

Agilent LC/MSメンテナンスの基礎

アジレント・テクノロジー株式会社
APAC テクニカルソリューション本部



LC/MS とは

HPLC で分離し、MSで検出をおこなう定性分析や定量分析に活用するシステム



分離
HPLC



検出
MS

- 検出器部分が高真空
一般的なLC検出器は大気圧
- 高感度
ppt～ppbレベルの定量
- 高選択
保持時間及びm/z
- 化合物由来の分子量情報が得られる

LC/MS とは

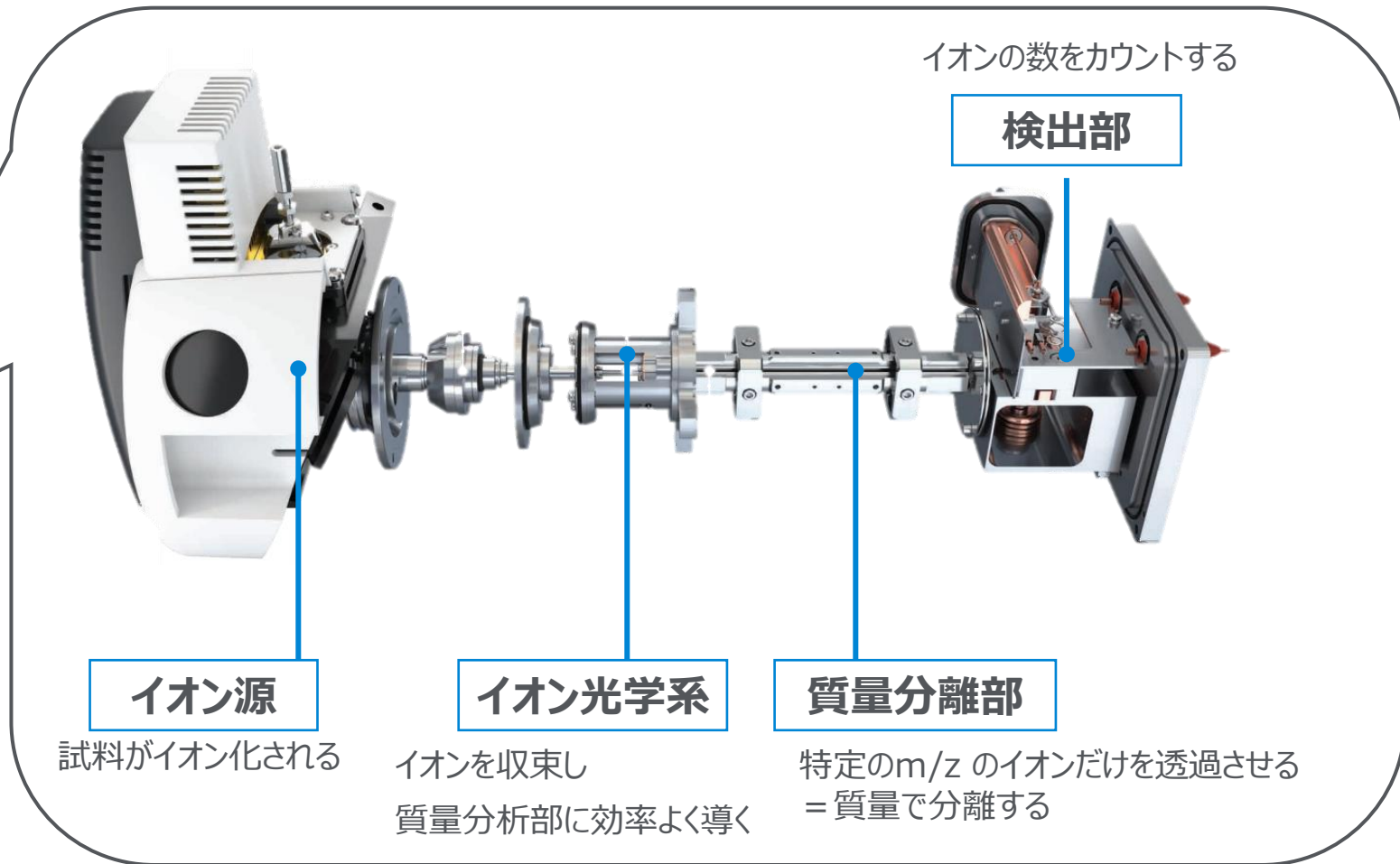
HPLC で分離し、MSで検出をおこなう定性分析や定量分析に活用するシステム



分離
HPLC



検出
MS



LC/MSの種類と特徴



6100 シリーズ シングル四重極型

- 分子量確認ツールとして広く使用されている(定性)
- フラクションコレクタを装着して、分取・精製LC/MSを構築可能



6400 シリーズ トリプル四重極型(TQ)

- 高感度定量、ピコグラム、フェムトグラムレベルの定量感度があり、医薬品代謝物と薬物動態、食品中の残留農薬等、環境中の化学汚染物質等のアプリケーションで使用される
- ダイナミックレンジが広く、定量分析に向いている

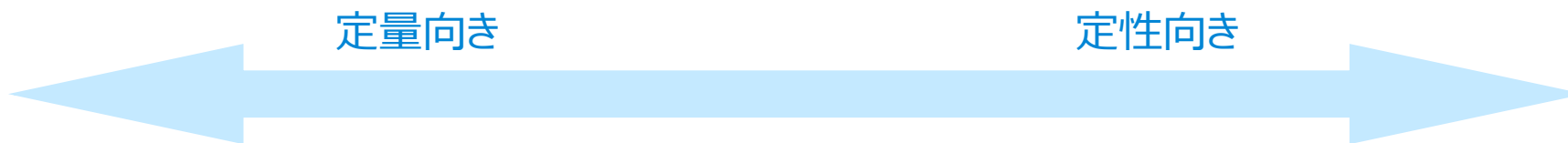


6200 シリーズ 飛行時間型(TOF)

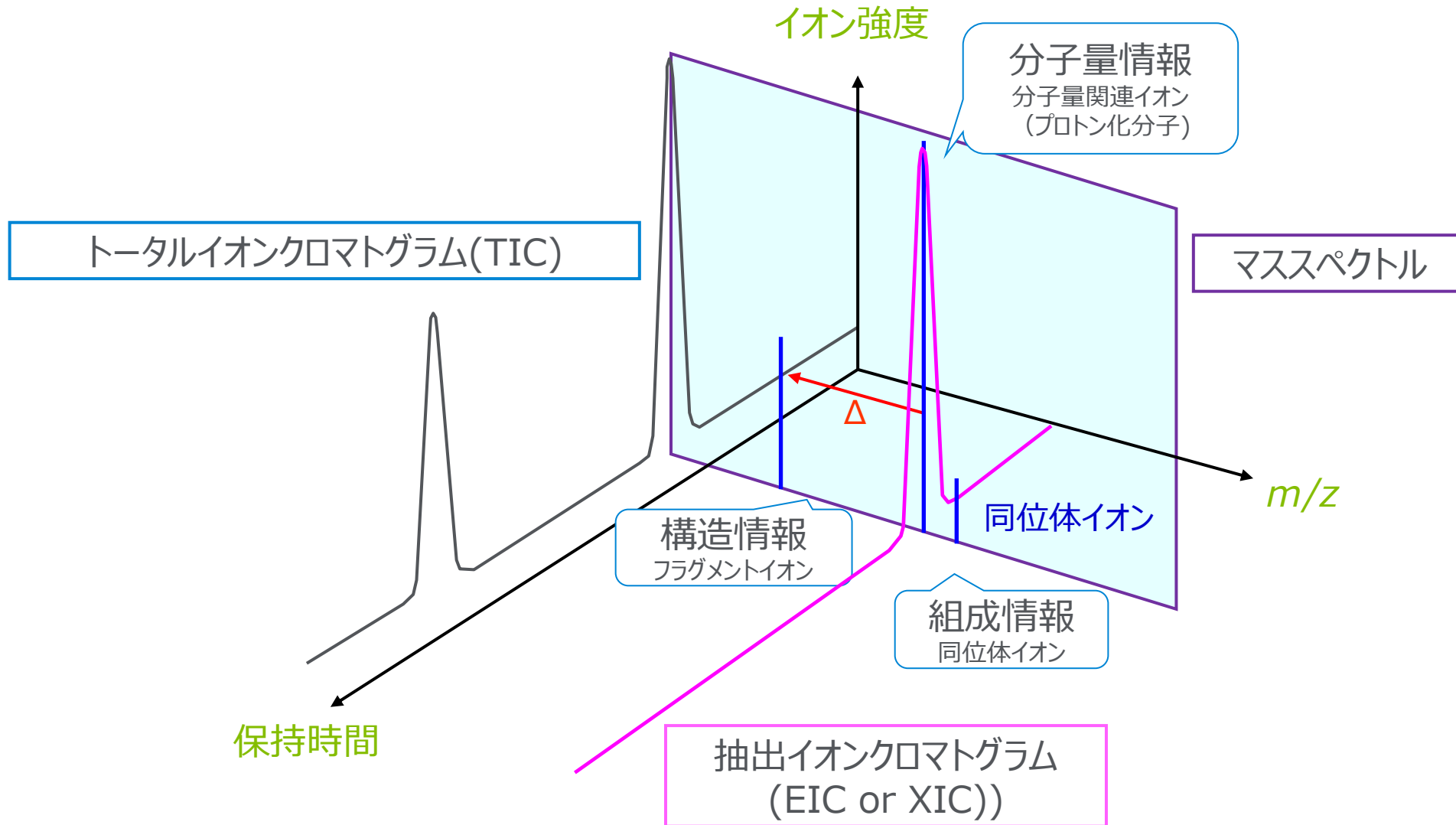
- 小数点以下の分子量も測定可能であるため、測定化合物がどのような元素から構成されているのか推定のヒントとなる
- タンパク質、ペプチド定性、代謝物の定性、定量、網羅的解析
- 化合物のスクリーニングと確認のための ハイスループット精密質量分析用

