

AccuTOF 納入講習テキスト

分子量 max 104 15

・ Data エネルギーのテラ → テラパテ、
測定条件を確認して

日本電子データム(株)

I AccuTOF概要	3
I-1 はじめに	3
I-2 構成	3
I-3 設置環境	3
I-4 “AccuTOF” の特長	4
I-4-1 イオン源	5
I-4-2 イオン導入部	6
イオンガイド	6
イオン集束レンズ	6
I-4-3 分析部	7
“AccuTOF” の分析部	7
I-4-4 検出器	8
II 装置の立上げ	10
II-1 電源投入 & 排気開始	10
★検出器 (MCP) の慣らし運転について	10
II-2 ESIプローブ	10
III システム	11
III-1 アイコン説明	11
III-2 MassCenter の起動	12
III-3 MassCenter のメニューについて	12
III-4 MS調整マネージャー画面について	13
III-5 MS調整マネージャーのメニューについて	13
IV AccuTOFの調整	14
IV-1 分解能 & 感度 調整	14
V 測定	15
V-1 MS測定条件の編集	15
V-2 Agilent1100 測定条件の編集	16
V-3 キャリブレーション (質量校正)	17
V-3 測定	21
V-3-1 単発測定	21
V-3-2 分析リストによる測定	23
●測定中止	26

VI 解析.....	27
VI-1 解析 <クロマト処理>.....	27
VI-2 解析 <スペクトル処理>.....	29
VI-3 解析 <精密質量処理>.....	30
VII 装置の停止.....	36
VII-1 短期停止.....	36
VII-2 長期停止（シャットダウン）.....	37
VIII イオン源のメンテナンス要領.....	38
VIII-1 イオン源洗浄要領.....	39
VIII-1-1 日常的な洗浄.....	40
VIII-1-2 分解洗浄Ⅰ.....	41
VIII-1-3 分解洗浄Ⅱ.....	43
VIII-1-4 分解洗浄Ⅲ.....	44
VIII-2 ヒーター及び白金測温体交換要領.....	46
VIII-2-1 オリフィス.....	46
VIII-2-2 ベーパライザー.....	47
VIII-3 スプレーヤーの分解及び組立要領.....	47
VIII-4 消耗品及び定期交換部品について.....	49
VIII-4-1 オリフィス.....	49
VIII-4-2 イオン源覗き窓.....	49
VIII-4-3 スプレーヤーガイド.....	50

I AccuTOF概要

- I-1 はじめに
このテキストは AccuTOF 納入時の取扱い説明用に作成した資料です。
詳細な機能については取扱い説明書をご参照ください。

I-2 構成

JMS-T100LC “AccuTOF”（以下“AccuTOF”）の基本構成は以下のとおりです。

- TOFMS 本体
- LC (Agilent1100 シリーズ)
- ESI イオン源
- PC (Dell PentiumIII 1GHz, 512M RAM, 40GB HDD)
- プリンター

また、オプションとして以下のものが用意されています。

- APCI イオン源
- nanoESI イオン源
- マイクロ ESI ブローブ(イオン源は ESI と共用)
- N₂タンク

N₂タンクは、停電などの不慮の事故で真空排気系が停止した場合に、本体真空容器内に湿気を含んだ大気が入り込むことを防いで、真空容器を乾燥窒素ガスで満たすため、圧縮乾燥窒素ガスを貯蔵しておくものです。これにより、装置の再立ち上げに要する時間を大幅に短縮できます。

I-3 設置環境

●MS-50010BU TOFMS基本体

装置サイズ 床置き式	690 mm(幅)×905 mm(奥行)×1120 mm(高さ)
所要電源（国内） 基本体（RPを含む）	単相 200V、±5% 30 A
接地端子	単独第三種（100Ω以下）
窒素ガスイオン源用	700 kPa（10 L/min）、 純度 97%以上
固定磁場	5×10 ⁻⁶ T以下
振動	10 μm 以下
室温	20～27℃
温度変化	±3℃/h
湿度	30～70%以下（ただし、結露しないこと）
最大発熱量	21,000 kJ/h
排気設備	イオン源（溶媒）および ロータリーポンプの排気設備が必要です。

●MS-50030NT N₂タンク

内容積	8.7 L
窒素貯蔵圧力	0.7 MPa

- ・労働安全衛生法施行令第一条の5に規定された第一種圧力容器には該当しません。
- ・労働安全衛生法施行令第一条の7に規定された第二種圧力容器には該当しません。

I-4 “AccuTOF” の特長

“AccuTOF” 本体内の構成を図 1 に示します。

全体は機能別に

- イオン源
- イオン導入部
- 分析部
- 検出系
- データ収集システム
- データシステム (PC)

に分けられます。

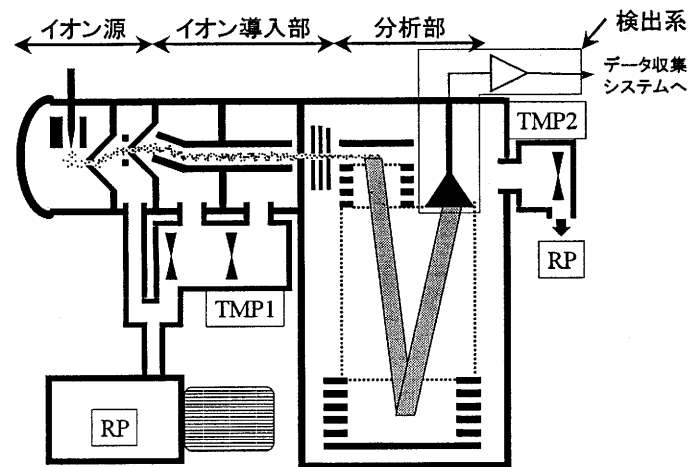


図 1 “AccuTOF” 全体図

I-4-1 イオン源

イオン源は、“AccuTOF” のために新たに開発された、直交型エレクトロスプレー (ESI) イオン源を標準装備しています。

イオン源の模式図を図 2 に示します。

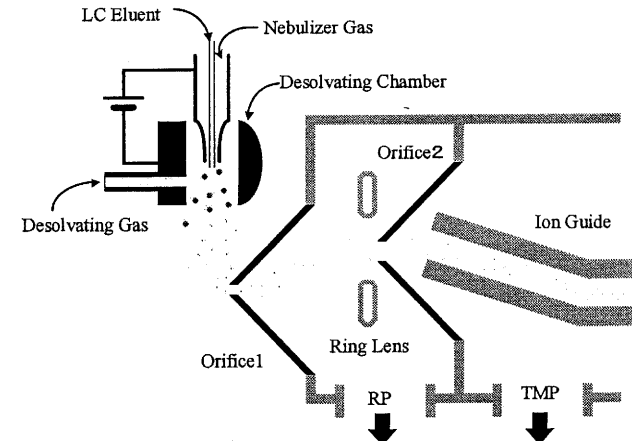


図 2 直交型エレクトロスプレーイオン源

LC からの溶離液はスプレーヤーから脱溶媒室 (Desolvating Chamber) 内へ上から下へ向かって噴霧されます。スプレーヤーには通常 +2,000V (正イオンモードの場合) を印加しており、これによって噴霧された液滴が正に帯電されます。脱溶媒室は通常、100~300℃程度に加熱され、この熱で溶媒が蒸発してイオンが生成します。脱溶媒を促進するため、脱溶媒室には脱溶媒ガス (Desolvating Gas) が供給されます。

スプレーが下向きのため、不完全な脱溶媒の結果残った大きな液滴や、溶離液中の不揮発性成分はそのまま落下し、微細な液滴とイオンのみがオリフィス 1 を通して真空中へ取り込まれます。

オリフィス 1 とオリフィス 2 の間の空間 (第 1 領域) はロータリーポンプ (RP) によって排気されていて、200~300Pa (約 1/300~1/400 気圧) に保たれています。オリフィス 1 とオリフィス 2 の位置は意図的にずらしてあります。オリフィス 1 を通過してきた中性の微粒子・液滴の大部分はオリフィス 2 を通過することができないため、オリフィス 1・オリフィス 2・リングレンズ間の相対電圧を適切に設定することで、イオンのみを効率良くオリフィス 2 へ導くことができます。

I-4-2 イオン導入部

イオンガイド

オリフィス2を通過したイオンは、高周波イオンガイドに入ります。イオンガイドはイオン源で生成したイオンを、高真空 (1×10^{-6} Pa) を必要とする飛行時間型質量分析計へ効率よく運ぶ役割を担っています。このイオンガイドの中でいかにイオンの運動エネルギーを揃え、収束させるかが、飛行時間質量分析部で高い分解能と感度を得るための鍵であり、極めて重要な部分であります。

オリフィス2を通過したイオンはイオンガイド内の高周波電場にてえられ、イオンガイドの中心軸へ向かって収束されます。一方、オリフィス2を通過してくる中性分子（殆どが窒素ガス分子と考えられる）は高周波電場から力を受けないため、イオンガイドの電極の間から排気されます。

“AccuTOF” ではイオンガイドを2つの真空領域を貫くように配置し、この2つの領域を1台のスプリットフロー型ターボ分子ポンプ (Turbo Molecular Pump = TMP) で排気しています。これによって、イオンガイドの前半部は Collisional Focusing に適した、比較的高い圧力に保たれ、後半部はその約 1/100 の圧力となっていて、TOF MS との結合を容易にしています。

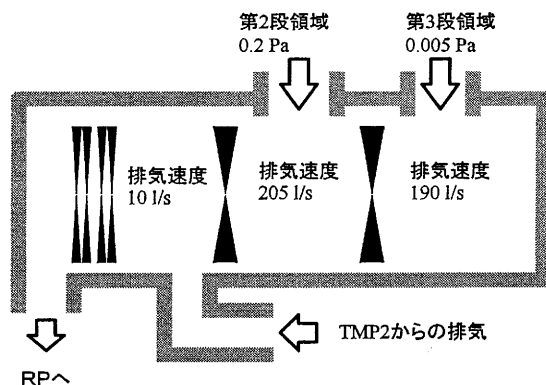


図3 スプリットフロー型ターボ分子ポンプ

イオン集束レンズ

イオンガイドの四重極電極には収束のための高周波とともに、全電極に同じ DC 電圧 (イオンガイドバイアス電圧) が加えられています。イオンガイドを通過したイオンは、このバイアス電圧とオリフィス (0 [V]) との電位差によって加速され、オリフィス2を通過して分析部へ導入されます。

