているので、このメソッドを出発点として利用し、メソッドの MS パラメータのみを変更してください。



- 3 [OK] を選択してメソッドを読み込み、ダイアログボックスを閉じます。



- 4 [MS パラメータ] ボタン  を選択します。[MS SIM/スキャンパラメータ] ダイアログボックスが開きます。

5 [測定モード] ドロップダウンボックスから、[SIM] を選択します。



6 [SIM パラメータ] を選択します。[SIM パラメータ編集] ダイアログボックスが開きます。

7 [グループ名] フィールドに、「1」と入力します。右側のパネルのテーブルにグループ 1 が表示されます。

8 [質量分解能] で、[High] を選択します。

9 [イオン編集] エリアで、グループ 1 の 8 つのイオンすべてにタイムセグメントの値を入力します。

a [m/z] フィールドと [ドウエル] フィールドに表 5 (93 ページ) の化合物に対するイオンの値を入力します。

b 各イオンを追加したら、[追加/変更イオン] を選択します。

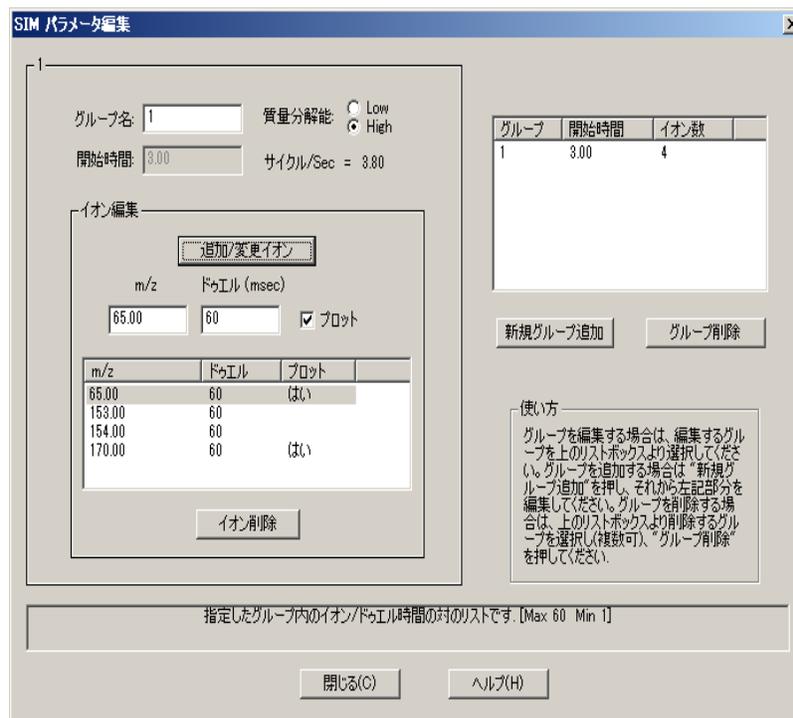


図 40 グループ1 イオンの入力

表 5 SIM イオン選択

化合物	ターゲットイオン	クオリファイアイオン	ドゥエル時間
ビフェニル	154	85	60
ドデカン	170	85	60
クロロビフェニル	188	152	60
パルミチン酸メチル	270	87	60

10 [閉じる] を選択して設定を保存し、[MS SIM/スキャンパラメータ] ダイアログボックスに戻ります。

11 [OK] を選択します。

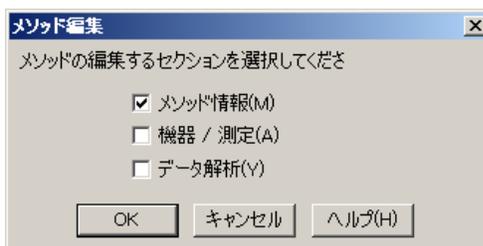


12 [メソッド保存] ボタン  を選択します。[メソッド保存] ダイアログボックスが開きます。

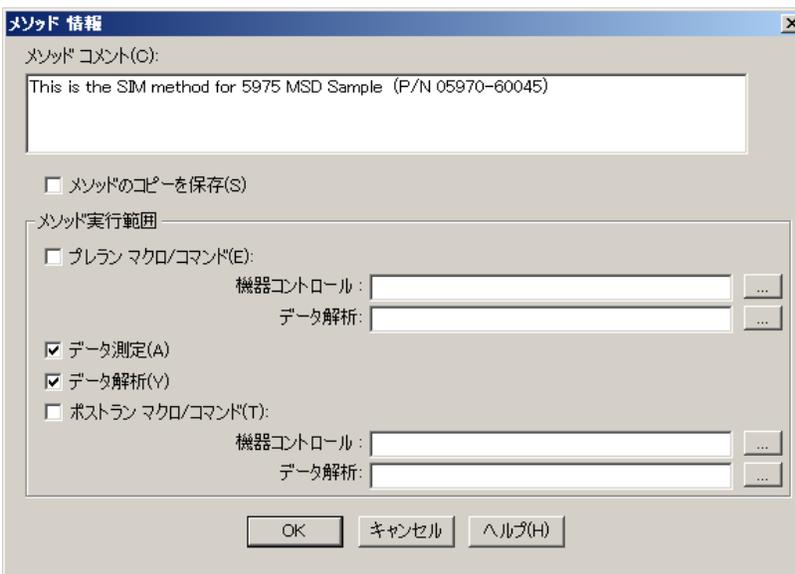
13 [メソッドファイル] フィールドに「evalsim」と入力し、[OK] を選択します。



- 14 **[メソッド全体の編集]** ボタン  を選択します。**[メソッド編集]** ダイアログボックスが開きます。
- 15 **[メソッド情報]** チェックボックスのみをマークします。**[データ解析]** チェックボックスと **[機器/測定]** チェックボックスをクリアします。



- 16 **[OK]** を選択します。**[メソッド情報]** ダイアログボックスが開きます。
- 17 **[メソッドコメント]** フィールドに、このメソッドの説明を入力します。
- 18 **[メソッド実行範囲]** エリアで、**[データ測定]** チェックボックスをマークします。



19 [OK] を選択します。[メソッド保存] ダイアログボックスが開きます。



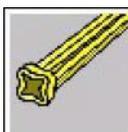
20 [メソッドファイル] に「evalsim」と入力されていることを確認して、[OK] を選択します。

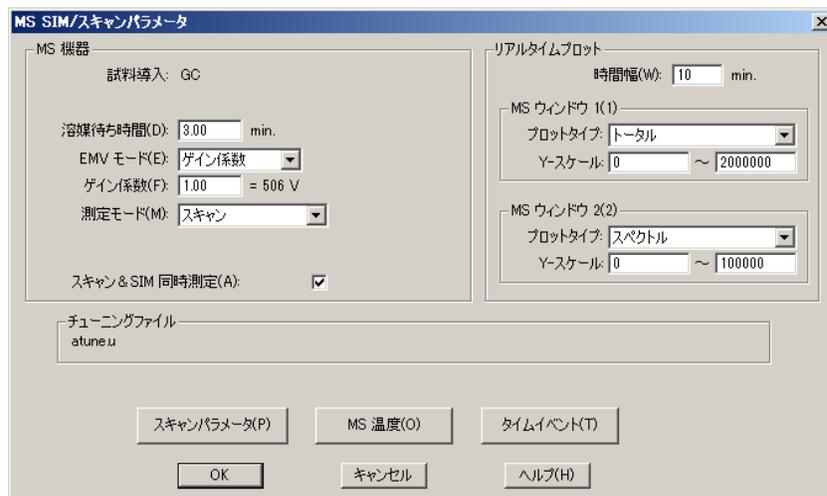
スキャンデータと SIM データの同時取り込み（SIM/スキャンモード）

もし、既に、evalsim.m メソッドを作成した場合のように、スキャンパラメータを含むメソッドを用いて、SIM パラメータを入力した場合、そのメソッドにはすでに 1 つを除いて必要なパラメータがすべて含まれています。あと、必要なのは両方のタイプのデータを同時に取り込むよう指定するボックスをチェックするだけです。

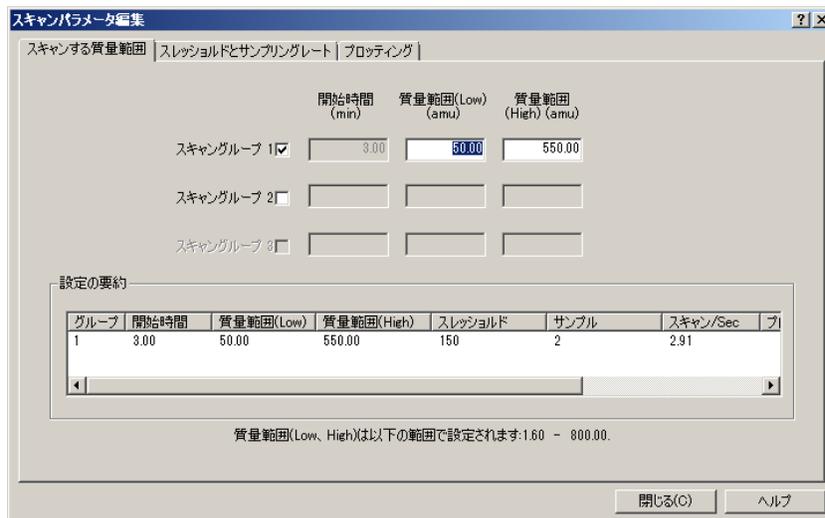
SIM/スキャンモードでは、各モードで取得するデータポイントの数が少なくなります。これが総サイクル速度にどう影響するかを見ていきます。



- 1 [MS パラメータ] ボタン  を選択します。[MS SIM/スキャンパラメータ] ダイアログボックスが開きます。
- 2 [スキャン& SIM 同時測定] チェックボックスをマークします。
- 3 [測定モード] ドロップダウンボックスから、[スキャン] を選択します。



- 4 [スキャンパラメータ] を選択します。[スキャンパラメータ編集] ダイアログボックスが開き、既にメソッドが持っている設定を表示できます。



- 5 [質量範囲] タブを選択します。アスタリスクに注意してください。
 [設定の要約] テーブルのアスタリスク (スキャン/Sec*) は、ここに表示される [スキャン/Sec] が実際のサイクルを示していないことを表します。詳細は、「SIM/スキャンモードサイクル速度」(98 ページ) を参照してください。
- 6 スキャンモードのサイクル速度を書き留めます。
- 7 [閉じる] を選択して、[MS SIM/スキャンパラメータ] ダイアログボックスに戻ります。
- 8 [測定モード] ドロップダウンボックスから、[SIM] を選択します。
- 9 [SIM パラメータ] を選択します。[SIM パラメータ編集] ダイアログボックスが開き、以前の設定を表示できます。
- 10 [質量範囲] タブを選択し、SIM モードのサイクル速度を書き留めます。
- 11 [閉じる] を選択して、[MS SIM/スキャンパラメータ] ダイアログボックスに戻ります。
- 12 [OK] を選択してパラメータを保存し、ダイアログボックスを閉じます。
- 13 メソッドを `sim_scan.M` という名前で保存します。

ここで記録された個別のサイクル速度は、次のセクション「SIM/スキャンモードサイクル速度」(98 ページ) で、実際のサイクル速度の計算に使用します。

SIM/スキャンモードサイクル速度

SIM/スキャンモードでは、1つのサイクルを完了するため、MSD は SIM データの 1つのグループを測定してから、スキャンデータの 1つのグループを測定します。有効なクロマトグラフの積分に適したデータポイント数を達成するには、スキャン速度の増加や SIM ドウエル時間の短縮が必要になる場合があります。図 41 を参照してください。

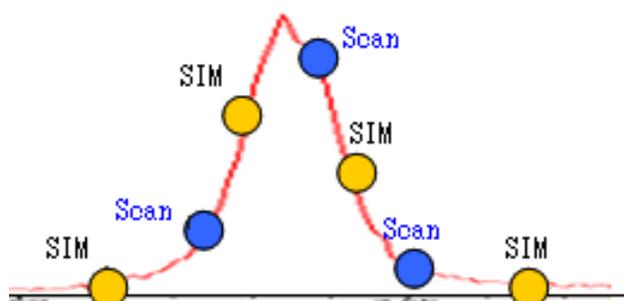


図 41 SIM/スキャンモード

実際のサイクル速度は、図 42 の式で計算されます。

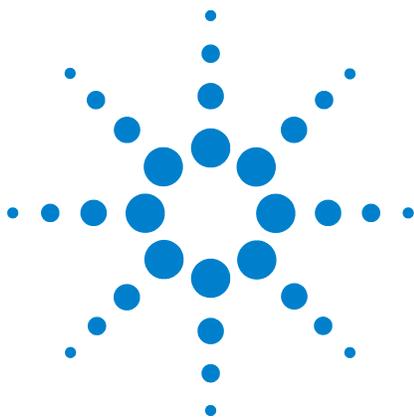
$$\text{SIM/Scan Cycle Frequency} = \frac{1}{\left(\frac{1}{A} + \frac{1}{B}\right) \times 1.05}$$

Where $A = \text{Scan cycles per second}$
 $B = \text{SIM cycles per second}$

図 42 SIM/スキャンサイクル

SIM データ測定モードからスキャンモードに切り替える場合、約 5% の使用可能な分析時間が消費されます。

たとえば、スキャン = 2.44 サイクル/sec で、SIM = 1.97 の場合、実際のサイクル時間は 1.04 サイクル/sec になります。データポイントの数を改善するには、SIM ドウエル時間を短くし、スキャン速度を増加させる方法が考えられます。