6500 シリーズ QTOF

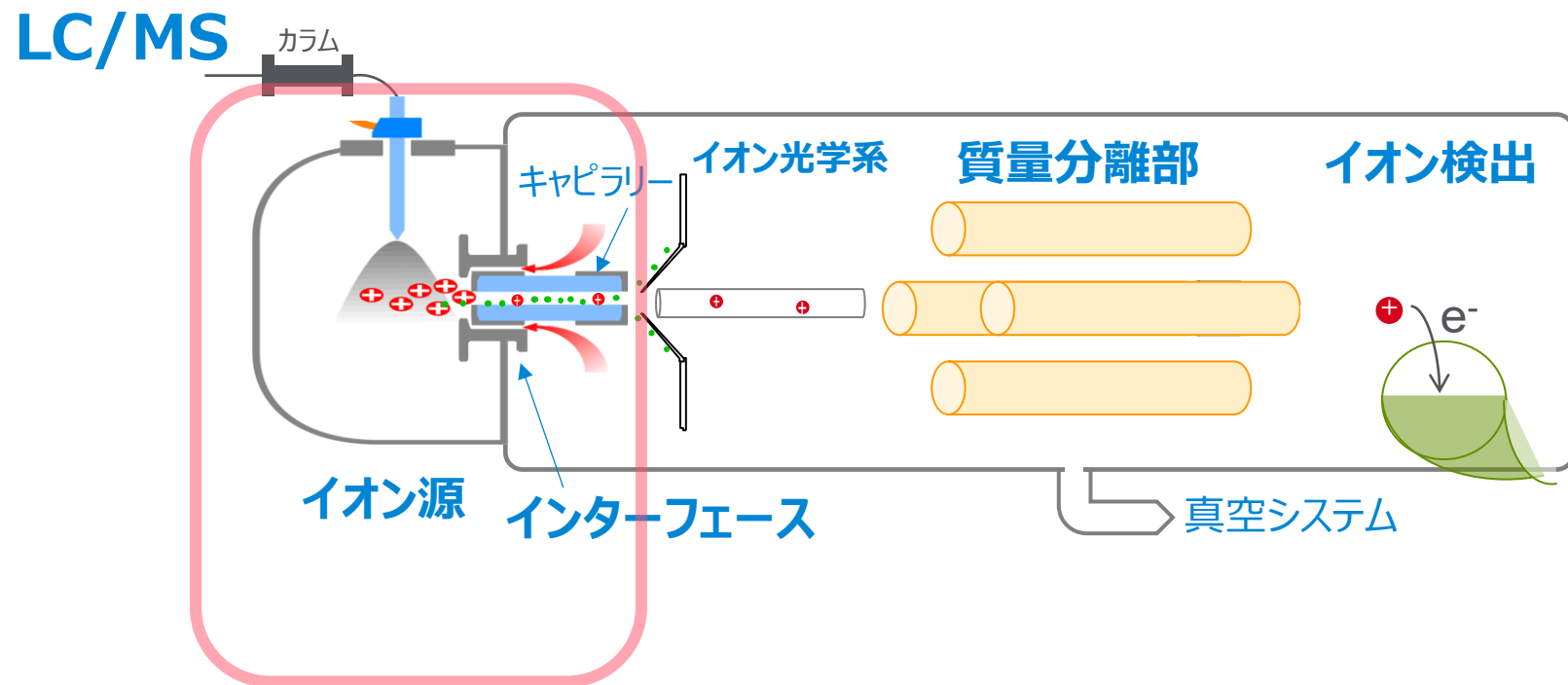
- TOFの前段に四重極が配置されているため、MS/MS分析が可能
- 未知物質の確認のための高い定性性能を持ち、材料、食品、環境分野の研究に向いている
- タンパク質、ペプチド、代謝物解析や新規医薬品の探索における精密質量をベースにした構造解析 にも役に立つ