オリフィス2の背後には集束レンズがあり、イオンビームをほぼ平行に整えて、分析部へ導入しています。

I-4-3 分析部

“AccuTOF” の分析部は 1 段式リフレクトロン (Single Stage Reflectron) を備えた直交加速飛行時間質量分析計 (Orthogonal Acceleration Time-of-Flight Mass Spectrometer = oa-TOF MS) であります。

飛行時間質量分析計 (Time-of-Flight Mass Spectrometer = TOF MS)

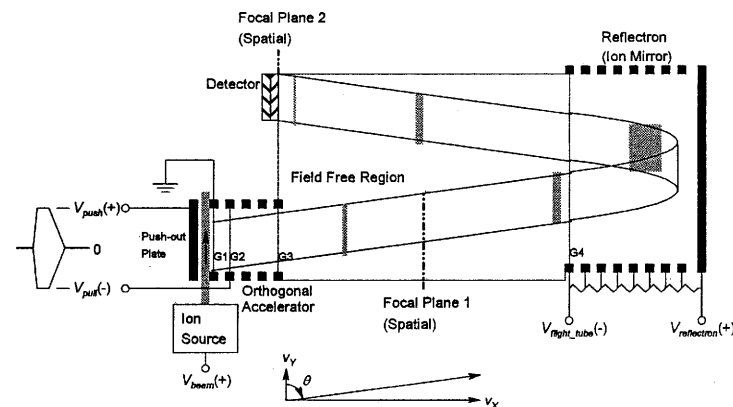
“AccuTOF” の分析部

“AccuTOF” の分析部は、図4で示すように、2 段加速+1 段式リフレクトロンという TOF MS として最もベーシックでシンプルな構成となっています。

高分解能を志向したリフレクトロン TOF MS として、期待されるイオン光学的特性、イオンの透過率などから総合的に判断して 2 段加速+1 段式リフレクトロンを選択しました。

またイオン加速部へのイオン導入のエネルギーについては、27 eV (バイアス電圧) となるようにイオン加速部・リフレクトロン・検出器の位置関係を設定しています。

イオン導入のエネルギーを小さくすると、イオンの利用効率が高くなり、感度が向上することが期待されます。しかし、小さくしすぎると、押し出しプレート・グリッド1が僅かに帯電しただけでもイオンビームが偏向されるため、分解能の長期安定性に問題を生ずる。実験の結果、分解能の長期安定性のためには、導入エネルギーは最低でも 20 eV は必要と判断し、さらにある程度の余裕をみて 27 eV との設定を得ました。



$$\tan \theta = (v_y/v_x) = ((-V_{\text{flight_tube}} + 1/2 V_{\text{push}}) / V_{\text{beam}})^{1/2}$$

図4 直交加速飛行時間質量分析計 (oa-TOF MS)

I-4-4 検出器

検出器の主な構成要素はマイクロチャンネルプレート（MCP）とアノードです（図 5）。MCP は厚さ約 0.6mm のガラス板に、チャンネルと呼ばれる内径約 $10\mu\text{m}$ の穴が蜂の巣状に $12\mu\text{m}$ 間隔（チャンネルの中心間距離）で開けられたものです（図 6）。MCP の両面は金属でコーティングされており、電極間に電圧を印加すると、チャンネル内に電場勾配が生じます。この状態でチャンネル内壁の入力側に近い位置にイオンが衝突すると、複数の二次電子が放出され、これらの二次電子はチャンネル内の電場勾配によって加速され、反対側の壁に衝突して再度二次電子を放出します。こうして電子はチャンネルの内壁に何度も衝突しながら出力側へ進んで行き、結果として指数関数的に増倍された電子流が取出されます（図 7）。この電子がアノードに捕集され電気信号となります。MCP の増幅率（入力側に 1 つのイオンが入射したときに、出口側から放出される電子の数）は最高数千です。TOF MS の検出器としては 10^4 程度の増幅率が必要のため、MCP を 2 枚重ねて使用しています（Dual MCP）。

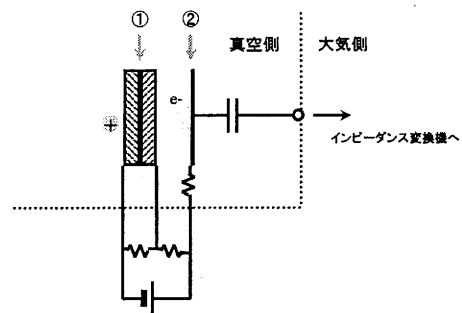


図 5 検出器
①マイクロチャンネルプレート (Micro Channel Plate = MCP)
②アノード (Anode)

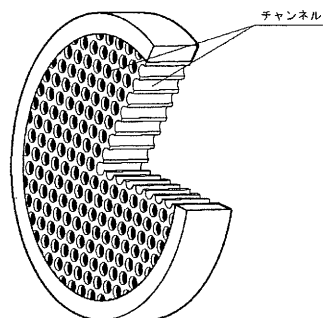


図 6 マイクロチャンネルプレート

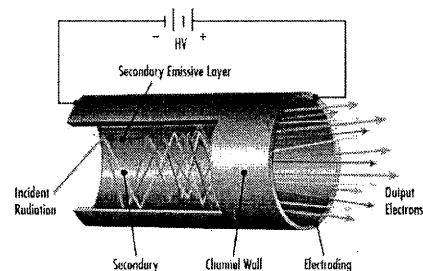


図 7 チャンネル内での電子の増幅

MCP は TOF MS の検出器として以下のような長所・短所を有しています。

長所	- 平面検出器である。TOF MS で高い分解能を得るためには検出器表面は高精度の平面でなくてはならない。 - 大きな面積のものが入手できる。高いイオンの利用効率（＝感度）が実現できる。 - 応答速度が極めて速い。イオン 1 つが入射したときに、出口側から得られる電子流の時間的広がりは数百 ps（ピコ秒＝10^{-12} 秒）以内といわれている。高い時間分解能（＝質量分解能）を得ることができる。
短所	- 機械的強度が弱い。穴だらけのガラスの薄板である。 - 湿気・酸素に弱い。一度、通常の（湿気を含んだ）大気にさらすと、次回通電する前に高真空中で 15 時間以上放置・脱ガスさせる必要がある。

表 1 マイクロチャンネルプレートの長所・短所

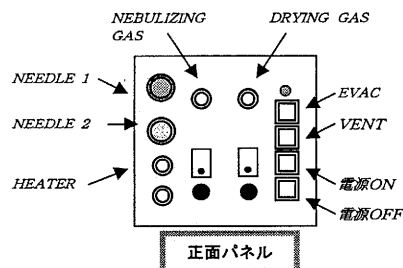
このように、TOF MS の性能に関わる特性は理想に近いものだが、デリケートで扱いが難しいことが欠点です。“AccuTOF” では有効径 40mm の大型 MCP を用いて高い感度を実現しています。

また、MCP を、脱ガス不十分な状態で電圧を印加するなどして誤って損傷することがないように、特に真空排気系の構成と制御法に配慮しています。

II 装置の立上げ

II-1 電源投入 & 排気開始

- 1) 背面のブレーカーを『ON』
- 2) 電源 ON (装置前面)
- 3) 窒素ガスの供給
600kpa 以上の圧力が必要
- 4) EVAC ON (排気開始)
(窒素ガス圧力計が、600kpa 以上ないとスタートしない)
- 5) EVAC Ready



Ready ランプが点滅から点灯に変わることで、排気完了となります。

検出器 (MCP) 保護のため、排気完了から 15 時間後に高電圧が印加可能になります。
(システム側で制御しています)

排気完了の目安 (点滅→点灯)

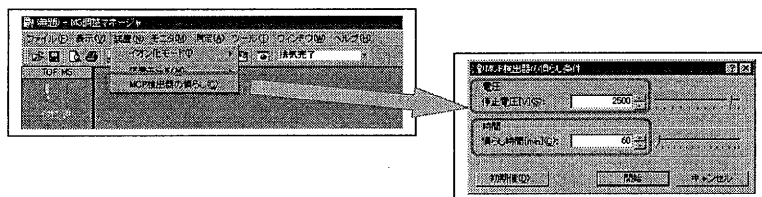
- 真空度: 1×10^{-4} Pa 以下
- 所要時間: 45~60 min

★検出器 (MCP) の慣らし運転について

検出器 (MCP) は極微細管構造になっており、表面に酸素等が付着した状態で高電圧 (通常 2500V) を印加すると、放電効果により微細管表面を損傷させてしまいます。
AccuTOF では検出器保護のため、真空立ち上げ後 (EVAC Ready) 15 時間経過しないと高電圧が印加できないようにシステム側で制御しています。

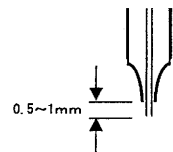
実際のご使用にあたっては、検出器保護のため、高電圧をゆっくりと印加して、検出器を“慣らす”必要があります。

『MS調整マネージャー』→『装置』→『MCP検出器の慣らし』を選択し、
『停止電圧』を 2500V、『慣らし時間』を 60min に設定して“検出器の慣らし”操作を実行してください。



II-2 ESI ブローブ

ESI 先端針ピラーは、0.5~1mm に合わせます。



III システム

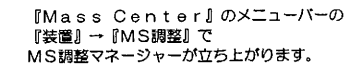
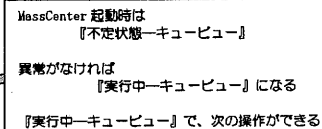
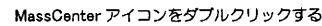
III-1 アイコン説明

AccuTOF では下記に示すアイコンで全ての操作を行います。

 MassCenterメイン.Ink	MassCenterメインプログラム このプログラムで MS 調整、測定、解析を行います。 すべてはここから始まります。
 JEOL ESI Deconvolution	デコンボリューションプログラム AccuTOF で測定したデータをデコンボリューション演算するプログラムです。
 データマネージャ.Ink	データマネージャプログラム 各種分析条件・データ等のファイルメンテナンスプログラムです。
 装置監視パネル.Ink	装置監視パネルプログラム AccuTOF のアラーム、各ユニット電圧のモニタープログラムです。
 MassCenterSTOP.Ink	MassCenterストッププログラム MassCenterで、動作中のプログラムを全て停止させます。 MassCenterメインプログラムで正常終了しない場合、 動いたままになっているプログラムを強制終了させることができます。
 Tmclfx.Ink	Tmclfxプログラム エンジニア専用のMass分光計のアラーム、各ユニット電圧のモニター 監視プログラムです。

