

TripleQuad<sup>™</sup> /QTRAP® LC-MS/MS System

Analyst 制御の場合

株式会社 エービー・サイエックス

2025年5月版



## TripleQuad™/QTRAP®について

SCIEX の臨床診断のポートフォリオは体外診断用です。

これらの製品は一部の国ではご利用いただけません。詳細については弊社営業担当者にお 問い合わせいただくか(https://sciex.com/diagnostics.)をご参照下さい。

その他の製品は全て研究用にのみ使用できます。診断目的およびその手続き上での使用は できません。

本書に記載されている商標および登録商標は、米国あるいは各国における株式会社エービ ー・サイエックスあるいはそのオーナーの所有物です。

© 2025 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

The SCIEX clinical diagnostic portfolio is For In Vitro Diagnostic Use. Rx Only. Product(s) not available in all countries. For information on availability, please contact your local sales representative or refer to https://sciex.com/diagnostics.

All other products are For Research Use Only. Not for use in Diagnostic Procedures. Trademarks and/or registered trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners in the United States and/or certain other countries. © 2025 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

# 目次

1	準備をする	
1.1	用意するもの	
1.2	サンプルの希釈(QTRAP®システムのみ)	
1.3	ファイルの保存	
1.4	サンプルをセットする	
2	四重極モードの状態確認と質量校正	
2.1	最適化されるパラメータ	
2.2	測定モードの種類	
2.3	状態確認及び質量校正方法	
3	手動モードにて実施	
3.1	Analyst® Software を起動	
3.2	機器とワークステーションを接続	
3.3	制御モードと Project を選択	
3.4	メソッドを開く	
3.5	送液の開始	
3.6	送液(感度)の安定を確認	
3.7	積算データを取得して質量精度と分解能を確認	
3.8	質量精度と分解能を表示	
3.9	Resolution Table Editor を表示させ測定を開始	
3.10	分解能を範囲内に調整	
3.11	調整結果を保存	
3.12	調整結果を確認	
3.13	質量校正	3–10
3.14	調整結果を確認	3–11
3.15	参考感度	3–12
4	自動モードで実施	
5	LIT(トラップ)モードの状態確認と質量校正(QTRAP®システムのみ)	
5.1	測定モードの種類	
5.2	メソッドを開く	
5.3	送液(感度)の安定を確認	
5.4	分離能ならびに質量精度が範囲内であることを確認	
6	終了	
6.1	機器をスタンバイ状態にする	
6.2	(必要に応じて)機器とワークステーションの接続を切り離す	
7	シリンジの取り扱い例	

7.1	シリンジへの充填例	7–2
7.2	シリンジの取り付け	7–3

## 1 準備をする

- ・ 機器を起動後、装置の真空が十分に安定していることを確認してから実施して下さい。
- ・ 全ての作業は TIS Probe が取付けられた Turbo V<sup>™</sup> Ion Source を用いて実施します。
- Nano Spray®Source、Photo Spray®Source、DuoSpray™Sourceでは実施不可のためご注意下さい。
   ※本作業は使用または Q0 洗浄によるマスずれや分離能の調整、故障時の本体の状況を確認する目的で実施します。真空を解除しての洗浄を実施した場合は、当日の結果と真空安定後の結果では差が生じる可能性があります。
- 1.1 用意するもの

•Standard Chemical Kit

・1 mL シリンジおよび接続用 PEEK チューブ(シリンジ⇔MS 接続用)(機器納品の際に同梱してあります)



Standard Chemical Kit(P/N:4406127) ※冷蔵庫(2~8°C)にて保管して下さい



シリンジと接続用 PEEK チューブ ・1 mL シリンジ(P/N:010615) ・シリンジニードル(P/N:1005819、6本入り) ・シリンジ接続用アダプタ(P/N:5042735) ・フィッティング(P/N:016325)



四重極モード用(Standard Chemical Kit 内に同梱) PPG(Positive モード用、Negative モード用)の試薬があり、 装置によって各濃度が異なります



LIT (トラップ)モード用 (QTRAP®システムのみ) (Standard Chemical Kit 内に同梱) 左:ES Tuning Mix 中央:ES Tuning Dilution Solvent 右:空ボトル

#### 1.2 サンプルの希釈(QTRAP®システムのみ)

空ボトルを用いて ES Tuning Dilution Solvent 9.9 mL と、ES Tuning Mix 0.1 mL を混合し、100 倍希釈します。

希釈後に再度必要な場合は、1週間程度で再度調製して下さい。

## 1.3 ファイルの保存

質量校正を実施するとファイル(D(もしくは F): /Analyst Data/Projects/API Instrument)が更新されるため、 誤った質量校正や質量数がずれた場合などのトラブルが発生した際、作業前の状態に戻せるように必ず作業 前にファイル(API Instrument)のバックアップ(コピー)をV:ドライブやデスクトップ等に実施して下さい。

## 1.4 サンプルをセットする

スプレー位置を縦・横軸の調整ノブを 5.00 mm にセットします。ただし、7500 シリーズはスプレー位置の調整 の必要はありません。

Series	Q1 Positive, Q3 Positive	Q1 Negative、Q3 Negative	LIT (トラップ)モード
3500	POS PPG 1 x 10-5M	NEG PPG 3 x 10-4M	-
4500	POS PPG 2 x 10-6M	NEG PPG 3 x 10-4M	100 倍希釈した ES Tuning Mix
5500	POS PPG 2 x 10-7M	NEG PPG 3 x 10-5M	100 倍希釈した ES Tuning Mix
6500	POS PPG 2 x 10-7M	NEG PPG 3 x 10-5M	100 倍希釈した ES Tuning Mix

シリンジに下表を参照に用意したサンプルを入れてシリンジポンプに取付けます。

※試薬は混ぜてからご使用ください。



シリンジ接続例

# 2 四重極モードの状態確認と質量校正

#### 2.1 最適化されるパラメータ

質量校正を実施すると、DAC(質量を調整する値)ならびに Offset(分解能(Resolution)を調整する値)が 更新されます。

## 2.2 測定モードの種類

極性(Positive、Negative) 2 種類、四重極(Q1、Q3) 2 種類、Scan Rate 4 種類、Resolution 2 種類 の組合せの合計 32 の異なる設定があります。測定に用いる極性・四重極・Scan Rate に応じて必要な測定 モードを実施して下さい。

Pos	itive	Nega	ative
Q1(8 種類)	Q3(8 種類)	Q1(8 種類)	Q3(8 種類)
•Scan Rate(Da/s):	•Scan Rate(Da/s):	•Scan Rate(Da/s):	•Scan Rate(Da/s):
10、200、1000、2000	10、200、1000、2000	10、200、1000、2000	10,200,1000,2000
<ul> <li>Resolution : Unit、High</li> </ul>	<ul> <li>Resolution: Unit、High</li> </ul>	<ul> <li>Resolution : Unit、High</li> </ul>	<ul> <li>Resolution : Unit、High</li> </ul>

例) Positive、MRM モード、Scan Rate; 10 Da/s 、Unit Resolution で測定している場合 Positive Q1、Scan Rate; 10 Da/s、Unit Resolution Positive Q3、Scan Rate; 10 Da/s、Unit Resolution の2 種類を実施します。

#### 2.3 状態確認及び質量校正方法

以下の2種類があります。装置の状況確認をされる場合は、手動モードを選択して下さい。

- ・ 手動モード: Analyst<sup>®</sup> Software の Manual Tuning を用います。
- 自動モード: Analyst<sup>®</sup> Software の Instrument Optimization を用います。

# 3 手動モードにて実施

(Q1 Positive モード、Scan Rate: 10 Da/s、Unit Resolution を例に説明します)

3.1 Analyst® Software を起動

デスクトップ上の Analyst® Software アイコンをダブルクリックして Analyst を起動します。



- 3.2 機器とワークステーションを接続
- ① Hardware Configuration をダブルクリックすると Hardware Configuration Editor ウインドウが表示します。
- ウインドウ内の MassSpecOnly を選択して Active Profile をクリックします。
   (6500 シリーズの場合、LM: Low Mass モード、HM: High Mass モードを選択して下さい。)
- ③ 正常に完了すると MassSpecOnly 左のチェックマークが緑に変わります。
- ④ 確認後 Close をクリックします。Analyst 画面右下に機器とシリンジポンプのアイコンが表示します。

※Analyst パージョンによりメソッド表示画面の色合い、レイアウトが若干異なる場合がございます。以降ページ での例示でも同様となりますので、ご留意下さい。



- 3.3 制御モードと Project を選択
- ① Project を API Instrument へ変更し、Manual Tuning をダブルクリックします。
- ② 一度警告が表示されますが OK をクリックします。
- ③ 再度 Manual Tuning をダブルクリックするとデフォルトのメソッドが表示されます。

