

TripleQuad™ / QTRAP®

LC-MS/MS System

シリーズ

初級定量トレーニングテキスト

- SCIEX OS ソフトウェア説明用資料 -

(測定 : SCIEX OS, 定量 : SCIEX OS)

メソッド開発

ソフトウェアのバージョンにより、画面や操作方法が若干異なる場合があります。

予めご了承ください。

株式会社 エービー・サイエックス

アプリケーションサポート

2026年1月



目次

1	講義資料	1-1
2	ソフトウェアの概要	2-1
3	SCIEX OS ソフトウェアの起動と各モードについて	3-1
4	測定	4-1
4.1	測定の流れ	4-1
4.2	ソフトウェアの起動	4-2
4.3	プロジェクトの作成	4-2
4.4	装置の Configuration	4-3
4.5	機器の平衡化	4-5
4.6	最適化	4-6
A)	MS 内部のパラメータの最適化(Infusion による自動最適化)	4-8
B)	イオンソースの最適化(FIA による自動最適化)	4-19
4.7	測定メソッド(Acquisition Method)の完成(MS Method)	4-31
4.8	測定メソッド(Acquisition Method)の完成(LC Method)	4-32
4.9	測定	4-38
5	停止操作	5-1
6	データの確認	6-1
7	SCIEX OS Software を用いた定量解析	7-1
7.1	SCIEX OS Software の Analytics の起動	7-3
7.2	Project の選択	7-3
7.3	初期設定の変更	7-4
7.4	Result Table の作成	7-5
7.5	Results Table の確認、編集	7-10
7.6	クロマトグラムの表示	7-11
7.7	パラメータの変更	7-12
7.8	手動積分	7-13
7.9	検量線の表示、重みづけ、検量線の種類を変更	7-14
7.10	データの追加と削除	7-15
7.11	Report の作成	7-16

本マニュアル中での装置の表示について、一部下記のように表示しております。

機種		略称
SCIEX Triple Quad™ 4500 LC/MS/MS System	SCIEX QTRAP® 4500 LC/MS/MS System	4500 シリーズ
SCIEX Triple Quad™ 5500 LC/MS/MS System	SCIEX QTRAP® 5500 LC/MS/MS System	5500 シリーズ
SCIEX Triple Quad 5500+ LC-MS/MS System – QTRAP® Ready	SCIEX QTRAP® 5500+ LC-MS/MS System – QTRAP® Activated	5500+ シリーズ
SCIEX Triple Quad™ 6500 LC/MS/MS System	SCIEX QTRAP® 6500 LC/MS/MS System	6500 シリーズ
SCIEX Triple Quad™ 6500+ LC/MS/MS System	SCIEX QTRAP® 6500+ LC/MS/MS System	6500+ シリーズ
SCIEX Triple Quad™ 7500 LC-MS/MS System – QTRAP® Ready	SCIEX Triple Quad™ 7500 LC-MS/MS System – QTRAP® Activated	7500 シリーズ
SCIEX Triple Quad™ 7500+ LC-MS/MS System – QTRAP® Ready	SCIEX Triple Quad™ 7500+ LC-MS/MS System – QTRAP® Activated	7500+ シリーズ

1 講義資料



初級定量トレーニングコース – 講義資料 –
サイエックス アプリケーションサポート


2025/04

 SCIEX
The Power of Precision

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

1

目次



- LC-MSの概要
- 測定メソッドと自動最適化 (メソッド作成)
 - ルーチン分析の方は参考資料になります。
- その他のTips ★ ルーチン分析コースの方は
このマークのあるページ以外は参考資料になります。

MS用語について:
Updateされることがありますので、正式な定義などにつきましては以下を参照ください。
http://www.mssi.jp/publications/pdf/MS_Terms_2009.pdf

2

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

2

LC-MSの概要



- 試料溶液をHPLCで分離した後、溶出物質をイオン化し、質量分析部に導入
- イオンを質量/電荷比(m/z)によって分離・検出する方法
- LCの保持時間と物質固有のm/zの両面から解析できる

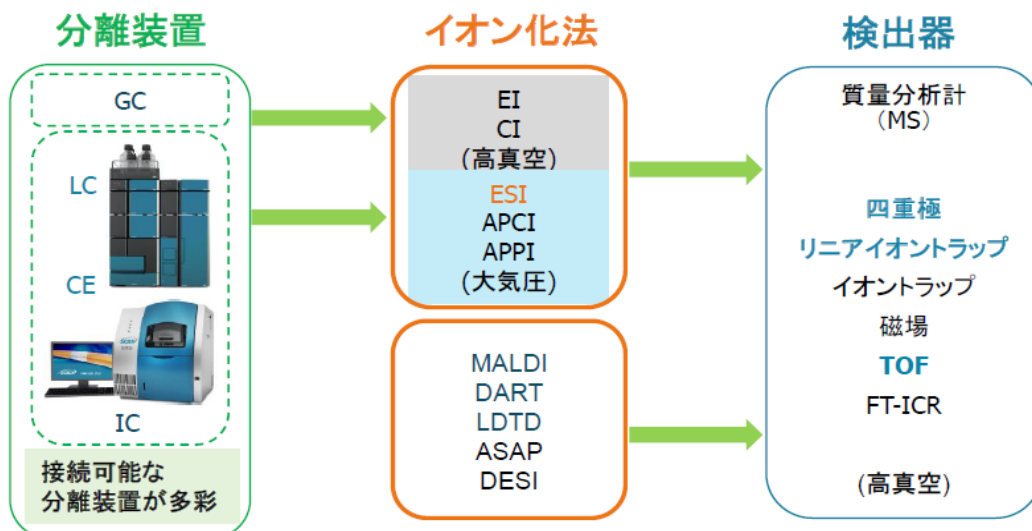


3

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

3

LC-MSの概要 -質量分析計のタイプ-



4

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

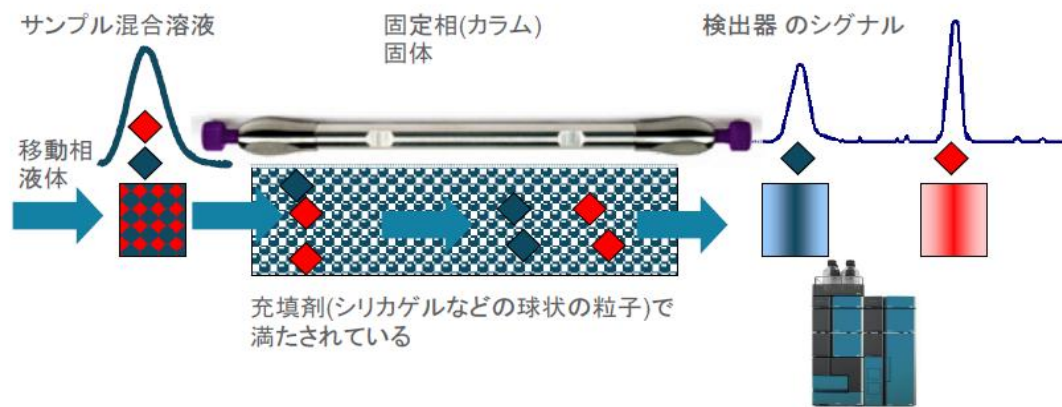
4

高速液体クロマトグラフ(LC)とは



- 試料中の検出したい成分の分離

- 各成分と固定相・移動相との親和性・相互作用の違いにより、溶出する時間が異なる



5

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

5

質量分析装置(MS)とは

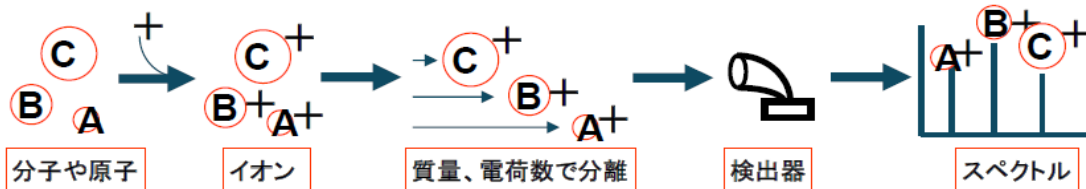


物質の質量を測定する装置

目に見えない、手に取れないものを、どうやって量るの？



▶ 分子や原子をイオン化し、質量と電荷数の違いで分離・検出する。



6

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

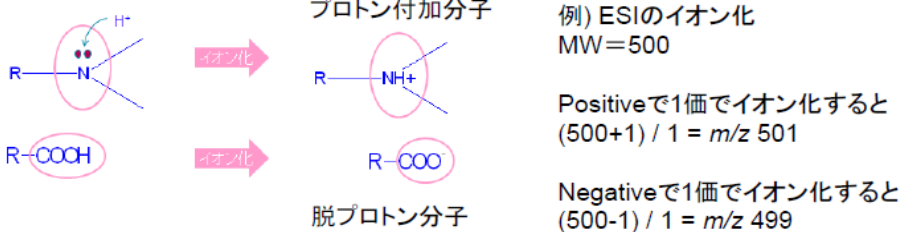
6

質量分析装置(MS)とは



物質の質量を測定する装置

MSが検出する値は
 m/z (m オーバー z)
 m …イオンの質量
 z …イオンの電荷数
 m/z の値と電荷数から、質量を算出

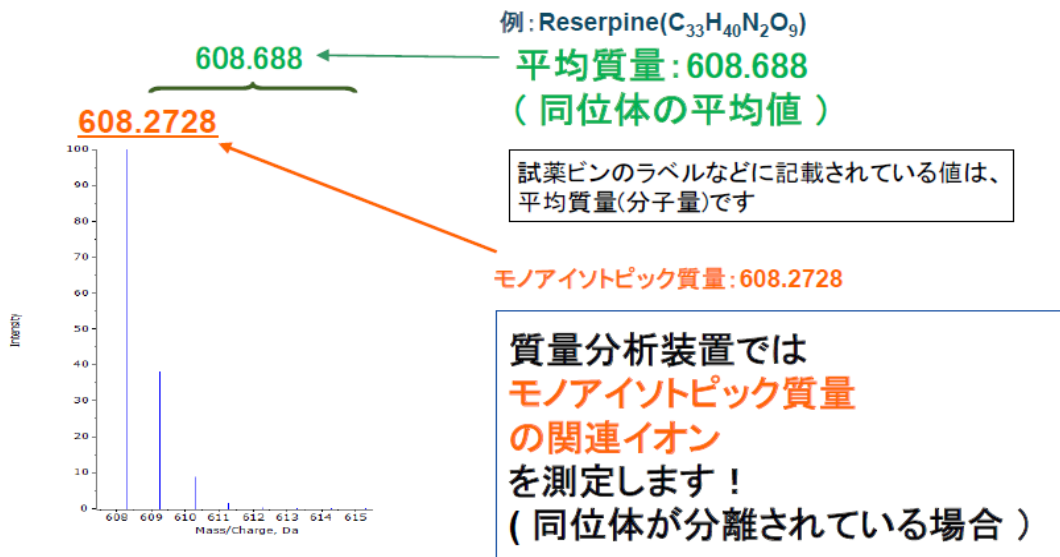


7

© 2023 DH Tech. Dev. Plc. Ltd.

7

平均質量とモノアイソトピック質量



8

© 2023 DH Tech. Dev. Plc. Ltd.

8

平均質量(分子量)とは



その化学種を構成するすべての元素の原子量の和 (average mass)

平均質量(分子量): 原子量から計算された数値
 ex. 炭素Cの安定同位体の質量と存在度

	質量	天然同位体存在度
^{12}C	12.00000	98.93%
^{13}C	13.00336	1.07%

※原子量とは、同位体存在比を重率として、かけて求めた平均値

H 1.00794
C 12.0107
N 14.0067
O 15.9994

試薬ビンのラベルなどに記載されている値は、平均質量(分子量)です

$\text{C}_{33}\text{H}_{40}\text{N}_2\text{O}_9$ (Reserpine) の分子量: 608.688

9

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

9

モノアイソトピック質量とは



各元素について天然存在比が最大の同位体の質量を用いて計算したイオンまたは分子の計算精密質量(exact mass)

モノアイソトピック質量 (Monoisotopic Mass) :

安定同位体中、最も存在比の高い質量から計算された数値

ex. 炭素Cの安定同位体の質量と存在度

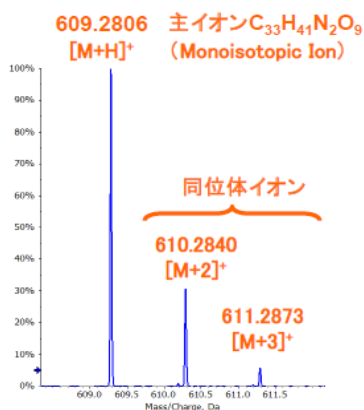
	質量	天然同位体存在度
^{12}C	12.00000	98.93%
^{13}C	13.00336	1.07%

天然存在比が最大の同位体の質量

^1H 1.0078
 ^{12}C 12.0000
 ^{14}N 14.0031
 ^{16}O 15.9949

$\text{C}_{33}\text{H}_{40}\text{N}_2\text{O}_9$ のモノアイソトピック質量: **608.2728**

モノアイソトピックイオン $[\text{M}+\text{H}]^+$ = **608.2728 + H**
 = **609.2806**



10

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

10

m/z と多価イオン

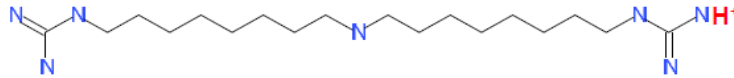
多価イオンのm/zの計算(H⁺付加の場合)
(モノアイソトピック質量+ H⁺の数) / (H⁺の数)



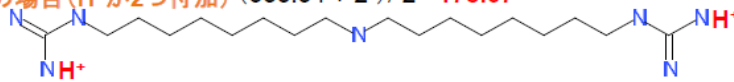
- 質量分析装置では、**m/z** が観測されます。(M.W.ではありません。)
- エレクトロスプレーイオン化法(ESI法)では、**多価イオン** が観測されることがあります。

イミノクタジンの正イオンの例 ※プロトンが付加している位置は一律ではありません。

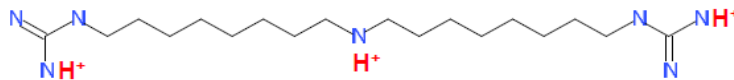
1価の場合(H⁺が1つ付加) (355.34 + 1) / 1 = **356.34**



2価の場合(H⁺が2つ付加) (355.34 + 2) / 2 = **178.67**



3価の場合(H⁺が3つ付加) (355.34 + 3) / 3 = **119.44**



11

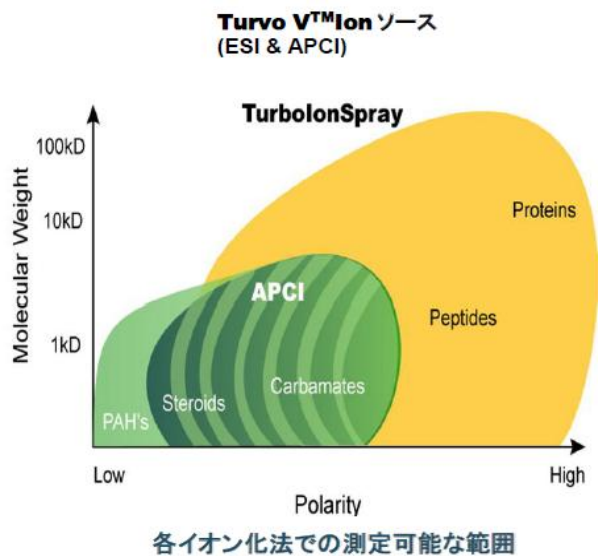
© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

11

LC/MSのイオン化法の種類



- エレクトロスプレーイオン化法
 - ElectroSpray Ionization, **ESI**
- 大気圧化学イオン化法
 - Atmospheric Pressure Chemical Ionization, **APCI**



12

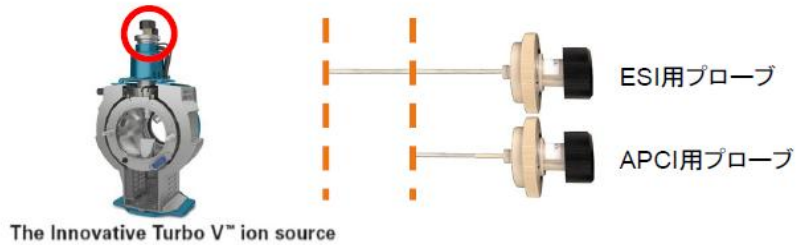
© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

12

Turvo V™ Ion Source



ESIからAPCIに簡単に切り替えられます



- 別のイオン源を用意する必要なし、ESI、APCI共用の1つのイオン源
- ESIおよびAPCIプローブは、MSシステムに標準装備
- プラグアンドプレイ、プローブを交換するだけでMSが自動認識
- プローブの交換は、1分間の簡単な作業
- 詳細は「APCI操作マニュアル」をご確認下さい

13

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

13

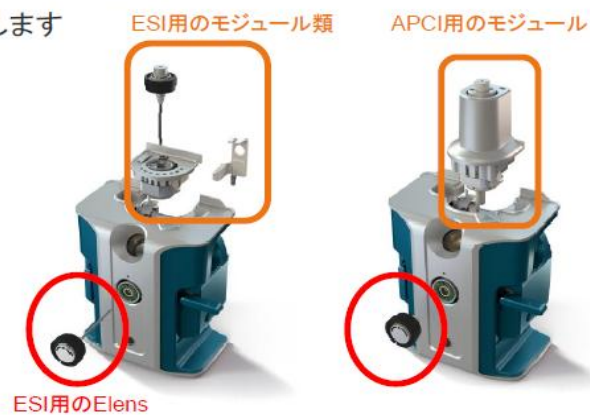
OptiFlowPro



ESIからAPCIに簡単に切り替えられます

- モジュールとElensの組み合わせで自動認識
- ESI (Analytical) モジュールはMSシステムに標準装備
- APCIモジュールはオプション
- 詳細は「APCI操作マニュアル」をご確認下さい

APCIのElensはプラグを使用します



14

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

14

イオン化法の特徴



		ESI	APCI
対象 サンプル	最大分子量	数10万Da	約1300Da
	極性	中極性～高極性	低極性～高極性
	熱に不安定な サンプル	可能	適さない
	揮発性	影響なし	揮発性成分に対して有効
対応流速		数nL～3mL/min	0.2～2.0 mL/min
イオンサプレッション イオンエンハンスメント		起こる	少ない
LC溶媒の影響		影響されやすい	影響されにくい
その他		<ul style="list-style-type: none"> ・広範囲の化合物測定に有効 ・多価イオンが生じるので高分子化合物の分析にも有利 ・クラスター(多量体)が生成するため、高濃度側での検量線の直線性が低下する場合がある。 	<ul style="list-style-type: none"> ・気化を促進するためプローブを熱している ・生体サンプルなど不揮発性の物質を多く含む場合、長時間の測定によりコロナニードルが汚れるため感度が低下する。(コロナニードルのクリーニングを行えば感度は復帰する。)

15

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

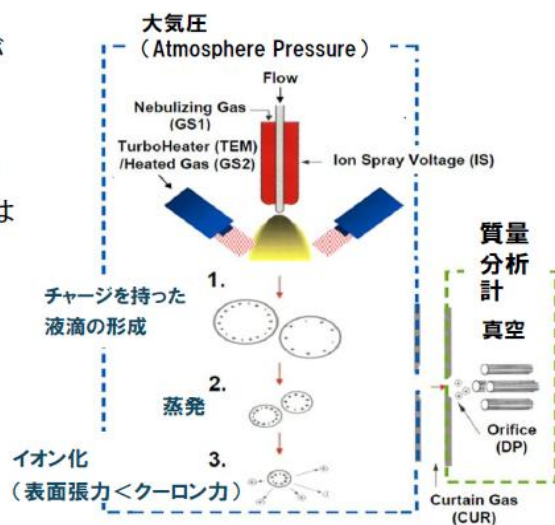
15

イオン化法



ESIのイオン化

- 1) イオンを多量に含む液滴が形成される。
- 2) 液滴の溶媒が蒸発するにつれ液滴が小さくなりイオンが凝集する。
- 3) さらに蒸発が進むと液滴は表面張力により内側に集まろうとするがイオンは電荷の反発により気相に飛び出す。



16

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

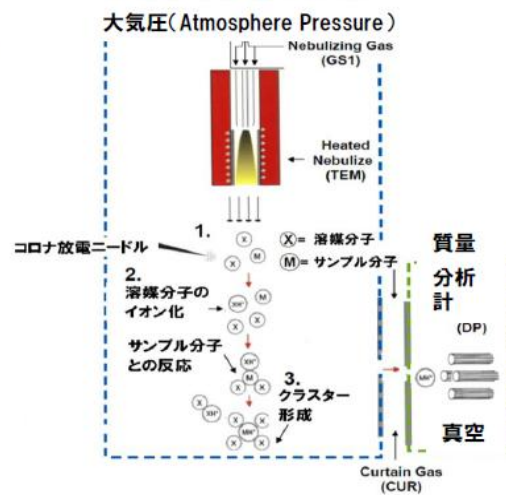
16

イオン化法



APCIのイオン化

- 1) キャピラリから噴霧された
サンプル溶液の液滴を熱で気化される。
- 2) コロナ放電で生成させた
イオン種(反応イオン)と反応させて
イオン化する。



17

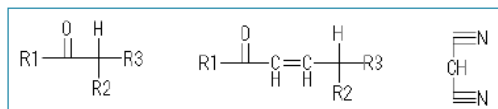
© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

17

イオン化法とイオン化されやすい部分構造



	最大質量	Positive Mode	Negative Mode
ESI	10000以上	R-NH ₂	R-SO ₃ H, R-SO ₃ X, R-O-SO ₃ H, R-O-SO ₃ X, R-COOH, R-COOX,
APCI	1000程度	R-NH ₂ , R-COOR', R-CHO,	R-SO ₃ H, R-SO ₃ X, R-O-SO ₃ H, R-O-SO ₃ X, R-COOH, R-COOX,

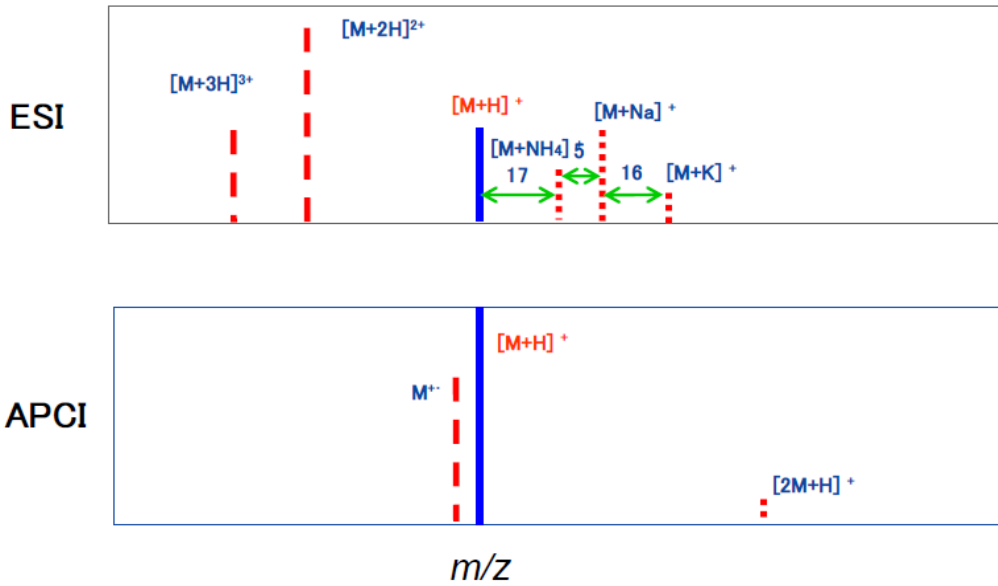


18

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

18

生成する主なイオン種 (Positive Mode)

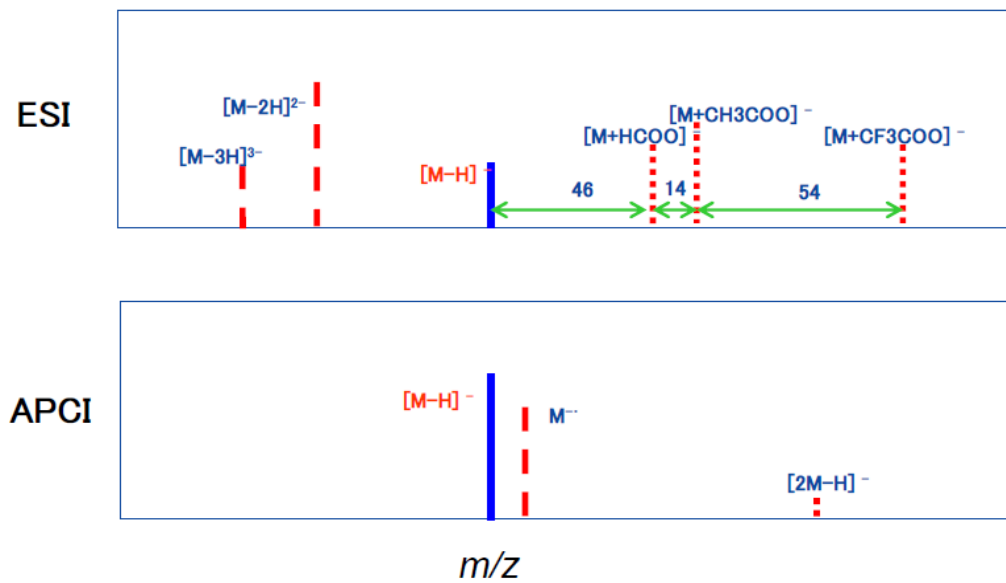


19

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

19

生成する主なイオン種 (Negative Mode)