7 シーケンスの実行

サンプルの準備	100
シーケンスの作成	101
シーケンスの保存	103
シーケンスの読み込み	104
シーケンスの実行	105
シーケンスログの印刷	106

この章では、シーケンスの作成および実行方法について説明します。

シーケンスとは、分析対象のサンプルと各分析に使用する指定されたメソッドのリストです。定義されたシーケンスは無人で実行が可能で、シーケンスで定義したサンプルが自動的に処理されます。

ALS を取り付ければ、サンプルの注入から結果のレポートまで、分析全体を自動化して時間を節約できます。

このシーケンスの実行中に作成されたデータファイルは、後で定量分析に使用します。



サンプルの準備

- 1 100 ng/mL 5975 MSD サンプル(P/N 05970-60045 または P/N 5074-3025 日本のみ) を希釈率 1:2 でヘキサンで 2 度希釈し、50 ng/mL と 25 ng/mL のキャリブレーションサンプルを作成します。
- 2 10 ng/mL 5975 MSD サンプル (P/N 05970-60045 または P/N 5074-3025 日本のみ) を希釈率 1:2 でヘキサンで 2 度希釈し、5 ng/mL と 2.5 ng/mL のメソッドキャリブレーションサンプルを作成します。
- 3 バイアルに各標準液 (2.5、5、10、25、および 50 ng/mL) を約 500 μ L 充てんします。
ALS を使用していない場合は、残りのステップをスキップします。
- 4 GC サンプルトレイの位置 1 から 5 の順序で濃度が増加するようにサンプルバイアルを置きます。
- 5 溶媒洗浄バイアルにイソオクタンを充てんし、溶媒洗浄モード A、B の場合、インジェクタタレット位置 A に置きます。
- 6 溶媒洗浄モード A、B の場合は、空の廃液バイアルをタレット位置 B に置きます。

ALS を使用している場合は、標準液を GC に一番低い濃度から一番高い濃度の順序で置きます。

シーケンスの作成



- 1 [シーケンスの編集] ボタン  を選択します。[サンプルログテーブル] が開きます。
- 2 [タイプ] 列の下の方の行 1 のサンプルで、セルをクリックしてドロップダウンリストを有効にし、[サンプル] を選択します。
- 3 ALS トレイ位置 1 に一番濃度の低いサンプルを置く場合は、[バイアル] 列の下に、「1」を入力します。
- 4 [サンプル] 列の下に、「Standard 5 ng/mL」と入力します。
- 5 [メソッド/キーワード] 列の下で、以下を実行します。
 - a 右クリックし、[メソッドの参照] を選択します。[フォルダーの参照] ダイアログボックスが開きます。
 - b 移動して [evalsim.M] を選択します。
 - c [OK] を選択します。メソッド名が列に表示されます。
- 6 [データファイル] 列の下に「SIM01」と入力します。

サンプルログテーブル							
データベース(D): C:\msdchem\3\DATA		参照(B)...		メソッドパス(M): C:\MSDCHEM\3\METHODS		参照(F)	
	タイプ	バイアル	サンプル	メソッド/キーワード	データファイル	コメント/キーワード	希釈倍率
1	サンプル	1	Standard 2/5ng/mL	demoSIM	STD001		1.00000
2							
3							
4							
5							
6							
7							
8							
9							

OK キャンセル ヘルプ(H)

- 7 行 1 から 5 を強調表示します。

7 シーケンスの実行

- 8 右クリックして、**[行繰り返し & 連続データ]** を選択します。テーブルに 4 行追加されます。バイアル番号とデータファイル名の数値が 1 ずつ増えています。

	タイプ	バイアル	サンプル	メソッド/キーワード	データファイル	コメント/キーワード	希釈倍率
1	サンプル	1	Standard 2.5ng/mL	demoSIM	STD01		1.00000
2	サンプル	2	Standard 2.5ng/mL	demoSIM	STD02		1.00000
3	サンプル	3	Standard 2.5ng/mL	demoSIM	STD03		1.00000
4	サンプル	4	Standard 2.5ng/mL	demoSIM	STD04		1.00000
5	サンプル	5	Standard 2.5ng/mL	demoSIM	STD05		1.00000
6							
7							

- 9 行 1 の **[サンプル]** 列の下の値を **[2.5 ng/mL]** に変更します。
- 10 行 3 の **[サンプル]** 列の下の値を **[10 ng/mL]** に変更します。
- 11 行 4 の **[サンプル]** 列の下の値を **[25 ng/mL]** に変更します。
- 12 行 5 の **[サンプル]** 列の下の値を **[50 ng/mL]** に変更します。

	タイプ	バイアル	サンプル	メソッド/キーワード	データファイル	コメント/キーワード	希釈倍率	レベル
1	キャリアレージョン	1	Std 2.5ng	demoSIM	stdupdate01		1.00000	2.5
2	キャリアレージョン	2	Std 5ng	demoSIM	stdupdate02		1.00000	5
3	キャリアレージョン	3	Std 10ng	demoSIM	stdupdate03		1.00000	10
4	キャリアレージョン	4	Std 25ng	demoSIM	stdupdate04		1.00000	25
5	キャリアレージョン	5	Std 50ng	demoSIM	stdupdate05		1.00000	50
6	サンプル	6	unknown01	demoSIM	unknown01		1.00000	
7								

- 13 **[OK]** を選択して、**[サンプルログテーブル]** を閉じます。

シーケンスの保存

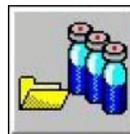


- 1 [シーケンス保存] ボタン  を選択します。[シーケンス保存] ダイアログボックスが開きます。
- 2 [ファイル名] フィールドに、「eval」と入力します。

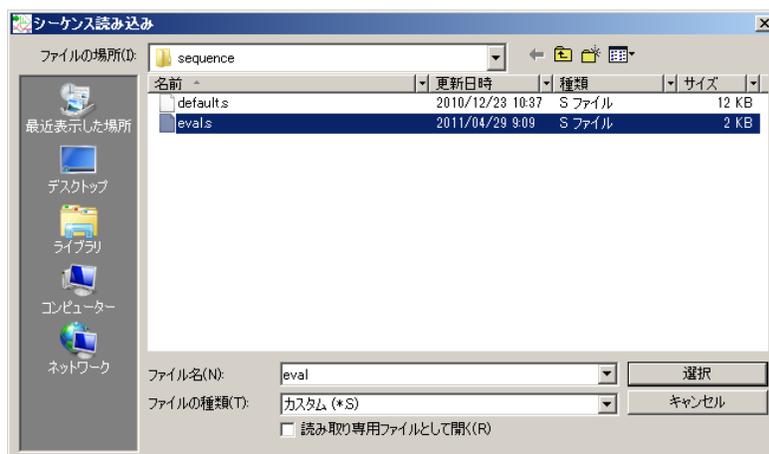


- 3 [保存] を選択します。ダイアログボックスが閉じてシーケンスが保存されます。

シーケンスの読み込み

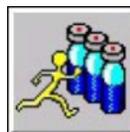


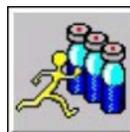
- 1 [シーケンスの読み込み] ボタン [シーケンス読み込み] ダイアログボックスが開きます。
- 2 [ファイル名] フィールドに、「eval.s」と入力します。



- 3 [選択] をクリックしてダイアログボックスを閉じ、シーケンスを読み込みます。

シーケンスの実行



- 1 [シーケンスの実行] ボタン  を選択します。[シーケンス開始] ダイアログボックスが開きます。
- 2 [メソッド実行範囲] エリアで、[全て] を選択します。
- 3 [シーケンスコメント] フィールドに、シーケンスの説明を入力します。
- 4 [オペレータ名] フィールドに自分の名前を入力します。
- 5 [データファイルディレクトリ] フィールドで、パスに「eval」を追加します。
- 6 [シーケンスの実行] を選択します。

[シーケンス状態] バーが表示されます。シーケンス実行中は、サンプル分析回数、残りサンプル数、および現在処理中のサンプルバイアルをモニタできます。バーのコントロールを使用すると、シーケンスの休止、データ解析へのアクセス、または実行されていないシーケンスサンプルエントリの編集が可能です。

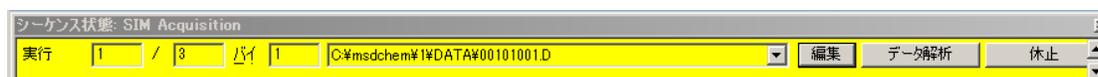
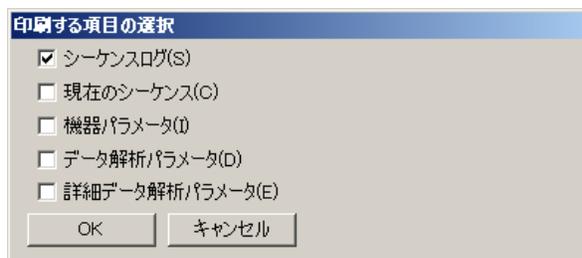


図 43 シーケンス状態バー

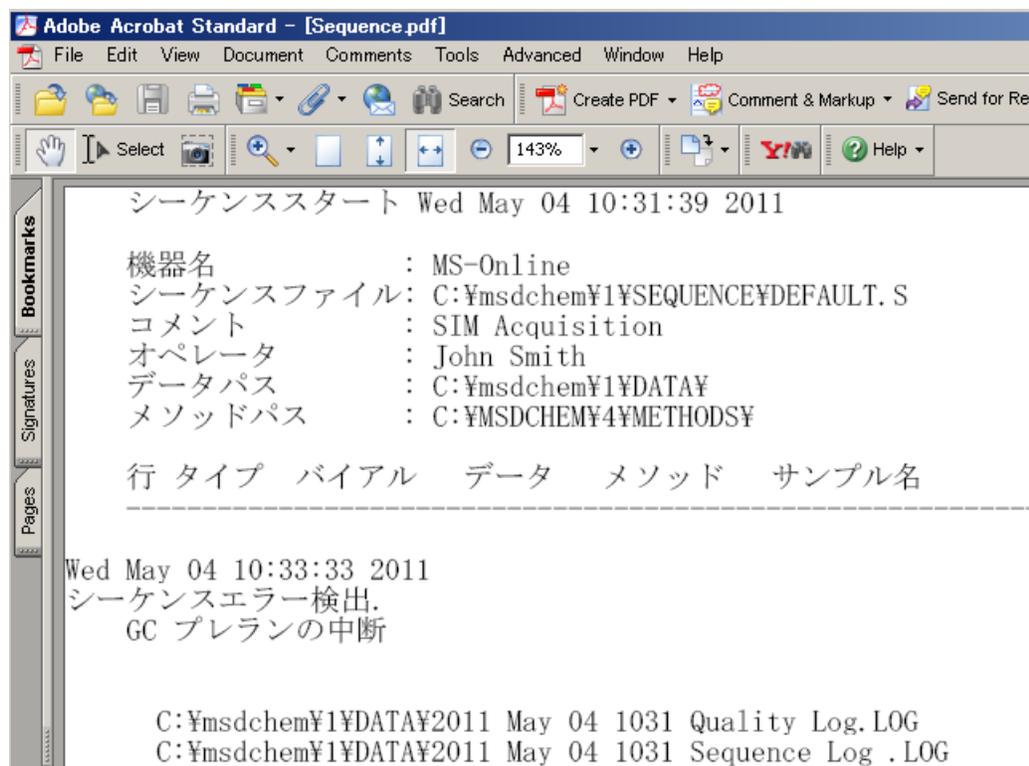
シーケンスログの印刷

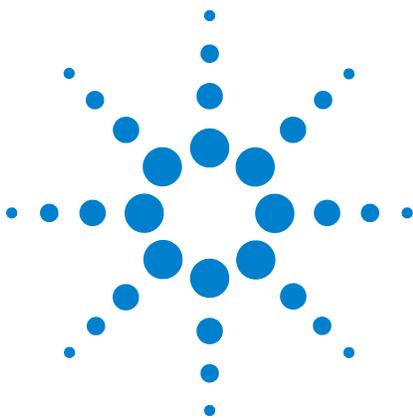


- 1 [印刷] ボタン  を選択します。[印刷する項目の選択] ダイアログボックスが開きます。
- 2 [シーケンスログ] チェックボックスをマークします。



- 3 [OK] を選択します。印刷用の [シーケンスログ] が表示されます。





8

定量データベースの設定

データベースへの化合物エントリの追加 108

検量線の追加 115

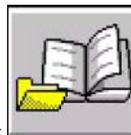
既存のデータベースの表示または編集 120

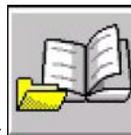
この章では、データベースへの化合物の追加方法について説明します。化合物の同定後、定量データ解析では、未知の量の化合物のレスポンスを、定量データベースに保存された、既知の測定量の化合物のレスポンスと比較して、サンプル内の化合物の量を判断します。

