

キャリブレーション

操作マニュアル

TripleQuad™ /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
1.1	用意するもの	1-1
1.2	サンプルの希釈 (QTRAP®システムのみ)	1-1
1.3	ファイルの保存	1-2
1.4	サンプルをセットする	1-2
2	四重極モードの状態確認と質量校正	2-1
2.1	最適化されるパラメータ	2-1
2.2	測定モードの種類	2-1
2.3	状態確認及び質量校正方法	2-1
3	手動モードにて実施	3-1
3.1	Analyst® Software を起動	3-1
3.2	機器とワークステーションを接続	3-1
3.3	制御モードと Project を選択	3-2
3.4	メソッドを開く	3-2
3.5	送液の開始	3-3
3.6	送液 (感度) の安定を確認	3-4
3.7	積算データを取得して質量精度と分解能を確認	3-5
3.8	質量精度と分解能を表示	3-6
3.9	Resolution Table Editor を表示させ測定を開始	3-8
3.10	分解能を範囲内に調整	3-8
3.11	調整結果を保存	3-9
3.12	調整結果を確認	3-9
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	4-1
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
5.1	測定モードの種類	5-1
5.2	メソッドを開く	5-1
5.3	送液 (感度) の安定を確認	5-2
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	5-3
6	終了	6-1
6.1	機器をスタンバイ状態にする	6-1
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	6-1
7	シリンジの取り扱い例	7-2

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™ 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ください。
※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。

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。

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

※試薬は混ぜてからご使用ください。



Turbo V™ Ion Source



横軸調整ノブ



縦軸調整ノブ



シリンジ接続例



リリースボタンを
押しながら
上下させ
ベースの高さ調整

シリンジポンプ

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。

Positive		Negative	
Q1(8種類)	Q3(8種類)	Q1(8種類)	Q3(8種類)
・Scan Rate(Da/s): 10、200、1000、2000	・Scan Rate(Da/s): 10、200、1000、2000	・Scan Rate(Da/s): 10、200、1000、2000	・Scan Rate(Da/s): 10、200、1000、2000
・Resolution: Unit、High	・Resolution: Unit、High	・Resolution: Unit、High	・Resolution: Unit、High

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® Software の Manual Tuning を用います。
- ・ 自動モード: Analyst® 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。



または

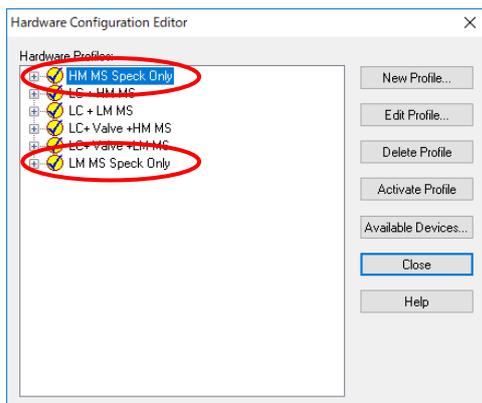
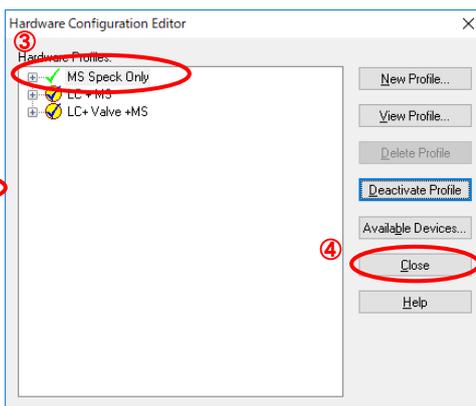
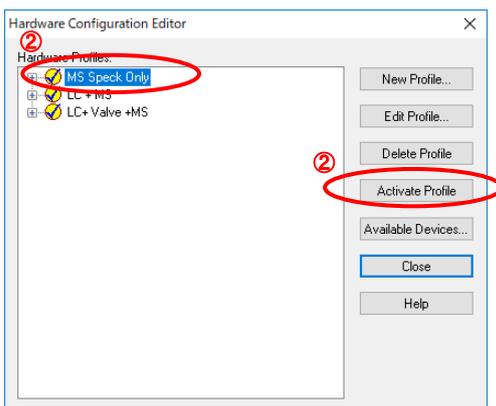
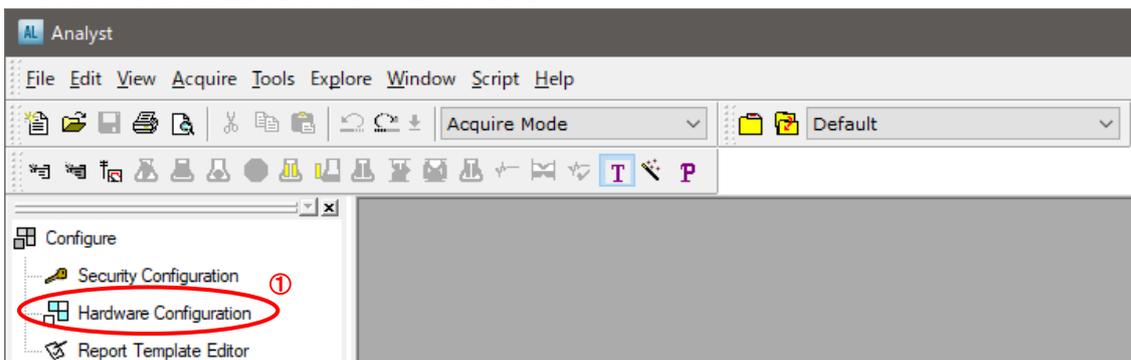


(Analyst バージョンによってアイコンが異なります。左例を参照下さい。)

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 ウィンドウが表示します。
- ② ウィンドウ内の 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 バ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。

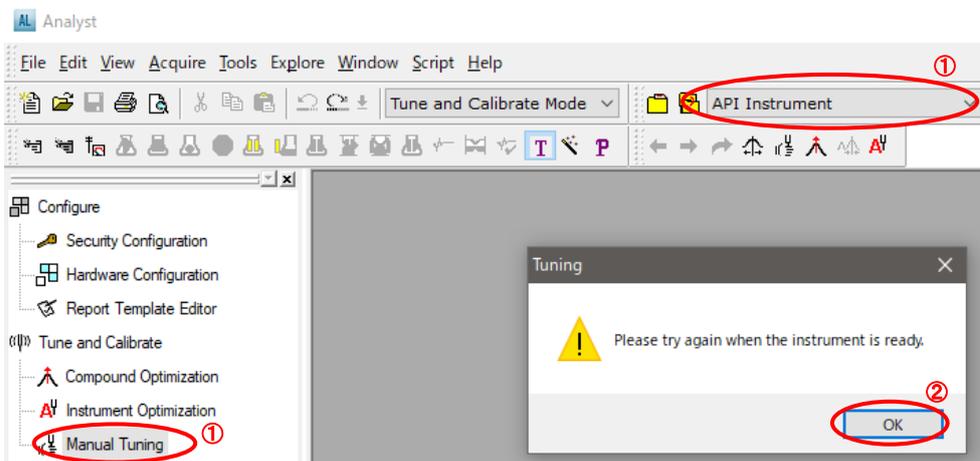


6500 Series は、Hardware configuration Editor で Low Mass と High Mass を切り替えます。
キャリブレーションが独立しているため、
別々のキャリブレーションをする必要があります。



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。



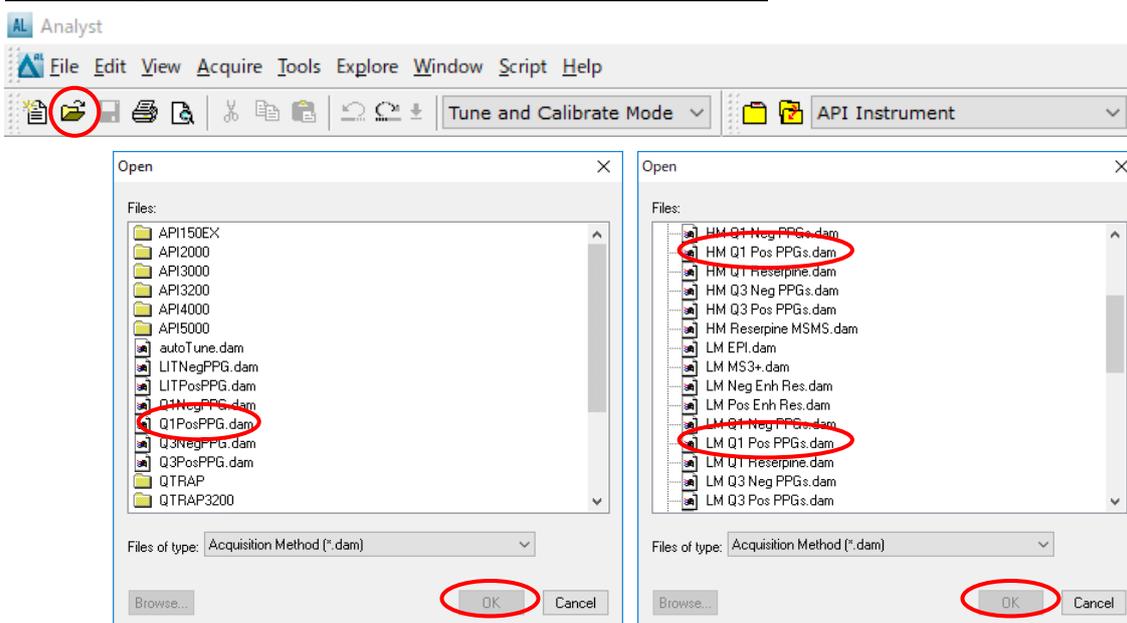
3.4 メソッドを開く

Open File アイコンをクリックし、Open ウィンドウから「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)

