

JMS-T100GC

AccuTOF GC/MS

納入講習テキスト

日本電子データム株式会社

目次

I. 装置の立ち上げ..... 3

II. MassCenterの基本..... 5

III. MS調整マネージャ..... 10

IV. 質量校正..... 23

V. 測定..... 36

VI. データ処理..... 63

VII. 装置の停止..... 80

VIII. MSのメンテナンス..... 81

IX. GCメンテナンス..... 86

X. 付録 PF Kのマススペクトル..... 88

I. 装置の立ち上げ

1. 電投入・排気開始

- ① 背面のブレーカースイッチをONにする。



背面ブレーカースイッチ

* T100GC の電源は背面ブレーカースイッチで ON/OFF が制御される。

- ② 装置前面の操作パネルの電源ONボタンを押す。※図1ー①

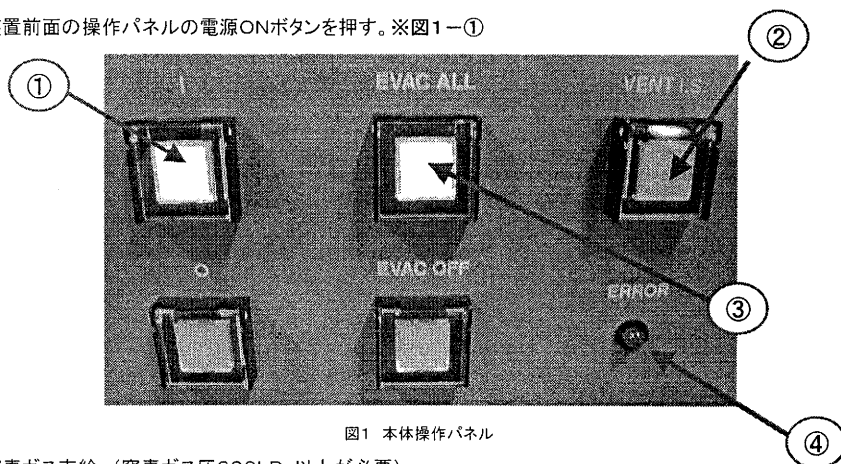


図1 本体操作パネル

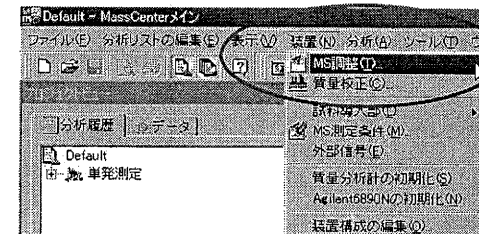
- ③ 窒素ガス支給。(窒素ガス圧600kPa以上が必要)
- ④ 装置前面本体操作パネルのEVAC ALLボタンを押す。※図1ー③
EVAC ALLボタンが点滅から点灯に変われば、EVAC READY状態です。
- ⑤ システム、周辺機器の電源をONにする。

※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。

2. MCP検出器の慣らし運転

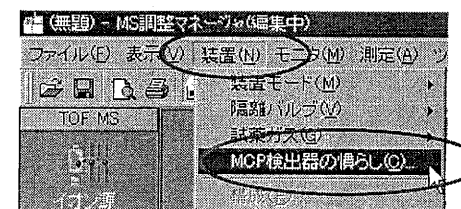
検出器(MCP)は極微細管構造になっており、表面に酸素等が付着した状態で高電圧(通常約2200V)を印加すると、放電効果により微細管表面を損傷させてしまう可能性があります。実際のご使用にあたっては、検出器保護のため、高電圧をゆっくりと印加して、検出器を慣らす必要があります。

- ① MassCenterメインを起動する。※Ⅱ、システム MassCenter起動参照
- ② MassCenterメインのメニューの装置からMS調整を選択する。



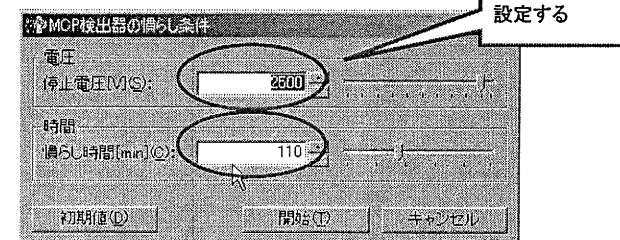
MS調整マネージャWindowが表示される。

- ③ MS調整マネージャのメニューの装置からMCP検出器の慣らしを選択する。

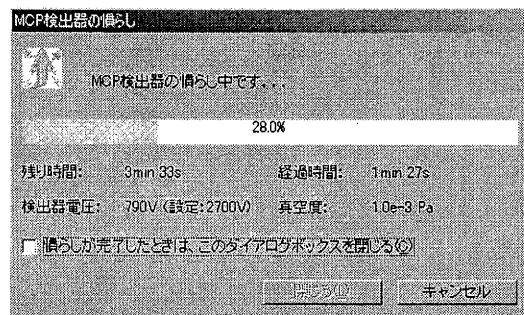


MCP検出器の慣らし条件Windowが表示される。

MCP検出器の慣らし条件の初期値を選択し、開始を選択する。

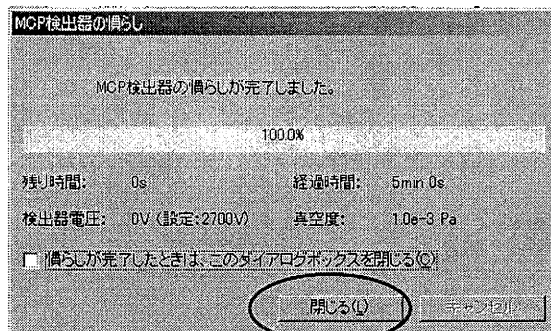


- ④ MCP検出器の慣らしWindowが表示され慣らしが始まる。



MCP検出器の慣らし

- ⑤ 慣らしが完了すると閉じるボタンがアクティブになるので、選択し閉じる。



MCP検出器の慣らし完了

II. MassCenterの基本

1. MassCenterの概要

MassCenterメインプログラムは、複数のアプリケーションプログラムから成り立っています。各種アプリケーションを利用して装置の調整や質量校正、データ測定や処理を行います。

アイコンの説明



MassCenterメイン

MassCenterプログラムの中心に位置付けられます。このアイコンからMS調整、測定、解析を行います。



Mass監視ビューワ

装置の状態をリアルタイムで監視、診断でき、MassCenterメインと独立して操作可能です。



データマネージャ

測定する時の測定条件や得られた測定データを管理します。

データの移動、コピー削除などをします。

データをプロジェクトとして管理し分割してコピーする機能もあります。

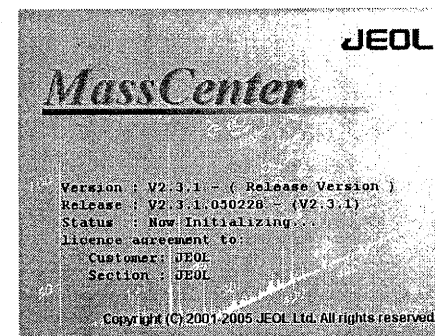


同位体シミュレータ

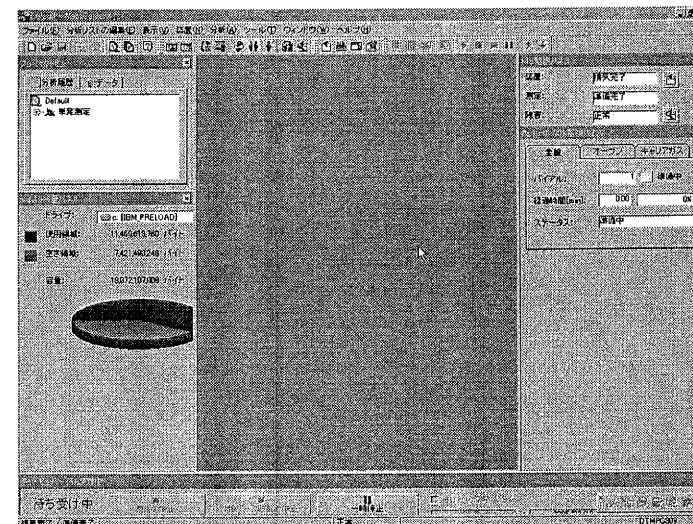
任意の組成式から、同位体ピークパターンをシミュレーションして、プロファイル型及びバー型スペクトルとして表示します。

2. MassCenterの起動

- ① デスクトップ上にあるMassCenterメインアイコンをダブルクリックする。
- ② MassCenterメインが立ち上がる。



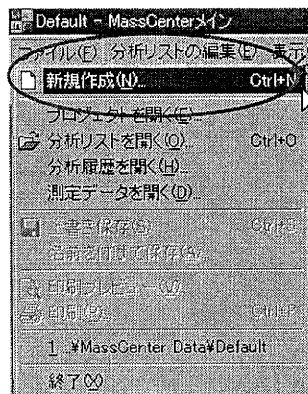
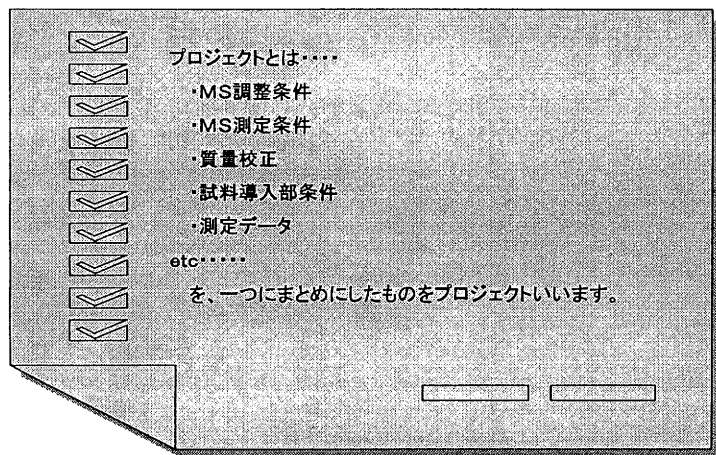
MassCenter立ち上げ直後



MassCenterメイン画面

2. プロジェクトの新規作成

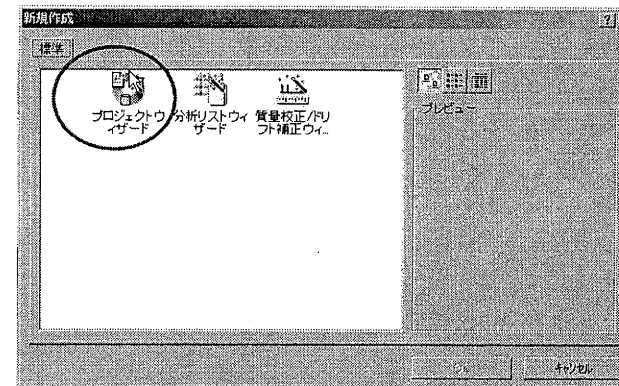
測定者毎にプロジェクトを作成してDataの管理する事をお勧めします。



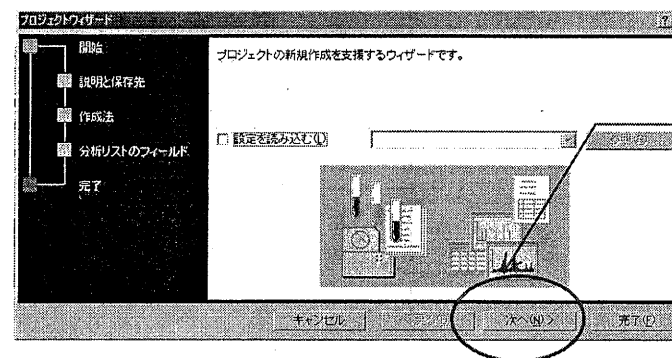
MassCenterメインメニューのファイルから新規作成を選択する

新規作成ダイアログボックスが表示されます。

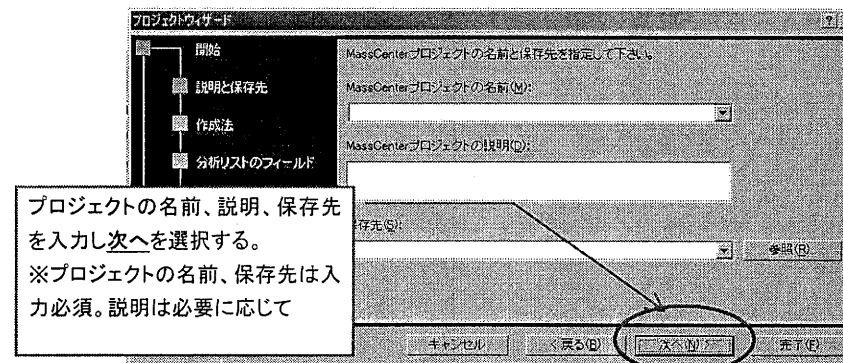
① プロジェクトウィザードアイコンを選択し、OKを選択する。



プロジェクトウィザードが表示されます。

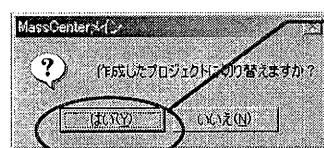
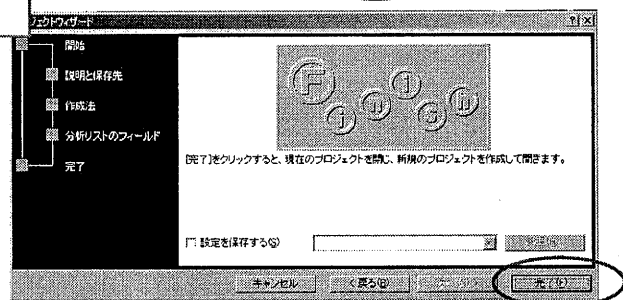
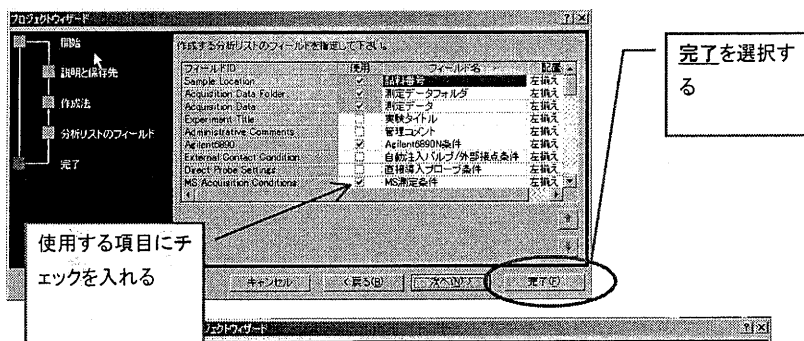
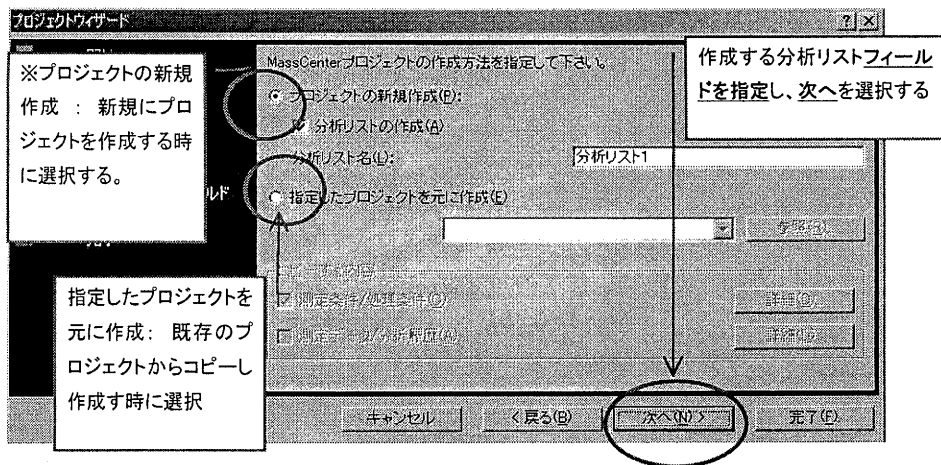


次へを選択する



プロジェクトの名前、説明、保存先を入力し次へを選択する。
※プロジェクトの名前、保存先は入力必須。説明は必要に応じて

④ プロジェクトの作成方法を指定し、次へを選択する。



⑤ MassCenterメインタイトルバーの名前が切り替わります。

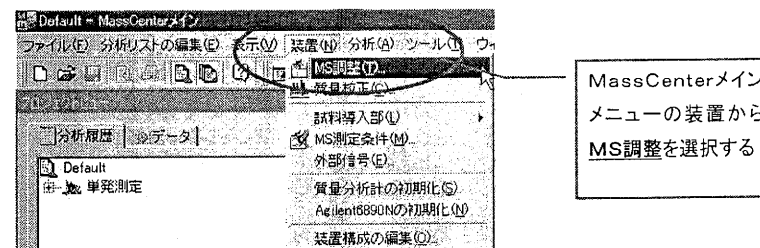


III. MS調整マネージャ

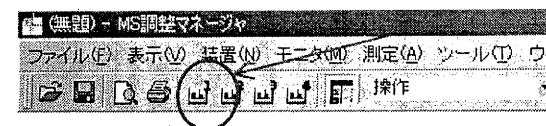
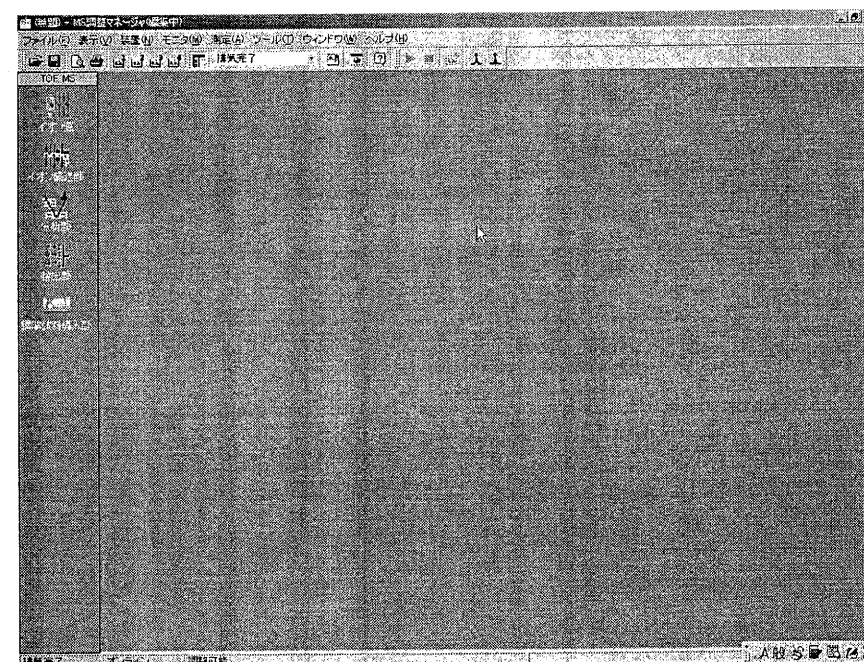
1. MS調整マネージャの概要

MS調整マネージャでは、MSのイオン源レンズ各電圧、分析部の各電圧、温度等を調整、設定します。

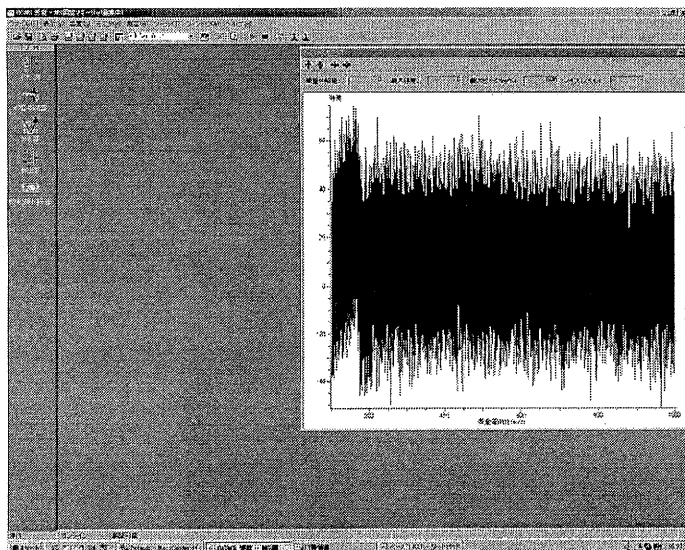
2. MS調整マネージャ起動と分析部各電圧、温度の調整、設定



① MS調整マネージャが起動します



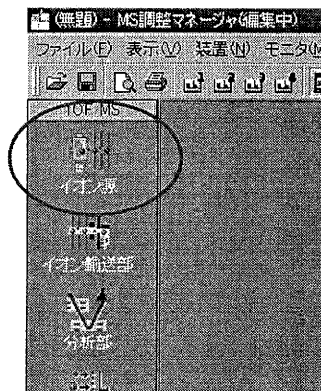
② スペクトルモニタが表示されます



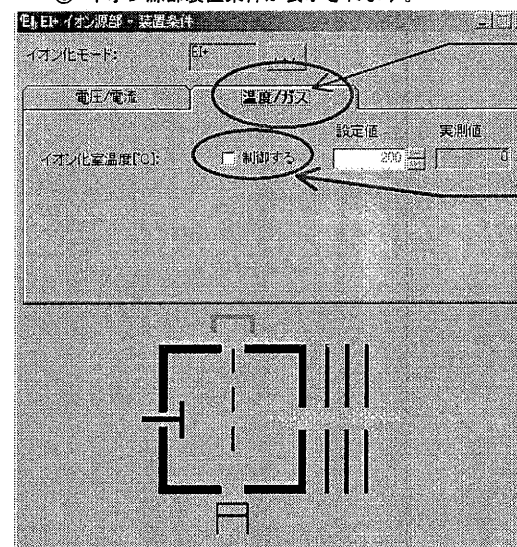
待機 : ウォームアップの状態から、さらにイオン源部のフィラメント系の電源がONになります。

操作 : レンズ系を含むすべての電源がONになります。
(測定状態です)

④ TOF MSコントロールバーからイオン源を選択する。



⑤ イオン源部装置条件が表示されます。



温度/ガスタブを選択する

制御するにチェックを付け、設定値に温度を入力しEnterキーを押す

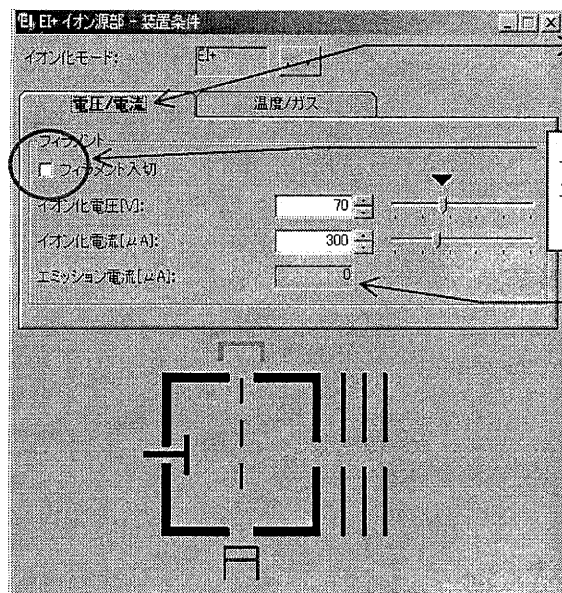
③ 装置モード

・装置モードが「ウォームアップ」 → 「待機」で隔離バルブが動作 (OPEN) します。
又その逆で隔離バルブは閉じます。 操作で全てのレンズ電圧に電源が入り測定可能になります。

※装置モードについて

排気完了 : 全ての高圧電源がOFFの状態。但し標準試料導入部とGCインターフェースのヒーター電源は、制御可能となっています。
長時間測定しない時は、このモードにして下さい。

ウォームアップ : 飛行管電圧やパルサー関係の分析部及び検出器の電源がONの状態です。イオン源部の温度制御も可能となります。
通常使用で測定待ちの時は、このモードにして下さい。

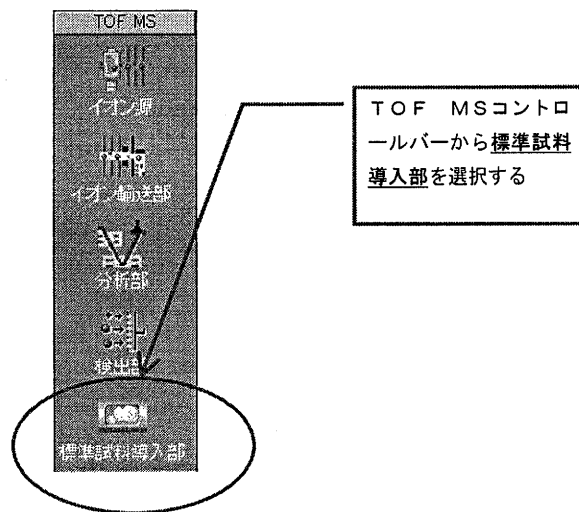


電圧／電流タブ
を選択する

フィラメント入切に
チェックを付け、フィ
ラメント点灯させる

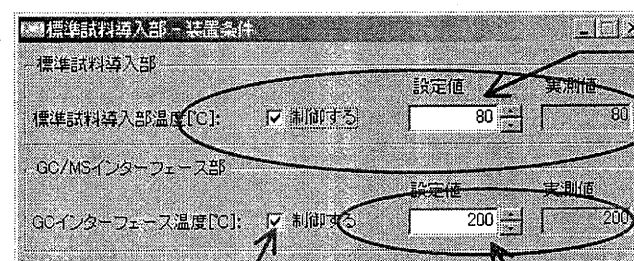
エミッションは上記
の設定で約350～
450μAです。(イ
オン源洗浄、フィラ
メント新品時)