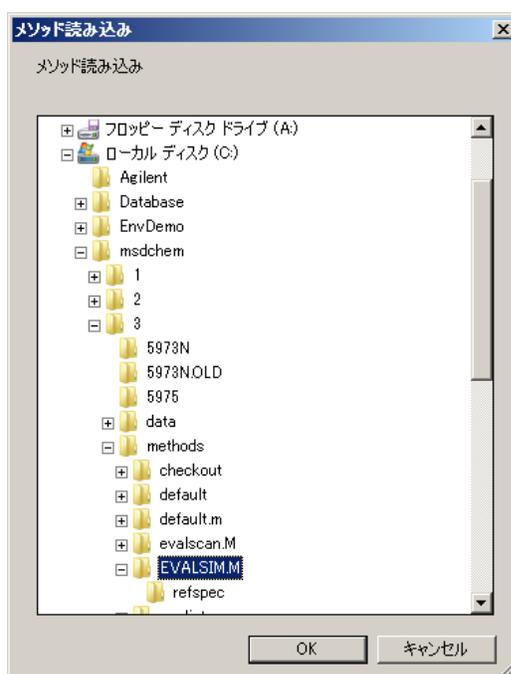


データベースへの化合物エントリの追加

- 1 拡張データ解析プログラムを起動します。



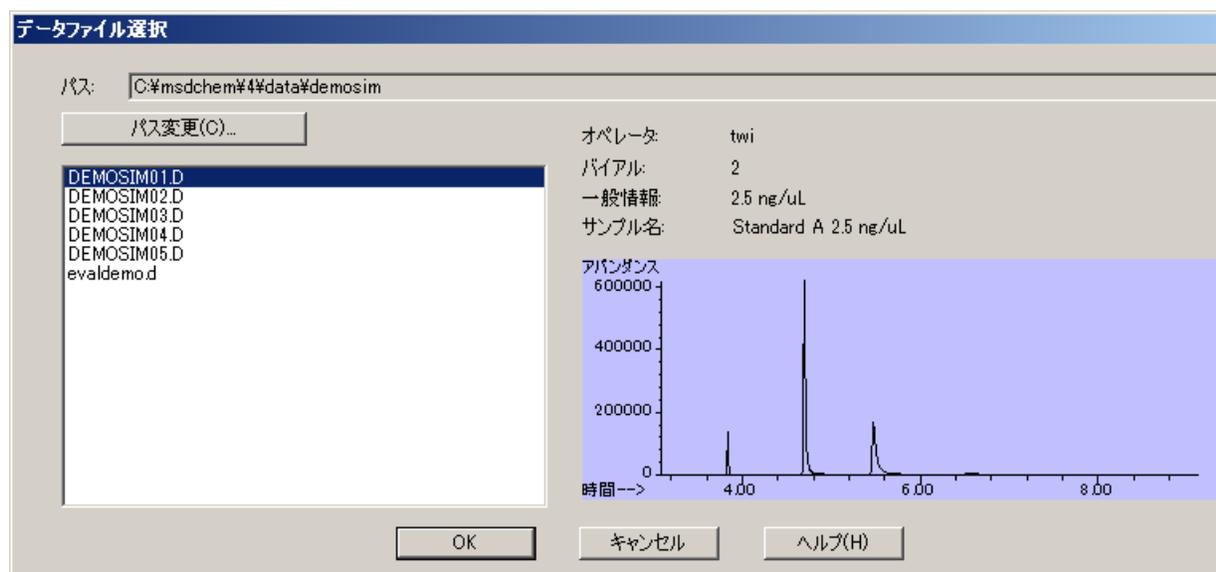
- 2 **[メソッド読み込み]** ボタン  を選択します。確認メッセージのダイアログボックスが開く場合があります。その場合は、**[はい]** を選択します。**[メソッド読み込み]** ウィンドウが開きます。



- 3 **demosim** メソッドを選択して、**[OK]** をクリックします。



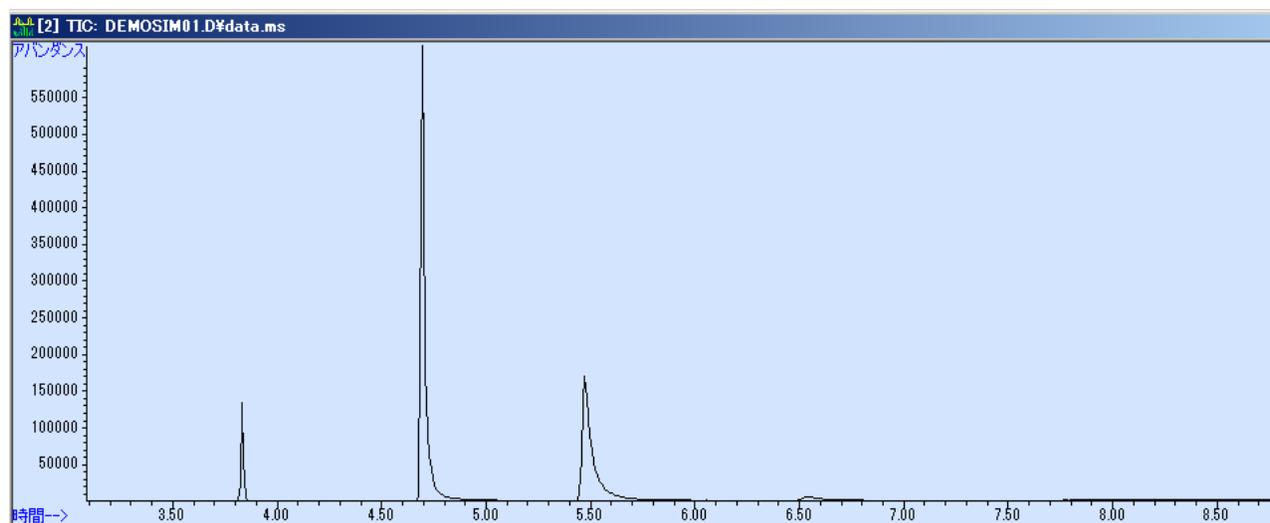
- 4 **[データファイル読み込み]** ボタン  を選択します。**[データファイルの選択]** ダイアログボックスが開きます。
- 5 **[パス変更]** を選択します。**[フォルダの参照]** ウィンドウが開きます。
- 6 移動して **[C:\msdchem\1\data\demosim]** を選択します。
- 7 **[OK]** を選択します。**[パス]** フィールドにパスが表示されます。



8 ファイルのリストから、**[SIM01.D]** を選択します。

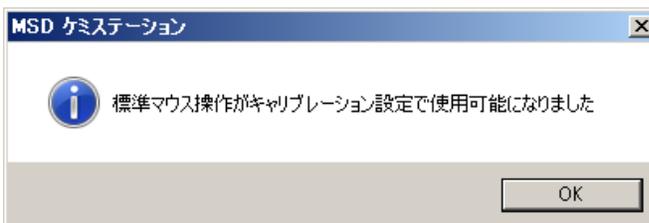
後で、[次のデータファイルの読み込み] 機能を使用します。この機能では、データディレクトリと最後に選択したファイルが記憶されていて、アイコンをクリックすると、次のデータファイルが自動的に読み込まれます。

9 **[OK]** を選択します。**[TIC]** ウィンドウが開きます。

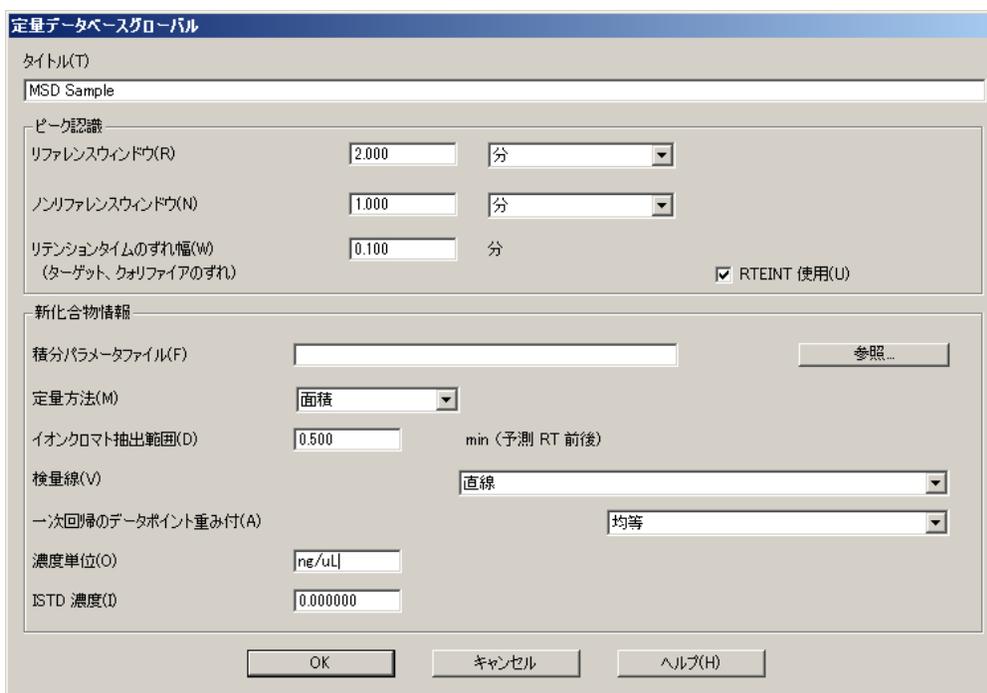


10 **[定量データベースセットアップ]** ボタン  を選択します。確認メッセージが表示される場合があります。**[OK]** を選択します。

8 定量データベースの設定



- 11 [OK] を選択します。マウスアクションが有効になります。
- 12 [定量データベースグローバル] ダイアログボックスが開きます。

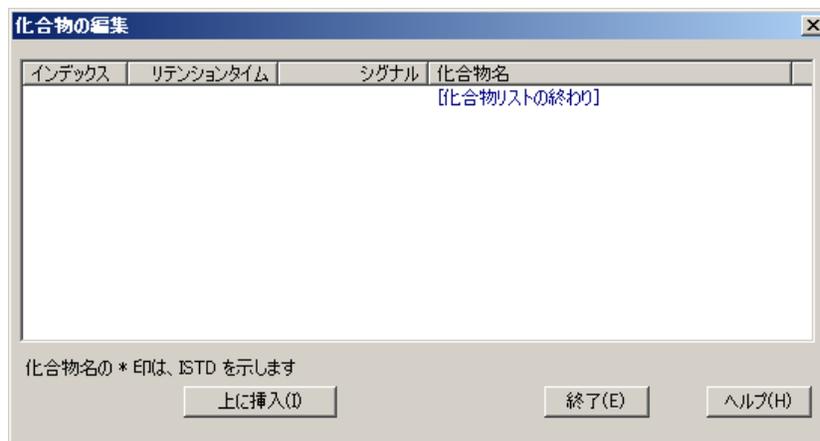
A dialog box titled "定量データベースグローバル" (Quantitative Database Global) with a close button (X) in the top right corner. It contains several sections for configuration:

- タイトル(T)**: Text field containing "MSD Sample".
- ピーク認識** (Peak Recognition):
 - リファレンスウィンドウ(R): Text field "2.000" and dropdown "分".
 - ノンリファレンスウィンドウ(N): Text field "1.000" and dropdown "分".
 - リテンションタイムのずれ幅(W) (ターゲット、クオリファイアのずれ): Text field "0.100" and dropdown "分".
 - RTEINT 使用(U)
- 新化合物情報** (New Compound Information):
 - 積分パラメータファイル(F): Text field and "参照..." button.
 - 定量方法(M): Dropdown menu showing "面積".
 - イオンクロマト抽出範囲(D): Text field "0.500" and "min (予測 RT 前後)".
 - 検量線(V): Dropdown menu showing "直線".
 - 一次回帰のデータポイント重み付(A): Dropdown menu showing "均等".
 - 濃度単位(O): Text field "ng/uL".
 - ISTD 濃度(I): Text field "0.000000".

Buttons for "OK", "キャンセル" (Cancel), and "ヘルプ(H)" (Help) are at the bottom.