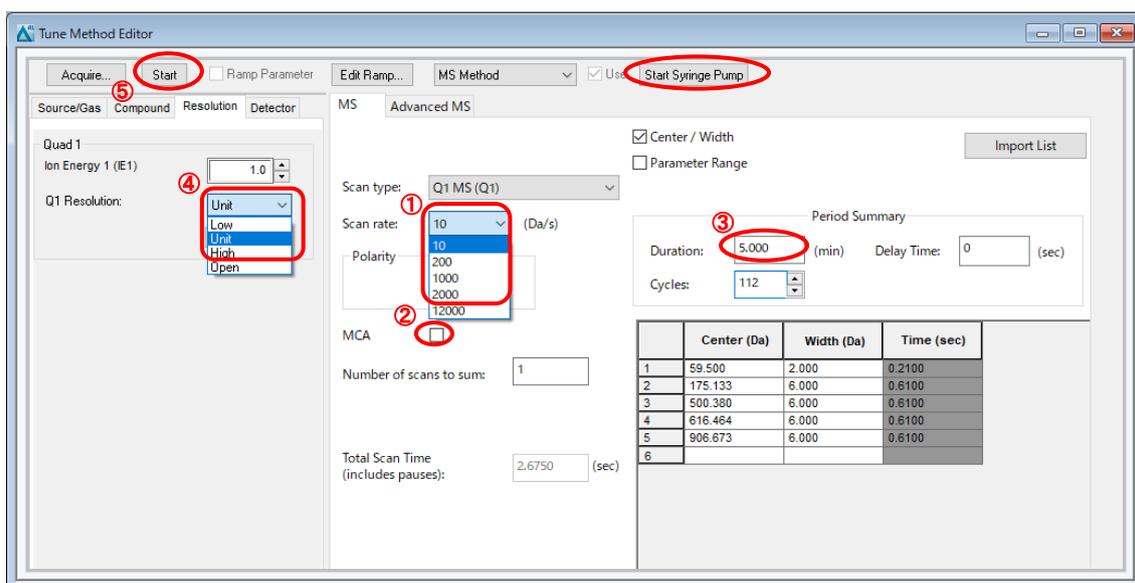


3.5 送液の開始

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。

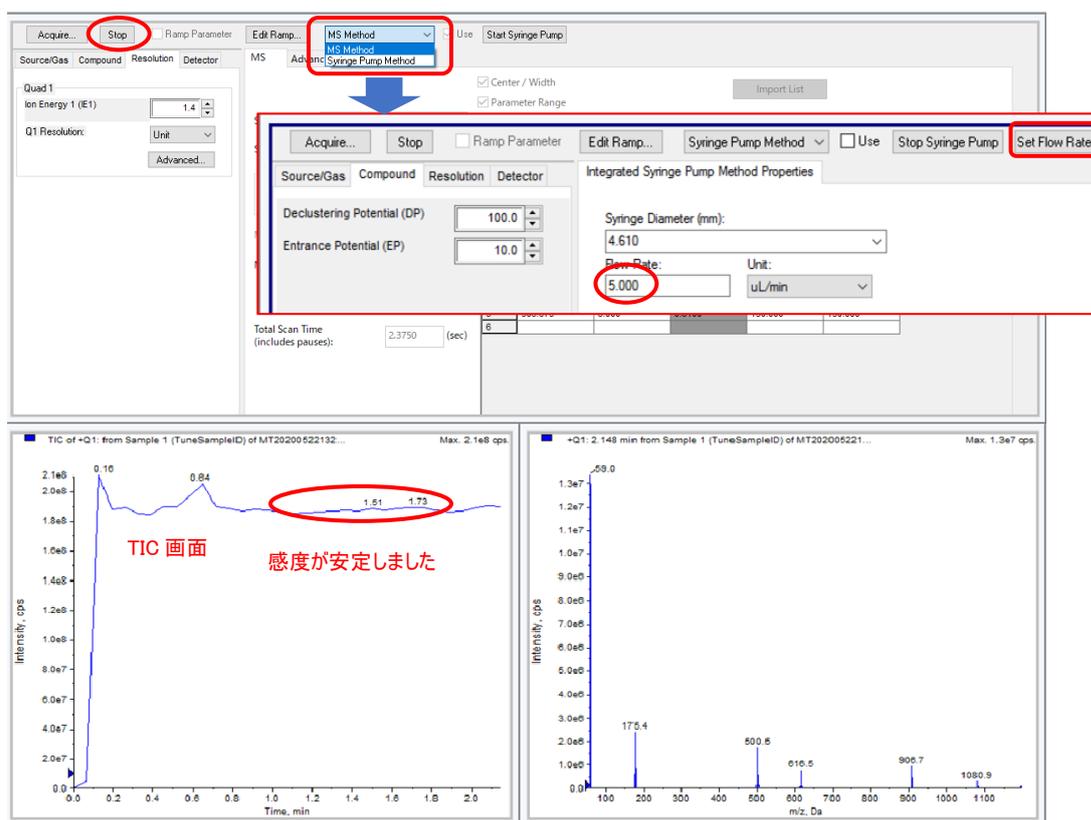
※スキャン開始後、シリンジポンプの表示が「Stop Syringe Pump」に変化しない場合は、「Start Syringe Pump」をクリックします。



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、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 $\mu\text{L}/\text{min}$ 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 Scan Rate により異なります。
- ② Cycles: 10 と入力します。 ● Scan Rate 10 Da/s の場合 : Cycles: 10
- ③ 「Start」をクリックします。 ● Scan Rate 200 Da/s、1000 Da/s の場合 : Cycles: 50
- Scan Rate 2000 Da/s の場合 : Cycles: 100

③ Start

① MCA

② Cycles: 10

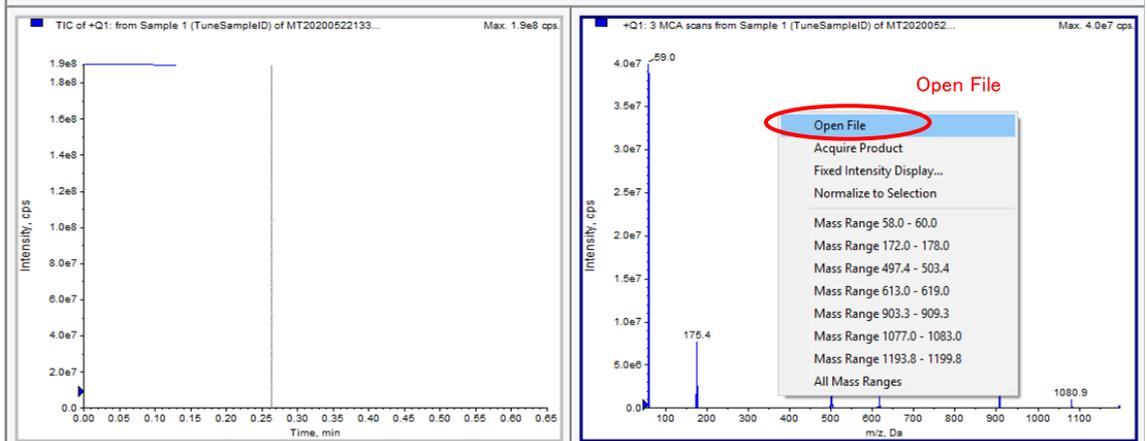
	Center (Da)	Width (Da)	Time (sec)
1	59.500	2.000	0.2100
2	175.133	6.000	0.6100
3	500.380	6.000	0.6100
4	616.464	6.000	0.6100
5	906.673	6.000	0.6100

MCA

Cycles: 10

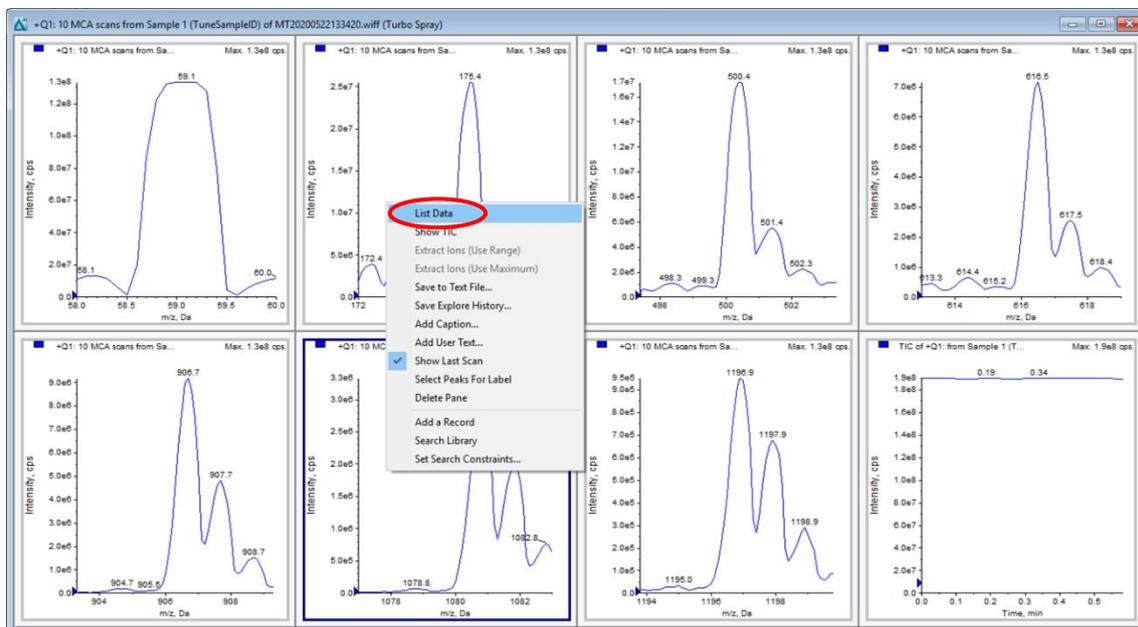
Total Scan Time (includes pauses): 3.9050 (sec)

	Center (Da)	Width (Da)	Time (sec)
1	59.000	2.000	0.2100
2	175.000	6.000	0.6100
3	500.380	6.000	0.6100
4	616.000	6.000	0.6100
5	906.300	6.000	0.6100
6	1080.000	6.000	0.6100
7	1196.800	6.000	0.6100
8			



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

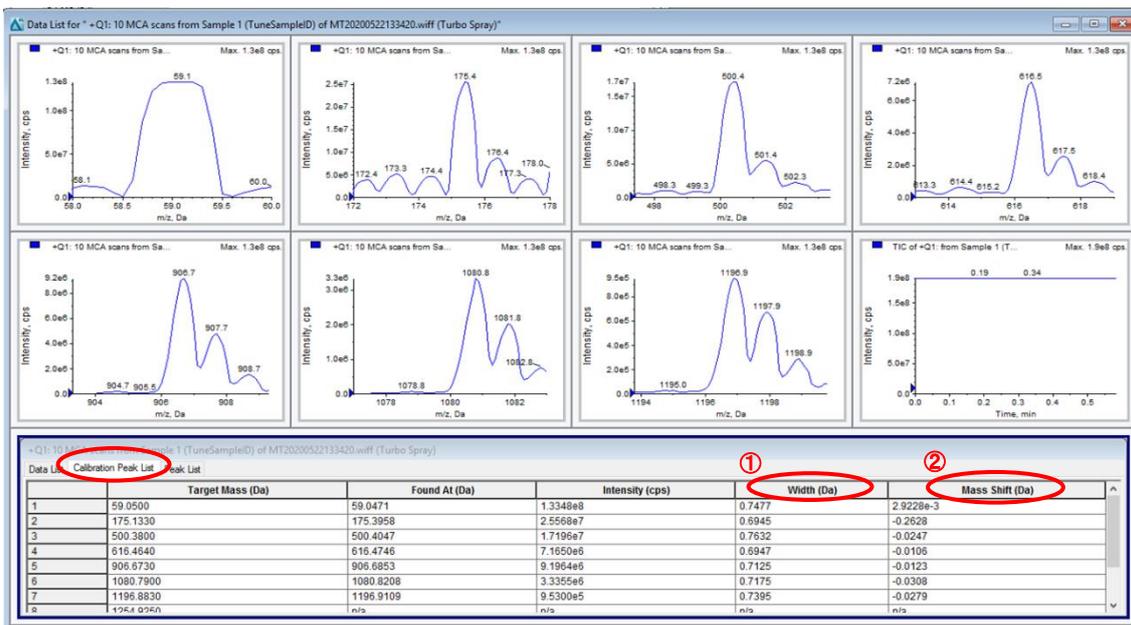
● Mass Shift(質量精度) : ±0.1Da 以下 (Unit Resolution、High Resolution 共)