AL Analyst <u>File Edit View Acquire Tools Explore Window Script Help</u> 1 🎬 🖆 🔄 🎒 🖪 🗼 🐇 🖻 💼 🗠 🕰 🗄 Tune and Calibrate Mode 🗸 🛅 餐 API Instrument 看 袖 積 丞 昌 丛 ● 显 Ц 显 至 至 丞 州 宮 々 〒 冬 p 川 ← → か 森 蒔 入 杰 群 - - x Configure - 🔎 Security Configuration Tuning S Report Template Editor ((III)) Tune and Calibrate Please try again when the instrument is ready. A Compound Optimization A<sup>U</sup> Instrument Optimization 🖞 Manual Tuning 刘

#### 3.4 メソッドを開く

Open File アイコンをクリックし、Open ウインドウから「Q1 Pos PPGs.dam」を選択(ファイル名が若干異なる 場合があります)し、OK をクリックすると指定されたメソッドが開きます。

6500 Series は、メソッドの前に LM(Low Mass)ならびに HM(High Mass)の表示あり、接続している Hardware Configuration に応じて選択して下さい。

なお、メソッドを切り変えた際はメソッドを保存するかメッセージが出ますが、「No」を選択します。

		選択するファイル	
POS MRM	Q1 Pos PPGs.dam	Q3 Pos PPGs.dam (Q1 実施後に実施)	
NEG MRM	Q1 Neg PPGs.dam	Q3 Neg PPGs.dam (Q1 実施後に実施)	
AL Analyst			
<mark>▲ E</mark> ile Edit	<u>V</u> iew <u>A</u> cquire <u>T</u> ools Exp	<u>p</u> lore <u>W</u> indow <u>S</u> cript <u>H</u> elp	
***	5 G   X 🖻 🛍   1	🔉 🎦 🗄 🛛 Tune and Calibrate Mode 🗸 🔡 🔂 API Instrument 🛛 🗸	
Op	en	X Open 2	×
Fi G G G G G G G G G G G G G G G G G G G	les: API150EX API2000 API3000 API3000 API4000 API4000 API4000 API6000 UITNegPPG.dam	Files:	,
Ε	Browse	OK Cancel Browse OK Cancel	1

## 3.5 送液の開始

メソッド内の以下の設定を確認し、測定を開始

- ① Scan Rate: 10 (Da/s)を選択します。
- ② MCA: チェックを外します。
- ③ Duration: 5(min)と入力します。
- ④ Q1 Resolution: Unit Resolution を選択します。
- ⑤ 「Start」をクリックします。
- ※スキャン開始後、シリンジポンプの表示が「Stop Syring Pump」に変化しない場合は、「Start Syring Pump」をクリックします。

Tune Method Editor	
Acquire Start Ramp Parameter	Edit Ramp MS Method V Use Start Syringe Pump
Source/Gas Compound Resolution Detector	MS Advanced MS
Quad 1 Ion Energy 1 (E1) Q1 Resolution: Unit Low Unit High Open	Center / Width Import List Parameter Range Scan type: Q1 MS (Q1) Control (Da/s) Polarity Polarity Q 12000 Q 1200 Q 12000 Q 1200
	MCA Center (Da) Width (Da) Time (sec)
	Number of scans to sum:         1         1         59.500         2.000         0.2100           2         175.133         6.000         0.6100         3         500.380         6.000         0.6100           3         500.380         6.000         0.6100         4         616.464         6.000         0.6100           5         596.673         6.000         0.6100         5         506.73         6.000         0.6100
	Total Scan Time (includes pauses): 2.6750 (sec)

#### 3.6 送液(感度)の安定を確認

TIC 画面で送液(感度)が安定するのを確認後、Stop をクリックして測定を停止します(最初は安定しませんが、しばらくすると安定してきます)。

シリンジやチューブに空気があり安定しない場合は、一時的にシリンジポンプの「Flow Rate」を変更し、「Set Flow Rate」を押すことで早く安定します。安定し始めたら 5~10 μL/min に変更して下さい。



## 3.7 積算データを取得して質量精度と分解能を確認

メソッド内の以下の設定を確認し、測定を開始します。測定中に、右下の画面上で右クリックし、Open File をクリックします。

※測定後に開くと結果が正しく表示されない場合がございます。

① MCA(積算):チェックを入れます。 ※Cycle は Sca

- Cycles:10と入力します。
- ※Cycle は Scan Rate により異なります。
- ③ 「Start」をクリックします。
- Scan Rate 10 Da/sの場合
- Scan Rate 200 Da/s、1000 Da/s の場合:Cycles:50
  - Scan Rate 2000 Da/sの場合 :Cycles:100

: Cycles : 10

3		
Acquire Start Ramp Parameter	Edit Ramp MS Method V Use Start Syringe Pump	
Source/Gas Compound Resolution Detector	MS Advanced MS	
Quad 1	🗹 Center / Width	
lon Energy 1 (IE1)	Parameter Range	
Q1 Resolution: Unit ~	Scan type: Q1 MS (Q1)  Period Sum	umary
Advanced	Scan rate: 10 v (Da/s) Duration: 0.446 (min)	Delay Time:
	O Positive     O Negative     Cycles:	,
		Time (acc
	Center (ba) Width (ba)	Time (sec
	Number of scans to sum: 1 1 59.500 2.000	0.2100
	2 175.133 6.000	0.6100
	3 500.380 6.000	0.6100
	5 906.673 6.000	0.6100

Source/Gas Compound Resolution Detector	MS Advanced MS					
Quad 1 Ion Energy 1 (IE1)	Sean type: 01 MS (01)	Center / Width		Import Lis	st	
Q1 Resolution: Unit ~ Advanced	Scan rate: 10 (Da/s) Polarity  Postive Negative	Duration:         0.651           Cycles:         10         +	Period Summary (min) Delay Ti	Time: 0 (se	ec) Start Time 0 (min)	zation Stop Time 0 (min)
	MCA 🗹	Center (Da)	Width (Da)	Time (sec)		
	Number of scans to sum: 1	1 59.000 2 175.000 3 500.380 4 616.000	2.000 6.000 6.000 6.000	0.2100 0.6100 0.6100 0.6100		
	Total Scan Time (includes pauses): 3.9050 (sec)	5 906.300 6 1080.000 7 1196.800	6.000 6.000 6.000	0.6100 0.6100 0.6100		
		1				
TIC of +Q1: from Sample 1 (TuneSampleID) of 1.9e8	MT20200522133 Max. 1.9e8 q	+Q1: 3 MCA : 4.0e7	scans from Sample 1	1 (TuneSampleID) of	MT2020052	Max. 4.0e7
TIC of +Q1: from Sample 1 (TuneSampleID) of	MT20200522133 Max. 1.9e8 q	+Q1: 3 MCA : 4.0e7 - 59.0 3.5e7	scans from Sample 1	1 (TuneSampleID) of	MT2020052 Open File	Max. 4.0e7
TIC of +Q1: from Sample 1 (TuneSampleID) of 1.9e8 1.8e8 1.6e8 1.4e8	MT20200522133 Max. 1.9e6 q	<ul> <li>+Q1: 3 MCA :</li> <li>4.0e7 - 59.0</li> <li>3.5e7 -</li> <li>3.0e7 -</li> </ul>	scans from Sample	1 (TuneSampleID) of Open File Acquire Prod	Open File	Max. 4.0e
TIC of +Q1: from Sample 1 (TuneSampleID) of 1.9e8 1.8e8 1.6e8 1.4e8 1.4e8 1.2e8	MT20200522133 Max. 1.9e8 q	x. +Q1: 3 MCA 1 4.0e7 -55.0 3.5e7 - 3.0e7 - 2.5e7 -	scans from Sample	1 (TuneSampleID) of Open File Acquire Prod Fixed Intensity Normalize to	Open File	Max. 4.0e7
TiC of +Q1: from Sample 1 (TuneSampleID) of 1.9e8 1.8e8 1.8e8 1.4e8 1.4e8 1.2e8 1.0e8	MT20200522133 Max. 1.9e8 q	x. +Q1: 3 MCA 1 4.0e7 59.0 3.5e7 3.0e7 2.5e7 2.5e7 2.5e7 2.5e7	scans from Sample	1 (TuneSampleID) of Open File Acquire Prod Fixed Intensit Normalize to Mass Range 5 Mass Range 5	Open File	Max. 4.0e7
TIC of +Q1: from Sample 1 (TuneSampleID) of 1.9e8 1.8e8 1.6e8 1.4e8 1.2e8 1.0e8 8.0e7	MT20200522133 Max. 1.9e6 q	*A 047 59 0 3.547 59 0 3.547 - 2.547 -	scans from Sample	1 (TuneSampleID) of Open File Acquire Prod Fixed Intensit Normalize to Mass Range 5 Mass Range 6 Mass Range 6	Open File open File voisplay Selection 58.0 - 60.0 172.0 - 178.0 197.4 - 503.4 13.0 - 619.0	Max. 4.0e7
TIC of +Q1: from Sample 1 (TuneSampleID) of 1.9e8 1.8e8 1.6e8 1.4e8 1.4e8 1.2e8 1.0e8 8.0e7 6.0e7 4.0e7	MT20200522133 Max. 1.9e8 q	x) +Q1: 3 MCA 1 4.0e7 -59.0 3.5e7 - 3.0e7 - 2.5e7 - 3.0e7 - 2.5e7 - 3.0e7 - 1.5e7 - 1.5e7 - 1.0e7 - 1	scans from Sample	1 (TuneSampleID) of Open File Acquire Prod Fixed Intensity Normalize to Mass Range 5 Mass Range 6 Mass Range 6 Mass Range 7	MT2020052 Open File y Display Selection 58.0 - 60.0 172.0 - 178.0 197.4 - 503.4 513.0 - 619.0 303.3 - 909.3 1077.0 - 108.0	Max. 4.0e7
TIC of +Q1: from Sample 1 (TuneSampleID) of 1.9e8 1.8e8 1.6e8 1.4e8 1.2e8 1.2e8 6.0e7 6.0e7 2.0e7	MT20200522133 Max. 1.9e8 q	+Q1: 3 MCA 1           4.0e7         -59.0           3.5e7         -           3.0e7         -           2.5e7         -           2.5e7         -           2.5e7         -           2.5e7         -           1.5e7         -           1.5e7         -           5.0e8         -	scans from Sample	1 (TuneSampleID) of Open File Acquire Prod Fixed Intensit Normalize to Mass Range 6 Mass Range 6 Mass Range 6 Mass Range 6 Mass Range 1 Mass Range 1 Mass Range 1	MT2020052 Open File vet y Display Selection 58.0 - 60.0 172.0 - 178.0 197.4 - 503.4 513.0 - 619.0 203.3 - 909.3 1077.0 - 1083.0 1193.8 - 1199.8 755	Max. 4.0e7