20

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

20

SCIEXで販売している種類のみ表記

• 四重極質量分析計

- 小型で定量性が良好
- 質量範囲は数千Da、分解能は数千程度

• イオントラップ質量分析計

- 小型で、単独でフラグメントイオンを測定できるため、構造解析等に使用される
- トラップできるイオンの量に制限があるため、定量性は低い
- 質量範囲は数千Da、分解能は通常数千程度(狭い範囲に限れば分解能は向上する)
 - 3Dイオントラップ
 - リニアイオントラップ
 - トラップする空間が広く、トラップの問題点を解消している

• 飛行時間型(Time of flight)質量分析計

- 質量範囲が広く(理論的には無限大)、分解能も高い(数万程度)
- 比較的大型で、定量性も兼ね備えた装置は高価

• その他

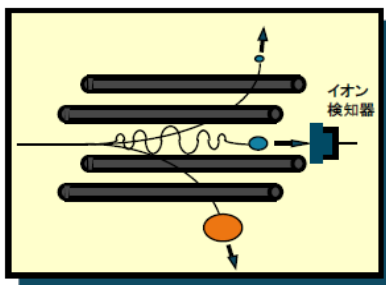
- 磁場型(分解能が高く、定量性もあるが、大型で、重い)
- フーリエ変換型など(最も分解能が高い)

21

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

21

四重極質量分析計



四重極 Quadrupole

4本の電極の対向する電極にそれぞれ、直流電圧と交流電圧を印加し、各質量特有の周波数を利用して、質量のふるいわけを行う。

【特長】

- 比較的安価で操作性が良い
- 分解能は0.7u程度だが、定量の場合十分
- 検量線の直線性が高く、ダイナミックレンジが広い

22

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

22

四重極質量分析計の測定方法

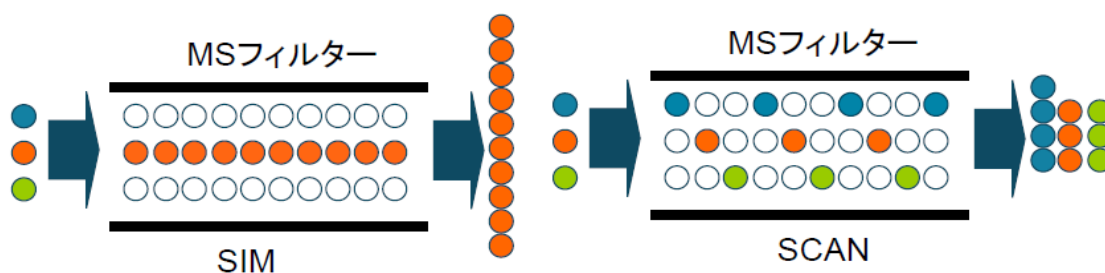


SIMモード

- 質量固定でマスフィルターとして機能
- マスフィルターの条件 (m/z) は固定され、ターゲットのイオン全てが検出器に到達するため、高感度
- 固定したイオン以外は検出されない

スキャンモード

- 質量の順にイオンが選択されていく
- マスフィルターの条件 (m/z) を連続的に変化させるため、検出器に到達せず排除されるイオンがある
- 指定した m/z の範囲のすべてのイオンが検出される



23

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

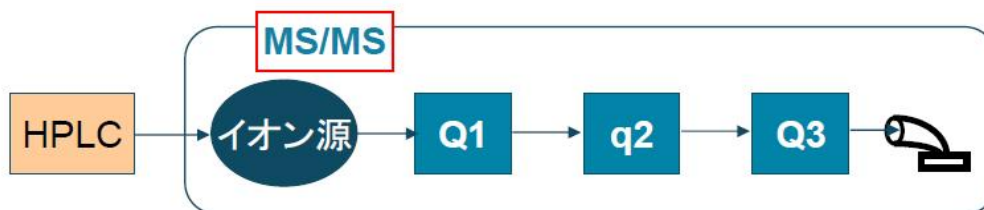
23

トリプル四重極(タンデム)LC/MS/MSとは?



質量を分離できる部分を2箇所持っているLC/MSのこと

トリプル四重極LC/MS/MSの例



【用語解説】

Precursor Ion(プリカーサーイオン):

元のイオンのこと。前駆イオンともいう

Fragmentation(フラグメンテーション):

イオンが結合開裂により、小さい質量のイオンを生成する反応、断片化ともいう

Product Ion(プロダクトイオン):

ある特定のイオンから生成したイオンを指す。フラグメントイオンともいう

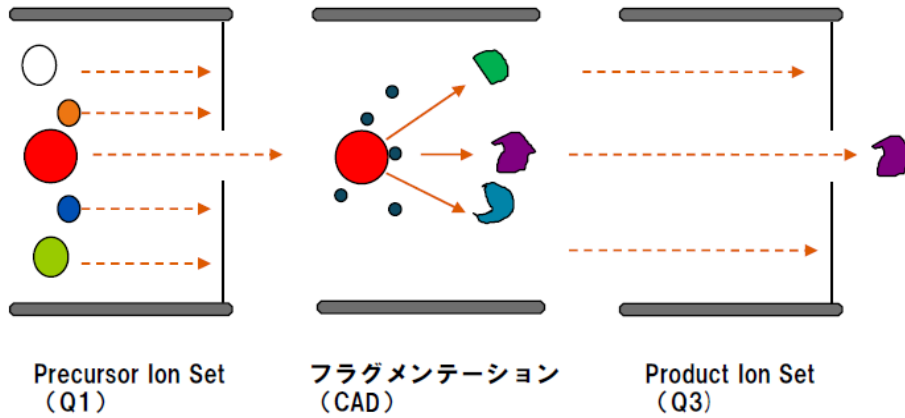
(参照: 日本質量分析学会マスマスベクトロメトリー用語集)

24

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

24

トリプル四重極 Multiple Reaction Monitoring (MRM)



Q1: 主にPrecursor Ionをスキャン/選択します。
 q2: Q1で選択されたPrecursor IonイオンをFragmentationします。
 Q3: Q2で生成されたProduct Ionをスキャン/選択します。

25

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

25

トリプル四重極 -MRMモードの特長-



MRM: Q1およびQ3がペアとなる固有のセットで測定される

- 複数のPrecursor Ion(Q1)とProduct Ion(Q3)のペアを設定できる

	Group ID	Compound ID	Q1 mass (Da)	Q3 mass (Da)	Dwell time (ms)
1	Methamidophos	Methamidophos 1	142.000	124.900	100.000
2	Methamidophos	Methamidophos 2	142.000	94.000	100.000
3	DEET	DEET 1	192.100	119.100	100.000
4	DEET	DEET 2	192.100	91.000	100.000
5	DEET	Cymoxanil 1	199.100	128.100	100.000

- バックグラウンドが低く、高S/Nが得られるためMS/MSモードの中で最も検出限界値 (LOD) が低い
- 高感度微量定量に向いており、マスクロマトグラムの面積を基に、スタンダードから得た検量線と比較し定量が可能
- 検量線の範囲が広い
- 選択性が高いため、一斉分析に有効
- 1成分あたりの測定時間 (dwell time) で連続測定

26

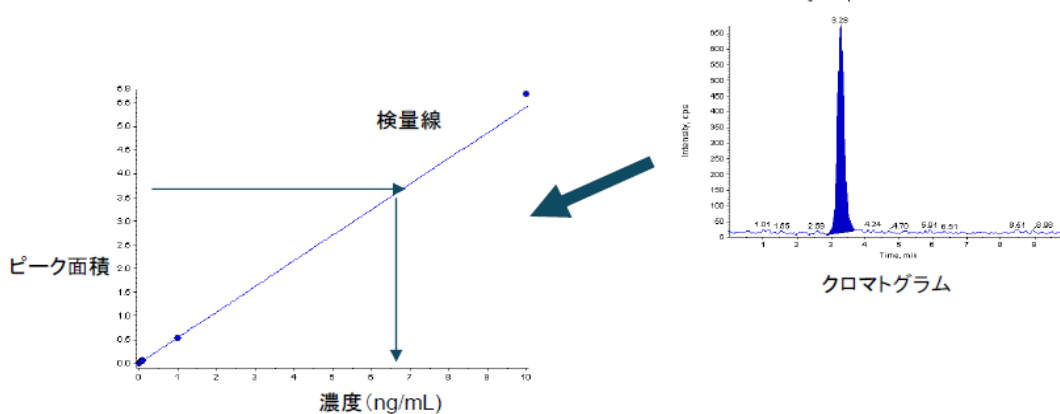
© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

26

定量分析とは？（絶対定量）



- 標準物質で検量線を作成
- 検量線とピーク面積から、サンプルの濃度を計算で求める



質量による分離のため、UVや蛍光検出器など他の検出器と比較すると特異性が高い

→ 高いS/Nにより、検出感度が良い

27

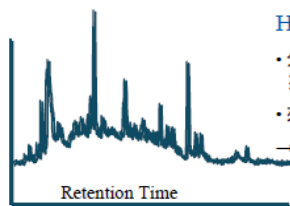
© 2023 DH Tech. Dev. Plc. Ltd.

27

UV vs MS vs MS/MS



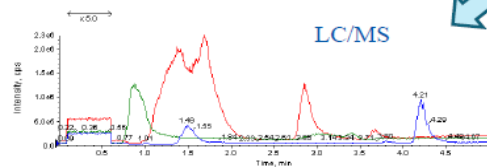
トリプル四重極のSRMモードのダブルフィルタリング効果は、定量分析に最適



夾雑ピークが多く、バックグラウンドも高い

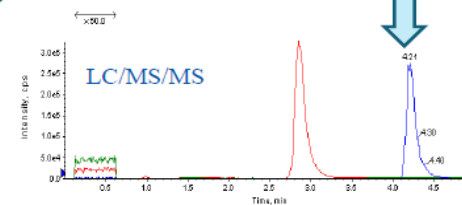
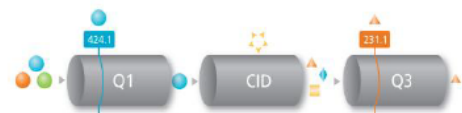
HPLC

- 分析種に適切な波長付近でも、吸収を示す夾雑成分は非常に多い
- 夾雑成分との分離が必要
- 分離時間を長くしても排除できない場合も



夾雑ピークが少なく、バックグラウンドは低い

LC/MS



さらに、夾雑ピークが少なく(高選択性)バックグラウンドが低い(高S/N)

28

© 2023 DH Tech. Dev. Plc. Ltd.

28

目次



- LC-MSの概要
- 測定メソッドと自動最適化 (メソッド作成)

– ルーチン分析の方は参考資料になります。

- その他のTips

★ ルーチン分析コースの方は
このマークのあるページ以外は参考資料になります。

MS用語について:

Updateされることがありますので、正式な定義などにつきましては以下を参照ください。

http://www.mssi.jp/publications/pdf/MS_Terms_2009.pdf

29

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

29

四重極質量分析計のスキャンタイプ



- MSモード {
- Q1 Scan
 - Q1 Multiple Ions (SIM)
 - Q3 Scan
 - Q3 Multiple Ions

- MS/MSモード {
- MRM
 - Product Ion Scan
 - Precursor Ion Scan
 - Neutral Loss Scan

30

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

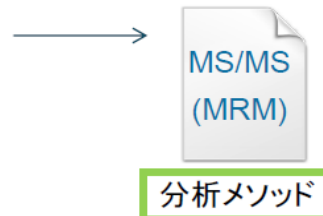
30

メソッド作成のワークフロー



1.MRM(SRM)条件の検討

- **新しく作成する場合でも、自動最適化機能で簡単に作成できます**



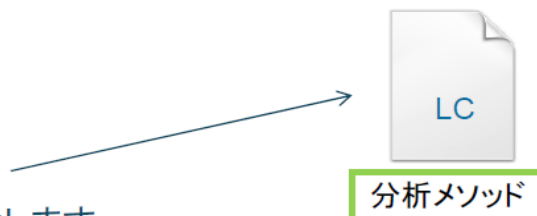
2.イオンソースパラメーターの検討

- **推奨値で測定し、さらに感度が必要な場合のみ実施します。**



3.LC条件の検討

- カラム、移動相等を検討します。



31

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

31

測定メソッドと自動最適化 (メソッド作成)



SCIEX OS ®ソフトウェアによる分析条件の自動最適化

1. MS内部パラメータの最適化 (インフュージョン: シリンジを使用)

- シリンジに標準液をセットしたら、**SCIEX OS ®が自動最適化**
- Q1、Q3、DP(コーン電圧)、EP、CE、CXP

2. イオンソース最適化 (FIA: LCを使用した最適化)

- Source temperature (温度)、Spray voltage (イオンスプレー電圧) … etc.

※推奨値で測定し、感度をさらに求める場合に実施します。

32

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

32

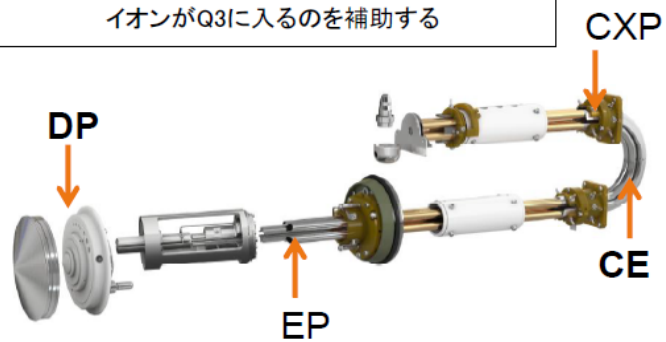
測定メソッドと自動最適化 (メソッド作成)



最適化が必要(可能)なパラメータ

Compound Parameters:

Voltage	Function
Declustering Potential (DP)	オリフィスプレートにかかる電圧、イオンの引き込み
Entranc Potential (EP)	イオンの収束
Collision Energy (CE)	イオンのフラグメンテーション
Collision Cell Exit Potential (CXP)	イオンがQ3に入るのを補助する

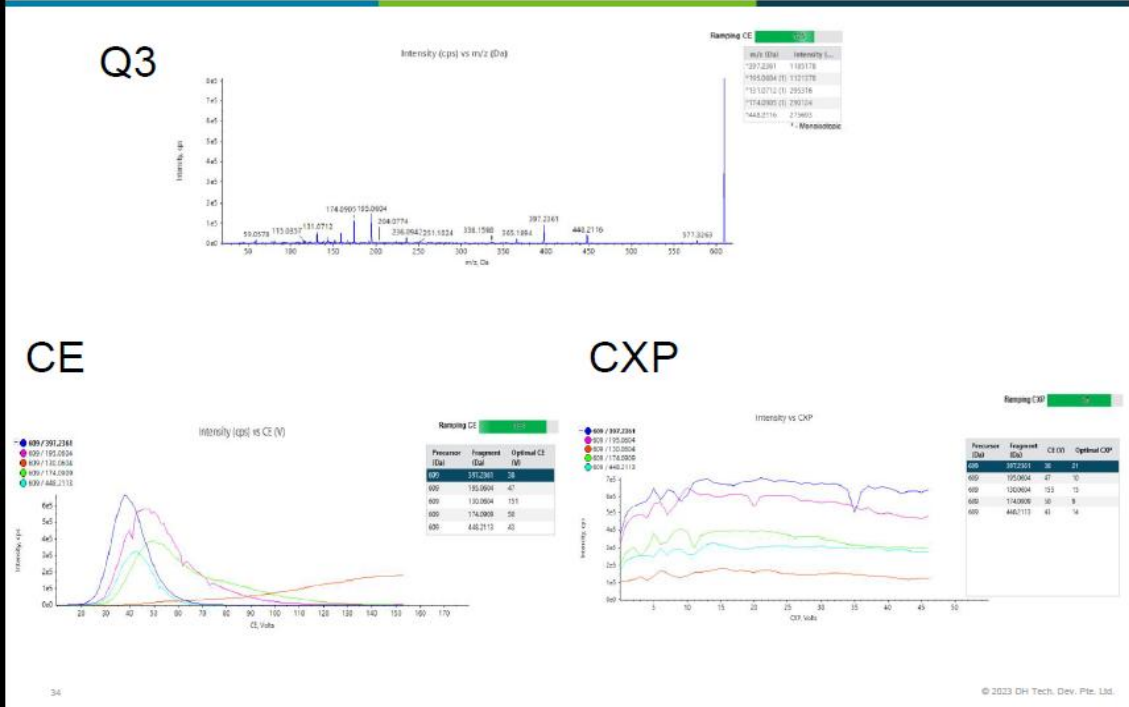


33

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

33

測定メソッドと自動最適化 (メソッド作成)



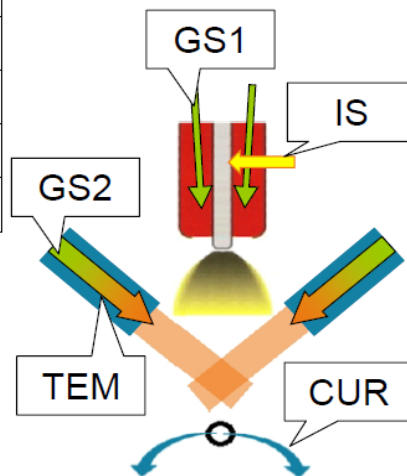
34

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

34

TURBO V™ source (ESI)

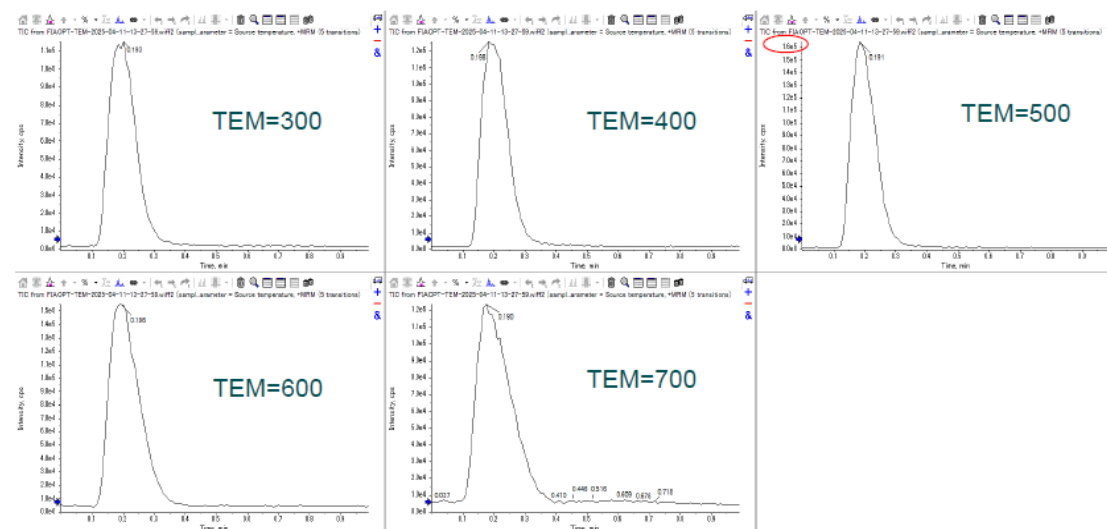
略称	Parameter	単位	適合機種
TEM	温度 (Source temperature)	℃	脱溶媒を促進させるため、GS2にかかる温度
IS	イオンブレイ電圧 (Spray voltage)	V	ESI キャピラリーに印可する電圧
CUR	カーテンガス (Curtain gas)	psi	汚染防止
GS1	ネブライザーガス (Ion source gas1)	psi	ネブライザーガス
GS2	ターボガス (Ion source gas2)	psi	脱溶媒を促進させるために吹き付ける加熱したガス



35

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

35



36

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

目次



- LC-MSの概要
- 測定メソッドと自動最適化 (メソッド作成)

- ルーチン分析の方は参考資料になります。

- その他のTips

★ ルーチン分析コースの方は
このマークのあるページ以外は参考資料になります。

MS用語について:

Updateされることがありますので、正式な定義などにつきましては以下を参照ください。

http://www.mssi.jp/publications/pdf/MS_Terms_2009.pdf

37

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

37

HPLC 溶媒について



共通

- 不揮発性のバッファー(リン酸等)は、使用できません。
- ガラス瓶は洗剤を使用せず、水道水→超純水ですすいで使用します。

ESI

- バッファー濃度の上限は20mM程度です。
<推奨バッファー>
Positive ion mode: ギ酸、酢酸 (2-10mM)
Negative ion mode : ギ酸アンモニウム、酢酸アンモニウム (2-10mM)
<推奨溶媒>
水、メタノール、アセトニトリルを推奨します。

APCI

- イオン化にバッファーや添加剤等の影響があまりありません。
- バッファー濃度の上限は、50mMです。

38

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

38

その他のTips



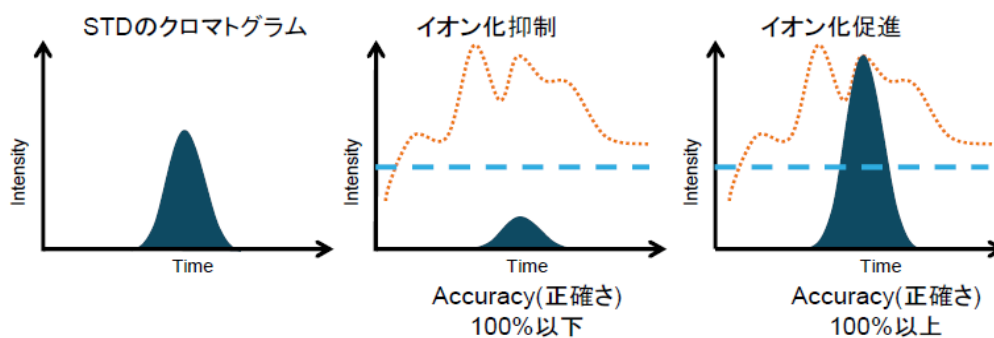
- メソッド作成時(自動最適化)の推奨の調製溶媒
 - 50%メタノール水溶液
 - 50%アセトニトリル水溶液※付加体での検出が必用な場合は、ギ酸(0.1%程度)や酢酸アンモニウム(5mM程度)を添加します。
- LC/MS測定では、内径2mm前後のカラムを一般的に使用します。
- 移動相中の有機溶媒濃度
 - 有機溶媒濃度が上がるほどスプレー状態は安定します。
 - 有機溶媒100%で使用することはお勧めできません。
 - 水は1-5%程度含有以上が望ましいです。理由: 水の含有により、水自体が若干乖離してプロトン付加/脱離するため、イオン化が促進されます。有機溶媒100%ではイオン化効率が下がります。

39

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

39

参考) ESI法におけるマトリックス効果



- 共溶出してくるマトリックスの影響によりイオン化効率が変化
- ⇒ 正確さの低下
- 原因となる成分は様々(無機・有機、水溶性・脂溶性、低・高分子、揮発性)
- ⇒ 事前の予測は難しい

40

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

40

参考) マトリックス効果の回避・低減



対応策①: マトリックスの量を減らす

- (1) 注入量の削減
- (2) サンプルの希釈

対応策②: 内部標準物質(IS)を使用する

重水素体や ^{13}C

対応策③: 分離を変える

- (1) 分離カラムの変更
- (2) 移動相、グラジエント条件の変更

対応策④: 前処理の変更

41

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

略語一覧

ESI: Electrospray Ionization

(大気圧下で行われるイオン化の一つで、エレクトロスプレー技術を使ったイオン化法)

APCI: Atmospheric Pressure Chemical Ionization

(大気圧下で行われるイオン化の一つで、通常は大気圧スプレーによって生成した気体試料を、コロナ放電で生成させたイオン種(反応イオン)と反応させてイオン化すること)

LC: Liquid Chromatography(液体クロマトグラフィ)

IC: Ion Chromatography(イオンクロマトグラフィ)

FIA: Flow Injection Analysis

(注入したサンプルを LC カラムを使わずに分析する方法)

m/z : Mass-to-charge ratio

(質量電荷比。 イオンの質量(m)を電荷数(z)で割った値)

MRM: Multiple Reaction Monitoring

(Q1 で選択された特定の**前駆イオン (Precursor ion)** から生じる特定のイオンの質量を連続的に検出する方法)

Q1MS: Q1 MS Scan

(マスペクトルを測定するために、Q1 で走査したイオンを検出する方法)

Q3MS: Q3 MS Scan

(マスペクトルを測定するために、Q3 で走査したイオンを検出する方法)

EMS: Enhanced MS Scan

(Liner Ion Trap を利用して、走査したイオンを検出する方法)

MS2: Product Ion Scan

(特定の**前駆イオン (Precursor ion)** から生じるイオン (**Product ion**) を検出する方法)

EPI: Enhanced Product Ion Scan

(Liner Ion Trap を利用して **Product Ion** を検出する方法)

Prec: Precursor Ion Scan

(特定の**プロダクトイオン**を生じる**総ての前駆イオン**を検出する方法)

NL: Neutral Loss Scan

(特定の**中性化学種**を脱離する**総ての前駆イオン**を検出する方法)

IDA: Information Dependent Acquisition

(サーベイスキャンで取得した MS スペクトルから強度の強いイオンを選択し、リアルタイムで MS2 あるいは EPI のデータを取得する方法)

DP: Declustering Potential

(イオンを MS 内部へ引き込むための電圧であり、オリフィスプレートに電圧がかかる)

CE: Collision Energy

(MS/MS などの CAD 実験において、Q2 でイオンを加速させるための電圧であり、Q0 と Q2 の電位差で表示される)

LLOQ: Low Limited of Quantification(定量下限値)

LOD: Low Limited of Detection(検出下限値)

%CV: Coefficient of Variance (in percent)