→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。

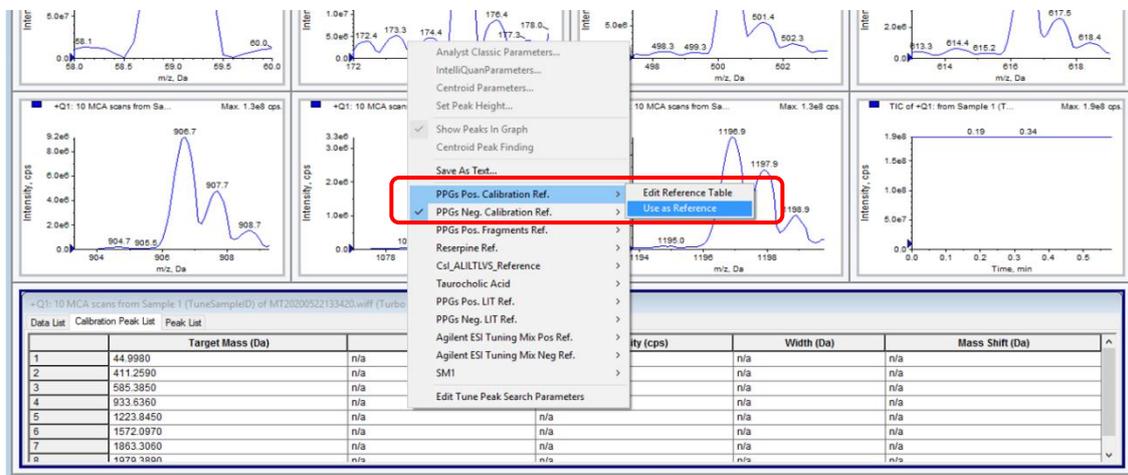


※Calibration Peak List に数値が表示されず、「n/a」の場合

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 → Use as Reference

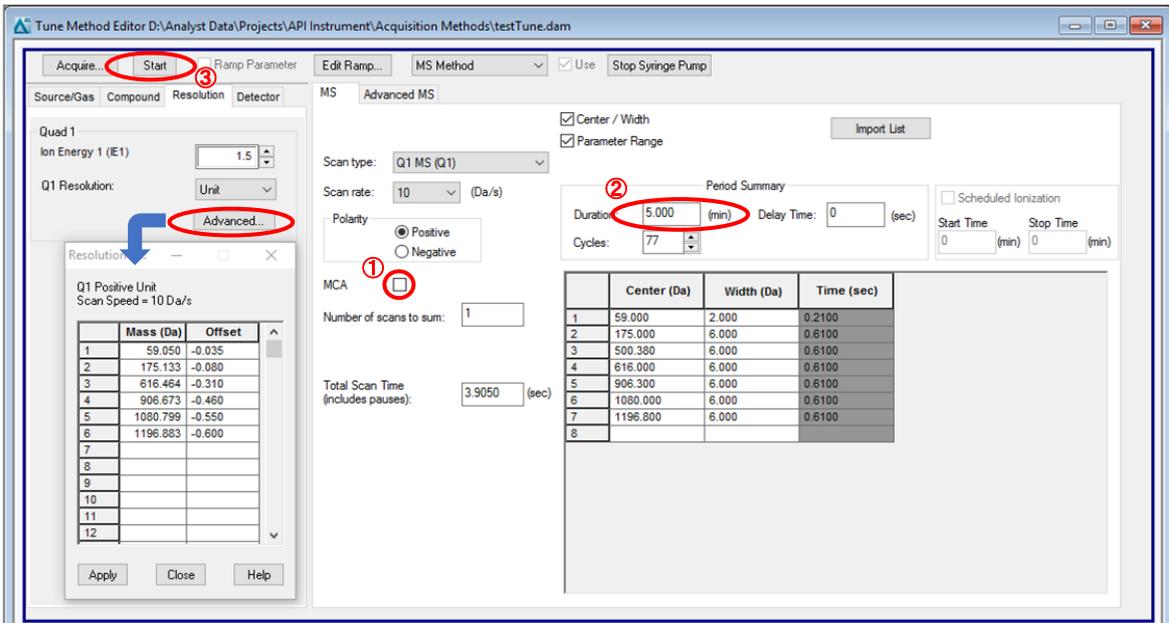
・Negative の場合 : PPGs Neg. Calibration Ref → Use as Reference



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。



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。

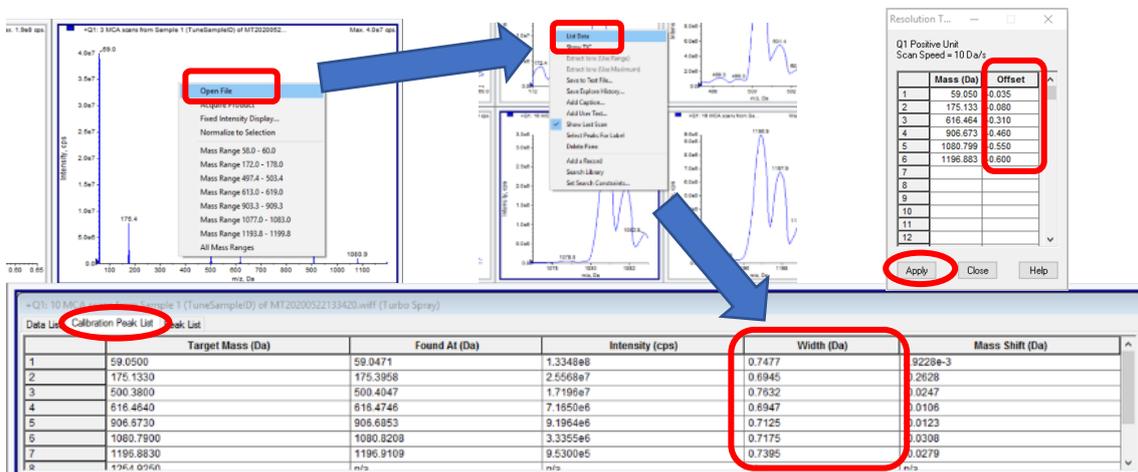
- Unit Resolution の場合、全て 0.7Da ± 0.1Da
- High Resolution の場合、全て 0.5Da ± 0.1Da

※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、

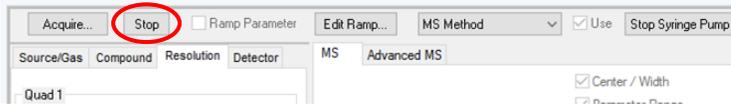
Width が 0.6 以下で Width の値を大きくしたい場合、 $0.035 - 0.005 = 0.030$ を入力

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

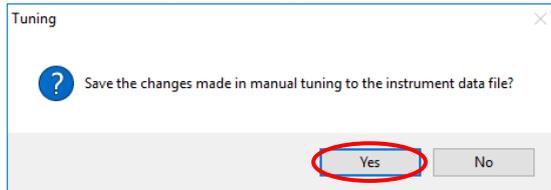


3.11 調整結果を保存

- 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。



- 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。



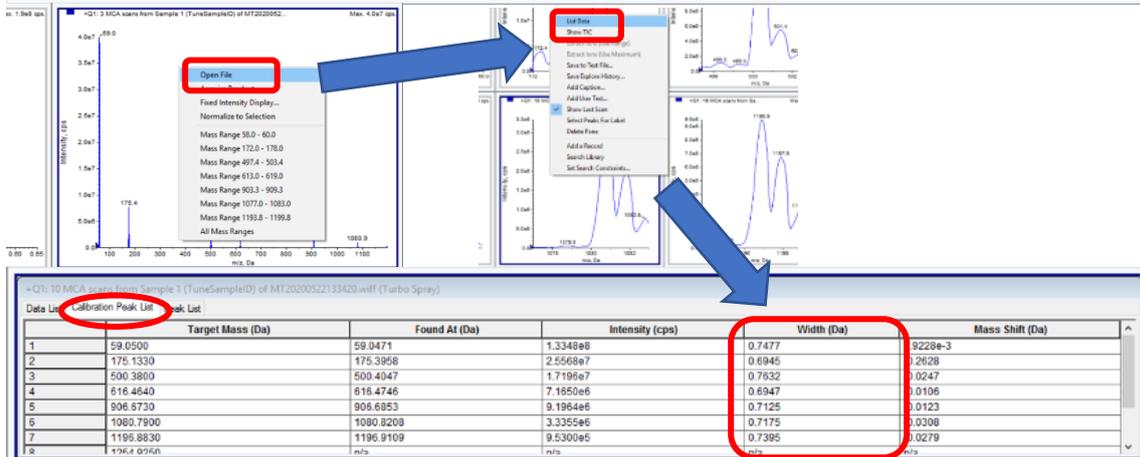
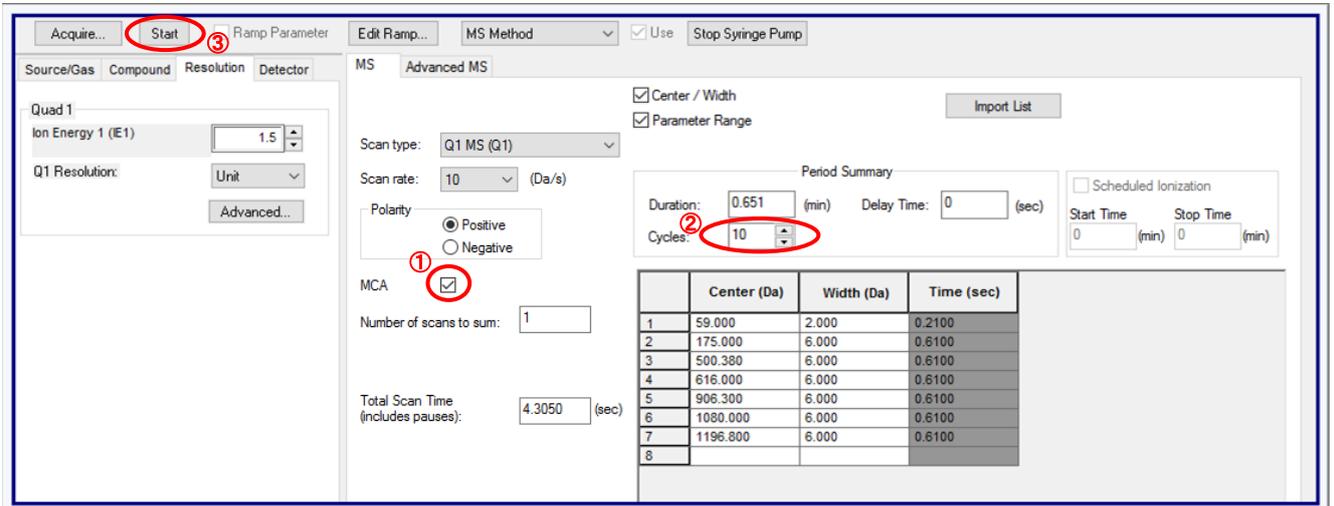
3.12 調整結果を確認