⑥ 標準試料導入部を選択する



TOF MSコントロ
ールバーから標準試料
導入部を選択する

標準試料導入部装置条件が表示されます。

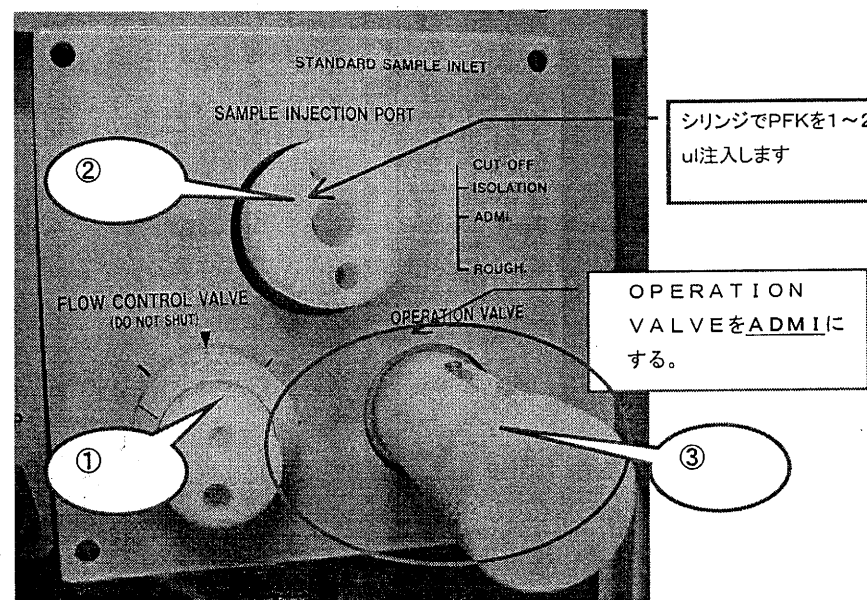


制御するにチェックを付け
80°Cにセットします

制御するに
チェックを
付ける

GCITF温度に250度
と入力します

PFK 試料導入部図



シリンジでPFKを1～2
ul注入します

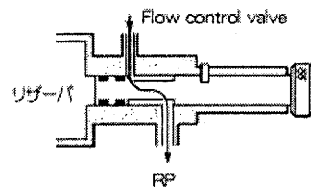
OPERATION
VALVEをADMに
する。

図1 リザーバー

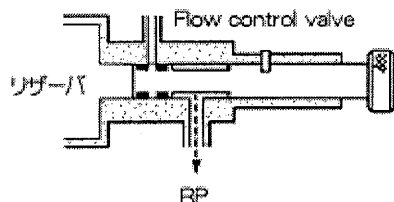
ツールバーの検出器を選択し、検出部装置条件を表示させる

※ リザーバー-OPERATION VALVEについて

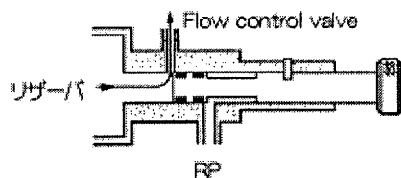
CUT OFF : バルブの設定位置が Cut Off の時は、リザーバー部（試料溜り）が隔離され、Flow Control Valve 部が RP で排気されます。
 —通常測定時に P F K を使用しない時この位置にします—



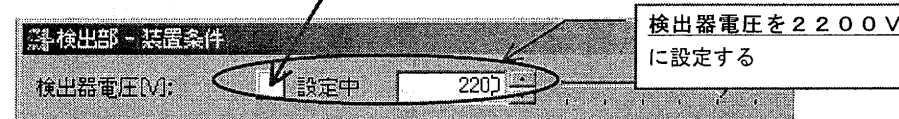
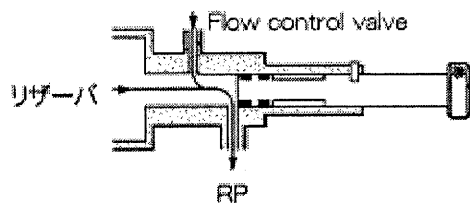
ISOLATION : バルブの設定位置が Isolation の時は、リザーバー部が Flow Control Valve と隔離され、リザーバー部に溜められた試料は保存されます。



ADMI : バルブの設定位置が Admi の時は、リザーバー部が Flow Control Valve に接続され、リザーバー部からイオン源への、試料導入が可能になります。
 — P F K を使用する時はこの位置にセットします—



ROUGH : バルブの設定位置が Rough の時は、Flow Control Valve & リザーバー部が粗引きされます。



リザーバー-Flow Control Valve を回しスペクトルモニタの P F K ピークを見ながら量（半回転以上回さない）を調整する。※図1-①

A. ツールバーの分析部を選択し、分析部装置条件を表示させる



リフレクトロン電圧押し出しバイアス電圧、分析部拡張設定を以下の条件に電圧設定する

通常は変更しないため
拡張設定を使用する
のチェックは必ずします

分解能が悪い
時に調整します

サブプレッサ電圧のみ0~0.2Vの
範囲で可変します
その他の電圧は、通常操作し
ません

3. ピークの調整方法

分解能調整する場合 ($R \geq 5,000$)

①スペクトルモニタにPFKピークM/Z 281を表示する。

スペクトルモニタの「設定(S)…」を選択して「スペクトル記録間隔S
0.5 Secにする。

*HeイオンM/Z 4の強度は、 $100 \times 10^3 \sim 200 \times 10^3$ 程度に調整します。

*M/Z 281のピーク強度は、 50×10^3 程度を目安に調整します。

(強度が低いと分解能が低下します)

(PFKの導入量 半回転まで&MCP電圧を調節して)

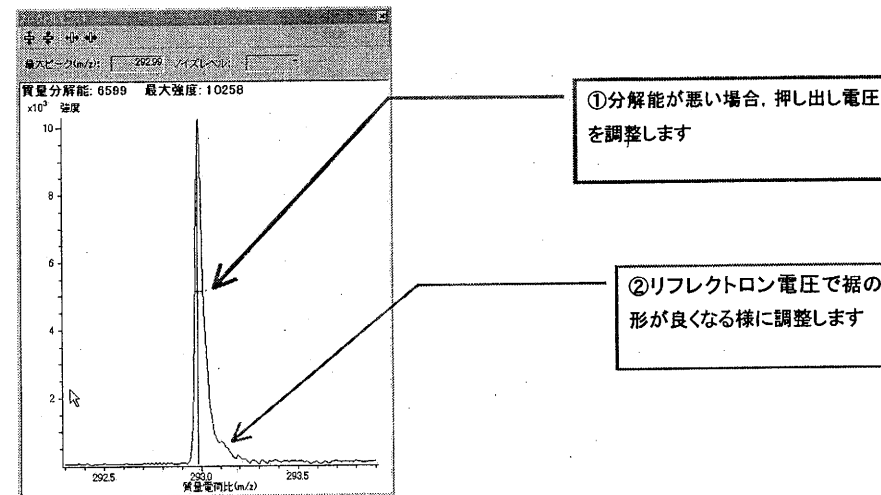
①

②

①押し出しバイアス電圧 [V] : $-2 \sim +2$ Vの範囲で設定が可能
調整は $\pm 0.1 \sim 0.2$ Vの範囲で最適値に調整する。

②リフレクトロン電圧は50~100Vの幅で調整します。
調整後は横軸が変動します。再 Calibration が必要です。
右に流れるピークの裾が形良くなる様に調整します。

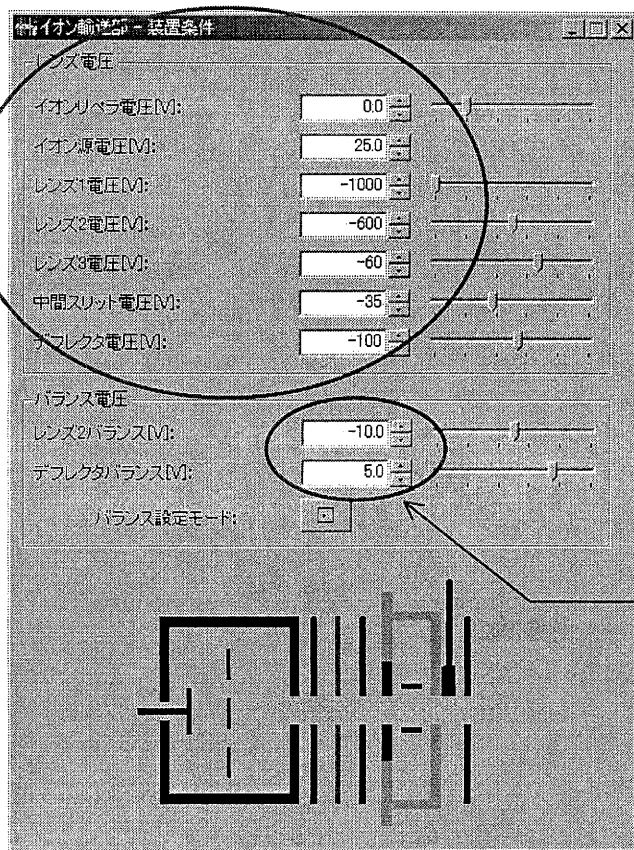
①②で最高分解能になる様調整します。



ツールバーのイオン源輸送部を選択し、装置条件を表示させる。



PFKピークM/Z 281の強度が強くなるように、レンズ電圧欄のイオンリペラ電圧から順に
デフレクタまで、下に向かってレンズを調整して行く。



イオンリペラ電圧

デフレクタ電圧

バランス電圧を設定します

He イオンの抑制

ヘリウムイオンピークの抑制をします。バランス電圧欄の電圧を以下の通り入力する。

レンズ2バランス : -10.0V
デフレクタバランス : 5V

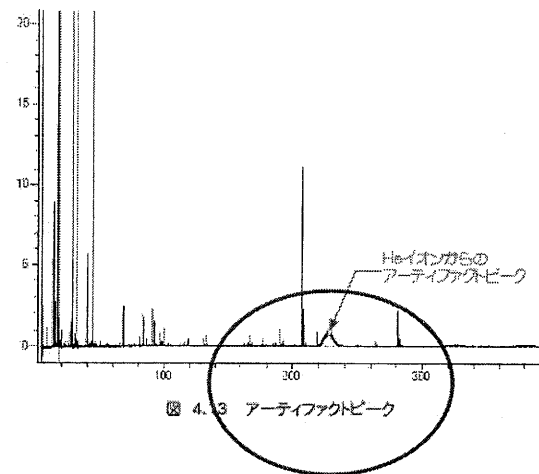
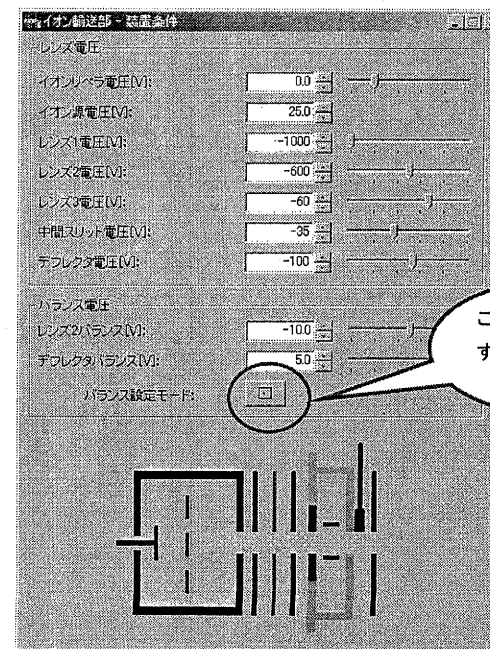


図 4.13 アーティファクトピーク

T100GCのMCP検出器は特性上大量のHeイオンを導入されるとMCPの劣化を招きます。又Heイオン由来のアーティファクトピークが観測されます。この為スペクトル上の妨害になります。Heイオン M/Z 4 & アーティファクトピーク低減の点からHeピーク抑制の調整が必要となります。
分解能にも大きく影響します



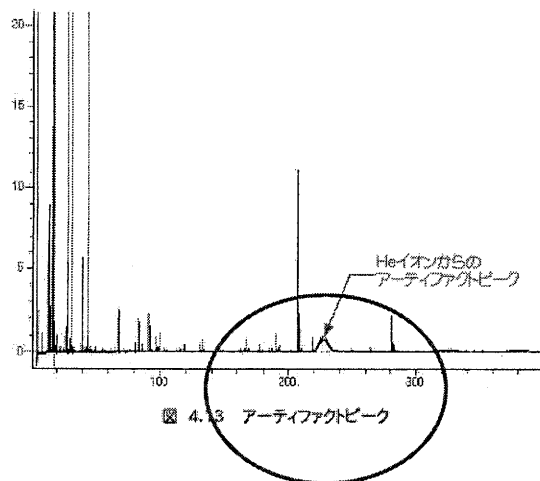
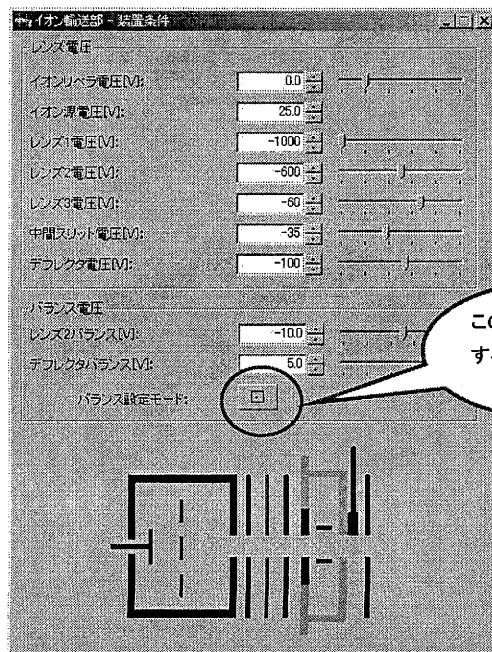


図 4.13 アーティファクトピーク

T100GC の MCP 検出器は特性上大量の He イオンを導入されると MCP の劣化を招きます。又 He イオン由来のアーティファクトピークが観測されます。この為スペクトル上の妨害になります。He イオン M/Z 4 & アーティファクトピーク低減の点から He ピーク抑制の調整が必要となります。

分解能にも大きく影響します



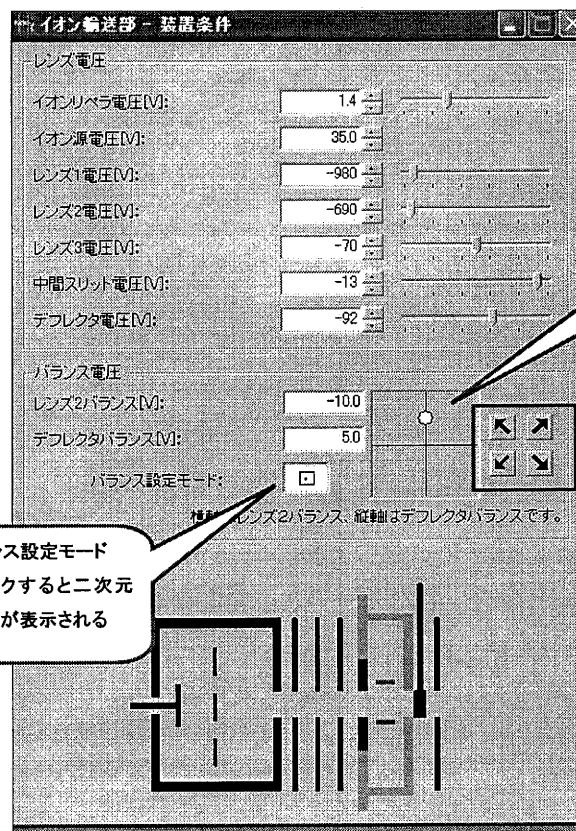
- ① 押し出しバイアス電圧 [V] : $-2 \sim +2$ V の範囲で設定が可能
調整は $\pm 0.1 \sim 0.2$ V の範囲で最適値に調整する。
大気開放した場合は必ず調整して下さい。

- ✓ ② レンズ2バランス : -10.0 V ($-10 \sim -5$ v の範囲で ADJ)
デフレクタバランス : 5 V レンズ2バランスを ADJ したら Def バランスも ADJ する。

* バランス設定モードをクリックします。

Def バランスは 0.1 V 刻み & レンズ2バランスは 0.5 V 刻みです。

日常的なピーク調整は①&②で OK です。



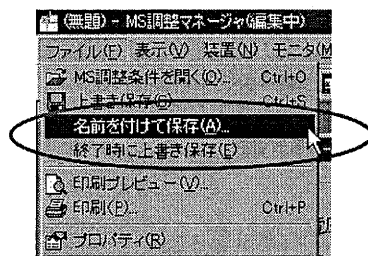
キーボードのカーソルキーでも操作可能 上下でデフレクタバランス (0.1 V 刻み)
左右でレンズ2 (0.5 V 刻み)

- ③レンズ3: 分解能が $R=5,000$ 以下にならない様に、感度UPとなる様ADJする。
 -100～ -80Vの範囲で
- ④中間スリット: M/Z281が80%より低下しない様に Heイオンを減少させる
 -30～ -20Vの範囲で
- ⑤ レンズ2 & Def電圧を微調整する。
 -650～ -600Vの範囲で
- ①～⑤を繰り返して最適値を見つける。

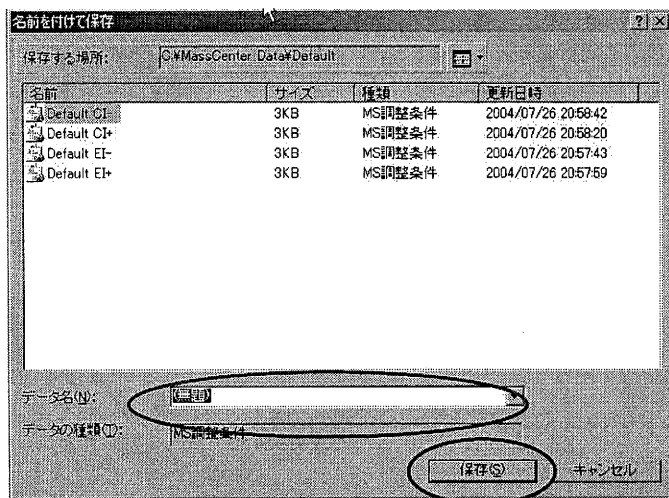
長期間時間が開いた場合は①～⑤を繰り返して調整して下さい。

4. MS調整条件の保存

- ① MS調整マネージャのメニューから名前を付けて保存を選択する。



- ② データ名にMS調整条件の名前を入力し保存を選択する。



IV. 質量校正

質量校正とは、MS調整、測定、データ処理などの質量軸を合わせる作業です。

AccuTOFには、質量校正と質量ドリフト補正という2つの質量校正方法があります。

まず、質量校正で質量測定範囲全体の構成を行います。

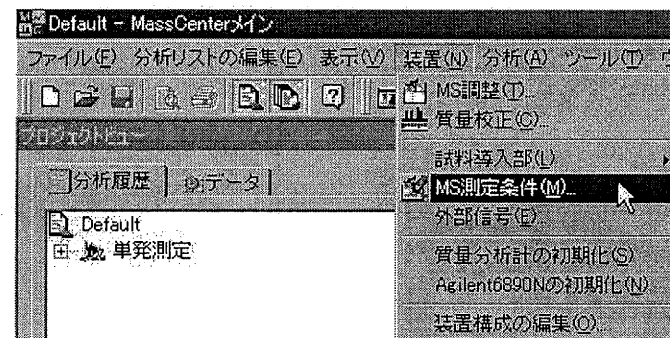
AccuTOFは質量電化費軸の安定性が高いので、通常、質量校正を行うと、数ヶ月の期間において大きく質量電荷比が変動することはありません。

そこで、定期的な測定においては、既存の質量校正の情報をもとにして、1つの質量の校正ピーク情報で質量ドリフト補正を行って質量電荷比の補正をすることにより常に精度の高い分析を行うことが可能です。

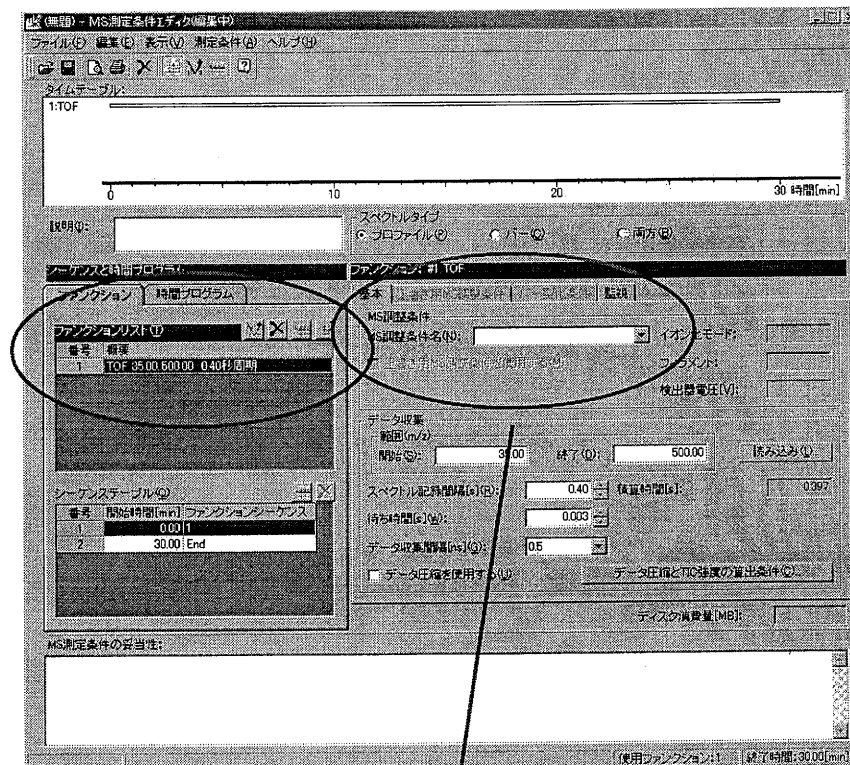
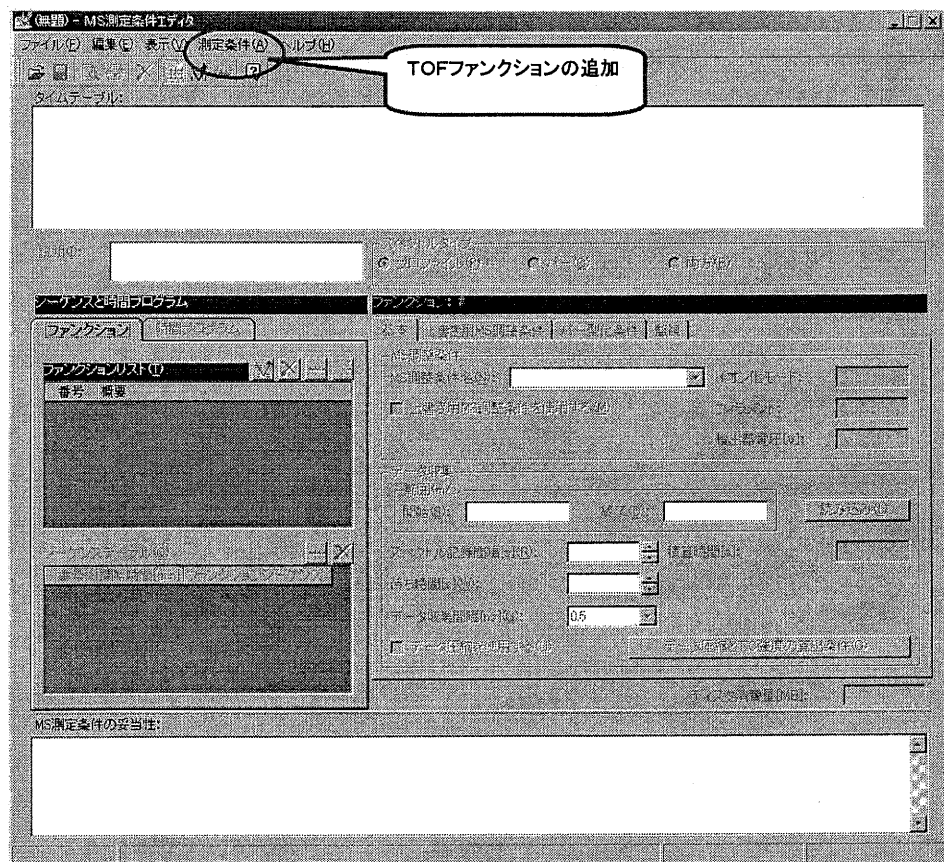
質量ドリフト補正操作は基本的に質量校正操作と変わりません。質量ドリフト補正はミリマス測定説明を参照してください。

1. 質量校正のMS測定条件の作成

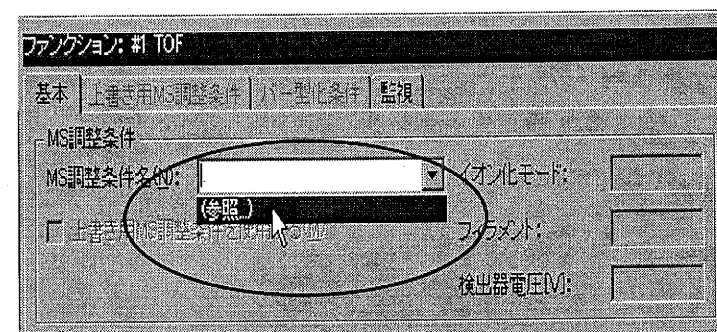
- ① 質量校正用のMS調整を作成する。※Ⅲ、MS調整マネージャ参照。
- ② MS測定条件を作成します。MassCenterメインのメニューの装置からMS測定条件を選択するとMS測定条件エディタが起動します。

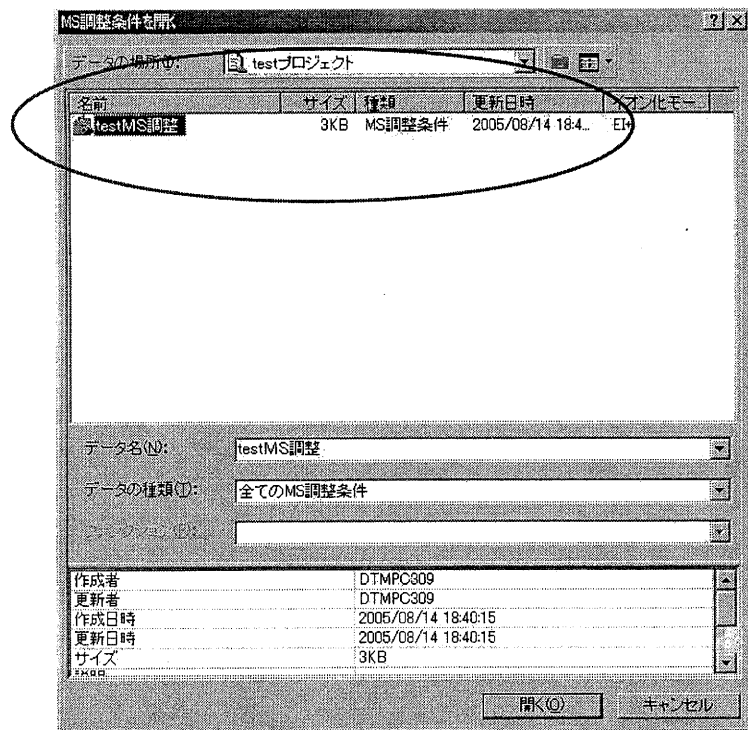


③ ツールバーのTOF機能の追加を選択する。ファンクションリストにファンクションが表示されます。



④ MS調整条件名にMS調整条件をドロップダウンメニューから参照を選択し登録する。

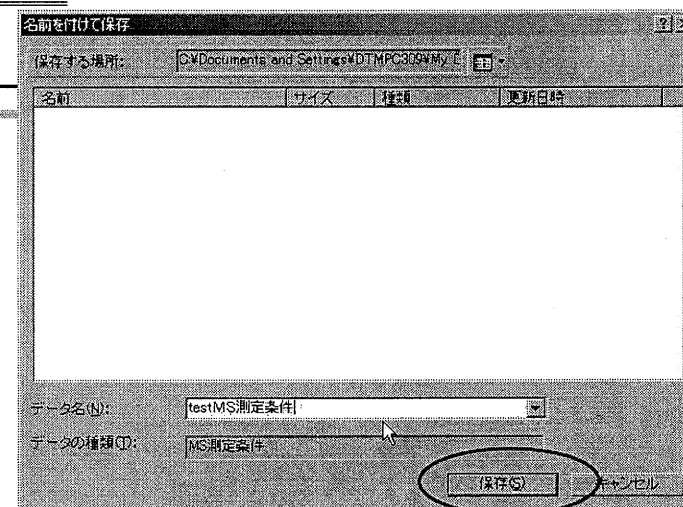
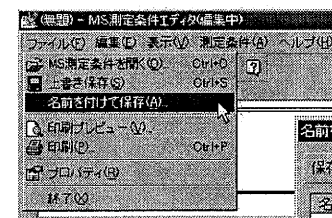