RT: Retention Time(保持時間)

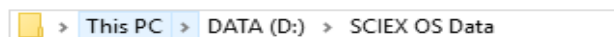
S/N: Signal to Noise

IS: Internal Standard(内部標準物質)

2 ソフトウェアの概要

SCIEX OS®ソフトウェアのファイル構造

- ワークステーションの C:ドライブに OS、x:ドライブ(x: 納入先仕様により D、E、F 等異なります)に SCIEX OS®ソフトウェアにて取得したデータ等が保存されています。



- 全てのデータ、分析メソッド等は項目(日付、分析者、成分名等)ごとに分類することができ、これを Project と呼びます。

各 Project にはそれぞれの【Project 名】をつけることができます。

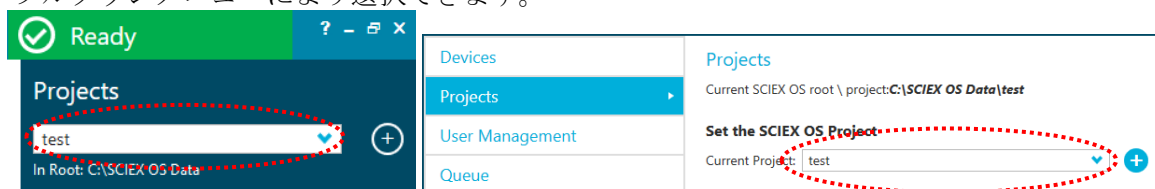
- データ等は該当【Project 名】フォルダ内の Data フォルダ内に保存されます。

(x:// SCIEX OS Data/ 【Project 名】 /Data)

- SCIEX OS®ソフトウェアによって作成されるファイルの種類は様々ありますが、ファイルの種類により特定の拡張子が自動的に付けられます。高い頻度で用いられるのは、.msm(MS メソッド)、.lcm(LC メソッド)、.bch(バッチ)、.wiff(データ)、.qmethod(解析メソッド)及び.qsession(定量結果)です。

Project

- SCIEX OS®ソフトウェアでは、データや測定法、定量結果などを、Project ごとに管理しています。Project は、SCIEX OS®ソフトウェア上部の Status Panel(例: Ready)をクリックあるいはホーム画面の Configuration から Project を選択することで表示され、プルダウンメニューにより選択できます。



- データや測定法、定量結果などは、そのファイルが保存されている Project を選択している時のみ開くことができます。ただし、すでに開いているメソッドやデータなどは、Project を変更しても表示されたままです。
- 新たに測定を開始する時や、測定者が変わる時などは違う Project を作成し、使用することが可能です。
- 例えば、ある測定者が Project を作成し、Project 内でメソッドやデータを保存した場合、該当する Project を選択するだけで自分のファイルだけを見ることができるようになります。(x:// SCIEX OS Data/ 【Project 名】)

バックアップについて



- バックアップを取る際は、SCIEX OS®ソフトウェアがインストールされているドライブ x:// SCIEX OS Data のフォルダごとバックアップすることをお勧め致します。

3 SCIEX OS ソフトウェアの起動と各モードについて

SCIEX OS Software ホーム画面

Desktop のアイコン  をダブルクリックし、software を起動します。

SCIEX OS

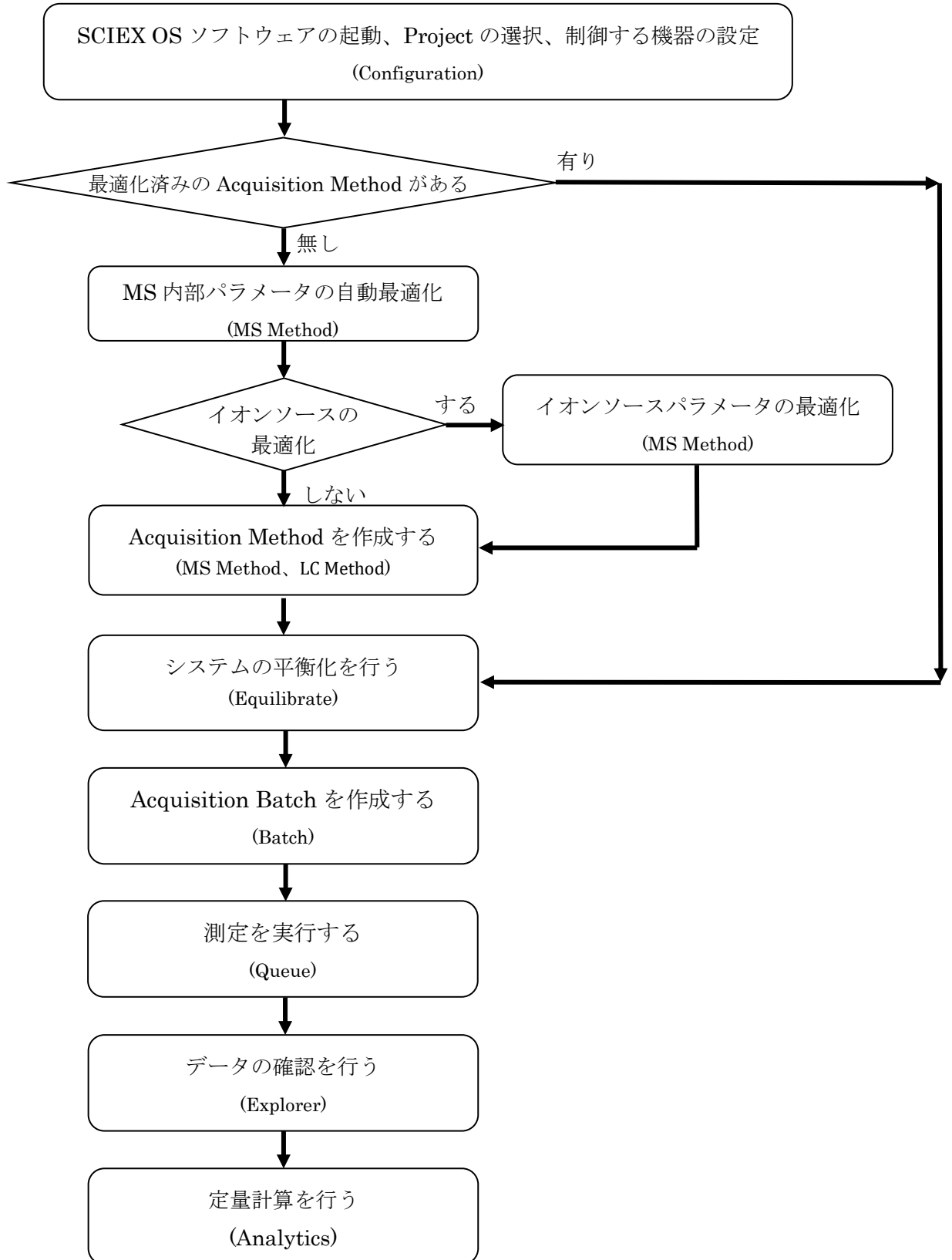
- **Acquisition** : 装置のチューニングおよび測定用のメソッド、バッチを作成し、データを取り込みます。
- **Processing** : データの閲覧および組成解析等の定性解析、定量解析、ライブラリー検索等を行います。
- **Management** : 機器の認識およびライブラリーのインポート、ユーザー登録等を行います。
- 複数の Window を表示した際、最初の画面に戻る際は  アイコンをクリックするか、別の設定に移る際は  アイコンをクリックします。



画面は一例のため、お客様の画面と異なる場合がございます。


4 測定

4.1 測定の流れ



4.2 ソフトウェアの起動


SCIEX OS ソフトウェアの起動

Desktop のアイコン  をダブルクリックし、software を起動します。


SCIEX OS

または、Start メニュー> SCIEX OS>SCIEX OS から、SCIEX OS ソフトウェアを起動します。

4.3 プロジェクトの作成

- ① 画面上部右上の Status Panel(例 : )をクリックします。

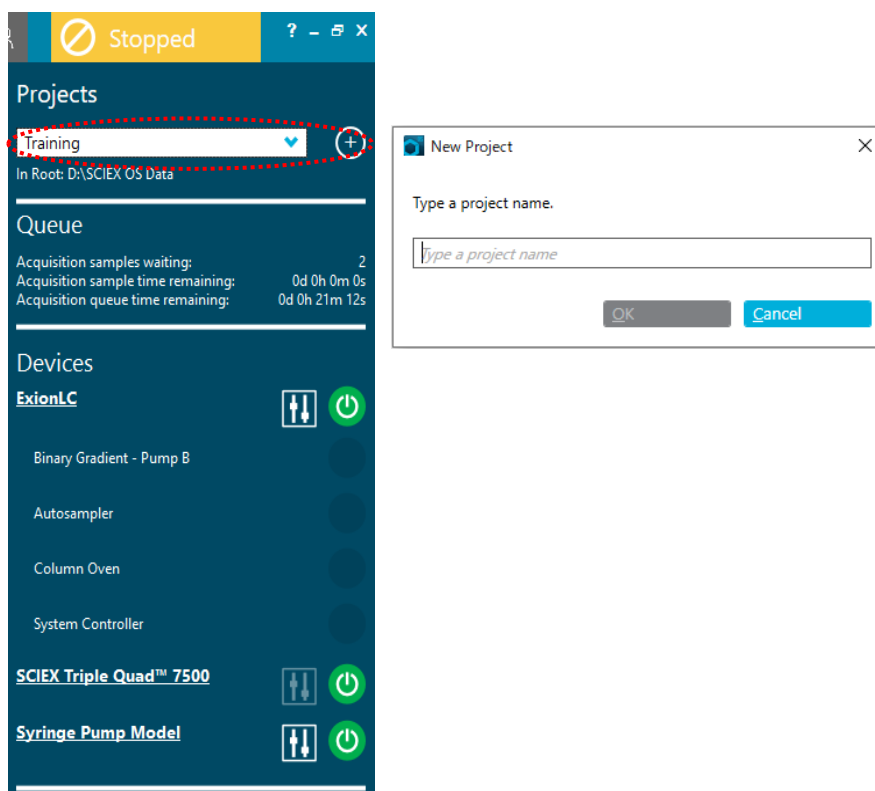
クリックを繰り返すことで表示／非表示になります。

- ② Projects の  をクリックし、名称を入力して OK をクリックして新規プロジェクトを作成します。

プロジェクトの保存先 : D:\¥SCIEX OS Data

既存のプロジェクトを選択する場合はプルダウンから選択します。


Training では Project 名を Training とします。



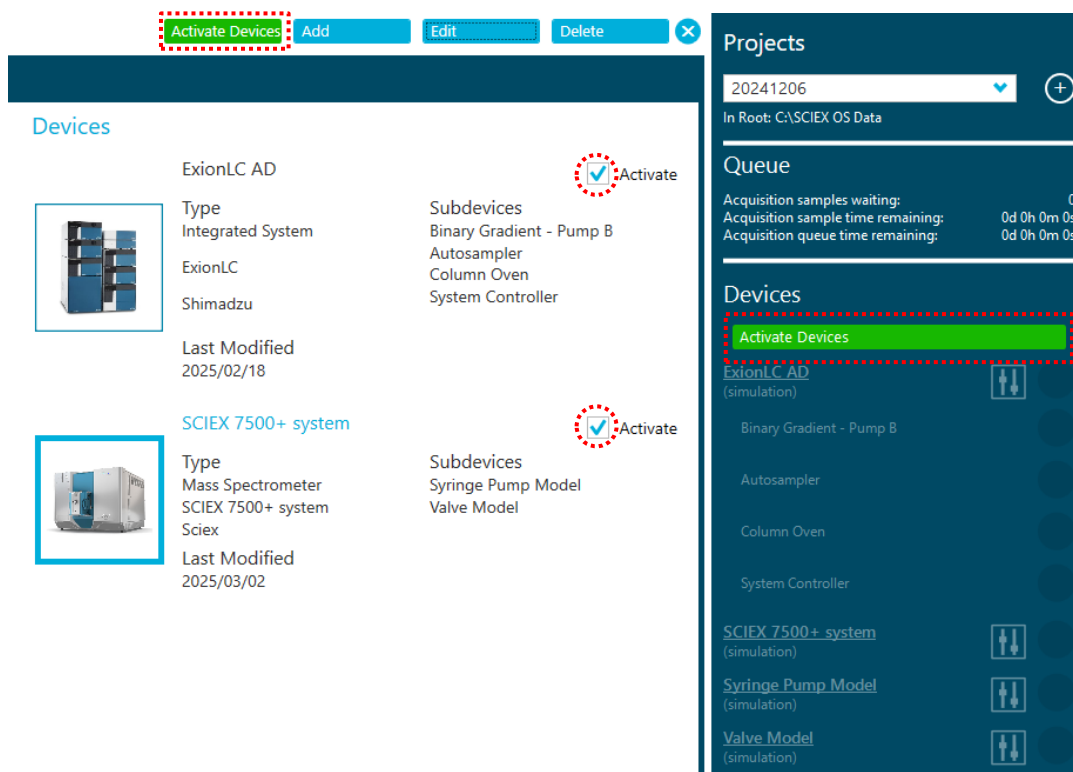
制御する機器を設定する

SCIEX OS ソフトウェアで制御する機器を設定します。

4.4 装置の Configuration

- ① Home 画面から Configuration  をクリックし、画面を開きます。
- ② Devices をクリックし、MS と LC の Active にチェックが入っていることを確認して、**Active Devices** をクリックします。

※Deactivate する際は、メソッドやバッチを閉じる必要があります。





The screenshot displays the SCIEX OS Configuration interface. At the top, there are buttons for 'Activate Devices' (highlighted with a red dashed box), 'Add', 'Edit', and 'Delete'. The main area is titled 'Devices' and lists two configurations:


- ExionLC AD**: Type: Integrated System, Manufacturer: Shimadzu, Last Modified: 2025/02/18. Subdevices include Binary Gradient - Pump B, Autosampler, Column Oven, and System Controller. An 'Activate' button with a checkmark is visible.
- SCIEX 7500+ system**: Type: Mass Spectrometer, Manufacturer: Sciex, Last Modified: 2025/03/02. Subdevices include Syringe Pump Model and Valve Model. An 'Activate' button with a checkmark is visible.

The right sidebar shows 'Projects' (20241206), 'Queue' (Acquisition samples waiting: 0, Acquisition sample time remaining: 0d 0h 0m 0s, Acquisition queue time remaining: 0d 0h 0m 0s), and 'Devices' (highlighted with a red dashed box). Under 'Devices', the 'Active Devices' button is highlighted in green. Below it, several simulation-based device entries are listed with up/down arrows: ExionLC AD (simulation), Binary Gradient - Pump B, Autosampler, Column Oven, System Controller, SCIEX 7500+ system (simulation), Syringe Pump Model (simulation), and Valve Model (simulation).

③ アイコンの色で各装置の状態を確認します。

青：Running → 平衡化中または測定中 


緑：Standby → 正常 

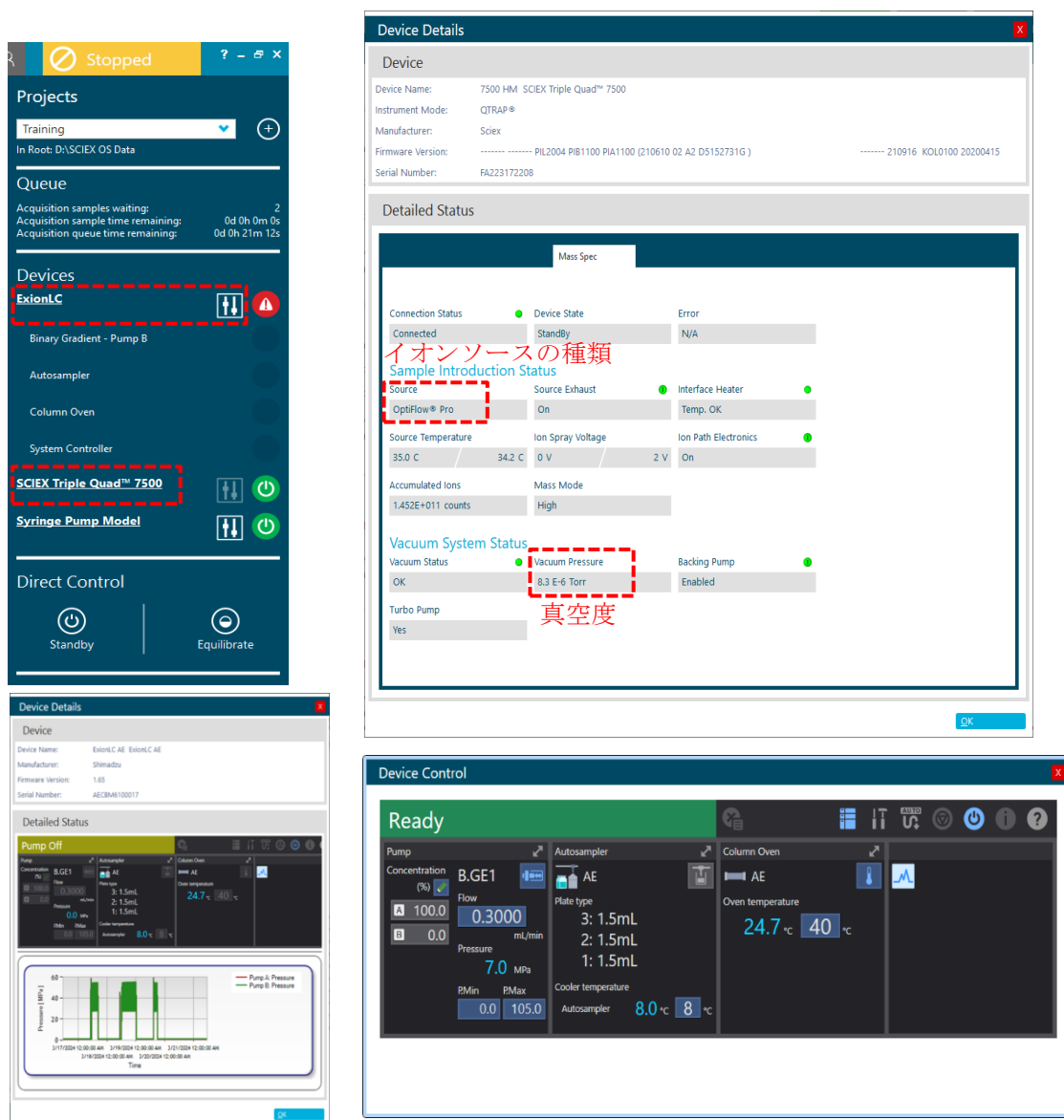
赤：Error → 接続状態やイベントログをご確認ください 

※ 接続されている全ての装置を Standby にするには、下部の Direct Control パネルの Standby アイコンをクリックします。


※ Devices の装置名をクリックすることでその装置の詳細な状態（Device Details/Detailed Status）を表示することができます。

(LC であれば流速や温度、MS であれば真空度やイオンソースの種類など)

※  アイコン(点線)をクリックが可能な場合は、直接制御をすることができます。



<機種やソフトのバージョンにより表示は異なります>

④ 画面上部の  をクリックして画面を閉じます。

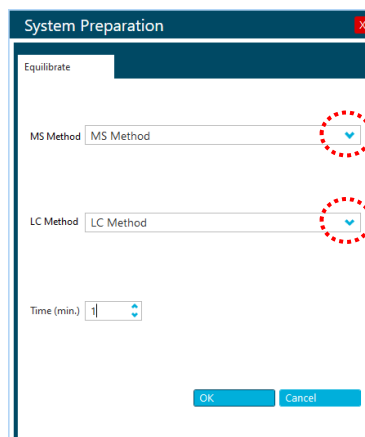
4.5 機器の平衡化

測定開始前や機器を初期条件に設定したい場合に、平衡化を行います。

- ① Status Panel をクリックし、下部の Direct Control の Equilibrate アイコンをクリックします。



- ② 平衡化に使用する MS Method および LC Method をプルダウンより選択します。



- ③ 平衡化する時間を入力し、OK をクリックします。
※ 実際の測定では 15 分以上を推奨します。

- ④ LC の溶媒が流れ、ガスやターボガスの加熱が始まります。入力した平衡化時間が経過後に画面右上の Status Panel が  Equilibrating から  Ready に変わります。

4.6 最適化

最適化を実施し、結果に基づいた MS メソッドを作成します。

測定用 MS メソッドを作成するには、A)MS 内部パラメータと B)イオンソースパラメータの 2 種類の最適化を行います。MS 内部パラメータの最適化を行い、その後イオンソースパラメータの最適化を行います。

A) MS 内部のパラメータの最適化

- DP、CE、CXP などの MS 内部パラメータを最適な値に設定します。
(7500 および 7500+ シリーズは DP パラメータが削除されています)
- シリンジポンプを使って、一定の低流速で対象標準物質の溶液を持続注入しながら最適化を行います。
※ この操作を Infusion(IF)の最適化と呼びます。

【ヒント】

- ✓この最適化は成分ごとに行う必要があります。
- ✓可能な限り単成分の標準液を使用します。
- ✓イオン源の種類(ESI または APCI)が変わっても、最適化し直す必要はありません。
※APCI での最適化は別冊の APCI 操作ガイドをご参照ください。

B) イオンソースのパラメータの最適化

- Curtain Gas、CAD Gas、Spray Voltage、Source temperature、Ion Source GS1、Ion Source GS2 などを最適な値に設定します。
- カラムを付けない状態で LC/MS/MS として複数回注入動作を繰り返しながら最適化を行います。
※ この操作を FIA(Flow Injection Analysis)の最適化と呼びます。

【ヒント】

- ✓10 成分まで同時に測定できます。
- ✓イオン源の種類および LC 条件(流速や溶媒比率)が大きく変更された際には、再度最適化を行います。

- Training では Reserpine 標準物質を用いて最適化から定量までを説明しますが、他の成分でも同様の手順にて測定を行います。

※参考

Calculator を用いたモノアイソトピック質量(精密質量)と平均分子量の計算方法

※ 目的の化合物のモノアイソトピック質量を計算する方法です。

- ① Explorer から Show > Mass Calculators を選択します。
- ② Mass Property のタブをクリックし、Formula に計算する組成式(アダクトを加味したもの)を入力します。
- ③ Calculate をクリックすることで、Monoisotopic m/z にモノアイソトピック質量が表示されます(平均分子量は Charged average mass に表示されます)。


The image shows two side-by-side screenshots of the 'Mass Property' calculator interface. The left screenshot is for 'Positive Mode' and the right is for 'Negative Mode'. Both show the 'Formula' field with 'C33H40N2O9', the 'Charge state' field with '1' (Positive) or '-1' (Negative), and the 'Calculate' button. Below the input fields, various mass values are displayed: Charged monoisotopic mass, Monoisotopic m/z, Charged average mass, Nominal mass, and RDB.