## 3.8 質量精度と分解能を表示

#### ① スペクトル画面表示後、いずれか下段のスペクトル上にて右クリックし、「List Data」を選択します。



- ② スペクトル画面の下に表示されたリスト上で、「Calibration Peak List」タブを選択します。
   Width(分解能)と Mass Shift(質量精度)が以下の範囲内であることを確認し、確認後、スペクトル 画面を閉じます。
- Width(分解能(Unit Resolution)):0.7Da±0.1Da ※High Resolution:0.5Da±0.1Da
- Mass Shift(質量精度): ±0.1Da 以下(Unit Resolution、High Resolution 共)
   →範囲内の場合:調整の必要はなく作業終了
  - →範囲外の場合:分解能が範囲外の場合は、3-9ページに進みます。 質量精度が範囲外の場合は、3-11ページに進みます。 分解能、質量精度共に範囲外の場合は、3-9ページ実施後に 3-11ページに進みます。



※Calibration Peak List に数値が表示されず、「n/a」の場合

Calibration Peak List 内の任意の場所で右クリックすると、以下のリストが表示されます。現在表示している Positive、Negative によって以下のように表示を変更します。

・Positive の場合: PPGs Pos. Calibration Ref  $\rightarrow$  Use as Reference

•Negative 0場合: PPGs Neg. Calibration Ref → Use as Reference



#### 3.9 Resolution Table Editor を表示させ測定を開始

メソッド内 Resolution タブをクリックし、Advanced ボタンをクリックすると Resolution Table Editor が表示し、 Resolution Table Editor が表示された状態で以下設定を確認し、測定を開始します。

- ① MCA:チェックを外します。
- ② Duration:5(min)にします。
- ③ 「Start」をクリックします。

AcquireStart Ramp Parameter	Edit Ramp MS Method V Use Stop Syringe Pump
Source/Gas Compound Resolution Detector	MS Advanced MS
Quad 1	Scan type: Q1 MS (Q1)
Q1 Resolution: Unit Advanced Resolution - X	Scan rate:     10     (Da/s)       Polarty     0uratio     5.000       (min)     Delay Time:     0       (sec)     (sec)       (min)     0       (min)     0
01 Positive Unit Scan Speed = 10 Da/s           Mass (0a)         Offset         •           1         59 050         -0.035         •           2         175 133         -0.080         •           3         616.464         -0.310         •           4         9906.673         -0.460         •           5         1080.799         -0.550         •           6         1196.883         -0.600         •           7         •         •         •           9         •         •         •           10         •         •         •	MCA         Center (0a)         Width (0a)         Time (sec)           Number of scans to sum:         1         59,000         2,000         0,2100           Total Scan Time (includes pauses):         3,9050         (sec)         6,000         0,6100           5         306,300         6,000         0,6100         6,1000         0,6100           5         306,300         6,000         0,6100         6,1000         0,6100           6         1168,000         6,000         0,6100         6,1000         6,000         0,6100           8         1         1         19,800         6,000         0,6100         6,000
Apply Close Help	

## 3.10 分解能を範囲内に調整

測定を開始後、スペクトル画面及び Calibration Peak List を表示し、Resolution Table Editor 内の Offset 内の値を変更、Apply をクリックし、数値が反映しながら Width(分解能)を範囲内に調整し、全てを調 整後、スペクトル画面を閉じます。

- Unit Resolution の場合、全て 0.7Da±0.1Da
- High Resolution の場合、全て 0.5Da±0.1Da
   ※いずれも、0.005 毎で Offset 値を変更して下さい。値がマイナスの場合はご注意下さい。
   例:調整したい Width の該当の Offset 値が 0.035 の場合、
  - Width が 0.6 以下で Width の値を大きくしたい場合、0.035 0.005 = 0.030 を入力

Width が 0.8 以上で Width の値を小さくしたい場合、0.035 + 0.005 = 0.040 を入力

11. 1.948 (ps. 45) (1100) (1100 (1100 (1100 (1100 (1100 (1100 (1100 (1100 (110	101         104 asses two is itempts         101 asses two is itempts         101 asses two is itempts           104 7         104 asses two is itempts         101 asses two is itempts         101 asses two is itempts           104 7         104 asses two is itempts         101 asses two is itempts         101 asses two is itempts           104 7         104 asses two is itempts         101 asses two is itempts         101 asses two is itempts           104 7         104 asses two is itempts         101 asses two is itempts         101 asses two is itempts           104 7         104 asses two is itempts         101 asses two is itempts         101 asses two is itempts           104 7         104 asses two is itempts         101 asses two is itempts         101 asses two is itempts           104 7         104 asses two is itempts         101 asses two is itempts         101 asses two is itempts           104 7         104 asses two is itempts         101 asses two is itempts         101 asses two is itempts	1000 3 1100 2 1000 1000 1000 1000 1000 1000 1	A Constant of the second secon		1) Positive Unit Scan Speed = 10 Da/s	
+Q1: 10 M Data List	CAlbration Peak List Calibration Peak List	420.wiff (Turbo Spray)				_
	Target Mass (Da)	Found At (Da)	Intensity (cps)	Width (Da)	Mass Shift (Da)	<u>^</u>
1	59.0500	59.0471	1.3348e8	0.7477	.9228e-3	- 11
2	175.1330	175.3958	2.5558e7	0.6945	0.2628	-11
3	500.3800	500.4047	1.719667	0.7632	0.0247	- 11
4	010.4040	010.4740	0.106466	0.6947	0.0106	- 11
6	1000 7900	1080 8208	3 335546	0.7125	0.0123	- 1
7	1406.0000	1106.0200	0.630006	0.7105	0.0300	-
-	1100.0030	1100.0100	0.000000	I M. C. STRUT		

- 3.11 調整結果を保存
  - ① メソッドの画面に戻り、測定が継続している場合は、Stopをクリックし測定を停止します。

Acquire.	Stop	Ra	mp Parameter	Edit R	amp	MS Method	~	⊻ Use	Stop Syringe Pump
Source/Gas	Compound	Resolution	Detector	MS	Advanc	ed MS			
- Quad 1								Cente	er / Width

② 警告が表示され、分解能が規定値内で変更した Offset 値を保存する場合は「Yes」を選択します。 調整によって分解能が大きく変化したなどの理由で元の値に戻すため、保存したくない場合は「No」 を選択し、再度実施します。なお、測定中に Offset 値を変更し、設定された測定時間(ここでは 5 分)が終了した場合も同じ警告が表示します。



#### 3.12 調整結果を確認

メソッド内の以下設定を確認し、測定を開始し、Widthが0.7Da±0.1Daの範囲内か確認します。

- MCA(積算):チェックを入れます
- Cycles: 10 と入力します
- ③「Start」をクリックします。

- ※Cycle は Scan Rate により異なります。
- Scan Rate 10 Da/sの場合 :Cycles:10
- Scan Rate 200 Da/s、1000 Da/sの場合∶Cycles∶50
- Scan Rate 2000 Da∕sの場合 :Cycles:100