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

- ① MCA(積算): チェックを入れます
- ② 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

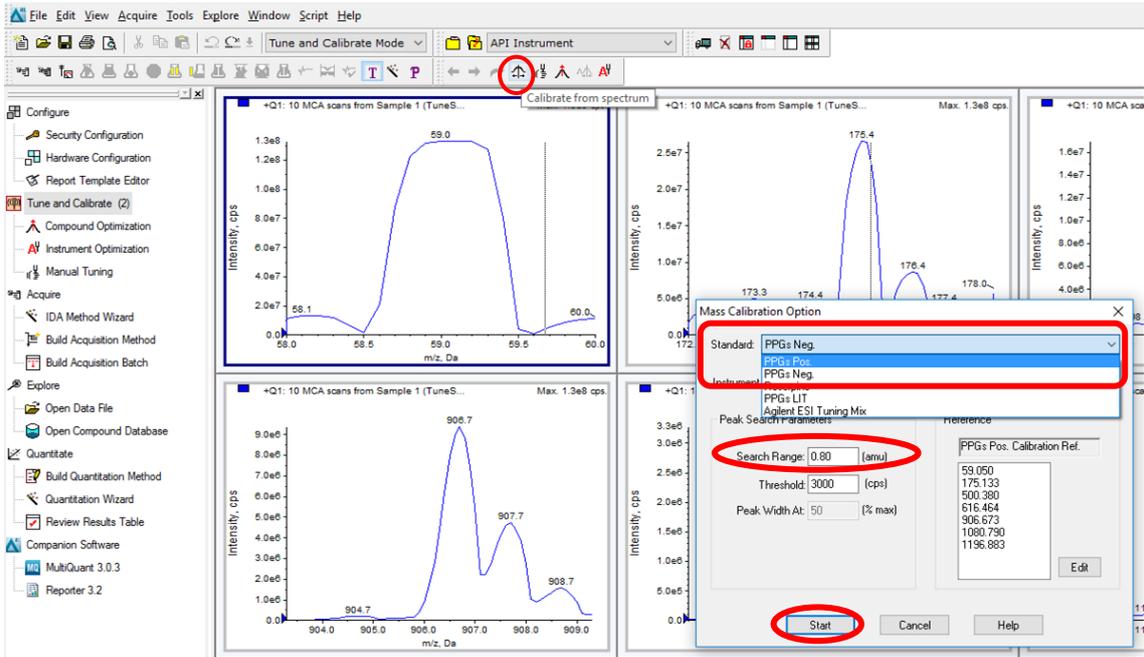


3.13 質量校正

「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 $\pm 0.1\text{Da}$ 以上だった場合に質量校正を実施します。

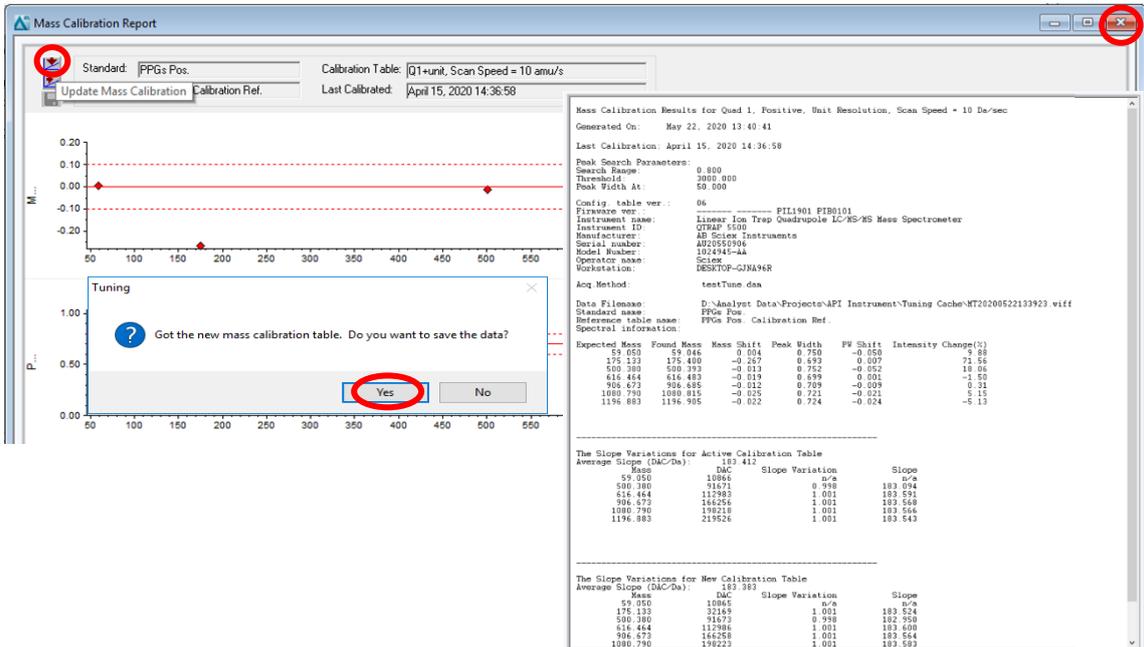
① 質量校正の設定を実施

Open File で開いたスペクトル画面のいずれかをクリックし、Calibrate from spectrum  を選択し、Mass Calibration Option が表示し、調整しているモードをリストより選択し、Search Range を 0.8 と設定し、「Start」をクリックします。



② 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ィンドウが表示され、「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。



Mass Calibration Report

Standard: PPGs Pos. Calibration Table: Q1+unit, Scan Speed = 10 amu/s
 Update Mass Calibration Calibration Ref. Last Calibrated: April 15, 2020 14:36:58

Mass Calibration Results for Quad 1, Positive, Unit Resolution, Scan Speed = 10 Da/sec
 Generated On: May 22, 2020 13:40:41
 Last Calibration: April 15, 2020 14:36:58

Peak Search Parameters:
 Search Range: 0.800
 Threshold: 3000.000
 Peak Width At: 50.000

Config table ver.: 06
 Firmware ver.: P1L1401 P1B0101
 Instrument name: L11000 Ion Trap Quadrupole IC/MS-MS Mass Spectrometer
 Instrument ID: QTRAP 5500
 Manufacturer: Agilent Instruments
 Serial number: A020559306
 Model Number: 121445-44
 Operator name: Sciex
 Workstation: DESKTOP-GJ8A96R
 Acq Method: testTune.daa

Data Filename: D:\Analyst Data\Projects\API Instrument Tuning Cache\NT20200522133923.wiff
 Standard name: PPGs Pos
 Reference table name: PPGs Pos Calibration Ref

Expected Mass	Found Mass	Mass Shift	Peak Width	FW Shift	Intensity Change(%)
59.050	59.046	-0.004	0.750	-0.050	9.88
175.133	175.400	0.267	0.632	0.007	71.56
500.380	500.293	-0.087	0.752	-0.052	18.06
616.464	616.482	0.018	0.639	0.001	-1.50
906.673	906.685	0.012	0.709	-0.009	0.31
1080.790	1080.815	0.025	0.721	-0.021	5.12
1196.883	1196.985	-0.102	0.724	-0.024	-5.13

The Slope Variations for Active Calibration Table
 Average Slope (Da/De): 183.412

Mass	DaC	Slope Variation	Slope
59.050	10866	n/a	n/a
500.380	91671	0.738	183.034
616.464	117983	1.001	183.591
906.673	146256	1.002	183.558
1080.790	198216	1.001	183.566
1196.883	239226	1.001	183.543

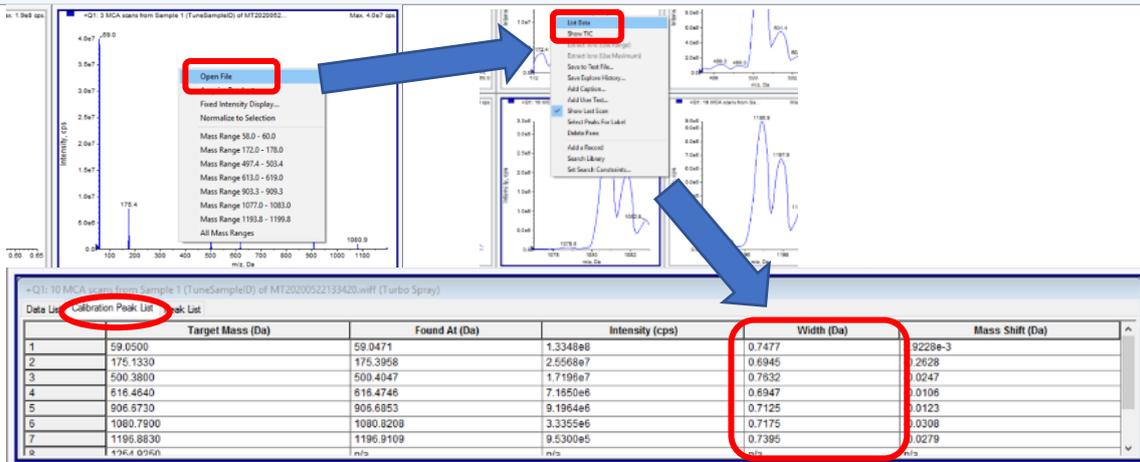
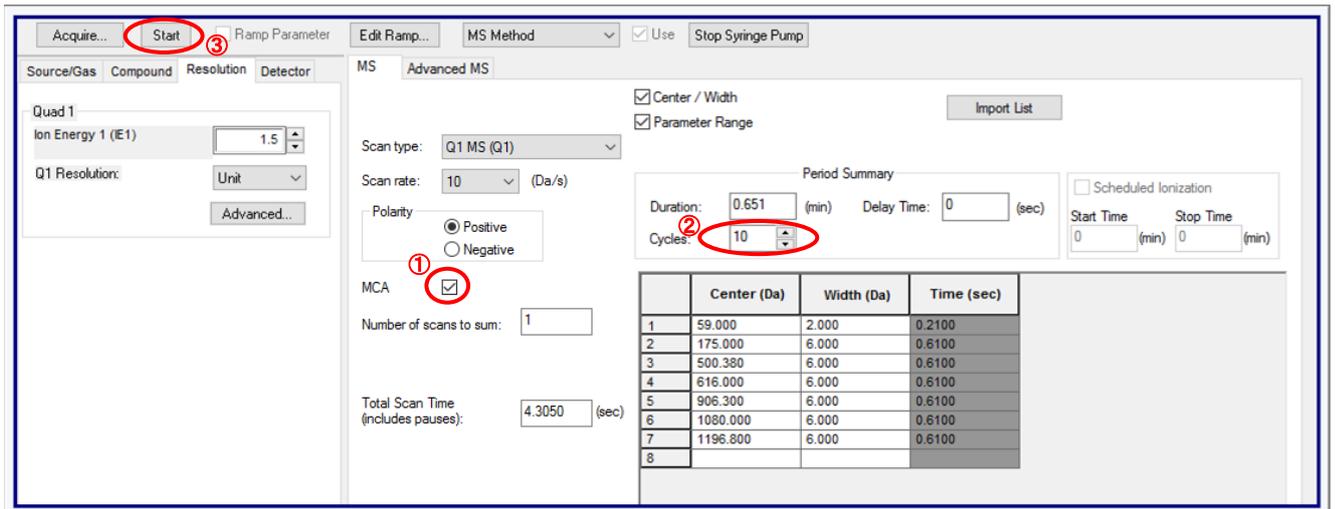
The Slope Variations for New Calibration Table
 Average Slope (Da/De): 183.383