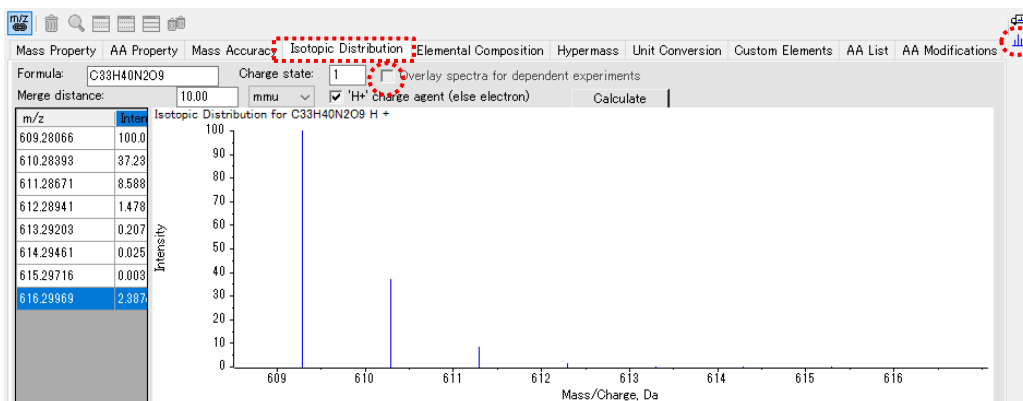
※ Formula には中性の組成式、'H+' charge agent (else electron)のチェックボックスにチェックを入れ、Charge State には 1 ないしは -1 と入力すると、Positive Mode は+H、Negative Mode は-H として精密質量を自動計算できます。

※ Charge State 入力例: Positive Mode: 1, Negative Mode: -1

同位体分布の計算と重ね書き

Isotopic Distribution タブをクリックし、組成を入力すると理論上の同位体ピークが表示されます。

※ スペクトルに重ね書きする場合は、 アイコンを目的のスペクトルにドラッグしてリンクした後、Overlay pattern on spectrum にチェックを入れてください。



A) MS 内部のパラメータの最適化(Infusion による自動最適化)

Infusion による最適化では MS を使用するため、Configuration は MS を含む状態で Activate のチェックを入れて Active の状態にします。

【Infusion 最適化の準備 –シリンジの接続–】

① 標準物質の溶液を調製します。

※ Training では Reserpine を使用します。

※ Infusion の最適化時に使用する標準液の目安となる濃度

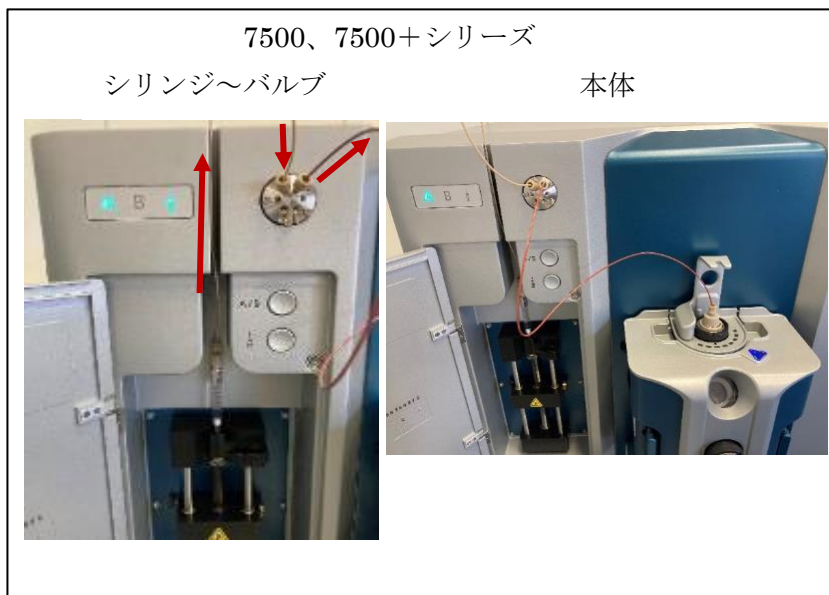
機種	濃度
4500 シリーズ	100 ng/mL
5500 および 5500+ シリーズ、6500 および 6500+ シリーズ、7500 および 7500+シリーズ	10 ng/mL

② 標準溶液を 1 mL または 5 mL のガラスシリンジに詰めます。

③ シリンジポンプにセットします。

④ (ESI の) イオン源が装着されていることを確認します。

⑤ シリンジから繋がるピークチューブを 7500、7500+シリーズはバルブ、それ以外はスプリッターを経由しイオンソースへ接続します。



スプレー位置の調整：（7500、7500+シリーズは必要ありません）

・ Infusion 測定時

（流速：5～20 $\mu\text{L}/\text{min}$ 程度）

縦(Y)位置：5

横(X)位置：5

※オリフィスに一番近い位置
になります。

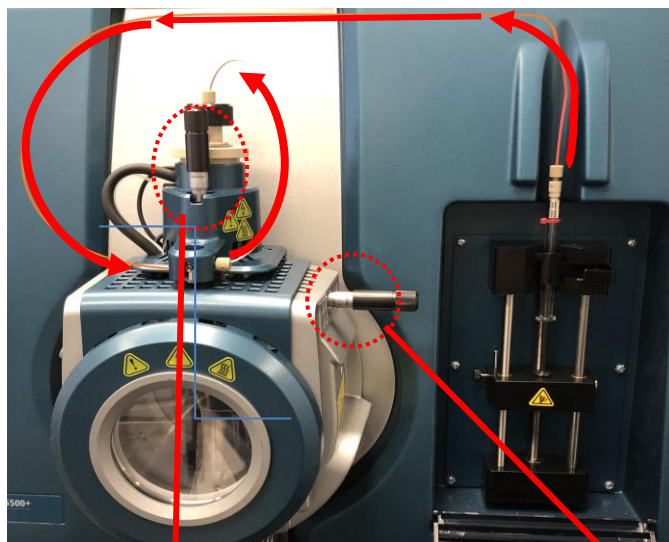
・ LCMS 測定時

（流速：200～500 $\mu\text{L}/\text{min}$ 程度）

縦(Y)位置：3 or 2

横(X)位置：7

※オリフィスから少し離すことで感度が向上すると共に、汚れにくくなります。



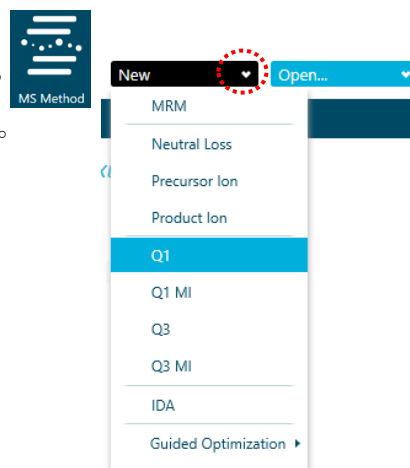
縦(Y)位置



横(X)位置

【Infusion 最適化の準備 – ピークの確認 –】

- ① Home 画面の MS Method アイコンをクリックします。
- ② 上部にある New の下矢印(右図参照)をクリックします。
- ③ Q1 を選択します。



- ④ Method duration に測定時間を入力します。
※ 持続注入が安定しているかを確認するには、5~10 分程度を入力します。
- ⑤ Scan rate を 1000 Da/s に設定します。
- ⑥ Start mass ならびに Stop mass にスキャンする範囲を入力します。
※ Training で使用する Reserpine(分子量 608)の場合、Start mass に 590、Stop mass に 660 を入力します。

【ヒント】

- ※ モノアイソトピック質量の 10 Da 程度小さい値から、50 Da 程度大きい値(アダクトイオンを確認するため) を入力します。
- ※ 複数化合物を同時に最適化する場合、全ての化合物が見られる範囲とします。

Method duration: 5 min (④測定時間) Total scan time: 0.075 s Estimated cycles: 3995

▼ Source and Gas Parameters

Ion source gas 1: 20 psi Curtain gas: 40 psi Source temperature: 0 °C
 Ion source gas 2: 0 psi CAD gas: 0 psi

▼ Experiment Q1

Polarity: Positive Spray voltage: 5500 V Scan rate: 1000 Da/s (⑤Scan rate)

Advanced Experiment Settings

Settling time: 0 ms Pause time: 5 ms
 Q1 resolution: Unit Step size: 0.1 Da

Mass Table Import from file... Q0 dissociation Simple

	Start mass (Da)	Stop mass (Da)	Scan time (s)	EP (V)
1	590.000 (⑥スキャンする質量範囲)	660.000 (⑥スキャンする質量範囲)	0.0701	10.0

- ⑦ 下部にある Data Acquisition バーの Start をクリックします。



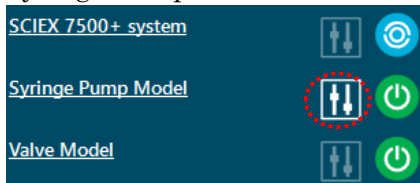
- ⑧ 以降を参考に流速は、5~10 $\mu\text{L}/\text{min}$ 程度でシリンジポンプをスタートします。

【ヒント】

最初はチューブの中のエアーにより、スペクトルが不安定になることがありますが、しばらく経つと安定します。急ぐ場合は、シリンジを少し手で押すか、流速を一時的に 20 $\mu\text{L}/\text{min}$ 程に上げることで、安定するまでの時間を短縮することが出来ます。

シリンジポンプのスタート方法

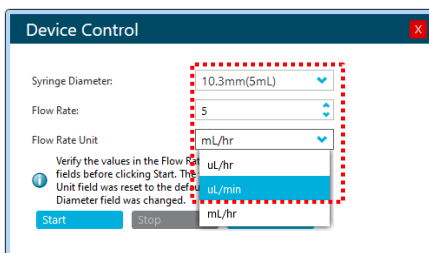
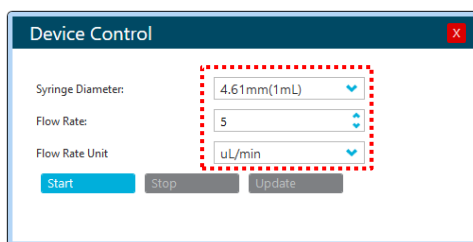
- ① Status Panel の Devices の Syringe Pump Model のアイコン  をクリックし、Syringe Pump 情報を表示します。



- ② Syringe Diameter にシリンジの内径を選択ならびに Flow Rate を入力します。

※ 納品時付属のガスタイトシリンジの内径が 1 mL の場合は 4.61 mm、5 mL の場合は 10.3 mm にします。

※ いずれも単位は「 $\mu\text{L}/\text{min}$ 」を選択します。

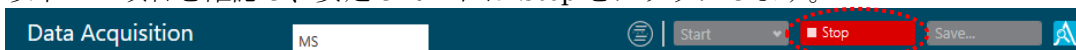


- ③ Start ボタンをクリックします。

※ 測定途中で流速を変更したい場合は、Flow rate に流速を入力後 Update ボタンをクリックします。

※ シリンジポンプを止めたいときは、Stop ボタンをクリックします。

⑨ 以下の4項目を確認し、安定していれば Stop をクリックします。



- a. 左下のクロマトグラム画面の TIC が安定していること
 - ※ 画面下部の Data Acquisition をクリックすると TIC が表示できます。
- b. Positive、Negative Mode のどちらでイオン化するか確認すること
 - ※ Training で使用する Reserpine の場合、Positive モードの方がよりイオン強度が大きくなります。
- c. 目的化合物由来のイオン(m/z 609)が観測されていること
- d. 目的化合物由来のイオンのイオン強度が十分であること

機種	イオン強度
4500 シリーズ、5500 および 5500+ シリーズ、 6500 および 6500+ シリーズ、	$10^5 \sim 10^6$ cps 程度 ($4.0e6$ 以下)
7500 および 7500+ シリーズ	$10^6 \sim 10^8$ cps 程度

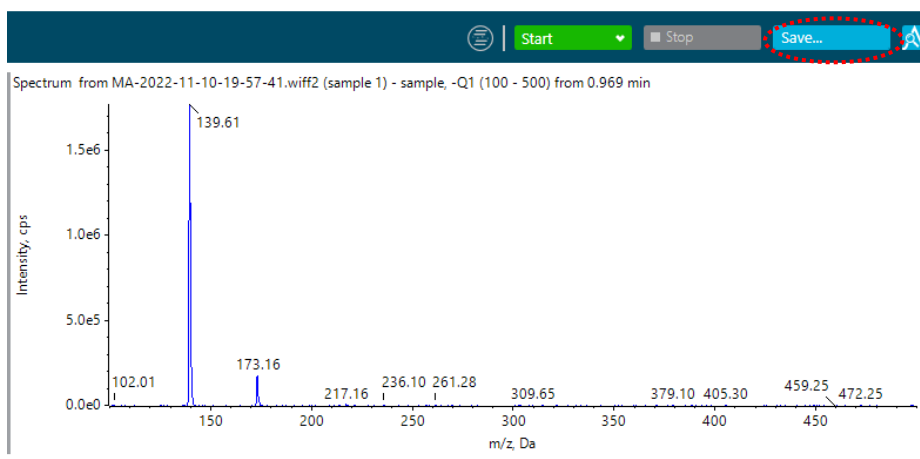
⑩ 必要に応じて Save ボタンから結果を保存します。

※ **Reserpine_Q1_posi** と名前をつけて保存した場合、下記の場所に保存されます。

D:\¥SCIEX OS Data¥【Project名】 ¥Data ¥Reserpine_Q1_posi.wiff

D:\¥SCIEX OS Data¥【Project名】 ¥Data ¥Reserpine_Q1_posi.wiff2

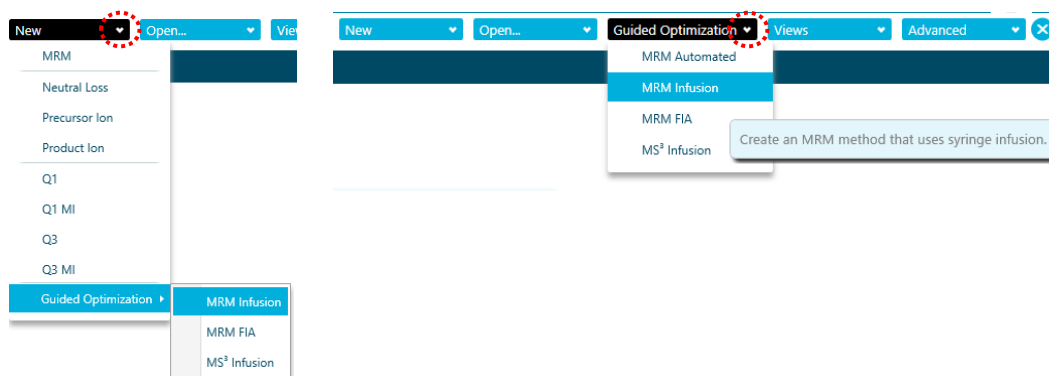
D:\¥SCIEX OS Data¥【Project名】 ¥Data ¥Reserpine_Q1_posi.wiff.scan



【Infusion 最適化の開始】



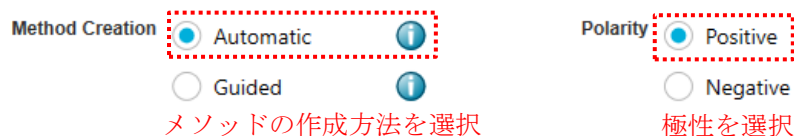
- ① Home 画面の MS Method アイコンをクリックします。
- ② 4.0 以下のバージョンは、上部にある New の下矢印(下図参照)をクリックし、Guided Optimization を選択し、MRM Infusion を選択します。
- ③ 4.0 以上のバージョンは、上部にある Guided Optimization の下矢印(下図参照)をクリックし、MRM Infusion を選択します。



- ④ メソッドの作成方法を選択します(Training では Automatic を選択)。
※ Guided にすると任意でパラメータ値の設定が可能になります。
- ⑤ 極性を選択します(Training では Positive を選択)。

Preparation

Select the mode of optimization.



- ⑥ Find transitions automatically を選択します(通常はこちらを使用します)。
- ⑦ 化合物名を入力します(Training では Reserpine を入力、SCIEX OS3.4 から最大 10 化合物まで入力可)。
- ⑧ 価数を入力します(Training では 1 を入力)。
- ⑨ プリカーサーイオンの m/z を入力します(Training では Q1 Scan で確認した値を入力)。
- ⑩ 最適化するフラグメントイオンの数を入力します(Training では 5 を選択)。

※ 最大 10 まで選択可能です

Find transitions automatically

Intensity of the precursor ion exceeds cps Intensity of the product ion exceeds cps

Exclude product ions that are within +/- Da of the precursor ion

▼ MRM

Mass Table

	Compound ID	Precursor ion mass (Da)	Charge	Number of fragments
1	Reserpine	609.000	1	5

* 化合物名を入力 プリカーサーイオンの m/z 価数を入力 フラグメントイオン数を入力

※ ソフトのバージョンによって表示が異なります。

【ヒント】

既知のフラグメントイオンで最適化する場合は、Use known transitions を選択し、MRM の表に化合物名と Q1 および Q3 を入力します。

この表は複数行入力することができ、Excel にも対応しています。

Use known transitions

Enter the transitions:

▼ MRM

Mass Table

	Compound ID	Q1 mass (Da)	Q3 mass (Da)
1	Reserpine 1	609.0000	195.0000
2	Reserpine 2	609.0000	174.0000
*			

- ⑪ 右上の Continue をクリックします。

⑫ MS パラメータは下記の初期パラメータを入力します。

※ 一度 Stop した後に再度 Start をクリックすることで設定値が反映されます。

Set Initial Conditions

Next Start Stop

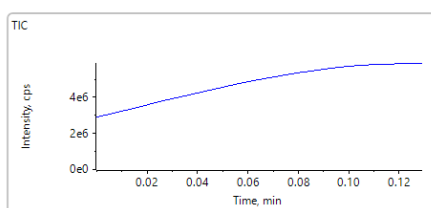
▼ Source and Gas Parameters

Curtain gas	40	psi	Ion source gas 1	20	psi	Ion source gas 2	0	psi
Spray voltage	5500	V	Source temperature	0	°C			

MS パラメータ

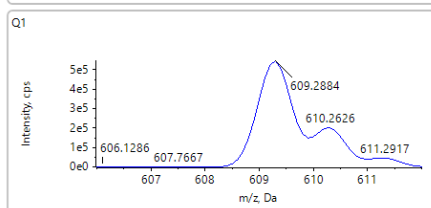
▼ Q1

Polarity	Positive	Scan rate	200	Da/s
----------	----------	-----------	-----	------



Compound ID	Searching on mass (Da)	Found mass (Da)	Intensity (cps)
reserpine	609.00	609.29	546000

Note: Compounds that are not found have a Found mass of N/A. They are not used in the next steps.



< Infusion 最適化のイオンソースのパラメータ初期値例 >

	設定範囲	4500 シリーズ、5500 および 5500+ シリーズ、 6500 および 6500+ シリーズ
Ion Source GS1	0~80	20
Ion Source GS2	0~80	0
Curtain Gas	30~50	35
CAD Gas	0~12	9
Source temperature	0~700	0
Spray Voltage	0~5500 (0~4500)	5500 (4500)

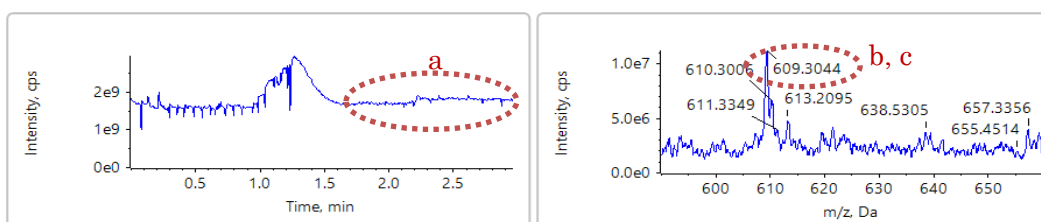
	設定範囲	7500 および 7500+ シリーズ
Ion Source GS1	0~80	40
Ion Source GS2	0~80	0
Curtain Gas	30~50	40
CAD Gas	0~15	9
Source temperature	0~700	0
Spray Voltage	0~5500 (0~4500)	5500 (4500)

※ カッコ () 内は Negative モード時の設定値を表します。

⑬ Q1 測定の際と同様に以下の 3 項目を確認します。確認後、Next ボタンを押して自動最適化を開始します。

- a. 左下のクロマトグラム画面の TIC が安定していること
- b. 目的化合物由来のイオンが観測されていること
- c. 目的化合物由来のイオンのイオン強度が十分であること

機種	イオン強度
4500 シリーズ、5500 および 5500+ シリーズ、 6500 および 6500+ シリーズ、	<u>10⁵~10⁶ cps 程度</u> (4.0e6 以下)
7500 および 7500+ シリーズ	<u>10⁶~10⁸ cps 程度</u>

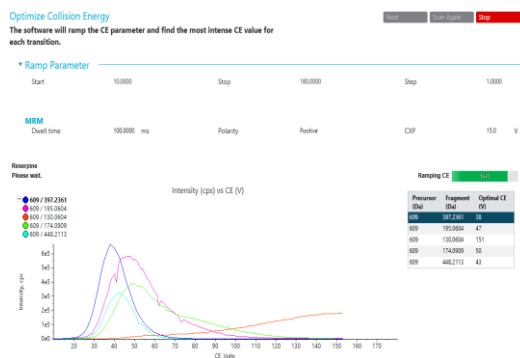


※ プロダクトイオン、DP、CE、CXP の最適値が自動で選択されます。(DP は 7500、7500+シリーズ以外)

右 : プロダクトイオンの選択画面

左下 : CE の最適化画面

右下 : CXP の最適画面



- ⑭ 自動で結果が表示され、必要に応じてデータを保存します。

<SCIEX OS3.4 未満>

- ※ 最適化したデータは、自動で下記フォルダ内に保存されます。

D:\SCIEX OS Data\TempData\OPT-【測定日時】

- ※ 結果のレポートは、自動で保存されないため、ご注意ください。

- ※ 保存形式は XPS ファイルで保存されます。

お客様のパソコンで結果を確認される場合は、XPS Viewer のインストールが必要となります。必要に応じて PDF 形式で印刷し、保存してご確認ください。

- ※ 保存先はお使いのプロジェクト内あるいは Desktop など適宜保存します。

<SCIEX OS3.4 以上>

- ※ 最適化したデータならびにレポートは、自動で下記フォルダ内に保存されます。

D:\SCIEX OS Data\【Project 名】\Optimization\GuidedMRM Optimization-【測定日時】

- ※ 保存形式は XPS ファイルで保存されます。

お客様のパソコンで結果を確認される場合は、XPS Viewer のインストールが必要となります。必要に応じて PDF 形式で印刷し、保存してご確認ください。

Report

Continue Run Again Save report as

Report Generated 2025/10/30 21:42:57
Include Optional Steps Pages: 6 of 6

SCIEX The Power of Precision
Guided MRM Flow Injection Analysis 10/23/2025 2:19 PM

User: Project: test Instrument: SCIEX 7500+ system Ion Source: E-ANLYT 200+ uL
LC Method Name: FIA
Method Duration: 1 min
Injection Volume: 1 µL
Polarity: Positive

MS method file created: FIA-AllCompounds-2025-10-23-14-18-32
Data files: D:\SCIEX OS Data\test\Optimization\FIAOptimization-2025-10-23-14-02

Optimized Results Summary ✓ FIA optimization completed for 5 of 5 compounds

Compound Name	Vial Position	CE (V)	CXP (V)	Curtain Gas (psi)	CAD Gas	Spray Voltage (V)	Source temperature (°C)	Ion Source Gas 1 (psi)	Ion Source Gas 2 (psi)
Reserpine	27					2500	550		
Reserpine-1	27					2500	550		
Reserpine-2	27					2500	550		
Reserpine-3	27					2500	550		

- ⑮ Continue ボタンをクリックすると最適化の結果が反映されたメソッドが新規保存または既存メソッドに追加保存できます(Training では Reserpine_MRM_pos と名前をつけて保存します)。

※ このメソッドは下記の場所に保存されます。

※ そのまま FIA を実施する際は、表示されたメソッドの MRM 条件を Excel にコピーすることを推奨します。

D:\¥SCIEX OS Data¥【Project 名】 ¥Acquisition Methods ¥Reserpine_MRM_pos.msm

Select a Method

Select the mode of MRM method generation

- Create a new method
- Append MRM transitions to an existing method

The list of Existing Methods contains only those methods that are compatible with the options selected in previous steps.

Existing Method

- ⑯ Devices の Syringe Pump Model のアイコンをクリックし、Stop をクリックしシリンジを停止します。

B)イオンソースの最適化(FIAによる自動最適化)

- ※ 必須ではありません。イオン源パラメータ初期値で測定し、期待の感度に達していない場合などに行います。
- ※ FIAによる最適化ではLCおよびMSを使用するため、先述の機器の Configuration はLCおよびMSの両方の Activate にチェックを入れて Active にします。
- ※ MSのみで Infusion を実施した場合は、LCを含む構成に接続し直す場合は、MS Method を保存し、MS Method を閉じます。

【FIA最適化の準備-LCの接続-】

① LC移動相を準備します。

- ※ 実際の測定時に使用するLC溶媒を推奨します。

② 標準溶液を準備します。

- ※ 標準溶液濃度の目安は下記をご参照ください。

機種	濃度
4500 シリーズ	10 ng/mL
5500 および 5500+ シリーズ、6500 および 6500+ シリーズ、7500 および 7500+ シリーズ	1 ng/mL

【ヒント】

- ※ Infusion 最適化時の 1/10~1/1 濃度の標準液を使用します。

③ LCとMSを接続します。

- ※ カラムオープンから出ているピークチューブを直接イオンソースに接続して下さい。
- ※ 7500、7500+ シリーズは、カラムオープンから出ているピークチューブをバルブに接続して下さい。

④ 7500、7500+ シリーズ以外は、P.4-9の“スプレー位置の調整”のLC/MSの測定時の項を参考にスプレー位置を調整します。



【FIA 用のメソッドの作成—MS メソッド—】

- ① Infusion で最適化した MS メソッドを上部の Open から選択して開きます(Training では Reserpine_MRM_posi を選択)。
- ② Method duration に測定時間を入力します(Training では 1 分を入力)。

Method duration	1	min
-----------------	---	-----

- ③ Source and Gas Settings に下記のイオンソースの初期パラメータを入力します。

<FIA 最適化のイオンソースのパラメータ初期値>

4500 シリーズ、5500 および 5500+ シリーズ、6500 および 6500+ シリーズ

	設定範囲	TurboIonSpray (200 μ L/min, FIA)	Heated Nebulizer (1000 μ L/min, FIA)
Ion Source GS1	0~80	50	50
Ion Source GS2	0~80	60	N/A
Curtain Gas	30~50	40	40
CAD Gas	0~12	9	9
Source temperature	0~700	400	400
Spray Voltage	0~5500 (0~4500)	5500 (4500)	-
Nebulizer current	0~5	-	2 (2)

※ カッコ()内は Negative モード時の設定値を表します。

※ Negative の Spray Voltage は最大 4500 です。

※ 設定温度(Source temperature)は最大 700°Cまでにしてください。

750°Cでも使用できますがヒーターの寿命が短くなるため、推奨しません。

7500 および 7500+ シリーズ

	設定範囲	OptiFlow®Pro (E-ANALYT 200+ μ L-ESI) (200 μ L/min, FIA)	OptiFlow®Pro (APCI) (1000 μ L/min, FIA)
Ion Source GS1	0~80	50	50
Ion Source GS2	0~80	60	N/A
Curtain Gas	30~50	40	40
CAD Gas	0~15	9	9
Source temperature	0~700	400	400
Spray Voltage	0~5500 (0~4500)	5500(4500)	-
Nebulizer current	0~5	-	2 (2)

※ カッコ()内は Negative モード時の設定値を表します。

※ Negative の Spray Voltage は最大 4500 です。

※ Curtain Gas の推奨値は 40 以上です。感度が十分な場合は 40 に設定して下さい。

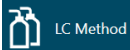
※ TIS の設定温度(Source temperature)は最大 700°Cまでにしてください。