LC/MSで得られる情報



シングル四重極質量分析計(MS) の構造



主に汚れる部分
→定期的なメンテナンスを推奨

イオン源

試料がイオン化される

インターフェース

中性分子を除去しイオンのみを導入する

イオン光学系

イオンを収束し質量分析部に効率よく導く

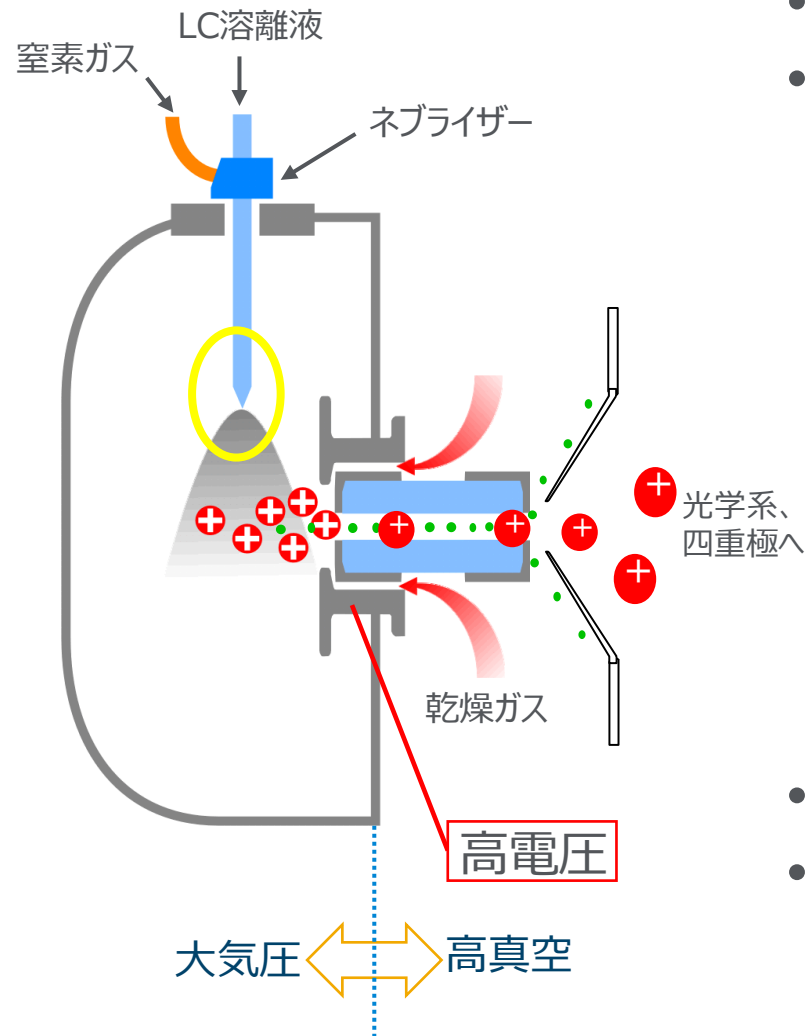
質量分離部

四重極で特定の m/z のイオンを透過させる = 質量で分離する

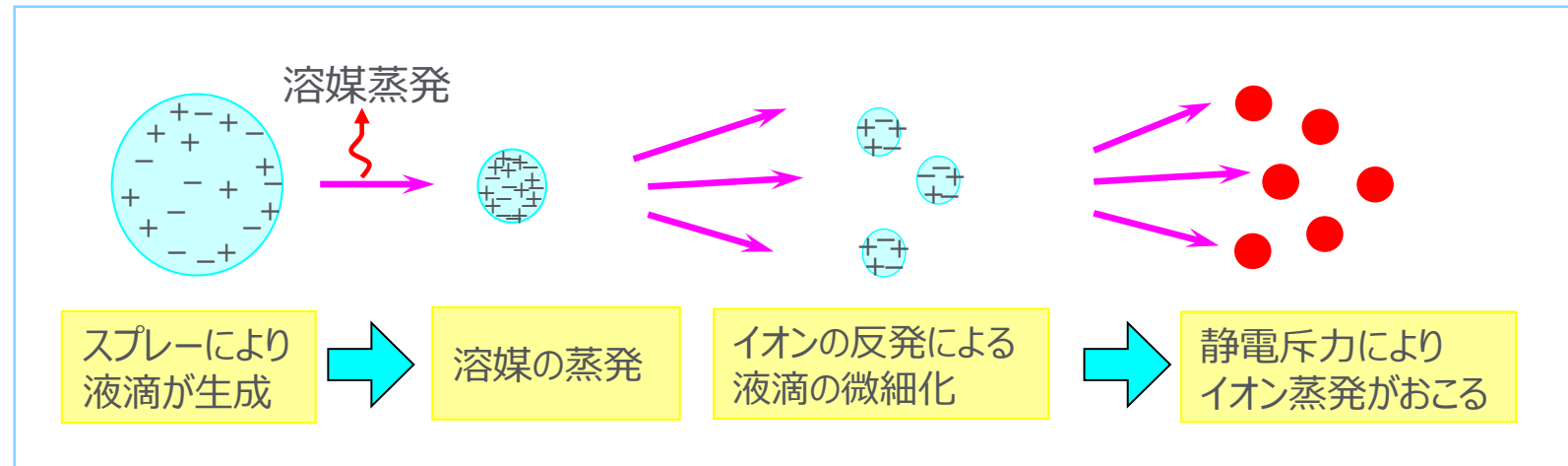
イオン検出

イオンの数をカウントする

ESI (エレクトロスプレーイオン化) イオン源の構造



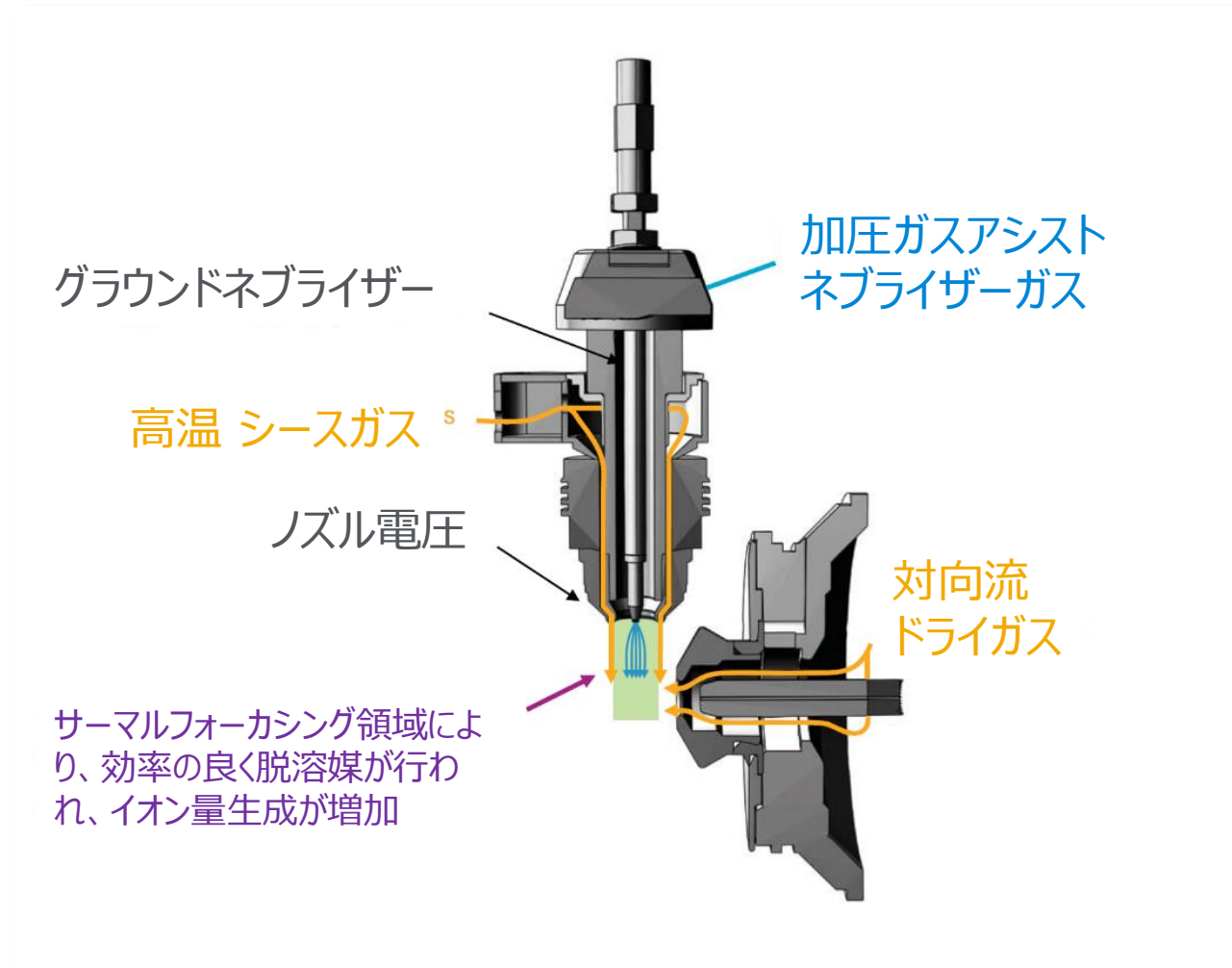
- 大気圧下でのイオン化
- ネブライザーを用いて窒素ガスとともに溶離液をスプレー(噴霧)



- 高電圧をかけ、生成したイオンをMS 内に導入
- それ以外のイオン化しなかった成分は排気ラインへ
→イオン源の汚れとなる

Agilent Jet Stream (AJS) イオン源の構造

ESIスプレーの乾燥効率を高め、イオン化を促進



日常的な点検項目

- 真空度
- 窒素ガス供給圧力
- コリジョンガス用高純度窒素ガスの供給圧力 (TQ、QTOF)
- ローターポンプオイルの液面レベル
- LC移動相、ニードル洗浄液
- 動作状態
- MSのチューニング実施