Acquire Start	3 Ramp Parameter	Edit Ramp MS Method	~	Use Stop Syringe Pum	p		
Source/Gas Compound	Resolution Detector	MS Advanced MS					
			Б	Center / Width			
Quad 1			5	Parameter Banne		Import List	
lon Energy 1 (IE1)	1.5	Seen hans: 01 MC (01)		• I didilicitor Mango			
	•	Scantype. QTMS (QT)	~				
Q1 Resolution:	Unit 🗸	Scan rate: 10 V (I	Da/s)		Period Summary		
		D-1- the		Duration: 0.651	(min) Delay T	ime: 0 (sec)	
	Advanced	Polanty     Positive		2	(iiiii) 200 <b>0</b> (	(300)	Start Time Stop Time
		O Negative		Cycles: 10			0 (min) 0 (min)
		MCA		Center (Da)	Width (Da)	Time (sec)	
		Number of scans to sum: 1		1 59.000	2 000	0.2100	
		. tambér er adana te auff.		2 175.000	6.000	0.6100	
				3 500.380	6.000	0.6100	
				4 616.000	6.000	0.6100	
		Total Scan Time	3050 (sec)	5 906.300	6.000	0.6100	
		(includes pauses):	5050 (Sec)	6 1080.000	6.000	0.6100	
				7 1196.800	6.000	0.6100	
				8			
- 500 -	Open File           File Mitheduk           Marci Range 350-660           Marc Range 1722 - 178.0           Marc Range 1723 - 178.0           Marc Range 1733 - 178.0           Marc Range 173 - 178.0           All Marc Range           Marc Range <td< th=""><th>000.5 100 2 100 2</th><th>to the second s</th><th></th><th></th><th></th><th></th></td<>	000.5 100 2 100 2	to the second s				
Data Lise Calibration Peak List Calibration	k List	covvin (Turbo Spray)					
1	Target Mass (Da)	Found At (Da)	Intensi	ity (cps)	Width (Da)	Mass Shift (Da)	^
2 175,1330		175.3958	2.5568e7	0.7477		9228e-3 ).2628	
3 500 3800		500.4047	1.7196e7	0.7632		0.0247	
000.0000		040 4740	7.1650e6	0.6947		0.0106	
4 616.4640		010.4740	0.400.4+0	0.7107		0403	
4 616.4640 5 906.6730 5 1080.7900		906.6853 1080.8208	9.1964e6 3.3355e6	0.7125		0.0123	
4 616.4640 5 906.6730 5 1080.7900 7 1196.8830		015.4/40 906.6853 1080.8208 1196.9109	9.1964e6 3.3355e6 9.5300e5	0.7125 0.7175 0.7395		0.0123 0.0308 0.0279	

#### 3.13 質量校正

「3.8 質量精度と分解能を表示」、または、「3.12 調整結果を確認」の Mass Shift(質量精度)が ±0.1Da 以上だった場合に質量校正を実施します。

#### ① 質量校正の設定を実施



#### 調整結果を保存

「Update Mass Calibration」 🖾 をクリックし、調整結果を保存するかウインドウが表示され、「Yes」をクリック すると補正された値が保存し、画面を「X」で閉じるとレポートが表示されます。



#### 3.14 調整結果を確認

メソッド内の以下設定を確認し、測定を開始し、Mass Shift(質量精度)が±0.1Da 以下か確認します。

① MCA(積算):チェックを入れます

※Cycle は Scan Rate により異なります。

- ② Cycles:10と入力します
- ③ 「Start」をクリックします。
- Scan Rate 10 Da/sの場合 :Cycles:10
   Scan Rate 200 Da/s、1000 Da/sの場合:Cycles:50

● Scan Rate 2000 Da/sの場合 :Cycles:100

Acquire Start Ramp Parameter	Edit Ramp MS Method	✓ Use Stop Syringe Pump
Source/Gas Compound Resolution Detector	MS Advanced MS	
Quad 1 lon Energy 1 (E1) Q1 Resolution: Unit V	Scan type: Q1 MS (Q1) Scan rate: 10 V (Da/s)	Center / Width Parameter Range Period Summary Scheduled Ionization
Advanced	Polarity Positive Negative MCA	Duration: 0.651 (min) Delay Time: 0 (sec) Start Time Stop Time Cycles: 10 - (min) 0 (min) 0 (min) 0 (min)
		Center (ba) Width (ba) Time (sec)
	Number of scans to sum:	1 59.000 2.000 0.2100
		3 500,380 6,000 0,6100
		4 616.000 6.000 0.6100
	Total Scan Time	5 906.300 6.000 0.6100
	(includes pauses): 4.3050	(sec) 6 1080.000 6.000 0.6100
		7 1196.800 6.000 0.6100
N. 1348 (ps) 01 1 MCA Asers from Sample 1 (Fundamyski) of MT0200852 	Max. 4.997 gpt 1247	Mat String         Inter
2 ar	1000 0 100 5 prey)	Add changes Add c
2 ar	1000 a 60 colo 1400 Spray)	A default Sing- A defa
3 817         7         6         6         6         6         7         6         6         6         7         6         6         6         6         7         7         6         6         6         6         6         7         7         7         4         Mass Range 47         7         7         4         7         7         4         7         7         7         4         7         7         7         7         7         7         7         7         7	1880 5 0 1500 1500 5prey) Found At (Da)	Image: Second Calculation Simple     Image: Second Calculation Simple       Image: Second Calculation     Image: Second Calculation
2 80 <sup>-7</sup> Field Matrixly Diply           2 80 <sup>-7</sup> Normaliza to Selection           9 90 <sup>-7</sup> Mass Range 500 - 00.0           1 10 <sup>-7</sup> Mass Range 500 - 00.0	1000 3         2 <td>Ad Legion Many- Ad Ad Legion Many- Ad Ad Legion Many- Ad Addition- Many and Many and Many</td>	Ad Legion Many- Ad Ad Legion Many- Ad Ad Legion Many- Ad Addition- Many and Many
3 and 2 and 3	1000 5         100           100         100           100         100           50         100           50         0471           175,3958         500           500         1047	Intensity (cps)         Width (Da)         Mass Shift (Da)           1.33408         0.7477         9228-3           2.5559         0.9645         22628
3 and 1         1 and 1           2 and 1         1 and 1           1 and 1         <	100 3         5           60         100           50         100           50         100           50         100           50         100           50         100           50         100           50         100           50         100           50         100           50         100           50         100           50         100           50         100           50         100           50         100           50         100           175         3056           500         4047           615.4746         6	Image: Second control in the second control
2 an	100         100         100           59.0471         105         100           175.958         500.4047         616.4746           906.653         500.4047         618.4746	Image: Second Lancesco         Image: Second Lancesco<
3 847         1 <td>Your 9         Your 9           59.0471         176.3958           59.0471         176.3958           150.4047         614.4746           614.4746         906.6953           1000.8208         1000.8208</td> <td>Image: Second Second</td>	Your 9         Your 9           59.0471         176.3958           59.0471         176.3958           150.4047         614.4746           614.4746         906.6953           1000.8208         1000.8208	Image: Second

### 必要な他の測定モードについても「3.4 メソッドを開く」から同様の手順を実施して下さい。

## なお、メソッドを切り変えた際はメソッドを保存するかメッセージが出ますが、「No」を選択します。

Pos	Positive		ative
Q1(8 種類)	Q3(8 種類)	Q1(8 種類)	Q3(8 種類)
•Scan Rate(Da/s):	•Scan Rate(Da/s):	•Scan Rate(Da/s):	•Scan Rate(Da/s):
10,200,1000,2000	10、200、1000、2000	10、200、1000、2000	10、200、1000、2000
<ul> <li>Resolution : Unit, High</li> </ul>	<ul> <li>Resolution: Unit, High</li> </ul>	<ul> <li>Resolution: Unit, High</li> </ul>	<ul> <li>Resolution : Unit, High</li> </ul>



#### 3.15 参考感度

下表は、「3.12 調整結果を確認」または「3.14 調整結果を確認」で得られたデータの Intensity (cps)の 参考値です。

なお、数値は予告なく変更されることがあります。報告書 (Installation Checklist and Data Log または Planned Maintenance Procedure)をご確認ください。

Series	四重極	Positive(906.673 Da)	Negative(933.636 Da)
3500	Q1,Q3	$\geq$ 9.6 $\times$ 10 <sup>6</sup>	$\geq$ 1.3 × 10 <sup>6</sup>
4500	Q1,Q3	$\geq$ 2.0 × 10 <sup>7</sup>	$\geq$ 1.8 × 10 <sup>7</sup>
5500	Q1	$\geq$ 1.4 × 10 <sup>7</sup>	$\geq$ 1.0 × 10 <sup>7</sup>
5500	Q3	$\geq$ 1.4 × 10 <sup>7</sup>	$\geq$ 8.0 × 10 <sup>6</sup>
6500 (HM)	Q1,Q3	$\geq$ 3.3 × 10 <sup>7</sup>	$\geq$ 1.8 × 10 <sup>7</sup>
6500 (LM)	Q1,Q3	$\geq$ 3.6 × 10 <sup>7</sup>	$\geq$ 1.8 × 10 <sup>7</sup>

# 4 自動モードで実施

(Q1 Positive モード、Scan Rate: 10 Da/s、Unit Resolution を例に説明します)

※自動モードにて実施できるのは Unit Resolution のみです。High Resolution は手動モードにて実施して下さい。

① PPG を送液して、感度が安定することを確認します。(「3.6. 送液(感度)の安定を確認」を参照)