750°Cでも使用できますが、ヒーターの寿命が短くなりますので推奨しません。

- ④ 作成したメソッドを保存します(Training では Reserpine_FIA_pos として保存)。

【FIA 用のメソッドの作成—LC メソッド—】

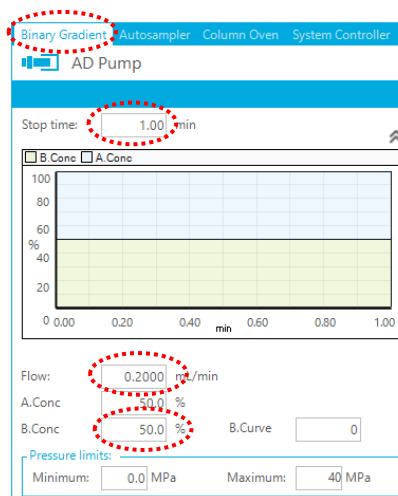
FIA 最適化では、Infusion で最適化した MS メソッドの他に LC メソッドが必要です。
続いて LC メソッドを作成します。

- ① Home 画面の LC Method アイコンをクリックします。
- ② 上部にある New をクリックします。
- ③ 以降の各 LC の入力方法を参考に以下の LC 条件を入力します。

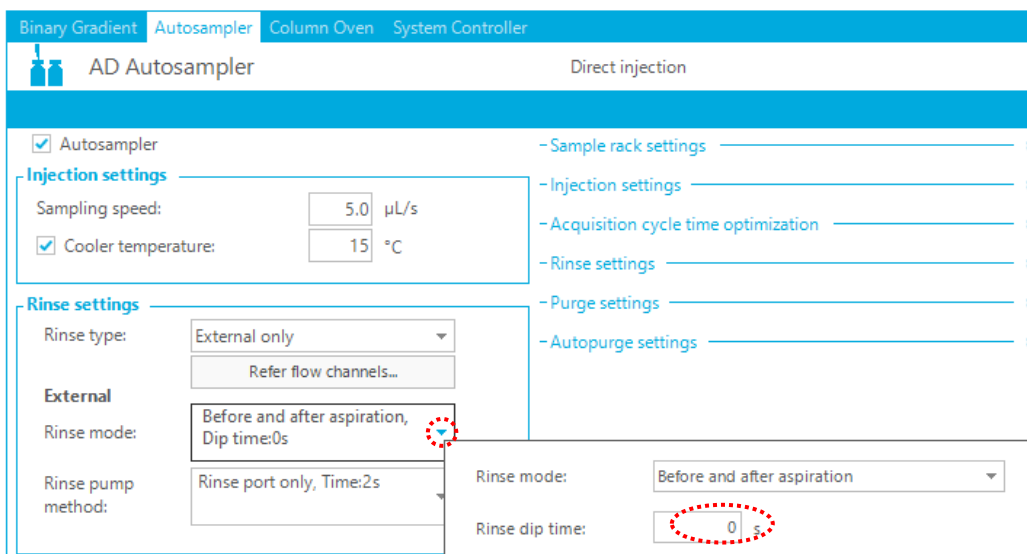
カラム	なし	
移動相 : A : B	0.1%ギ酸を含む精製水、または0.1%酢酸を含む精製水 アセトニトリル、またはメタノール	
グラジエント Time [min.]	0	1.0
A [%]	50	50
B [%]	50	50
流速(μl/min)	200	
カラム温度[°C]	40	
サンプルクーラー[°C]	5	
注入量 [μL]	10	

【ExionLC、島津社製 LC の場合】

- ① Binary Gradient タブをクリックします。
- ② Stop Time に 1.0min、Flow (流速)、B Conc. に適当な値を入力します。
 - ※ 流速、移動相組成は、実際に使用する組成、流速を入力してください。
 - ※ 将来、グラジェントで分析される場合は、対象成分が検出される時の溶媒組成を入力して下さい。
 - ※ A.Conc には入力できないため、B.Conc に入力して下さい。
 - ※ Training では 0.2 (mL/min)、に 50 (%) を入力してください。



- ③ Autosampler タブをクリックします。
- ④ Rinse Settings の Rinse Mode を Before and after aspiration に、Rinse Dip Time (オートサンプラーのニードル Wash 時間) に 0 sec を入力します。



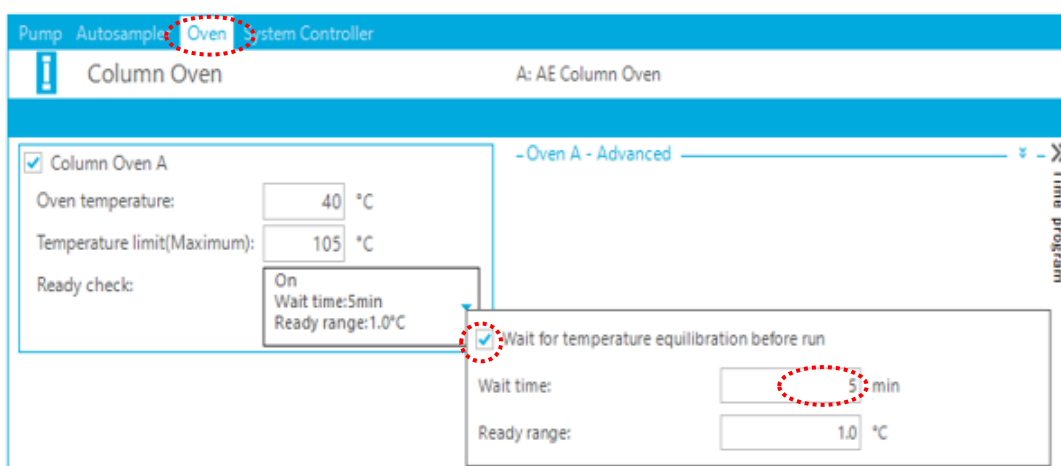
⑤ 必要に応じて Rinsing Volume、Rinse Method、Cooler Temperature を入力します。

※ 必要に応じてカラムオープンの Ready Check を 0 分に変更します。

⑥ Injection Volume に注入量を入力します(Training では 10 μ L を入力)。

【注意】

Injection Volume は 100 と入力することができますが、50 以上入力しないでください。



⑦ 7500 および 7500+ シリーズの場合、バルブの設定を行います(Training では下図の通り入力します)。

IntegratedSystem : ExionLC	Time (min)	Position
Valve : Valve Model	0	A
	0.05	B
	0.95	A

⑧ 上部にある Save ボタンの下矢印をクリックして Save as を選択し、適当なファイル名を入力して保存します(Training では Reserpine_FIA と入力)。

【Exion 2.0 の場合】

① LC System をクリックします。

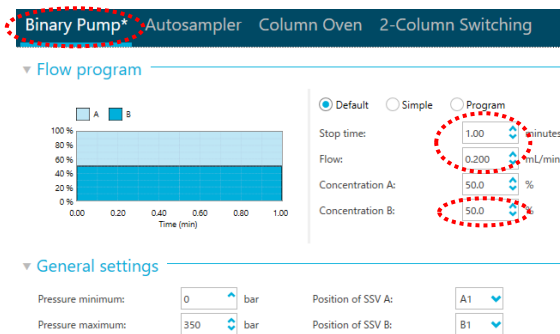
※ バツマークが入っている場合はその上を右クリックし、Use を選択します。
 ださい。

② Binary Pump タブをクリックします。

③ Stop Time に 1.0min、Flow (流速)、B Conc.に適切な値を入力します(Training
 では 0.2 (mL/min) 、に 50 (%) を入力)。

※ 流速、移動相組成は、実際に使用する組成、流速を入力してください。

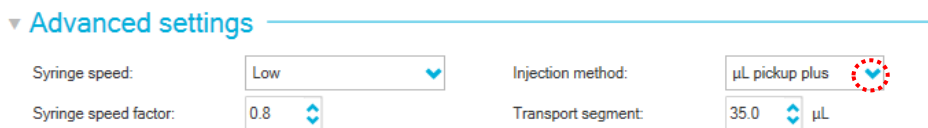
※ 将来、グラジェントで分析される場合は、対象成分が検出される時の溶媒組成を入力して下さい。



④ Autosampler タブをクリックします。

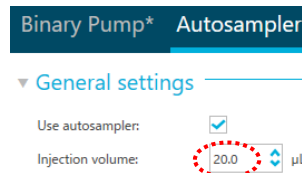
⑤ Rack setting の Use a specific rack に
 チェックをいれます。使用するラックタイプを選択します。

⑥ Advanced settings の「▶」をクリックし、Injection method の設定を行います。



⑦ 必要に応じて Rinse mode、Tray thermostetting を使用します。

⑧ Injection をクリックし注入量を入力します。



⑨ 7500 および 7500+ シリーズの場合、バルブの設定を行います (Training では下図の通り入力します)。

IntegratedSystem : ExionLC		
	Time (min)	Position
Valve : Valve Model	0	A
	0.05	B
	0.95	A

⑩ File メニュー > Save as を選択し、適当なファイル名を入力し、保存します
 (Training では Reserpine_FIA と入力)。

【Agilent 社製 LC の場合】

- ① LC Pump : Binary Pump タブをクリックします。
- ② 画面の左側に Pump のパラメータ、右側にタイムテーブルが表示されます。
- ③ 流速、移動相組成は、実際に使用する組成、流速を入力します(Training では流速 0.2 mL/min 、Solvents に B 50 % を入力)。

The screenshot shows the 'Flow' and 'Advanced' sections of the software. In the 'Flow' section, the flow rate is set to 0.200 mL/min. In the 'Solvents' section, solvent B is checked and set to 50.0%. The 'Pressure Limits' section shows a maximum pressure of 400.00 bar. The 'Stoptime' and 'Posttime' sections are set to 1.00 min. The 'Advanced' section shows a 'Timetable (3/69 events)' with the following data:

Time [min]	A [%]	B [%]	Flow [mL/min]	Max. Pressure Limit [bar]
0.00	50.0	50.0	0.200	400.00
1.00	50.0	50.0	0.200	400.00

- ④ タイムテーブルにグラジエント条件を入力します(Training では③と同じ条件で 1 分間)。
- ⑤ Column Oven : Column Comp.タブをクリックし、Temperature を入力します(Training ではを 40°C と入力)。
- ⑥ Autosampler : Sampler タブをクリックします。
- ⑦ Injection Volume(注入量)を入力します(Training では 10 μL と入力)。

Injection

Injection volume: 10.00 μl

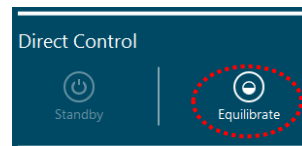
- ⑧ 7500 および 7500 + シリーズの場合、バルブの設定を行います (Training では下図の通り入力します)。

Time (min)	Position
0	A
0.05	B
0.95	A

- ⑨ 上部にある Save ボタンの下矢印をクリックして Save as を選択し、適当なファイル名を入力して保存します(Training では Reserpine_FIA と入力)。

FIA 用に作成したメソッドで機器を平衡化する

- ① LC のラインが MS に接続されていることを確認します。
- ② 標準溶液の入ったバイアルをオートサンプラーに置きます。
- ③ Status Panel をクリックし、下部の Equilibrate アイコンをクリックします。

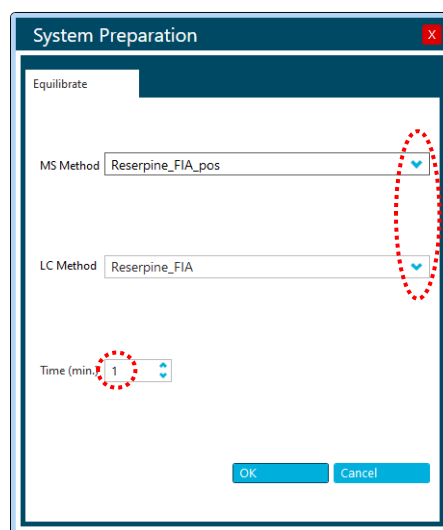


- ④ 作成した MS Method および LC Method をプルダウンより選択します。

※ Training では下記のように選択します。


MS Method : Reserpine_FIA_posi

LC Method : Reserpine_FIA



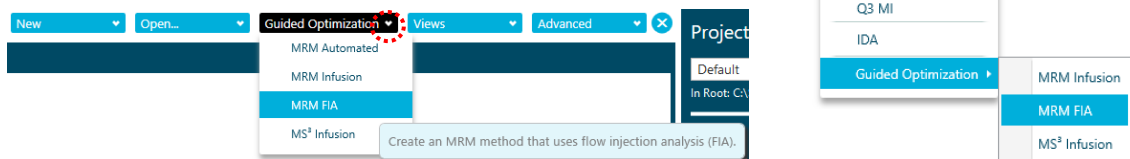
- ⑤ 平衡化する時間を入力し、OK をクリックします(Training では 1 分)。

※ イオンソース全体の温度が平衡になるのに 10 分程度かかりますので、15 分以上を推奨します。その後、FIA による最適化を始めます。

※ LC の溶媒が流れ、ガスやターボガスの加熱が始まり、平衡化後に画面右上の Status Panel が  Ready に変わります。


【FIAによるイオンソースの自動最適化の開始】

- ① Home 画面の MS Method アイコンをクリックします。
- ② 4.0 以下のバージョンは、上部にある New の下矢印(右図参照)をクリックし、Guided Optimization を選択し、MRM FIA を選択します。
- ③ 4.0 以上のバージョンは、上部にある Guided Optimization の下矢印(下図参照)をクリックし、MRM FIA を選択します。



- ④ 測定条件を入力する画面が開きます。

Set Initial Acquisition Values
Provide initial acquisition method settings to use in obtaining initial LC-MS conditions. Up to 10 MRM transitions can be entered.

LC Method: Reserpine_FIA  LC Method を選択

Injection volume: 10 µL

Method duration: 1 min

Rack Type: Vial Rack Rack Type を選択

Rack Position: [Dropdown]

Plate Type: 1.5mL (105 vial) Plate Type を選択


Plate Position: [Dropdown]

Polarity: Positive

Mass Table

Compound ID	Q1 mass (Da)	Q3 mass (Da)	Declustering potential (V)	Collision energy (V)	CXP (V)	Dwell time (ms)	Vial Position
1 Reserpine 1	609.000	195.000	60.0	30.0	10.0	100.0	1
2 Reserpine 2	609.000	397.000	60.0	30.0	10.0	100.0	1

Infusion での最適化で取得した MRM を入力

- ⑤ 使用する LC Method を選択します(Training では Reserpine_FIA を選択)。
※ LC Method アイコン  をクリックすると LC 条件を確認できます。
- ⑥ Rack Type および Plate Type を選択し、Injection volume、Method duration、Polarity に間違いがないかを確認します。
※ Injection Volume は Method の設定値が採用されます。
※ 上図は一例のため、LC の構成により Rack Type ならびに Rack Position、Plate Type、Plate Position を選択します。
- ⑦ Infusion 最適化で取得した MRM 情報を入力します(Training では 1 つを入力)。
※ 最大 10 までで実施します。
※ Excel で編集したものをコピー&ペーストして入力することも可能です。
※ Dwell time は 100 ms とします(デフォルト設定)。
- ⑧ セットしたバイアル位置を入力します(Training では Vial Position は 1 を入力)。

【注意】 行ごとにバイアルポジションを変えると各行に対して最適化を実施するため、最適化が終了した後、複数のメソッドに分かれます。

- ⑨ Next をクリックし、次の画面に進みます。
- ⑩ FIA 最適化で使用する MS の初期パラメータを入力します。
- ⑪ **Source and Gas Parameters** に下記の初期パラメータを入力します。

Set the initial LC-MS conditions to be used in the optimization step, by testing with different parameter values per compound.

Initial conditions with Reserpine Vial position: 1

初期パラメータ入力

▼ **Source and Gas Parameters**

Ion source gas 1: psi Curtain gas: psi Source temperature: °C

Ion source gas 2: psi CAD gas: Spray voltage: V

▼ **MRM**

Declustering potential: V Collision energy: V Collision cell exit potential: V

Q1 resolution: Q3 resolution:

<FIA 最適化のイオンソースのパラメータ初期値>

4500 シリーズ、5500 および 5500+ シリーズ、6500 および 6500+ シリーズ

	設定範囲	TurboIonSpray (200 µL/min, FIA)	Heated Nebulizer (1000 µL/min, FIA)
Ion Source GS1	0~80	50	50
Ion Source GS2	0~80	60	N/A
Curtain Gas	30~50	40	40
CAD Gas	0~12	9	9
Source temperature	0~700	400	400
Spray Voltage	0~5500 (0~4500)	5500 (4500)	-
Nebulizer current	0~5	-	2 (2)

7500 および 7500+ シリーズ

	設定範囲	OptiFlow®Pro (E-ANALYT 200+ µL:ESI) (200 µL/min, FIA)	OptiFlow®Pro (APCI) (1000 µL/min, FIA)
Ion Source GS1	0~80	50	50
Ion Source GS2	0~80	60	N/A
Curtain Gas	30~50	40	40
CAD Gas	0~15	9	9
Source temperature	0~700	400	400
Spray Voltage	0~5500 (0~4500)	5500(4500)	-
Nebulizer current	0~5	-	2 (2)

- ※ カッコ()内は Negative モード時の設定値を表します。
- ※ Negative の Spray Voltage は最大 4500 です。
- ※ Curtain Gas の推奨値は 40 以上です。感度が十分な場合は 40 に設定して下さい。
- ※ TIS の設定温度(Source temperature)は最大 700°Cまでにして下さい。
750°Cでも使用できますが、ヒーターの寿命が短くなりますので推奨しません。

- ⑫ 上部の Next ボタンをクリックします。
- ⑬ イオンソースパラメータの検討方法を設定します(Training では Range および Intensity を選択)。

※ パラメータの振り方は範囲指定(Range)と値指定(Discrete)があります。

※ 最適化の指標は強度(Intensity)と S/N(Signal To Noise)があります。



- ⑭ 下記のようにイオンソースパラメータの検討範囲を設定し、Start ボタンをクリックします。

- 1) 最適化するパラメータは、Optimize にチェックを入れます。
- 2) Infusion での最適化を Training では実施しているため、DP および CE、CXP を最適化しない場合はチェックを外します(7500 および 7500+ シリーズの場合は、DP の項目はありません)。

4500 シリーズ、5500 および 5500+シリーズ、6500 および 6500+シリーズの参考値

Initial Parameter Values

Optimize	Parameter Name	Initial Value	Start	Stop	Step
<input type="checkbox"/>	DP (v)	Show all...	80	120	20
<input type="checkbox"/>	CE (v)	Show all...	20	30	5
<input type="checkbox"/>	CXP (v)	Show all...	5	15	5
<input checked="" type="checkbox"/>	Curtain Gas (psi)	40.0	30	45	5
<input checked="" type="checkbox"/>	CAD Gas	9.0	6	12	1
<input checked="" type="checkbox"/>	Spray Voltage (V)	5500.0	4500	5500	500
<input checked="" type="checkbox"/>	Source temperature (°C)	400.0	300	700	50
<input checked="" type="checkbox"/>	Ion Source Gas1 (psi)	50.0	20	80	10
<input checked="" type="checkbox"/>	Ion Source Gas2 (psi)	60.0	20	80	10

7500 および 7500+ シリーズの参考値

Initial Parameter Values

Optimize	Parameter Name	Initial Value	Start	Stop	Step
<input type="checkbox"/>	CE (v)	Show all...	20	50	10
<input type="checkbox"/>	CXP (v)	Show all...	5	15	5
<input checked="" type="checkbox"/>	Curtain Gas (psi)	40.0	40	50	5
<input checked="" type="checkbox"/>	CAD Gas	9.0	6	15	1
<input checked="" type="checkbox"/>	Spray Voltage (V)	5500.0	1500	5500	500
<input checked="" type="checkbox"/>	Source temperature (°C)	0.0	250	700	50
<input checked="" type="checkbox"/>	Ion Source Gas1 (psi)	35.0	20	80	10
<input checked="" type="checkbox"/>	Ion Source Gas2 (psi)	70.0	20	80	10

※ Negative の IS は最大 4500 です。

※ 設定温度(Temperature)は最大 700°Cまでにご覧ください。
750°Cでも使用できますが、ヒーターの寿命が短くなりますので推奨しません。

- 3) Infusion での最適化した項目以外のパラメータは、1 条件につき 1 注入です。
- 4) 注入する回数の合計は、右下の **Sample injections** に表示されます。

※ 1 注入が 10 μL で注入回数が 20 回の場合、溶液は合計で 200 μL 使用します。

※ 下の例は 20 本中 13 条件目を測定中、合計 200 μL 使用する場合の表示

Sample injections: 13 / 20 Total sample volume: 200 μL

- 5) 複数回での結果を反映させる場合は、**Replicate injection for each step** をプルダウンすると選択可能です。

⑮ **Sample injections** が 0/【注入回数】になったら、**Next** ボタンをクリックします。

⑯ 結果レポート画面が出力されます。

※ レポートは測定データとともに自動で下記フォルダ内に保存されます。

<SCIEX OS3.4 未満>

D:\SCIEX OS Data\Optimization \FIAOptimization-【測定日時】

<SCIEX OS3.4 以上>

D:\SCIEX OS Data\【Project 名】\Optimization \FIAOptimization-【測定日時】

⑰ 右上の **Open in MS Method Editor** ボタンから最適化された MS メソッドを確認することができます。

※ 最適化が完了した MS メソッドは下記フォルダに自動で保存されます。

D:\SCIEX OS Data\【Project 名】\Acquisition Method\FIA -【測定日時】

4.7 測定メソッド(Acquisition Method)の完成(MS Method)

- ① **Open in MS Method Editor** をクリックして開いた **MS Method** または **Home** 画面から **MS Method** をクリックして、**FIA** で最適化した **MS** メソッドを上部にある **Open** から選択して開きます。
- ② メソッドに測定時間を入力します(**Training** では 6 分と入力)。
 - ※ **LC** の測定時間が既知の場合は、**Method duration** にその時間を入力します。
- ③ **Total scan time** を確認しながら **Dwell Time** を調整します。

※ 参考(Dwell time について)

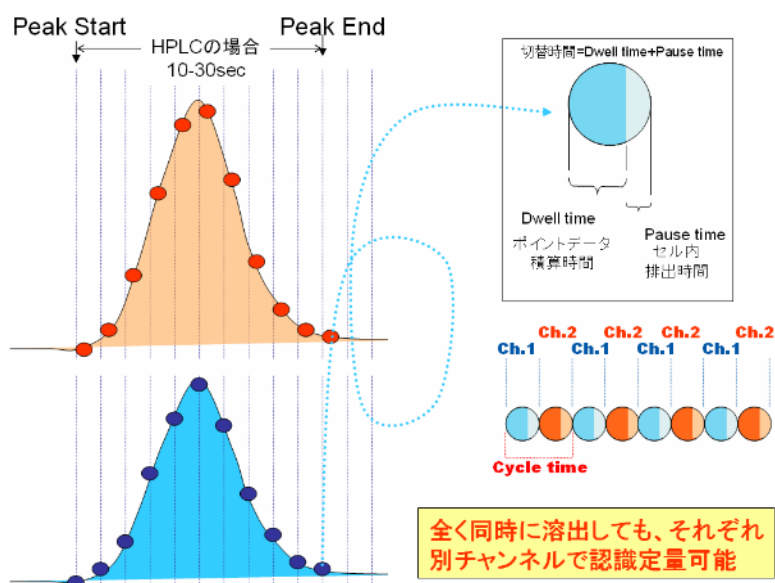
Time に **Dwell Time** を入力する際、**Total scan time** が十分か確認します。

Dwell Time はクロマトグラムにおけるピークの溶出幅とデータポイント数から換算して設定します。

【Total scan time, Dwell Time, Pause Time】

例えば、定量する化合物(**Analyte**)の溶出幅が 0.1 min (6 sec)と仮定した場合、データポイント数が 10 ポイント(10 Cycle)のデータを取得するには、1 Cycle Time を 0.6 sec 以下に設定する必要があります。

Total scan time は、**Dwell Time** と **Pause Time** (通常 5msec) の合計であることから、595 msec 以下になるように **Dwell Time** を設定します。



- ④ 上部の **Save** ボタンの下矢印から **Save as** で名前をつけて、保存します(**Training** では **Reserpine_MRM** を入力)。

4.8 測定メソッド(Acquisition Method)の完成(LC Method)

※ 実際の測定に使用する測定メソッドを作成します。

- ① Home 画面の LC Method アイコンをクリックします。
- ② 上部にある Open をクリックし、LC メソッドを選択します(Training では Reserpine_FIA を選択)。
- ③ 以降の各 LC の入力方法を参考に LC 条件を入力します(Training では以下の条件を使用)。

流速 : 0.2 mL/min、Gradient 条件 : 下図、Injection Volume: 5 μ L

	Time	Flow	A.Conc	B.Conc
1		0.2000	90.0	10.0
2	3.00	0.2000	10.0	90.0
3	3.01	0.2000	90.0	10.0
4	6.00	0.2000	90.0	10.0

【ExionLC、島津社製 LC の場合】

- ① Binary Gradient タブをクリックします。
- ② メソッド上部にある Injection Volume に注入量を入力します。

Stop Time に 6.0 min、Flow (流速)、B Conc.に適当な値を入力します。

Gradient

Advanced Simple

Time	Flow	A.Conc	B.Conc
1	0.2000	50.0	50.0
2	0.50	0.2000	50.0
3	2.50	0.2000	20.0
4	4.00	0.2000	20.0
5	4.01	0.2000	50.0
6	6.00	0.2000	50.0

Mobile phase switching valve

Mobile phase settings

Pump A

Compressibility settings

Mobile phase name Compressibility

A: Mobile phase A 0.45 /GPa

Pump B

- ③ Autosampler タブをクリックします。
- ④ Cooler temperature にサンプルクーラーの温度を入力します。
- ⑤ Rinse Settings の Rinse Mode を Before and after aspiration に、必要に応じて Rinsing Volume、Rinse Method を入力します。

Autosampler

Direct injection

Autosampler

Injection settings

Sampling speed: 5.0 uL/s

Cooler temperature: 15 °C

Rinse settings

Rinse type: External only

Refer flow channels...