Mass	DaC	Slope Variation	Slope
59.050	10866	n/a	n/a
175.133	32169	1.001	183.524
500.380	74173	0.738	182.950
616.464	117986	1.001	183.600
906.673	146269	1.001	183.544
1080.790	198223	1.001	183.583

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。

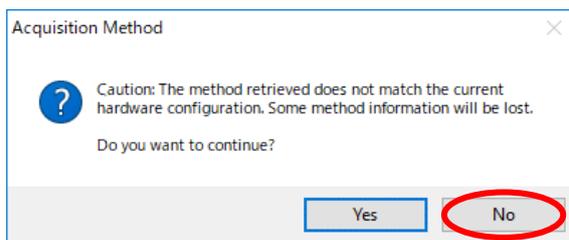
- ① MCA(積算): チェックを入れます ※Cycle は Scan Rate により異なります。
- ② Cycles: 10 と入力します ● Scan Rate 10 Da/s の場合 : Cycles: 10
- ③ 「Start」をクリックします。 ● Scan Rate 200 Da/s、1000 Da/s の場合 : Cycles: 50
● Scan Rate 2000 Da/s の場合 : Cycles: 100



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。

Positive		Negative	
Q1(8 種類)	Q3(8 種類)	Q1(8 種類)	Q3(8 種類)
• Scan Rate(Da/s): 10、200、1000、2000	• Scan Rate(Da/s): 10、200、1000、2000	• Scan Rate(Da/s): 10、200、1000、2000	• Scan Rate(Da/s): 10、200、1000、2000
• Resolution: Unit、High	• Resolution: Unit、High	• Resolution: Unit、High	• Resolution: Unit、High



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。

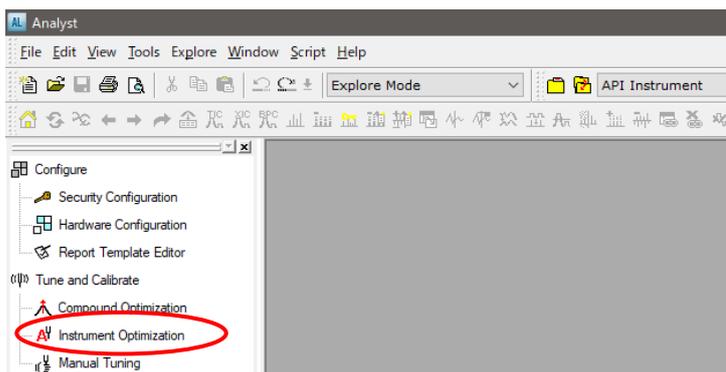
Series	四重極	Positive (906.673 Da)	Negative (933.636 Da)
3500	Q1,Q3	$\geq 9.6 \times 10^6$	$\geq 1.3 \times 10^6$
4500	Q1,Q3	$\geq 2.0 \times 10^7$	$\geq 1.8 \times 10^7$
5500	Q1	$\geq 1.4 \times 10^7$	$\geq 1.0 \times 10^7$
5500	Q3	$\geq 1.4 \times 10^7$	$\geq 8.0 \times 10^6$
6500 (HM)	Q1,Q3	$\geq 3.3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

4 自動モードで実施

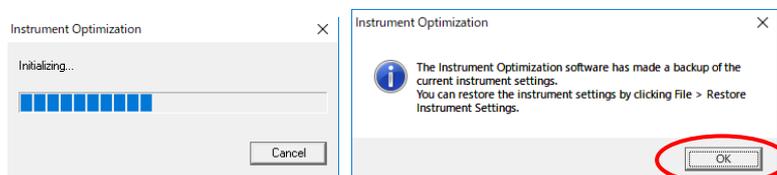
(Q1 Positive モード、Scan Rate: 10 Da/s、Unit Resolution を例に説明します)

※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。

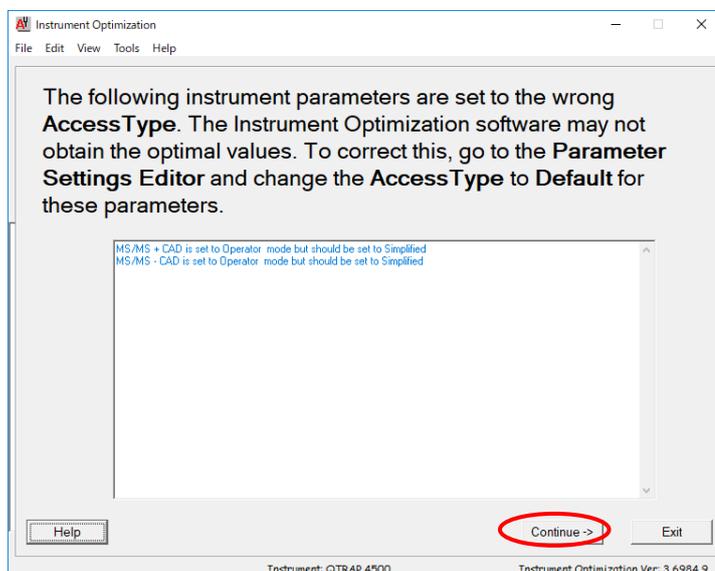
- ① PPG を送液して、感度が安定することを確認します。(「3.6. 送液(感度)の安定を確認」を参照)
- ② 開いているファイルを全て閉じて、Instrument Optimization をダブルクリックし、Instrument Optimization を起動する。



- 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。

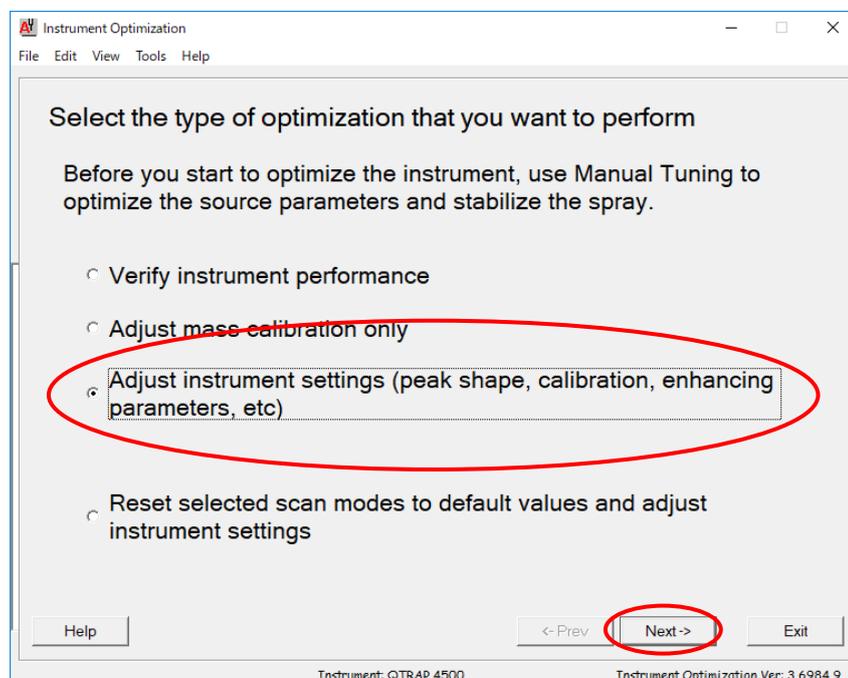


- ④ プログラムの初期起動がスタートし、起動途中で警告画面が表示しますので Continue をクリックします。
これは現在のパラメータ設定に対する警告メッセージで、納品時に弊社エンジニアにより Instrument Optimization 推奨の設定から実際の使用に則した設定に変更しているためであり、問題ありません。



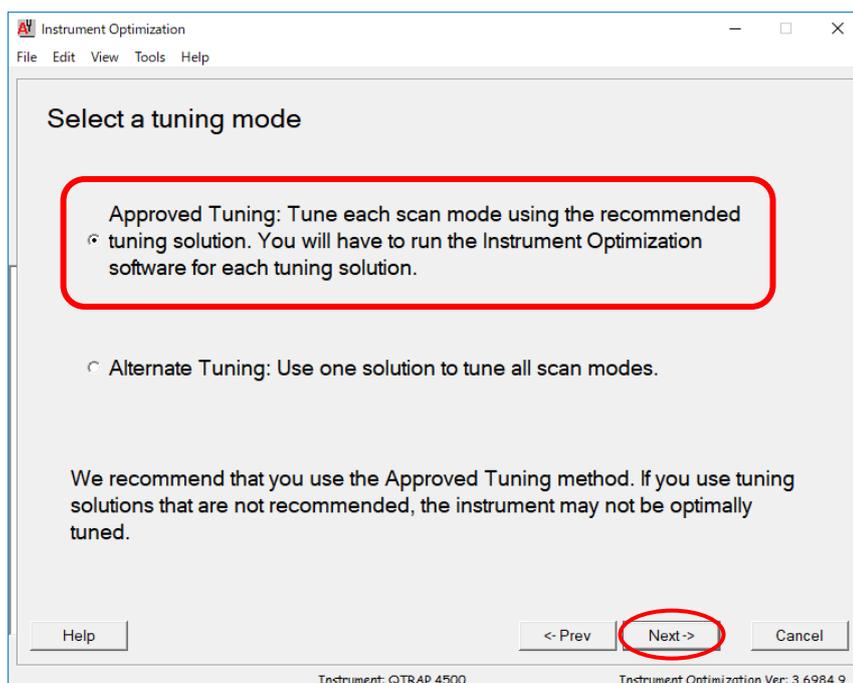
⑤ 「Adjust instrument settings」を選択後、Next をクリックします。

- 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。



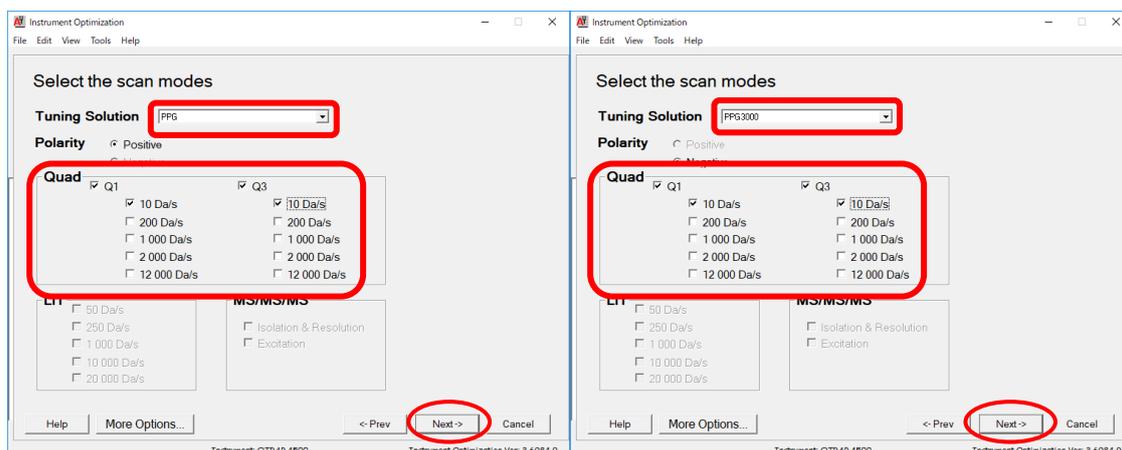
⑥ Approved Tuning の Tuning Mode を選択し、Next をクリックします。