⑥ 測定終了時間を以下の様に設定入力する。

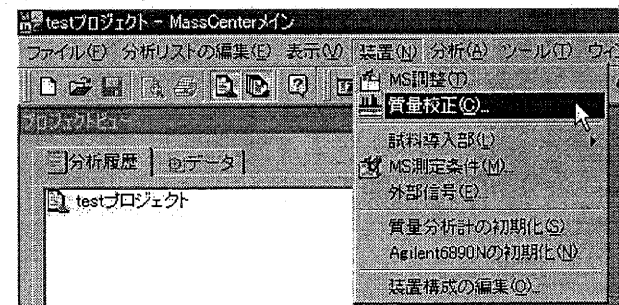


⑦ MS測定条件を保存します。

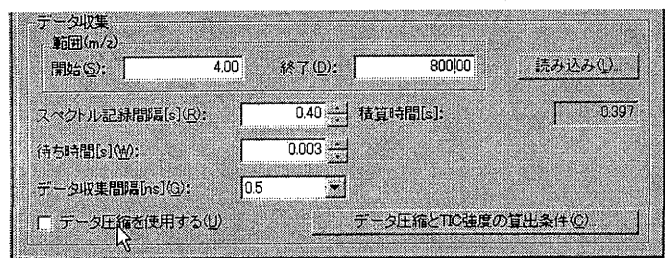


質量校正

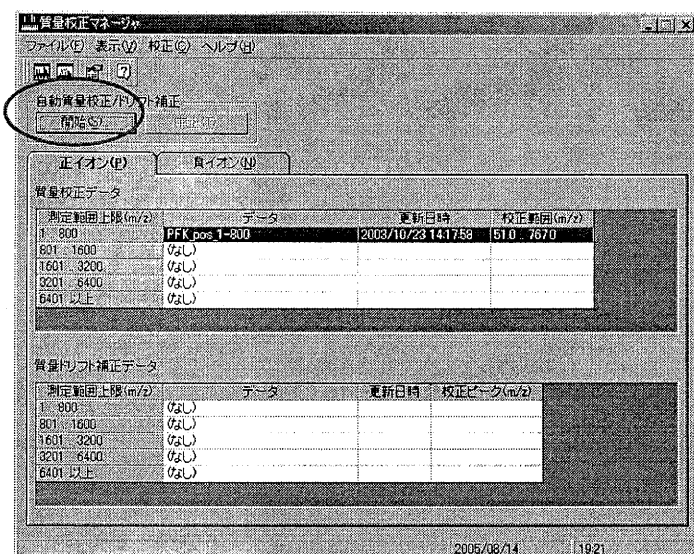
① MassCenterメインメニューの装置から質量校正を選択し、質量校正マネージャを起動させる。



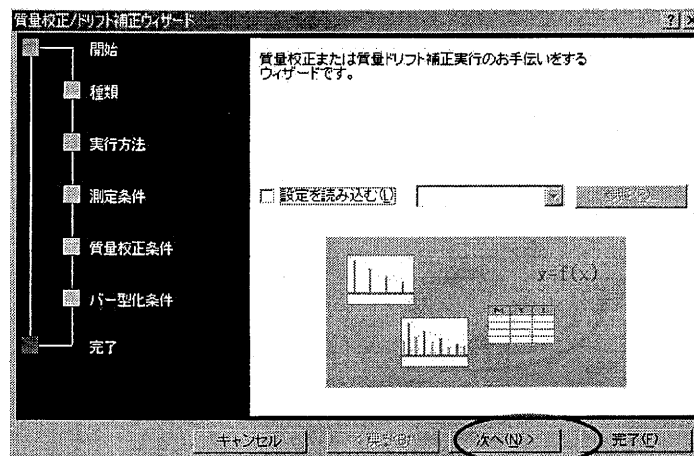
⑤ データ収集範囲に以下の様に設定入力する。



- ② 自動質量校正／ドリフト補正の開始を選択する。自動質量校正／ドリフト補正ウィザードが表示されます。



- ③ 次へを選択する。

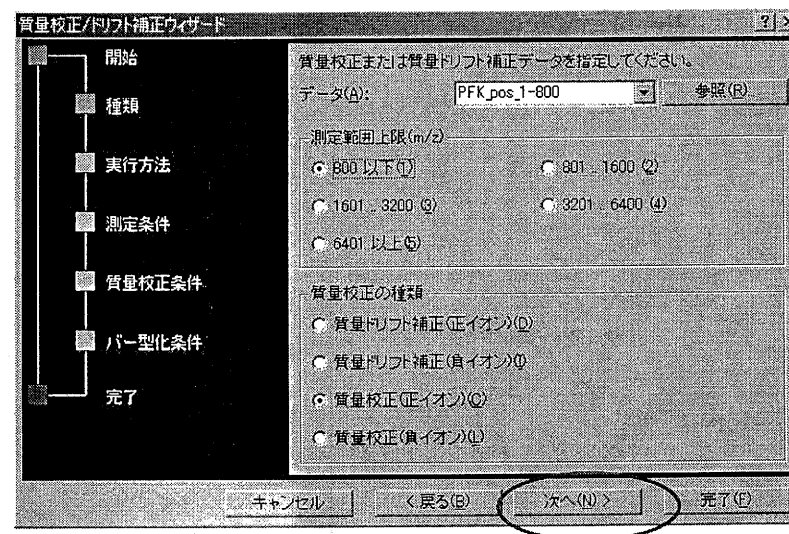


- ④ 質量校正の種類を目的の物に選択する。

測定範囲上限を目的の範囲を選択する。

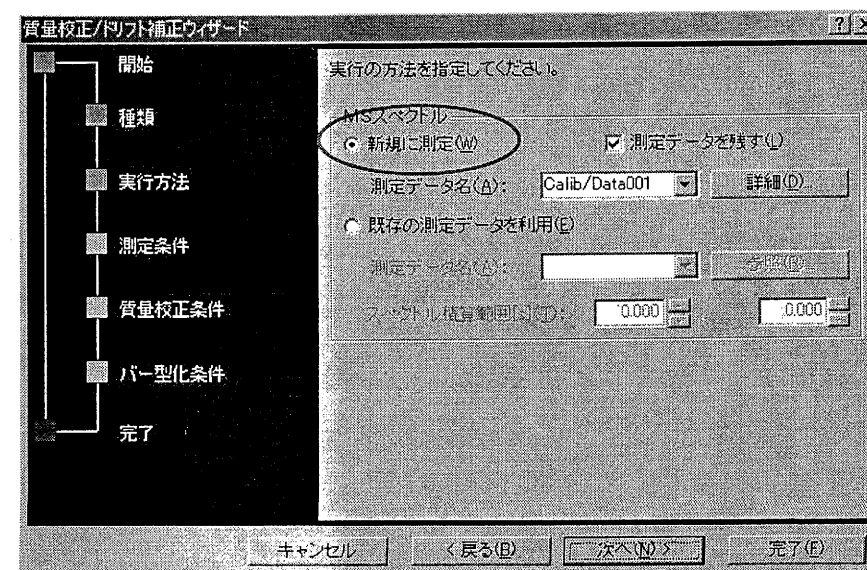
データ名を入力する。※質量校正の情報が収められるデータ名になります。

次へを選択する。

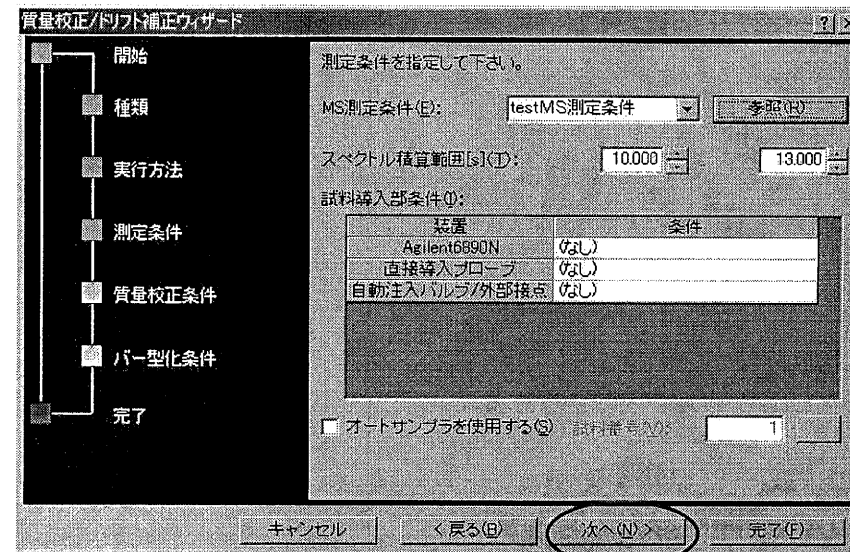
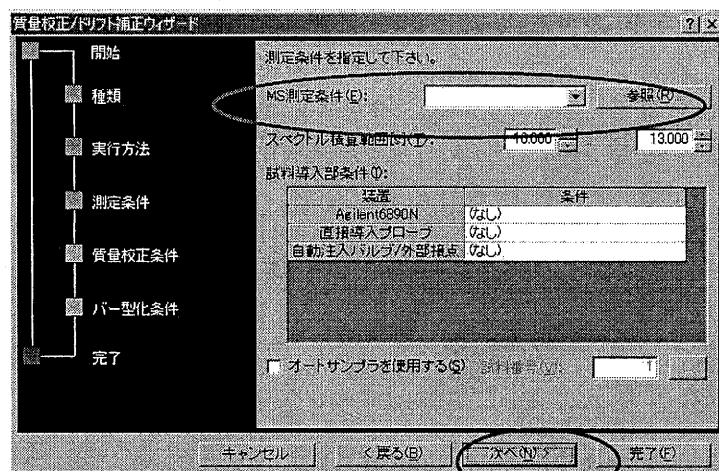


- ⑤ 新規に測定にチェックを付け次へを選択する。

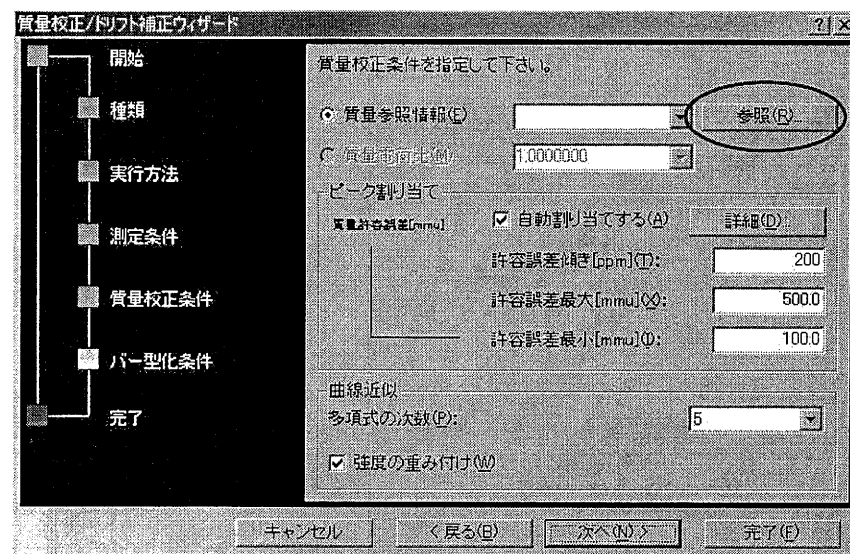
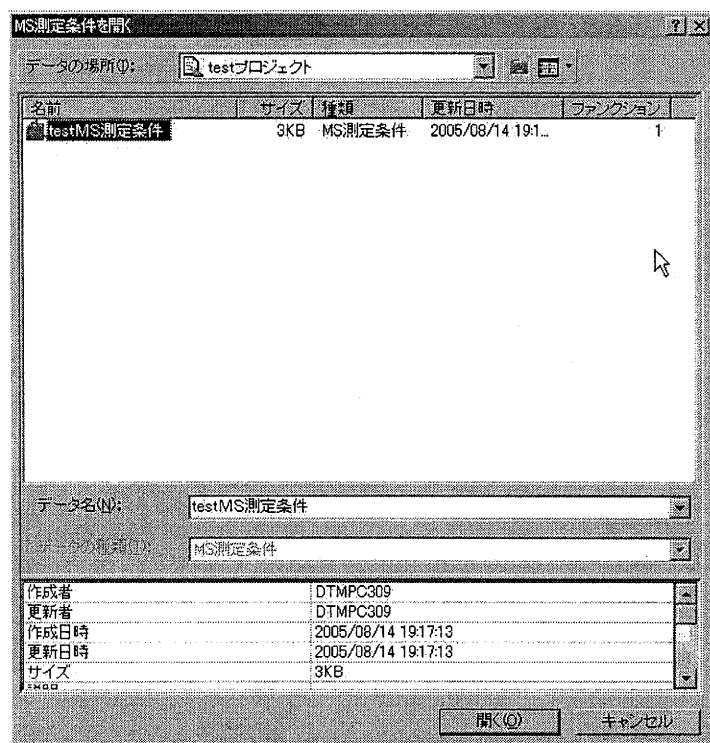
※既存の測定データを利用にチェックを付けると測定は行われません。

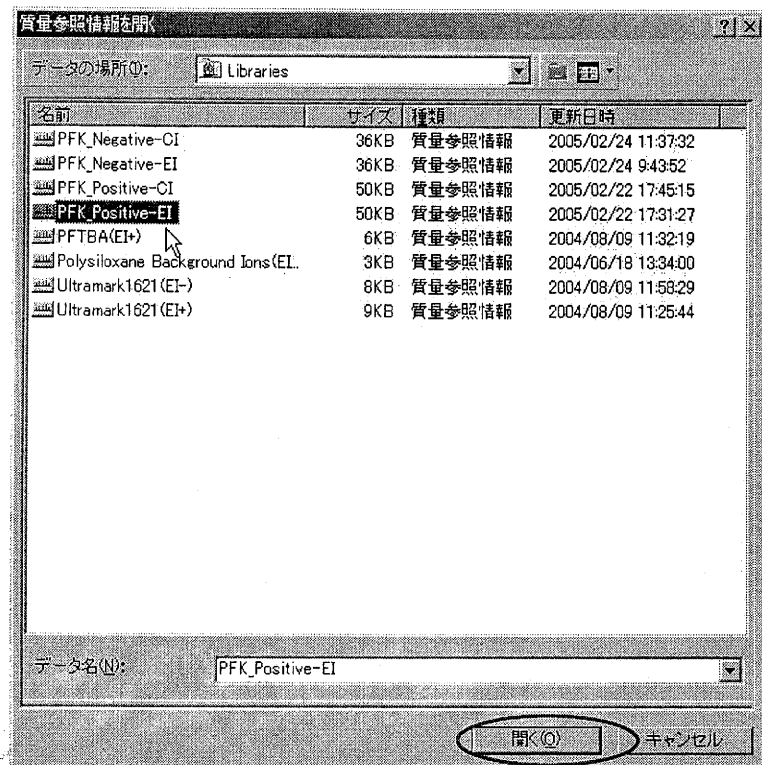


⑥ MS測定条件を参照から選び登録する。次へを選択する。

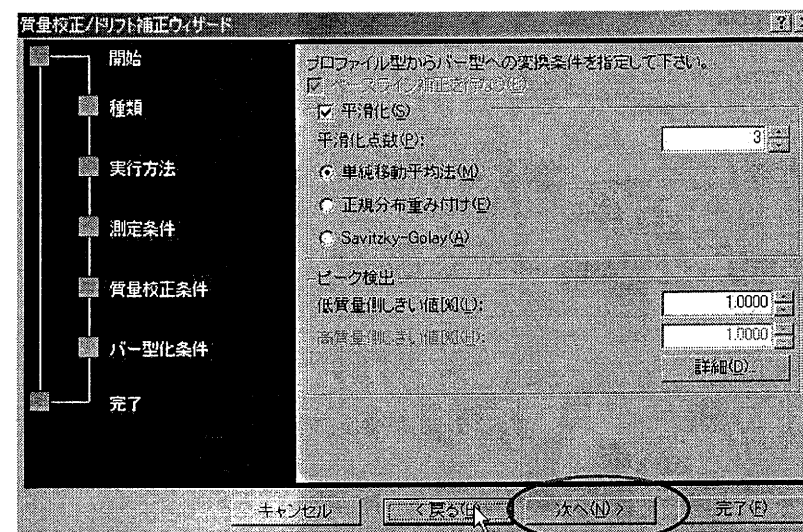


⑦ 質量参照情報を参照から選び、次へを選択する

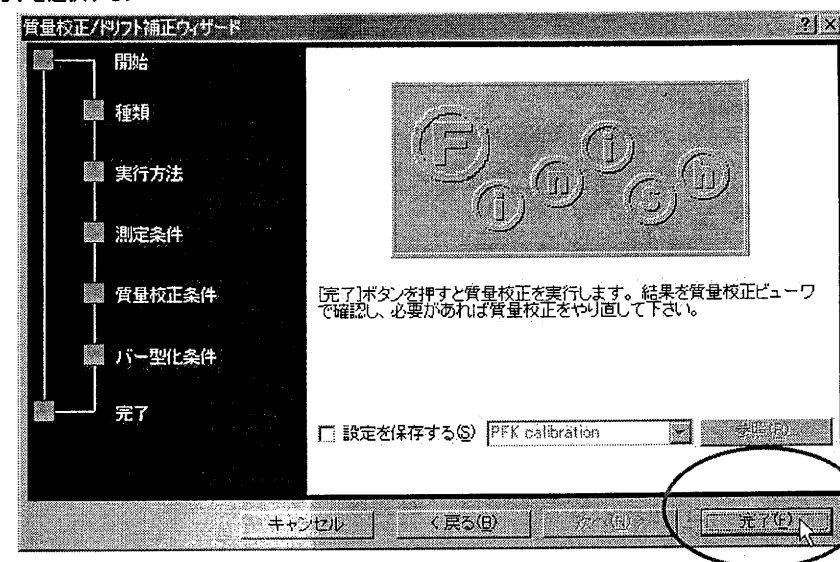
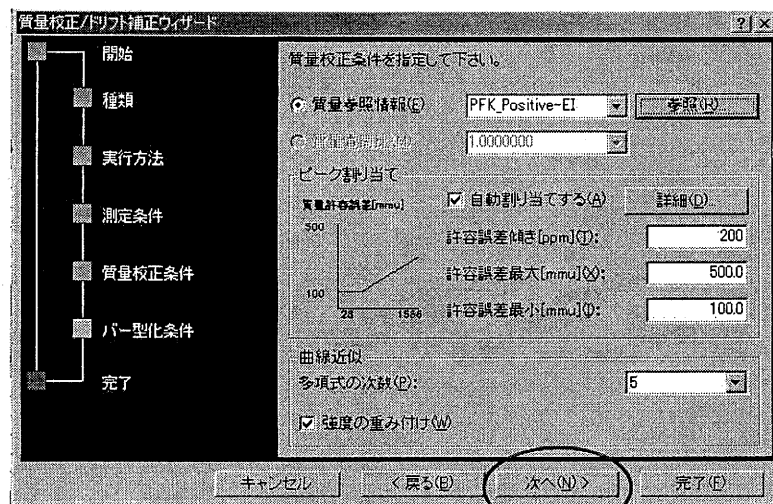




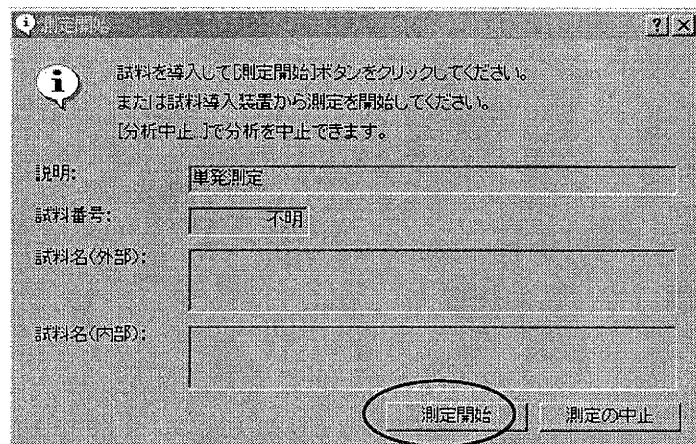
⑧ プロファイル型からバー型への変換条件を指定し、次へを選択する。



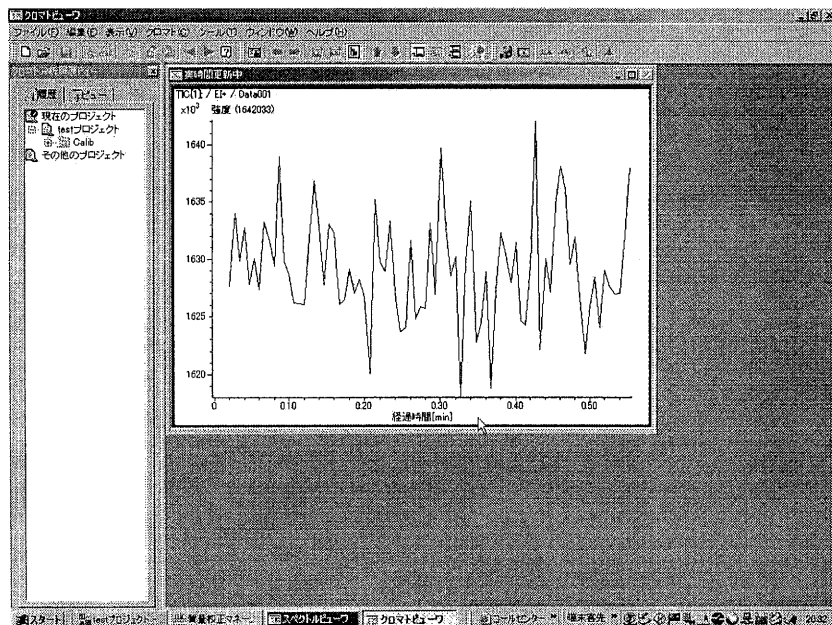
⑨ 完了を選択する。



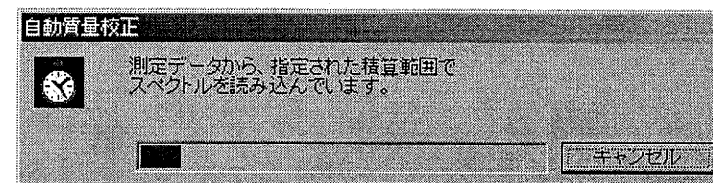
⑩ スペクトルビューとクロマトビューが起動し、測定開始ダイアログが表示されます。開始を選択する。



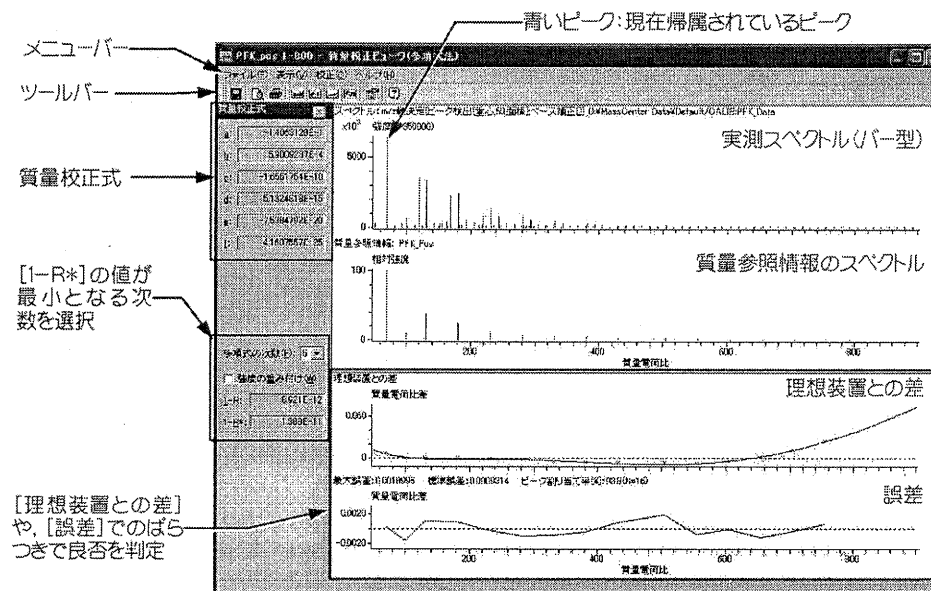
キャリブレーションの為の測定が開始されます。



⑪ 測定が終了すると、自動質量校正が始まります。以下のウィンドウが表示されます。



⑫ 質量校正ビューが表示されます。以下は質量校正ビューの説明です。



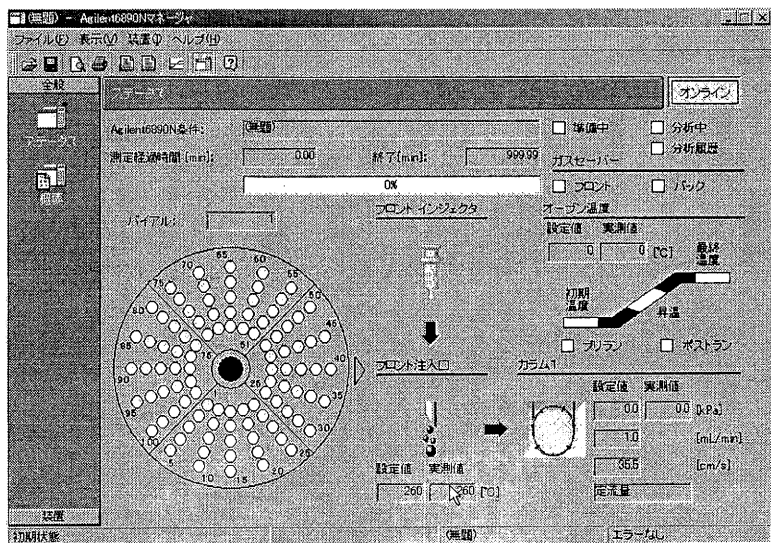
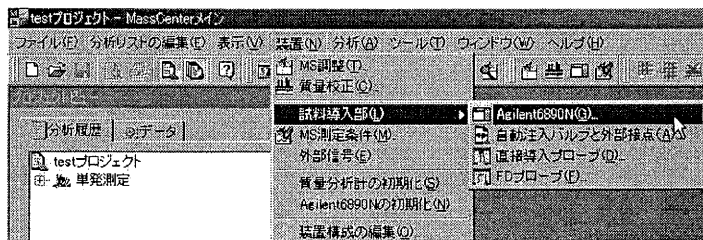
⑬ 質量校正ビューメニューのファイルから、更新を選択する。