External

Rinse mode: Before and after aspiration

Dip time: 0s

Rinse method: Rinse port only

Time: 2.0s

Sample plate settings

Specify plate

Specify needle stroke

Type	Needle Stroke [mm]
Plate	
1mL	47.0
1.5mL	47.0
4mL	47.0
10mL	47.0
MTP 96	48.0
DWP 96	48.0
MTP 384	48.0
PLATE 200	48.0

Injection settings

Acquisition cycle time optimization

- ⑥ Oven タブをクリックします。
- ⑦ Oven temperature に温度を入力します。
- ⑧ Injection をクリックし注入量を入力します。

※ Injection Volume はサンプルループの容量以上入力しないでください。

Injection Volume: 10.0 μL

- ⑨ 必要に応じてバルブの設定を行います(Training では右記の通り入力)。

Time (min)	Position
0	A
0.1	B
5.5	A

※ 参考(バルブの設定)

通常の設定の場合、

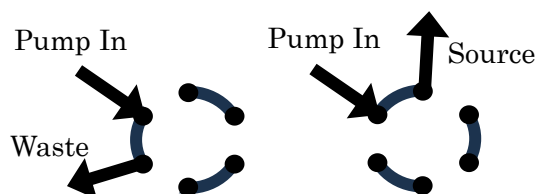
6方バルブは

Position A (廃液) : 6-1, 2-3, 4-5

Position B (MS) : 1-2, 3-4, 5-6

がつながっています。

特殊な設定になっている場合もありますので、どの番号のポートから液が出るかをご確認の上、ご使用ください。



【注意】

Valve の切り替え時間は、MS の測定開始時間および終了時間と同じ時間設定にしないでください。

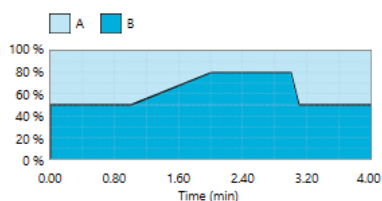
例)0~6 分の分析の場合、0.5~5.5 分の間で切り替え時間を設定します。

- ⑩ 上部にある Save ボタンの下矢印をクリックし Save as を選択し、適当なファイル名を入力して保存します(Training では Reserpine_MRM と入力)。

【Exion 2.0 の場合】

- ① Binary Gradient タブをクリックし、Flow program を Simple または Program を選択し、グラジエント条件を設定します。

▼ Flow program



Default Simple Program

Use equilibration:

	Time (min)	Flow (mL/min)	A (%)	B (%)	Event
1	0.00	0.200	50.0	50.0	00000000 ...
2	1.00	0.200	50.0	50.0	00000000 ...
3	2.00	0.200	20.0	80.0	00000000 ...
4	3.00	0.200	20.0	80.0	00000000 ...
5	3.10	0.200	50.0	50.0	00000000 ...
6	4.00	0.200	50.0	50.0	00000000 ...

▼ General settings

Pressure minimum: bar Position of SSV A:

Pressure maximum: bar Position of SSV B:

- ② General settings では使用するカラムの耐圧、溶媒切り替えバルブの設定を行います。

- ③ Autosampler タブをクリックし、Injection volume を入力、Use tray thermostating に を入れ、Advanced settings の をクリックし下図左のように設定し、Advanced rinse steps よりループ洗浄の設定を行います(下図右)。

Binary Pump* Autosampler* Column Oven 2-Column Switching

▼ General settings

Use autosampler:

Injection volume: μL Use air gap:

Rinse mode:

Use headspace pressure:

Advanced rinse steps:

Use tray thermostating:

Temperature: $^{\circ}\text{C}$

▼ Rack settings

Rack	Needle offset	Plate process order: <input type="text" value="Rows"/>
2x 48 vial rack	<input type="text" value="2.0"/> mm	Use a specific rack: <input type="checkbox"/>
2x 96 deep-well plate	<input type="text" value="2.0"/> mm	Use pretreatment: <input type="checkbox"/>
2x 96 well plate	<input type="text" value="2.0"/> mm	Use stacked injections: <input type="checkbox"/> <input type="text" value="Setup..."/>
2x 384 well plate	<input type="text" value="2.0"/> mm	
108 vial rack	<input type="text" value="2.0"/> mm	
2x 12 vial rack	<input type="text" value="2.0"/> mm	
30 vial rack	<input type="text" value="2.0"/> mm	

▼ Advanced settings

Syringe speed:

Syringe speed factor:

Injection method:

This injection mode requires Setup of the Advanced rinse steps under General settings.

Transport segment: μL

ExionLC2.0 - Advanced rinse steps ✕

Rinse steps:

Rinse delay (min):

Please note that the last step must be Transport if the μL pickup plus injection mode is used.

	Position	Volume (μL)	Valve wash
1	Wash	500	<input type="checkbox"/>
2	Transport	750	<input type="checkbox"/>
3	Transport	1000	<input type="checkbox"/>

- ④ Column Oven タブではカラムオーブンの温度設定を行います。

【Agilent 社製の場合】

- ① LC Pump : Binary Pump タブをクリックします。
- ② 画面の左側に Pump のパラメータ、右側にタイムテーブルが表示されます。
- ③ 流速、移動相組成は、実際に使用する組成、流速を入力します(Training では Flow 0.2 mL/min 、Solvents に B 50 % を入力)。

Flow: 0.200 mL/min

Solvents

A: 50.0 %

B: 50.0 %

Pressure Limits

Min: 0.00 bar Max: 400.00 bar

Stoptime Posttime

As Injector/No Limit Off

1.00 min 1.00 min

Advanced

Timetable (15/69 events)

Time [min]	A [%]	B [%]	Flow [mL/min]	Max. Pressure Limit [bar]
0.00	50.0	50.0	0.200	400.00
1.00	50.0	50.0	0.200	400.00
2.00	20.0	80.0	0.200	400.00
3.00	20.0	80.0	0.200	400.00
3.10	50.0	50.0	0.200	400.00
4.00	50.0	50.0	0.200	400.00

- ④ タイムテーブルにグラジエント条件を入力します。
- ⑤ Column Oven : Column Comp.タブをクリックします(Training では 40°C と入力)。
- ⑥ Autosampler : Sampler タブをクリックします。
- ⑦ Injection Volume(注入量)を入力します(Training では 5 μ L と入力)。

Injection

Injection volume: 5.00 μ L

- ⑧ 必要に応じてバルブの設定を行います (Training では右記の通り入力)。

Time (min)	Position
0	A
0.1	B
5.5	A

- ⑨ 上部にある Save ボタンの下矢印をクリックして Save as を選択し、適当なファイル名を入力して保存します(Training では Reserpine_FIA と入力)。

※ 参考(バルブの設定)

通常の設定の場合、

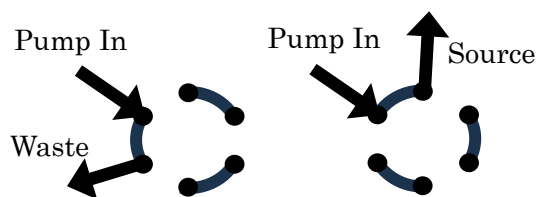
6方バルブは

Position A (廃液) : 6-1, 2-3, 4-5

Position B (MS) : 1-2, 3-4, 5-6

がつながっています。

特殊な設定になっている場合もありますので、どの番号のポートから液が出るかをご確認の上、ご使用ください。



【注意】

Valve の切り替え時間は、MS の測定開始時間および終了時間と同じ時間設定にしないでください。

例)0~6 分の分析の場合、0.5~5.5 分の間で切り替え時間を設定します。

4.9 測定

カラムの接続

カラムを接続します(**Training** では接続しません)。

システムの平衡化

- ① **Status Panel** をクリックし、下部の **Equilibrate** アイコンをクリックします。

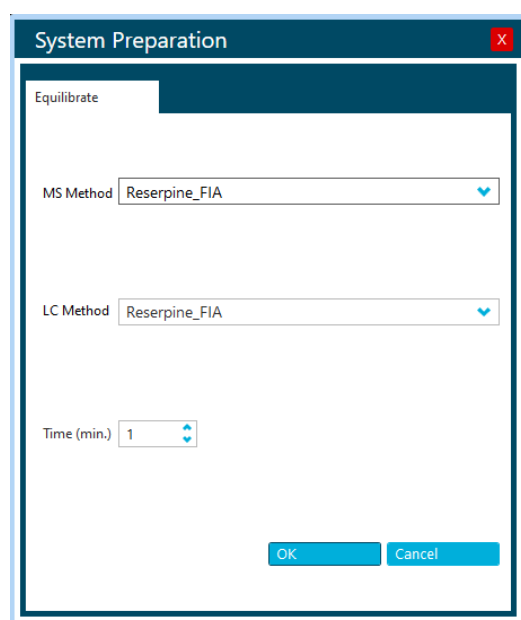


- ② 平衡化に使用する **MS Method** および **LC Method** をプルダウンより選択します。

※ **Training** では下記のように選択します。


MS Method : Reserpine_MRM

LC Method : Reserpine_MRM



- ③ 平衡化する時間を入力し、**OK** をクリックします(**Training** では 1 分)。

※ イオンソース全体の温度が平衡になるのに 10 分程度かかりますので、15 分以上を推奨します。

※ **LC** の溶媒が流れ、ガスやターボガスの加熱が始まり、平衡化後に画面右上の **Status Panel** が  **Ready** に変わります。

Batch の作成

以下の方法で測定するサンプルの情報(サンプル名、バイアル番号等)を入力します。

- ① Home 画面の Batch アイコンをクリックします。



- ② Batch 入力画面で測定に使用する情報を入力します(Training では下記の通り入力および選択)。

- ※ 既存の Batch がある場合は Open から開き、編集し使用することもできます。
- ※ Rack type および Rack Position、Plate Type、Plate Position は、装置構成に従って選択してください。
- ※ Plate Layout から確認または選択が可能です。
- ※ Injection Volume は LC メソッドの値が自動で反映されますが、直接入力でも変更することもできます。
- ※ 既存の解析メソッドがあれば、Processing Method に入力し、結果ファイル名を Results File に入力しておくことで、測定終了後に自動で解析まで完了させることも可能です。
- ※ 右クリックで Insert sample または Delete sample を選択して追加または削除が可能です。
- ※ Excel と同様に、コピー&ペーストやドラッグによる連続入力などの編集が可能です。また、行で右クリックをすると行の挿入や削除をすることができます。
- ※ Fill Down および Auto Increment を選択すると選択行以降の入力できます。

	Sample Name	MS Method	LC Method	Rack Type	Plate Type	Plate Position
1	test	Reserpine_FIA	Reserpine_FIA	Vial Rack	1.5mL (105 vial)	


Vial Position	Injection Volum...	Sample Type	Data File	Processing Met...	Results File
1	10.0	Unknown	training		

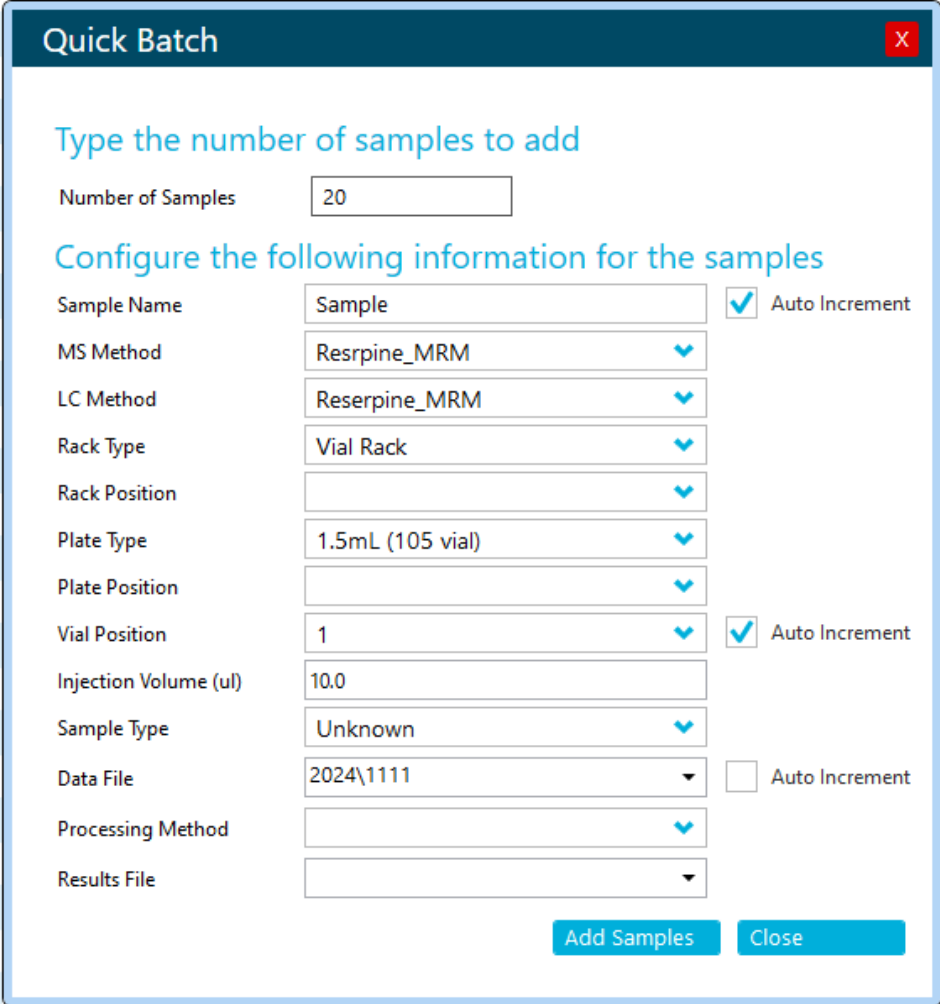
- ③ 測定結果は Data File 名ごとに保存されます。Data File 名が同一の場合、複数のデータが一つのファイルに保存されます。Sample 名が同一でも、上書きされることはありません。

- ※ 保存場所は下記の通りです。

D:\¥SCIEX OS Data¥ 【Project 名】 ¥Data¥ 【Data File 名】

【ヒント】

右上の Quick Batch  をクリックし、まとめて同じ内容を入力することが可能です。Auto Increment のチェックボックスにレ印をすると自動で番号が振られます。



- ④ 上部の Save ボタンの下矢印から Save as で名前をつけて Batch を保存します(Training では【日付】で保存)。

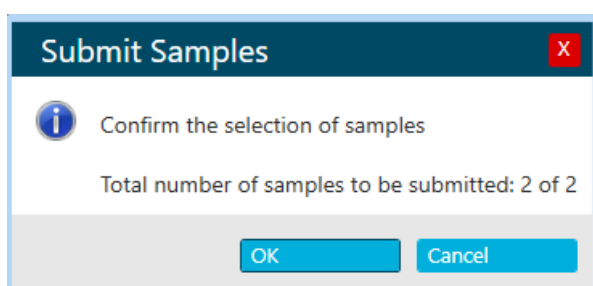
測定の開始

- ① 測定を開始する場合は、以下のいずれかの方法で **Submit** をクリックすると測定が開始します。

【注意】

平衡化が完了していた場合、**Submit** をクリックすると注入動作が開始します。

- 1) すべてのサンプルを測定する場合は、右上の **Submit** ボタンをクリックします。確認メッセージが表示され、確認後 **OK** をクリックします。
- 2) 一部のサンプルを測定する場合は、行を選択してから **Submit** をクリックします。確認メッセージが表示され、確認後 **OK** をクリックします。



- ② Home 画面の **Queue** アイコンをクリックします。



- ③ **Submit** した **Batch** が表示され、ダブルクリックすると **Submit** されたサンプルの詳細が表示されます。

Acquisition Status	Sample Name	Est. Start Time	MS Method	LC Method	Injection Volume (µl)	Data File
🕒	201227 - 2 samples					
Acquisition Status	Sample Name	Est. Start Time	MS Method	LC Method	Injection Volume (µl)	Data File
	201227 - 2 samples					
	Reserpine	2020/12/25 14:35:09	Reserpine_MRM	Reserpine_MRM	5	Reserpine_Training
	Reserpine	2020/12/25 14:41:14	Reserpine_MRM	Reserpine_MRM	5	Reserpine_Training

※ 測定中の **Data** を **Explore** で確認することができます。確認方法は、P.6-1 以降の“データの確認”をご参照ください。

- ④ 測定を途中で停止する場合は、上部の **Stop** ボタンをクリックし、開始する際に **Start** ボタンをクリックします。

※ すぐに測定を停止する場合は、**Stop now** を選択します。

※ 現在測定中のサンプルが終了した後に停止させる場合は、**Stop after the corrent tasks are completed** を選択します。

⑤ Queue の最後のサンプルを測定後、設定時間が経過すると、LC は自動で止まり、MS は Standby の状態に戻ります。

※ 上記の設定時間は Configuration の Queue にある Instrument idle time の時間で適宜変更可能です。

Devices	Queue Settings	Save	Cancel
Projects	Instrument idle time	60	min
User Management	Maximum number of acquired samples allowed	300	
Queue	<input checked="" type="checkbox"/> If a sample is missing, then proceed to the next sample		
Print Templates	<input type="checkbox"/> If calibration fails, then proceed to the next sample		
	<input checked="" type="checkbox"/> Save the calibration data to the current project folder instead of the SCIEX OS/TempData folder		

5 停止操作

- ① Home 画面から Configuration をクリックし画面を開きます。



- ② Devices を選択し、上部の Deactivate をクリックします。

※ 必要に応じて LC のみ Deactivate し、MS のみ Activate Device した状態にします。

- ③ ソフトウェアを閉じます。
④ HPLC の電源を切ります。
⑤ 必要に応じて PC の電源を切ります。

The screenshot shows the Configuration interface. At the top, there are buttons for 'Deactivate', 'Add', 'Edit', and 'Delete'. The 'Deactivate' button is highlighted with a red dashed circle. Below the buttons is a sidebar with a menu containing 'Devices', 'Projects', 'User Management', 'Queue', 'Print Templates', 'Licenses', 'LIMS Communication', 'General', 'Software Updates', and 'Service and Support'. The main area is titled 'Devices' and lists two items:

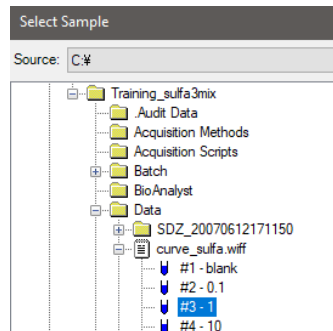
Device Name	Type	Subdevices	Activate
ExionLC AD	Integrated System ExionLC Shimadzu	Binary Gradient - Pump B Autosampler Column Oven System Controller	<input checked="" type="checkbox"/>
SCIEX 7500+ system	Mass Spectrometer SCIEX 7500+ system Sciex	Subdevices	<input checked="" type="checkbox"/>

Each device entry includes a small image of the device and a 'Last Modified' date.

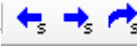



6 データの確認

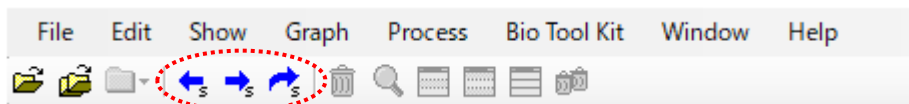
データを開く

- ① Home 画面から Explorer をクリックし Explorer を開きます。
- ② メニューバーの File から、あるいはアイコンの Open Sample を選択します。
- ③ 目的のデータの Wiff ファイル>目的の Sample を選択し、OK をクリックします(Training では、納品資料 DVD 内の Training_sulfa 3mix Triple Quad フォルダ中のサンプルをクリックします)。
- ④ 該当のデータファイルが開きます。



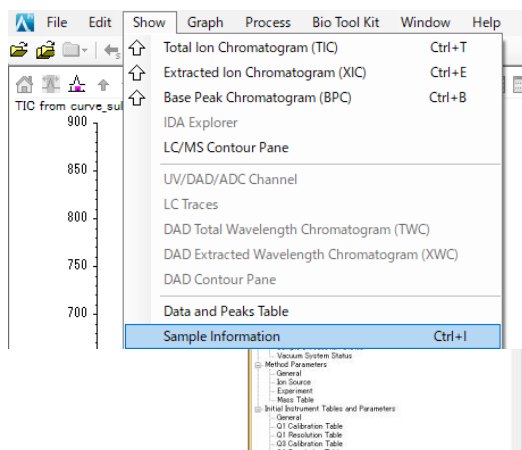
前後のクロマトグラムを表示する

- ① 上記の順序で該当のデータを開きます。
- ② 前後のクロマトグラムに移る場合は、メニューバーのアイコン  をクリックします。
 - ※ 左矢印  : 一つ前のクロマトグラムが表示されます。
 - ※ 右矢印  : 次のクロマトグラムが表示されます。
 - ※ 曲がった矢印  : データを選択する画面が開き、任意のクロマトグラムを表示させることができます。



分析時の測定条件を確認する

- ① メニューバーの Show から Sample Information を選択します。
- ② 分析条件など、データを取得した際の情報が表示されます。



Sample Information

Data File Properties
Original data file name: PFAS_20241128
Original data file path: D:\SCIEX OS Data\PFAS\Data\PFAS_20241128.wiff2
Original computer name: DESKTOP-55H2BK0
Software generated data file: SCIEX OS 3.4.0.19154
Service version: ClearCore2.Service 3.4.0.19154

Device Properties

	Device Model	Firmware Version	Serial Number
MassSpectrometer	SCIEX Triple Quad 5500+	PI12007 PBI1100 PIA1100 (210714 02 A3 D5147809C) 230213 USL0350 20130613	EX242862409
IntegratedSystem	Shimadzu Nexera Series	Pump A - LC-40D XS - 1.12, Autosampler - SIL-40C XS - 1.19, Oven A - CTO-40C - 1.03, System Controller - SCL-40 - 1.67	Pump A - LC-40D XS - L22426203373, Autosampler - SIL-40C XS - L22456201993, Oven A - CTO-40C - L2246210223, System Controller - SCL-40 - L22106205846
Valve	Valve Model	1.0.0.0	AB SCIEX 1

マスクロマトグラム(XIC)の表示

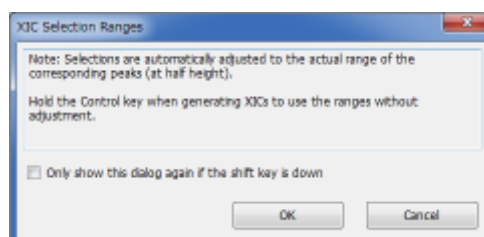
<数値を入力する場合>

- ① メニューバーの Show から Extracted Ion chromatogram(XIC)を選択します。
- ② m/z 、Width、化合物名を選択し、OK をクリックします(Training では下図のように選択)。

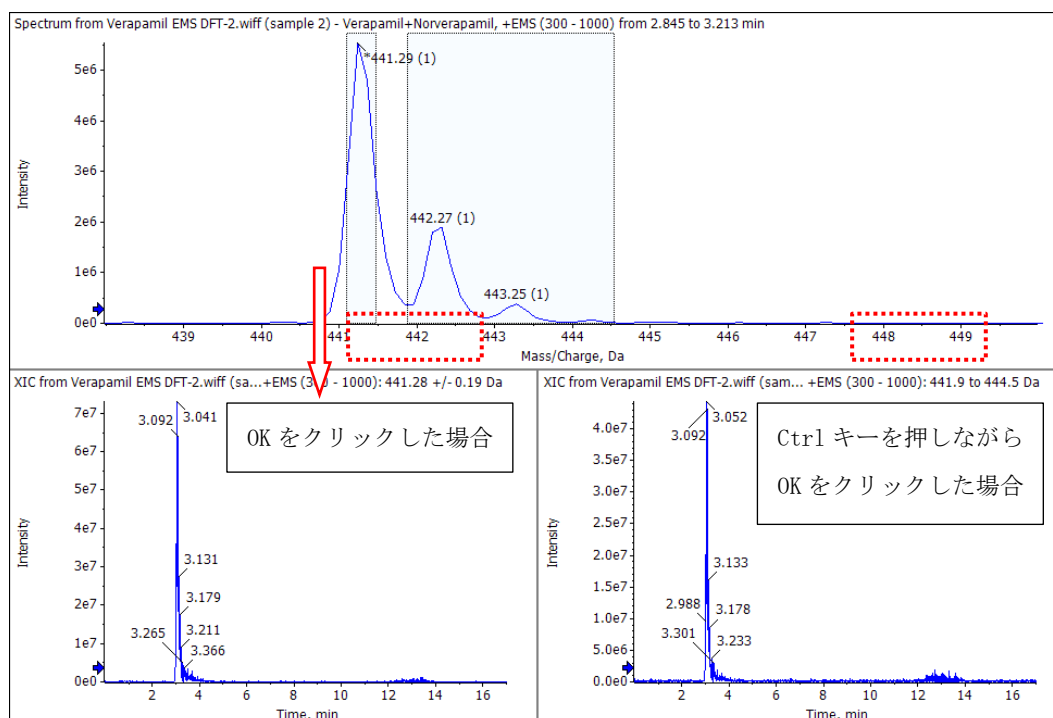
Select MRMs	
Q1	Q3
251.2	108.2
265.2	92.0
311.2	156.3

<マススペクトルから表示する場合>


- ① 目的のマススペクトルを拡大します。
- ② スペクトルを左ドラッグで選択し、ダブルクリックします。
- ③ 右図のようなメッセージが表示されます。
- ④ OK をクリックします。