MS真空度の確認

装置ソフトウェアの表示から確認が可能です

※機種によって標準的な真空度は異なります

Rough Vacuumはおよそ**1.5-3 torr**程度です

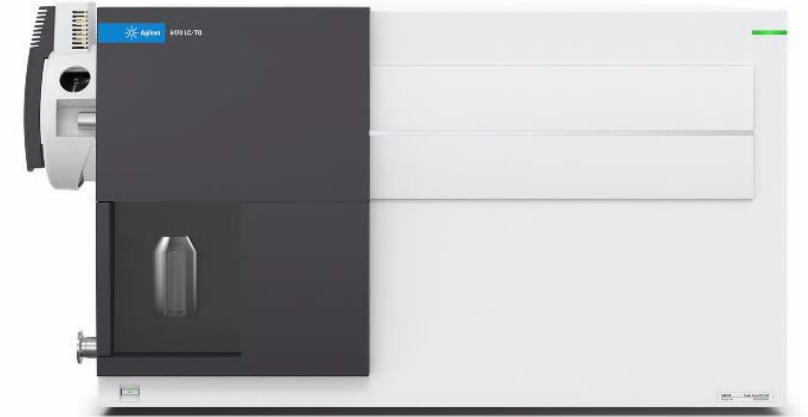
High VacuumはMSモデルによって異なります。下記は一例として

SQ : 0.010 mtorr またはそれ以下

TQ : E-5 ~ E-6 torr程度

TOFタイプ : E-7 torr程度

Parameter	Value
QQQ: Rough Vac	1.79E+0 Torr
QQQ: Sheath Gas Temp	250 °C
QQQ: Not Ready Text Long	Turning on/off collision gas
QQQ: High Vac	2.91E-5 Torr
QQQ: Capillary Current	4324 nA
QQQ: Chamber Current	0.25 µA
QQQ: MS 1 Heater	100 °C
QQQ: MS 2 Heater	100 °C



窒素ガス発生装置の圧力表示の確認（全機種共通）

窒素ガス発生装置は**0.65MPa 以上** の供給圧力を維持していることをご確認ください。

窒素ガス発生装置の圧力が低下している場合は、

圧力調整ネジ（レギュレーター）を調整して圧力を回復できるかどうかを確認します。

改善しない場合は窒素発生装置の型名 やシリアル番号をご確認の上、各メーカー窓口へご相談ください。

下図の左はエアテック社、右はシステムインストゥルメンツ社の製品例です。



AT-30NP-CS



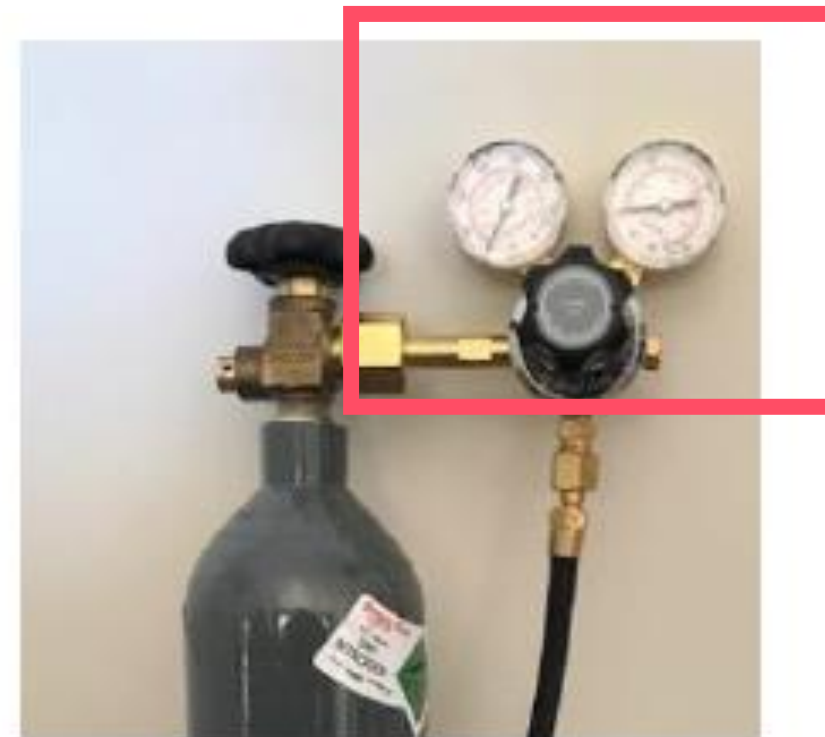
高純度窒素ガス(コリジョンガス)の供給圧力確認 (TQ、QTOFのみ)

高純度窒素ポンベまたは、ラボの集中配管ラインから供給しているガスの圧力を確認します。
通常は銅配管でMS 本体に接続されています。

0.1-0.2MPa で供給されるのが正常な設定です。
ガスの残量が少なくなっている場合はポンベの交換をご検討ください。
交換作業時は装置の真空を停止する必要はありません。

スタンバイ状態で交換して、ガス漏れがないことを確認し、
装置の動作確認をしてください。

※Ultivo の場合は高純度窒素ガスは使用していませんので、
こちらの項目には該当しません。



MSローターポンプのオイル確認

外付けローターポンプは、内部のオイル量を確認できるゲージがあります。
ゲージから現在の液面を確認します。(下図の赤で囲んだ部分)

上限(MAX)と下限(MIN)の線の間に液面があることを確認します。

一般的には半分以上のオイルが入っていることが望ましいです。

オイルが漏れていて液面が下限を下回っているなど、異常が見られた場合はコンタクトセンターへご相談ください。



Edwardsポンプは縦長の窓



アジレントポンプは丸窓

LC移動相交換および溶液のパーズ(測定ごとに実施)

溶液のパーズは毎測定ごと、**各チャンネル5分程度**の実施を推奨しています。

1200/1260シリーズのポンプではパーズバルブを開き、5 mL/min の流量で 5 分程度のパーズを行います。パーズが終わったらパーズバルブは閉じた状態にします。

1290 Infinity II, 1260 Infinity IIIシリーズのポンプではオートパーズが使用可能です。

※開封から数日以上経過した移動相は**LC/MS 分析に適さない状態に劣化**している可能性があります。
ベースラインの上昇や、十分な感度が取れなくなる症状が起きます。

※移動相の交換を行う場合は古い溶媒が残っていても継ぎ足しはせず、古い溶媒を破棄して**ボトルを十分に共洗いしてから新しい溶媒を準備**してください。

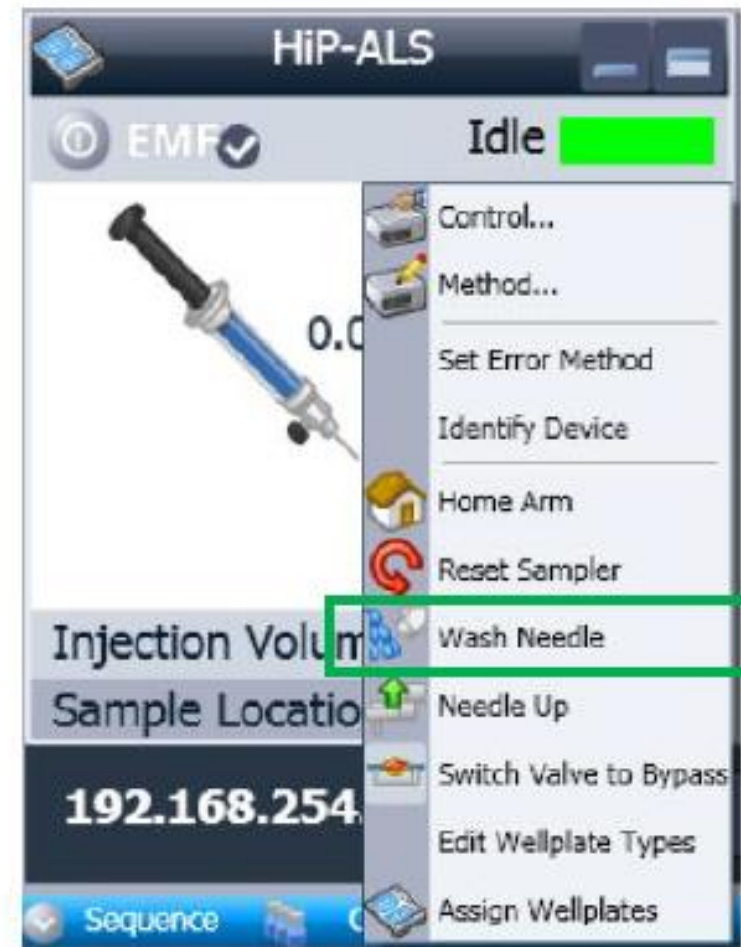


オートサンプラーのニードル洗浄液の交換

ポンプの移動相と同様にセットされているニードル洗浄溶液についても、分析前に残量の確認と必要に応じて溶液の更新を行います。こちらについても継ぎ足しての使用は極力避けてください。