② 開いているファイルを全て閉じて、Instrument Optimization をダブルクリックし、Instrument Optimization を

起動する。



③ 開始前状態のパラメータの保存が完了したことが自動通知され、OKをクリックし、現在の設定を保存する。 保存されたファイルは質量校正に失敗した時など設定を元に戻したい場合に使用し、この画面は1日1回、 最初の調整時にのみ表示されます。

Instrument Optimization	×	Instrument Optimization	×
Initializing		The Instrument Optimization software has made a backup of the current instrument settings.	
		Instrument Settings.	
	Cancel	ОК	

④ プログラムの初期起動がスタートし、起動途中で警告画面が表示しますので Continue をクリックします。 これは現在のパラメータ設定に対する警告メッセージで、納品時に弊社エンジニアにより Instrument

Optimization 推奨の設定から実際の使用に則した設定に変更しているためであり、問題ありません。

Instrument O	stimization		-		×
e Edit View	Tools Help				
The for Access obtain Settin these	Illowing instrument parameters are set to the sType. The Instrument Optimization softweet the optimal values. To correct this, go to the gs Editor and change the AccessType to parameters.	ne wron rare may ne <b>Para</b> o <b>Defau</b>	g y no I <b>mel</b> It foi	t er	
	MS/MS + CAD is set to Operator mode but should be set to Simplified MS/MS - CAD is set to Operator mode but should be set to Simplified			^	
				~	
Help		Continue ->	>	Exi	t
	Tostrument: OTRAD 4500 T	nstrument Ontin	nization	Ver: 3.6	984 9

- ⑤「Adjust instrument settings」を選択後、Next をクリックします。
  - Verify instrument performance:機器の状態を確認する機能です。質量校正は実施されません。
  - Adjust mass calibration only: 質量補正を実施する機能です。分解能調整は実施されません。
  - Adjust instrument settings: 質量校正及び分解能調整を実施する機能です。

M Instrument Optimization -			×
File Edit View Tools Help			
Select the type of optimization that you want to perform Before you start to optimize the instrument, use Manual Tuning optimize the source parameters and stabilize the spray.	to		
<ul> <li>Verify instrument performance</li> <li>Adjust mass celibration only</li> </ul>			
Adjust instrument settings (peak shape, calibration, enhance parameters, etc)	ing		)
<ul> <li>Reset selected scan modes to default values and adjust instrument settings</li> </ul>			
Help C-Prev Next->	tion V	Exit er: 3.69	984.9

⑥ Approved Tuning の Tuning Mode を選択し、Next をクリックします。

Alternate は一種類のスタンダードを用いてすべての Scan モードを調整する方法で通常は使用しません。

A Instrument Optimization	-		×
File Edit View Tools Help			
Select a tuning mode			
Approved Tuning: Tune each scan mode using the recomme for tuning solution. You will have to run the Instrument Optimization software for each tuning solution.	ended on		
<ul> <li>Alternate Tuning: Use one solution to tune all scan modes.</li> </ul>			
We recommend that you use the Approved Tuning method. If you solutions that are not recommended, the instrument may not be o tuned.	ı use tur ptimally	ning	
Help Next	<b>)</b>	Cance	
Instrument: QTRAP 4500 Instrument	Optimization	Ver: 3.69	84.9

- ⑦ Scan Mode の設定を確認し、Next をクリックします。
  - Tuning Solution: Positive は「PPG」、Negative は「PPG3000」をそれぞれ選択します。
  - Polarity: Tuning Solution を選択すると自動的に Polarity が選択されます。
  - Quad:Q1かQ3を選択し、Scan Rateを選択します(複数選択出来ますが、一つずつ実施することを お勧めします)。

🙋 Instrument Optimization -	X 🙋 Instrument Optimization - 🗆 X
File Edit View Tools Help	File Edit View Tools Help
Select the scan modes Tuning Solution Polarity Positive	Select the scan modes Tuning Solution Polarity Polarity Possive
Cuad	Quad         Image: Q1         Image: P Q3           Image: P 10 Da/s         Image: D 10 Da/s         Image: D 10 Da/s           Image: P 200 Da/s         Image: D 100 Da/s         Image: D 100 Da/s           Image: D 100 Da/s         Image: D 100 Da/s         Image: D 100 Da/s           Image: D 100 Da/s         Image: D 100 Da/s         Image: D 100 Da/s           Image: D 100 Da/s         Image: D 100 Da/s         Image: D 100 Da/s           Image: D 12 000 D 100 Da/s         Image: D 100 Da/s         Image: D 100 Da/s
F 50 Da/s         F 50 Da/s           C 250 Da/s         C Isolation & Resolution           C 1000 Da/s         E Excitation           C 1000 Da/s         E Excitation	Image: 50 Da/s         Image: 50 Da/s           Image: 250 Da/s         Image: 50 Da/s           Image: 1000 Da/s         Image: 50 Da/s           Image: 1000 Da/s         Image: 50 Da/s
Help More Options <->     Free Next> Cance     Techneret 01548 4900     Techneret 00548 4900     Te	Help More Options

<POSITIVE モード用の試薬を選択した場合> <NEGATIVE モード用の試薬を選択した場合>

⑧ Source Parameters の設定をし、「Go」をクリックすると測定が開始します。

:Positive は「5500」、Negative は「4500」を入力 • IonSpray Voltage

Ion Source Gas1 :20

• Ion Source Gas2 :0

• Syringe Parameter

(納品時に同梱されている 1ml シリンジを用いる場合)

: Syringe Diameter は「4.61」、Flow Rate は「10」

🖉 Instrument Optimization —	K 💆 Instrument Optimization — 🗆 🗙
File Edit View Tools Help	File Edit View Tools Help
Infuse: PPG in positive mode	Infuse: PPG3000 in negative mode
Type the ion source parameters in the following fields, and then click GO.	<ul> <li>Type the ion source parameters in the following fields, and then click GO.</li> </ul>
Source Parameters           Source Parameters         POS           IonSpray Voltage         5500           Ion Source Gas 1         20           Ion Source Gas 2         0	Source Parameters           NEG         Syringe Parameters           IonSpray Voltage         [4500]           Ion Source Gas 1         20           Ion Source Gas 2         0
Help Cancel	Help Cancel
Instrument: QTRAP 4500 Instrument Optimization Ver: 3.6984	9 Instrument QTRAP 4500 Instrument Optimization Ver: 3.6984.9

<POSITIVE モード用の試薬を選択した場合> <NEGATIVE モード用の試薬を選択した場合>

⑨ 測定が開始され、質量校正と分解能調整が終了すると「Results Summary」が表示され、Results
 Summary 内の File から Print Results を選択することにより、結果を印刷することも可能です。

🕷 Instrument Optimization - 🗆 🗙	💆 Instrument Optimization – 🗆 🗙
File Edit View Tools Help	File Edit View Tools Help
Tuning: Q1	Results Summary
45.0 measuring offset vs. width 080- 5 080- 45.0 measuring offset vs. width 080- 5 080- 45 0.00- 45 0	6044 5044 4044 3044 3044 1044 1044 1058
Current Spectrum         0.20           Current Spectrum         0.00	Lasa Lasa Lasa Lasa Lasa Target Mass Found At Delta Width Intensity per Scan
-21: 10 MCA stars from Sample (14:99) of Calibration for 1 at scan speed 10 wilf (Turbs Spray) Max: 6.3e8 dpa.     -	45.00 44.99 -0.01 0.69 4.24405 411.26 411.25 0.00 0.75 1.062+04 585.99 555.39 0.00 0.68 7.602+04 933.64 933.64 0.00 0.67 1.632+04
50ed Found At: 44.85 Da Mass Shift: -0.14 Da Width: 0.67 Da	1223.85 1223.84 0.00 0.68 2.05E+04 Q3 Socan Test finished f
2000         1000         45.8	Instrument Optimization has modified the instrument settings with the best values it has found. If you are not satisfied with the performance of the instrument, you can restore the settings to a previous state by using the 'File / Restore Instrument Settings' commands.
0.00 400 410 420 430 440 470 470 480 490 500	Done v
Help Cancel	Help Start Over Next-> Finished
Techningent OTP40 5500 Techning action Ver: 3 6084 9	Techniment OTPAP 5500 Technimization Ver: 3 6984 9

① ピーク形状が安定しない等の理由で調整が上手く出来なかった場合、変更されたパラメータを元に戻すこと

が出来ます。

Restore Instrument Settings Files			
Onen Results			
Print Results	de but should be	set to Simplified set to Simplified	ŕ
Backing up Instrument Sett	ings to the folder:		
D:\Analyst Data\Projects\A	PI Instrument\Data\Instru	ment Optimization\2020-5-22 14	4.8
Trying to switch to Acquire	e mode, attempt# 1		
Instrument Optimization Ver	r: 3.6984.9		
Q1 Scan tuning started.			
45.0 measuring offset vs. 1	width		
45.0 original resolution	offset=065		
45.0 optimized resolution	offset=069		
Offset value added for ext	trapolation = $069$		
411.3 measuring offset vs.	width		
411.3 width= .56 lowering	offset to starting value		
411.3 width= .59 lowering	offset to starting value		
411.3 original resolution	offset=200		
411.3 optimized resolution	offset=232		
Offset value added for ext	trapolation =232		
585.4 measuring offset vs.	width		
585.4 original resolution	offset=310		
585.4 optimized resolution	orrset=332		
Offset Value added for ex	trapolation =332		
933.6 medsuring offset vs.	width		
022 6 optimized resolution	offert 524		