※MassCenterを終了すると作成した質量校正が適応になります。

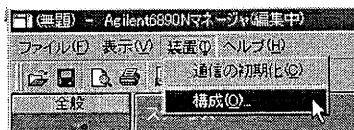
V. 測定

1. Agilent6890N(GC)条件の設定

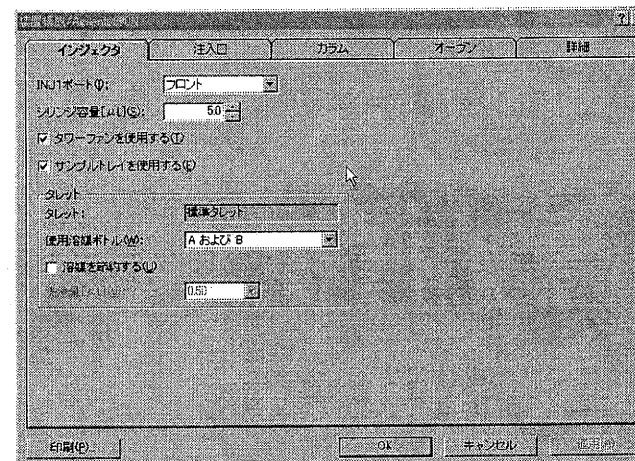
- ① MassCenterメインメニューの装置から試料導入部を選択し、Agilent6890Nを選択する。
Agilent6890Nマネージャが起動します。



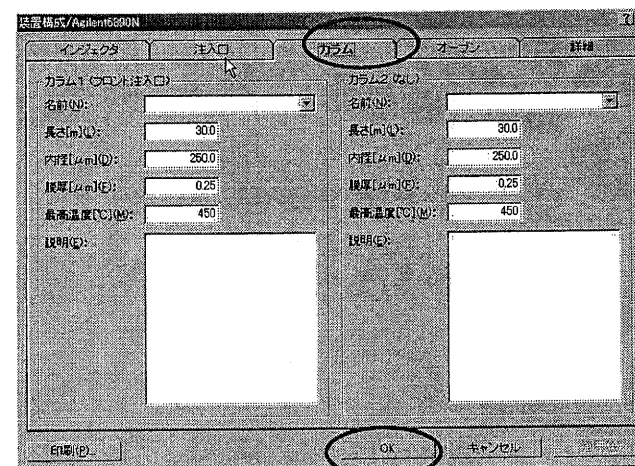
- ② 装置構成を設定します。Agilent6890Nマネージャメニューの装置から構成を選択する。



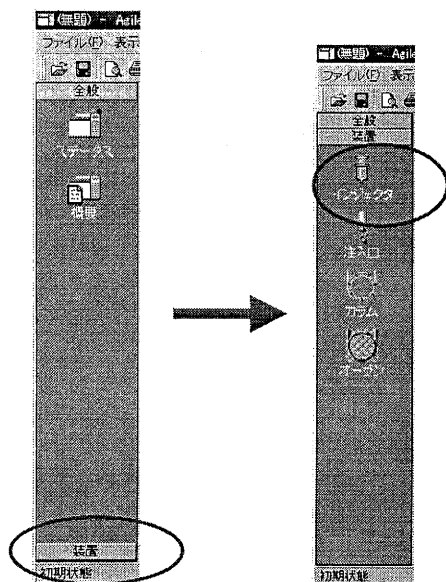
- ③ インジェクタ(オートサンプラー)の構成を設定します。



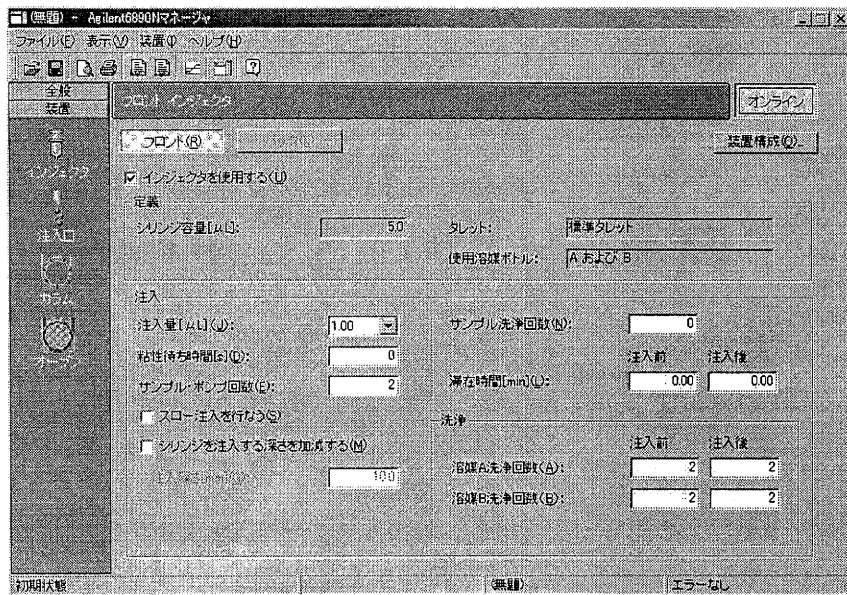
- ④ カラムタブを選択する。カラムの構成を設定し、OKを選択する。



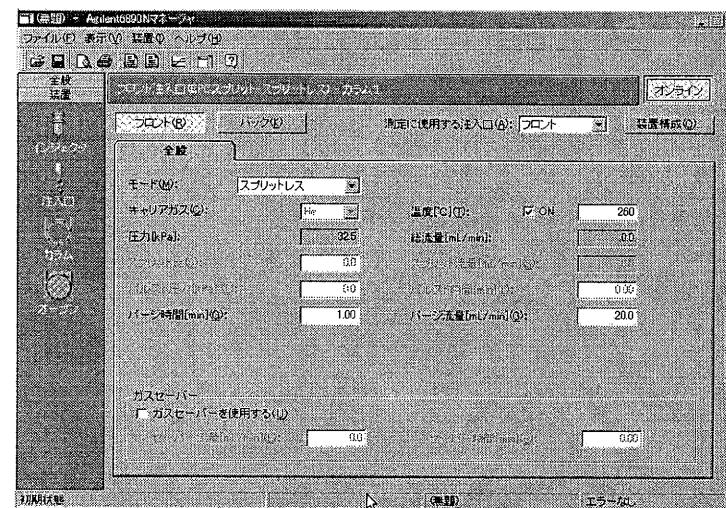
⑤ コントロールバーから装置を選択し、インジェクタ選択する。



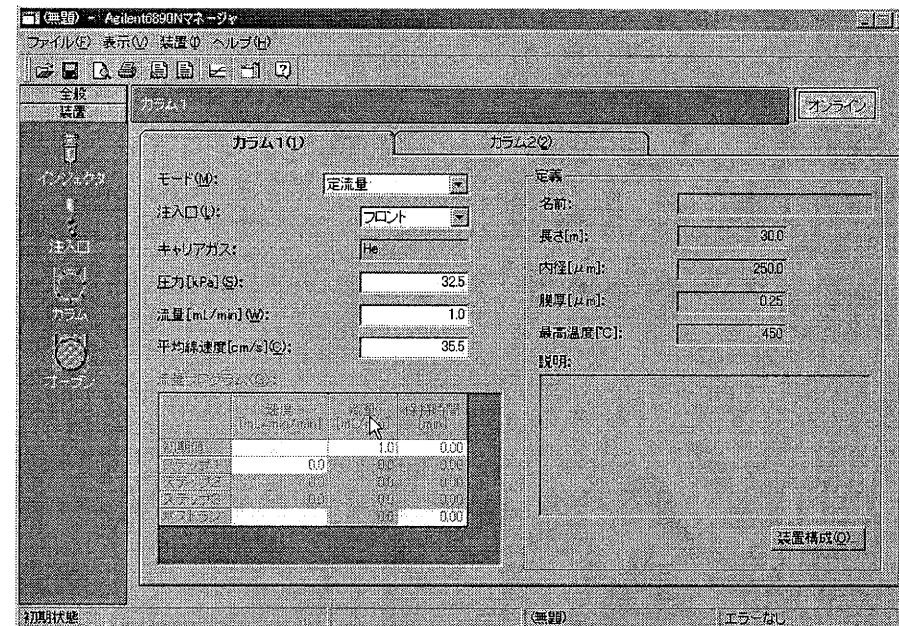
⑥ インジェクタの設定をします。



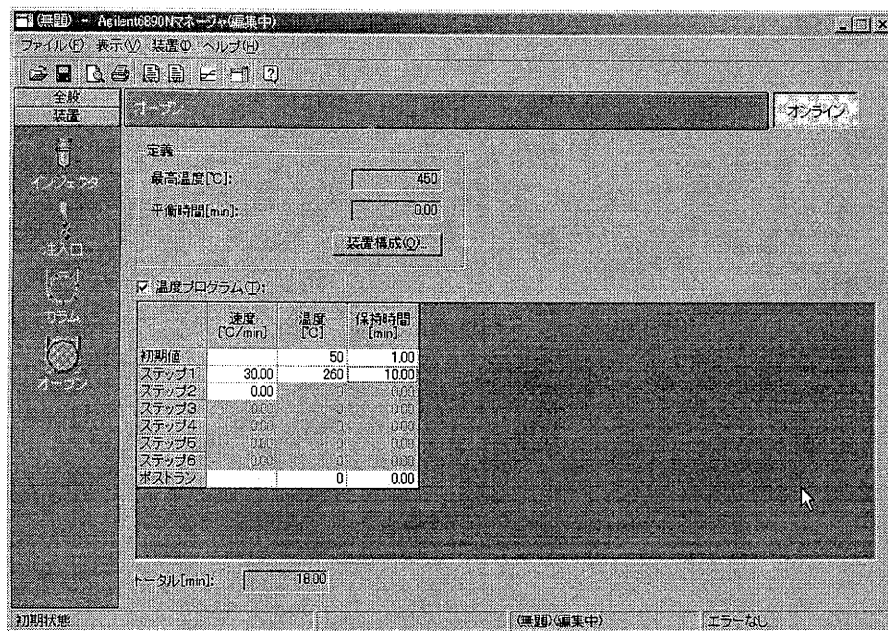
⑦ コントロールバーから注入口を選択し、注入口の設定をします。



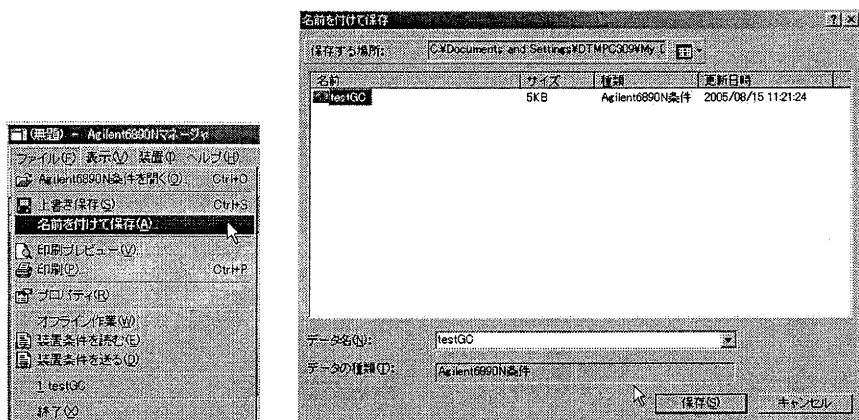
⑧ コントロールバーからカラムを選択し、設定する。



- ⑨ コントロールバーからオープンを選択し、昇温条件を設定する。

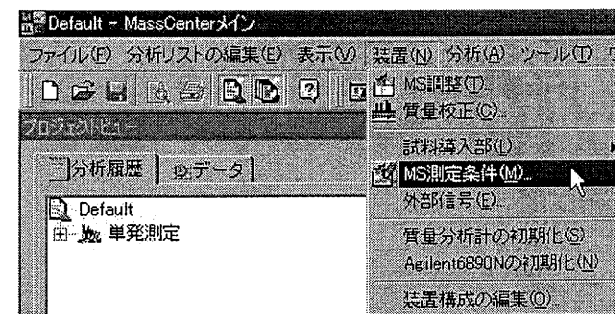


- ⑩ 設定した条件を保存します。Agilent6890Nメニューのファイルから名前をつけて保存を選択する。

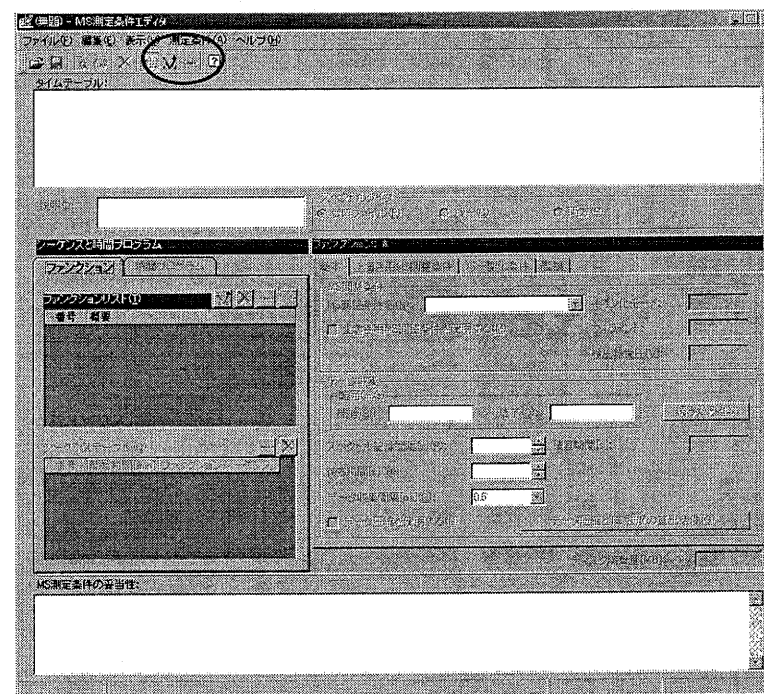


2. MS測定条件の作成

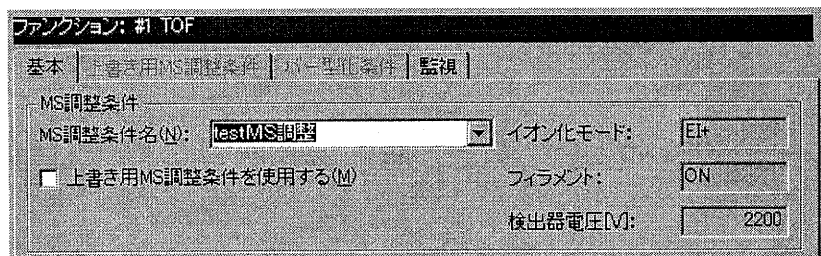
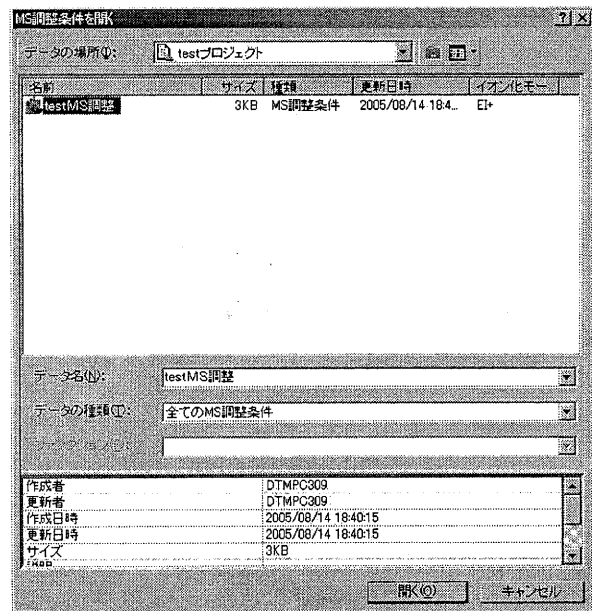
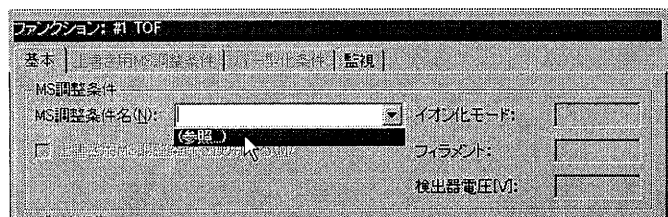
- ⑧ 質量校正用のMS調整を作成する。※Ⅲ、MS調整マネージャ参照
- ⑨ リザーバーのOPERATION VALVEをCUT OFFにする。
- ⑩ MS測定条件を作成します。MassCenterメインのメニューの装置からMS測定条件を選択するとMS測定条件エディタが起動します。



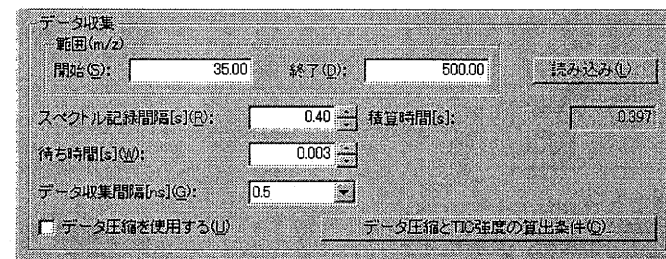
- ⑪ ツールバーのTOF機能の追加を選択する。ファンクションリストにファンクションが表示されます。



- ⑫ MS調整条件名にMS調整条件をドロップダウンメニューから参照を選択し登録する。



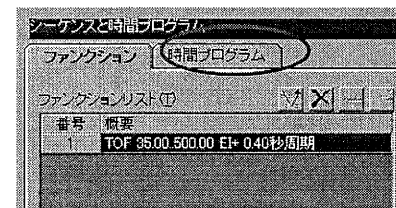
- ⑬ データ収集範囲を設定します。



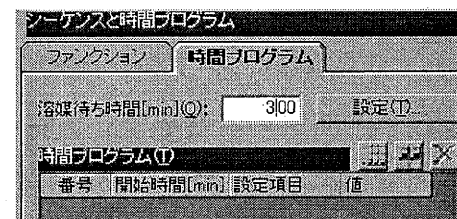
- ⑭ シーケンステーブルに測定終了時間を設定します。



- ⑮ シーケンスと時間プログラムの時間プログラムタブを選択する。

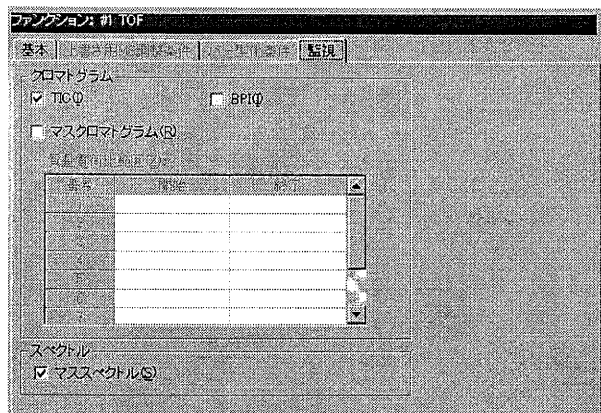


- ⑯ 溶媒待ち時間に時間を入力する。

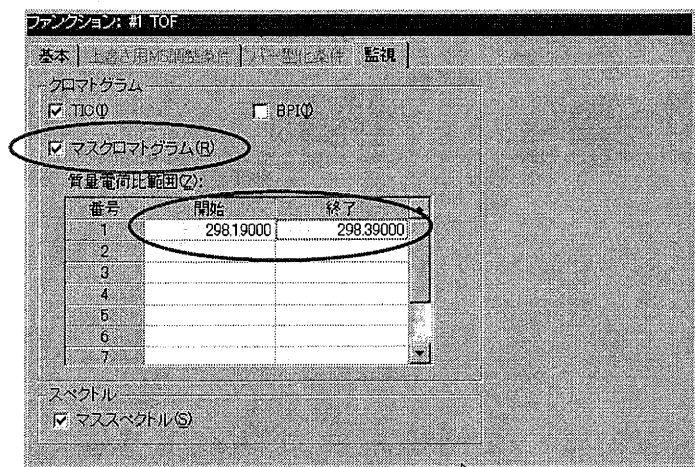


※ 溶媒待ち時間とは、GCから溶媒が出る時間真空が悪くなるので、フィラメント保護の為に、フィラメントをOFF、IVをCLOSE状態にしている時間を言います。

- ⑪ ファンクションタブの監視を選択する。

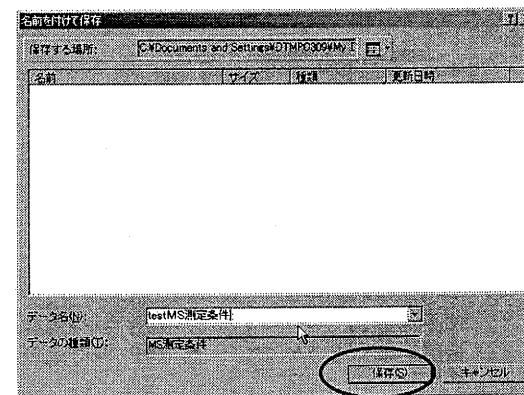
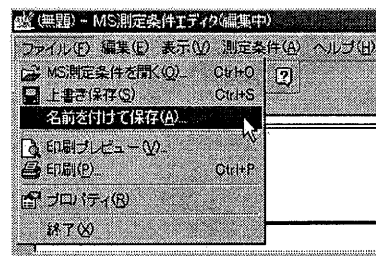


マスクログラムを測定時に確認したいのであれば、マスクログラムにチェックを付ける。
質量電荷比範囲に、確認したい質量数の範囲を入力する。



上記の図はステアリン酸メチルM/Z298. 2871のマスクログラムの範囲例です。

- ⑫ MS測定条件を保存します。



3. 単発測定

一回だけの測定をする場合、単発測定を利用すると便利です。

単発測定は、MassCenterメインからとMS調整マネージャから行う2通りの方法がありますが、操作は同じです。

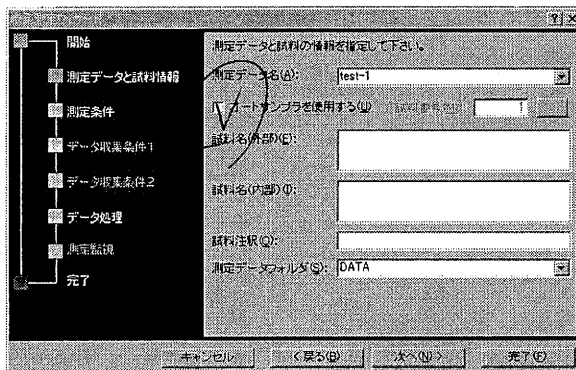
- ① MassCenterメインメニューの分析から単発測定を選択する。



② 単発測定ウィザードが表示されます。次へを選択する。

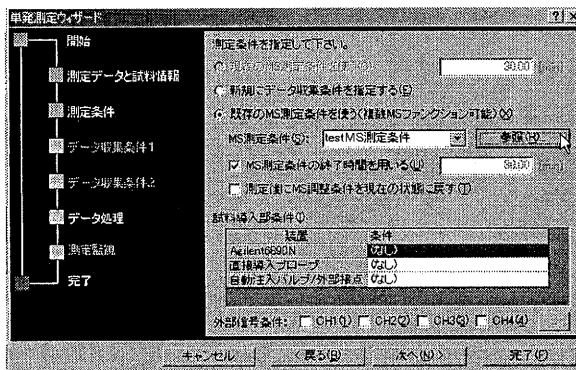


③ 測定データ名とフォルダを入力し、次へを選択する。



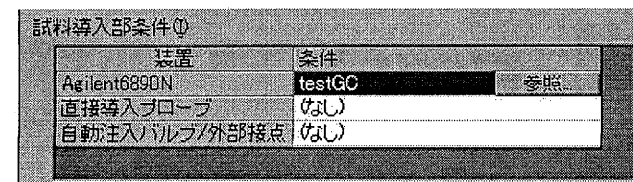
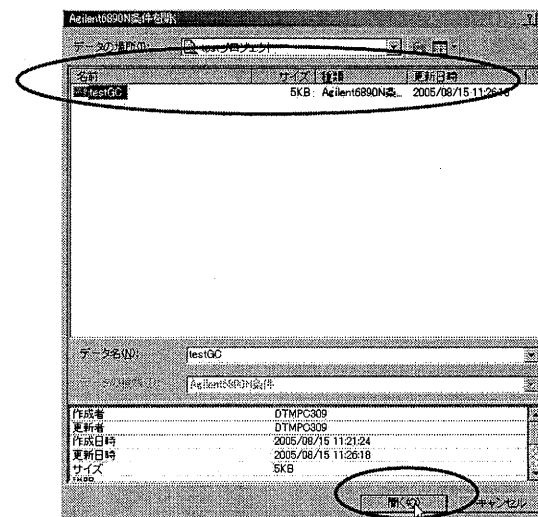
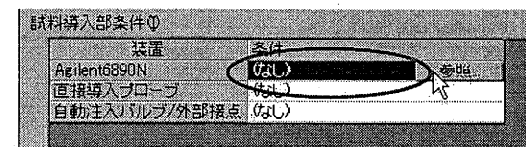
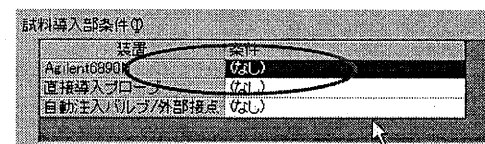
※測定データフォルダを作成して無い場合、違うフォルダにデータを格納したい場合はドロップダウンメニューから新規作成でフォルダを作成してください。