送液チューブ内が乾燥してしまって呼び水が必要な場合は、オートサンプラーの右クリックメニューから「ニードル洗浄 (Wash)」を選択して30 – 60 秒程度の洗浄を実行していただくと洗浄ポンプが動作して溶液が流れます。

※標準的なチューブ仕様のペリスティックポンプの場合、有機溶媒 100% は使用できません。詳しくはコンタクトセンターまでご相談ください。



動作状態の確認

普段分析されているメソッド、移動相、カラムの組み合わせで装置の動作状況を確認します。

具体的には以下のような例が挙げられます。

(お客様ラボのルールによって判断基準は異なります)

- ・初期移動相での圧力状態 (いつもと同じくらいか)
- ・ベースラインの安定具合 (動かし始めてしばらく待つと平らな状態になるか)
- ・標準試料分析時のピーク保持時間 (=Retention Time) (いつもと同じ時間にピーク出るか)
- ・ピーク形状などを確認します。(形が崩れたりピークが割れたりしていないか)

必要に応じて、再現性の確認なども行います。

圧力が安定しない場合はさらにページを行ったり、

通常よりも極端に圧力が高い場合は、流路に詰まりが起こっていないかなどを確認します。

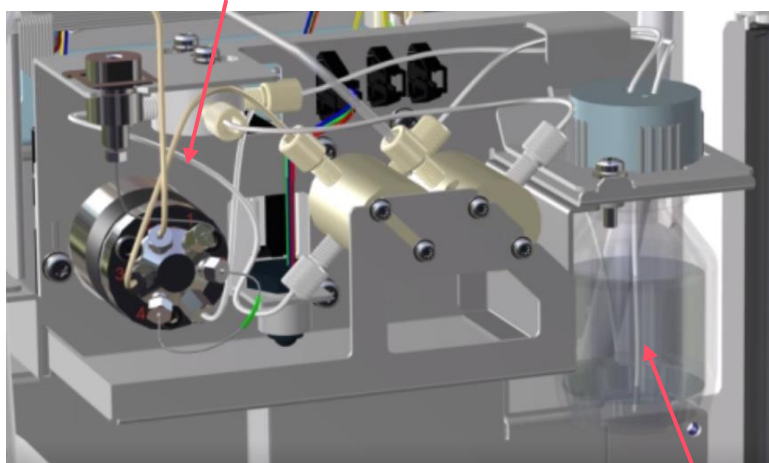
チューニングについて

LC/MS本体に

- 流路切り替えバルブ
 - チューニング標準液
- が内蔵されています



流路切り替えバルブ



チューニング標準液

MSの状態確認のため、チューニング実施を推奨しています
これにより装置状態の履歴が残り、トラブル発生時の迅速な修復や1年を通じた装置状態の維持が容易になります

✓ チェックチューン

装置の状態確認を行います。～20分程度
頻度：週に1回程度

✓ オートチューン

チェックチューン不合格時、または停電復帰時など。～2時間程度
頻度：1か月に1回程度

チューニング実施前に、チューニング用標準液ボトルに溶液が十分残っていることを必ず確認してください。
ボトルの1/4～1/3ほどあれば十分です。

(残量不十分でスタートするとチューンに失敗することがあります。)
残った標準液は冷蔵保存してください。

チューニングについて

チューニングを行うと標準液を測定したMSシグナルの評価(m/zピーク幅、強度等)のレポートが出力されます

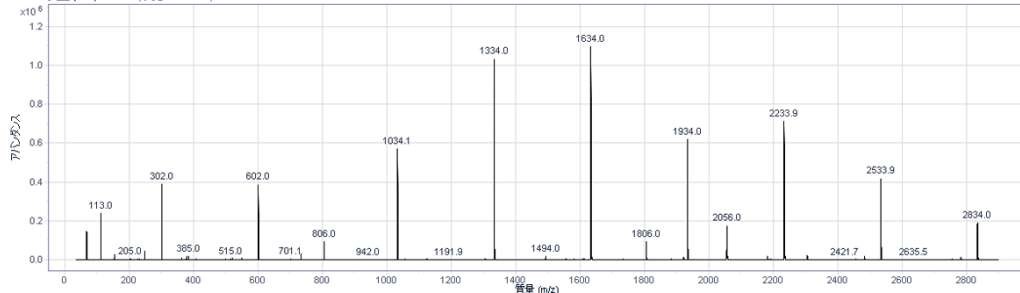
簡略 MS オートチューニングレポート - G6475A

機器情報

モデル	G6475A	オートチューニング日	2025-09-17T07:32:49+09:00
シリアル番号	SQ2522S003	SW/FW バージョン	3.1.803.5/11.2.30
イオン源	AJS ESI	イオン化モード	ESI
チューニングモード	標準四重極	最後のチューニング:	スケジューラー
総合評価	合格		

真空と温度

質量 (m/z): 1634.0, 高さ: 1.10E+6, FWHM: 0.7



キャリブレーション情報

結果

合格

質量キャリブレーション結果

予測 m/z	実測 m/z	デルタ m/z	予測 FWHM	実測 FWHM	デルタ FWHM	アバundance	結果
58.07	58.07	0.00	0.70	0.70	0.00	9.06E+5	合格
118.09	118.09	0.00	0.70	0.70	0.00	1.85E+6	合格
322.05	322.09	0.04	0.70	0.60	-0.10	1.08E+5	合格
622.03	622.04	0.01	0.70	0.69	-0.01	5.91E+5	合格
922.01	922.01	0.00	0.70	0.70	0.00	5.15E+5	合格
1221.99	1221.98	-0.01	0.70	0.70	0.00	2.97E+5	合格
1521.97	1521.96	-0.01	0.70	0.69	-0.01	2.21E+5	合格
1821.95	1821.94	-0.01	0.70	0.70	0.00	9.09E+4	合格
2121.93	2121.92	-0.01	0.70	0.69	-0.01	1.12E+5	合格

- 合格/不合格の判定
- m/zずれ
- シグナル強度 ; 前回と比べてどうか？
- 実際のマススペクトル/汚れ状況 ; 標準液以外のシグナルが出ていないか？

何か異常があればコールセンターまでご連絡ください

スケジュールチューニングによる装置管理の自動化



最新のMSモデルではスケジュールチューニング機能が使用可能です

日曜日の深夜など、装置が動いていないであろう時間に**チューニングを自動で実施**できます

スケジュールチューニング

スケジュール 週単位 月単位

チェックチューニング
オートチューニング

繰り返し: 週ごとの以下の曜日:

月曜日 火曜日 水曜日 木曜日 金曜日 土曜日
 日曜日

開始日: 時間:

極性 両方 ポジティブ ネガティブ

- ✓ 管理者の負担軽減
- ✓ チューニングやり忘れの防止
- ✓ 実施頻度はカスタマイズ可能

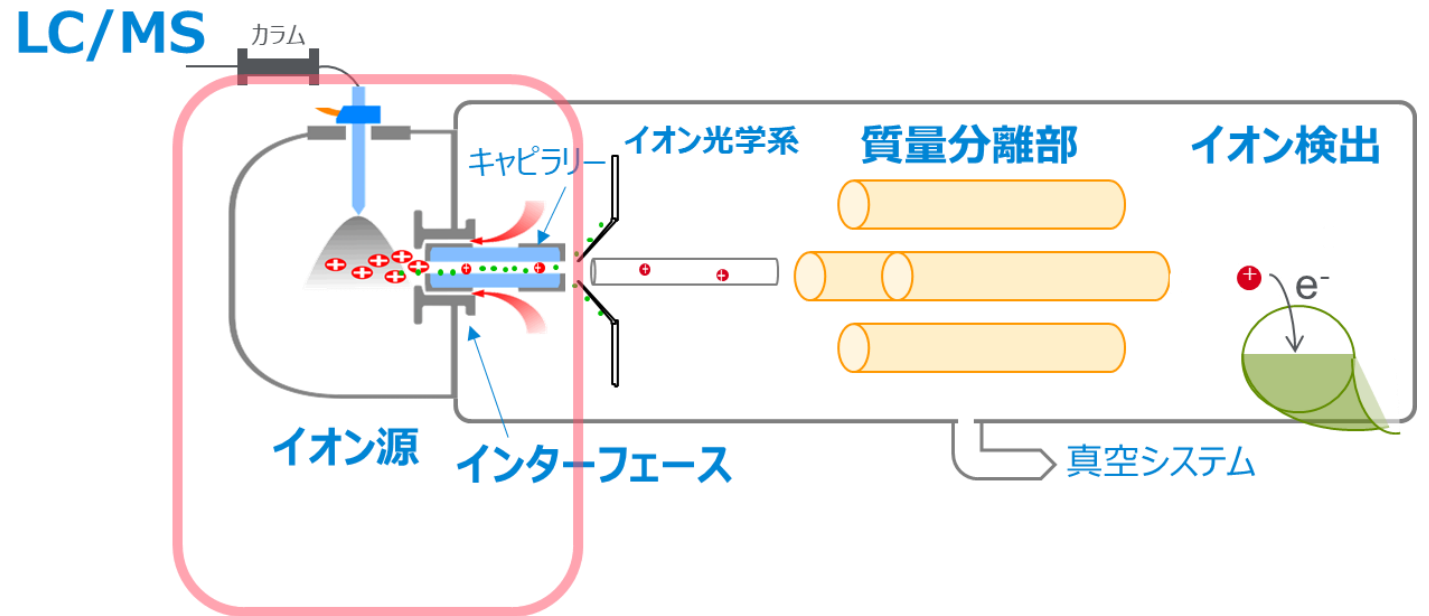
LC/MSのメンテナンス

○ 装置使用後に毎回実施

- イオン源のふき取り清掃
- LCカラム洗浄

○ 必要時に実施

- MSネブライザーの超音波洗浄（～半年に1回）
- イオンインジェクタの洗浄・交換（感度低下やトラブル時）
- MSインレット/廃液切換バルブのシール交換（使用回数が規定値に到達時）
- ロータリーポンプオイル交換（1年に1回）
- 窒素ガスフィルター交換（2年に1回）



MS内部の洗浄：（定期メンテナンス時、Agilentエンジニア）

イオン源のふき取り清掃（装置使用後に毎回実施）

①装置ソフトウェアでMSをスタンバイにし、温度が下がってから清掃します
※AJS の場合、シースガス表示温度が125℃以下になってから
ソースを開けてください。熱いままソースを開けるとヒーターが故障する恐れがあります

②イオンソース内部を洗浄溶媒で拭取る
金属部品、樹脂部品ともに拭き上げます

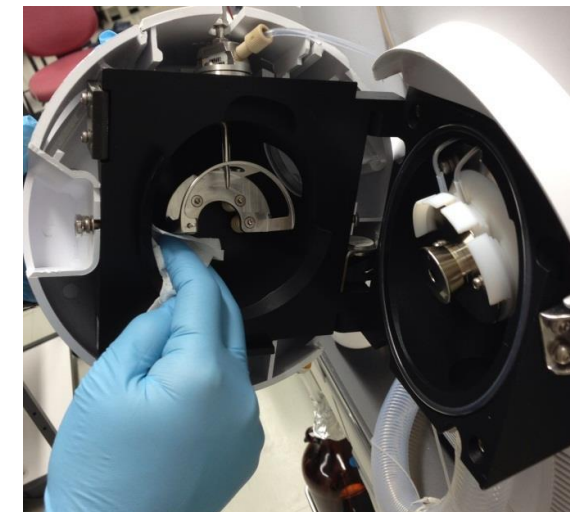
③イオンソース内部を洗浄溶媒をかけて洗浄
※洗浄時、洗浄溶媒が直接キャピラリー入口にかからないように注意
ケーブルにも直接かからないように注意

洗浄溶媒：IPA/H₂O=50/50 またはIPAのみ・H₂Oのみを交互

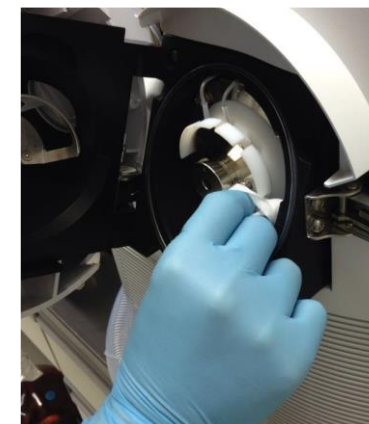
※汚れを溶かしやすい溶媒を使います

※iFunnel 機種の場合は、微細なチリが吸い込まれないよう、
専用布(05980 60051, Cloth, lint free 15/PK) のみ使用可能です

②



③



MSネブライザーの超音波洗浄（～半年に1回）



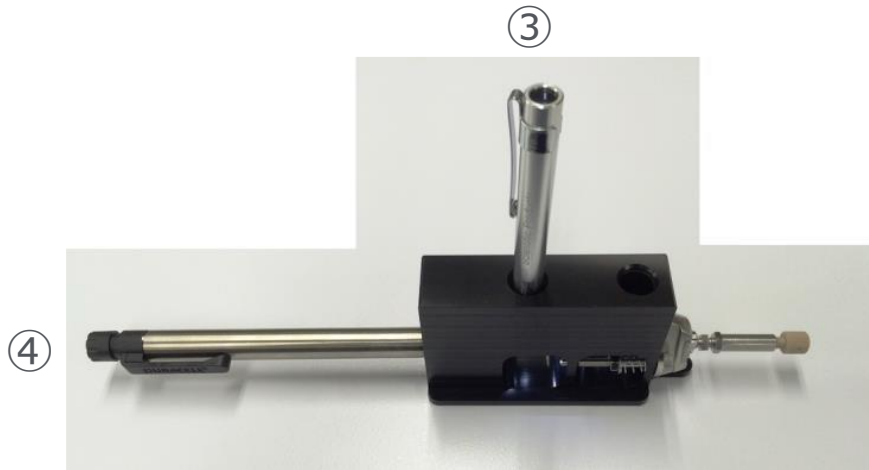
ネブライザーがイオン源に取り付けられている状態。
LCからのライン①と、ネブライザガスチューブ②を外します。
イオン源開けてからの方が作業しやすいです。
【注意】ネブライザー先端をぶつけないでください。



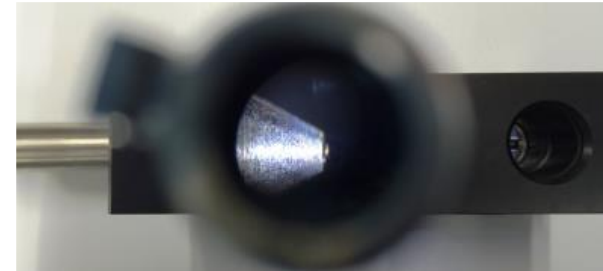
ネブライザーガスチューブにはキャップをつけます。
（キャップが見当たらない場合は開放したままで問題ありません。
しばらく窒素ガスが出ている音がして装置は一時的にエラー状態になりますが、
洗浄が完了してから元に戻しシステムをONにすると解消されます。）