ア. 「File」から「Restore Instrument Settings Files」を選択します。

イ. Instrument Settings Backups フォルダ内から<sup>「</sup>the first time Instrument Optimization was opened

today.ins」を選択して「Open」をクリックします。

→ * ↑	ojects > API Instrument > Instrument	Optimization > Instrument Sett	ings Backups	∨ Ö Seard	h Instrument Settings B	a ,
anize 👻 New folde	er.				80 -	
ASD3.5_379_RC5 ^	Name	Date modified	Туре	Size		
OneDrive	User Created Backups	2/4/2020 5:14 PM	File folder			
	2020-2-12.ins	2/12/2020 2:36 PM	Analyst instrumen	135 KB		
This PC	2020-2-14.ins	2/14/2020 3:17 PM	Analyst instrumen	135 KB		
Desktop	2020-3-6.ins	3/6/2020 10:18 AM	Analyst instrumen	135 KB		
Documents	2020-4-22.ins	1/22/2020 3:04 PM	Analyst instrumen	137 KB		
🕹 Downloads 🛛 🔍	📋 the first time Instrument Optimiza	tionwa 5/22/2 20 2:07 PM	Analyst instrumen	137 KB		
Music						
Pictures						
Videos						
SYSTEM (C:)						
DATA (D:)						
SERVICE (V:)						
ABSXRECOVERY						
Network 🗸						

ウ. Results Summary の最下部にメッセージが表示され、パラメータが戻ります。

All Instrument Optimization					-		×
<u>File Edit View Tools H</u> elp							
Results Sumn	nary	THEEHOLEV	UCI JUAN				
45.00 45.00 0.00 0	.69 5.87E+05						^
411.26 411.26	0.00 0.66	2.83E+04					
585.39 585.38	-0.01 0.68	8.77E+04					
933.64 933.64	0.00 0.69	4.91E+05					
1223.85 1223.82	-0.02 0.68	1.39E+05					
Q1 Scan Test finish	ed						
******							
Instrument Optimiza has found. If you a restore the setting Settings' command.	tion has modifie re not satisfied s to a previous	d the instru .with the pe state by us:	ument settings erformance of ing the 'File	with the best the instrument, / Restore Inst:	values , you c rument	s it can	
Done Instrument Data res Optimization\Instru opened today Parameter Settings Optimization\Instru opened today	tored from D:\An ment Settings Ba restored from D: ment Settings Ba	alyst Data\ ckups\the f: \Analyst Da ckups\the f:	Projects\API I irst time Inst ta\Projects\AB irst time Inst	nstrument\Instx rument Optimiza I Instrument\In rument Optimiza	rument ationwa nstrume ationwa	as ent as	V
			Start O	Ver Next->		Finishe	au
	Tostru	ment: OTRAP 550	0	Tostrument Onti	mization	Ver: 3 69	984.9

必要な他の測定モードについても、同様に自動モードの手順に従って実施して下さい。

# 5 LIT(トラップ)モードの状態確認と質量校正(QTRAP®システムのみ)

#### 5.1 測定モードの種類

(Positive モード、Scan Rate: 1000 Da/s を例に説明します)

※LIT モード分解能調整は複雑なため、お客様による調整は推奨いたしません。規定値より大きく外れている 場合は、サイエックスへご連絡下さい。

極性(Positive, Negative) 2種類、Scan Rate 5種類の組合せ合計 10種類の異なる設定があります。

LIT (トラップ)モード				
Positive(5 種類)	Negative(5 種類)			
•Scan Rate(Da/s):	•Scan Rate(Da/s):			
50, 250, 1000, 10000, 20000	50, 250, 1000, 10000, 20000			

#### 5.2 メソッドを開く

※「3.2 機器とワークステーションを接続」ならびに「3.3 制御モードと Project を選択」を実施していない場合は、 実施後に以下を実施して下さい。

- Open File アイコンをクリックし、Open ウインドウからファイルを選択(ファイル名が若干異なる場合があります)し、OKをクリックすると指定されたメソッドが開きます。
  - Positive の場合 : Pos Enh Res.dam
  - Negative の場合 : Neg Enh Res.dam
- ② 6500 Series は、メソッドの前に LM(Low Mass)ならびに HM(High Mass)の表示があり、接続している Hardware Configuration に応じて選択して下さい。
- ③ なお、メソッドを切り変えた際はメソッドを保存するかメッセージが出ますが、「No」を選択します。使用 するメソッドを選択して OK をクリックします。6500 Series は、メソッドの前に LM(Low Mass)ならびに HM(High Mass)の表示があり、接続している Hardware Configuration に応じて選択して下さい。



- 5.3 送液(感度)の安定を確認
  - ① MCA: チェックを外します。
  - ② Duration: 5(min)と入力します。
  - ③「Start」をクリックします。

※スキャン開始後、シリンジポンプの表示が「Stop Syring Pump」に変化しない場合は、「Start Syring Pump」 をクリックします。

Acquire Start Ramp Parameter	Edit Ramp MS Method V Use S	tart Syringe Pump
Source/Gas Compound Resolution Detector	MS Advanced MS	
Ion Source: Turbo Spray Ion Source Temperature Reached √ Curtain Gas (CUR) 20.0 € Collision Gas (CAD) Hon	Scan type: Enhanced Resolution (ER) v Scan rate: 1000 v (Da/s)	Center / Width Import List Parameter Range Period Summary
IonSpray Votage (IS) 5500.0 + Temperature (TEM) 0.0 + Ion Source Gas 1 (GS1)	Polarity Polarity Negative	Juration:     5.000     min)     Delay Time:     0     (sec)     Start Time     Start Time       Cycles:     571     -     -     -     -     -
Ion Source Gas 2 (GS2)	MCA Number of scans to sum: 1 1 2 3 3 4	Center (Da)         Time (sec)         DPatart (volts)         DPatop (volts)         CEstart (volts)         CEstart (volts)           118.087         0.0391         30.000         30.000         15.000         15.000           322.049         0.0391         40.000         40.000         10.000         10.000           622.029         0.0391         100.000         10.000         10.000         10.000           92.2 010         0.0391         150.000         150.000         10.000         10.000
	Total Scan Time (includes pauses): 0.5254 (sec)	

TIC 画面で送液(感度)が安定するまで待ち、安定したら Stop をクリックして測定を停止します(最初は安定しませんが、しばらくすると安定してきます)。

シリンジやチューブに空気があり安定しない場合は、一時的にシリンジポンプの「Flow Rate」を変更し、「Set Flow Rate」を押すことで早く安定します。安定し始めたら 5~10 μL/min に変更して下さい。

※LIT(トラップ)モードは非常に高感度であるため目的とする質量数のスペクトル以外にも様々なスペクトルが 確認される場合があります。このような場合はメタノールでシリンジ、接続用 PEEK チューブ、エレクトロード内 までを洗浄します。それでも安定しない場合は、LIT(トラップ)モード用サンプルを送液し続けて下さい。

Acquire Stop Ramp Parameter	Edit Ramp   MS Method V 🗹 Use Stop Syringe Pump
Source/Gas Compound Resolution Detector	MS Advanced MS
lon Source: Turbo Spray Ion Source Temperature Reached √	Center / Width     Import List     ✓ Parameter Range
Curtain Gas (CUR)         20.0         •           Collision Gas (CAD)         High         •           IonSpray Voltage (IS)         5500.0         •           Temperature (TEM)         0.0         •	Scar Scar Scar Per Source/Gas Compound Resolution Detector Declustering Potential (DP) 100.0   Syringe Diameter (mm):
Ion Source Gas 1 (GS1) 13.0 🐨	MC Entrance Potential (EP) 10.0 + 4.610 - V Nur 5.000 Unit: Unit: U./min V
	Total Scan Time (includes pauses): 0.5254 (sec)
TIC of +ER: from Sample 1 (TuneSampleID) of M	T20200526171908.wiff (Turbo S Max. 0.0 ops 📕 +ER: 0.245 min from Sample 1 (TuneSampleID) of MT20200526171908.wiff (Tur Max.
	1.00
≝ III TIC 画面	
- 感度	が安定しました
0.00 0.5 1.0 1.5	2.0 2.5 3.0 3.5 4.0 4.5 5.0 0.00 150 200 250 300 350 400 450 500 650 600 650 700 750 800 850 9 Time, min m/z. Da

- 5.4 分離能ならびに質量精度が範囲内であることを確認
  - ① MCA(積算):チェックを入れます。
  - ② Scan Rate: 1000 Da/sを選択します。
  - ③ Cycles:50 と入力します。

※Scan Rate を選択する際は、一度異なる Scan Rate を選択してから目的の Scan Rate を選択して下さい。 例)1000 Da/s の場合、250 Da/s を選択後 1000 Da/s に変更します。