- 13 このデータベースに次の情報を入力して、データベース内のすべての化合物に最初に設定するパラメータを設定します。一部の化合物に別のパラメータが必要な場合は、後からデータベースで変更できます。
 - a キャリブレーションタイトル - MSD Sample
 - b 濃度単位 - ng/uL
 - c [RTEINT 使用] を選択します。MS データには、RTE インテグレータをお勧めします。

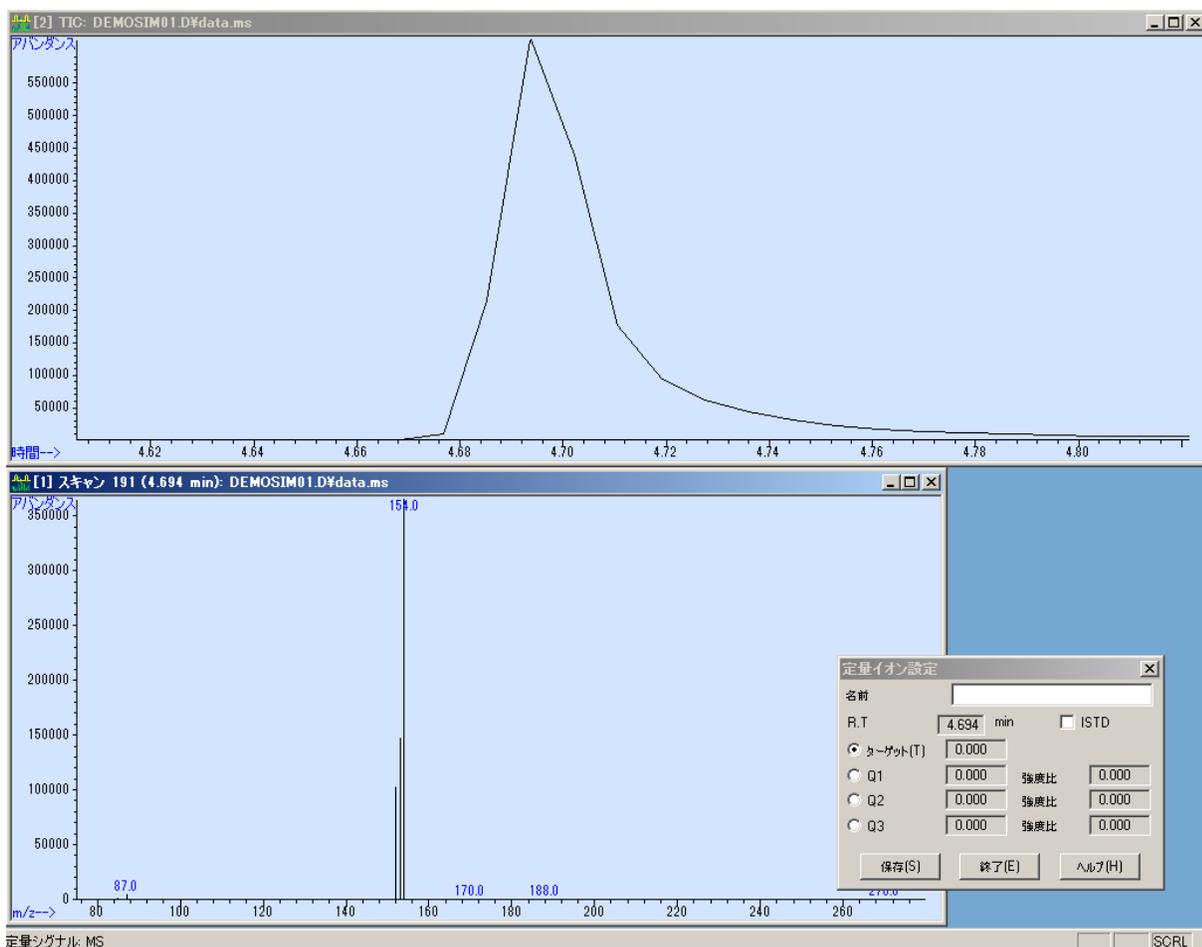
- 14 [OK] を選択して設定を保存し、[化合物の編集] ダイアログボックスを開きます。



化合物の同定

定量データベース設定は、既知のサンプルからターゲットイオンとクオリファイアイオンを選択して、化合物を同定して名前を付けることから始まります。

- 1 [化合物の編集] ダイアログボックスで、[上に挿入] を選択します。
[定量イオン設定] ダイアログボックスが開きます。



- 2 [名前] フィールドに、最初の化合物名「ビフェニル」を入力します。
- 3 [TIC] ウィンドウで、ビフェニルのピーク (RT 4.7 付近) を拡大します。
- 4 カーソルをピークの頂点に置き、右マウスボタンをダブルクリックします。RT が [リテンションタイム] フィールドに追加されます。下のウィンドウに [スキャン] が表示され、[定量イオン設定] ダイアログボックスの [リテンションタイム] に RT が表示されます。

[定量イオン設定] ダイアログボックスで [ターゲット] が選択されます。

- 5 スキャンウィンドウで、ターゲットイオン (154) にブルズアイカーソルを置き、両方のマウスボタンを同時にクリックします。[ターゲット] に m/z が表示されます。

[定量イオン設定] ダイアログボックスで [Q1] が選択されます。

- 6 スキャンウィンドウで、最初のクオリファイアイオン (153) にカーソルを置き、両方のマウスボタンを同時にクリックします。[Q1] フィールドに m/z が追加され、強度比が計算されて [強度比] フィールドに追加されます。



注記

間違ったイオンを選択してしまい、それをクリアしたい場合は、そのイオンのラジオボタンを選択します。次に、イオンが存在しないエリアにカーソルを置いて、両方のマウスボタンを同時にクリックします。

- 7 [保存] を選択してビフェニルのピークをデータベースに追加し、[定量イオン設定] ダイアログボックスをクリアします。
- 8 定性分析で同定されたターゲットイオンとクオリファイアイオンを使用して、残りの化合物を追加します。

表 6 ターゲットイオンとクオリファイアイオンの選択

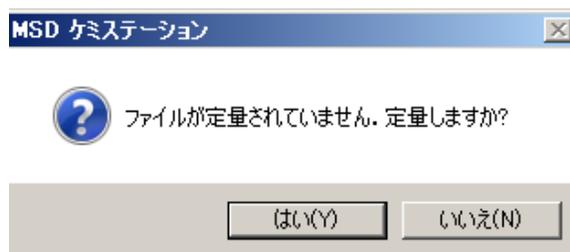
化合物	ターゲットイオン	クオリファイアイオン	ドウエル時間
ビフェニル	154	153	60
ドデカン	170	85	60
クロロビフェニル	188	152	60
パルミチン酸メチル	270	87	60

- 9 すべての化合物が追加されたら、[終了] を選択して、[化合物の編集] ダイアログボックスに戻ります。

- 10 化合物リストを確認します。修正を加える必要がある場合は、化合物をダブルクリックして情報を [定量イオン設定] ダイアログボックスに再入力します。



- 11 [終了] を選択します。確認メッセージが表示されます。



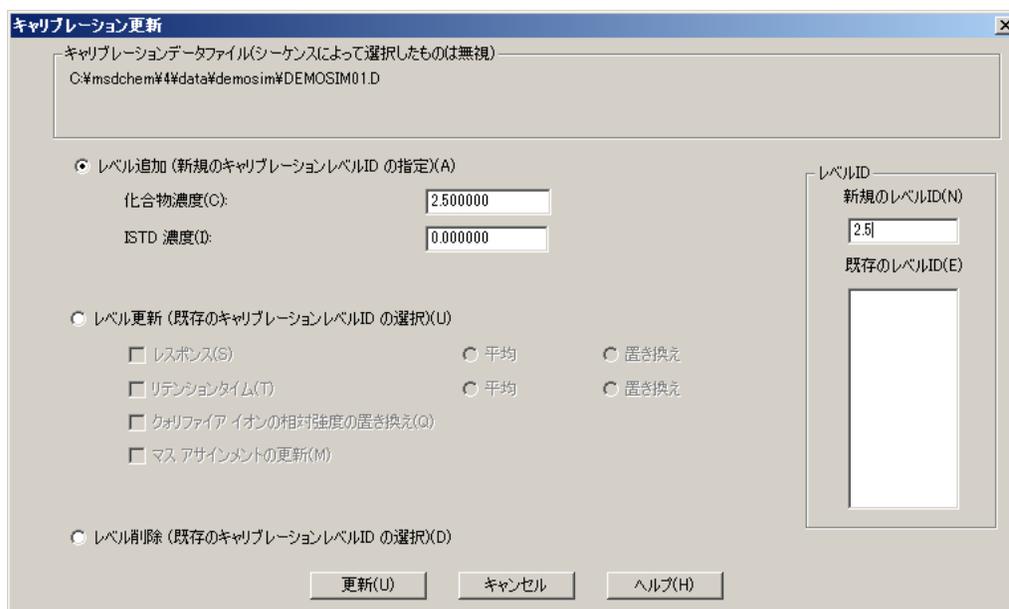
この手順は次のセクション「検量線の追加」(115 ページ) に続きます。

検量線の追加

定量データベース設定で次に行うことは、サンプルグループからの化合物濃度の入力です。グループの各サンプルには、検量線の作成に使用したさまざまな化合物濃度が含まれています。

キャリブレーションレベル1の追加

- 1 上記「**化合物の同定**」の**手順 11** で表示される確認メッセージで、**[はい]** を選択します。**[キャリブレーション更新]** ダイアログボックスが開きます。



- 2 最初のキャリブレータで以下を実行します。
 - a **[レベル追加]** を選択します。
 - b **[化合物濃度]** に、「2.500000」を入力します。
 - c **[レベルID]** エリアで、**[新規のレベルID]** フィールドに「2.5」と入力します。
- 3 **[更新]** を選択します。**[化合物の編集]** ダイアログボックスが開き、最初のキャリブレーションポイントが表示されます。

8 定量データベースの設定

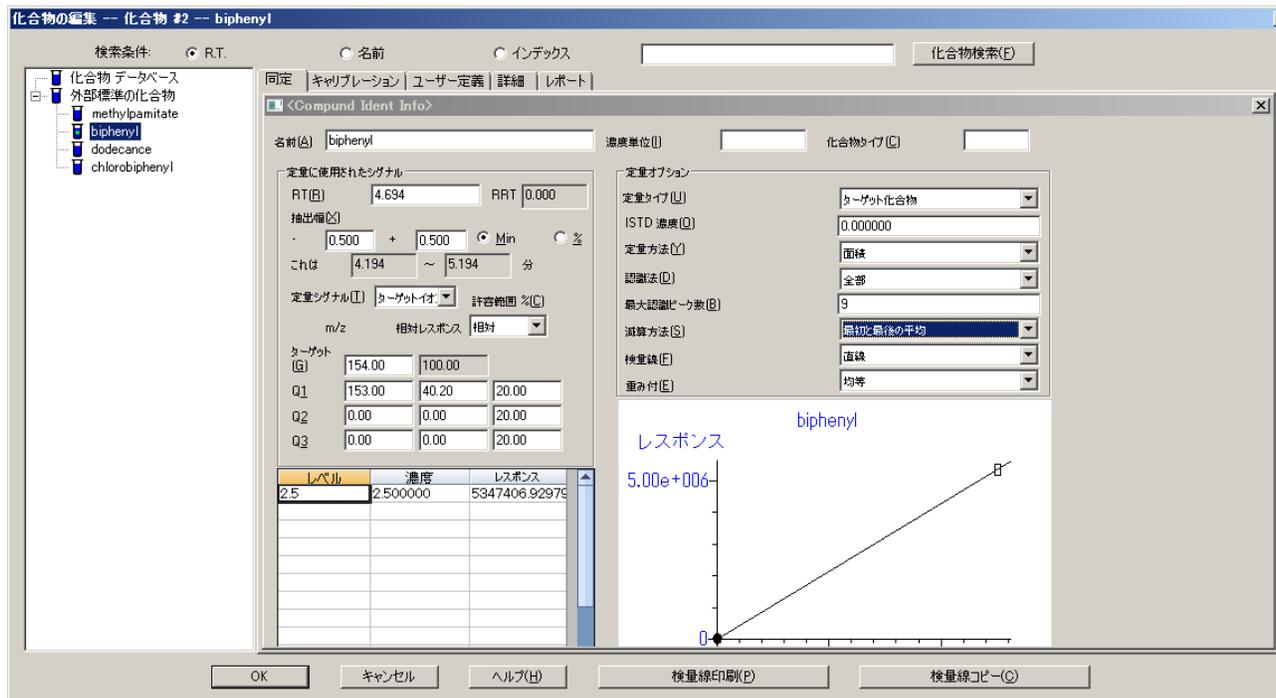
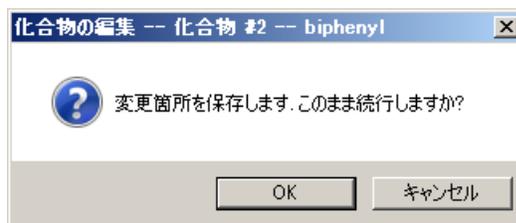


図 44 最初のキャリブレーションポイントが検量線に追加される

- 4 [同定] タブを選択します。
- 5 [定量オプション] エリアで以下を選択します。
 - a [認識法] - [全部]
 - b [減算方法] - [最初と最後の平均]
- 6 [OK] を選択します。確認メッセージが表示されます。



- 7 [OK] を選択して変更を保存します。

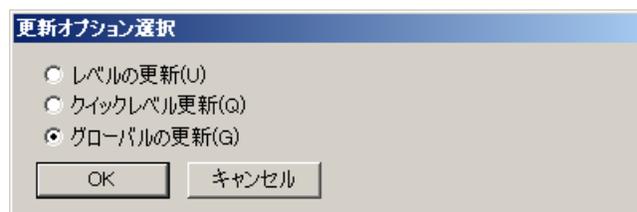
[定量レポート] ウィンドウが開きます。キャリブレーションレベルを追加するには、次のセクションを参照してください。

キャリブレーションレベル 5、10、25、50 の検量線への追加

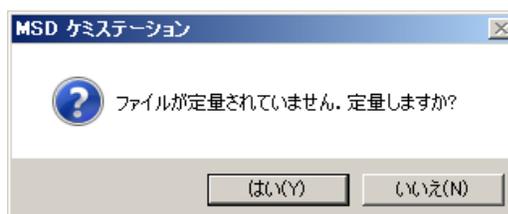
以下の手順を SIM02 (レベル = 5)、SIM03 (レベル = 10)、SIM04 (レベル = 25)、SIM05 (レベル = 50) について繰り返してください。