} 129℃ - 10 ~ 30, 40
 } オリフィン電圧 } 大工 - もの は 大工
 } } 小工 - もの は 小工
 } } オレフィンあり。

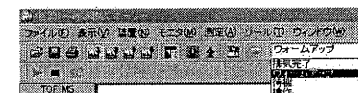
Ⅲ-4 MS調整マネージャー画面について



- 1) 排気完了
高電圧: OFF 温度: OFF
MassCenter 終了時に選択します。
- 2) ウォームアップ
MCP: ON 温度: OFF
- 3) 待機
加速: ON 温度: ON
- 4) 操作
ION 源 高圧: ON
ピーク確認時に選択します。

注意！
サンプルを LC より導入する場合は、必ず温度・ガスはONにします。

Ⅲ-5 MS調整マネージャーのメニューについて



メニュー	下層メニュー	内 容
表示(V)	スペクトルモニター(S)	最大スペクトル表示可能
	真空度(V)	真空度画面の表示
	イオン源(I)	イオン源画面の表示
	分析部(N)	分析部画面の表示
	分析部拡張(E)	分析部拡張画面の表示
	検出部(D)	検出部画面の表示
装置(N)	イオン化モード(I)	イオン化モードの切替え
	装置モード(M)	装置完了・ウオームアップ・待機・操作
モニタ(M)	表示範囲(D)	SCAN範囲・時間等の設定
測定(A)	単発測定(C)	1Shot 分析
ツール(T)	アベレージャーのノイズ係数(N)	ノイズ補正を行います。 装置納入時のみ使用します。

IV AccuTOFの調整

IV-1 分解能&感度 調整

サンプル例：レゼルビン 1ppm
導入方法：調整用吸引ボトル

1) MS調整条件ファイルの読み込み

このファイルを読み込むことで、AccuTOFの全ての条件が切り替わります。

『ファイル』→『MS調整条件ファイルを開く』で目的の調整条件を選択します。

2) 装置条件例

- 分析部（拡張）：飛行管電圧(7kV),
押し出し電圧(777V),
引き込み電圧(-777V)
- 検出器：MCP(2500V)
- イオン源：ニードル電圧(2000V),
オリフィス1電圧(100V),
オリフィス2電圧(5V),
バイアス電圧(21V)
- イオンガイド：ピーク間電圧(2000V),
バイアス電圧(21V)
- 温度：オリフィス1 (100℃),
脱溶媒室温度 (250℃)
- 検出器電圧 2300V から 2500V 程度

3) SCANレンジの設定例

- スペクトルモニター1のWindow内でマウスのボタンで『設定』を選択します。
- 質量電荷比範囲 (m/z) の設定: m/z 100~1,000
- スペクトル記録間隔: 0.4sec
- データ収集間隔: 0.5nsec

に設定します。

4) ビームの確認

Nebulizer gas: ON (Flowは2L/min程度)
Dry gas ON (Flowは2L/min程度)

5) 調整 (tuning)

押し出しバイアス電圧 (-0.22V から -0.7V 程度)、収束レンズ電圧 (+10V 程度)、
四重極レンズ電圧 (+20V 程度)、左右電圧 (-2V 程度)、上下電圧 (+2V 程度)
これらを組み合わせて分解能・感度を調整します。

6) MS調整条件の保存

分解能・感度調整が完了したMSコンディションを『MS調整条件』として保存します。

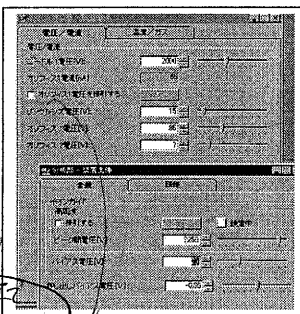
『MS調整マネージャー』画面で 『ファイル』 → 『名前を付けて保存』で行います。

重要!!

保存したMS調整条件は実測定で用います

重要!!

LCには絶対に高速度 (ppm以上) の
レゼルビンを入れないでください!
LC内部に残ってしまい、配管交換が
必要になることがあります。

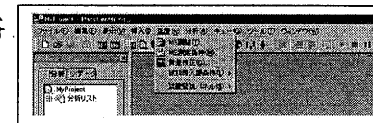


V 測定

V-1 MS測定条件の編集

1) MS測定条件の編集

・『MassCenterメイン』を起動し、
『装置』→『MS測定条件』を選択します。



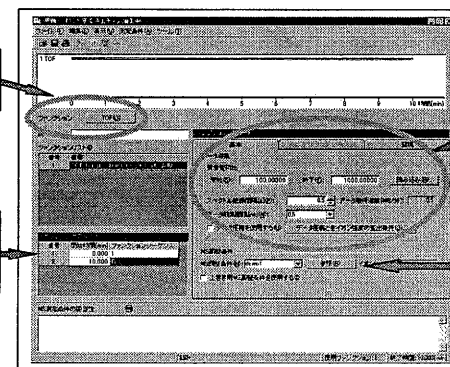
・下記手順で編集します

手順①
ファンクション TOF
ボタンを押します

手順②
ファンクションテーブル
の『番号2』に測定終了
時間を入力します

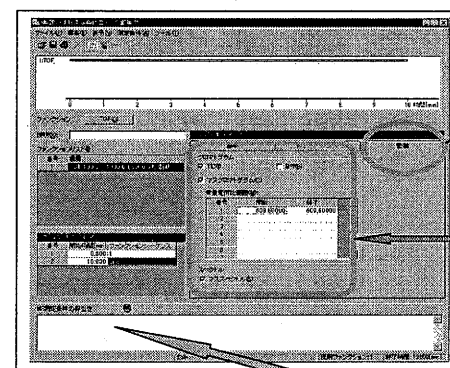
手順③
測定質量範囲 (m/z100~1000)、
測定時間 (0.4s~0.6s) を入力し
ます。

手順④
前頁で保存したMS調整条件を
入力します。
『参照』ボタンを押すことで
検索できます。



手順⑤
『監視』を指定します。

手順⑥
モニター表示に必要な
TIC、マスク、
マススペクトルを
チェックします。

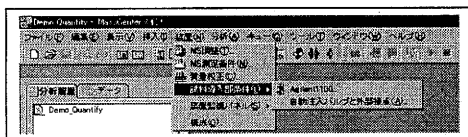


・条件作成後、『ファイル』→『名前を付けて保存』で
MS測定条件ファイルとして保存します。

参考までに!
条件保存時に不適切なパラメータが
設定されると、『MS測定条件の妥当』欄
に指摘事項が表示されます。
条件が適切であれば『エラー無し』の表示が出ます。

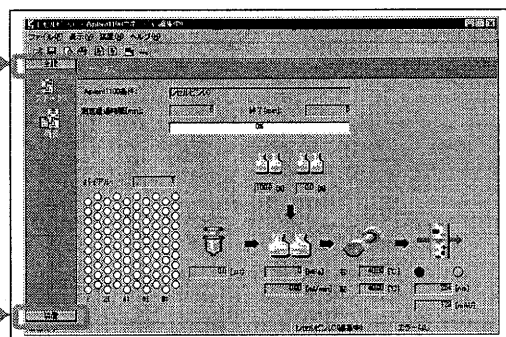
V-2 Agilent1100 測定条件の編集

- 『MassCenterメイン』を起動し、『装置』→『試料導入部条件』→『Agilent1100』を選択します。

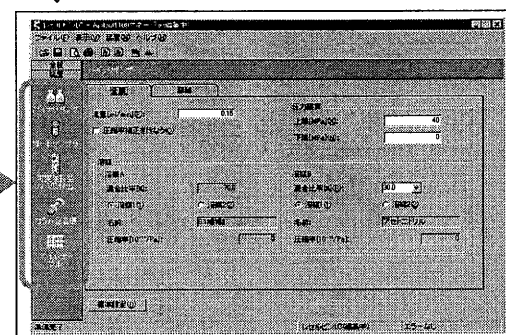


『全般』
ここを指定すると Agilent1100 の
現状のコンディションが表示され
ます。

『装置』
ここを指定すると Agilent1100 の
パナリポンプ・オートサンプ
ラ・UV検出器・カラム恒温槽等
の条件編集画面に切り替わります。



各アイコンを指定して
分析条件を編集します。



- 条件作成後、『ファイル』→『名前を付けて保存』で
Agilent1100 測定条件ファイルとして保存します

V-3 キャリブレーション（質量校正）

AccuTOFのキャリブレーションには“質量校正”と“質量ドリフト補正”の2種類があります。

質量校正：このデータを元に質量が校正されます。

質量校正は大幅な調整条件の変更等が無い限り長期にわたって使用できます。

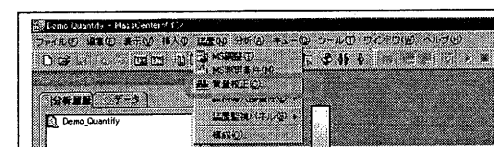
また、従来の質量分析計（磁通型MS）のように、測定条件ごとに行う必要はありません。

質量ドリフト補正：既知質量の成分を測定して、そのドリフト値を質量校正データに反映させます。

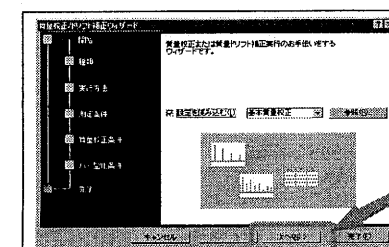
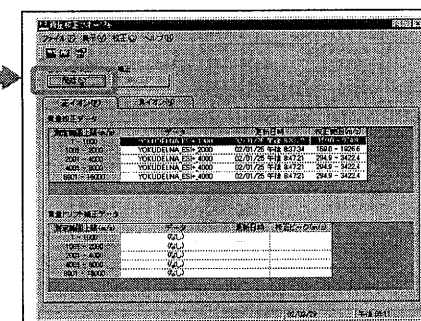
基本的には質量校正データから、キャリブレーションが実行されますが、
精密質量測定等の精度が要求される分析を行う時に実行します。