Acquire Start Ramp Parameter	Edit Ramp MS Method V 🗸 Use	Stop Syringe Pump		
Source/Gas Compound Resolution Detector	MS Advanced MS			
Ion Source: Turbo Spray Ion Source Temperature Reached V	Scan type: Enhanced Resolution (ER) ~	Center / Width Parameter Range	Import List	
Collision Gas (CAD)         High           IonSpray Votage (IS)         5500.0 +           Temperature (TEM)         0.0 +	Scan rate: Polarity Polarity 200 10000 20000	Period Sum Duration: 0.438 (min) D Cycles: 50	nary Delay Time: 0 (sec)	Scheduled Ionization           Start Time         Stop Time           0         (min)         0
Ion Source Gas 1 (GS1)		Center (Da) Time (sec)	DPstart (volts) DPstop (volts)	CEstart (volts) CEstop (volts)
lon Source Gas 2 (GS2) 0.0 🔹	Number of scans to sum:	1         118.087         0.0301           2         322.049         0.0301           3         622.029         0.0301           4         922.010         0.0301           5	30.000         30.000           40.000         40.000           100.000         100.000           150.000         150.000	15.000         15.000           10.000         10.000           10.000         10.000           10.000         10.000
	Total Scan Time (includes pauses): 0.5254 (sec)			·

 ④「Advanced MS」のタブに切り替え、Fixed Fill Time: 0.05 (ms)と入力し、Start をクリック後、測定中に 右下の画面上で右クリックし、Open File をクリックします。

	Pos	itive	Ne	gative
50 Da/s	2.0ms(5500)	/ 8.0ms(4500)	2.0 ms(5500)	/ 2.0 ms(4500)
250 Da/s	0.2 ms	∕ 0.8 ms	0.05 ms	/ 0.2 ms
1000 Da/s	0.05 ms	/ 0.2 ms	0.05 ms	/ 0.2 ms
10000 Da/s	0.05 ms	/ 0.2 ms	0.05 ms	/ 0.2 ms
20000 Da/s	0.05 ms	∕ <b>0.2</b> ms	0.05 ms	/ 0.2 ms

Fill Time は Scan Rate により下表のとおり異なります。

Acquire Start Ramp Parameter	Edit Ramp MS Metho	d 🗸 🗸 Use Stop Syri	inge Pump
Source/Gas Compound Resolution Detector	MS Advanced MS		
lon Source: Turbo Spray Ion Source Temperature Reached √	Scan mode:	Profile ~	Fixed LIT fill time     (0.05     (ms)
Curtain Gas (CUR) 20.0	Step size:	0.05 (Da)	O Dynamic fill time
Collision Gas (CAD) High ~			
IonSpray Voltage (IS) 5500.0			
Temperature (TEM) 0.0			Q3 Entry Barrier: 2 (V)
lon Source Gas 1 (GS1) 13.0 +	Intensity threshold (tota count):	0	
·	Settling time:	0 (ms)	
	Pause between mass	15 (ms)	
	O0 Trapping		
			-1-
TIC of +ER: from Sample 1 (TuneSampl	eID) of MT2009061711	Max. 1.7e7 cps	s. +ER: 50 MCA scans from Sample 1 (TuneSampleID) of MT200 Max. 3.4e7 cps.
1.7e7 0.06 0.11 0.12	0.19 0.25 0.27	0.34, 0.35 0.37	3.4e7 1 622.0
1.6e7 V	$/\sqrt{2}$		922.0
1.4e7 -	V i i i	Y Y	Open File
			Acquire Product 2.5e7 - Fixed Intensity Display
1.2e7 -			Normalize to Selection
<u>8</u> 1.0e7-			0 2.0e7 - Mass Range 103.1 - 133.1 Mass Range 207 0 237 0 237 0
sity, c			Mass Range 307.0 - 537.0
2 8.0e6 -			G 1.5e7 Mass Range 907.0 - 937.0
			1.047 - 118.1 322.0
4.0e8 -			
2.0e6 -			5.0e6
			121.1 807.5.828.3 927.7
0.05 0.10 0.15	0.20 0.25 Time min	0.30 0.35 0.40	0.0
1	rinne, ninn		1192, Va



⑤ スペクトル画面表示後、いずれか下段のスペクトル上にて右クリックし、「List Data」を選択します。

# ⑥ 質量精度と分解能を表示

スペクトル画面の下に表示されたリスト上で、「Calibration Peak List」タブを選択します。

Width(分解能) :次ページ参照

Mass Shift(質量精度):全て±0.1Da 以下



	Pos	itive	Nega	ative
Scan Rate	Mass (Da)	Width (Da)	Mass (Da)	Width (Da)
(Da/s)				
50	118.087	< 0.20	431.982	< 0.15
	1521.972	< 0.15	1633.949	< 0.15
250	118.087	< 0.22	431.982	< 0.22
	1521.972	< 0.22	1633.949	< 0.22
1000	118.087	< 0.35	431.982	< 0.35
	1521.972	< 0.35	1633.949	< 0.35
10000	118.087	< 0.65	431.982	< 0.65
	1521.972	< 0.65	1633.949	< 0.65
20000	118.087	< 0.75	431.982	< 0.75
	1521.972	< 0.75	1633.949	< 0.75

<4500QTRAP ならびに 6500QTRAP(High Mass)分解能(Width)の規定値>

<5500QTRAP ならびに 6500QTRAP(Low Mass)分解能(Width)の規定値>

	Posi	tive	Nega	ative
Scan Rate	Mass (Da)	Width (Da)	Mass (Da)	Width (Da)
(Da/s)				
50	118.087	< 0.20	431.982	< 0.20
	922.010	< 0.11	601.978	< 0.11
250	118.087	< 0.20	431.982	< 0.20
	922.010	< 0.20	601.978	< 0.20
1000	118.087	< 0.35	431.982	< 0.35
	922.010	< 0.35	601.978	< 0.35
10000	118.087	< 0.65	431.982	< 0.65
	922.010	< 0.65	601.978	< 0.65
20000	118.087	< 0.75	431.982	< 0.75
	922.010	< 0.75	601.978	< 0.75

※Calibration Peak List に数値が表示されず、「n/a」となってしまう場合

Calibration Peak List 内の任意の場所で右クリックすると、以下のリストが表示されます。現在表示している Positive、Negative によって以下のように表示を変更します。

・Positive の場合 : Agilent ESI Tuning Mix Pos Ref  $\rightarrow$  Use as Reference

・Negative の場合 : Agilent ESI Tuning Mix Neg Ref → Use as Reference

1.0e7 5.0e8 0.0 608 610 612 614	Analyst Classic Parameters IntelliQuanParameters Centroid Parameters Set Peak Height	5 630 632 634 63	5.0+0 0.0 908 910 912	918.8. 919.8. 914 916 918 920 922 m/z, D	3.0 23.7 424.8 927.7 924.9 928 930 932 934 936
*ER: 50 MCA scans from Sau Data List Calibration Peak List P	Show Peaks In Graph Centroid Peak Finding Save As Text	0617114929.wi	ff (Turbo Spray)		
Targ           1         59.0500           2         175.1330           3         500.3800           4         016.4640           5         906.6730	PPGs Pos. Calibration Ref.     PPGs Pos. Calibration Ref.     PPGs Pos. For-grounds Ref.     Resempte Ref.     C.S.(AULTIVS, Reference     Taurobile: Add     PPGs Pos. Filler     PPGs Pos. LIT Ref.     PPGs Pos. LIT Ref.     Aginet: SST Tumory Ne: Pos Ref.     Edit Tume Peak Search Parameters	id At (Da) Edit Reference Ta Use as Reference	Intensity (cps) n/a n/a n/a n/a ble	Width (Da) n/a n/a n/a n/a n/a n/a	Mass Shirt (Da) n'a nia nia nia nia nia nia

⑦ 質量数を補正する

#### ア. 質量補正の設定を実施

取得したスペクトル画面をクリックし、Calibrate from spectrum 📤 をクリックします。すると Mass Calibration Option が表示しますので、Agilent ESI Tuning Mix を Standard のリストより選択します。 Search Range を 0.8 と設定して Start をクリックします。



LIT Mass Calibration		ition 🔀
Standard: PPGs Pos. PPGs Pos. PPGs Pos. Pest Reserve Address FSI Turnes Mix Peak Carter Participation (anu) Ihreshold 200 (cps) Peak Width At: 50 (% max)	PPGs Pos. Calibration Ref.           50 050           1757 133           500 60           156, 130           616, 464           906, 673	Pos.  Pos.
Start Cancel	Help	Start Cancel <u>H</u> elp

イ.調整結果を保存する

以下の画面が表示されますので、Update Mass Calibration № (上側のボタンアイコン)をクリックします。 表示される調整結果を保存するかのウインドウにて、Yes をクリックし、補正された値を保存します。 下図の右上の「X」をクリックするとレポートが表示します。(本ページ下段に参考表示例)

