

ICP-MS (Agilent8800/MassHunter) 使用マニュアル

環境植物生理学研究室作成 150223
Update 151215

0. Google カレンダーの使用予定表（認定ユーザーしか見れません）に予約する

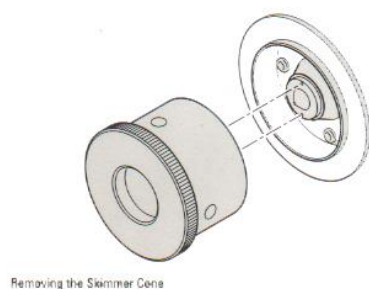
前使用者から 3~4 日程度経過している場合、**使用予定日の前日に**以下のステップを入れる
※通常は以下の状態になっているはず。

- 各ガス管のコックが閉じていることを確認 → 室内換気扇 ON
- MassHunter ハードウェア[コリジョン/リアクションセル]を右クリック
- [メンテナンス] → 表内で右クリック → [バイパスバルブを開く]
- He ガスなどの流量を PC 前にある用紙の指示どおりに設定
- バッチなど他の項目をクリックすると終了、通常状態に復帰

1. 管理室に ICP-MS を使用する旨連絡して換気作動をお願いする

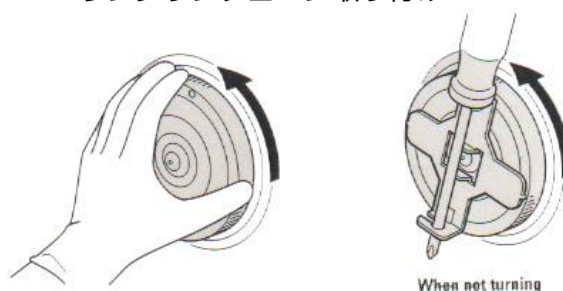
2. (要手袋) コーンやネブライザを下記の図に従って取り付ける

2-1. スキマーコーン取り付け



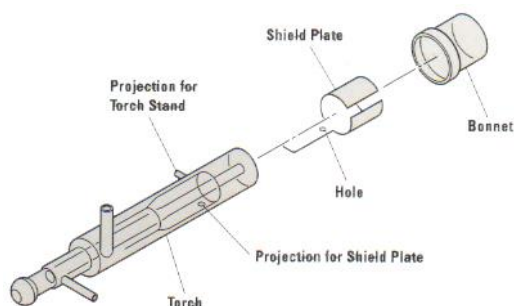
マグネット式

2-2. サンプルリングコーン取り付け



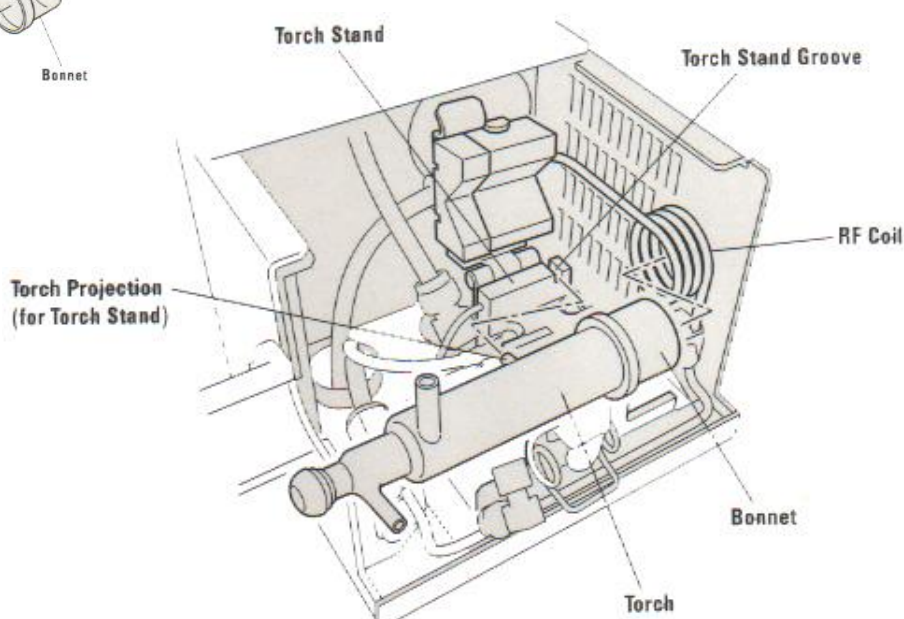
シーリングの金属製リングを落とさないように

2-3. トーチ取り付け

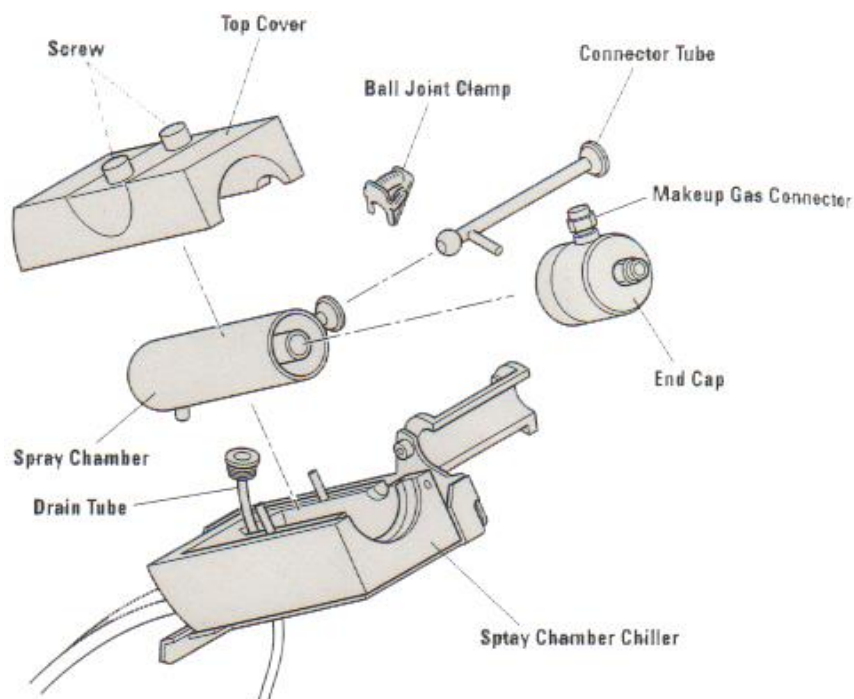


シールドプレートの
扱いに注意

ボックス内のチューブ
2 本をトーチに接続
※チューブ径が異なる

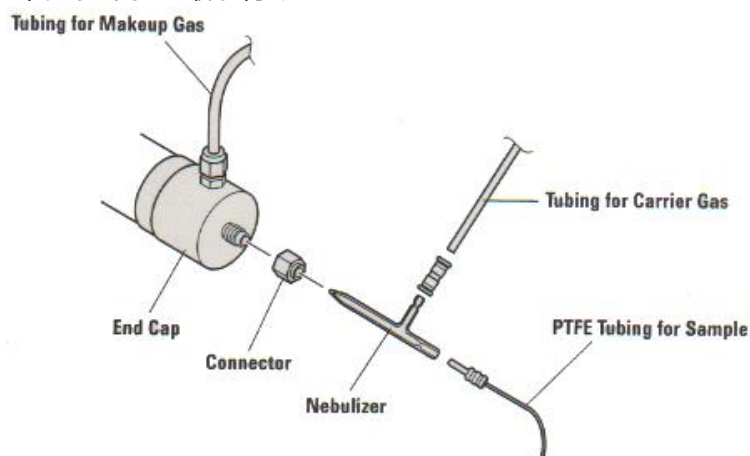


2-4. スプレーチャンバー取り付け



コネクターチューブに希釈ガスのチューブを接続
コネクターチューブは両端をクリップ止め

2-5. ネブライザー取り付け



メイクアップガスのチューブをエンドキャップに、キャリアガスのチューブを
ネブライザーに接続

3. パソコン起動

通常は起動済み モニタ電源を ON

MassHunter (以下 MH) 起動 アイコン[ICP-MS 機器コントロール]

フォアラインポンプについてメッセージが出ることもあるが定期的に交換
(メーカー推奨の3ヶ月に一回より現在少し長くしている)しているので無視

4. 冷却装置 ON

5. 廃液瓶（ラボ別）セット
6. 外部 Ar ガスバルブ 開
残量確認（9 時立ち上げ-17 時測定終了、の使用で 1 本強を消費 満タン時ゲージ値約 14）
ガスボンベのバルブとガス管（計 6 箇所）を開く
7. 室内換気扇 ON ならびに 空調（20℃設定）確認
8. 室内で使用する必要元素ガスのバルブを開く
例）Ar（コック）、He（ボンベ → ガス管 → コック）
レギュレータには触れないこと
9. ネブライザーポンプの前に置いてあるライン洗浄用ミリ Q の補充
10. MH メインフレームを右クリック → [通信(C)…] → オンラインにチェックがあるか確認 → OK
11. **（要手袋）** 2 本、あるいは 3 本のチューブをセット
※サンプルチューブはラボ別 植物生理のものに付け替える
オンライン内標は今のところ使用せず
12. サンプル導入を右クリック → [メンテナンス]
ネブライザーポンプでペリポンプの値を 0.3 にし[入力]
→ ポンプ回る → 回した状態でカバー
→ 洗浄用チューブ（サンプルラックの下）もカバー
→ メンテナンスウィンドウ 閉 → ポンプ止まる
13. スタートアップ画面 → P / A ファクタ以外にチェック
（分解能/マス軸、パフォーマンスレポート、フルスペクトル）には必ずチェックを入れる
その他は使用前にネブライザーの分解をしていない場合は外しても可）
14. 1：5%硝酸 2：純水 3：チューニング液 それぞれを準備（コンタミ注意！）
15. オートサンプラーのプローブを純水に入れる
メインメニューバー → [プローブの移動]ボタンを ON
→ [プローブの移動]左側にある選択部分で純水のバイアル番号 2 を指定 → [注入]
16. メニューバー [プラズマオン] → スタートアップ実行しますか？ → はい（30 分強 17.へ）
スタートアップが実行されると、キュー画面のタスクにスタートアップ項目が登録される

左からサンプル、
オンライン内標、ドレイン



【以下はスタートアップ中に進めるとよい】

17. 測定試料をラックにセット（24.でも可）
18. バッチの作成
[ファイル] → [新しいバッチフォルダ] → [作成元を選択]
例）作成元〈プリセットメソッド〉 → [一般メソッド]タブ内の General Purpose(8800)
→ 保存場所・バッチ名を設定し作成ボタンをクリック
19. バッチ内の設定
1) [測定メソッド] → [チューン] → [チューン]タブ下の各モードのタブ上で右クリック
→ コンフィグレーション
定性分析の場合…He モード（または No gas モード） ※←対象元素による
不要なチューンモードを全て削除

- 2) [測定メソッド] → [測定パラメータ] → 表内で右クリック
 → Q ポール 1/Q ポール 2 質量数を設定 → 測定したい元素を左クリックで選択
 → [+補正式の数]を開き、補正式をすべて削除 → OK
- 3) [測定メソッド] → [測定パラメータ]
 ・積分時間/質量 → デフォルト (0.1 sec) → No gas は 0.5 sec それ以外は長めに設定 (1.0 sec 等)
 ・安定待ち時間 → 最初の No gas は 0 sec 他は 10 or 15 sec
 ・スweep回数 / 繰り返し → 10
 ・クイックスキャンの設定を使用ガスモードで ON にしておく
20. [ペリポンプ/ISIS]
 各項目をシステムに合わせて設定 (通常はデフォルトで OK)
21. プラズマモードの選択
 [測定メソッド] → [チューン] → [プラズマモード] 通常は一般で OK
 (プラズマ) 右側のものほどサンプルが高濃度でも測定できる
 10%以上の場合 HMI を使用すると良い
22. 分析対象物/内標準の設定
 [データ解析メソッド] → [分析対象物] → 表内の項目をすべて削除
 → 表内で右クリック → [測定メソッドからリストを読み込む]
23. 検量線用標準溶液の内容設定
 [データ解析メソッド] → [定量]
 定量元素の単位 (ppb 等) とレベル (検量線の濃度_例: レベル 1_0、レベル 2_1.0 …) の設定
24. サンプル名の入力
 ハードウェアでラックの選択
 バッチ → [サンプルリスト]
 キャリブレーション標準液のレベル (定量タブで設定したレベル) を入力
 セットした測定試料の順にサンプル名を入力 → バイアル番号を設定
 (測定サンプルはレベルを入力しない)
 サンプルタイプを設定 (Calstd, Sample)
25. バッチ測定の設定
 バッチメニューバー → [バッチ測定の設定] → P/A ファクタ調整のみにチェック
26. メソッドバリデーション
 バッチメニューバー → [メソッドバリデーション]で設定にエラーがないかチェック
 ※通常は最下部に「バイアル番号が指定されていません」とエラーが出るはずなので
 メッセージをダブルクリック → エラー画面にジャンプ
 → 洗浄 1 をバイアル 1 の 5%硝酸に
 使用サンプルによって洗浄過程を延長などして装置の詰まりを防ぐこと
27. バッチの保存
 [ファイル] → [バッチの保存]

 【スタートアップ終了を待つ】
28. チューンレポートの作成内容の設定
 [測定メソッド] → [チューン] → 画面内で右クリック → [レポート]
 → [チューンレポートの作成…]
 チューンレポートの出力内容を確認 (5 ケ全てにチェック)
 ・感度 ・分解能/マス軸 ・バックグラウンド ・酸化物イオン比 ・2 価イオン比
 レポートテンプレートが選択されていない場合は参照ボタンでファイルを選択
 通常は ja フォルダ内の (en フォルダでないことを確認) TuneReport.xltx を選択 → OK
 例) C:\Agilent\ICPMH\Report Templates \ja\A4\ TuneReport\TuneReport.xltx

29. プローブをチューニング液のバイアルへ
チューニング液がネブライザーまで到達したことを確認する
30. チューンレポートの作成
チューン画面上で右クリック → [チューン] → [オートチューンの開始]
オートチューン終了後チューンレポートが印刷される
31. 測定開始
※キューメニューバーの[マニュアルで測定開始 ON]が ON になっていると、
自動測定しないので、キュー開始前にオレンジ表示されていないことを確認

バッチメニューバー [キューに追加] → 変更 → OK
-

測定終了後

32. データ抽出@オンラインデータ解析ソフト
[ファイル] → [エクスポート] → [テーブルのエクスポート]
→ 保存場所、名前を設定 → エクセル形式で保存される
33. 終了動作@MH
プローブを 20 分ほど 5%硝酸に移動させて洗浄しておく
→ メニューバー [プラズマオフ]
→ プローブを純水のバイアルへ移動
→ 室内のガスバルブを閉じる (ボンベ → コックの順)
→ 冷却水を止める
→ 室外の Ar ガスのボンベを閉じる
→ 室内の Ar ガスコックを閉じる
→ ペリポンプのチューブをすべて外す・洗浄用のチューブの留め具も外す
→ 手順 2.の逆でネブライザー・トーチなどを外して 2 %硝酸溶液へ
→ 各チューブにホコリが入らないようラップをする
34. ICP-MS 使用記録
チューンレポートをファイリングし、ICP-MS 使用記録ノートに記録をつける
35. 各溶液ならびに廃液瓶の回収

ネブライザー・トーチなどの洗浄

ICP-MS 本体左側のカバーを開けボタンを長押しすると取り外せるようになる

- カバーを外し、トーチを取り出す(動画等参照)
- チューブ等にホコリが入らないようにラップをする
- 取り外したネブライザーなどガラス器具を第4実験室へと運ぶ
- ガラス用洗剤(クリーンエース 洗瓶)で洗浄後、ミリQでよくすすぐ
- ネブライザーなどのガラス器具のみ 5%硝酸に浸す
- ガラス器具は後日、第4実験室の乾燥機(70℃、overnight)で乾かす

サンプルチューブの洗浄

プローブを 5% TMAH 溶液に移動

- ネブライザーからチューブを外して洗浄用廃液の容器へ
- ハードウェア[サンプル導入]を右クリック → [メンテナンス]
- ネブライザーポンプを 0.2 rps に設定 → 入力 → 約 2 時間放置
- 洗浄終了後、サンプルチューブを外して回収する(予約が入っていないければ翌日で可)

サンプリングコーン、スキマーコーンの洗浄

ネブライザーを取り外した後、専用工具でサンプリングコーンを取り外す(先端形状重要 取扱注意)

- スキマーコーンを取り外す
- 超純水中で超音波洗浄 約 30 分
- 乾燥

それでもきれいにならない場合は酸をつかうが、要事前相談