- 1 [次のデータファイルの読み込み] ボタン  を選択します。次のデータファイル (SIM02、SIM03...) が自動的に読み込まれます。

- 2 [キャリブレーション更新] ボタン  を選択します。[更新オプション選択] ダイアログボックスが開きます。



- 3 [レベルの更新] と [OK] を選択します。確認メッセージが表示されます。



- 4 [はい] を選択します。[キャリブレーション更新] ダイアログボックスが開きます。
- 5 このキャリブレータについて、以下を実行します。
 - a [レベル追加] を選択します。
 - b [化合物濃度] を入力します。SIM02 (レベル = 「5」)、SIM03 (レベル = 「10」)、SIM04 (レベル = 「25」)、SIM05 (レベル = 「50」)。
 - c [レベル ID] エリアで、[新規のレベル ID] フィールドに次のように入力します。SIM02 (レベル = 「5」)、SIM03 (レベル = 「10」)、SIM04 (レベル = 「25」)、SIM05 (レベル = 「50」)。
- 6 [更新] を選択します。[化合物の編集] ダイアログボックスが開き、新しいキャリブレーションポイントが表示されます。
- 7 [同定] タブを選択します。

8 定量データベースの設定

- 8 [定量] エリアで以下を選択します。
 - a [認識法] - [全部]
 - b [減算方法] - [最初と最後の平均]
- 9 すべての濃度レベルが追加されるまで、「**キャリブレーションレベル 5、10、25、50 の検量線への追加**」の上記の手順を続行します。完了した検量線を図 45（118 ページ）に示します。

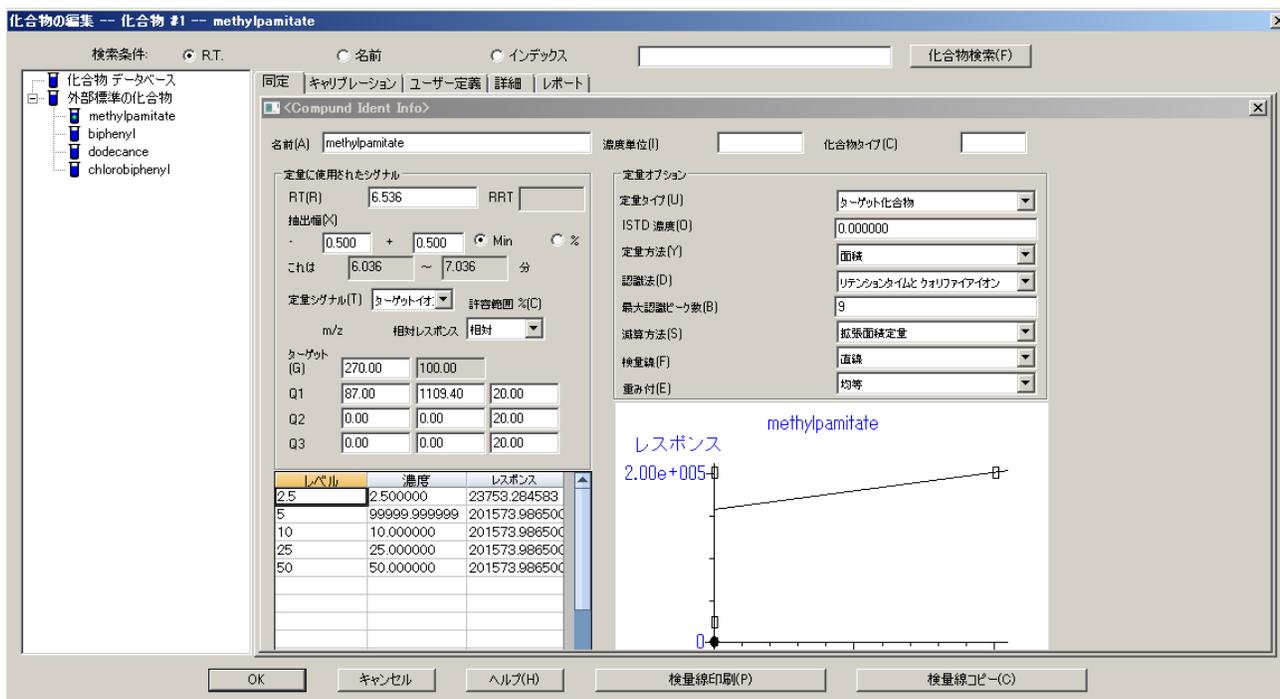


図 45 完了した定量データベース

- 10 [OK] を選択してウィンドウを閉じます。

データベースの保存



- 1 [メソッド保存] ボタン  を選択します。[名前を付けてメソッド保存] ダイアログボックスが開き、[メソッドパス] フィールドと [メソッドファイル] フィールドに現在のメソッド名が表示されます。
- 2 [OK] を選択します。

既存のデータベースの表示または編集

- 1 [化合物の編集] ボタン  を選択します。[化合物の編集] ダイアログボックスが開きます。
- 2 ナビゲーションツリーで、化合物を選択します。各タブに対応する情報が表示されます。
- 3 クリップボードに検量線をコピーして別のアプリケーションで使用するには、[検量線コピー] を選択します。
- 4 検量線を印刷するには、[検量線印刷] を選択します。

[同定] タブ

- 化合物の名前
- 濃度単位
- 化合物タイプ
- リテンションタイム情報
- 定量に使用されたシグナル
- キャリブレーション情報
- 定量パラメータ

[キャリブレーション] タブ

- 各レベル ID の濃度
- 各レベル ID のレスポンス

[ユーザー定義] タブ

- [A1] から [A3] - 最大 19 文字の英数字項目
- [N5] から [N9] - 数値項目

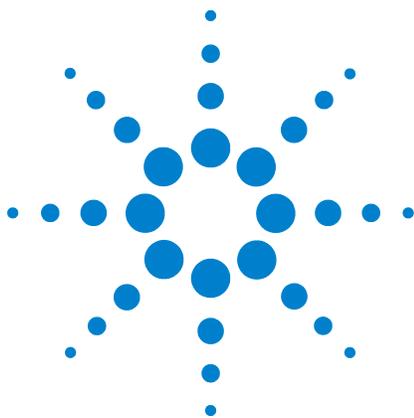
[詳細] タブ

- 面積補正マス
- 補正ファクター
- ターゲットおよびクオリファイア化合物定量用の積分パラメータファイル。[加算?] フィールドでは、指定された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できます。これが有効なのは、クオリファイアイオン比の計算に拡張面積定量法を使用した面積定量のみです。

[レポート] タブ

- CAS # - Chemical Abstract Service 登録番号用に設計されています。化合物に関する他の番号や情報にも使用できます。
- サロゲート/マトリックススパイクアmount
- マトリックス A および B (濃度)
- シグナルレベル最小および最大
- MS データベース名
- リファレンススペクトル番号

8 定量データベースの設定



9 レポートの作成

分析後にレポートを自動生成 124

以前の測定データによる詳細レポートの作成 129

この章では、各サンプル分析の終了時にメソッドを変更してレポートを作成する方法、および **[データ解析]** 画面から対話形式でレポートを作成する方法について説明します。



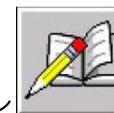
分析後にレポートを自動生成

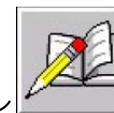
メソッドの読み込み

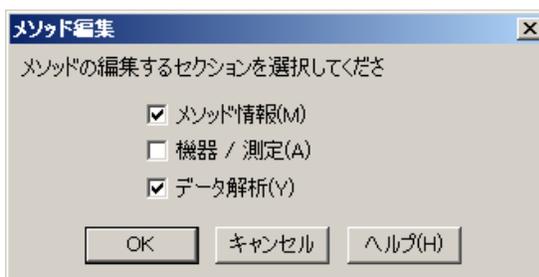


- 1 [機器表示] から、[メソッド読み込み] ボタン  を選択します。[メソッド読み込み] ウィンドウが開きます。
- 2 移動して [demosim.m] を選択します。
- 3 [OK] を選択してダイアログボックスを閉じ、メソッドを読み込みます。

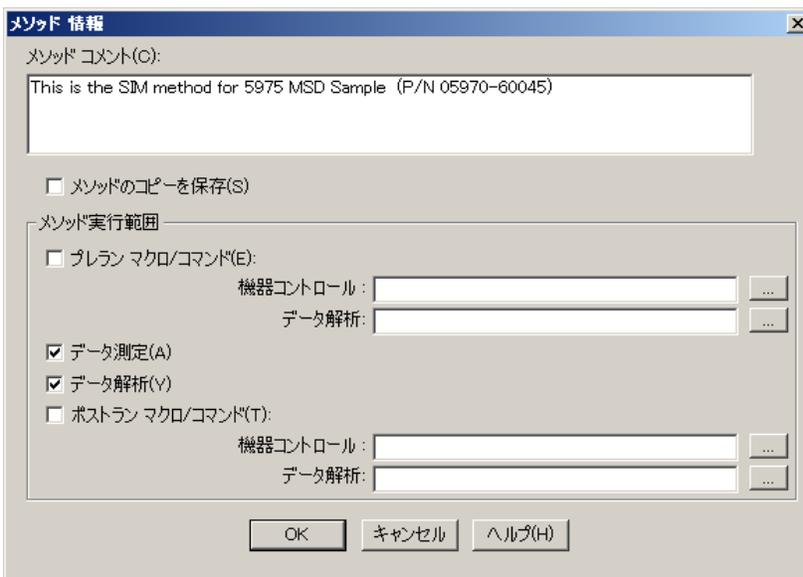
メソッドを編集してレポートを作成



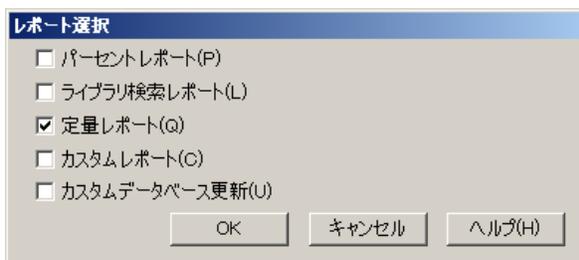
- 1 [機器表示] から、[メソッド全体の編集] ボタン  を選択します。[メソッド編集] ダイアログボックスが開きます。



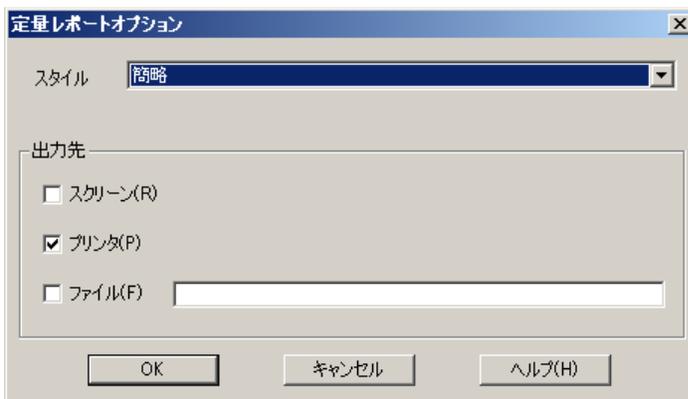
- 2 [メソッド情報] と [データ解析] チェックボックスのみをマークします。[機器/測定] チェックボックスをクリアします。
- 3 [OK] を選択します。[メソッド情報] ダイアログボックスが開きます。



- 4 **[メソッドコメント]** フィールドに、このメソッドの説明を入力します。
- 5 **[メソッド実行範囲]** エリアで、**[データ測定]** チェックボックスと **[データ解析]** チェックボックスをマークし、**[ポストランマクロ/コマンド]** チェックボックスをクリアします。
- 6 **[OK]** を選択します。**[レポート選択]** ダイアログボックスが開きます。



- 7 **[定量レポート]** チェックボックスをマークし、その他すべてのチェックボックスをクリアします。
- 8 **[OK]** を選択します。**[定量レポートオプション]** ダイアログボックスが開きます。



- 9 [スタイル] ドロップダウンリストから [簡略] を選択します。
- 10 [出力先] エリアで、[プリンタ] チェックボックスをマークし、その他すべてのチェックボックスをクリアします。
- 11 [OK] を選択します。[メソッド実行時のプリンタ選択] ダイアログボックスが開きます。



- 12 プリンタを選択して、[選択] 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。
- 13 [OK] を選択して設定を現在のメソッドに保存するか、メソッドの新しいファイル名を入力します。

メソッドの実行とレポートの作成

- 1 変更されたメソッドで、読み込まれた定量簡略レポートを印刷するには、緑の矢印をクリックして、**[測定開始]** ダイアログボックスを表示します。

測定開始

一般 | 詳細

現在のメソッドの注入スタイル: マニュアル

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): JMT

データパス(P): C:\MSDCHEM\1\DATA* 参照...

サンプル

フィールド	値	参照...
データファイル名(F)	QREPORTDEMO_001.D	参照...
サンプル名(N)	Demo QReport	
一般情報(I)		
予測バーコード(B)		
サンプル量(A)	0	
希釈倍率(M)	1	
バイアル番号(V)	1	
トレイ名(T)		
注入量選択	<input type="radio"/> 現在のメソッド <input type="radio"/> 指定値を使用	

データファイル名(F): EVALDEMO.D 参照...