④ MS測定条件を参照から選び登録する。

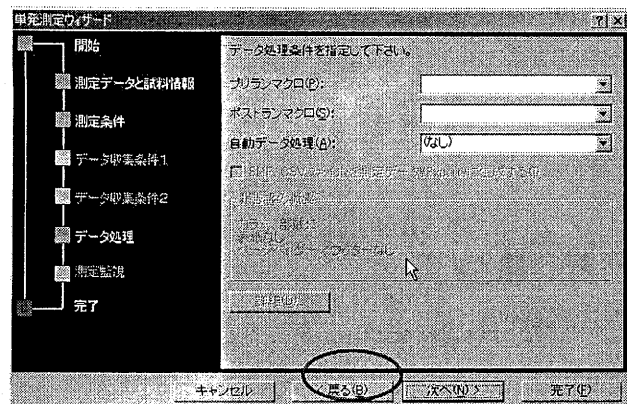


⑤ Agilent6890N(GC)条件を登録します。

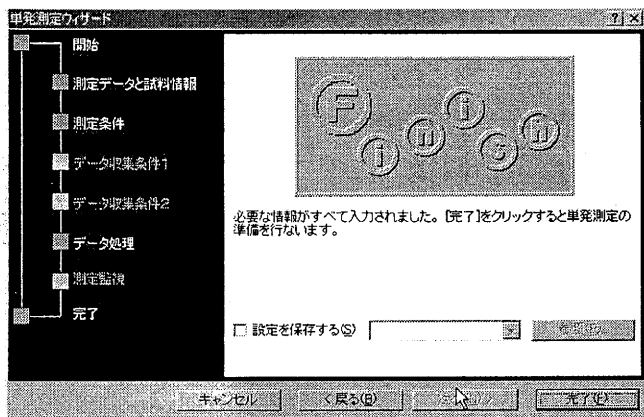
試料導入部のAgilent6890N欄の条件を選択すると、参照ボタンが表示されます。
参照ボタンを選択し、作成したAgilent6890N条件を登録し、次へを選択する。



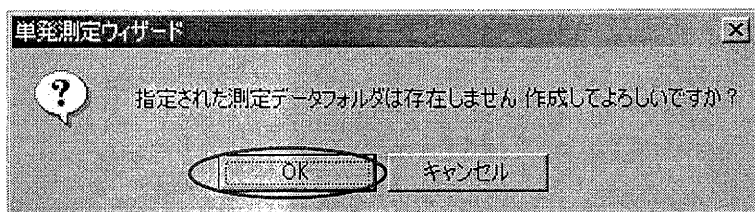
⑥ 次へを選択する。



⑦ 完了を選択します。

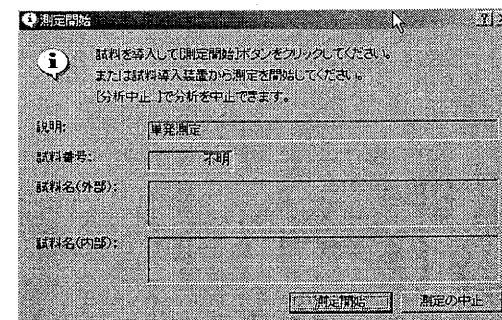


⑧ データフォルダを新規作成した場合、下記のダイアログが表示されます。はいを選択する。



⑨ スペクトルビューワとクロマトビューワが起動し、下の開始ダイアログが表示されます。

Agilent6890N(GC)にサンプルを注入し、Agilent6890Nからスタートを開始する。



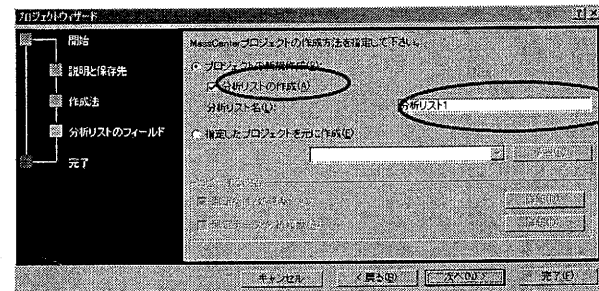
4. 分析リストからの測定

分析リストを使用し自動分析(連続測定)を行う事が出来ます。

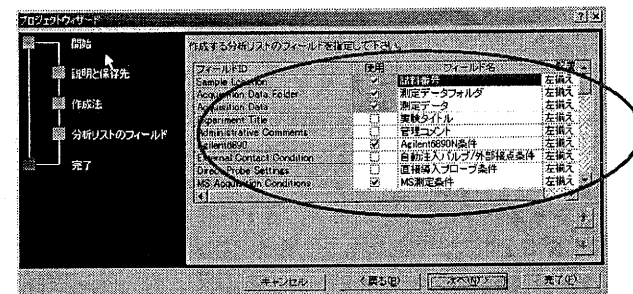
まず、分析リストの作成する必要があります。分析リスト作成は、プロジェクト作成時に分析リストを作成する方法と、分析リストウィザードから作成する方法の2通りあります。

プロジェクト作成時に作成する方法

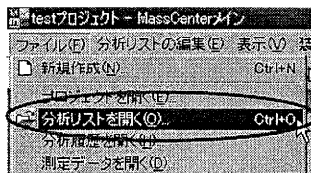
① プロジェクト作成時の作成法で、分析リストの作成にチェックを付け、分析リスト名を入力する。



② 次のウィザードで、分析リストのフィールドを選択します。

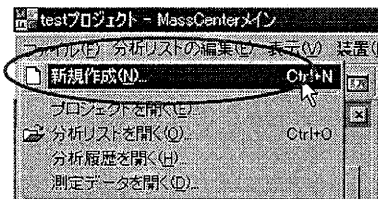


③ ウィザードを完了させ、分析リストが表示されてなければ、MassCenterメインメニューのファイルから分析リストを開くを選択し、分析リストを表示させる。

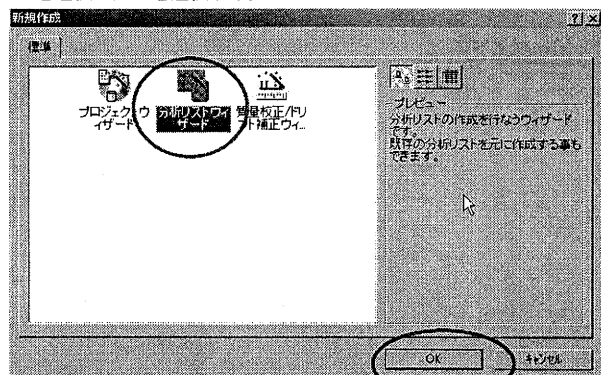


分析リストウィザードから作成する方法

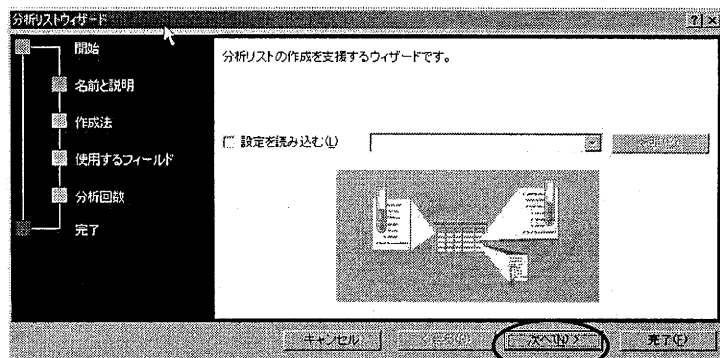
- ① MassCenterメインメニューのファイルから、新規作成を選択する。



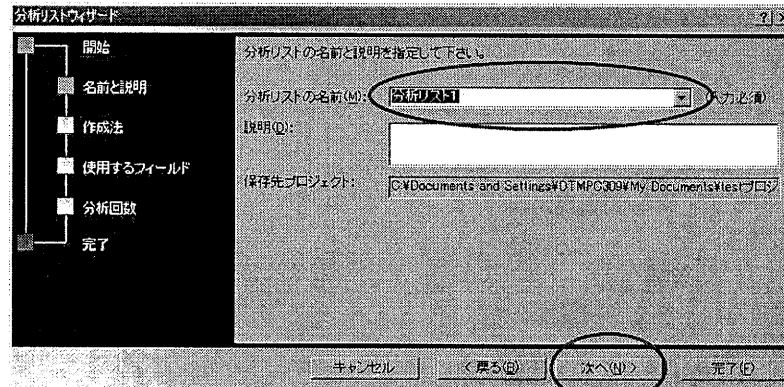
- ② 分析リストウィザードを選択し、OKを選択する。



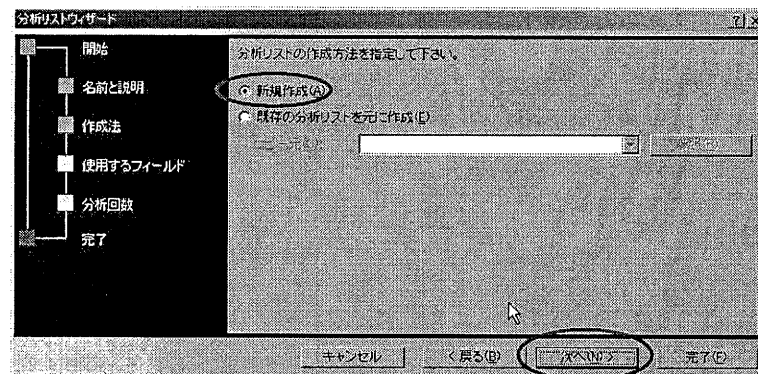
- ③ 次へを選択する。



- ④ 分析リストの名前を入力し、必要があれば説明欄を入力する。次へを選択する。



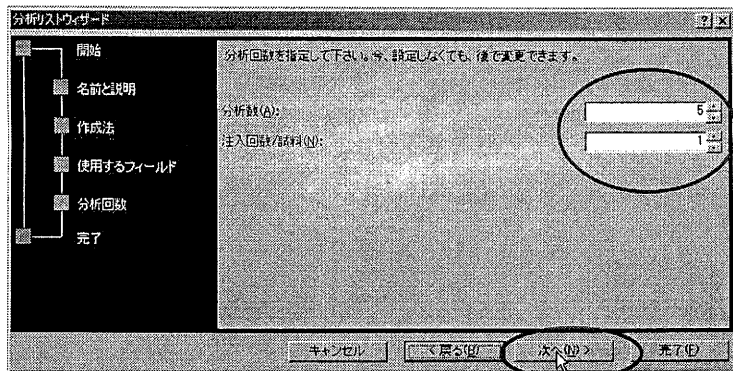
- ⑤ 新規作成にチェックを付け次へを選択する。既存の分析リストをコピーするのであれば、既存の分析リストを元に作成にチェックを付け、参照からコピー元の分析リストを選択する。



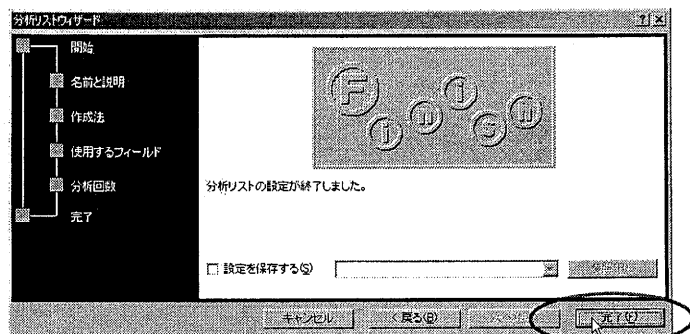
- ⑥ 必要なフィールドを選択し、次へを選択する。後で変更可能です。



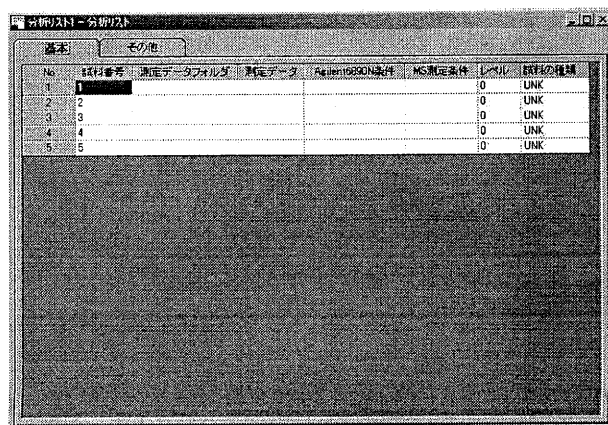
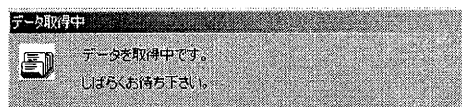
- ⑦ 分析数と注入回数を入力し、次へを選択する。後で変更可能です。



⑧ 完了を選択する。

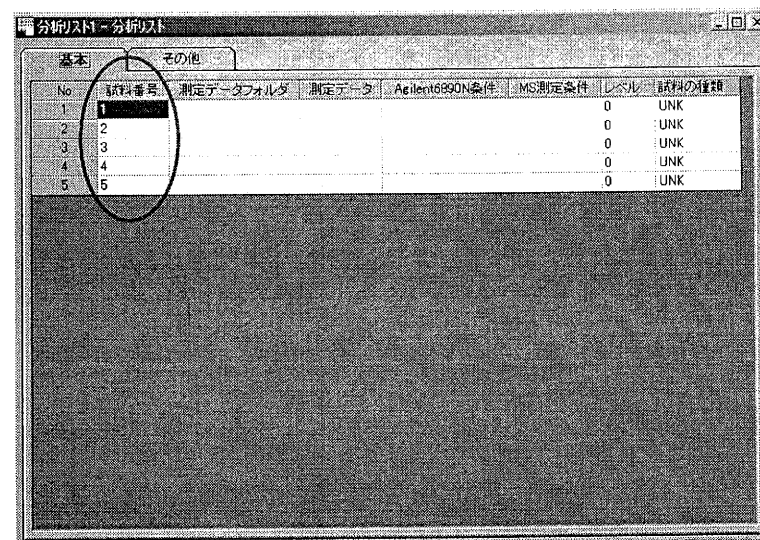


⑨ データ取得中のダイアログが表示され、取得が終わると分析リストが表示されます。

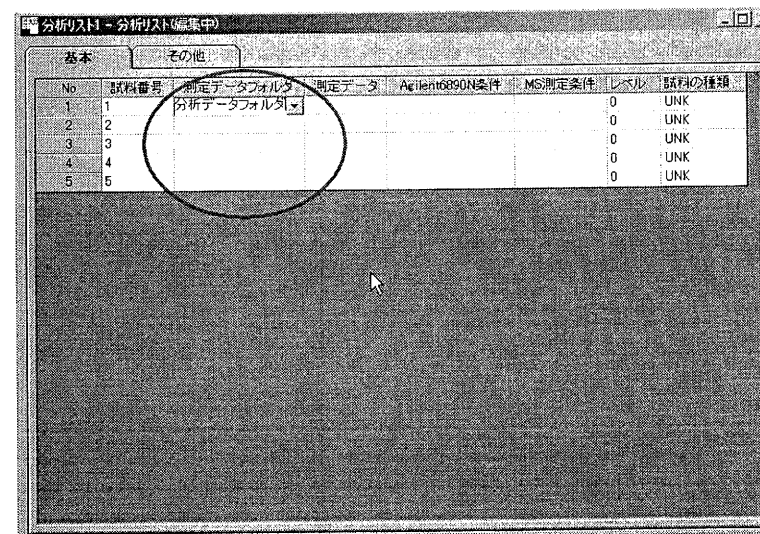


分析リストの編集

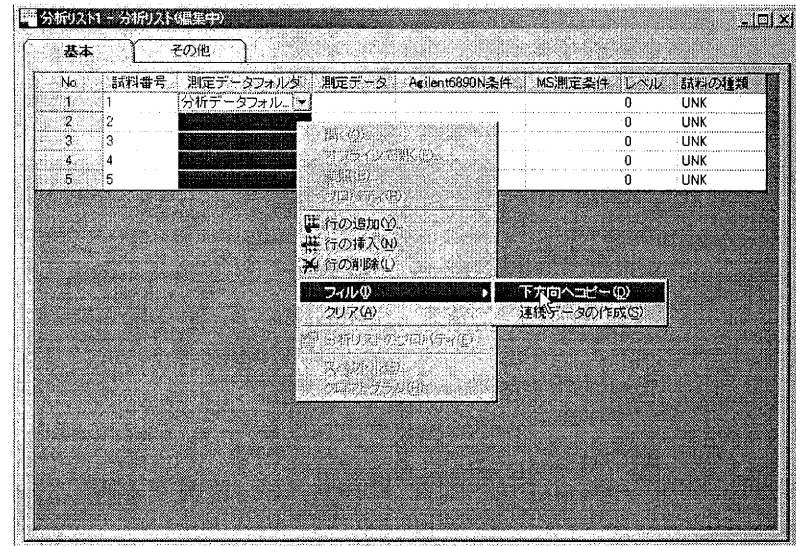
① 試料番号にオートサンプラのバイアル番号を入力する。※オートサンプラを使用しない場合は1を入力する



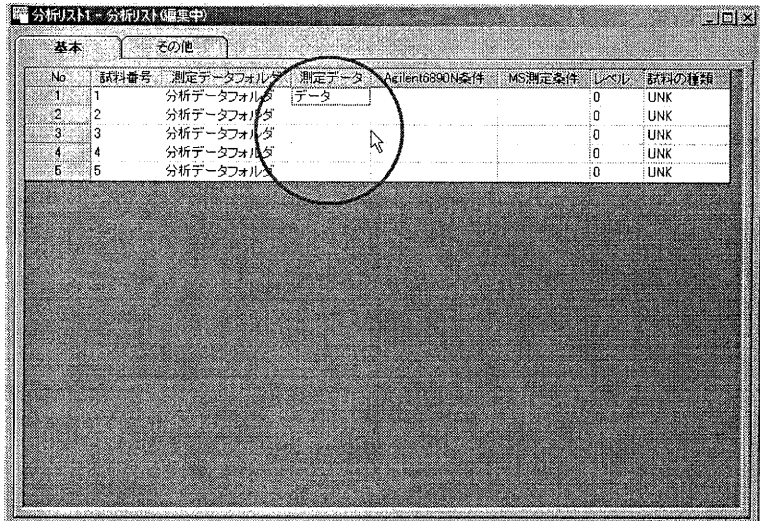
② 測定データフォルダにデータを入れる任意のフォルダの名前を入力する。



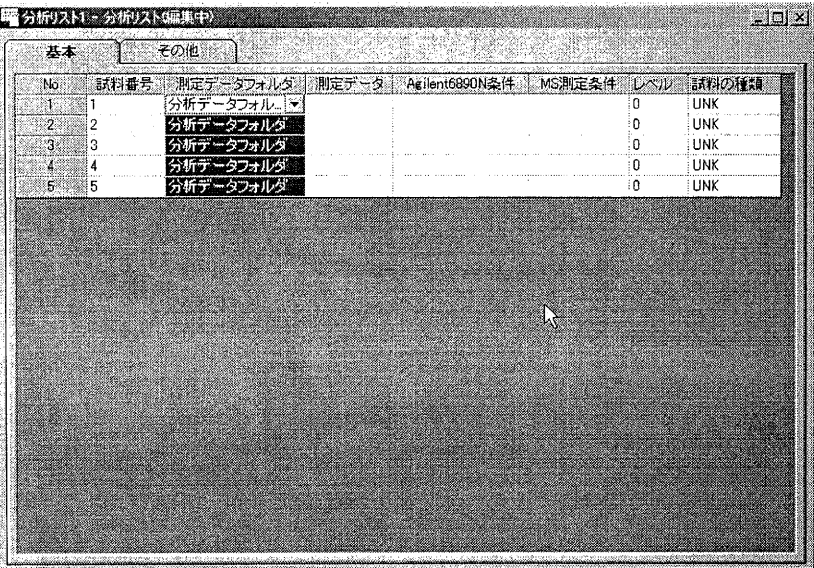
③ 下のセルにコピーしたい場合は、コピーしたい文章のセルからコピーしたいセルを選択して、右クリックでメニューを表示させる。フィルを選択し下方向へコピーを選択する。

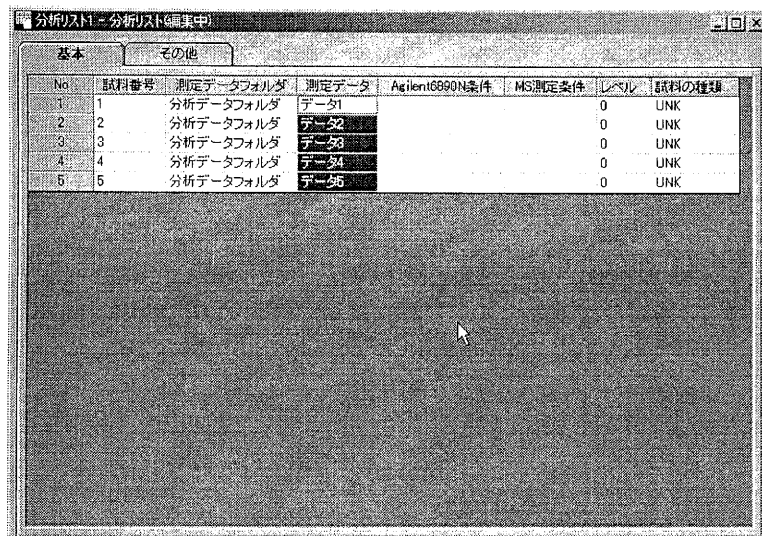


④ 測定データに測定データ名を入力する。



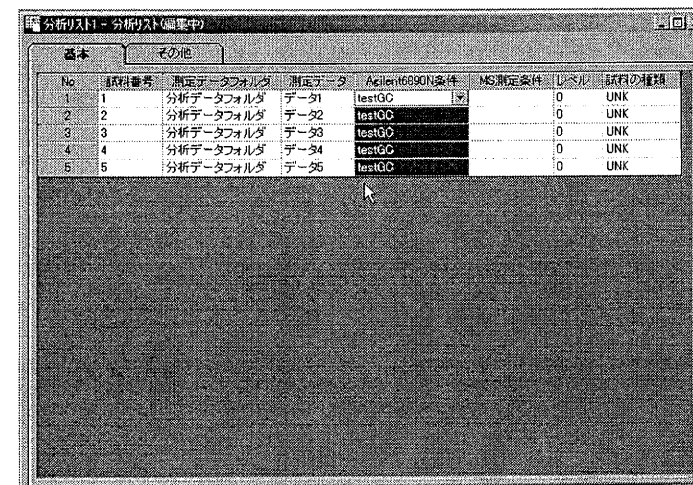
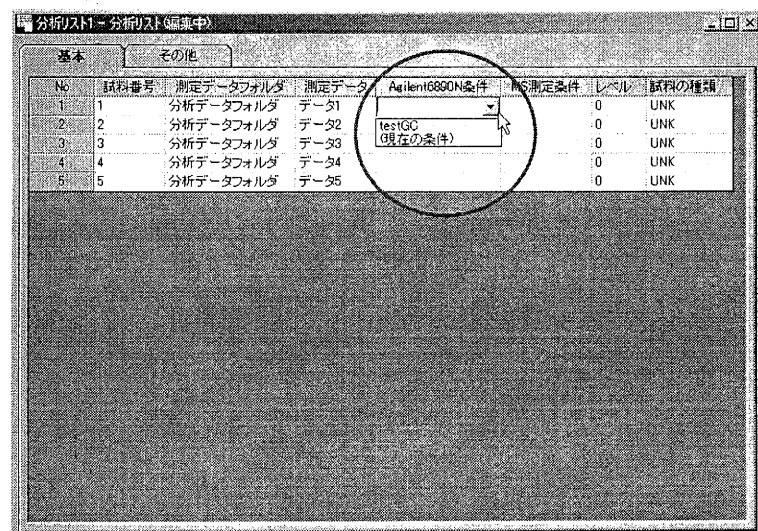
⑤ データ名に連続した番号をつけたい場合は、データの名前の語尾に半角で番号を入力する。番号を入力したセルから連続した番号を付けたいセルまで選択し、右クリックでメニューを表示させる。フィルの連続データの作成を選択する。





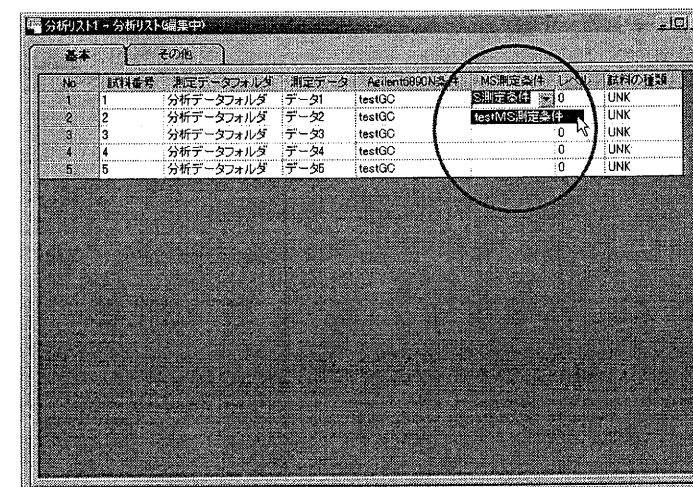
⑥ Agilent6890N条件にAgilent6890Nマネージャで作成した条件を登録する。

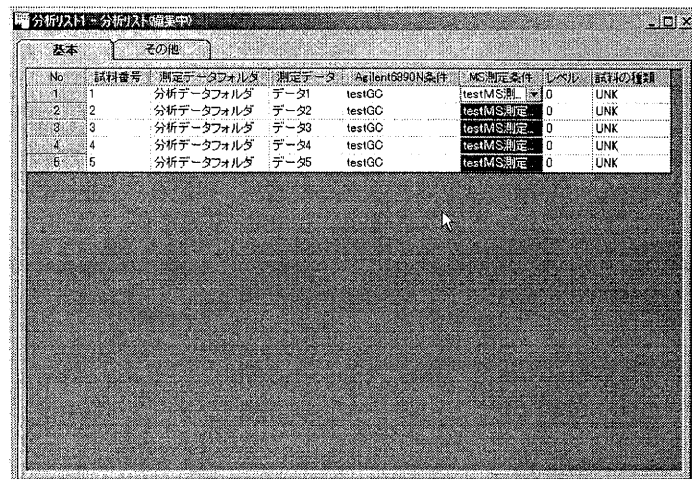
登録したいセルを選択するとドロップダウンボタンが表示されます。ドロップダウンメニューから、条件を選びます。コピーしたい場合は③参照。