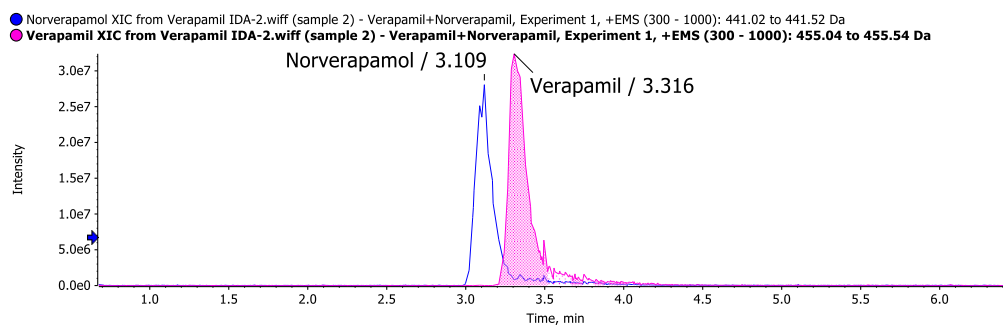


- ⑤ 選択範囲の中で一番強度の強い MS 値 ± 0.2 Da で抽出した XIC が表示されます。

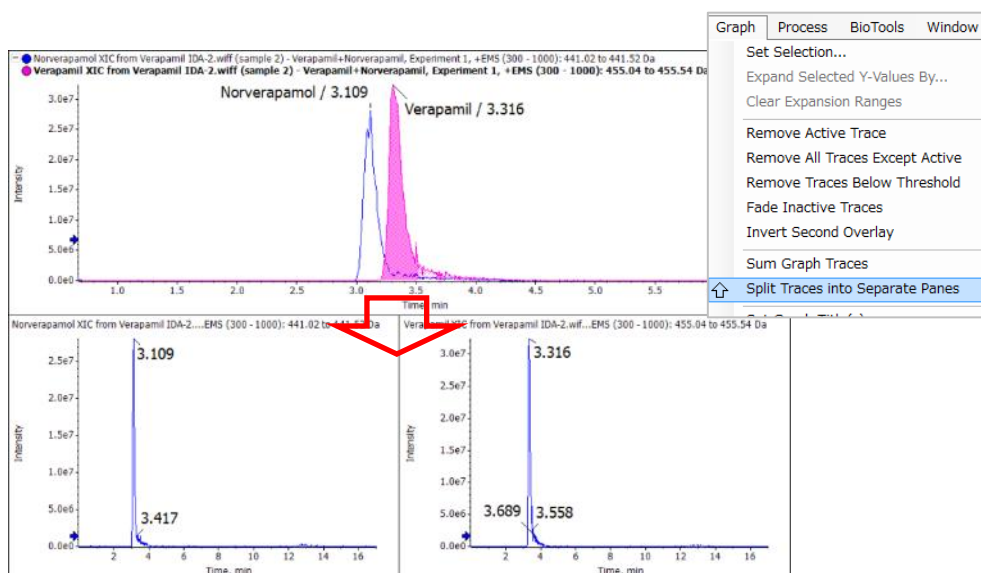


- ⑥ キーボードの Ctrl キーを押しながら、OK をクリックすると、選択した MS レンジで抽出した XIC が表示されます。

- ⑦ 重ね書きされたクロマトグラムに名前を割り当てたり、ピークを塗りつぶしたりする場合、 アイコンを選びます。

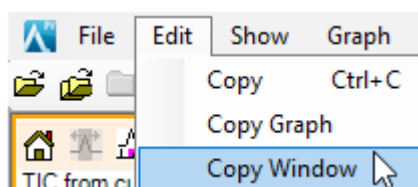


- ⑧ 重ね書きされた Pane を個々の Pane にする場合は、メニューバーの Graph から Split Traces into Separate Panes を選択します。



画面のコピー

- ① クロマトグラム等をコピーするには、メニューバーの Edit から Copy Graph あるいは Copy Window を選択します。



- ② Copy Graph : メタファイル形式、Copy Window : ビットマップ形式です。
 ③ ペイントやパワーポイント等にペーストします。

7 SCIEX OS Software を用いた定量解析

本マニュアルでは SCIEX OS Software の Analytics モードを用いて解析を行う方法を示します。

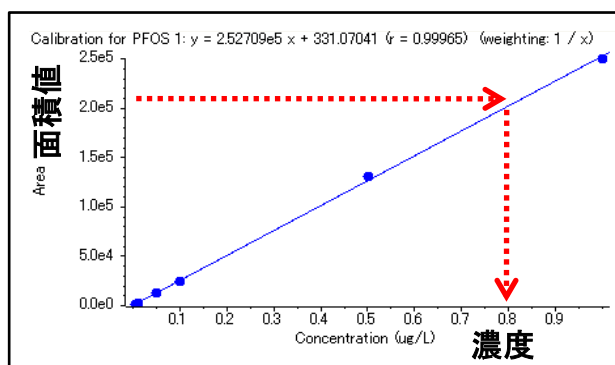
- 濃度既知の標準液から作成した検量線をもとに、濃度未知のサンプルの定量を行います。

内部標準物質(IS)を使用した場合は、解析時に指定した内部標準物質によって自動補正されます。

- Training では Training では、納品資料 DVD 内の Training_sulfa 3mix Triple Quad フォルダ中のサンプルをクリックします)。
 - Sulfadiazine (SDZ : 251.2/108.2)、Sulfamerazine (SMZ : 265.2/92.0)の検量線の作成(内部標準物質 Sulfadimethoxine (SDMX : 311.2/156.3)による補正)
 - 未知試料中の SDZ と SMZ の定量

<参考> 検量線について

検量線(標準濃度曲線)とは、既知の濃度の標準試料と未知の試料とを比較することにより、未知の試料に含まれる物質の濃度を求める手法です。検量線は、検体(測定対象物質)の濃度の変化に応じて検出器がどのように反応するかを示したグラフ(分析シグナル)です。検量線を作成するために、未知の検体の想定濃度を中心とする各種濃度で調整された標準物質を準備する必要があります。



<参考> 内部標準物質について

内部標準物質は、測定時の注入量、MS のイオン化時のサプレッションなどの効果を補正するために使用します。生体試料など、複雑なマトリックス中で定量解析を正確に行う必要がある場合に特に推奨されます。

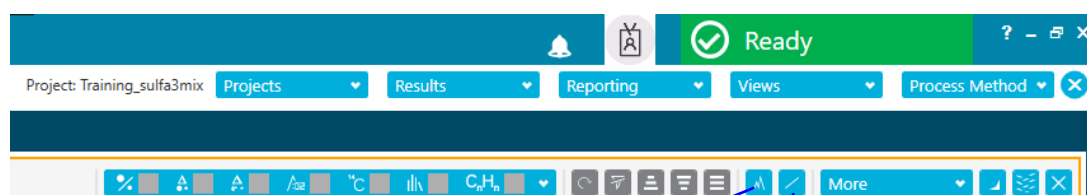
<SCIEX OS Software Analytics モード定量画面>

The screenshot displays the 'Analytics' software interface. At the top, there's a navigation bar with 'Projects', 'Results', and 'Reporting' tabs. Below this is a table with 21 rows and columns including 'Index', 'Sample Name', 'Component Name', 'Actual Concentration', 'Expected RT', 'Area', 'Retention Time', 'Calculated Concentration', 'Adduct Change', 'Accuracy', and 'Formula'. A callout box labeled '定量結果' (Quantification Results) points to this table.

Below the table, there are two calibration curves. The first is for SDZ, showing a linear relationship between concentration and response. A callout box labeled '検量線' (Calibration Curve) points to this graph. The second is for SMZ, also showing a linear relationship.

At the bottom, there are three chromatograms showing peaks at different retention times. A callout box labeled 'クロマトグラム' (Chromatogram) points to these plots. A callout box on the left, labeled '化合物リスト' (Compound List), contains the text: '※化合物リストをクリックすると、定量結果やクロマトグラムが表示されます。' (Clicking on the compound list displays quantification results and chromatograms).

<よく使用するアイコン>



Displays the Peak Review
 クリックするとクロマトグラムが表示されます。

Displays the Calibration Curve
 クリックすると検量線が表示されます。

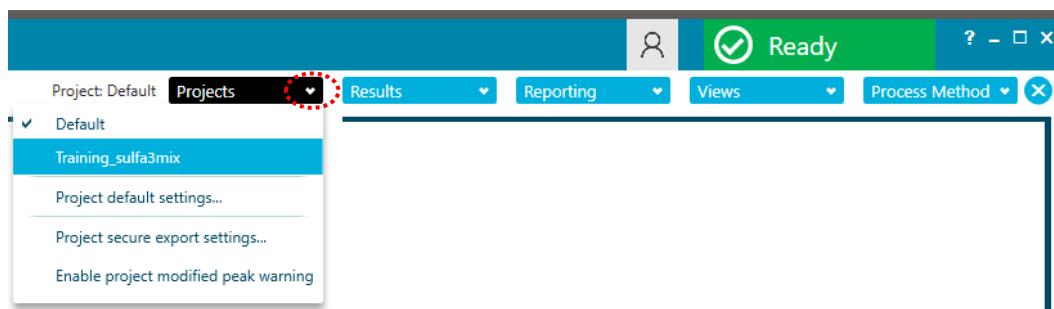
7.1 SCIEX OS Software の Analytics の起動

ホーム画面に表示されている Analytics のアイコンをクリックします。



7.2 Project の選択

画面上部の Projects > 目的の Data の格納されている Project を選択します(Training では Training_sulfa 3mix Triple Quad を選択)。



7.3 初期設定の変更

- ① **Projects** をクリックし、**Project Default Settings** を選びます。
- ② **Quantitative Processing** では、図を参考に、定量解析に使用するアルゴリズムや積分条件、検量線の条件等を設定します。

※ 各種設定は状況に応じて変更します。

The screenshot shows the 'Project Default Settings' dialog box with the 'Quantitative Processing' tab selected. The title bar reads 'Project Default Settings'. The main heading is 'Set Project wide defaults for quantitative processing method parameters'. The left sidebar contains 'Quantitative Processing' (selected), 'Qualitative Processing', and 'Workspace Layout'. The main area is divided into several sections:

- Method Defaults:** Signal to Noise Algorithm: Relative Noise (dropdown)
- Integration Defaults:** Integration Algorithm: MQ4 (dropdown)
- Retention Time (RT):** XIC width: 0.02 Da; Expected RT: 0.000 min; RT Half Window: 30.0 sec; Update Expected RT: No (dropdown); Report Largest Peak:
- Integration:** Minimum Peak Width: 3 points; Minimum Peak Height: 100.00; S/N Integration Threshold: 0; Gaussian Smooth Width: 0.0 points; Noise Percentage: 40.0 %; Baseline Subtract Window: 2.00 min; Peak Splitting: 2 points
- Units & Calibration Defaults:** Units & Calibration Defaults (dropdown)
 - Concentration units: (empty)
 - Regression parameter: Area (dropdown)
 - Regression type: Linear (dropdown)
 - Weighting type: None (dropdown)

At the bottom, there are checkboxes for 'Apply to current project' (checked) and 'Use for new projects in current data root' (unchecked), along with a 'More Projects...' button.

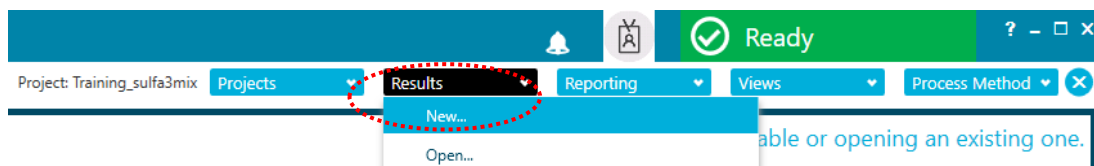
- ③ **Qualitative Processing** では、下図を参考に定性解析に使用するライブラリーサーチや各種パラメーター等を設定します。

The screenshot shows the 'Project Default Settings' dialog box with the 'Qualitative Processing' tab selected. The title bar reads 'Project Default Settings'. The main heading is 'Set Project wide defaults for qualitative processing method parameters'. The left sidebar contains 'Quantitative Processing', 'Qualitative Processing' (selected), and 'Workspace Layout'. The main area is divided into several sections:

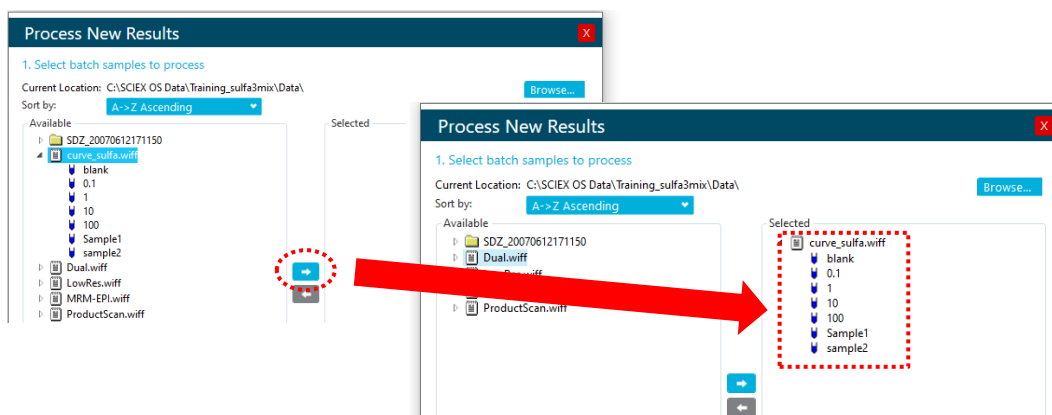
- Library Search:** Library Search Algorithm: Smart Confirmation Search (dropdown); Results Sorted By: Purity (dropdown)
- Algorithm Parameters:** Precursor Mass Tolerance: +/- 0.4 Da (checked); Collision Energy: +/- 5 eV (unchecked); Retention Time: +/- 0.5 min (unchecked); Fragment Mass Tolerance: +/- 0.4 Da
- Other Parameters:** Ignore Isotopes In Unknown: ; Maximal Number Of Hits: 5; Use Polarity: ; Intensity Threshold: 0.05; Use Collision Energy Spread: ; Minimal Purity: 10.0 %; Use Compound Specific Purity Threshold: ; Intensity Factor: 5

7.4 Result Table の作成

- ① 画面上部の Results > New をクリックします。



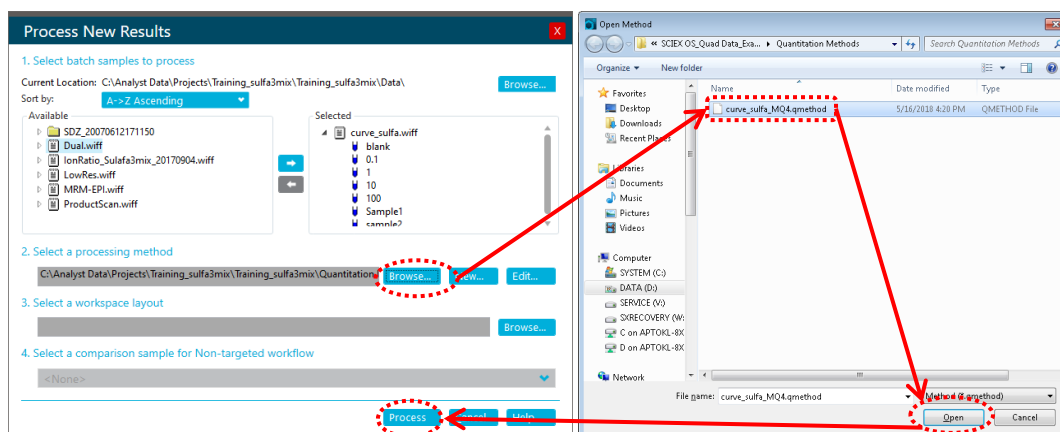
- ② Process New Results 画面を開き、Select batch Samples to process で、Available から解析するデータを選択し、右矢印をクリックして Selected に移動します。(Training では curve_sulfa.wiff の全 Data を移動)。



- ③ Process New Results 画面の 2. Select a processing method で、以前に作成した Processing Method(定量解析用 Method)がある場合は Browse...をクリック、使用する解析メソッドを選択し、Process をクリックし”7.5 Results Table の確認、編集”に進みます。

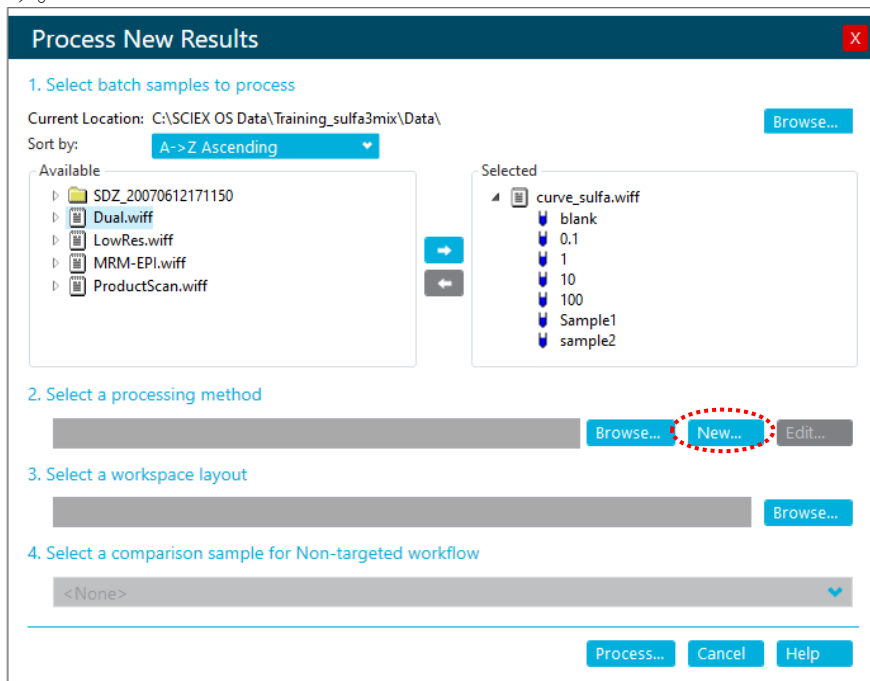
※ Processing Method が無い場合、次のページの”新規に定量解析用メソッドを作成し、Results Table を作成する”に進みます(Training では新規に作成)。

※ Layout を過去に保存していた場合、Select a workspace layout の Browse...から選択することが可能です。

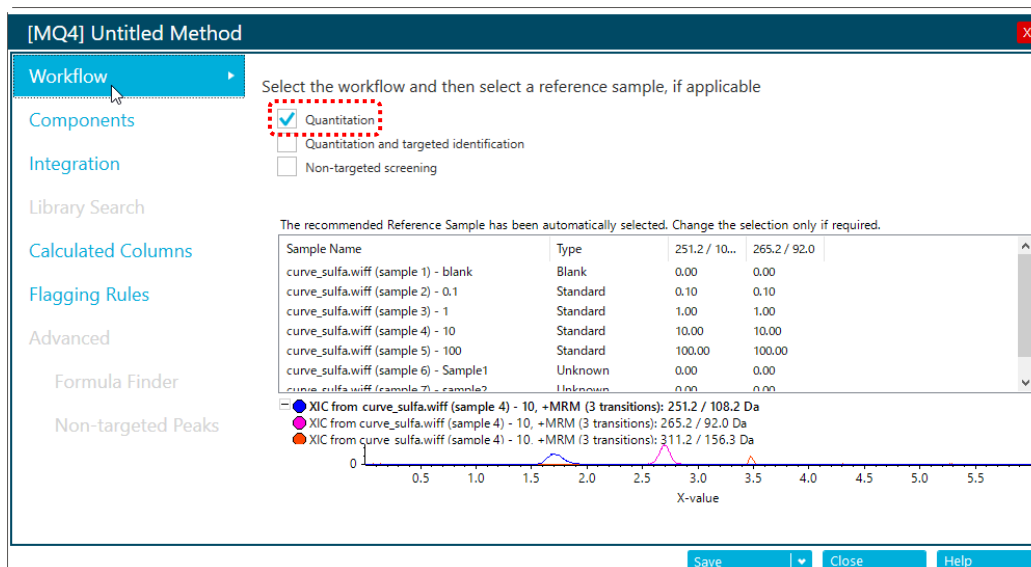


新規に定量解析用メソッドを作成し、Results Table を作成する

- ① Process New Results 画面の 2. Select a processing method の New をクリックします。



- ② 解析メソッドの編集画面が表示されます。
- ③ Workflow で Quantitation and targeted identification のチェックを外し、Quantitation にチェックが入っていることを確認します。
- ※ ライセンスの種類によりチェックボックスがない場合もあります。
- ④ 代表サンプルが自動的に選択されます。
- ※ Sample Name をクリックすると代表サンプルが切り替わります。



⑤ Components で化合物名、内部標準物質(IS)の情報を入力します。

※ Training Data では、311/156 が IS です。

※ IS が無い場合は、入力は不要です。

[MQ4] Untitled Method

Workflow Select or verify the analyte and internal standard names and masses.

Components

Integration

Library Search

Calculated Columns

Flagging Rules

Row	IS	Group	Name	Precursor (Q1) Mass (Da)	Fragment (Q3) Mass (Da)	Retention Time (min)	IS Name	Experiment Index
1	<input type="checkbox"/>		251.2 / 108.2	251.15756	108.2		IS	1 MRM (3 transitions)
2	<input type="checkbox"/>		265.2 / 92.0	265.19239	92		IS	1 MRM (3 transitions)
3	<input checked="" type="checkbox"/>		IS	311.21171	156.3			1 MRM (3 transitions)
4	<input type="checkbox"/>							

⑥ Integration で代表サンプルの自動積分された結果が表示されます。チャンネル(成分)をクリックし、全成分について同様に積分パラメータを設定、確認します。

※ ピークが希望通りに積分されない場合は、下記【スムージングおよび積分パラメータ】を参考に積分パラメータを変更後、Apply をクリックし、クロマトグラムに反映します。

※ パラメータは Results Table 作成後も変更できます。

[MQ4] Untitled Method

Workflow For each component, configure the parameters to optimize peak integration

Components Integration Algorithms: MQ4

Options

Integration

Library Search

Calculated Columns

Flagging Rules

Advanced

Formula Finder

Non-targeted Peaks

251.2 / 108.2
265.2 / 92.0
IS

▼ Retention Time (RT)

Expected RT 1.705 min

RT Half Window 30.0 sec

Update Expected RT No

Report Largest Peak

▼ Integration

Apply peak parameters to all of the components

Minimum Peak Width 3 points

Minimum Peak Height 100.00

S/N Integration Threshold 0

Gaussian Smooth Width 1 points

Noise Percentage 40.0 %

Baseline Subtract Window 2.00 min

Peak Splitting 2 points

▼ Units & Calibration Defaults

Apply units and calibration parameters to all of the components

Concentration units

Regression parameter Area

Regression type Linear

Weighting type 1/x

Remove outliers automatically from the calibration curve

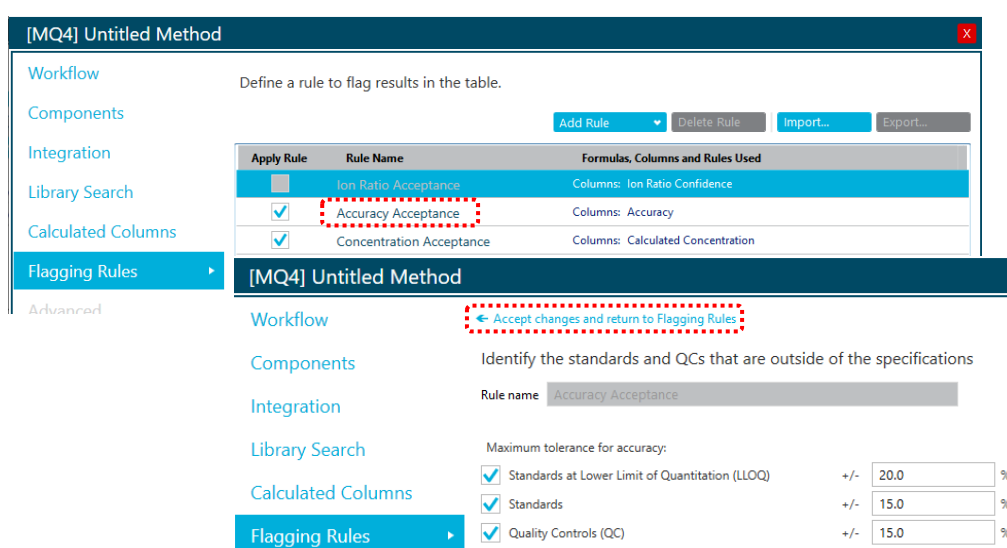
Apply

251.2 / 108.2 (251.2 / 108.2) from 1 (curve_sulfa.wiff (sample 3))
Area: 6303.813, Height: 594.009, RT: 1.71 min