MSネブライザーの超音波洗浄（～半年に1回）



ネブライザを専用台にセットし、ルーペ③と小型ライト④も差し込みます。
③と④とを逆にすると、スプレーの同軸方向から詰まり等をチェックできます。



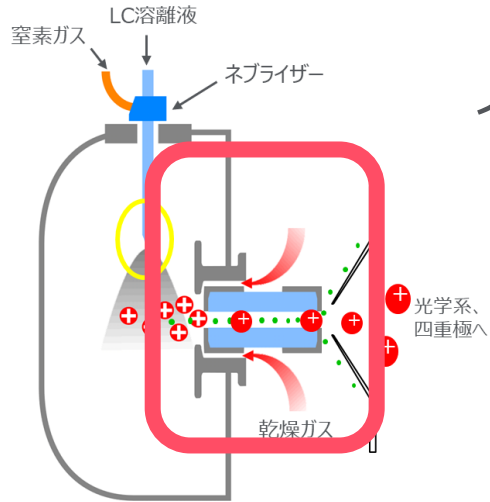
（参考）正しく調整された、清浄なネブライザの様子



洗浄する場合、先端のみが溶液に浸かるよう、小ビンか三角フラスコに乗せた状態で、超音波洗浄機に入ると便利です。

洗浄溶液は、水、イソプロパノール等、汚れを溶かし易いものを選択します。

イオンインジェクタの洗浄・交換（感度低下やトラブル時）



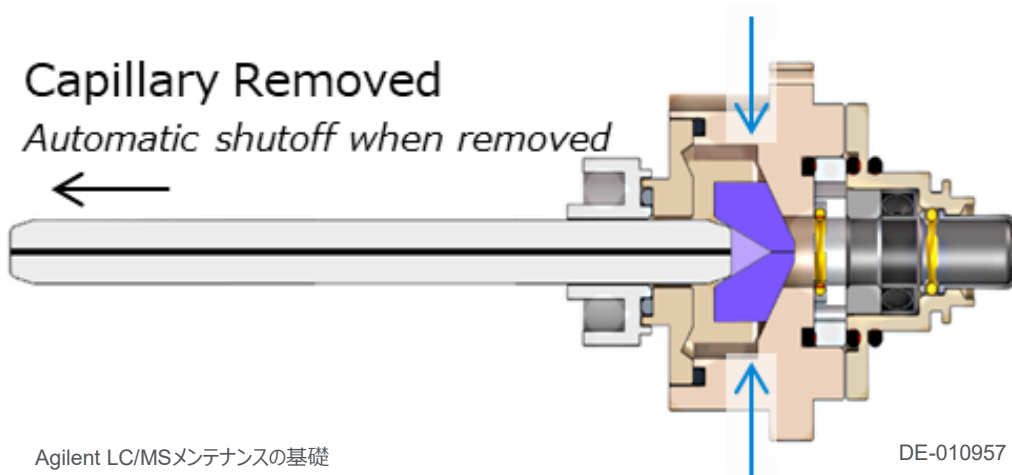
イオンインジェクタ：大気圧領域と高真空領域をつなぐガラス製キャピラリー管
→イオン光学系、四重極の汚染を防止

従来のMSモデル：

装置をベントし、真空解除してからキャピラリーを引き抜く
真空復帰に半日～1日

VacShield搭載モデル：

専用治具を用いてキャピラリーを引き抜くのみで
真空を維持したまま取外し可能 → 作業時間5 minに短縮



✓ 感度低下時やトラブル時、
洗浄または交換にて改善することがあります

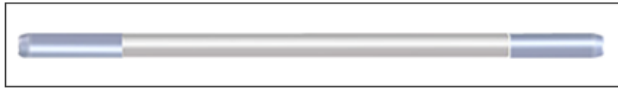
イオンインジェクタの洗浄・交換（感度低下やトラブル時）



G1964 - 80659: 0.61 mm × 90 mm ヘキサポアキャピラリー



G1960 - 80060: 0.6 mm ID FS (fast switch) キャピラリー



G7604 - 60000: 0.6 mm ID プラチナ先端精密ガラスキャピラリー

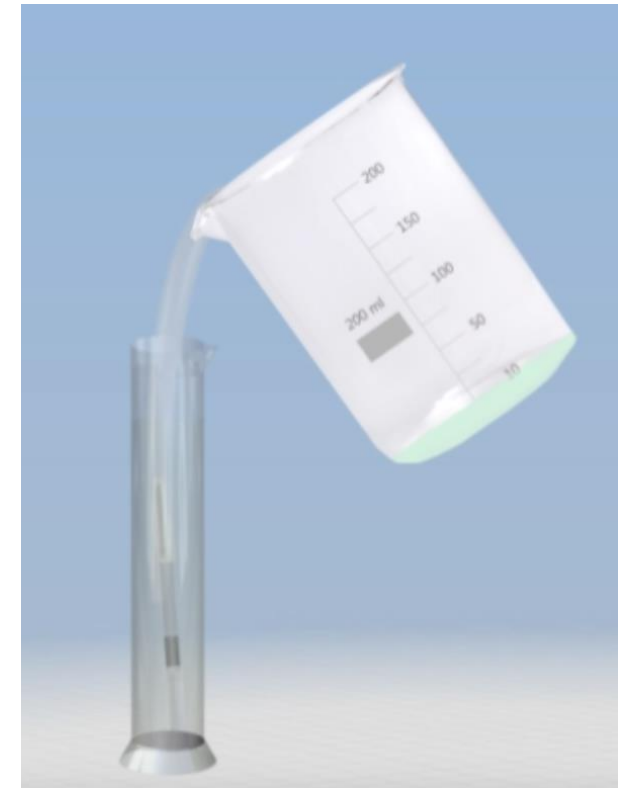
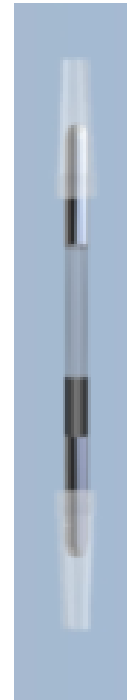
機種によってキャピラリーの種類・長さが異なります

洗浄の際はキャピラリー両端にピペットチップを付け保護し、メスシリンダー内で溶媒を通液させる等で洗浄します

溶媒：H₂O、IPA、メタノール（脱水目的）

洗浄後は窒素吹付により内部をよく乾燥させてください

※内部コーティングが剥がれる恐れがあるため、フロスを通しての擦り洗浄や長時間の超音波洗浄は避けてください



LC/MSのメンテナンス

- メンテナンス時期のお知らせ(EMF)

チューニング期限や、動作回数が規定に達した際など装置側から通知を出しています

最新のMSモデルでは
ネブライザーの詰まり/イオンインジェクタの状態などもリアルタイムでモニターする機能が搭載されています

メンテナンス時期をお知らせ
Early Maintenance Feedback (EMF)

LC/MSで良いデータを得るポイント – 水・溶媒・試料・試薬・器具・ガス –

★ LC-MS用の試薬の使用

アセトニトリル、メタノール、水、etc
ギ酸、酢酸(1 mLアンプル使い切り、50 mL小瓶)

汚染の無い&汚染させない配慮が重要

★ 清浄な器具を用い移動相を調製

器具洗浄時のすすぎは十分に（残存界面し易い活性剤に注意）
水系緩衝液の移動相はこまめに交換(藻、カビが発生)

★ 高濃度試料の測定時には希釈してから測定を検討

測定対象化合物以外にもマトリックス成分の高濃度にも注意
必要に応じてMSインレット/廃液切換バルブの切り替えで不要な溶出時間をMSに入れない

★ バイアル、セプタム、インサートの選び方

高感度測定では重要
材質、耐溶媒性、耐穿孔、遮光性、吸着

★ ガスピュリファイア(炭化水素トラップ)の定期交換

ガスが汚れると感度が低下
半年に1回を目安（設置環境によっては頻度が増す事も）

LCカラム洗浄（装置使用後に毎回実施）

（一連の分析終了ごと。またはしばらく装置を停止しておく場合など）

バッファを含まない水溶液での洗浄や、有機溶媒での洗浄を行うことで、配管やカラムの劣化を防ぎます。

一般的な逆相分析の場合は、まずバッファを含まない水で流路を洗浄し、次いでメタノールやアセトニトリルなどを一定程度含む溶液で流路の洗浄をします。詳しい対処法については、各カラムに付属している説明文書などもご確認ください。