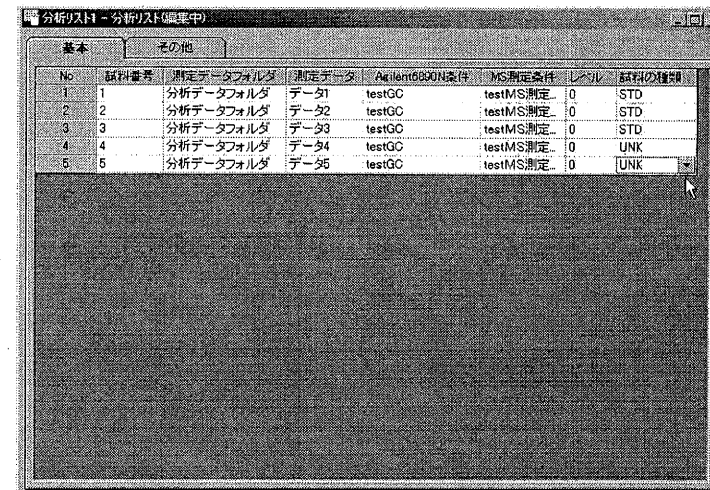
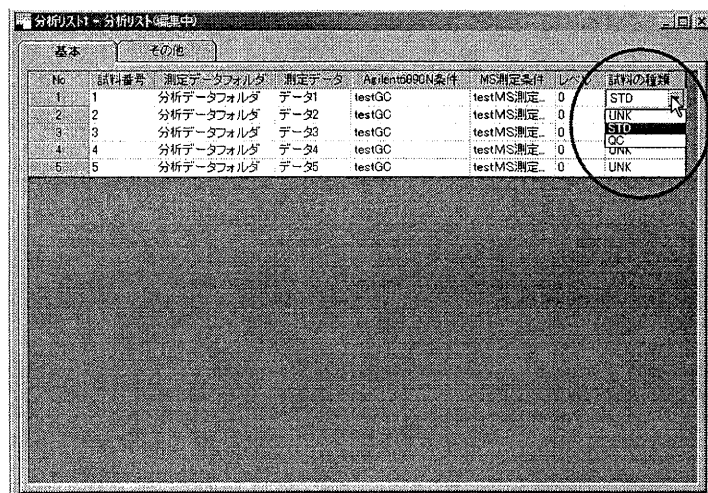
⑦ MS測定条件にMS測定条件マネージャで作成した条件を登録する。

登録したいセルを選択するとドロップダウンボタンが表示されます。ドロップダウンメニューから、条件を選びます。コピーしたい場合は③参照。

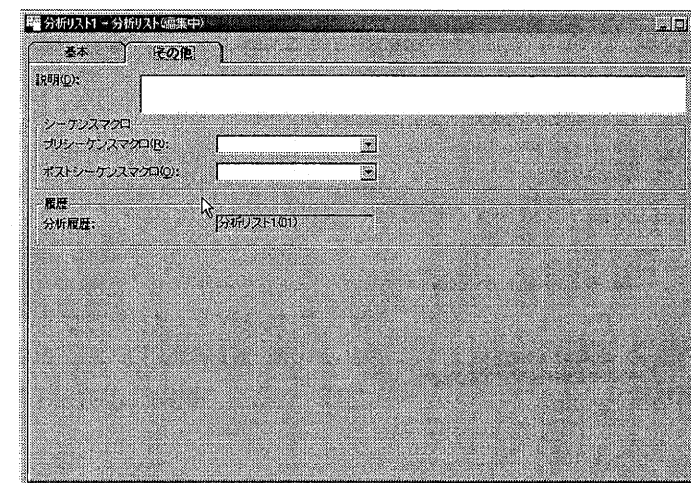




⑧ 試料の種類を選択しドロップダウンボタンを表示させ、UNK、STD、QCの中から選択する。



⑨ その他TABを選択し、必要であれば説明を入力する。

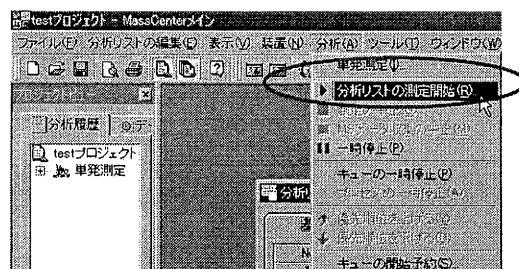


- ⑨ MassCenterメインメニューのファイルから、上書き保存を選択する。
分析リストの名前を変えて保存したい場合は、名前を付けて保存を選択する。

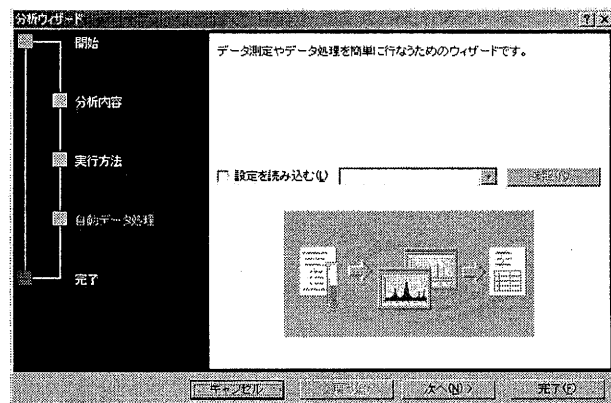


測定

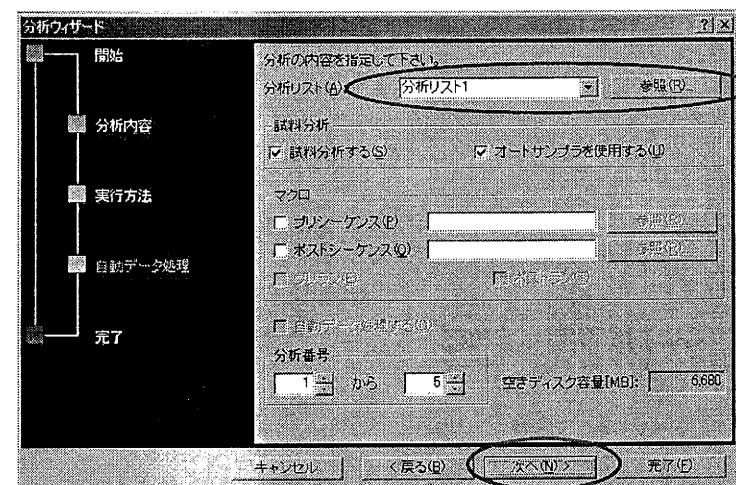
- ① MassCenterメインメニューの分析リストの測定開始を選択する。
分析ウィザードが表示されます。



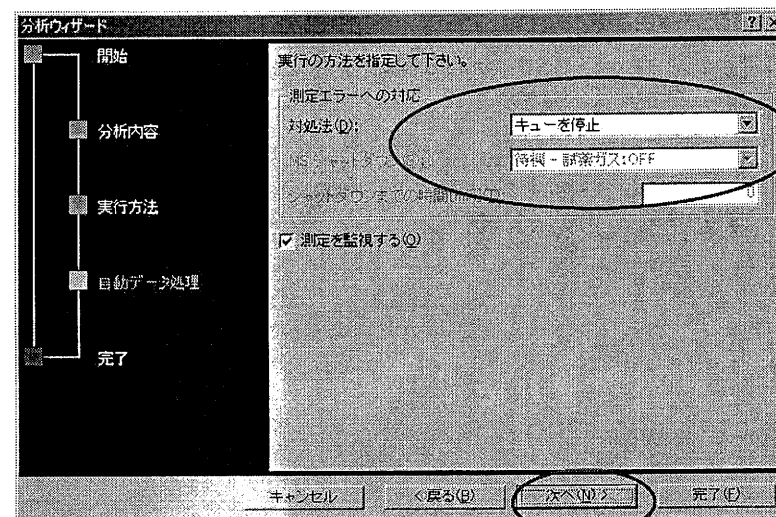
- ② 次へを選択する。



- ③ 保存した分析リストを参照から選択する。次へを選択する。



- ④ 測定中にエラーが発生した場合の対処の方法を、選択し次へを選択する。



⑤ 完了を選択する。



VI. データ処理

ここでは、以下の処理の方法を説明します。

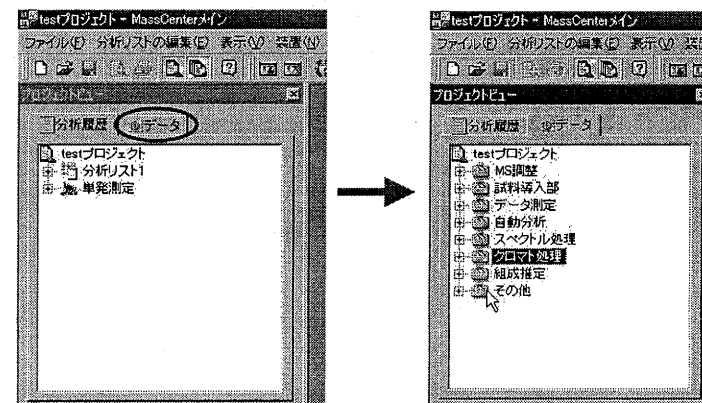
- 1、マスキングの表示方法
- 2、マスキングのS/N確認方法
- 3、クロマトからプロファイル型スペクトルの表示方法
- 4、プロファイル型スペクトルからバー型スペクトルの表示方法
- 5、ミリマス測定方法

データ処理の詳細はAccuTOF取扱説明書をご覧ください。

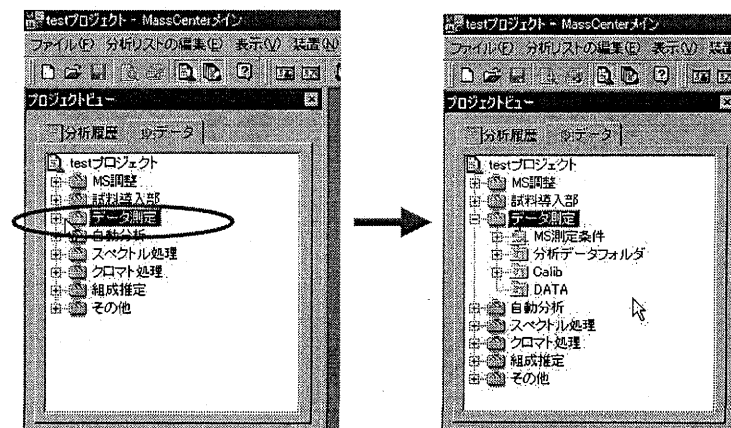
MassCenterメインプロジェクトビューからデータを開く方法と、クロマトビューを起動してデータを開く方法があります。

MassCenterメインプロジェクトビューから開く方法

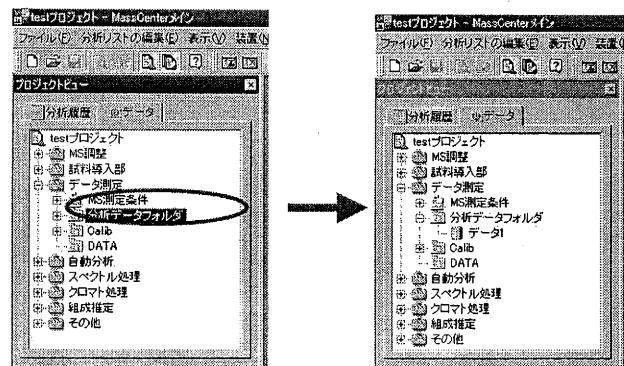
- ① MassCenterメインプロジェクトビューのデータタブを選択する。



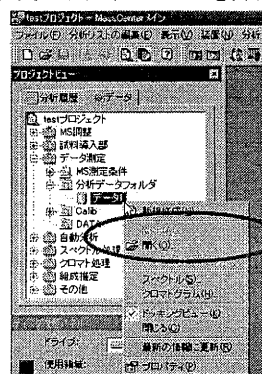
- ② データ測定を選択する。



- ③ 分析リストからの測定であれば、分析リスト作成時に設定したフォルダ名の田を選択する。
単発測定であれば、単発測定ウィザード時に設定したフォルダ名の田を選択する



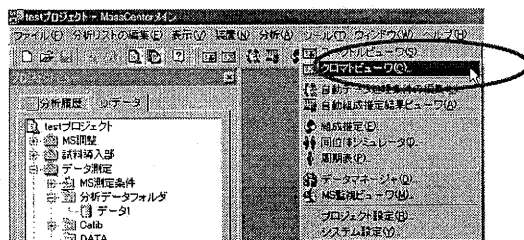
- ④ 田が測定のデータのアイコンになります。右クリックでメニューを表示させ、開くを選択する。



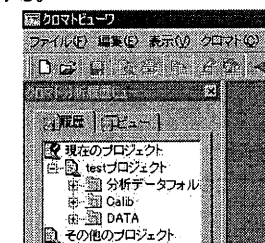
- ④ スペクトルビューとクロマトビューが起動します。

クロマトビューを起動してデータを開く方法

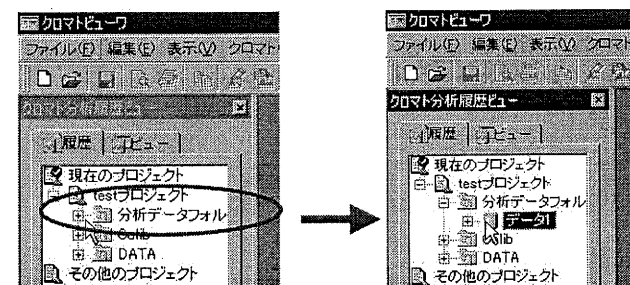
- ① MassCenterメインメニューのツールから、クロマトビューがスペクトルビューを選択し起動させる。



- ② クロマト分析履歴ビュータブを選択する。



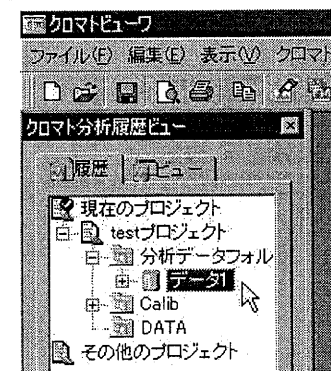
- ③ 分析リストからの測定であれば、分析リスト作成時に設定したフォルダ名の田を選択する。
単発測定であれば、単発測定ウィザード時に設定したフォルダ名の田を選択する



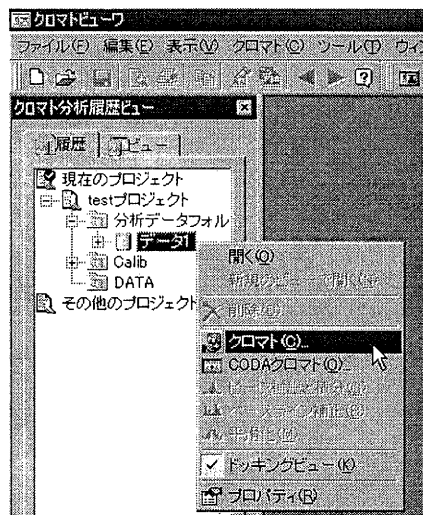
- ④ 田が測定のデータのアイコンになります。右クリックでメニューを表示させ、開くを選択する。

1、マスキングプログラムの表示方法

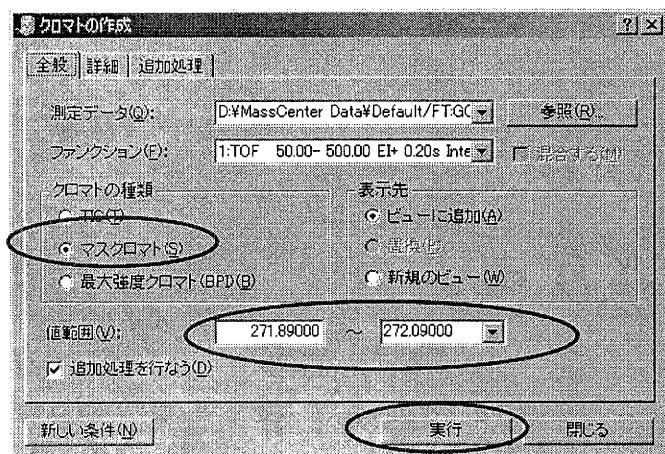
- ① クロマトビューでマスキングを開きたいデータを選択する。



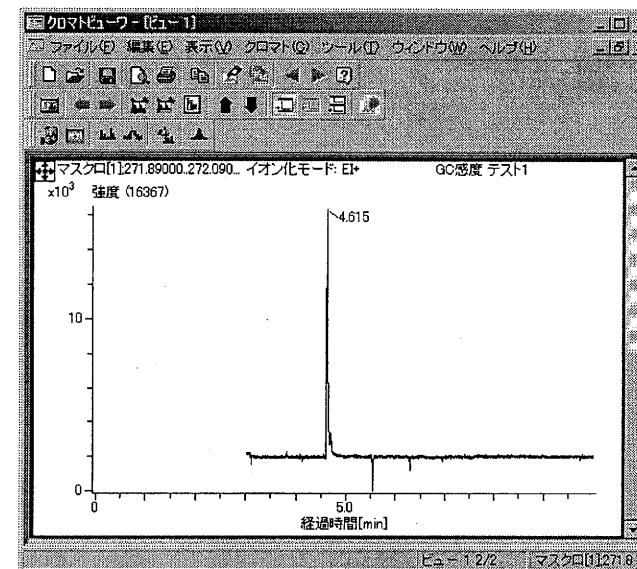
② 右クリックでメニューを表示させ、クロマトを選択する。クロマトの作成ダイアログが表示されます。



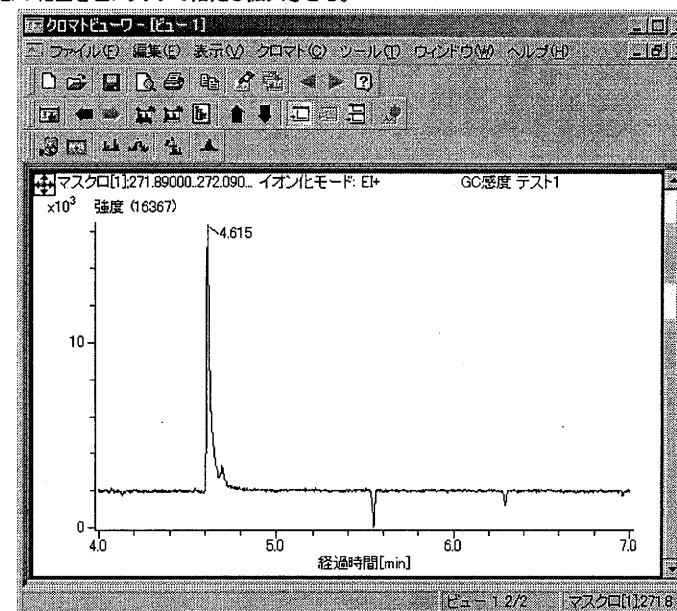
③ 全般タブのクロマト種類のマスクロを選択し、値範囲に質量数を入力し実行を選択する。



④ マスクログラムが表示されます。

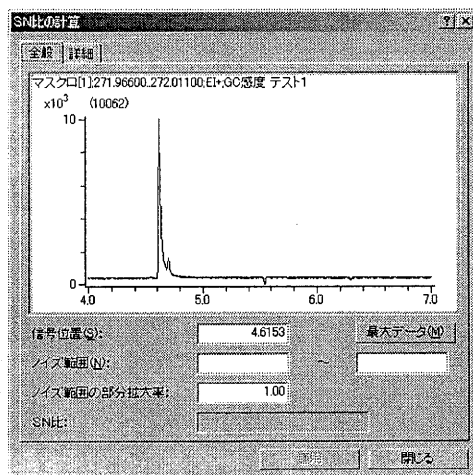
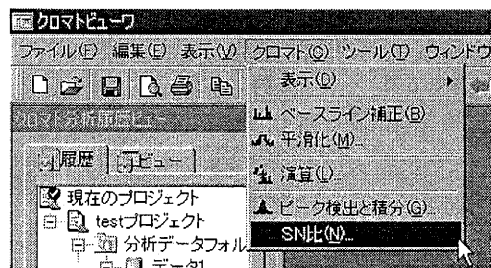


⑤ 横軸を任意の範囲を左ドラックで指定し拡大させる。

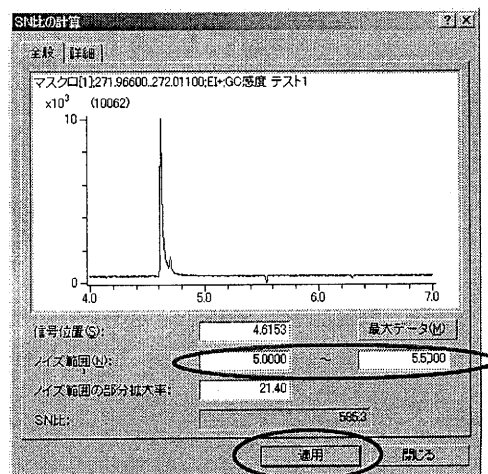


⑥ クロマトビューメニューのクロマトからS/N比を選択しS/N比を選択する。

S/N比の計算ダイアログが表示されます。



⑦ ノイズを左ドラックで選択すると、S/N比が表示されます。適用を選択するとデータに反映されます。



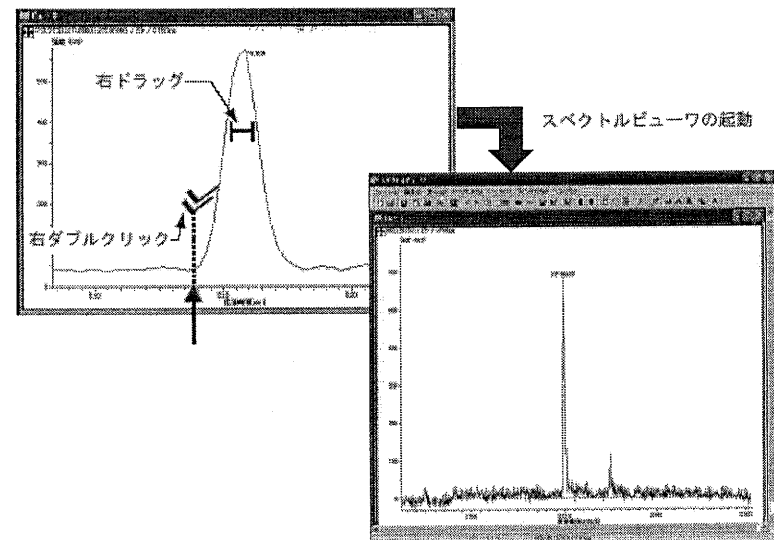
3. クロマトからプロファイル型スペクトルの表示方法

クロマトビューからデータを開き、TICからマスクロマトを表示させます。

スペクトルを表示させたい時間を右ダブルクリックします。

スペクトルビューにプロファイル型スペクトルが表示されます。

同様に右ドラックしますと、ドラックで指定した範囲の平均スペクトルがスペクトルビューに表示されます。



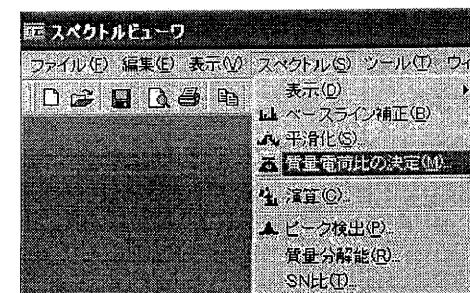
バックグラウンド除去方法

目的物質をShiftキーを押しながら右ドラックで選択し、バックグラウンド部分をCtrlキーを押しながら右ドラックで選択する。

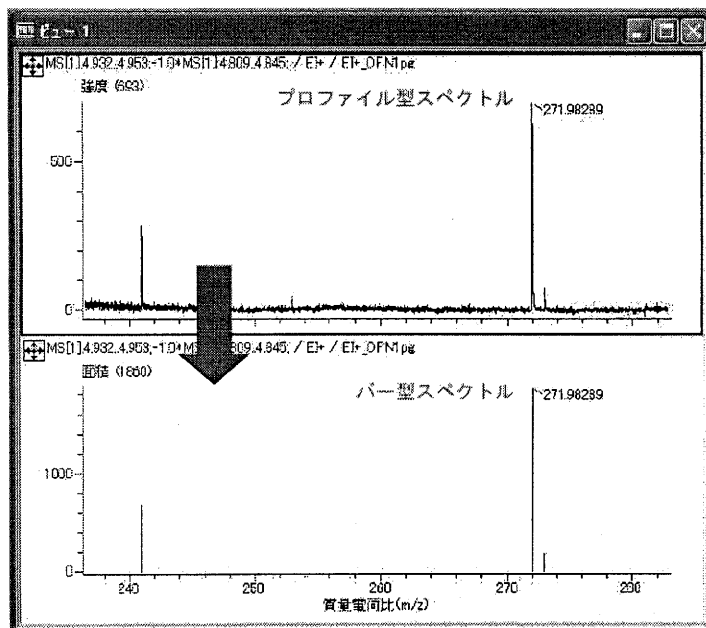
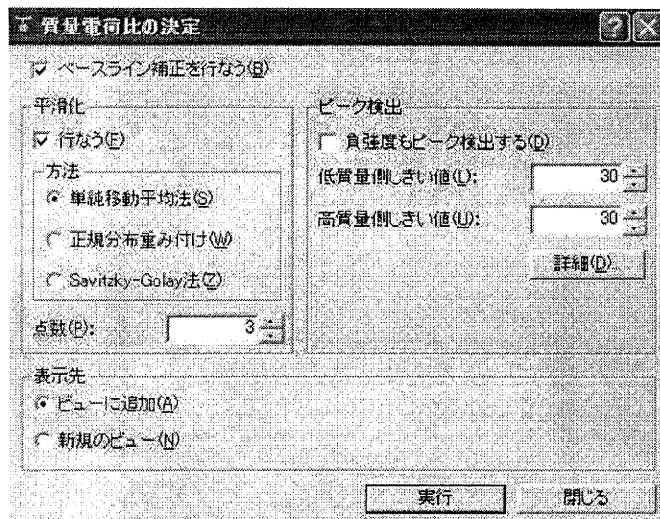
3. プロファイル型スペクトルからバー型スペクトルの表示方法

① スペクトルビューのバー型スペクトル変換にしたいビューを選択する。

メニューのスペクトルから質量電荷比の決定を選択する。



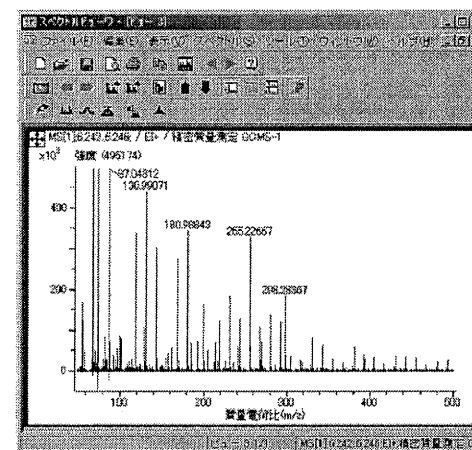
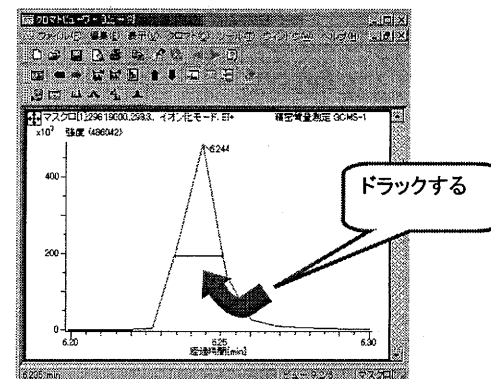
② 質量電荷比の決定ダイアログが表示されます。実行を選択する。※各値は取り扱い説明書をご覧ください。