サンプル名(N):

一般情報(I):

予測バーコード(B):

サンプル量(A): 0

希釈倍率(M): 1

バイアル番号(V):

トレイ名(T):

注入量選択: 現在のメソッド 指定値を使用

サンプル名: サンプルについての説明を入力してください

メソッド実行範囲

データ測定(Q) データ解析(Y)

OK & メソッド実行(R) 終了(X) キャンセル ヘルプ(H)

- 2 **[データファイルディレクトリ]** フィールドで、パスに「eval1」を追加します。
- 3 **[データファイル名]** フィールドに、「evalunkn.d」と入力します。
- 4 **[オペレータ名]** フィールドに自分の名前を入力します。
- 5 **[サンプル名]** フィールドにサンプル名を入力します。
- 6 ALS のサンプルロケーションの **[バイアル番号]** を入力します。
- 7 **[メソッド実行範囲]** エリアで、**[データ測定とデータ解析]** を選択します。

9 レポートの作成

8 [OK & メソッド実行] を選択します。メソッドが実行され、実行完了後に簡略定量レポートが自動的に作成されます。

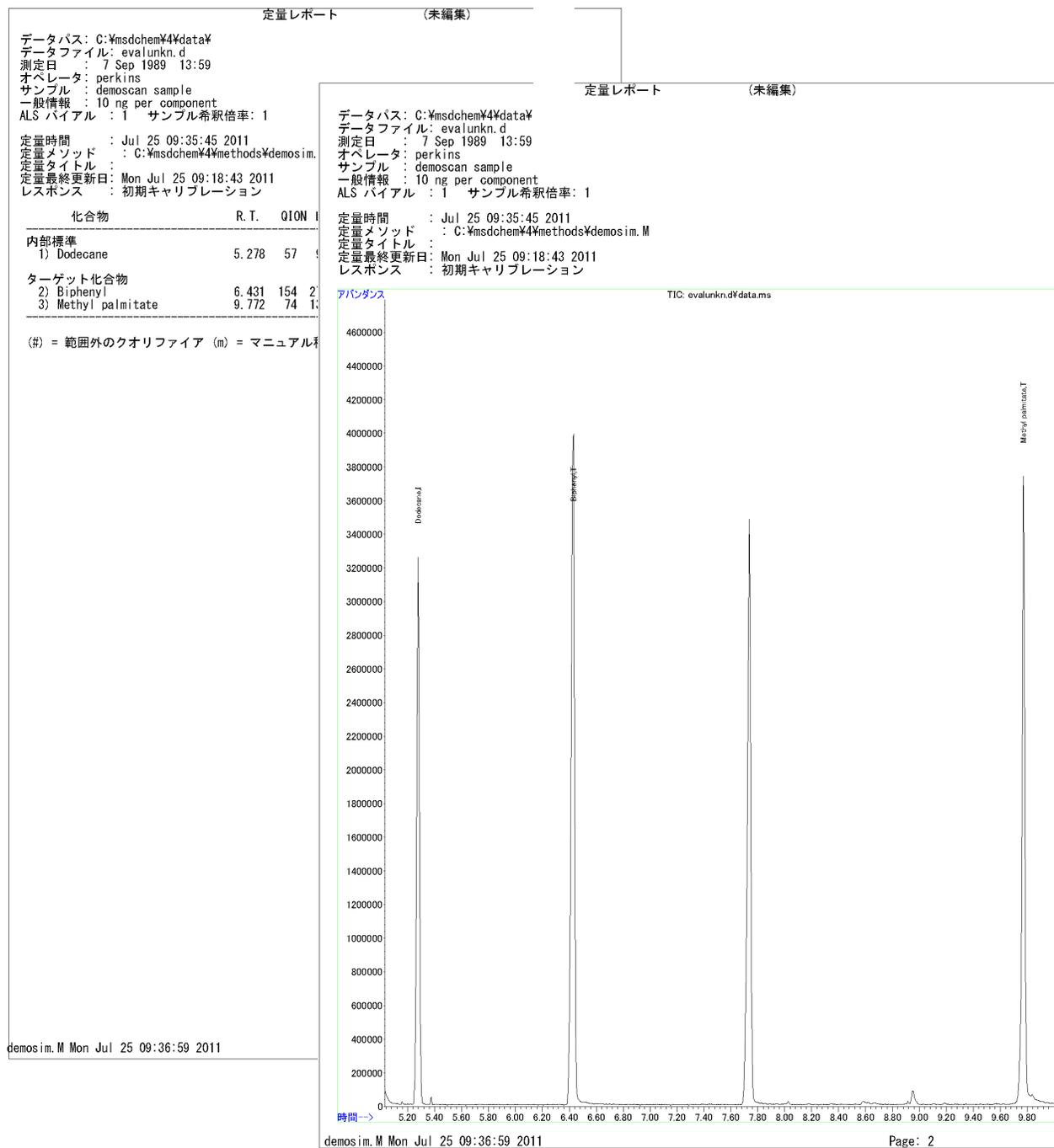


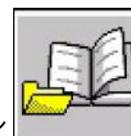
図 46 簡略定量レポート

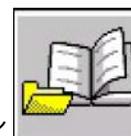
以前の測定データによる詳細レポートの作成

メソッドの読み込み



- 1 デスクトップアイコン  を使用して、データ解析プログラムを開始します。



- 2 [機器表示] から、[メソッド読み込み] ボタン  を選択します。[メソッド読み込み] ダイアログボックスが開きます。
- 3 移動して [demosim.M] を選択してから、[OK] を選択します。

データファイルの読み込み



- 1 ツールバーから、[データファイル読み込み] ボタン  を選択します。[データファイルの選択] ダイアログボックスが開きます。
- 2 リストから、[evalunkn.d] を選択します。
- 3 [パス] フィールドに、「C:\msdchem\1\DATA\eval11」と入力します。
- 4 [OK] を選択してファイルを読み込み、ダイアログボックスを閉じます。

詳細定量レポートの作成



- 1 [レポート作成] ボタン  を選択します。[定量レポートオプション] ダイアログボックスが開きます。



- 2 [スタイル] ドロップダウンリストから [詳細] を選択します。
- 3 [出力先] エリアで、[プリンタ] チェックボックスをマークし、その他すべてのチェックボックスをクリアします。
- 4 [OK] を選択します。ダイアログボックスが閉じてレポートが印刷されます。

9 レポートの作成

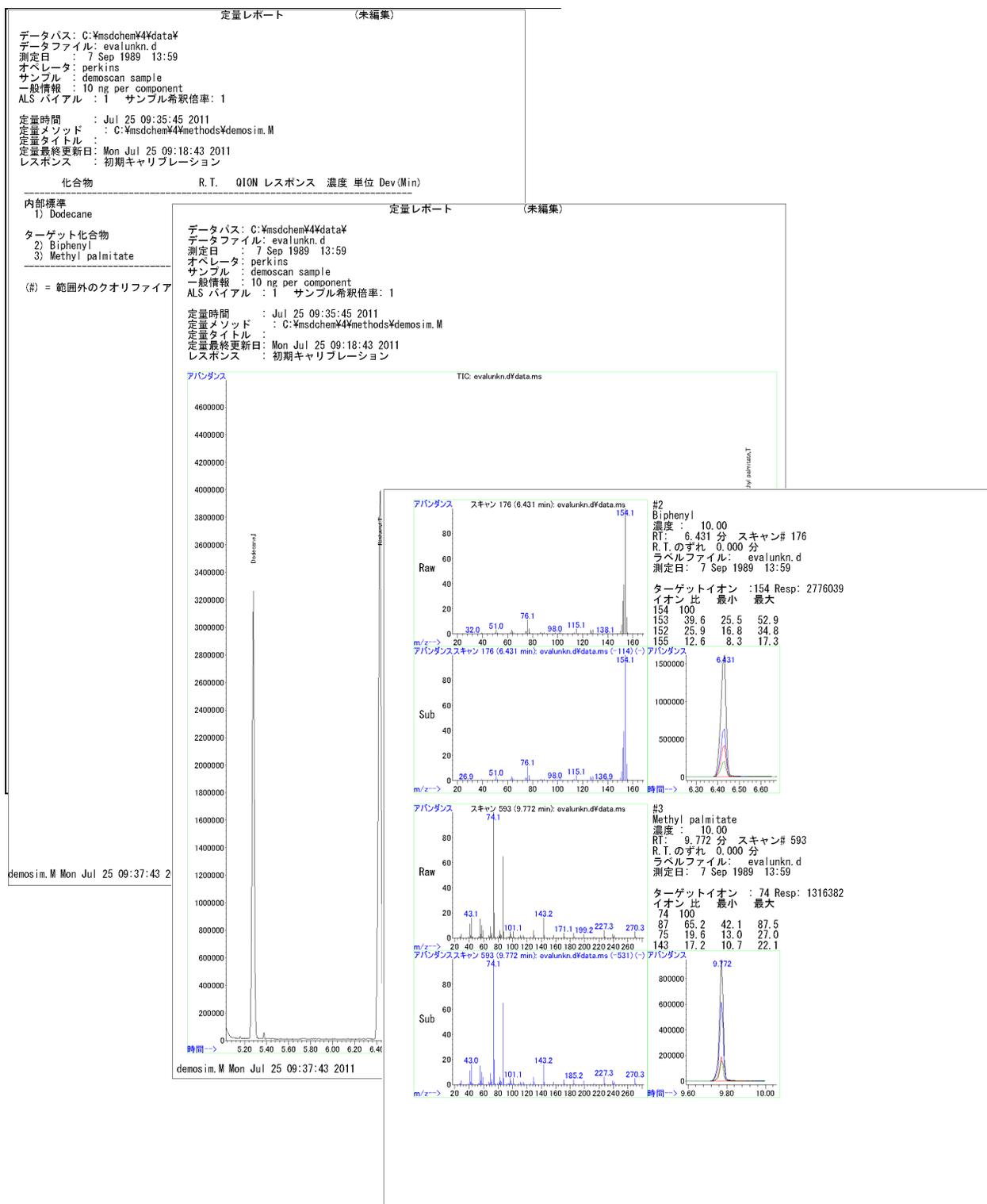
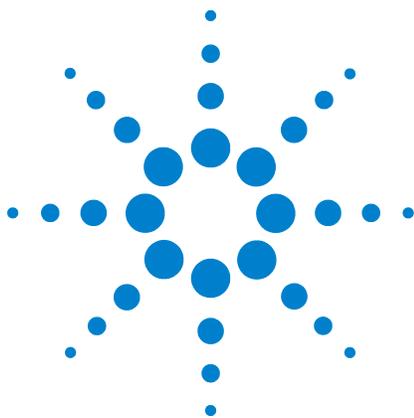


図 47 詳細定量レポート



10 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シーケンスの作成 132

シーケンスの保存 134

シーケンスの実行 135

検量線のリキャリブレーションは、システムの変動を考慮するために必要です。ChemStation では、ここで説明するリキャリブレーションシーケンスを使用して、自動的にこのリキャリブレーションを実行できます。これは通常、サンプルの測定前にスケジュールに基づいて実行されます。



リキャリブレーションシーケンスの作成



- 1 [シーケンスの編集] ボタン  を選択します。[サンプルログテーブル] が開きます。
- 2 行 1 のサンプルに対して、[タイプ] 列のセルをクリックしてドロップダウンリストから [キャリブレーション] を選択します。
- 3 一番低い濃度のサンプルを ALS トレイ位置 1 に置く場合、[パイアル] 列に、「1」を入力します。
- 4 [サンプル] 列に、「標準試料 2.5ng」と入力します。
- 5 [メソッド/キーワード] 列で、以下を実行します。
 - a 右クリックし、[メソッドの参照] を選択します。[フォルダの参照] ダイアログボックスが開きます。
 - b 移動して [demosim.M] を選択します。
 - c [OK] を選択します。メソッド名が列に表示されます。
- 6 [データファイル] 列の下に、「Stdupdate01」と入力します。

サンプル	メソッド/キーワード	データファイル	コメント/キーワード	希釈倍率	レベル	RF 更新	RT 更新	QI 更新
Std 2.5ng	demoSIM	stdupdate01		1.00000		置換	置換	置換
Sample	DEFAULT			1.00000		更新せず	更新せず	更新せず
Sample	DEFAULT			1.00000		更新せず	更新せず	更新せず

- 7 [レベル] 列に、「2.5」と入力します。
- 8 [RF 更新] 列のセルをクリックし、ドロップダウンリストを有効にして、[置換] を選択します。
- 9 [RT 更新] 列のセルをクリックし、ドロップダウンリストを有効にして、[置換] を選択します。
- 10 [QI 更新] 列のセルをクリックし、ドロップダウンリストを有効にして、[置換] を選択します。
- 11 行 1 から 5 を強調表示します。

- 12 右クリックして、[行繰り返し & 連続データ] を選択します。テーブルに 4 行追加されます。バイアル番号とデータファイル名の数値が 1 ずつ増えています。
- 13 行 2 の [サンプル] 列の値を [標準試料 5 ng] に変更します。
- 14 行 3 の [サンプル] 列の値を [標準試料 10 ng] に変更します。
- 15 行 4 の [サンプル] 列の値を [標準試料 25 ng] に変更します。
- 16 行 5 の [サンプル] 列の値を [標準試料 50 ng] に変更します。
- 17 行 2 の [レベル] 列の値を 5 に変更します。
- 18 行 3 の [レベル] 列の値を 10 に変更します。
- 19 行 4 の [レベル] 列の値を 25 に変更します。
- 20 行 5 の [レベル] 列の値を 50 に変更します。