- 質量校正の実行

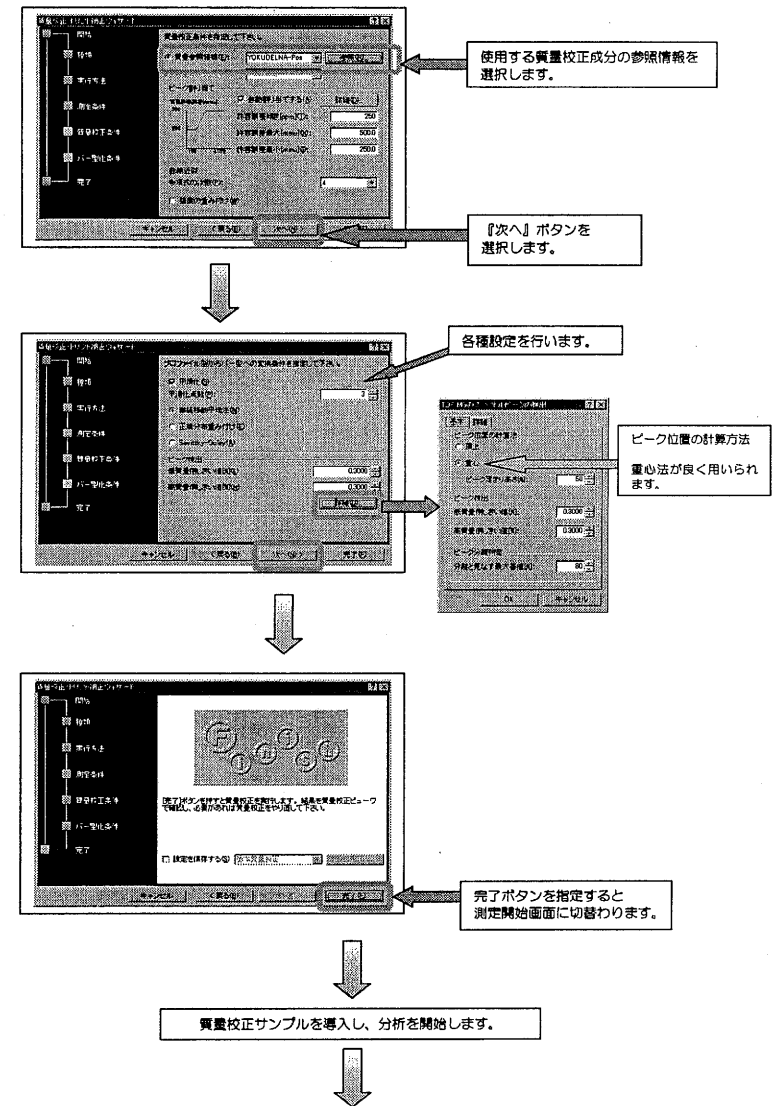
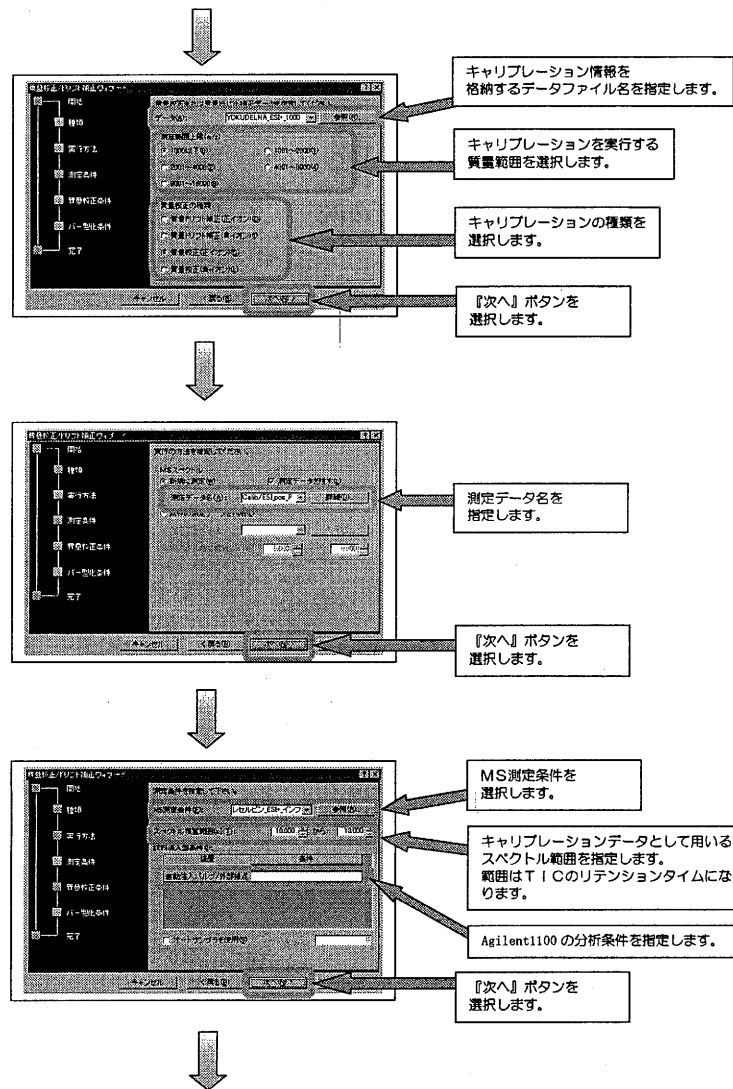
『MassCenter』→『装置』→『質量校正』を指定すると、
『質量調整マネージャー』が立ち上がります

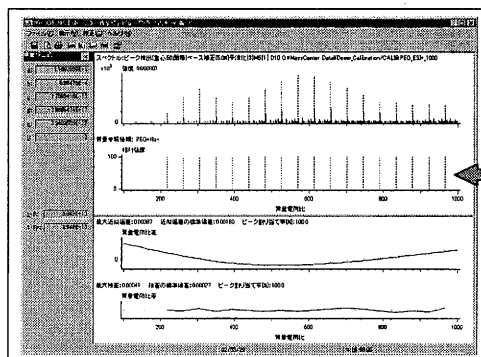


『開始』ボタンを
選択します。



『次へ』ボタンを
選択します。





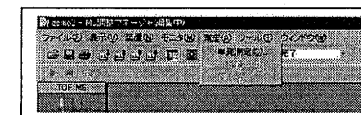
質量校正結果

自動でピーク判定がされ、ピークが黄色になり、質量校正が実行されます。

V-3 測定

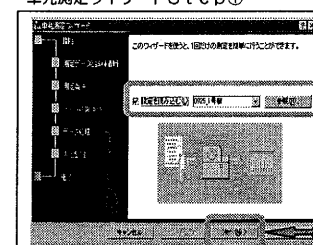
V-3-1 単発測定

- 測定（単発測定）
『MS調整マネージャー』の
『測定』→『単発測定』を選択します。



- ・『単発測定ウィザード』が起動するので
ウィザードの手順に従って測定準備を行います。

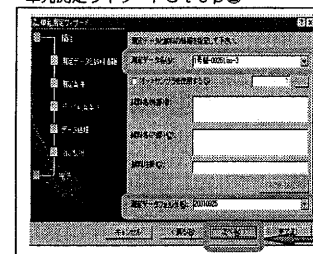
単発測定ウィザードStep①



- 過去に作成した単発測定ウィザードファイルがある場合
『設定を読み込む』にチェックを入れ、
ファイル名を指定することで次のステップが
省略化できます。
- 単発測定ウィザードファイルがない場合
『設定を読み込む』にチェックは入れません

『次へ』を指定します

単発測定ウィザードStep②

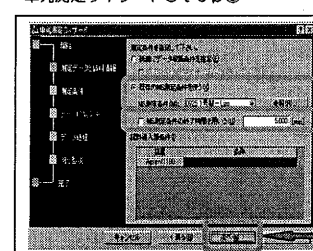


測定データ名を入力します。

測定データを格納する
フォルダーを指定します。

『次へ』を指定します

単発測定ウィザードStep③

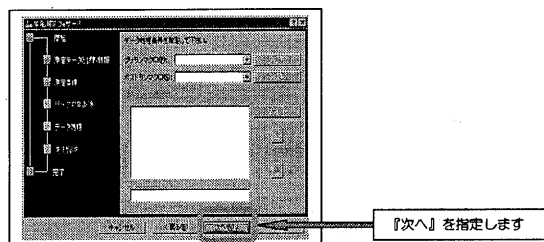


『既存のMS測定条件を使う』に
チェックをかけ、ファイル名を入力します

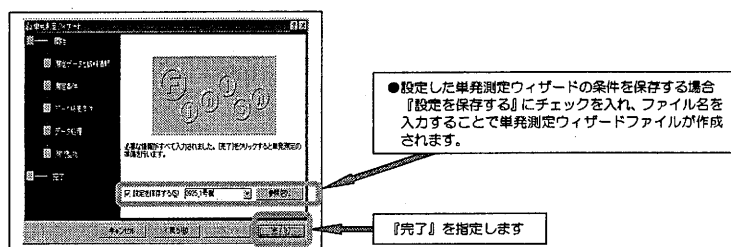
MS測定時間をここで
セットすることも可能

『次へ』を指定します

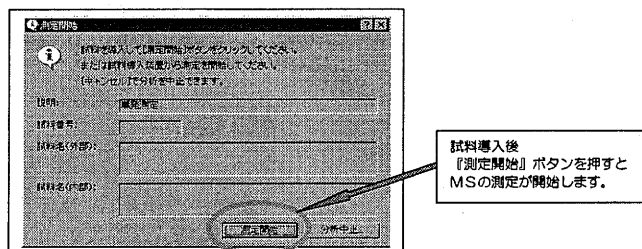
単発測定ウィザードStep④



単発測定ウィザードStep⑤



モニター画面が起動します



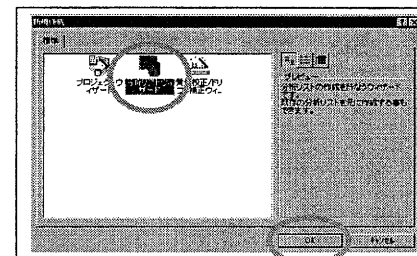
V-3-2 分析リストによる測定

分析リストは一連の分析を行ううえで必要な情報（測定データ名・データ格納ホルダー、MS & LC分析条件等）をリストとして登録して、リストの内容に基づいて測定を行うものです。
オートサンプラを使用した分析では分析前に作成しなければなりません。