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。



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)。

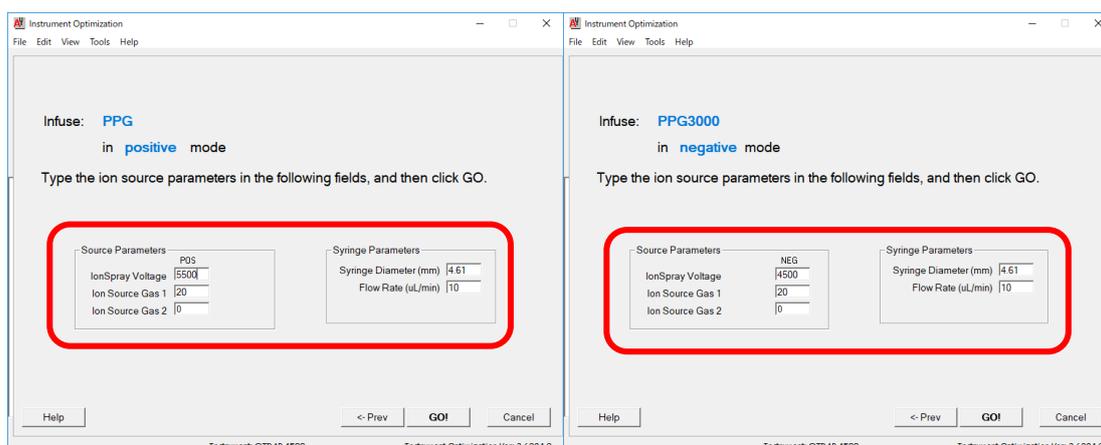


< POSITIVE モード用の試薬を選択した場合 >

< 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。

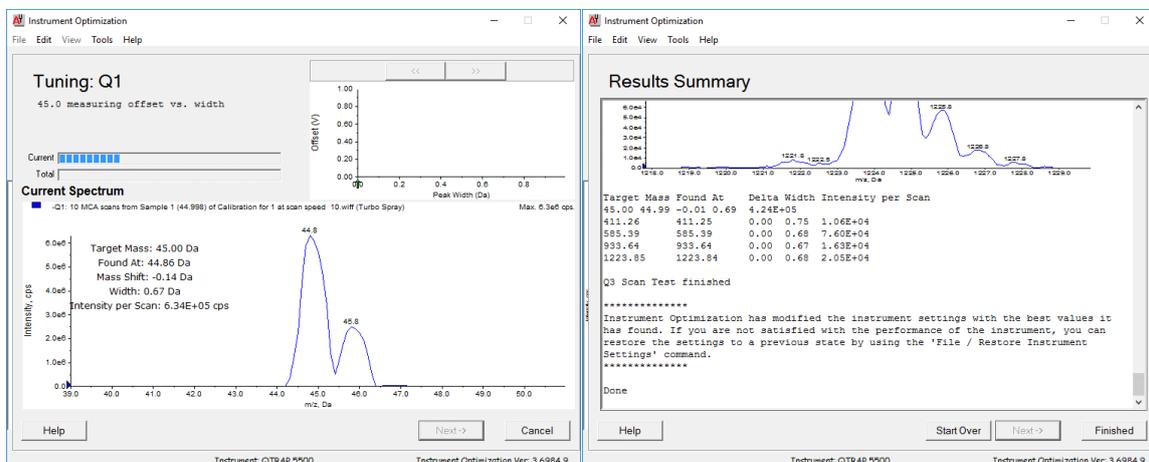
- IonSpray Voltage : Positive は「5500」、Negative は「4500」を入力
- Ion Source Gas1 : 20
- Ion Source Gas2 : 0
- Syringe Parameter : Syringe Diameter は「4.61」、Flow Rate は「10」
(納品時に同梱されている 1ml シリンジを用いる場合)



< POSITIVE モード用の試薬を選択した場合 >

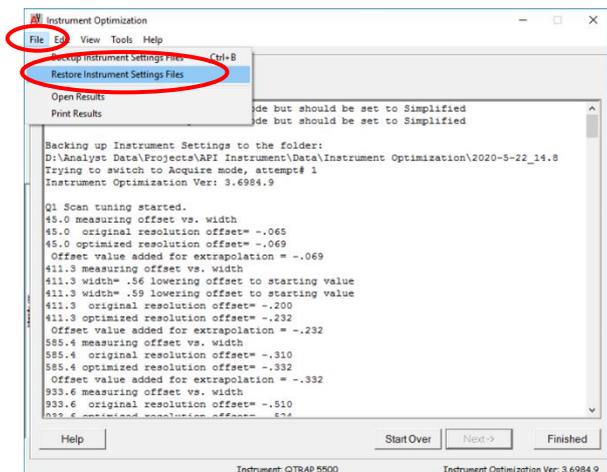
< NEGATIVE モード用の試薬を選択した場合 >

- 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。

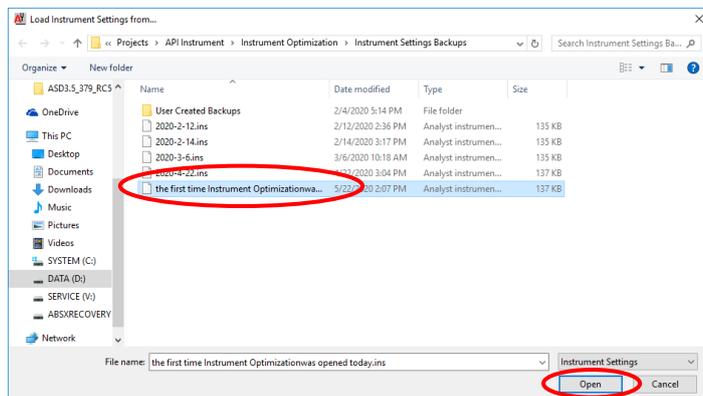


- ⑩ ピーク形状が安定しない等の理由で調整が上手く出来なかった場合、変更されたパラメータを元に戻すことができます。

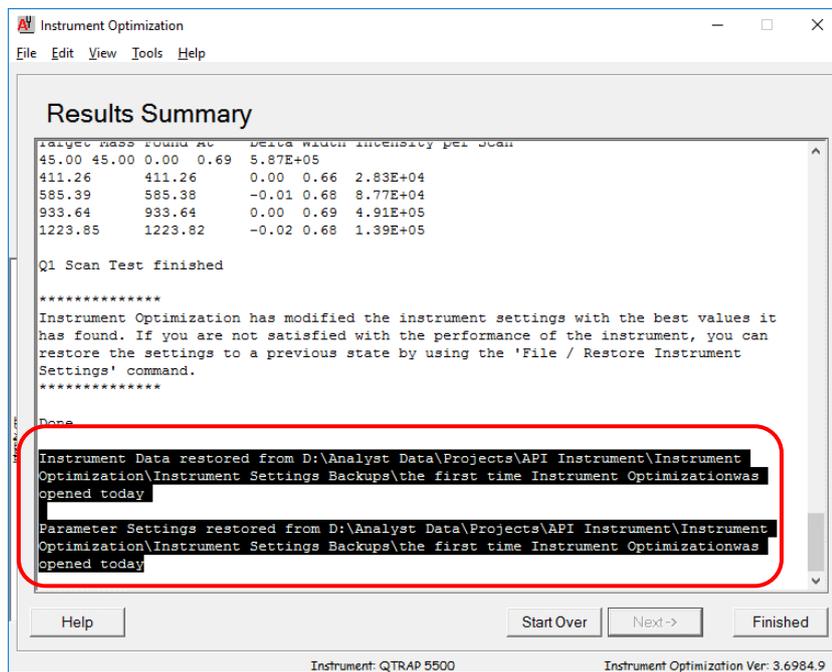
ア. 「File」から「Restore Instrument Settings Files」を選択します。



イ. Instrument Settings Backups フォルダ内から「the first time Instrument Optimization was opened today.ins」を選択して「Open」をクリックします。



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。



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。

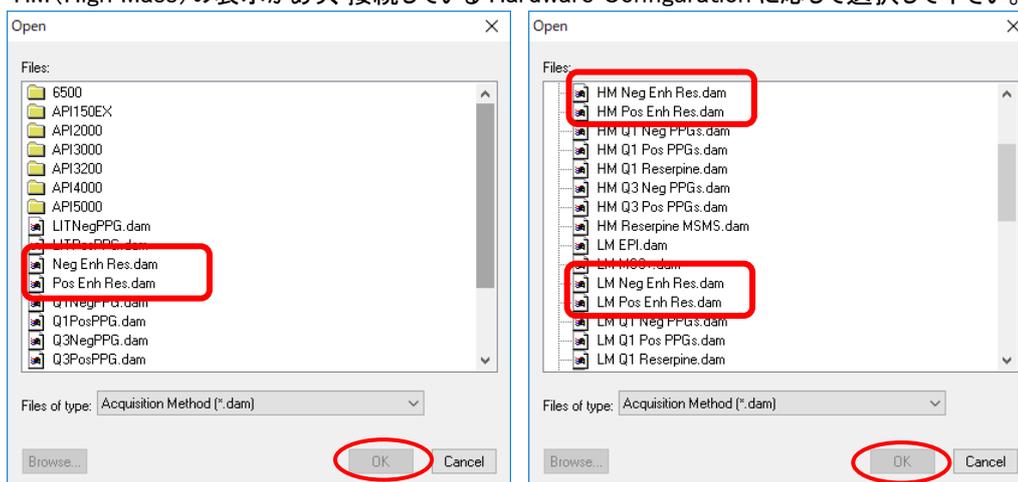
極性(Positive, Negative) 2種類、Scan Rate 5種類の組合せ合計 10種類の異なる設定があります。