タイプ	バイアル	サンプル	メソッド/キーワード	データファイル	コメント/キーワード	希釈倍率	レベル	RF 更新	R 更新
キャリブレーション	1	Std 2.5ng	demoSIM	stdupdate01		1.00000	2.5		置換
キャリブレーション	2	Std 5ng	demoSIM	stdupdate02		1.00000	5		置換
キャリブレーション	3	Std 10ng	demoSIM	stdupdate03		1.00000	10		置換
キャリブレーション	4	Std 25ng	demoSIM	stdupdate04		1.00000	25		置換
キャリブレーション	5	Std 50ng	demoSIM	stdupdate05		1.00000	50		置換
サンプル	6	unknown01	demoSIM	unknown01		1.00000			

- 21 行 6 に、未知サンプルを分析する行を入力します (上図)。
- 22 [OK] を選択して、[サンプルログテーブル] を閉じます。

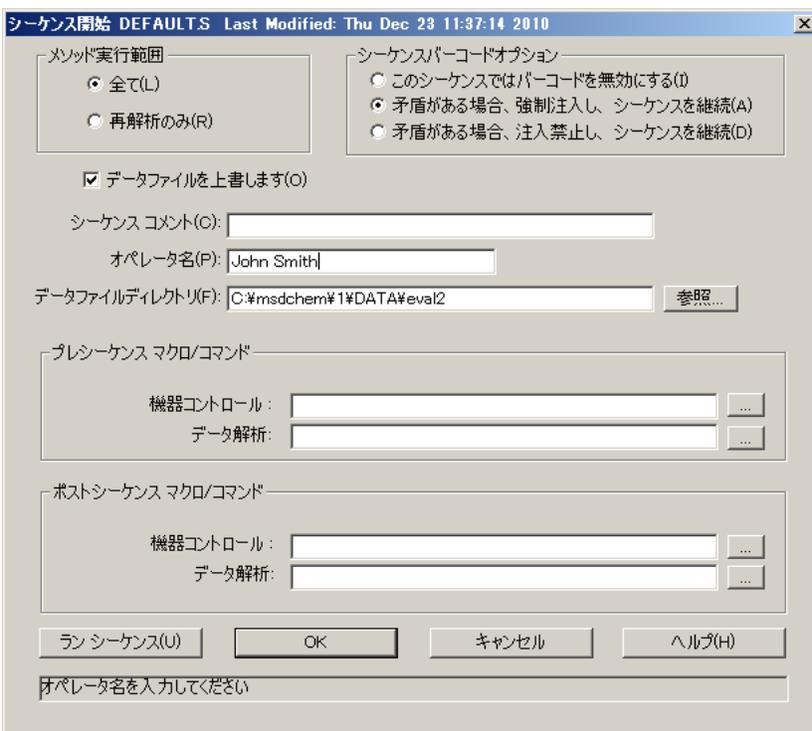
シーケンスの保存



- 1 [シーケンス保存] ボタン  を選択します。[シーケンス保存] ダイアログボックスが開きます。
- 2 [ファイル名] フィールドに、「updatequant」と入力します。
- 3 [保存] を選択します。ダイアログボックスが閉じてシーケンスが保存されます。

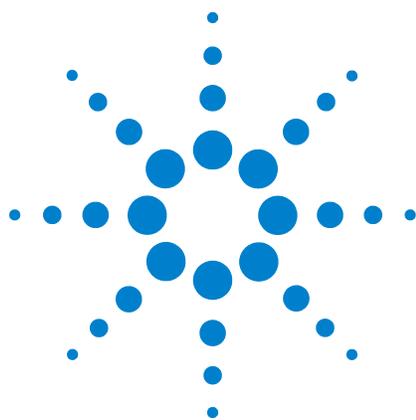
シーケンスの実行

- 1 **[シーケンスの実行]** ボタン  を選択します。**[シーケンス開始]** ダイアログボックスが開きます。



- 2 **[メソッド実行範囲]** エリアで、**[全て]** を選択します。
- 3 **[シーケンスコメント]** フィールドに、シーケンスの説明を入力します。
- 4 **[オペレータ名]** フィールドに自分の名前を入力します。
- 5 **[データファイルディレクトリ]** フィールドで、パスに「eval2」を追加します。
- 6 **[シーケンスの実行]** を選択します。demoSIM メソッドのキャリブレーションテーブルが更新され、リキャリブレーションされた検量線で、未知のサンプル結果が計算/報告されます。

10 リキャリブレーションと未知サンプルの定量



11 冷却メソッドの作成

冷却メソッドの作成 138

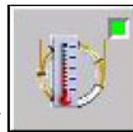
冷却メソッドの使用 139

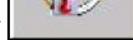
この章では、機器のメンテナンス作業に使用するメソッドの作成および保存方法について説明します。このタイプのメソッドを使用すると、機器の電子回路やカラムへの損傷を防ぎ、やけど、感電などを避けられます。



冷却メソッドの作成

- 1 [表示] > [機器コントロール] を選択します。



- 2 [GC パラメータ編集] ボタン  を選択します。[GC パラメータ編集] ウィンドウが開きます。



- 3 [オープン] ボタン  を選択します。オープンパラメータが表示されます。

- 4 [オープン最高温度] フィールドに、「35 °C」と入力します。

- 5 [オープンランプ] テーブルですべてのエントリをクリアします。

	速度 °C/min	値 °C	ホールド時間 min	ランタイム min
▶ (初期)		70	1.5	1.5
ランプ 1	16	200	0.5	10.125
*				



- 6 [注入口] ボタン  を選択します。注入口パラメータが表示されます。

- 7 ハードウェアコンフィグレーションに応じて、[フロント] または [バック] タブを選択します。

- 8 [ヒーター] チェックボックスをマークし、対応するフィールドに「35 °C」と入力します。

- 9 [圧力] チェックボックスをマークします。高温時にカラムへの損傷を防ぐには、カラム流量を維持する必要があります。



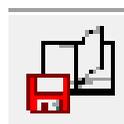
- 10 [AUX] ボタン  を選択します。

- 11 [Aux 2 ヒーター] の [ON] チェックボックスをクリアします。



12 [OK] を選択します。



13 [メソッド保存] ボタン  を選択します。[メソッド保存] ダイアログボックスが開きます。

14 [メソッドファイル] フィールドに「cool down」と入力します。

15 [OK] を選択します。

冷却メソッドの使用

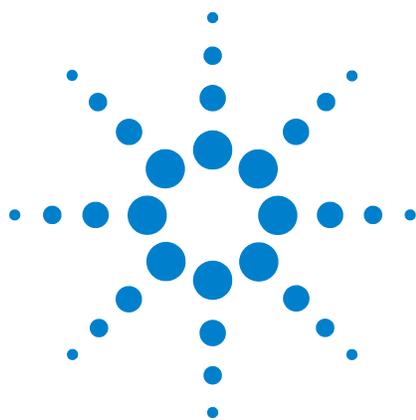
冷却メソッドを使用するには、[GC パラメータ編集] ウィンドウにアクセスし、右側のパネルを右クリックします。コンテキストメニューから、[GC メソッドをダウンロード] を選択します。確認メッセージが表示されます。



[OK] を選択してメッセージを閉じ、[GC パラメータ編集] ウィンドウに戻ります。

GC が [レディ] 状態に入ったら、メンテナンスを実行します。

11 冷却メソッドの作成



12 システムのシャットダウン

MS のシャットダウン 142

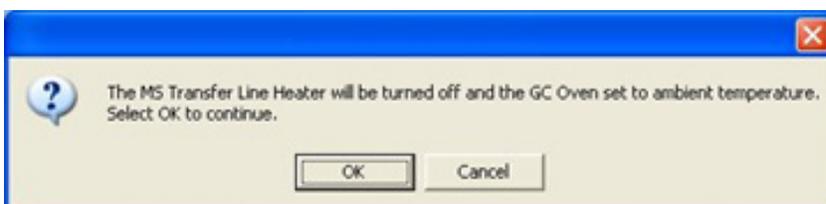
GC のシャットダウン 143

この章では、MS と GC のシャットダウン方法について説明します。

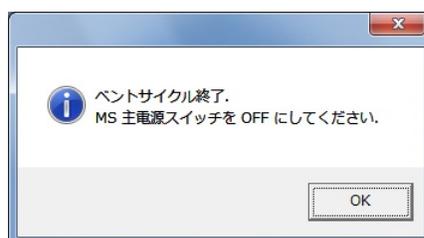


MS のシャットダウン

- 1 [表示] > [チューニングと真空制御] を選択します。
- 2 [真空制御] > [ベント] を選択します。確認メッセージが表示されます。



- 3 [ベントサイクル] ダイアログステータスウィンドウが開き、ベントが完了するまで開いたままになります。ダイアログボックスは、[終了] を選択して閉じることができますが、ベント処理は続行します。[ベントサイクル] ステータスウィンドウを再度開くには、[表示] > [真空状態] を選択します。



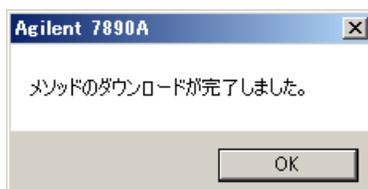
- 4 [OK] を選択してダイアログボックスを閉じます。

まず機器を冷却する場合は、ここで MS をオフにしないでください。コンフィグレーションされた機器の電源をオフにすると、[機器コントロール] ウィンドウが閉じます。

- 5 [閉じる] を選択します。

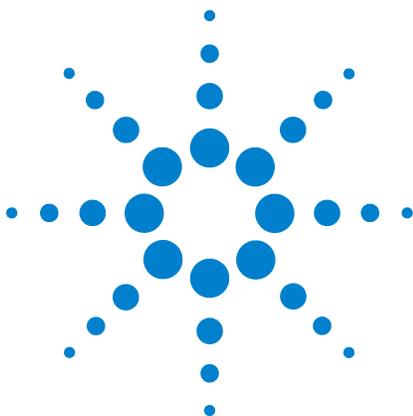
GC のシャットダウン

- 1 [機器コントロール] で、GC 冷却メソッドを読み込みます。
- 2 [GC パラメータ編集] ウィンドウにアクセスします。
- 3 右側のパネルを右クリックし、コンテキストメニューから [GC ヘメソッドをダウンロード] を選択します。確認メッセージが表示されます。



- 4 [OK] を選択してメッセージを閉じ、[GC パラメータ編集] ウィンドウに戻ります。
- 5 [GC パラメータの編集] ウィンドウが閉じ、ChemStation が終了します。
- 6 GC が [レディ] 状態に入ったら、GC と MS の電源をオフにします。
- 7 キャリアガスをオフにします。
- 8 PC とその他すべての周辺機器の電源をオフにします。

12 システムのシャットダウン



13 よくある質問

- Q. MSD のオートチューニングを行う頻度はどのくらいですか？
- A. 通常、チューニングは月 1 回以上行う必要はなく、多くても週 1 回で十分です。チューニングに関する問題が発生したと思われる場合は、チューニングのチェックプログラムを使用して、MS が未調整であることを確認してから再チューニングを行ってください。
- Q. オートチューニングには、MSD チューニングとクイックチューニングの 2 つのオプションがあります。MSD のチューニングにはどちらのオートチューニングを使用すればよいですか？
- A. Agilent では、一般的な用途には MSD チューニングを推奨します。この場合、キャリブラント (PFTBA) の質量範囲 (69、219、および 502) で機器の感度が最大になります。高質量範囲での感度は、Q ポールと EM の間の高エネルギーダイオード (HED) によって達成できます。最大感度が要求されるが、一般的なアバundance 比 100 % m/z 69、35~85 % m/z 219、および 1~5 % m/z 502 は要求され「ない」場合は、高質量チューニングを使用します。イオン比を変えずにピーク幅、質量数決定、およびアバundance を調整する場合は、クイックチューニングを使用します。
- Q. 溶媒ピーク (RT 5.5~5.7 分) の前に溶出する検体 (RT 4.5 分) があります。このように溶媒ピークの前に溶出する化合物を定量し、データを測定するにはどうすればよいですか？
- A. いつ MSD をオンにしてデータを測定するかを設定を、メソッドにおいて変更することができます。このような検体データを測定するメソッドを更新するには、以下の手順に従います。
- 1 [表示] > [機器コントロール] を選択します。
 - 2 [機器] > [MS SIM/スキャンパラメータ] を選択します。
 - 3 [溶媒待ち時間] フィールドに「4.0」と入力します。
 - 4 [タイムイベント] を選択します。[MS タイムイベントテーブル] が開きます。
 - 5 テーブルの一番上で、[時間] に「5.0」分と入力します。
 - 6 次のフィールドにタブ移動し、[イベントタイプ] でリストから [検出器] を選択します。
 - 7 [パラメータ 1 (1)] フィールドに移動し、リストから [OFF] を選択して、[追加] ボタンをクリックします。テーブルにイベントが表示されます。
 - 8 別のタイムイベント行を追加します。[時間] に「7.0」分と入力し、[イベントタイプ] で [検出器] を選択して、[パラメータ 1 (1)] で [ON] を選択します。[OK] をクリックします。