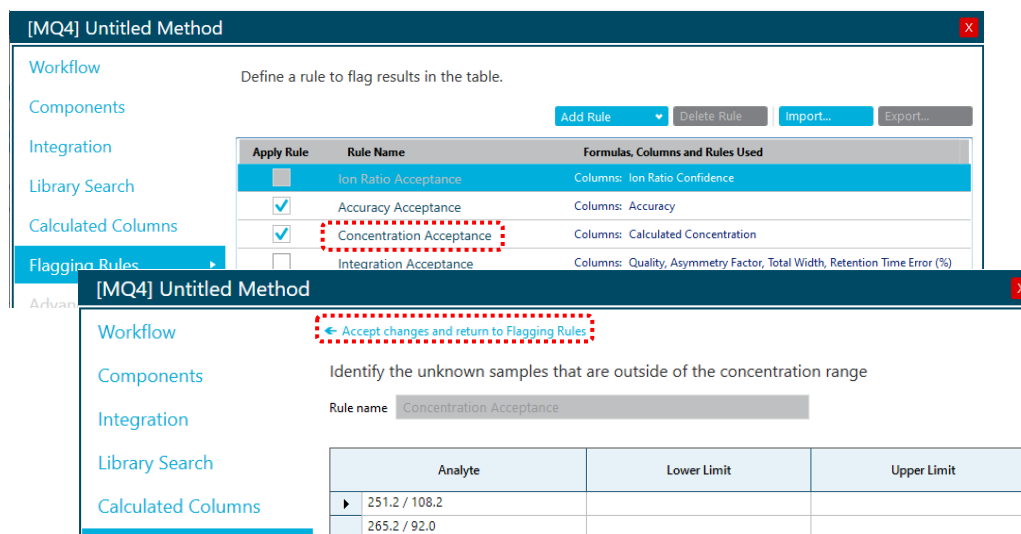
【スムージングおよび積分パラメータ】

- **Gaussian Smooth Width** : スムージングをかける場合、値を入力します。
- **Min. Peak Height** : ここで設定した高さ (Intensity, cps) を超えるピークを積分します。ベースラインよりも高めに設定することで、ノイズや強度の低いピークは積分されなくなります。
- **Noise Percentage** : 値を大きくする程、ベースラインが上がり、ピーク面積値が小さくなります。
- **Baseline Sub. Window** : ベースラインとして設定する最小強度を検索する幅になります。Peak 幅の 2-3 倍程度が Default 値になります。
- **Peak Splitting** : 値を大きくする程、割れたピークを一つのピークとして認識しやすくなります。

- ⑦ **Calculated Columns** をクリックし、必要に応じて設定します。
- ※ 設定方法は中級定量トレーニングマニュアルをご参照ください。
- ⑧ **Flagging Rules** をクリックし、真度、定量値の許容誤差について設定します。
- ※ 基準値から外れた場合、定量結果のセルがピンクにハイライトされます。
 - ※ 設定しない場合はチェックをはずします。
 - ※ イオン比の表示は、中級定量トレーニングマニュアルをご参照ください。
 - ※ **Accuracy Acceptance** をクリックし、必要に応じて真度の許容誤差を設定します。
 - ※ 設定後、**Accept changes and return to Flagging Rules** をクリックし、前の画面に戻ります。



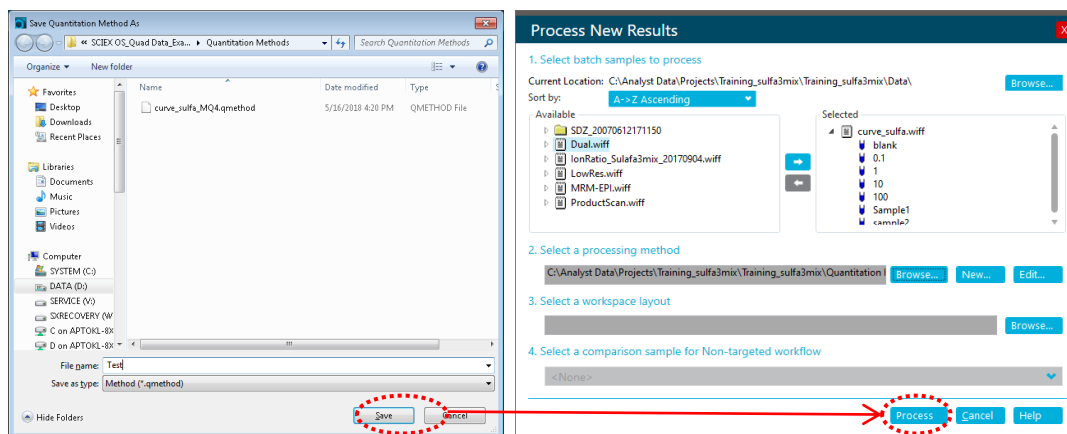
- ⑨ **Concentration Acceptance** をクリックし、必要に応じて定量値の許容誤差を設定します。 **Accept changes and return to Flagging Rules** をクリックし、前の画面に戻ります。



⑩ Save をクリックし、File Name に解析 Method 名を入力し、Save をクリックします (Training では【日付】を入力)。

⑪ Process New Results 画面に戻ります。Process をクリックすることで、解析が開始され、終了後 Result Table(解析結果)が表示されます。

※ Layout を過去に保存していた場合、Select a workspace layout の Browse...から選択することが可能です。



7.5 Results Table の確認、編集

- ① Samples タブでは、任意のサンプルを選択できます。Results Table はサンプルごとに表示されます。

Index	Sample Name	Sample T...	Component Name	Component Type	Retention Time	Area	Actual Concentration	Calculated Concentration
1	blank	Blank	251.2 / 108.2	Quantifiers	N/A	N/A	N/A	N/A
2	blank	Blank	265.2 / 92.0	Quantifiers	2.70	4.232e2	N/A	2.198e-1
3	blank	Blank	311.2/156.3	Internal Stand...	3.49	2.207e3	1.00	N/A

- ② Components and Groups タブでは、任意の Analyte を選択します(Training では 251/108 を選択)。

Index	Sample Name	Sample Type	Component Name	Component Type	Retention Time	Area	Actual Concentration	Calculated Concentration
1	blank	Blank	251.2 / 108.2	Quantifiers	N/A	N/A	N/A	N/A
2	blank	Unknown Standard	265.2 / 92.0	Quantifiers	2.70	4.232e2	N/A	2.198e-1
3	blank	Quality Control	311.2/156.3	Internal Stand...	3.49	2.207e3	1.00	N/A
4	0.1	Blank	251.2 / 108.2	Quantifiers	1.72	9.533e2	0.10	9.553e-2
5	0.1	Double Blank	265.2 / 92.0	Quantifiers	2.71	1.471e3	0.10	8.399e-2
6	0.1	Solvent	311.2/156.3	Internal Stand...	3.48	1.307e4	1.00	N/A

- ③ Sample Type を確認、編集します。

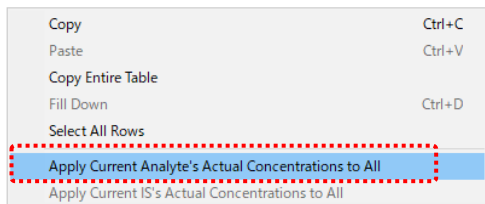
※ 変更する場合はプルダウンメニューから、標準液：Standard、QC サンプル：Quality Control、ブランク：Blank、サンプル：Unknown を選択してください。

- ④ Actual Concentration に標準液の調整濃度を確認、入力後 Enter キーを押して更新します。(Training では 0.1、1、10、100 と入力)

※ Excel などからのコピー(Ctrl+C)、ペースト(Ctrl+V)可能です。


※ 全化合物について濃度を確認、入力します。

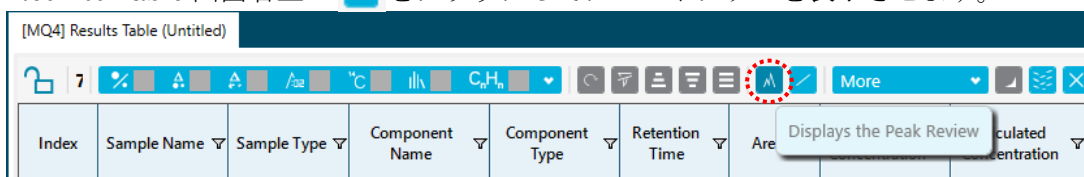
※ 全化合物の濃度が同じ場合は、1 化合物のみ入力後、カラム上を右クリックし、Apply Current Analyte's Actual Concentrations to All を選択すると標準液濃度が全化合物に反映されます。




- ⑤ サンプルの定量値が、Calculated Concentration に表示されます。

7.6 クロマトグラムの表示

- ① Results Table 画面右上の  をクリックしてクロマトグラムを表示させます。



- ② クロマトグラム右上の Options > Show navigation control を選択すると、クロマトグラム上部に表示されます。  をクリックすると、前後のページが表示されます。
- ③ 必要に応じて、表示されているクロマトグラム数(縦、横数)について変更する場合は、Options > Peak review display settings を選択します。Peak review Options 画面上部の Number of rows、Number of columns で変更後、OK をクリックしてください。

Index	Sample Name	Sample Type	Component Name	Component Type	Retention Time	Area	Actual Concentration	Calculated Concentration
16	Sample1	Unknown	251.2 / 108.2	Quantifiers	1.70	3.220e4	N/A	3.550e-1
17	Sample1	Unknown	265.2 / 92.0	Quantifiers	2.69	5.548e4	N/A	4.828e-1

Peak Review Options

Appearance | Zooming | XIC Graph Title

Number of rows: 1

Number of columns: 3

Overlay: Don't overlay

Peak Fill Style: Dotted

Mark expected RT with arrow

Manual Integration(Percent Rule) 0

Reject manual integration if difference in new area is less than specified % of original area

OK Cancel Help

7.7 パラメータの変更

- ① 必要に応じてクロマトグラム左に表示されているパラメータ値を変更し、クロマトグラムのピーク認識方法を変更します。

The screenshot displays the 'Manual Integration' settings in the software. The 'Retention Time (RT)' section includes: Expected RT (1.705 min), RT Half Window (30.0 sec), Update Expected RT (No), and Report Largest Peak (unchecked). The 'Integration' section includes: Minimum Peak Width (3 points), Minimum Peak Height (100.00), S/N Integration Threshold (0), and Gaussian Smooth Width (1 points). Two chromatograms are shown: one for peak 100 at 3.476 min and another for peak 1 at 1.699 min.

- ② 各パラメータの詳細については、P.7-7【スムージングおよび積分パラメータ】を参照ください。
- ③ 変更後 **Apply** をクリックすると、選択したサンプルピークに変更したパラメータが反映されます。

全サンプルピークに変更したパラメータを反映させる

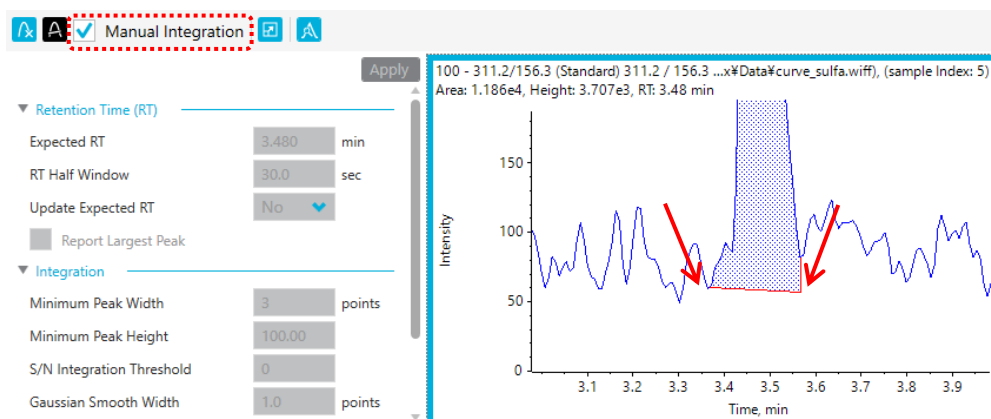
- ① 選択したサンプルに値を反映させた後、クロマトグラム上を右クリックします。
- ② **Update Processing Method for Component** を選択します。

The screenshot shows a chromatogram with a peak at 3.476 minutes. A context menu is open over the peak, listing several options: Copy Integration Parameters, Paste Integration Parameters, Update Processing Method for Component (highlighted with a red dashed box), Update Processing Method for Group, Apply integration parameters to sample within a group, Revert Peak to Original Method, Revert All Peaks for Component, and Copy Active Graph.

7.8 手動積分

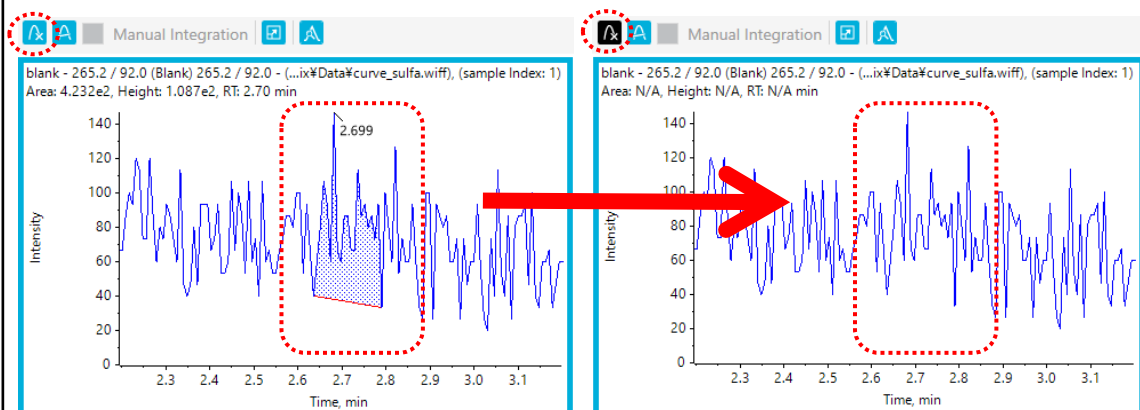
※ 必要に応じて行います。

- ① クロマトグラム画面上部の **A** をクリックします。
- ② ピークの左端をクリックします。
- ③ そのままドラックし、ピークの右端で離します。
- ④ もとのパラメータに戻す場合は **Manual Integration** 右横のチェックを外してください。




ピークとしての認識を外す

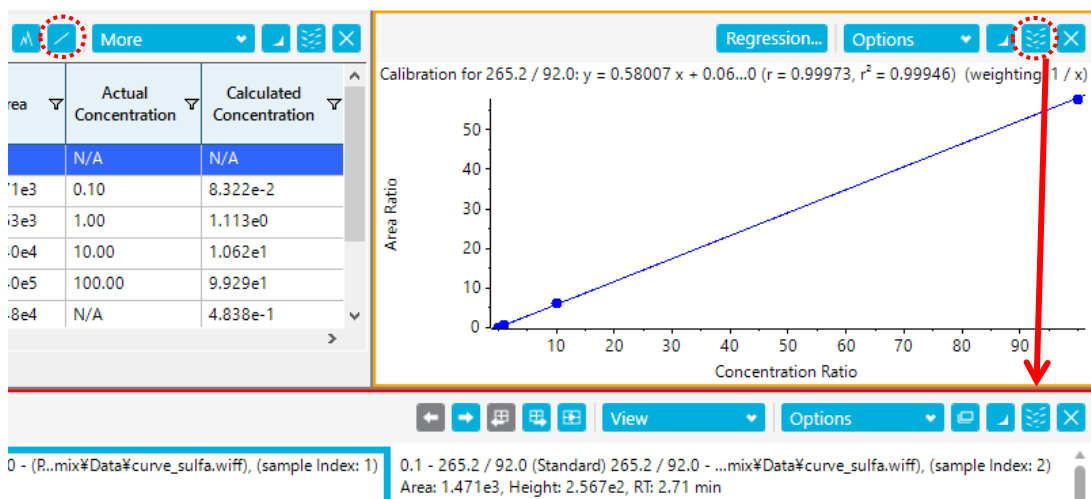
ブランク等、ピークとして認識したくない場合、ピーク不検出アイコンを押すことにより、ピークを不検出にします。



7.9 検量線の表示、重みづけ、検量線の種類を変更

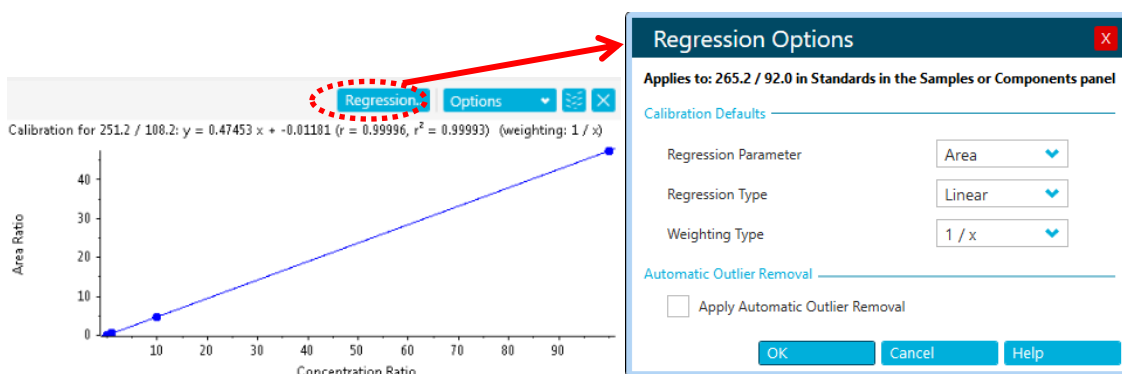
① Results Table 画面右上の  をクリックし、検量線を表示します。

表示位置を調整する場合は、 をドラックして赤い線が出たら離すと移動します。



② 必要に応じて **Regression** をクリックし、重みづけや検量線の種類を変更します (Training では下図のように設定)。

- Regression Parameter : Area→Height の変更
- Regression Type : 検量線の種類の変更
- Weighting Type : 重みづけの変更

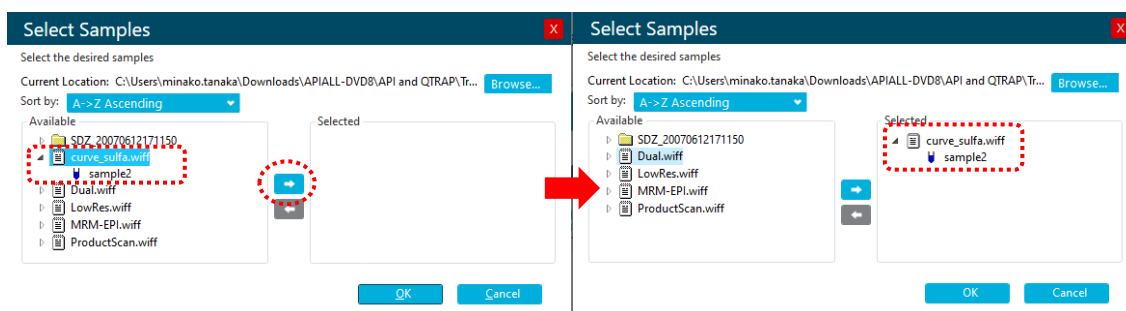
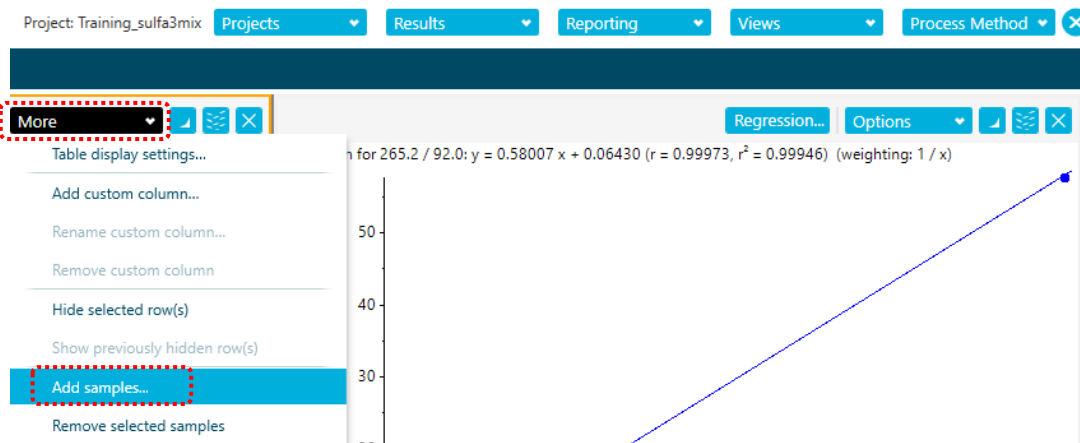


③ 必要に応じて画面上部の Results > Save as で定量結果を保存します。

7.10 データの追加と削除

データの追加

- ① Results Table 画面右上の More > Add Samples を選択し、Available で追加したいサンプルを選択後、右矢印をクリックし、Selected に移動します。
- ② OK をクリックすると、Results Table に追加されます。



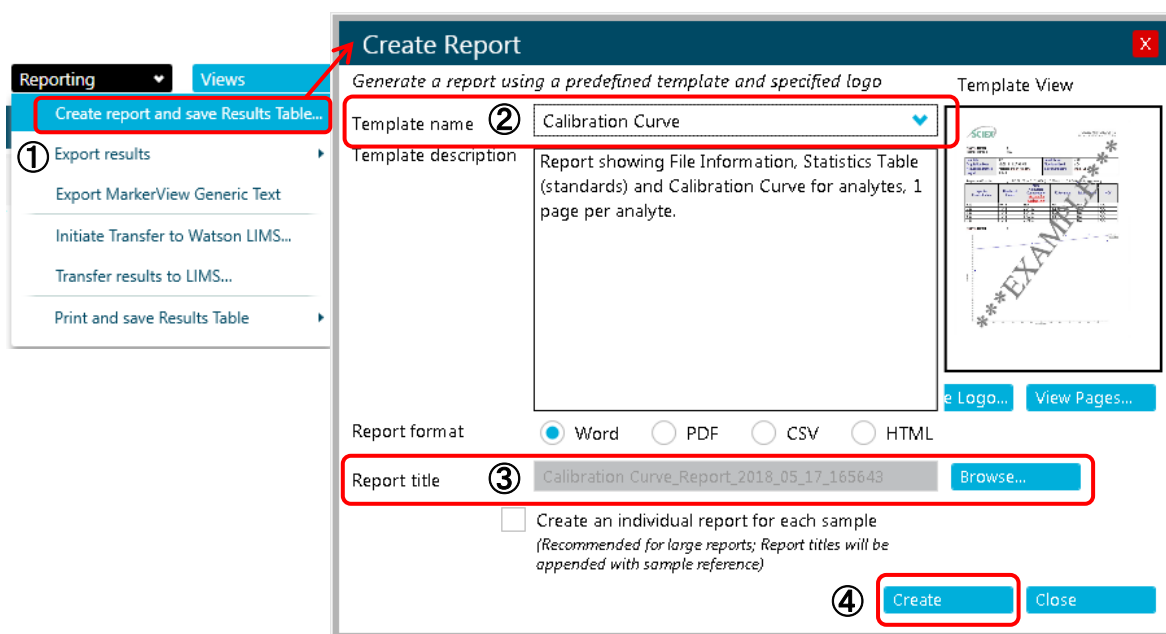
データの削除

Results Table で削除したい行を選択し、Results Table 画面右上の More > Remove Selected Samples を選択することで削除されます。

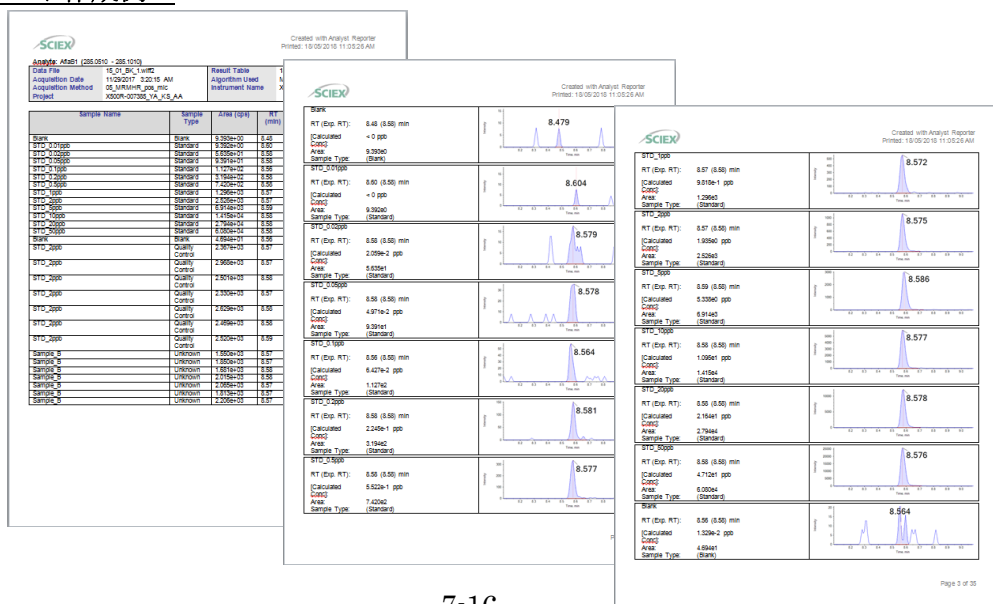
※ 削除後、元に戻すことはできません。必要に応じて削除前に画面上部の Results > Save as で定量結果を保存してください。

7.11 Report の作成

- ① 画面上部の Reporting > Create report and save Results Table を選択します。
- ② Create Report 画面が表示されますので、Template Name のプルダウンで目的に沿ったレポートテンプレートを選択します。
 ※ Default の Template は、C:\ProgramData\SCIEX\Analytics\Reporter に保存されています。
 ※ その他、<https://sciex.jp/support-tools/analyst-multiquant-reporttemplate> からダウンロード可能です。
- ③ Report title の Browse をクリックしてファイル名の入力と保存先を選択します。
- ④ Create をクリックするとレポートが作成されます。



<レポート作成例>



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出来ません。

製品には、同梱された電源コードセットを使用して下さい。

また、同梱された電源コードセットは、他の製品には使用しないで下さい。

AB Sciex is doing business as SCIEX.

For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures.

The trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners.

AB SCIEX™ is being used under license.

詳細な説明や知的所有権等に関しては付属のマニュアルを必ずご確認ください。

© 2026 K.K. AB SCIEX.