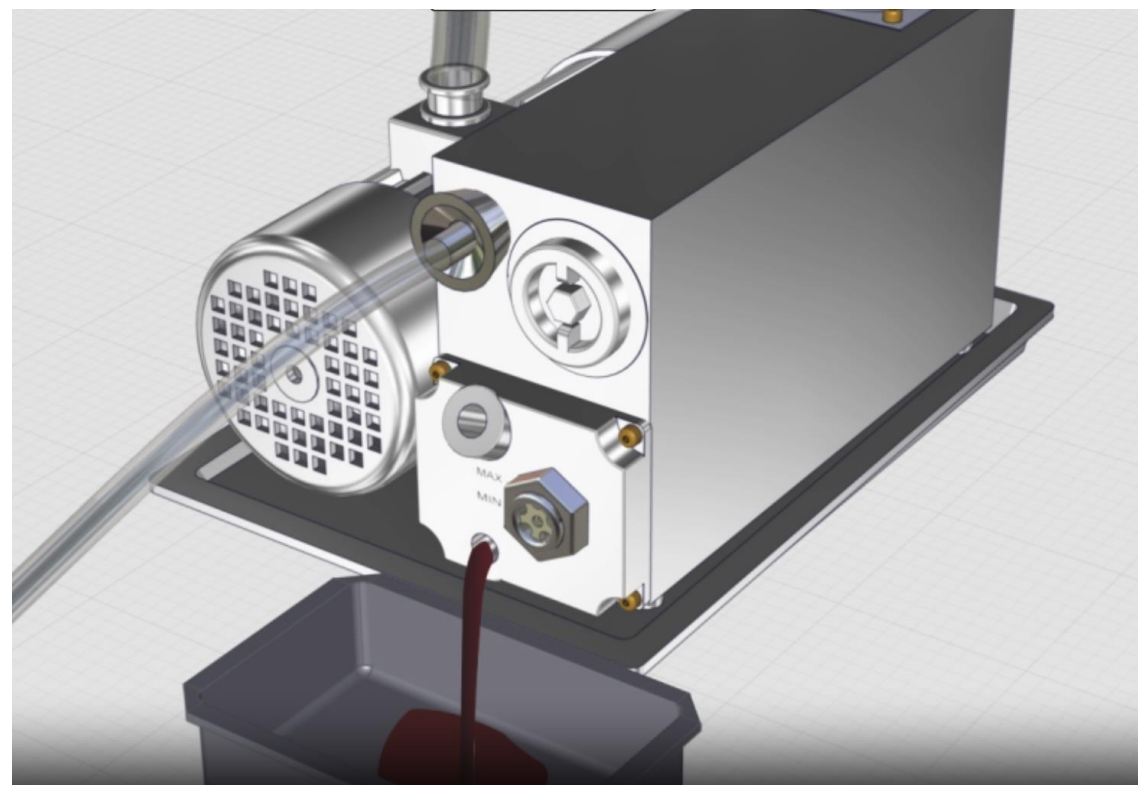
その他メンテナンス項目のビデオ資料



メンテナンス手順は装置PCに標準で付属のリソースアプリから確認できます
※日本語対応、ビデオ資料

Agilent 6200/6400/6500 シリーズ LC/MS メンテナンスガイド

 概要	 スタートアップとシャットダウン	 キャリブ rant デリバリシステムとダイバータバルブ	 イオン源	 ネプライザー
 コロナニードル	 イオンランスファーキャピラリー	 デソルベーションアセンブリとイオン光学系	 ラフポンプ	 工具と部品
 消毒				



FAQについて

アジレントのweb サイトでは FAQ にて、
基本操作説明やトラブルシューティングガイドなどをご案内しております。
これまでにご相談が多かったトラブルとその対処方法なども掲載しておりますので、
ぜひご覧ください。

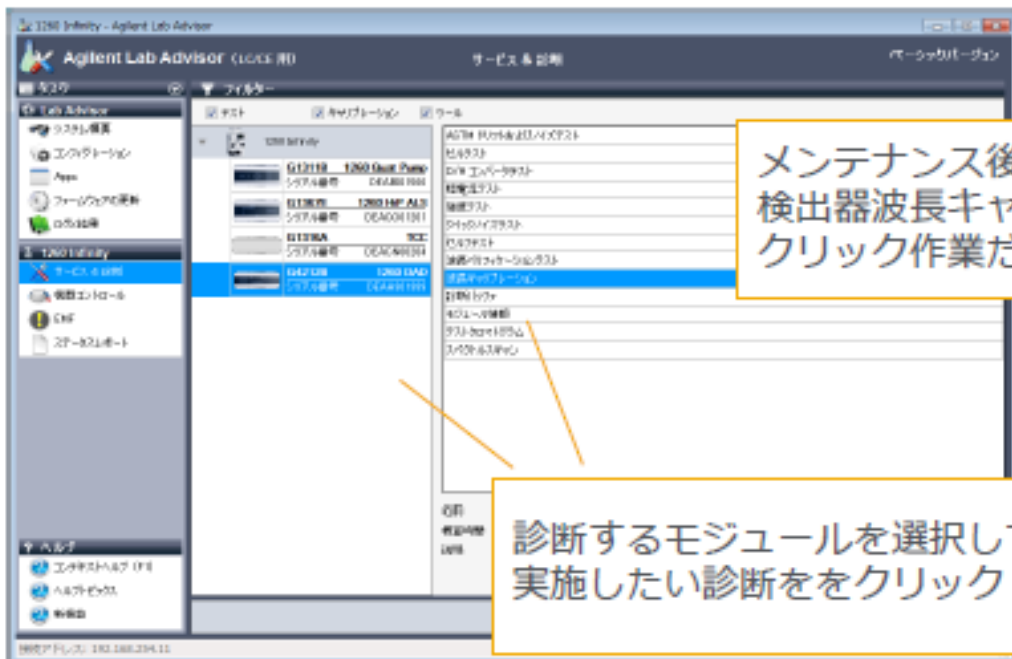
FAQ website(日本語)

<https://www.chem-agilent.com/contents.php?id=1000011>

Agilent Lab Advisor



https://www.chem-agilent.com/pdf/Lab_AdvisorLCB0103B0201.pdf



メンテナンス後のポンプリークテストや
検出器波長キャリブレーション etc...
クリック作業だけで簡単実施できます。

診断するモジュールを選択して、
実施したい診断ををクリック！

システム診断機能で、
装置のダウンタイム
を最小限に！

LCメンテナンス作業
をサポート！

メンテナンス箇所の稼働状況をモニター
的確な時期に適切なメンテナンスが
できます！

File	Value	Unit	Limit	Progress	
G1313A 1260 High Speed Serial # PP0600000	Purged Volume Channel A	1.695	L	120	1%
	Purged Volume Channel B	3.762	L	120	3%
	Seal Wash Pump On-Time	13.84	h	3000	0%
	Automatic Purge Valve Switches	1000	Count	15000	7%
	Solvent Selection Valve Switches (A)	7	Count	20000	0%
	Solvent Selection Valve Switches (B)	5	Count	20000	0%
G1716/78 1290 Serial # DCDAG00125	Purged without seal wash solvent (A)	1071	ml	120	90%
	Purged without seal wash solvent (B)	1071	ml	120	90%
G1716B 1290 MCT Serial # PP10000143	Right Needle Up/and Down Counter	42	Count	60000	0%
	Right Seal Wearing Counter	42	Count	60000	0%
	Injection Valve Switches	968	Count	30000	3%
	Pneumatic Pump On-Time	0.07	h	3000	0%
G1714B 1290 WVI D Serial # P06AUB0007	Valve Switches	15	Count	30000	0%
	Accumulated UV Lamp On-Time	443.85	h	2000	22%
	Number of UV Lamp Isotons	28	Count	200	10%



Agilent

Trusted Answers