- Q. 一部の検体に対する感度が悪くなり、全く検出されないものもあります。再び検出できるようにするにはどうすればよいですか？
- A. GC/MSD システムの感度が悪くなった場合は、原因として以下の問題が考えられます。
- サンプル：サンプル内の検体が揮発したか、または変質した。
 - カラム：カラムが汚れているか、または使用する液相が壊れている。
 - GC 注入口：注入口ライナー、スプリットベント、またはセプタムが汚れているか、または損傷しているために漏れが生じた。
 - MSD：イオン源が汚れているか、または変質している。あるいは、メソッドで間違った質量数決定が使用されている。
 - カラムの接続：注入口フェラルが緩んでいるか、または高さが不適切なカラムを注入口に取り付けたために、漏れが生じた。
 - 注入口：メソッドで不適切なスプリット比が使用されているか、またはパージ時間を長くする必要がある。
 - インジェクタ：シリンジにセプタム素材が詰まっているか、または使用するサンプリング量が不適切である。
 - MSD または GC:MSD または GC フローシステムが故障している。

感度を改善するには、以下の手順に従います。

- a チューニング評価を実行して、MSD 性能を確認します。
 - b ステップバイステップのトラブルシューティング手順については、ハードウェアマニュアルを参照してください。
 - c Agilent Technologies のカスタマコンタクトセンターにご連絡ください。
- Q. データファイルを読み込もうとすると、メッセージ行に「**No MS Data**」と表示されます。
- A. 選択したデータフォルダ (**datafolder.d**) に生データファイル (**data.ms**) が含まれていない場合、「**No MS Data**」メッセージが表示されます。データ測定用にメソッドが読み込まれるたびに、そのデータのデータファイルフォルダが作成されます。ユーザーまたはホストシステムによって測定が中止されると、**data.ms** ファイルはデータフォルダ内に作成されませんが、データフォルダはそのままディレクトリ内に存在しています。
- Q. 右ダブルクリックしてもスペクトルを表示できなくなりました。カーソルが十字 (+) になっています。
- A. [データ解析] でマニュアル積分機能がオンになっていると考えら

れます。つまり、マウスボタンをダブルクリックすると、表示するスペクトルが選択されるのではなく、積分ピークが削除されてしまいます。このモードでは、クロマトグラムウィンドウ内でマウスカーソルが+になっています。マウスでスペクトルを選択するには、マニュアル積分をオフにします。この場合、[ツール]>[オプション]メニューでデータ解析オプションダイアログボックスを開き、[マニュアル積分] オプションを選択解除します。クロマトグラムウィンドウ内のカーソルが縦棒に戻ります。

- Q. スペクトルを選択する方法として最も推奨される方法は何ですか？ピーク頂点で選択する方法、ピーク開始点とピーク終了点の平均で選択する方法、またはピーク頂点からベースラインを差し引く方法のうちどれですか？
- A. ピーク頂点でスペクトルを選択する方法を推奨します。低濃度のピークについては、ピーク付近のベースラインのスペクトルを差し引く方法も推奨します。ピークの前方に別のピークが重なっている場合は、ピーク終了点のベースラインのスペクトルを使用します。
- Q. ピーク開始点、ピーク頂点、およびピーク終了点のスペクトルパターンが異なります。この場合、ピークに 2 つの化合物が含まれているのでしょうか？
- A. 5973 のデータについては、通常、ピーク開始点では低質量範囲のアバンダンスが高くなり、ピーク終了点では高質量範囲のアバンダンスが高くなります。こうした現象はスキャンプロセスによって起こります。データ測定時には高質量側より低質量側へとスキャンされます。GC カラム出口から溶出する分子の数はガウス分布プロファイルを有するため、ピーク開始点で高質量範囲が測定される際にはイオン源中のサンプル分子数は比較的少ないのですが、低質量範囲が測定されるにつれて著しく増加します。ピーク終了点では逆の現象が起こります。1 つのピークでスペクトルパターンが異なっても、必ずしも 2 つの化合物が同時に溶出しているとは限りません。
- Q. ピークが一致リスト内の化合物であると考えてよい基準は何ですか？ライブラリ検索結果のヒット率とは何ですか？
- A. ヒット率とは、未知の成分がリファレンスとして正しく同定される確率です。値が 90 を超える場合は、高い確率で一致します。値が 50 未満であれば、未知化合物とリファレンスの間に大きな差があるため、一致は信頼性に欠けると見なされます。一般に、 ± 5 の確立値の違いは重要ではありません。確率値の前にアスタリスク (*) が付いている場合は、一致に分子イオンが使用されたことを

意味します。アスタリスクが付いていない場合、分子イオンは使用されていません。検索結果リスト内のヒット率および化合物の順序にはさまざまな要因が影響を与えるため、このリストを参考に、未知の成分が何であるかを解釈する必要があります。最初に表示される一致が唯一の正しい検索結果であるとは考えないようにしてください。最終的には、お客様自身で、PBM 結果やその他の情報を総合して、一致の同定が正しいかどうかを判断する必要があります。たとえば、未知の成分と基準試料の質量スペクトルの比較、前後のピークとの関係、その他の関連情報などを考慮する必要があります。

- Q. ライブラリ検索により、同じ化合物に対してさまざまなスペクトルが表示されました。なぜでしょうか？
- A. NIST や WILEY のライブラリは市販のデータベースです。これらのライブラリには、1 つの化合物に対してさまざまな製造元のさまざまな機器の MSD データが含まれているため、検索結果で化合物が重複して表示される場合があります。この重複を避けるには、**[スペクトル] > [検索ストラテジ編集]** で **[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]** チェックボックスを選択します。
- Q. スペクトルライブラリに含まれている化合物をさまざまな属性に基づいて検索するにはどうすればよいですか？
- A. パラメータ検索を使用します。パラメータ検索ソフトウェアを使用すると、ライブラリからスペクトルを検索することができます。**[表示] > [パラメータ検索]** をクリックして、**[パラメータ検索モード]** を開きます。**[検索パラメータ]** ボックスが表示され、メニューバーが変化します。検索に使用するライブラリを選択します。検索に使用する基準を選択してから（チェックボックスに X が表示される）、これらのパラメータの値または値範囲を指定します。通常、指定する基準が多いほど、検索結果に表示される化合物は少なくなります。パラメータを何も指定しない場合は、ライブラリ全体が検索されます。**[検索]** ボタンをクリックして、検索を開始します。**[パラメータ検索結果]** ボックスが開き、最初に一致する 10 個の化合物が表示されます。**[パラメータ検索結果]** ダイアログボックスで **[次を検索]** ボタンをクリックすると、ライブラリから次に一致する化合物のセットが検索結果に表示されます。**[閉じる]** ボタンをクリックして **[パラメータ検索結果]** ダイアログボックスを終了し、**[表示] > [データ解析]** をクリックして、標準のデータ解析モードに戻ります。

- Q. 目的のスケールでクロマトグラムを印刷するにはどうすればよいですか？
- A. コマンドラインを使用します。拡張データ解析でコマンドラインが有効になっていない場合は、**[ツール] > [オプション]**メニューでデータ解析オプションダイアログボックスを開き、**[コマンドライン]** オプションを選択します。「draw 2, r0, 3:5, 0:500000」と入力し、**[入力]** を押します。リテンションタイム 3~5 分、アバダンス 0~500000 のクロマトグラムがウィンドウ #2 に表示されます。**[ファイル] > [印刷]** で印刷ダイアログボックスを開き、**[選択ウィンドウ]** をクリックします。ウィンドウに「2」と入力して、クロマトグラムを印刷します。
- Q. カラムを交換したらクロマトグラフィのピークが現れなくなりました。SIM メソッドを使用しています。ピークを復元するにはどうすればよいですか？
- A. 通常、SIM メソッドではピークのグループ分けが行われ、取り込まれるイオンが分析中に切り替わります。カラムを交換すると、通常はピークのリテンションタイムが変化します。したがって、化合物のリテンションタイムが次のグループに移行し、次のグループにそのピークのイオンが含まれていなければ、クロマトグラフィのピークは出現しなくなります。このような場合は SCAN データを測定し、正確なリテンションタイムを見つけて SIM メソッドを調整します。
- Q. 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なぜですか？
- A. 抽出イオンクロマトグラム (EIC) は、TIC よりもシグナルノイズ比が良好でマトリックスからの影響が最小限となるため、より安定した結果を得ることができます。
- Q. 自動積分を実行しても、積分されないピークがあります。これらのピークを積分するにはどうすればよいですか？
- A. TIC または EIC を自動積分すると、データ解析ソフトウェアが現在のクロマトグラムに対して最良の積分パラメータを見つけ、このクロマトグラムを積分します。自動積分は、完全に自動化された 2 段階のプロセスです。自動積分の結果に満足できない場合は、初期イベントを手動で設定できます。
- Q. ピークの形状が悪いため、積分イベントを使用してもピークを積分できません。このピークを積分する方法はほかにありますか？
- A. 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

カーソルを移動します。クロマトグラムウィンドウ内のカーソルが縦棒の場合、現在のマウスモードは平均スペクトルになっており、マニュアル積分モードをオンにする必要があります。この場合、**[ツール] > [オプション]** メニューでデータ解析オプションダイアログボックスを開き、**[マニュアル積分]** オプションを選択します。クロマトグラムウィンドウ内のカーソルが十字 (+) になります。クロマトグラムの目的のピークで左マウスボタンをクリックアンドドラッグして、ズームインします。ピークで右マウスボタンをクリックアンドドラッグして、積分ベースラインを描きます。ボタンを放すと、ピークが積分されます。積分されたピークを削除する場合は、カーソルを上置き、右マウスボタンをダブルクリックします。

Q. 積分結果を Microsoft Excel にエクスポートするにはどうすればよいですか？

A. **[クロマトグラム] > [積分結果]** をクリックします。現在のデータファイルと関連付けられた積分結果が表形式で表示されます。**[コピー]** ボタンをクリックして、表形式のデータをクリップボードに保存します。スプレッドシートを開き、データを挿入するセルをクリックします。**[編集]** メニューから **[貼り付け]** コマンドを選択します。場合によっては、Excel のメニューを使用してデータを調整する必要があります。

Q. クロマトグラムグラフィックを MS ChemStation から別の Windows アプリケーションにエクスポートするにはどうすればよいですか？

A. **[ツール] > [ウィンドウをコピー]** メニューを使用すると、選択したデータ解析ウィンドウをクリップボードにコピーできます。プロンプトが表示されたら、コピーするグラフィックウィンドウの番号を入力します (スペクトルの場合は「1」、TIC の場合は「2」)。**[OK]** をクリックすると、選択したウィンドウがクリップボードにコピーされます。次に、別のアプリケーションの **[貼り付け]** コマンドを使用すると、クリップボードの内容をそのアプリケーションにコピーできます。

Q. 定量レポートの積分結果と、自分で積分した結果が異なります。なぜでしょうか？

A. 定量レポートの積分結果は、定量データベースの化合物のページ 1 で指定されたターゲットイオンの抽出イオンクロマトグラムを使用して生成されます。また、定量データベースのページ 3 でファイルが指定されている場合は、特定の積分イベントを使用して積分が行われます。手動でイオンクロマトグラムを抽出し、同じ積分イベントファイルを使用すれば、同じ積分結果が得られます。

- Q. 定量レポートのクロマトグラムにはピークが表示されるのに、レポートのテキスト結果には「N.D.」と示されます。なぜでしょうか？
- A. 2つの原因が考えられます。まず、定量を行う際に正しい積分イベントが使用されていることを確認します。**[キャリブレーション]** > **[化合物編集]** で、**[化合物編集]** ダイアログを開きます。化合物のページ 3 で、**[ターゲットイオン]** に特定の積分ファイル名が入力されていることを確認してください。もう 1 つの原因として、ピークの濃度が定量の下限よりも低いことが考えられます。積分パラメータが、最低濃度の標準サンプル以上のピークを積分するように設定されており、面積リジエクトなどのイベントで、小さなピークの積分が制限されています。(たとえば、下限が 1 ppb の場合、積分イベントは 1 ppb 以上のピークを積分するように設定されています。) ターゲットイオンまたはクオリファイアイオンのイオンクロマトグラムも正規化されたスケールで印刷されるため、実際のピークが非常に小さい場合でも、詳細定量レポートではピークが大きく見えます。この場合、ピークは定量の下限よりも低い場合、**「N.D.」** というレポートは適切です。
- Q. 検量線の設定に使用したデータファイルを定量しました。この際、クオリファイアイオンの比率が異なるという結果が示されました。なぜでしょうか？
- A. 定量データベースのページ 1 におけるクオリファイアイオンの比率は、化合物の登録時にスペクトルのターゲットイオンのアバundanceと相対的なアバundanceを使用して計算されます (= アバundance比)。定量結果の計算では、ターゲットイオンとクオリファイアイオンの積分 (面積) 結果の比率が使用されます (= 面積比)。これらの計算の差により、上記のような現象が起こります。クオリファイアイオンの比率差を調整するには、**[キャリブレーション]** > **[更新]** をクリックして **[キャリブレーションオプション]** ダイアログを開き、**[レベルの更新]** を選択します。**[レベル更新]** ダイアログが表示されたら、**[レベル更新]** オプションで **[クオリファイアイオンの相対強度の置き換え]** サブオプションを選択し、**[更新]** ボタンを押します。これで、クオリファイアイオンの比率の等しい定量レポートを生成できます。

13 よくある質問



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

第 1 版、2011 年 7 月



G1701-96070