5. ミリマス測定方法

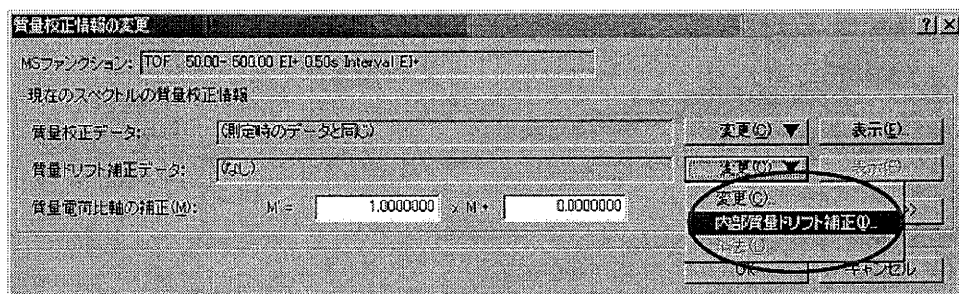
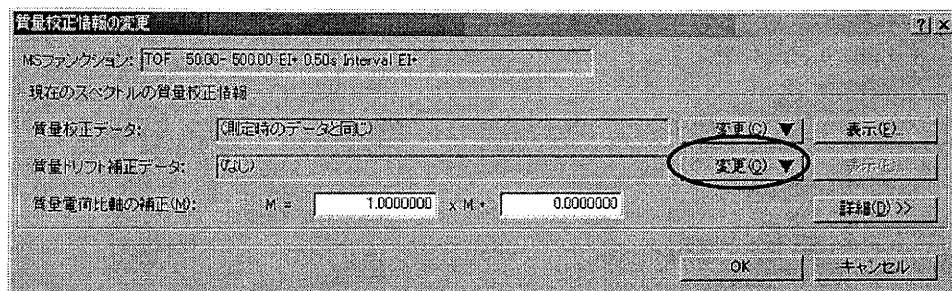
内部試料ドリフト補正データの変更

- ① MS調整マネージャで正常な調整が行われて、十分な分解能が得られていることを確認する。
- ② 測定時の質量電荷軸の補正を行うために質量数概知の内部標準物質を用意する。
例... リザーバーからPFKなどの内部標準試料を導入する。
サンプルに直接、内部標準試料を添加する。
カラムバックなどのイオンを使用する
- ③ PFKを導入しながら、測定を開始する。
- ④ 測定終了後、クロマトビューワで測定データを開く。
- ⑤ 目的物質のマスキロマトを表示し、目的物質が出現している時間のスペクトルを作成する。

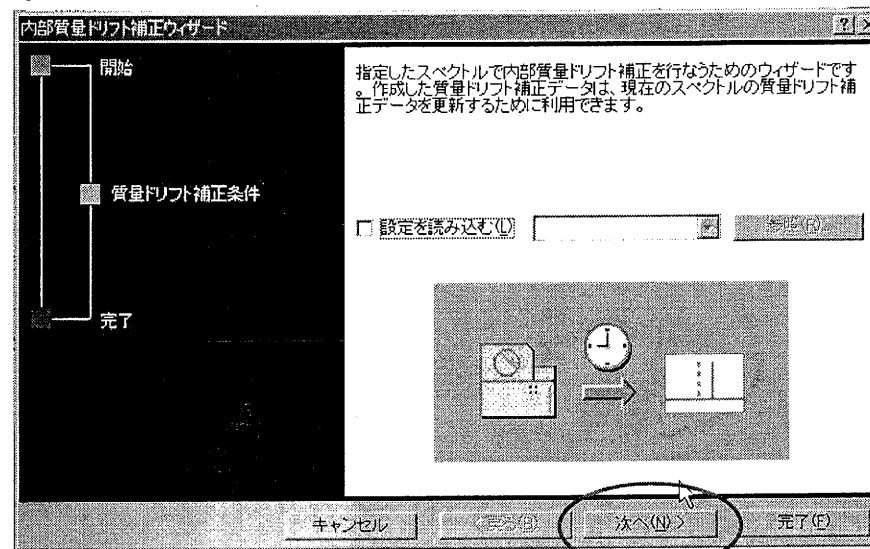


- ⑥ 質量電荷比の決定でバー型スペクトルに変換する。

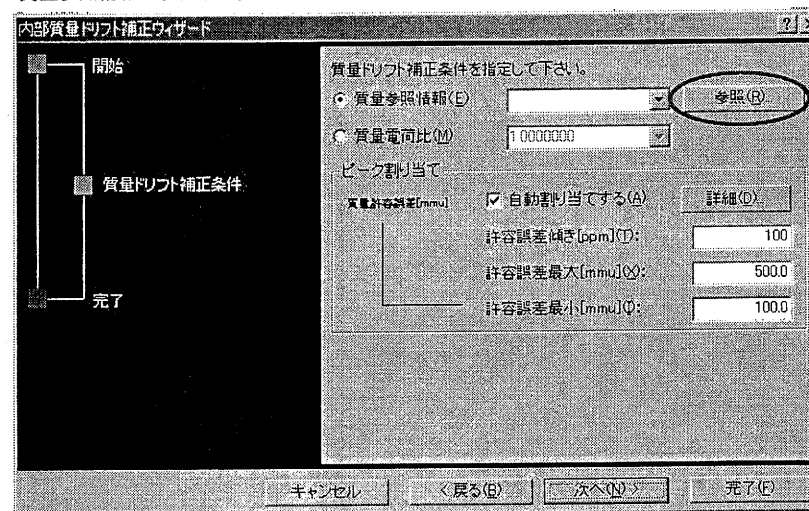
- ⑦ スペクトルビューメニューのツールから質量校正情報の変更を選択する。ダイアログが表示されます。
質量ドリフト補正データの変更を選択する。ドロップダウンでメニューが表示されます。
内部質量ドリフト補正を選択する。



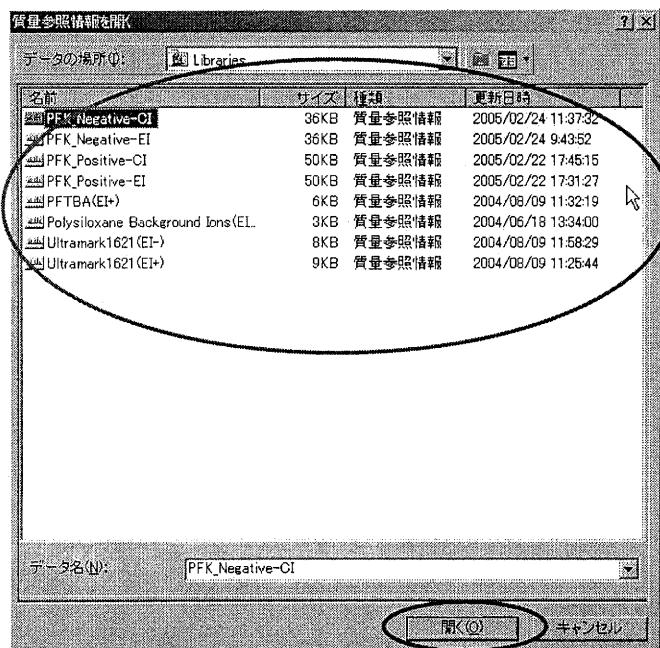
- ⑧ 内部質量ドリフト補正ウィザードが開始されます。次へを選択する。



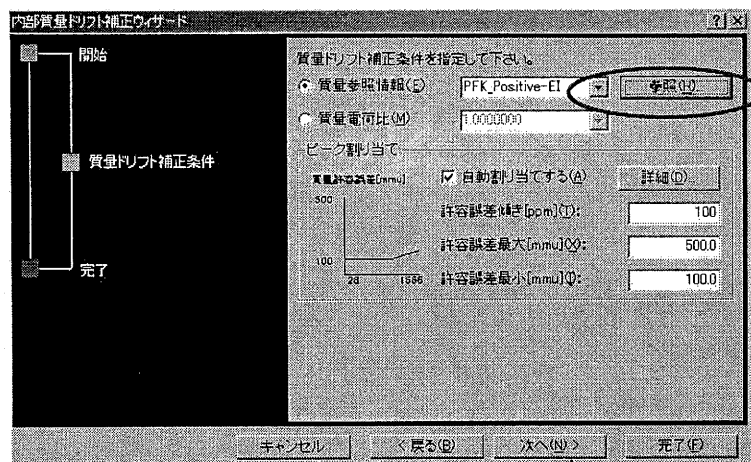
- ⑨ 質量参照情報の参照を選択する。



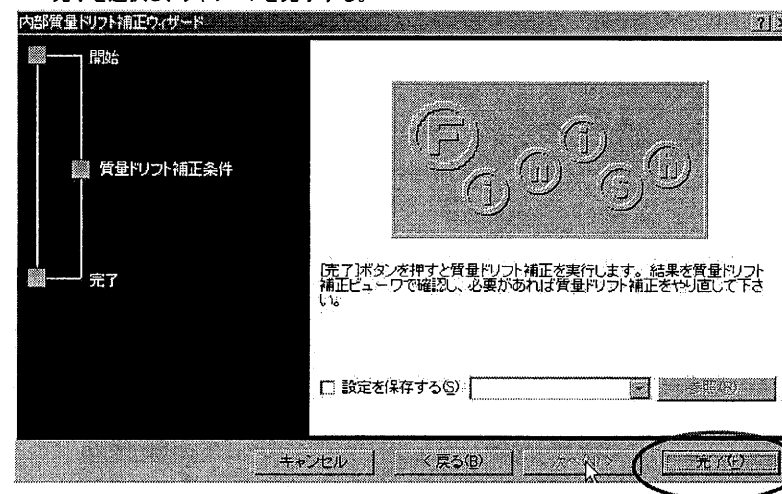
- ⑩ 質量参照情報を選び、開くを選択する。



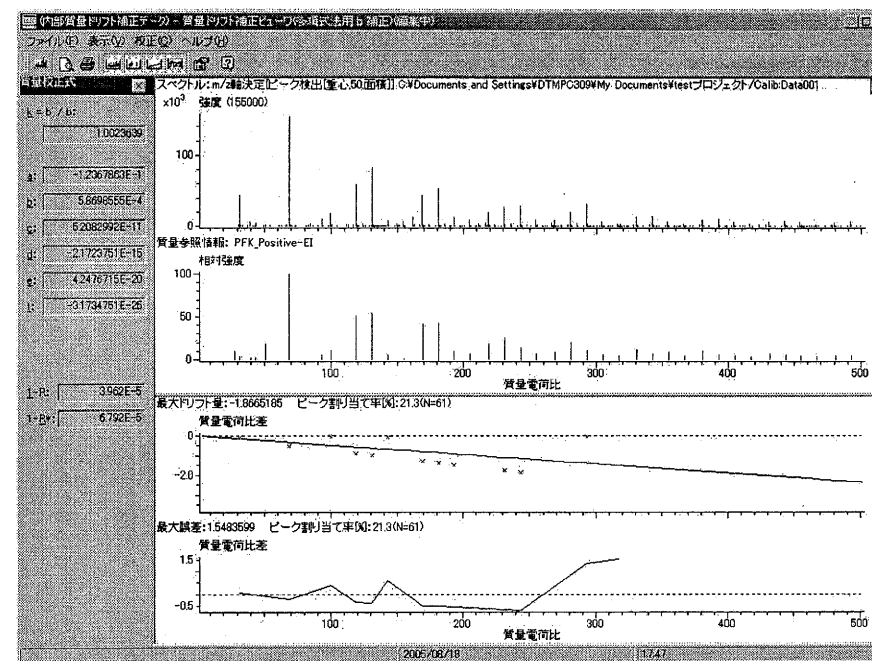
- ⑪ 選択後、質量参照情報に登録されます。

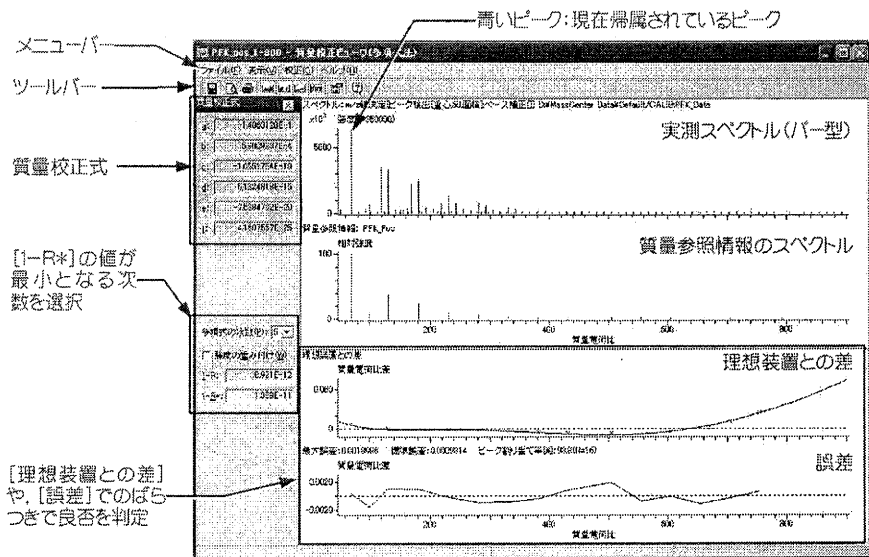


- ⑫ 完了を選択し、ウィザードを完了する。



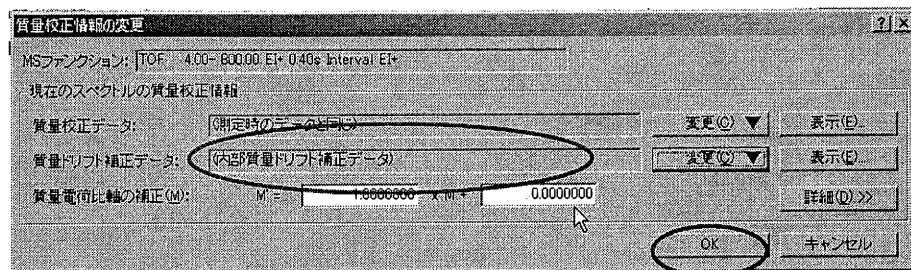
- ⑬ 質量ドリフト補正ビューが表示されます。





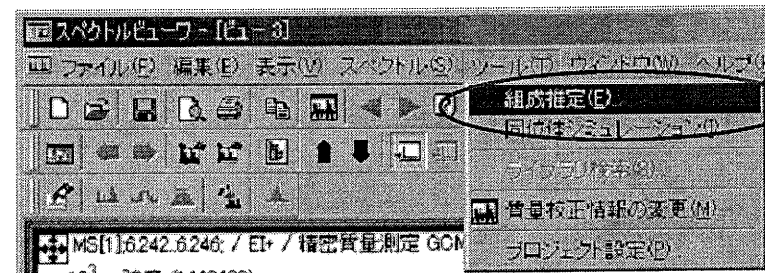
⑭ ファイルメニューから更新を選択し、このウィンドウを閉じます。

⑮ 質量ドリフト補正データが(内部質量ドリフト補正データ)に変更されます。OKを選択しウィンドウを閉じるとデータに反映されます。

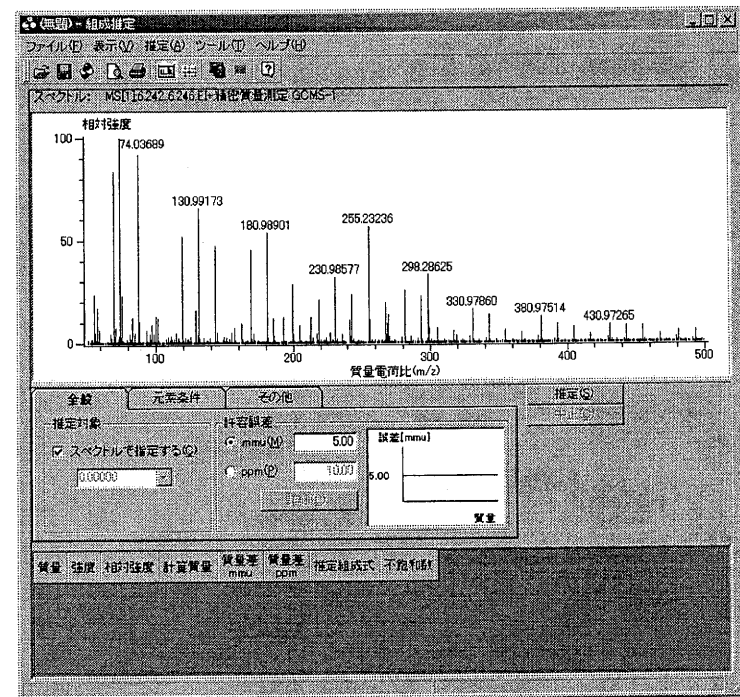


組成推定

① スペクトルビューワメニューのツールから組成推定を選択する。

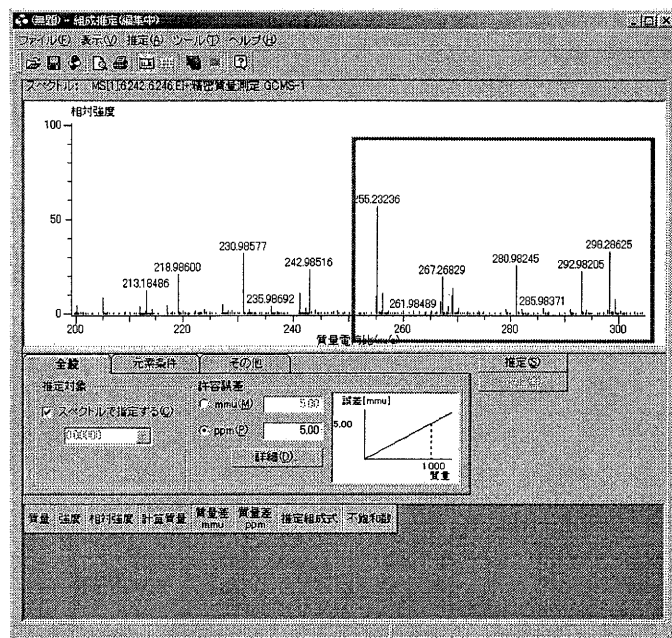


② 組成推定ウィンドウが表示されます。

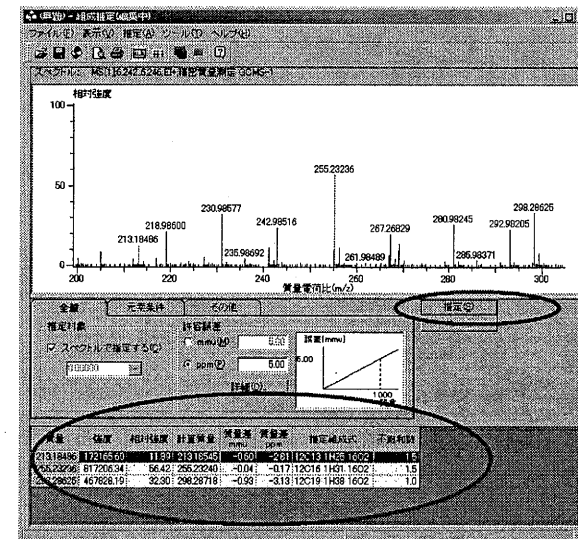


7003 m/z 付近

⑩ 目的物質が出現している所を左ドラックで囲み拡大する。

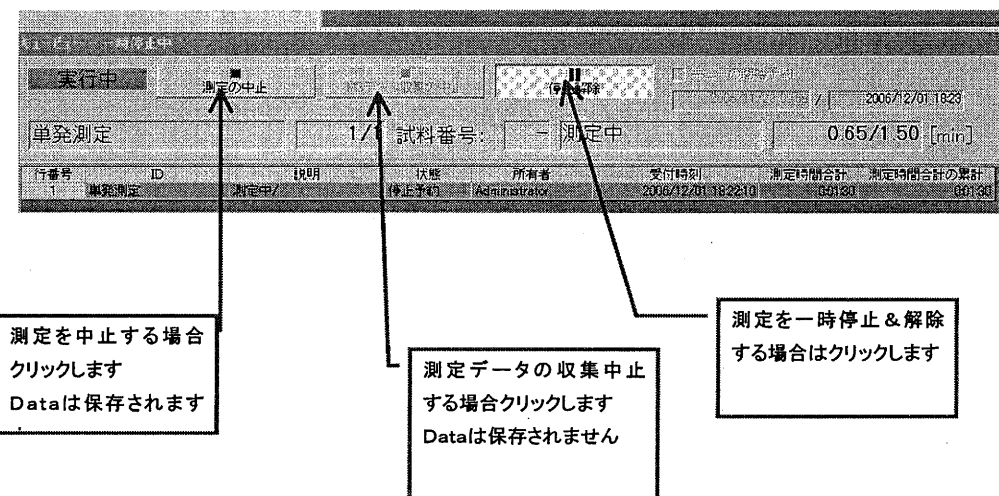
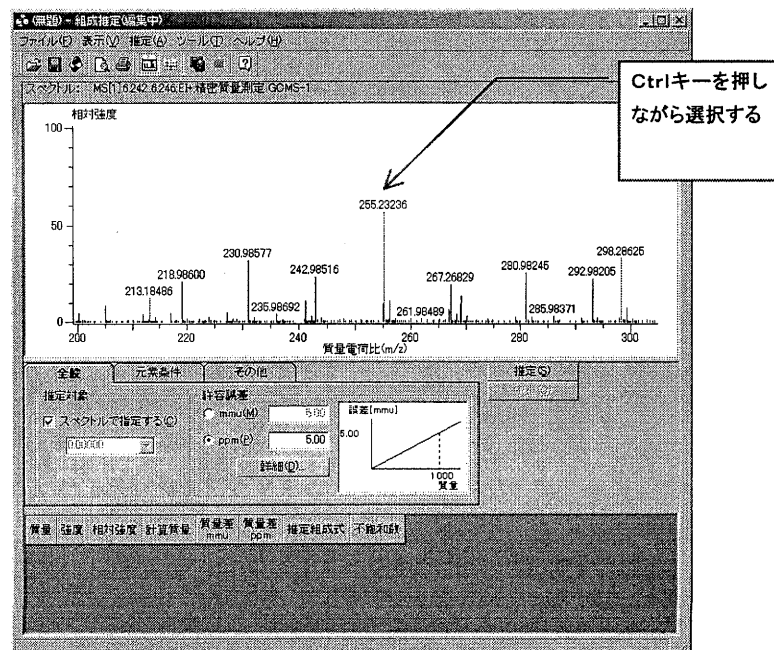


⑤ 推定を選択し、組成推定をします。



測定中の状況はMassCenterメインのに下段に表示されます

⑪ 目的物質のスペクトラムをCtrlキーを押しながら選択する。(複数ピークを選択)



VII. 装置の停止

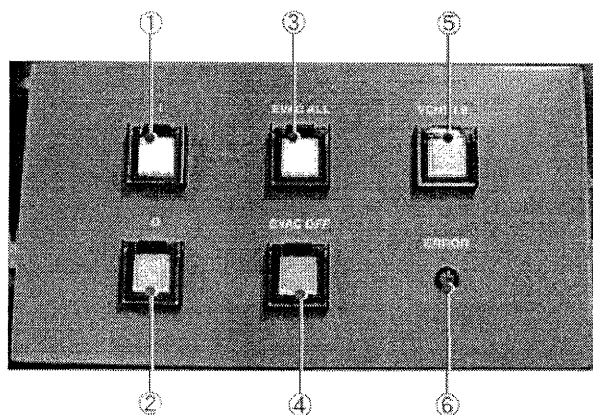


図 4 操作パネル

- ・ 通常カラムの取付け, フィラメント交換, イオン源の洗浄等の作業の場合の VENT I. S. ⑤スイッチを OFF にします。 イオン源が大気になります。
- ・ EVAC OFF ④スイッチ ONで 分析部／イオン源部のTMP&RPが停止します。 イオン源が大気になります。 分析部は0.13Paの圧力で保持されます。
- ・ ②スイッチONで全ての電源がOFFとなります。

ERROR ON: イオン源, 分析部の真空が異常になると EVAC OFFとなります。

VIII. MSのメンテナンス

- ・ イオン源を取り外す場合, GC/MSインターフェース連結ピンの, ロックを解除します。

先端位置合わせ治具

先端位置合わせ治具の先端でロックの解除を行います

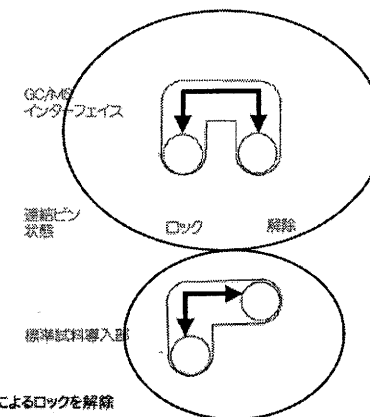
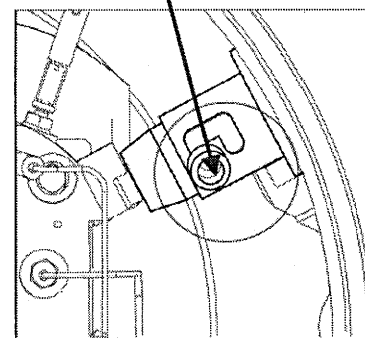
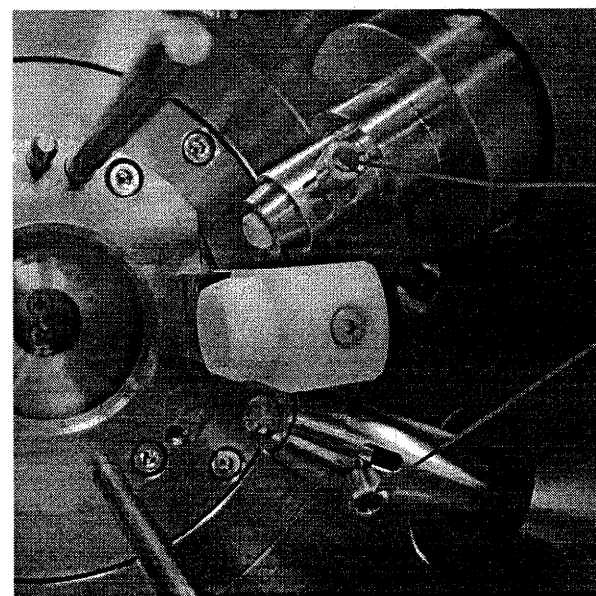
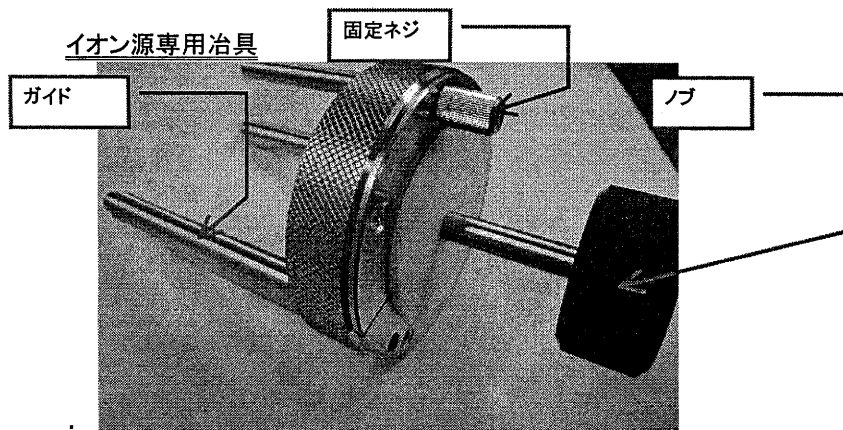