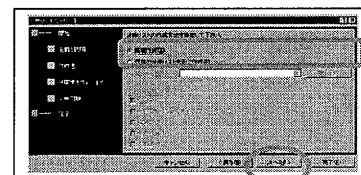
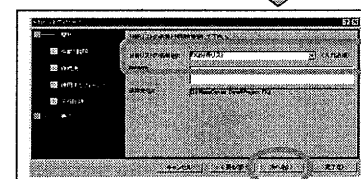
●分析リストの作成

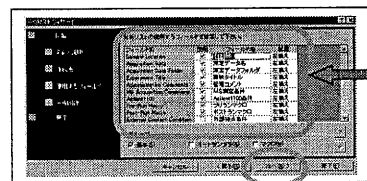
『MassCenter』の『ファイル』→『新規作成』を指定します。

『分析リストウィザード』を指定します

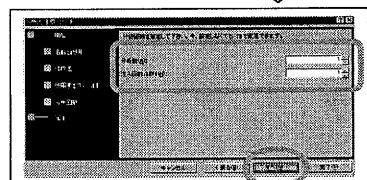


●過去に作成した単発測定ウィザードファイルがある場合
『設定を読み込む』にチェックを入れ、ファイル名を指定することで次のステップが省略化できます。
●単発測定ウィザードファイルがない場合
『設定を読み込む』にチェックは入れません

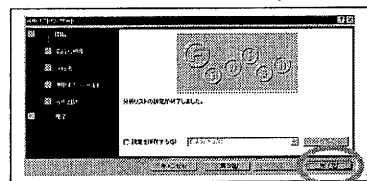




分析リストに表示させるフィールドを指定し、『次へ』ボタンを押します。



分析数を入力し、『次へ』ボタンを押します。

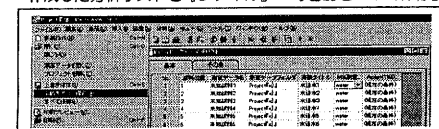


『完了』ボタンを押すことで分析リストの作成が終了します。

表示された分析リストに『測定データ名』、『測定データフォルダ』、『タイトル』、『MS測定条件』、『Agilent1100 分析条件』等を入力して、分析リストを作成します。

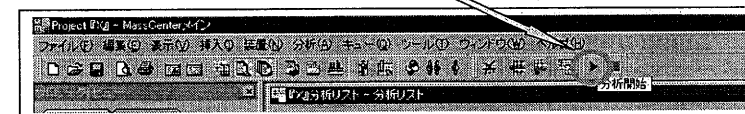
No.	試料位置	測定データ名	測定データフォルダ	実験タイトル	MS測定条件	Agilent1100
1	1	未知試料1	Project\X\	水道水1	water	現在の
2	2	未知試料2	Project\X\	水道水2	water	現在の
3	3	未知試料3	Project\X\	水道水3	water	現在の
4	4	未知試料4	Project\X\	水道水4	water	現在の
5	5	未知試料5	Project\X\	水道水5	water	現在の
6	6	未知試料6	Project\X\	水道水6	water	現在の

作成した分析リストを『ファイル』→『名前をつけて保存』で保存します。

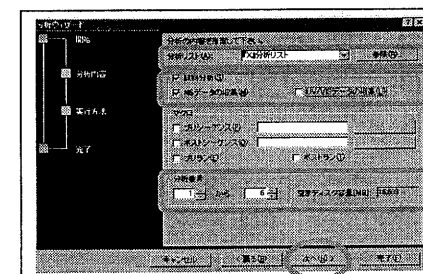


●分析の開始

MassCenter のメインメニュー内の『スタートボタン』を押します。



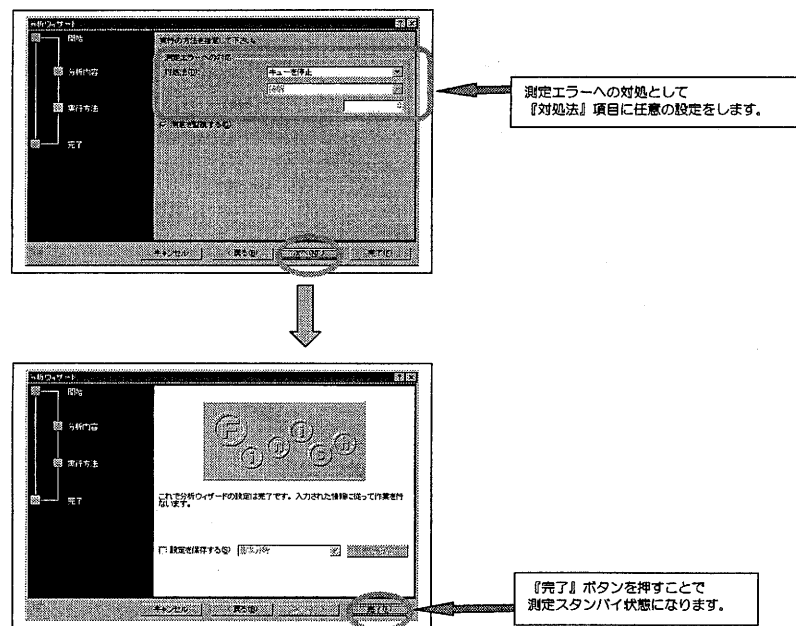
『次へ』ボタンを押します。



前頁で保存した『分析リスト』を指定します。

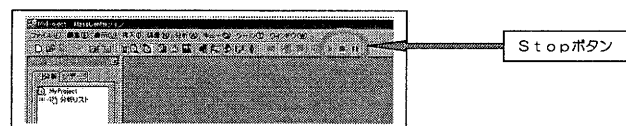
試料分析とMSデータ収集にチェックマークを入れます。必要に応じてUVデータ収集にもチェックマークを入れます。

『分析リスト』に登録された分析番号から、分析を行いたい番号を入力します。



●測定の中止

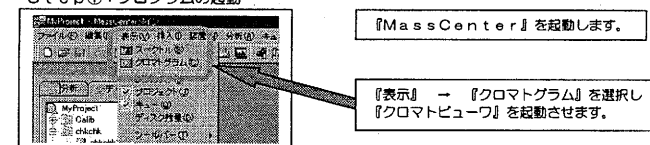
『MassCenterメイン』を起動し、『STOPボタン』を押すことで測定が中止になります



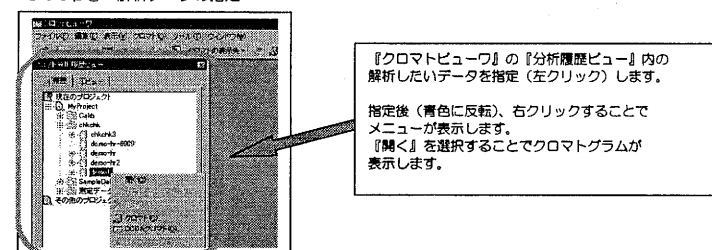
VI 解析

VI-1 解析 <クロマト処理>

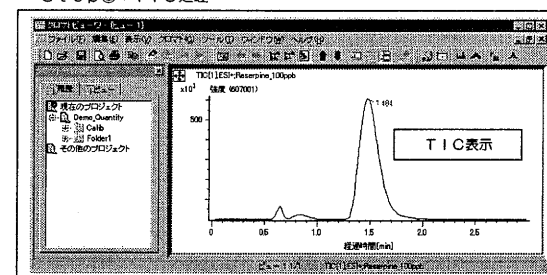
Step①: プログラムの起動



Step②: 解析データの指定

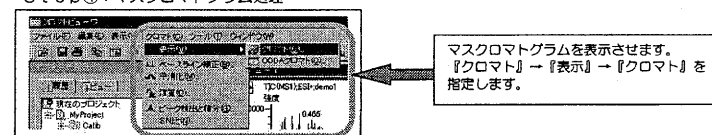


Step③: TIC処理

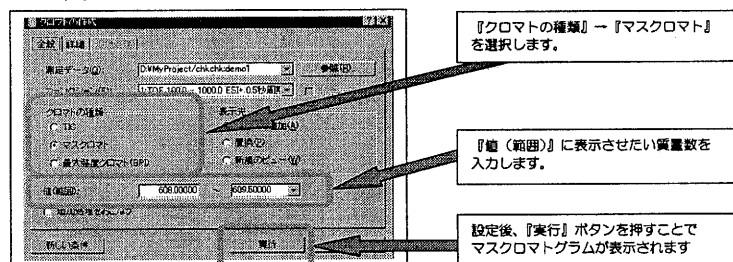


★TIC処理方法
左ドラッグ（直線） → 指定範囲のクロマト拡大
左ドラッグ（囲み） → 囲み範囲のクロマト拡大

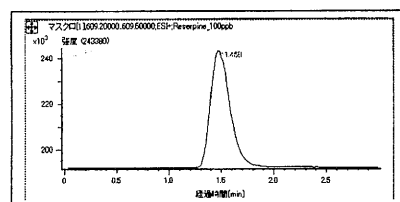
Step④: マスククロマトグラム処理



Step⑤: マスクロマト処理の設定

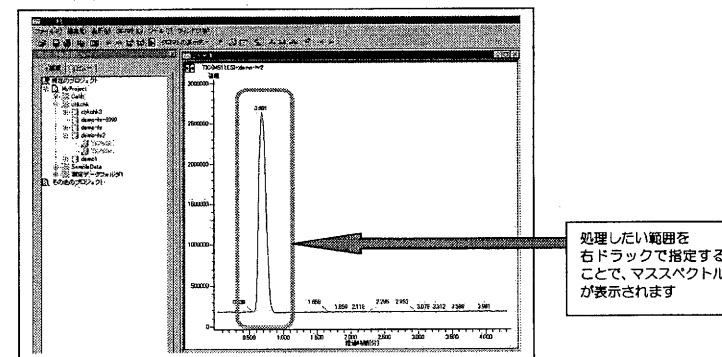


Step⑥: マスクロマトの表示



VI-2 解析 <スペクトル処理>

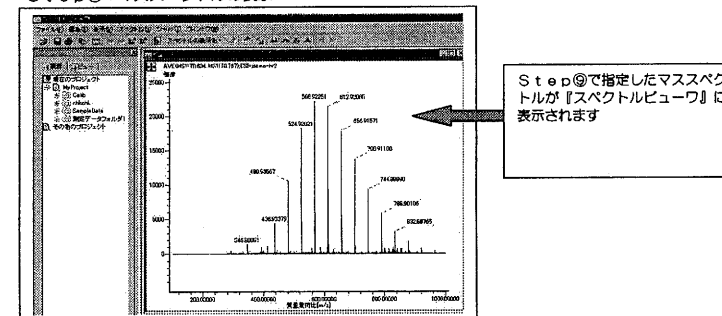
Step①: スペクトル処理



★クロマト処理
左ドラッグ(直線) → 指定範囲のクロマト拡大
左ドラッグ(囲み) → 囲み範囲のクロマト拡大

★スペクトル処理
右クリック → 指定ポイントのスペクトル表示
右ドラッグ → 囲み範囲の積算スペクトル表示

Step②: マススペクトルの表示



VI-3 解析 <精密質量処理>

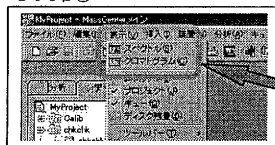
AccuTOF で精密質量測定を行う場合、内部標準物質として既知質量の成分を添加したサンプルを調製します。

内部標準物質の質量を基準に目的質量の校正が行われます。
内部標準物質の濃度としては 0.5~1ppm 程度が適当と思われます。
濃度が低すぎると十分な精度が得られない場合があります。

- 調整方法
『測定』の項を参照ください
- MS調整条件の保存
『測定』の項を参照ください
- MS測定条件の編集
『測定』の項を参照ください
- 測定
『測定』の項を参照ください

●解析 (ミリマス測定)

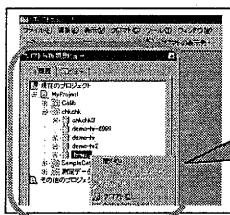
Step①



『MassCenter』を起動します。

『表示』 → 『クロマトグラム』を選択し
『クロマトビュー』を起動させます。

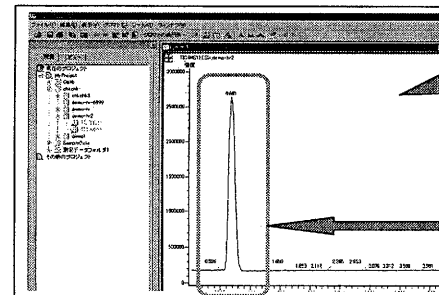
Step②



『クロマトビュー』の『分析履歴ビュー』内の
解析したいデータを指定 (左クリック) します。

指定後 (青色に反転)、右クリックすることで
メニューが表示します。
『開く』を選択することでクロマトグラムが
表示します。

Step③



TIC表示

処理したい範囲を
右ドラッグで指定する
ことで、マススペクトル
が表示されます

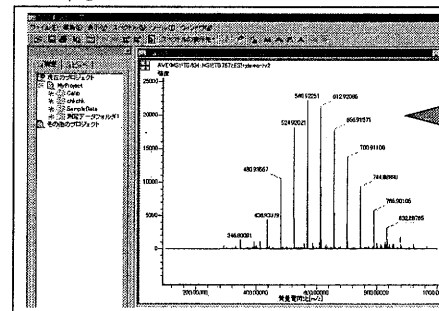
★クロマト処理

左ドラッグ (直線) → 指定範囲のクロマト拡大
左ドラッグ (囲み) → 囲み範囲のクロマト拡大

★スペクトル処理

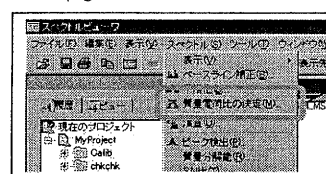
右クリック → 指定ポイントのスペクトル表示
右ドラッグ → 囲み範囲の積算スペクトル表示

Step④



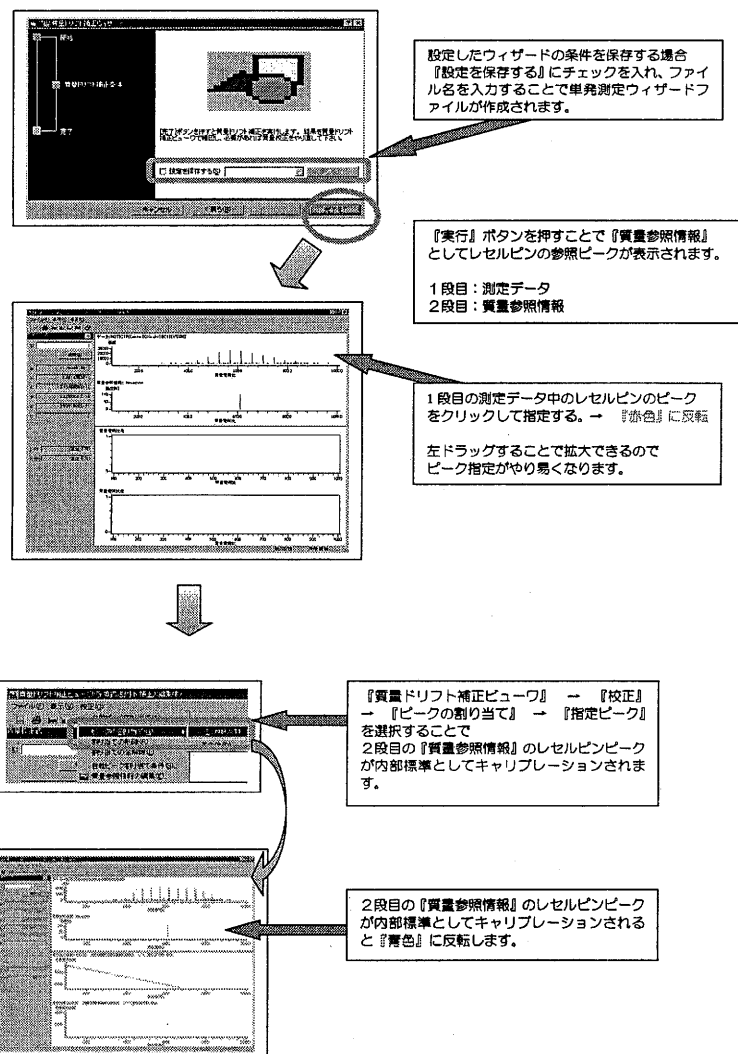
Step③で指定したマススペクトルが
『スペクトルビュー』に
表示されます

Step⑤

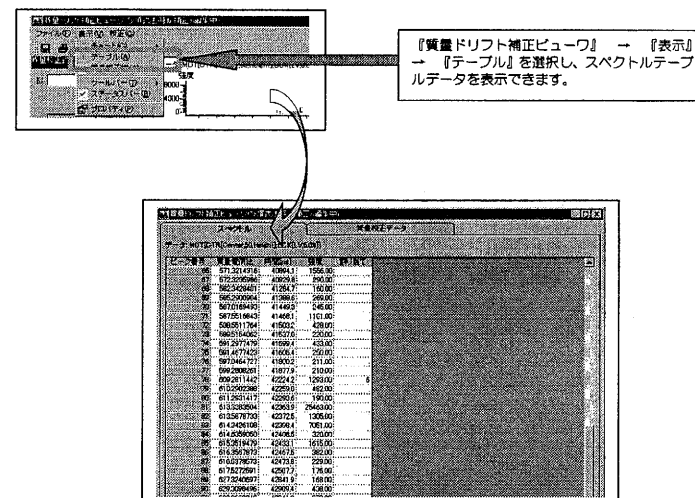


プロファイルスペクトルをバググラフ化します

『スペクトルビュー』の『スペクトル』→
『質量電荷比の決定』を指定します



Step⑨



VII 装置の停止

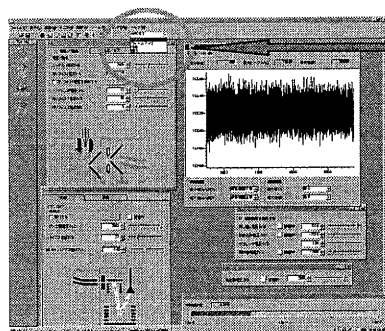
AccuTOF の停止方法は以下の2種類があります。

- 短期停止（日常での停止方法）
- 長期停止（シャットダウン方法）

VII-1 短期停止

①Nebulizer・脱溶媒ガスをOFFにします。

②日々の停止 → 装置状態を『ウォームアップ』状態にします。
一週間程度の停止 → 装置状態を『排気完了』状態にします。



重要!!

左記丸印部のメニューバーの設定について

- 1) 排気完了
高電圧: OFF 温度: OFF
MassCenter 終了時に選択します。
- 2) ウォームアップ
MCP: ON 温度: OFF
- 3) 待機
加速: ON 温度: ON
- 4) 操作
ION 源 高圧: ON
ピーク確認時に選択します。

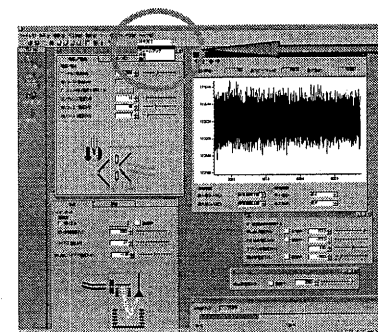
VII-2 長期停止（シャットダウン）

①窒素ガスが600kpa以上の圧力がかかっていることを確認します。

②イオン源のヒータをOFFにします。

③Nebulizer・脱溶媒ガスをOFFにします。

④装置状態を『排気完了』状態にします。



重要!!