Analyst - [Mass Calibration Report]	
🛃 Bie Edit Yew Boaure Iools Englore Window Script Help	
📸 📽 🖬 🚳 🐧 🕉 🛍 🖻 💭 😂 🕴 Tune and Calibrate Mode 💿  📸 API Instrument 💿 📻 🗙 🕻	
⋇⋇⋤⋇⋇⋇⋇⋇⋳⋇⋇⋳⋇∊⋈⋼∊т⋞⋰∊∊∊⋴⋩⋠⋴⋪	
B Configure Colorado Lible 172 Cone Count - 1781 and	
Security Configuration Biological Mess Calibration   ESI Turning Mix Pas Rel Last Calibration   May 13, 2009 14:11:38	
Hadware Configuration	
- 1 Report Template Editor 0.20 s	
Tune and Calibrate [4] 0.18	
A Compound Optimization 0.10	
- A Instrument Optimization	
- () Manual Lung () () () () () () () () () () () () ()	•
T Acque 2	
Real decaystics Method	
0.15	
10 200 250 800 400 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 2	
A Expire	
🕞 Dpen Dela File	
- 😂 Deer Compound Database	
l≪ Duenitate luning	
- 🚰 Buld Quentitation Method	y for Positive Ions at 1000 Da/sec
Contration Viend	009 11:59:35
Got the new mass calibration table. Do	you want to save the data? en attaine
	P
	80
Vec	
<u>103</u>	P 5500
	ciew Instruments 50011
- Jan Build Acquisition M	leftod Dermacker name: Administrator
Build Acquisition	Acc. Method: testTupe dea
g 400 A Delon	Data Filename: D:-Analyst Data-Projects-API Instrument-Tuning Cache-MT20090617114929 wiff
-480	Stendard nexe: Agilent ESI Tuning Hix Reference table maxe: Agilent ESI Tuning Hix Pos Ref.
-500 - Green Compound D	Database Spectral information:
L <sup>™</sup> Quantitate	Axpected mass round mass mass Saint resk Width rW Saint Intensity Conder(1) 150 09 0 115 050 - 0 000 0 222 0 0 50 - 257 00 - 257
- 500 · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	Hermon 622 029 622 014 0.015 0.240 0.460 -398.25 ef 922.010 921.987 0.023 0.255 0.445 -304.67
160 200 250 800 850 400	data la
For Help, street F1	
	The Slope Variations for Active Calibration Table
	Average Subper (aw-Day): D15.20 Slope Variation Slope
	122.049 76555 1.001 229.722 622.029 136297 1.000 229.121
	922.010 201998 1.000 219.051
	The Slope Variations for New Calibration Table
	Average Support (Aucros), 112-111 Boso Slope Variation Slope
	122.049 70556 1.001 219.227 622.029 136284 1.000 219.108
	922.010 201993 1.000 219.044
For Help, press F1	Liker Nares: NTCH5551 (admenistratur D1/Analyst Data 💋 Ide 🛔 Ready

## ウ. 調整結果を確認する

「5.2 メソッドを開く」から再び実施し、Mass Shift が規定値内であることを確認して下さい。 必要な他の Scan Rate についても同様にキャリブレーションを実施して下さい。

# 6 終了

## 6.1 機器をスタンバイ状態にする

① 測定が終了していることを確認し、View Queue 🎽 をクリックすると Queue Manager が表示されます。

a Analyst - [Tune Method Editor D: Analyst Data'Projects API Instrument'Acquisition Methods'\testTune. dam]
🗾 Elle Edit Yew Acquire Iools Explore Window Script Help
📔 🛱 🖶 🖨 🖪 🖄 🖻 🕄 😂 🛃 Tune and Calibrate Mode 🔽 📴 😚 API Instrument 📃 💷 🕱 🛅 🗖 🎛 🔲
物考虑老蛊巫●蛊Ц蛊至藥蛊ኵ≍☆ェヾ∥←→↗☆ёぇ☆☆
View Queue

② Standby Standby Stand By となります。Analyst 画面右下の機器のアイコンが黄色に変わります。

A halvet - FOueue Manager II ocall	m											
File Edit View Acquire Tools Explo	u re Winda	w Script Help										
	2.2.1	Tune and Calib	orate Mode 🔻 📋 🚰	API Instru	ument	- I 💷 🗙 🖬						
一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一	1. W I	а <i>ж</i> ( 🖂		金储养	Ads A							
X		Stand	tby ,		Durations		Queue Server			_		
E Configure	Ac	quiring Sample 0	of 0 Period	1 of  1	Expected	00:00:00	etta etta					
A Security Configuration	0%				100% Elapsed	Wa	iting Tun	•				
Haroware Lonriguration     Report Tomolate Editor	_	Start Time	Sample Name	Plate Po	Vial Status	Method	Batch	Data File	Project			
Tune and Calibrate (1)	2	6/17/2009 11	:46:57 TuneSampleID	0	Acquired	testTune	ManualTune	MT20090617 MT20090617	1 API Instrument			
A Compound Optimization	3	6/17/2009 11	48:45 TuneSampleID	0	Acquired	testTune	ManualTune	MT20090617	1 API Instrument			
AV Instrument Optimization	4 5	6/17/2009 11 6/17/2009 12	:49:30 TuneSampleID :02:17 TuneSampleID	0	Acquired	testTune	ManualTune	MT20090617 MT20090617	1 API Instru 1 API Instru	<u> </u>	_	-
📲 🖞 Manual Tuning	6	6/17/2009 12	:02:26 TuneSampleID	0	Acquired	testTune	ManualTune	MT20090617	1 API Instru 🎻	dle	ī	i
and Annuiro											-	-
									MS	シリ	ľ	ン

- 6.2 (必要に応じて)機器とワークステーションの接続を切り離す
  - ① Hardware Configuration をダブルクリックします。
  - ② ウインドウ内の MassSpecOnly を選択して Deactive Profile をクリックします。
  - ③ 正常に完了すると MassSpecOnly 左のチェックマークが青に変わります。
  - ④ 確認したら Close をクリックします。
  - ⑤ Analyst 画面右下に機器とシリンジポンプのアイコンが消えます。
  - ⑥ 確認できたら Analyst 画面右上の「X」をクリックして Analyst を終了します。



# 7 シリンジの取り扱い例

- 7.1 シリンジへの充填例
  - ① シリンジにニードルをねじり、接続します。



② 溶液を 0.1 mL 程度吸引します。
 ※余剰に吸った場合でもコンタミネーションの恐れがあるため、溶液内に吐き戻さないでください。

③ 8割くらいまで内筒を引き、空気を吸わせて転倒混和させ、内筒内部を置換します。



- ④ 溶液を廃棄し、何度か内筒を引いて吐くを繰り返し、内部の溶液を廃棄します。※コンタミネーションの恐れがあるため、溶液内には戻さないでください。
- ⑤ シリンジの半分程度(5 mLのシリンジの場合は 2 mL 程度)溶液を吸引します。
   ※使用する溶液量に合わせて吸引してください。

また、余剰に吸った場合でもコンタミネーションの恐れがあるため、溶液内に吐き戻さないでください。

⑥ 内筒の空気を除きます。※空気が抜けにくい場合は、空気を吸引し、転倒混和させると細かい気泡も取り除きやすくなります。



⑦ シリンジからニードルを取り、チューブのアダプタに取り換えます。



- 7.3 シリンジの取り付け
  - ① シリンジのカバーを開けます。



② 台座がシリンジを取り付けられる高さになっていない場合は、リリースボタン(右奥の金のボタン)を押しながら台座を下げます。



③ シリンジが取り付けられない場合は、レバーを引き回転させてレバーの向きを変えます。



④ シリンジを立てかけてレバーを回転させて向きを変え、シリンジを固定します。
 ※下に段差のある部品がある場合は、シリンジの内筒部分を差し込んでください。
 高さを変えられない場合は、両側の黒いねじを緩めることで高さを変更することが可能です。



⑤ チューブをスプリッターまたはバルブに接続します。



⑥ 台座を上げます。

※5 mL のシリンジを使う場合は、金属の方の部分が引っかかるところまで上げ、ガラスと金属部分のと ころで止めないでください。

左奥のポストのねじが適切かご確認ください。長さが適切でない場合は、シリンジの肩の部分が破損し、けがをする恐れがあります。

台座を上げ続けられる場合は、チューブの接続部分を確認してください。

◆お問合せ先◆

株式会社エービー・サイエックス

ご使用の装置名とシリアル番号をお伝えください。

Tel: 0120-318-551 Fax: 0120-318-040

アプリケーションに関するご質問: E-mail: jp\_support@sciex.com

修理に関するご質問 : E-mail: jp\_sales@sciex.com

◆オンライントレーニング動画のご案内◆

弊社ホームページの下記サイトから、メンテナンス、ソフトウェアの使用法など、各種トレーニング動画を視聴できます。是非ご活用ください。

Home > サポート > 各種サポート資料・ツール > 操作方法に関する動画

http://sciex.jp/support/support-tools/movie-manuals Home > Support > SCIEXNow > Training > Course Catalog http://sciex.com/support/training-front/course-catalog

(ログインするにはアカウントの作成が必要です)