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

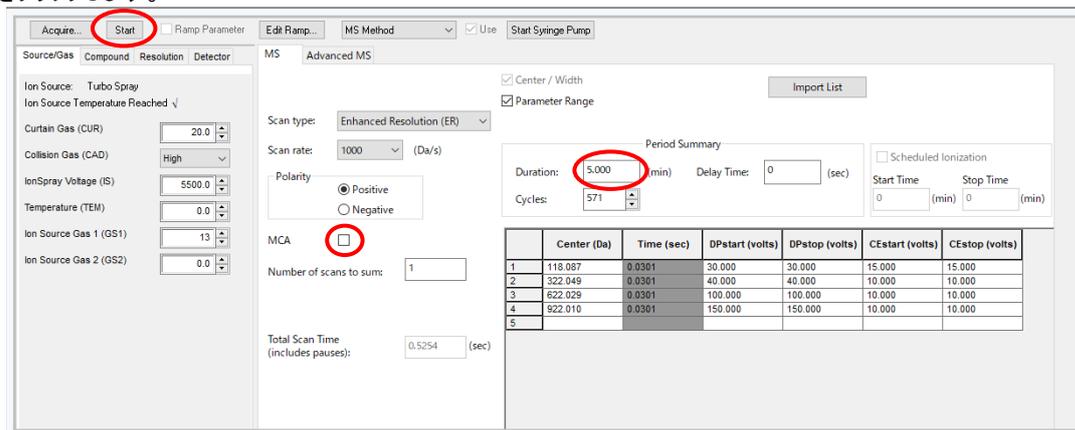
- ① Open File アイコンをクリックし、Open ウィンドウからファイルを選択(ファイル名が若干異なる場合があります)し、OK をクリックすると指定されたメソッドが開きます。
 - Positive の場合 : Pos Enh Res.dam
 - Negative の場合 : Neg Enh Res.dam
- ② 6500 Series は、メソッドの前に LM(Low Mass)ならびに HM(High Mass)の表示があり、接続している Hardware Configuration に応じて選択して下さい。
- ③ なお、メソッドを切り変えた際はメソッドを保存するかメッセージが出ますが、「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。

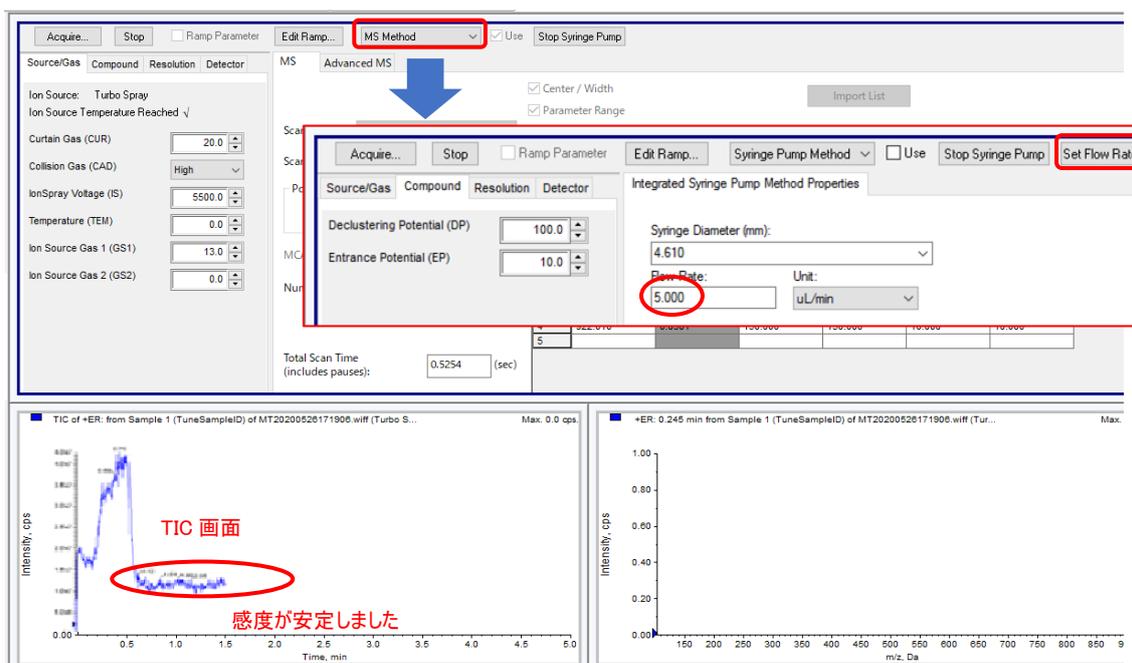
※スキャン開始後、シリンジポンプの表示が「Stop Syringe Pump」に変化しない場合は、「Start Syringe Pump」をクリックします。



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 $\mu\text{L}/\text{min}$ 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。



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。

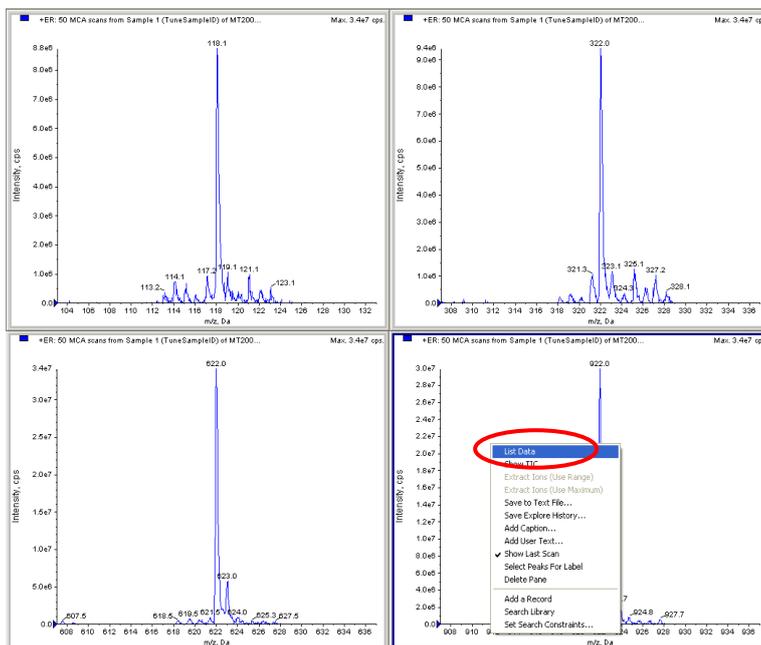
	Center (Da)	Time (sec)	DPstart (volts)	DPstop (volts)	CEstart (volts)	CEstop (volts)
1	118.087	0.0301	30.000	30.000	15.000	15.000
2	322.049	0.0301	40.000	40.000	10.000	10.000
3	622.029	0.0301	100.000	100.000	10.000	10.000
4	922.010	0.0301	150.000	150.000	10.000	10.000
5						

- 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。

Fill Time は Scan Rate により下表のとおり異なります。

	Positive	Negative
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 / 0.2 ms	0.05 ms / 0.2 ms

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。



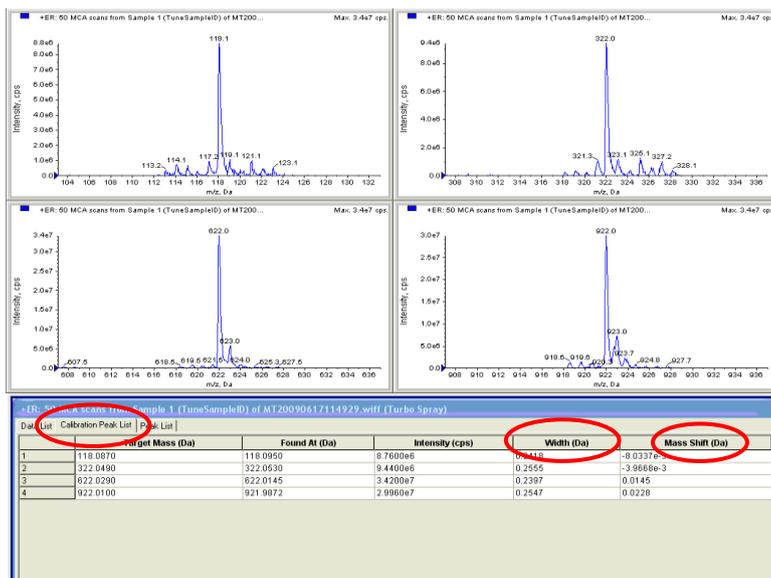
⑥ 質量精度と分解能を表示

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

- 分離能が範囲内の場合 : 調整の必要はなく作業終了
- 分離能が範囲外の場合 : サイエックスへご連絡下さい
- 質量精度が範囲外の場合 : マニュアルの続きを実施して下さい



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

Scan Rate (Da/s)	Positive		Negative	
	Mass (Da)	Width (Da)	Mass (Da)	Width (Da)
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

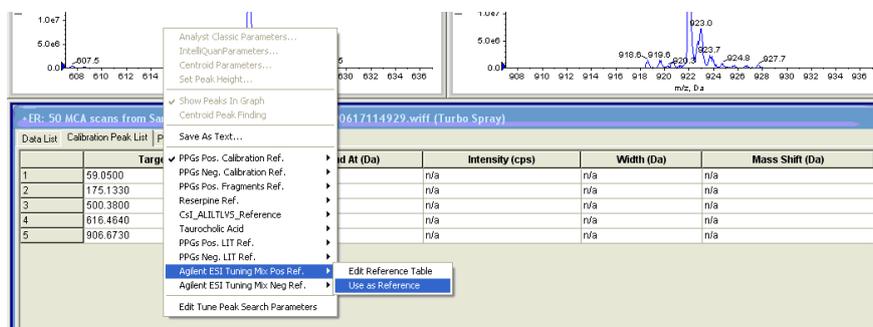
<5500QTRAP ならびに 6500QTRAP(Low Mass)分解能(Width)の規定値>

Scan Rate (Da/s)	Positive		Negative	
	Mass (Da)	Width (Da)	Mass (Da)	Width (Da)
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。

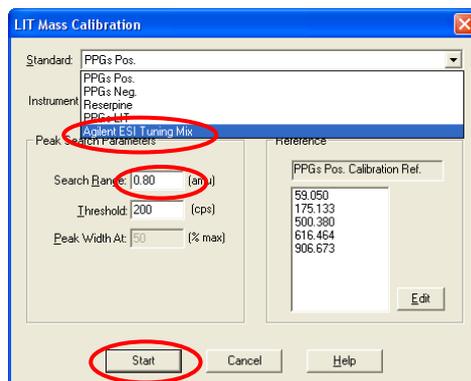
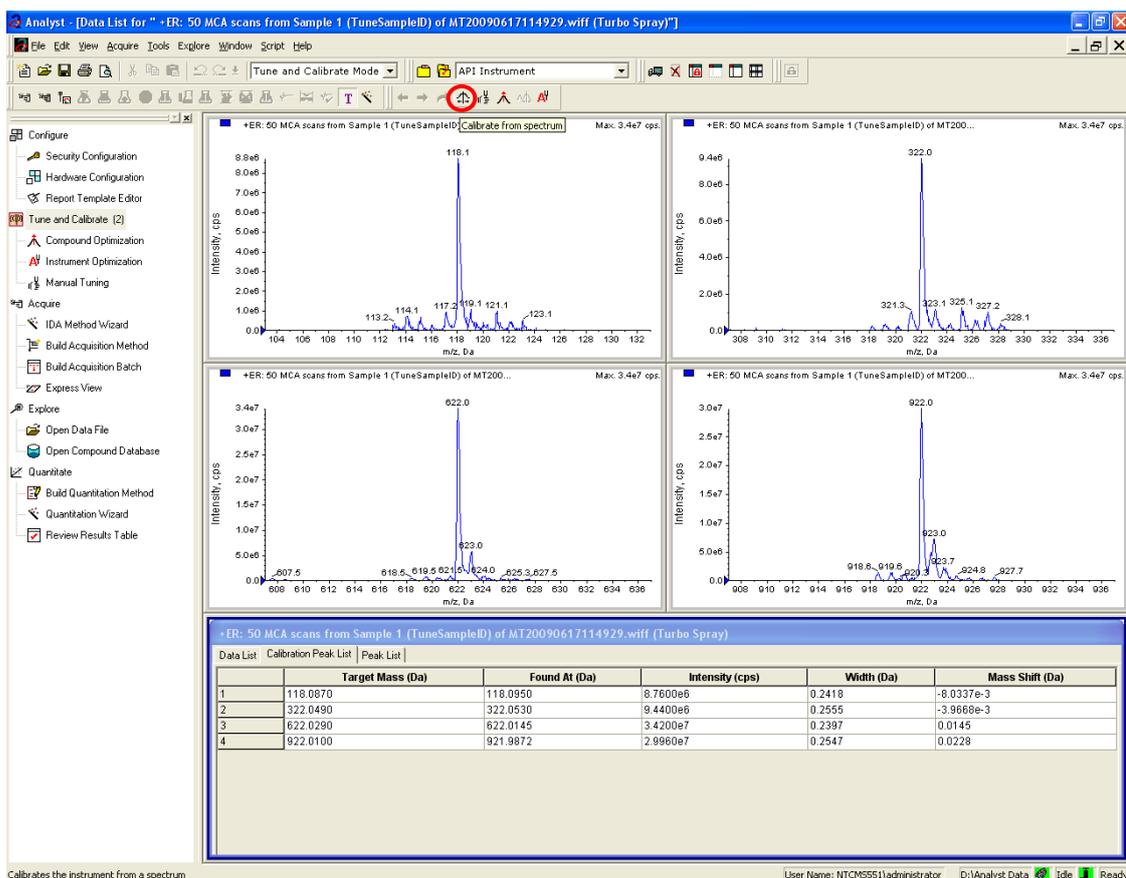
- Positive の場合 : Agilent ESI Tuning Mix Pos Ref → Use as Reference
- Negative の場合 : Agilent ESI Tuning Mix Neg Ref → Use as Reference