左記丸印部のメニューバーの設定について

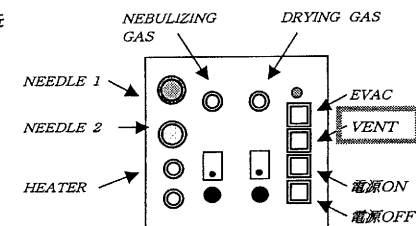
- 1) 排気完了
高電圧: OFF 温度: OFF
MassCenter 終了時に選択します。
- 2) ウォームアップ
MCP: ON 温度: OFF
- 3) 待機
加速: ON 温度: ON
- 4) 操作
ION 源 高圧: ON
ピーク確認時に選択します。

⑤装置正面パネルの『VENT』ボタンを押して真空を停止します。

⑥装置正面パネルの『電源OFF』ボタンを押します。

⑦窒素ガスの供給を止めます。

⑧PC、プリンターの電源を切ります。



VII イオン源のメンテナンス要領

この項では、お客様が行うイオン源及びイオン導入部のメンテナンス作業について以下の順番で
ご紹介します。

VII-1 イオン源洗浄要領

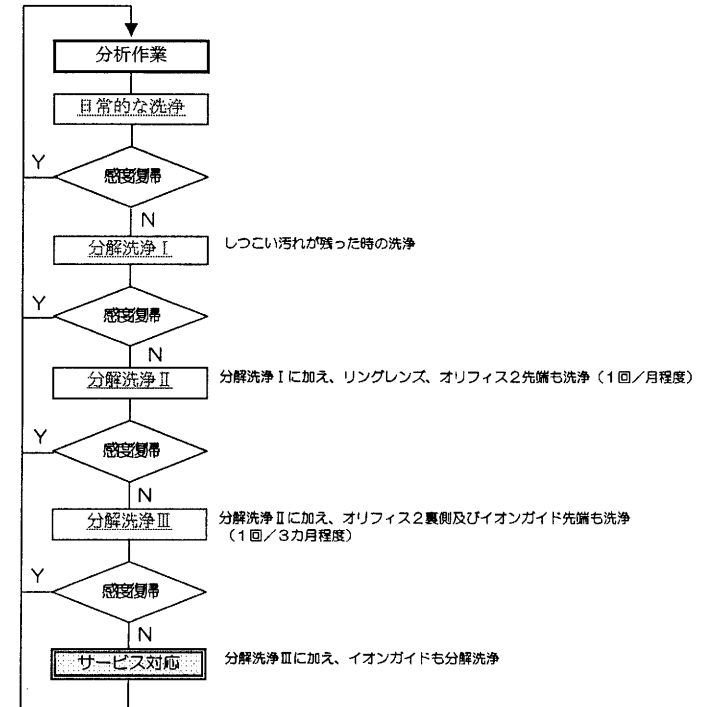
- VII-1-1 日常的な洗浄
- VII-1-2 分解洗浄Ⅰ
- VII-1-3 分解洗浄Ⅱ
- VII-1-4 分解洗浄Ⅲ
- VII-2 ヒーター及び白金測温体交換要領
 - VII-2-1 オリフィス
 - VII-2-2 ベーパライザー
 - VII-2-3 スプレーヤーの分解及び組立要領
- VII-3 消耗品及び定期交換部品について
 - VII-3-1 オリフィス
 - VII-3-2 イオン源覗き窓
 - VII-3-3 スプレーヤーガイド

【警告】

以下に説明するイオン源各部品の洗浄を行う前に、イオン源の操作（加熱、ガス導入、LC 稼働）を停止し、
ベーパライザー及びオリフィス1の温度が手で触れる事の出来る温度に低下した事を確認して下さい。
上記事項を守らないと溶媒蒸気を吸い込む、感電する、やけどを負う等の危険性があります。

VII-1 イオン源洗浄要領

以下のフローチャートのように、汚れの度合により洗浄する項目が違います。以下に示した洗浄頻度は目安であり、
お客様の使用状況により変わります。



【注意】

イオンガイドの分解洗浄は専門のサービス員にお任せ下さい。お客様が分解洗浄・再組立を行った場合、
分解能が復元しない可能性があります。
オリフィス1及びオリフィス2の取り扱いには十分注意して下さい。
ぶつける等でオリフィス周辺の形状が変化すると、感度が低下する可能性があります。
スプレーヤー先端のノズルを曲げないように取り扱いに注意して下さい。曲げると感度が不安定になる可能性
があります。

VII-1-1 日常的な洗浄

毎日を目安に、1日の測定開始前あるいは測定終了後に、以下の簡単な拭取洗浄を行って下さい。

- 1) イオン源を外します。



- 2) オリフィス1、テフロンリング及びドレンポートを溶媒で拭取洗浄します。
オリフィス1(オリフィス径0.4mm)にごみがついて穴を塞がないように注意して下さい。



- 3) イオン源内面を溶媒で拭取洗浄します。



- 4) スプレーヤーの金属部分を溶媒で拭取洗浄します。



拭取洗浄に使用する溶媒は、エタノールなどのアルコール類やアセトンを使用して下さい。アセトンの方が脱脂力が強く洗浄効果があります。

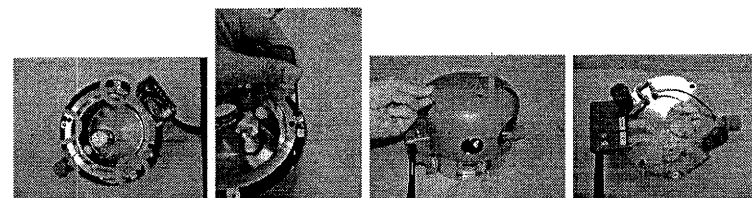
VII-1-2 分解洗浄I

長期間使用した事によりイオン源内に残留したサンプル、又は残り易いサンプルのバックグラウンドが測定に影響をおよぼす場合は、日常的な洗浄に加えペーパーライザー部分の分解洗浄も行なって下さい。脱脂力の強いアセトンで洗浄を行って下さい。

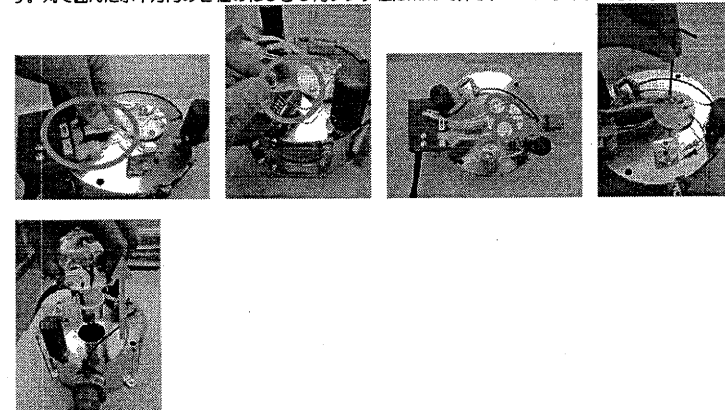
用意する工具

- ・ 六角レンチ(1.5mm/2.5mm)
- ・ スパナ(6.35mm)

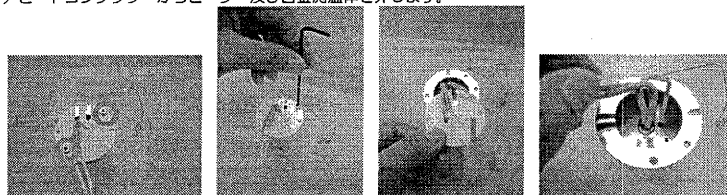
- 1) カバーを下にして作業台に置き、丸で囲んだ3個のねじを六角レンチ(2.5mm)で緩めます。
カバーを上にして置き直し、カバーを上方に持ち上げ外します。



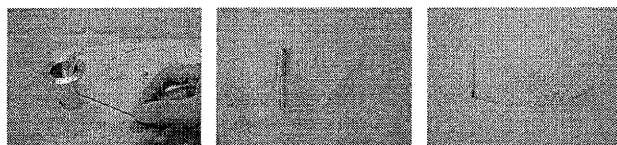
- 2) ヒーター及び白金測温体のナイロンコネクターを抜き、ドライガス配管のナットをスパナ(8mm)で緩めます。丸で囲んだ水平方向の2個のねじを六角レンチ(2.5mm)で外し、ペーパーライザーを抜き取ります。



3) ヒートコンダクターからヒーター及び白金測温体を外します。



丸で囲んだ2個のねじを6角レンチ(2.5mm)で外し、キャップ(定期交換品)を手前に引き抜きます。



ヒートコンダクター側面の3個の止めねじを6角レンチ(1.5mm)で緩め、ヒーター及び白金測温体を外します。



ヒートインシュレーター(定期交換品)を抜き取ります。
ヒートコンダクター、ヒートインシュレーター、止めねじ、ヒーターの金属部分をアセトンで拭取洗浄します。

4) 丸で囲んだ熱輻射カバーを固定しているねじ(4個)を6角レンチ(2.5mm)で外し、熱輻射カバーを外し、熱輻射カバー内外面と取付ねじを拭取洗浄します。



5) その他イオン化室内の部品、スプレーヤーの金属部分、オリフィス1及びドレンポートを全てアセトンで拭取洗浄して下さい。

6) 洗浄後、分解したのと逆の手順で組み立てて下さい。尚白金測温体を取り付ける際、止めねじは軽く締めして下さい。締め付けが強過ぎると白金測温体の測温部を破損する可能性があります。

Ⅷ-1-3 分解洗浄Ⅱ

日常的な洗浄及び分解洗浄1)で感度が復帰しなくなった場合、オリフィス1裏側、リングレンズ、オリフィス2先端の汚れを落とす必要があります。汚れの度合はお客様の使用状況により異なりますが、1ヵ月程度を目安に下記洗浄を行って下さい。

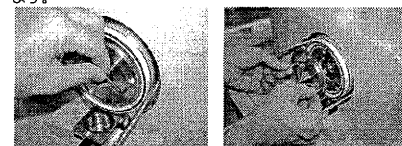
用意する工具

- ・ 6角レンチ(1.5mm/3mm)
- ・ オリフィス1着脱用治具(6角穴付きボルトM5×40 2本)

1) 真空排気停止
正面パネルの $\overline{\text{VENT}}$ ボタンを押して真空排気を停止します。VENT完了に10分を要します。

2) VENTが完了したらイオン源を取り外します。

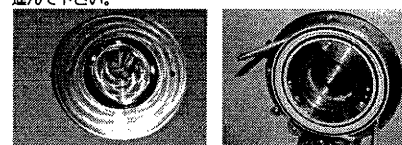
3) オリフィス1を固定しているねじ2本を6角レンチ(3mm)で外し、着脱用治具を使用して手前に引き外します。