図 22 連結ピンによるロックを解除



先端位置合わせ治具をこの場所に入れてロック解除の位置まで戻します

* キャピラリカラム接続部のナットを緩めて5cm程度GC側に引き出します。
イオン源の取り外しには付属治具を使用します



イオン源チャンバの取り外し (固定ネジを緩める)

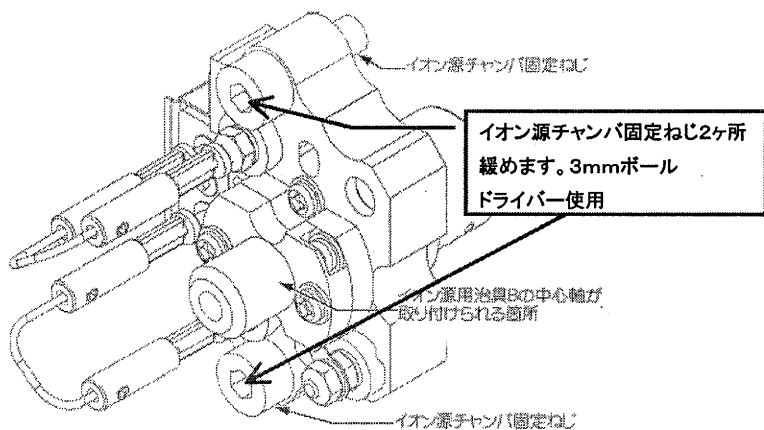
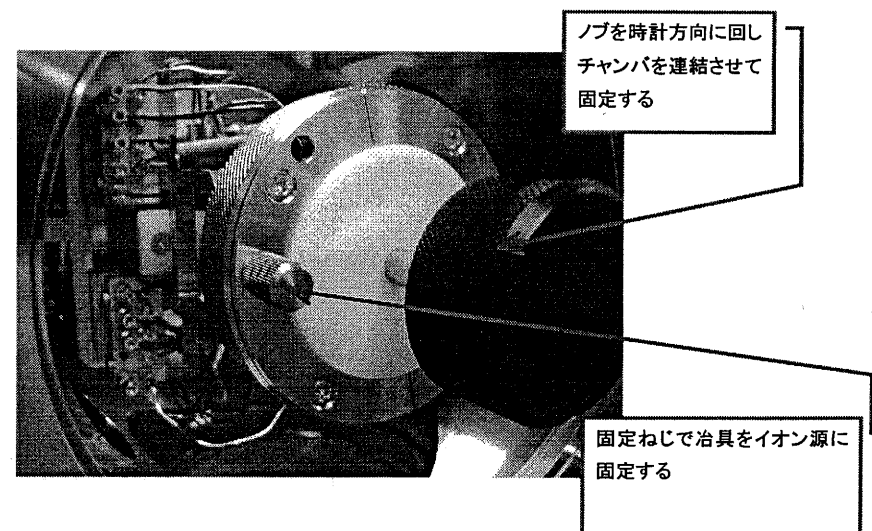
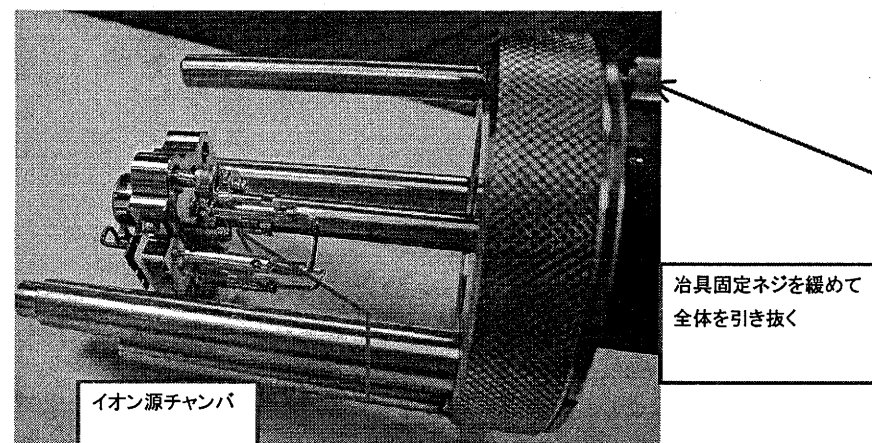


図 8 イオン源チャンバ固定ねじ

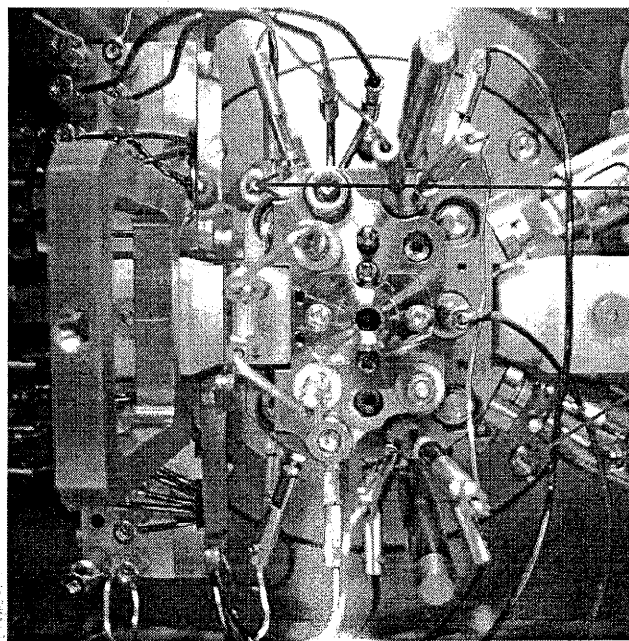
治具をイオン源にSETします



治具を引き抜くとチャンバのみ取り外しが出来ます

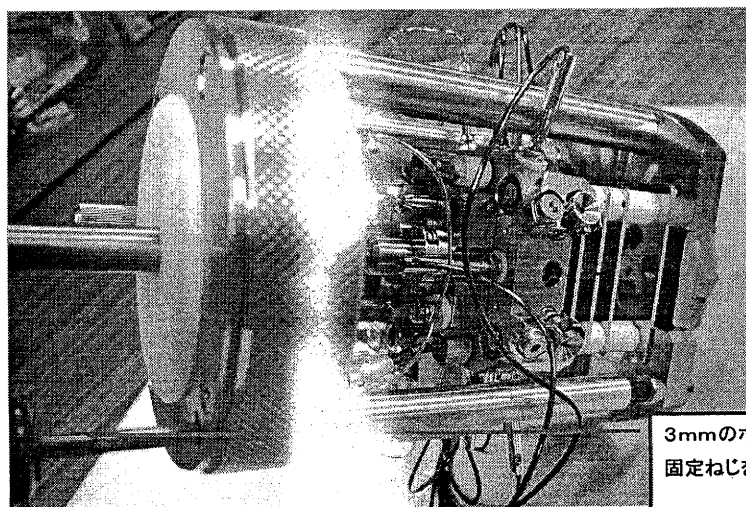


ーイオン源ブロックの取り外しー



固定ねじ2ヶ
所緩めます

治具と共にイオン源を引き抜きます



3mmのボールドライバーを使い、
固定ねじを緩めて取り外します

ーフィラメントの交換ー

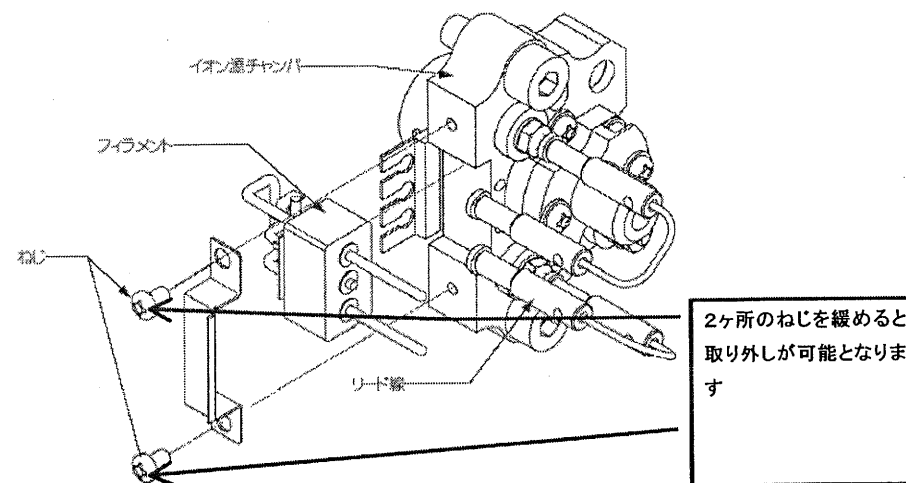


図 19 フィラメントの取り外し

ーフィラメントの位置合わせー

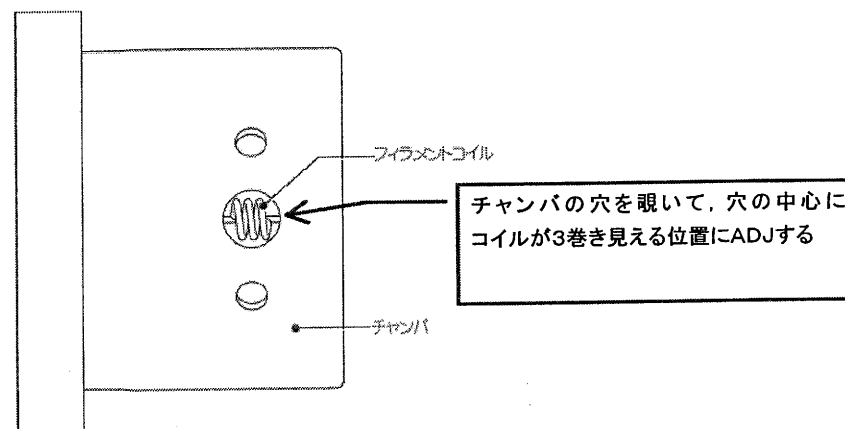


図 20 フィラメントの位置合わせ

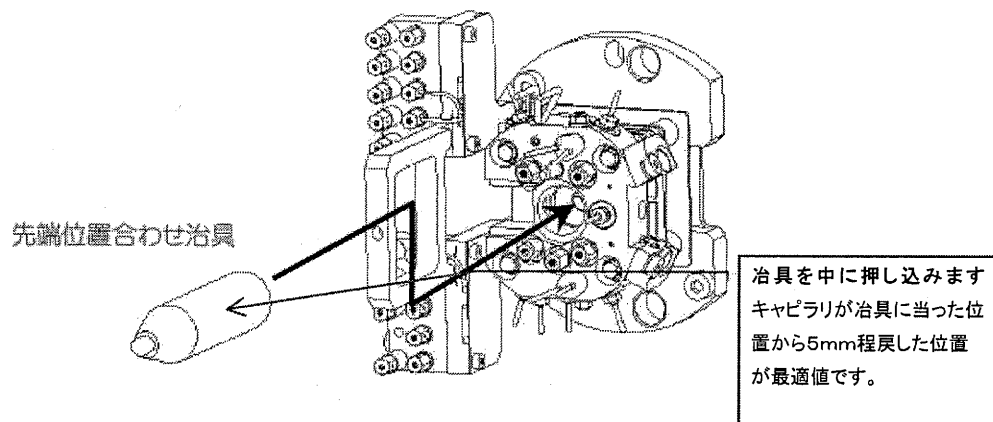


図 13 カラム先端位置合わせ専用治具の挿入

IX. GCメンテナンス

【ライナ(インサート) & O-リングの交換】

月に1度は交換しましょう

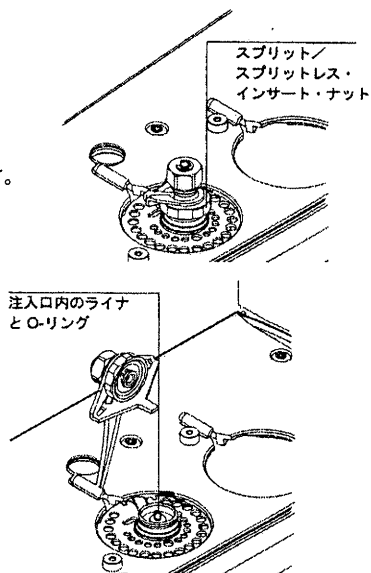
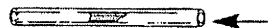
①あらかじめ次の手順を行っておきます。

- ・MSの真空をOFFにします
- ・オープン温度を室温まで下げてから、オープンをOFFにします
- ・注入口温度を室温まで下げます
- ・注入口圧力をOFFにします
- ・手袋を着用します

②スプリット/スプリットレス・インサート・ナットの位置を確かめ、専用レンチを使用してゆるめます。ライナを破損しないように注意しながら、ナットを真上の方向に取外します。

③ライナ最上部にO-リングがあります。ピンセットでライナをつかんで引き抜きます。

④ライナとO-リングを交換します。



⑤ピンセットを使ってライナを注入口に戻し、インサート・アセンブリ・ナットも元に戻した後、レンチを使ってナットをきちんと締めます。

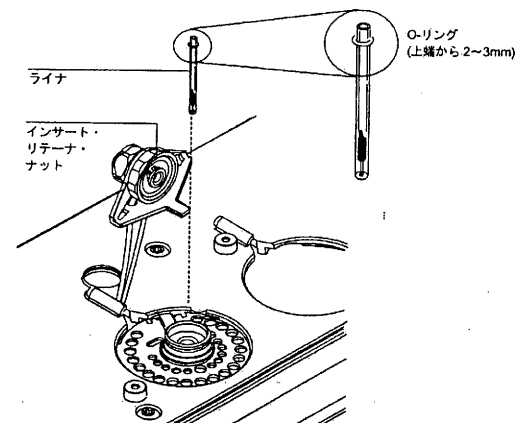
【金パッキン(注入口ベース・シール)の交換】

2ヶ月に一度は交換しましょう

感度に影響します

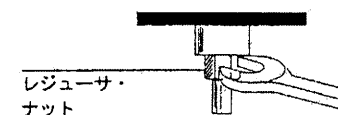
①あらかじめ次の手順を行っておきます。

- ・MSの真空をOFFにします
- ・オープン温度を室温まで下げてから、オープンをOFFにします
- ・注入口温度を室温まで下げます
- ・注入口圧力をOFFにします
- ・手袋を着用します



②注入口からカラムを取外します。汚染防止のため、カラム接続部に盲栓(キャップ)を取付けます。注入口ベース付近に断熱カップが取付けてある場合は外します。

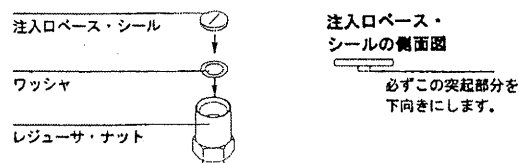
③1/2in レンチを使ってレジャーサ・ナットをゆるめ、外します。レジャーサ・ナットの内側にワッシャとシールがあるので、外します。シール交換の際には、ワッシャも交換します。



反時計方向に回すと
締まります。
緩める時は時計方向
に回します。

④手袋を着用し、注入口ベース・シールとワッシャが汚れないようにします。

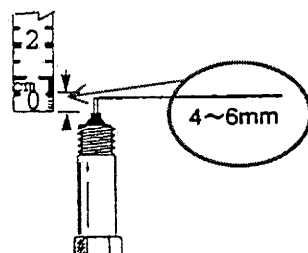
ワッシャをレジューサ・ナットにはめ込みます。
新しい注入ロベース・シールをその上に重ねます。



⑤レジューサ・ナットを元に戻します。1/2in レンチを使ってナットを締めます。
カラムと断熱カップを元に戻します。

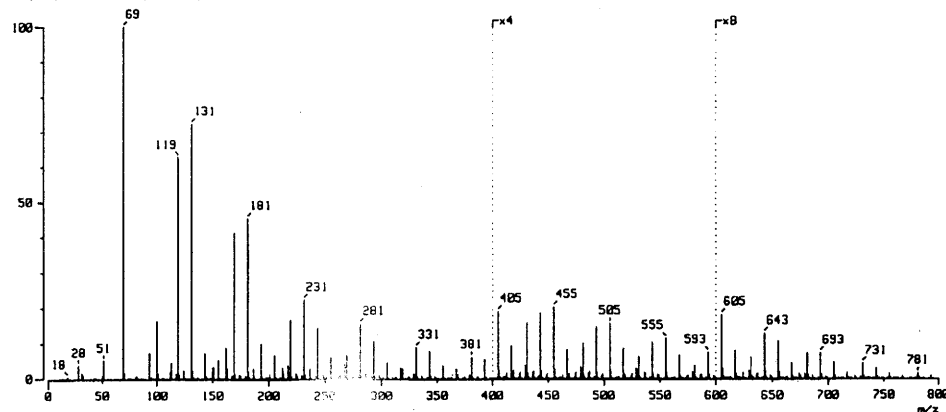
【注入口へのカラムの取付け】

図に示すようにフェラルの先端から
カラムの先が4~6mm上に出るよう
にセットします。



X 付録 PFKのマススペクトル

(1) PFK (C F)_n のEIマススペクトル

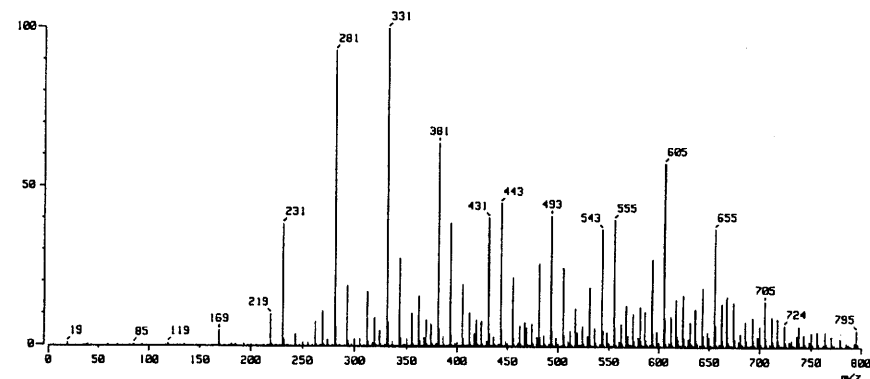


PFK(EI+) Mass Table

Nominal Mass	Formula	Exact Mass	Nominal Mass	Formula	Exact Mass
4	He	4.0026	231	C ₅ F ₉	230.9856
18	H ₂ O	18.0106	243	C ₆ F ₉	242.9856
28	CO	27.9949	255	C ₇ F ₉	254.9856
28	N ₂	28.0061	267	C ₈ F ₉	266.9856
31	CF	30.9984	269	C ₅ F ₁₁	268.9824
32	O ₂	31.9898	281	C ₆ F ₁₁	280.9824
40	Ar	39.9624	293	C ₇ F ₁₁	292.9824
43	C ₂ H ₃ O	43.0184	305	C ₈ F ₁₁	304.9824
43	C ₃ H ₇	43.0548	317	C ₉ F ₁₁	316.9824
44	CO ₂	43.9898	319	C ₆ F ₁₃	318.9792
51	CF ₂ H	51.0046	331	C ₇ F ₁₃	330.9792
55	C ₃ F	54.9984	343	C ₈ F ₁₃	342.9792
69	CF ₃	68.9952	355	C ₉ F ₁₃	354.9792
74	C ₃ F ₂	73.9968	367	C ₁₀ F ₁₃	366.9792
81	C ₂ F ₃	80.9952	369	C ₇ F ₁₅	368.9760
93	C ₃ F ₃	92.9952	381	C ₈ F ₁₅	380.9760
100	C ₂ F ₄	99.9936	393	C ₉ F ₁₅	392.9760
105	C ₄ F ₃	104.9952	405	C ₁₀ F ₁₅	404.9760
117	C ₅ F ₃	116.9952	417	C ₁₁ F ₁₅	416.9760
119	C ₂ F ₅	118.9920	419	C ₈ F ₁₇	418.9729
131	C ₃ F ₅	130.9920	431	C ₉ F ₁₇	430.9729
143	C ₄ F ₅	142.9920	443	C ₁₀ F ₁₇	442.9729
155	C ₅ F ₅	154.9920	455	C ₁₁ F ₁₇	454.9729
167	C ₆ F ₅	166.9920	467	C ₁₂ F ₁₇	466.9729
169	C ₃ F ₇	168.9888	469	C ₉ F ₁₉	468.9697
181	C ₄ F ₇	180.9888	481	C ₁₀ F ₁₉	480.9697
193	C ₅ F ₇	192.9888	493	C ₁₁ F ₁₉	462.9697
205	C ₆ F ₇	204.9888	505	C ₁₂ F ₁₉	504.9697
217	C ₇ F ₇	216.9888	517	C ₁₃ F ₁₉	516.9697
219	C ₄ F ₉	218.9856	519	C ₁₀ F ₂₁	518.9665
Nominal Mass	Formula	Exact Mass	Nominal Mass	Formula	Exact Mass
531	C ₁₁ F ₂₁	530.9665	893	C ₁₉ F ₃₅	892.9441
543	C ₁₂ F ₂₁	542.9665	905	C ₂₀ F ₃₅	904.9441
555	C ₁₃ F ₂₁	554.9665	917	C ₂₁ F ₃₅	916.9441

567	C ₁₄ F ₂₁	566.9665	931	C ₁₉ F ₃₇	930.9409
581	C ₁₂ F ₂₃	580.9633	943	C ₂₀ F ₃₇	942.9409
593	C ₁₃ F ₂₃	592.9633	955	C ₂₁ F ₃₇	954.9409
605	C ₁₄ F ₂₃	604.9633	967	C ₂₂ F ₃₇	966.9409
617	C ₁₅ F ₂₃	616.9633	981	C ₂₀ F ₃₉	980.9377
619	C ₁₂ F ₂₅	618.9601	993	C ₂₁ F ₃₉	992.9377
631	C ₁₃ F ₂₅	630.9601			
643	C ₁₄ F ₂₅	642.9601			
655	C ₁₅ F ₂₅	654.9601			
667	C ₁₆ F ₂₅	666.9601			
681	C ₁₄ F ₂₇	680.9569			
693	C ₁₅ F ₂₇	692.9569			
707	C ₁₆ F ₂₇	704.9569			
717	C ₁₇ F ₂₇	716.9569			
731	C ₁₅ F ₂₉	730.9537			
743	C ₁₆ F ₂₉	742.9537			
755	C ₁₇ F ₂₉	754.9537			
767	C ₁₈ F ₂₉	766.9537			
781	C ₁₆ F ₃₁	780.9505			
793	C ₁₇ F ₃₁	792.9505			
805	C ₁₈ F ₃₁	804.9505			
817	C ₁₉ F ₃₁	816.9505			
831	C ₁₇ F ₃₃	830.9473			
843	C ₁₈ F ₃₃	842.9473			
855	C ₁₉ F ₃₃	854.9473			
867	C ₂₀ F ₃₃	866.9473			
881	C ₁₈ F ₃₅	880.9441			

(2) PFKの負イオンCIマスペクトル(試薬ガス:イソブタン)



PFK(EI-) Mass Table

Nominal Mass	Formula	Exact Mass	Nominal Mass	Formula	Exact Mass
19	F	18.9984	324	C ₈ F ₁₂	323.9808
35	Cl	34.9689	331	C ₇ F ₁₃	330.9792
59	C ₂ FO	58.9933	343	C ₈ F ₁₃	342.9792
70	Cl ₂	69.9377	350	C ₇ F ₁₄	349.9777
85	CF ₃ O	84.9901	362	C ₈ F ₁₄	361.9777
93	C ₃ F ₃	92.9952	374	C ₉ F ₁₄	373.9777
119	C ₂ F ₅	118.9920	381	C ₈ F ₁₅	380.9761
128	C ₃ F ₄ O	127.9885	393	C ₉ F ₁₅	392.9761
135	C ₂ F ₅ O	134.9869	400	C ₈ F ₁₆	399.9745
147	C ₃ F ₅ O	146.9869	405	C ₁₀ F ₁₅	404.9761
162	C ₄ F ₆	161.9904	412	C ₉ F ₁₆	411.9745
169	C ₃ F ₇	168.9888	424	C ₁₀ F ₁₆	423.9745
174	C ₅ F ₆	173.9904	431	C ₉ F ₁₇	430.9729
181	C ₄ F ₇	180.9888	443	C ₁₀ F ₁₇	442.9729
185	C ₃ F ₇ O	184.9837	455	C ₁₁ F ₁₇	454.9729
193	C ₅ F ₇	192.9888	462	C ₁₀ F ₁₈	461.9713
200	C ₄ F ₈	199.9872	474	C ₁₁ F ₁₈	473.9713
212	C ₅ F ₈	211.9872	481	C ₁₀ F ₁₉	480.9697
219	C ₄ F ₉	218.9856	493	C ₁₁ F ₁₉	492.9697
224	C ₆ F ₈	223.9872	505	C ₁₂ F ₁₉	504.9697
231	C ₅ F ₉	230.9856	512	C ₁₁ F ₂₀	511.9681
250	C ₅ F ₁₀	249.9840	524	C ₁₂ F ₂₀	523.9681
262	C ₆ F ₁₀	261.9840	531	C ₁₁ F ₂₁	530.9665
269	C ₅ F ₁₁	268.9824	536	C ₁₃ F ₂₀	535.9681

274	C ₇ F ₁₀	273.9840	543	C ₁₂ F ₂₁	542.9665
281	C ₈ F ₁₁	280.9824	550	C ₁₁ F ₂₂	549.9649
293	C ₇ F ₁₁	292.9824	555	C ₁₃ F ₂₁	554.9665
300	C ₈ F ₁₂	299.9808	562	C ₁₂ F ₂₂	561.9649
312	C ₇ F ₁₂	311.9808	574	C ₁₃ F ₂₂	573.9649
319	C ₈ F ₁₃	318.9792	586	C ₁₄ F ₂₂	585.9649

PFK(EI-) Mass Table

Nominal Mass	Formura	Exact Mass	Nominal Mass	Formura	Exact Mass
593	C ₁₃ F ₂₃	592.9633	900	C ₁₈ F ₃₆	899.9425
600	C ₁₂ F ₂₄	599.9617	912	C ₁₉ F ₃₆	911.9425
605	C ₁₄ F ₂₃	604.9633	924	C ₂₀ F ₃₆	923.9425
612	C ₁₃ F ₂₄	611.9617	936	C ₂₁ F ₃₆	935.9425
624	C ₁₄ F ₂₄	623.9617	948	C ₂₂ F ₃₆	947.9425
636	C ₁₅ F ₂₄	635.9617	950	C ₁₉ F ₃₈	949.9393
650	C ