

島津製作所ガスクロマトグラフ分析計 簡易マニュアル

A guide to measurement of GCMS spectroscopy

SHIMADZU GCMS-QP5050

特徴

ガスクロマトグラフィーと質量分析計とをセパレーターで連結すると、ガスクロマトグラフィーで分離されて順次流出してくる各物質のマスペクトルを連続的に測定していくことが出来、きわめて感度の良い分析が出来る。

参考資料

GCMS-QP5050 簡易マニュアル

Tanase Group

2003. 2. 13 Eri Goto

通常は起動した状態になっている。「起動/停止」ウィンドウが表示されていない場合、「CLASS-5000」→「起動/停止」で、ウィンドウを表示させる。

§1. 基本的な測定の仕方

- 1) He ボンベの残量をチェックする。残量が少ない場合はボンベ交換 (§4 へ)。
- 2) モニタ上、「起動/停止」ウィンドウ、「GC/MS モニタ」をチェック
 - ・「起動/停止」ウィンドウ：2つのポンプが回転した状態になっている。
 - ・「GC/MS モニタ」
 - 温度は、カラム槽が 100、気化室が 250、インターフェースが 250 °C
(これらの温度はデフォルトの設定より高いが、不純有機物をなるべく除去するためいずれも 250 °C とする。キャピラリー耐熱温度は 270 °C)
 - フローコントローラは、圧力が 100 kPa、測定しないときは He 流量が 20 mL/min
ときどきフリーズしていることがある。その場合は Ctrl+Alt+Delete で PC を強制終了し、装置を立ち上げ直す (§2 へ)
- 3) チューニング：MS 部の状態を最適化する。
 1. 「メインメニュー」上、チューニングを「D クリック」
 2. 「オートチューニング」を「D クリック」
 3. オートチューニングウィンドウ、「終了時にチューニングレポートを出力」にチェックを入れ、**実行**をクリック。
 4. 「チューニングファイルを保管しますか？」と聞かれたら必ず**はい**を選ぶ。
 5. チューニング終了後、チューニングレポートが出力されるので、チューニングレポートをファイルリングする。異常があったら報告。レポートの見方は次の通り。
 - ・「検出器ゲイン」の値が据え付け時より 0.5 kV 以上大きくなった場合、MS 部に問題が発生している可能性がある。(例えば真空不良、検出器劣化など)
 - ・「相対強度補正」にて「502」の倍率が据え付け時の 2~3 倍になっていると、MS 部に問題が生じている可能性がある。(例えばイオン源の汚れなど)
- 4) 測定(定性分析)
 1. 「GC/MS モニタ」ウィンドウの He 流量を 20 から 50 に変更。この際**設定**をクリック。
設定をクリックしないと、設定値は変更されない。
 2. 「メインメニュー」→「メソッド作成」
「メソッド作成」ウィンドウ上、「分析パラメータ」の資料導入法が「GC」、測定モードが「スキャン」(定性分析)になっていることを確認。チューニングファイルは、指定しない限り、最新のものに更新されている。
→**ガスクロマトグラフ**をクリック。
 3. 「GC パラメータ」ウィンドウ：GC の設定を行う。
ファイル→メソッドファイルの読み出し
適当なメソッドファイルを読み込む(ファイルの作り方は§2 へ)。
→**次項目**をクリック(MS の設定に移動)
 4. 「MS パラメータウィンドウ (SCAN)」：MS の設定を行う。
走査質量範囲を適宜変える。目安は、
 - ・開始：35 以上(溶媒のピークをさける場合、溶媒の分子量より大きい値を設定)
 - ・終了：最大 900。見たい成分の分子量より 50 大きい値を設定。他のメンバーが作成したメソッドファイルを借りる場合、パラメータ変更後は元の値に戻

しておくこと！

メソッド設定を変更すると、「保管しますか？」と聞いてくるので、必ず保管する。

その他の設定は通常デフォルトの設定でOK。

了解をクリック（「メソッド作成」ウィンドウに戻る）

5. 「メソッド作成」ウィンドウ **分析**をクリック
6. 「分析」ウィンドウが表示される。
メソッドファイルが読み込んだものと一致しているかどうか確認すること。時々一致していないことがあるので、その場合は、ファイル メソッドファイルの読み込みで再度読み込む。
7. 「サンプル登録」：データ保管ファイル名の設定を行う。
・「データファイル名」が重要。これによって後にデータをロードする。半角 8 文字以内で設定。
8. **了解**をクリック（分析画面に戻る）
9. 分析画面、「分析準備」をクリック。
 - ・ GC, MS の各部が分析条件の初期の状態になるまで「準備中」のメッセージが表示される。
 - ・ 各部が設定値になると、「分析準備完了」が表示される。これまで待つ。
「ディスク容量」が黄色になっていると、危険。PC の HD のメモリが 2MB 以上ないと分析がスタートできず、かつ、スタートしても残りが 1MB になった時点で分析終了してしまう。通常、30 分の分析で 2~3MB のメモリを要するので、必要ならば HD 上の不要ファイルを適宜削除する。
10. 分析開始
 - ・ 「分析準備完了」が表示されるまでに、マイクロシリッジに 2mL のサンプルをなるべく気泡が入らないようにしてとる。
 - ・ 分析準備完了」が表示されたら、サンプルを注入、注入と同時に GC 本体の「START」キーを押して分析開始。
 - ・ 溶媒溶出後、「測定開始時間」になると、リアルタイムで MS スペクトル及び TIC が表示される。
分析終了時間がくると自動的に終了するが、途中で中止したい場合は、**分析終了**をクリックすると分析終了となる。
11. 分析終了
 - ・ 「分析」ウィンドウを閉じる（データは保管してあるので閉じても OK）
 - ・ 「GC/MS モニタ」ウィンドウ、He 流量を 50 から 20 に戻して、**設定**をクリック。
- 5) データの解析
 1. 「メインメニュー」「ポストラン」を D クリック 「ブラウザ」を D クリック。
 2. 「データファイルの読込」ウィンドウで、読み込みたいファイル名を D クリック。
 3. ブラウザ画面の表示。
 - ・ 上段に TIC、中段に MC&TIC、下段が空白になって表示される。
 - ・ 上段で見たいピークを左クリックでドラッグして囲むと、中段にピークの拡大表示が現れる。
 - ・ 中段、拡大クロマト上でマウスカーソルを移動させ、左クリックでトップを指定すると、下段にピークトップの MS スペクトルが表示される。
 4. バックグラウンド補正：MS スペクトルのバックグラウンド補正をする。
 - ・ ブラウザ画面右下、**減算**をクリック
 - ・ 中段、拡大クロマトのベースライン（ピークのすそあたりがおすすめ）上にマウスカーソルを移動し、D クリック。バックグラウンド補正後のスペクトルが表示される
 - ・ また**減算**をクリックし、**平均**をクリックしてマウスカーソルで範囲を指定すると、その範囲の平均の MS スペクトルを用いて減算処理が行われる。

5. MS スペクトルの検索 (ライブラリサーチ)

簡単な小分子などは、CLASS-5000 のライブラリに登録されており、検索することができる。この場合、減算処理でバックグラウンドを補正しておくこと。

- ・ MS スペクトルの表示画面の「検索」をクリック。
- ・ 「表示スペクトルの検索」をクリックすると、シミュラティ検索画面になる。
ここで、「ライブラリが指定されていません」というエラーが出たら、「パブリック」をクリックし、「NIST62.LIB」をクリック、「選択」「了解」とクリック。それから再度検索の過程を繰り返す。

検索画面に化合物名等が出てくれば検索終了。

6) レポート出力

- ・ ブラウザ画面の「レポート」をクリック。
- ・ ブラウザレポート印字項目設定画面の各項目を設定後、「印刷」をクリック。

これで基本的な測定は終わり。He 流量が 20 になっていることを確認して、モニタ上に「起動 / 停止」ウィンドウ、「GC/MS モニタ」ウィンドウが表示された状態で終了。

§2. 起動・停止

停電前、フリーズ時などに起動、停止を行う。

1) CLASS-5000 の立ち上げ

- ・ GC, MS, プリンタ、PC の順番に電源を入れる。
- ・ PC 上、「[Enter] : Class5000 自動起動 / [Ctrl]+C : 中止」にて [Enter] キーを押す。
- ・ メインメニューが表示される。

2) 起動

- ・ 「メインメニュー」「自動起動」をクリック。各装置が順に立ち上がる。
ここで、「インターフェースの温度を 230 °C に変更する」とメッセージがでるので、ここでははい、にし、後で 250 °C に変更する。
- ・ ターボポンプ準備完了が出れば、測定可能状態になる。

3) 停止

- ・ 「起動 / 停止」ウィンドウ「停止」をクリック「自動停止」をクリック
各装置が自動で順に停止する。DET (I/F) 温度が 100 °C 以下になるまでは、次のステップ (ターボポンプ停止) に進まない。
- ・ インターフェース温度が下がる時間を含め、ほぼ一時間で完全停止する。
- ・ PC を停止する
CLASS-5000 の「終了」をクリック「プログラママネージャー」を D クリック
Windows の「終了」、「c:¥>」が出たら PC の電源を OFF。
- ・ 最後に、GC, MS の電源を切る。

§3. メソッドファイルの作成法

§1, 4)-3 において、新しくメソッドファイルを作成したいとき。

- 1) 「メソッド作成」ウィンドウ ファイル 新規作成
- 2) 「GC パラメータ」ウィンドウで、パラメータを代入。カラム槽の時間変化は、右側のカラムに値を代入。ten キーを用いること。設定できたら「再描画」をクリック。

次項目をクリック

- 3) 「MS パラメータ」で走査質量範囲を設定。
- 4) ファイル名に名前を付けて保存。

§4. He ボンベの交換方法

He ボンベの 2 次圧が 5 MPa 以下 (目印アリ) になったら交換する。長く測定しない間にほとんど 0 になっていることもあるので注意。場所が狭いので、なるべく 2 人で行った方がよい。

- 1) §2.(3) に従って、装置を停止させる。
- 2) 接続してある He ボンベの元栓を閉め、ガス調整器を注意深く取り外す。
- 3) ボンベを新しいものに交換し、ガス調整器を取り付ける。このとき、3 回 He ガスパージすること。
- 4) ガスをあけたままにして 10 分ほど放置し、圧が急激に減らないことを確認し、きちんと調整器が取り付けられ、ガス漏れがないかチェックする。
- 5) 1 次圧を 0.6 MPa に調整 (目印アリ)
- 6) He ガスを注文する (高純度、99.9999 %)。