4) リングレンズを固定しているねじ2本を6角レンチ(1.5mm)で外し、リングレンズとインシュレーター(定期交換品)を外します。



5) オリフィス1の裏側、リングレンズ及びオリフィス2の先端がイオン焼けを起こしていないか確認し、イオン焼けしていないようならこの手順を進め、イオン焼けを起こしているならⅧ-1-4 分解洗浄Ⅲへ進んで下さい。



6) セラミックのインシュレーターを除き、分解した部品をアセトンで拭取洗浄します。

Ⅳ-1-4 分解洗浄Ⅲ

オリフィス1の裏側、リングレンズ及びオリフィス2の先端がイオン焼けを起こしているような汚れのひどい場合は、拭取洗浄に加えて研磨、及びイオンガイドの先端部の簡単な洗浄が必要です。汚れの度合はお客様の使用状況により異なりますが、3ヵ月程度を目安に下記洗浄を行って下さい。

用意する工具

- ・ 6角レンチ(1.5mm/2.5mm/3mm/6mm)
- ・ +ドライバー
- ・ エメリーペーパー(#1000以上)

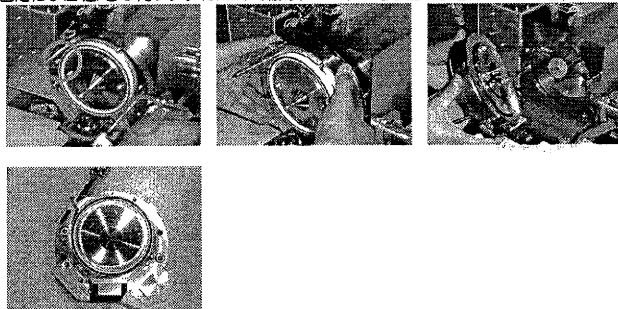
- 1) 下図に示すカバーを外します。左右側面の固定ねじ2個を6角レンチ(3mm)で外し、イオン源ガイドピンを避けられる位置まで手前に引き上に持ち上げます。



- 2) ケーブルコネクターとドレンホースを外します。



- 3) 固定ねじ(2個)を6角レンチ(6mm)で緩め、ユニットを手前に引き外し、作業台にのせます。



- 4) オリフィス1を外し、リング(定規交換品)を外します。



- 5) オリフィス2の固定ねじ3個を6角レンチ(3mm)で外し、インシュレーター(定期交換品)3個とオリフィス2を取り外します。



- 6) リングレンズを外し、リングレンズのインシュレーターも取り外します。



- 7) 各部品をアセトンで拭取洗浄します。
汚れのひどい部分、特にイオン焼けを起こしている箇所はエメリーペーパーで研磨し、アセトンで拭取洗浄します。この際オリフィスの両端のエッジは元の形状を崩さないように注意して下さい。形状が崩れると感度が低下する場合があります。
プラスチック製のインシュレーターは、必ず拭取洗浄して下さい。溶媒に浸漬すると膨潤して寸法変化を起こします。
硝子の汚れがひどい時は交換して下さい。溶媒で拭くと絶縁不良を起こします。

- 8) イオンガイド先端の洗浄



イオンガイドの先端から50mm程度を溶媒で拭取洗浄して下さい。
イオンガイドが曲がらないよう注意して下さい。分解能が低下する恐れがあります。
また拭取に使用した洗浄紙の毛羽が残らないように注意して下さい。放電を起こし感度が不安定になる可能性があります。

イオンガイドがイオン焼けを起こしている場合は専門のサービス員による分解洗浄が必要ですので、お近くの日本電子データム(株)サービスセンターに分解洗浄を依頼して下さい。

Ⅶ-2 ヒーター及び白金測温体交換要領

オリフィス及びペーバライザーに使用されているヒーター及び白金測温体は定期交換の必要ありません。機能しなくなった時に日本電子データムより購入していただき、下記要領で交換して下さい。

Ⅶ-2-1 オリフィス

用意する工具

- ・ 6角レンチ(1.5mm/2.5mm/3mm)
- ・ ドライバー

1) 分解洗浄Ⅲの④の手順まですすめます。

2) コネクターカバーを外します。



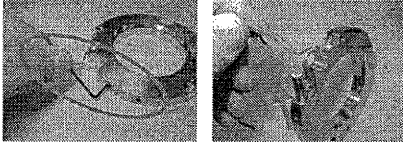
3) ヒートコンダクターに関する左5箇所のケーブルの固定を緩めます。



4) 固定しているねじ3個を緩めヒートコンダクターを外します。



5) ヒーターを交換する場合、固定している止めねじ2個を外し引き抜き、新しいヒーターに交換します。



6) 白金測温体を交換する場合、固定している止めねじを外し引き抜き、新しい白金測温体に交換します。取り付けの際、止めねじは軽く締めて下さい。締め付けが強過ぎると白金測温体の測温部を破損する可能性があります。

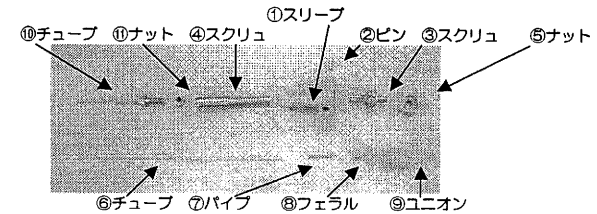


Ⅶ-2-2 ペーバライザー

分解・交換要領は分解洗浄Ⅰの①～③と同じですので参照して下さい。

Ⅶ-3 スプレーヤーの分解及び組立要領

スプレーヤーは以下の部品から構成されています。



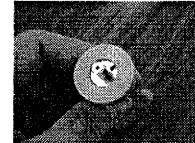
用意する工具

- ・ スパナ(6mm×2/8mm)

1) ①スリーブに②ピンを挿入します。



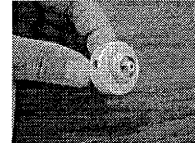
2) ①スリーブに③スクリューを挿入します。



3) ④スクリューを①スリーブに通し、③スクリューにねじ込みます。



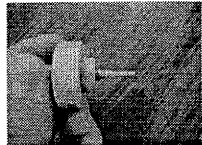
4) ⑤ナットを③スクリューにねじ込みます。



- 5) ⑥チューブを⑦パイプに通し、⑧フェラルを⑦パイプに通します。



- 6) ③スクリュを通し、⑥パイプと⑦チューブの端面を合わせ、⑧フェラルから3~4mm 出た位置に合わせます。



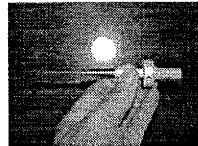
- 7) ⑨ユニオンをねじ込み、手締めで締まったところから 1/2 回転締め込み、⑥チューブが固定されている事を確認します。手で引っ張って軽く抜けるようであれば更に締め込みます。手締めで十分締め込みますが、⑨ユニオンにスパナ(8mm)を使用しても構いません。



- 8) ⑩チューブに⑪ナットを 2mm ほど残しねじ込みます。



- 9) ⑪チューブを④スクリュにねじ込みます。



- 10) ⑥チューブの⑩チューブからの突き出し量を任意の位置に合わせ、⑪ナットを固定します。

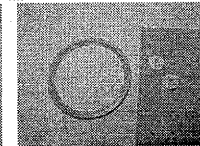
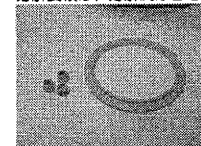
分解はこの逆の手順で行って下さい。

Ⅷ-4 消耗品及び定期交換部品について

イオン源及びイオン導入部に使用されているプラスチック部品は、高温又は高温・真空下で使用されており、長期的に材質劣化や変形を起こします。特にオリフィス・リングレンズ・ペーパーライザーの固定に関するインシュレーターの材質劣化や変形は、それぞれの位置関係にずれを生じさせ、感度やレンズ電圧配分の変化という現象を引き起こす可能性があります。「消耗品・定期交換部品リスト」を参照していただき、定期的に交換して下さい。

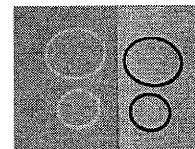
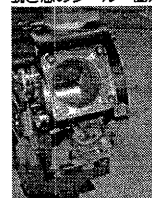
Ⅷ-4-1 オリフィス

オリフィス2及びヒートコンダクターの固定に使用されるインシュレーター（下図左）
リングレンズの固定に使用されるインシュレーター（下図右）
分解要領は、分解洗浄Ⅲを参照して下さい。



Ⅷ-4-2 イオン源覗き窓

覗き窓のシール・固定に使用しているパッキンを交換します。以下に分解要領を説明します。

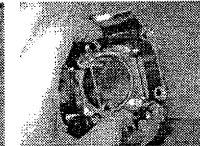
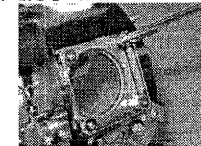


用意する工具

- ・ +ドライバー
- ・ スパナ (8mm)

- 1) 分解洗浄Ⅰの①の手順でイオン源カバーを外します。

- 2) 覗き窓の保護カバーを固定している4個のねじを+ドライバーを使用して外します。



- 3) ガラス窓の固定プレートを固定している支柱4個をスパナ (8mm) を使用して外します。



APCI
sample
ESI
Action

1. warm up n.
2. 727°を170°
3. セットする

ichikawa 3
APCI

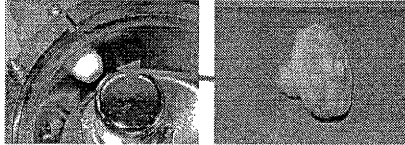
4. ガス 727° (Neb & dry) セット

4) パッキンとガラス窓を外します。



Ⅶ-4-3 スプレーヤーガイド

スプレーヤーのガイドを交換します。以下に分解要領を説明します。



用意する工具

- ・6角レンチ (2.5mm)

1) 分解洗浄Ⅰの④の手順でイオン源カバーを外します。

2) スプレーヤー位置調節部のナットを外します。



3) スプレーヤー位置調節部の固定ねじ4個を6角レンチ (2.5mm) で外し、横にずらします。



4) スプレーヤーのガイドを抜き取ります。



CSI