⑦ 質量数を補正する

A. 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。

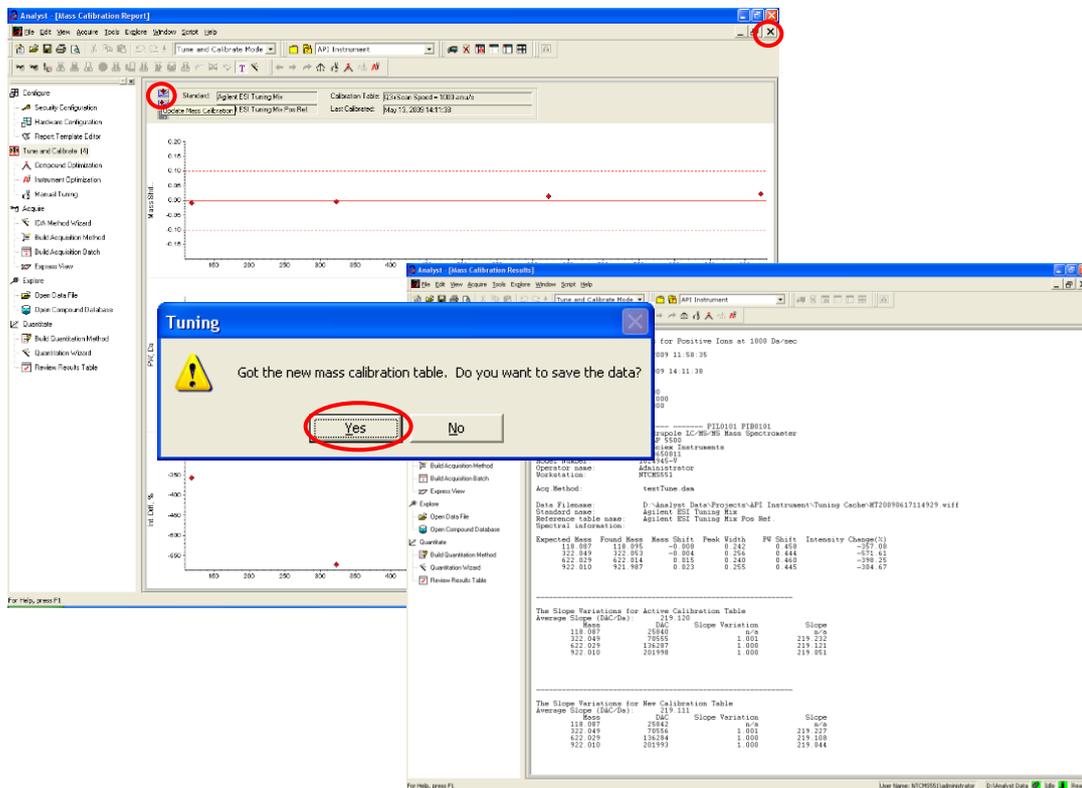


イ. 調整結果を保存する

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ィンドウにて、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)



The screenshot displays the software interface with a 'Tuning' dialog box in the foreground. The dialog box contains a warning icon and the text: 'Got the new mass calibration table. Do you want to save the data?'. The 'Yes' button is circled in red. In the background, the 'Mass Calibration Results' window is visible, showing a plot of Mass Shift vs. m/z and a table of results.

Expected Mass	Found Mass	Mass Shift	Peak Width	FW Shift	Intensity Change(%)
118.087	118.095	-0.008	0.242	0.458	-27.08
132.049	132.053	-0.004	0.256	0.444	-61.61
622.029	622.014	0.015	0.243	0.462	-286.25
922.010	921.987	0.023	0.255	0.445	-384.67

The Slope Variations for Active Calibration Table				
Average Slope (Da/De)	Mass	Da/De	Slope Variation	Slope
0.19120	118.087	0.8642	0.6	0.6
	132.049	0.8656	1.001	219.232
	622.029	1.00289	1.000	219.122
	922.010	201998	1.000	219.051

The Slope Variations for New Calibration Table				
Average Slope (Da/De)	Mass	Da/De	Slope Variation	Slope
0.19111	118.087	0.8642	0.6	0.6
	132.049	0.8656	1.001	219.227
	622.029	1.00284	1.000	219.108
	922.010	201993	1.000	219.044

ウ. 調整結果を確認する

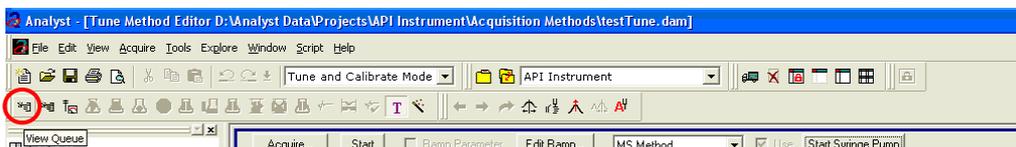
「5.2 メソッドを開く」から再び実施し、Mass Shift が規定値内であることを確認して下さい。

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。

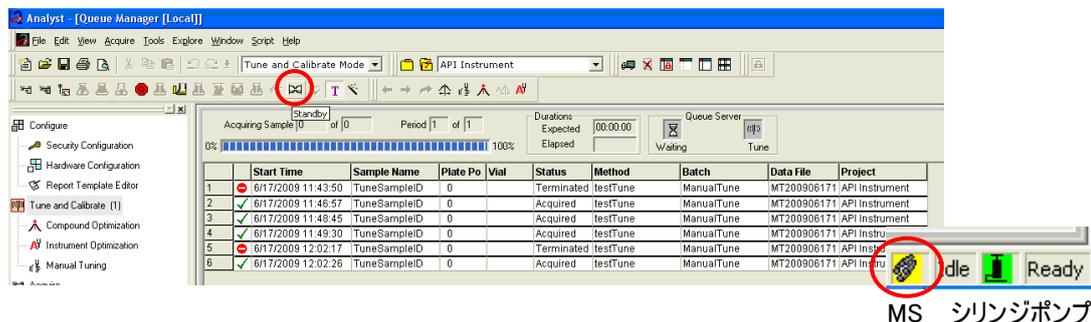
6 終了

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。

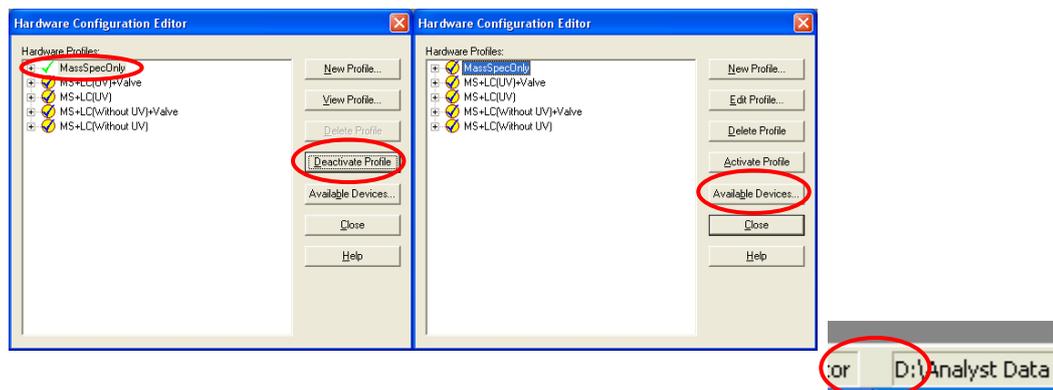
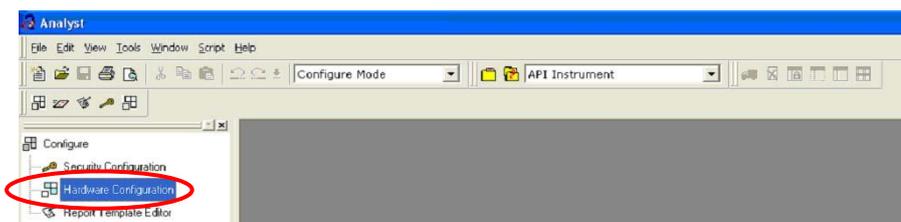


- ② Standby をクリックすると機器は Stand By となります。Analyst 画面右下の機器のアイコンが黄色に変わります。



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 ウィンドウ内の 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。



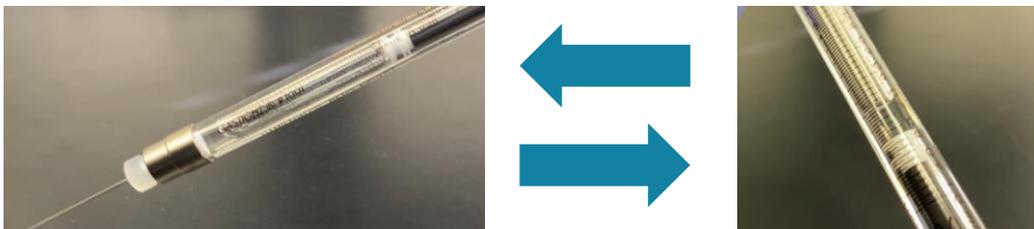
7 シリンジの取り扱い例

7.1 シリンジへの充填例

- ① シリンジにノードルをねじり、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 シリンジからノードルを取り、チューブのアダプタに取り換えます。

アダプタ



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。



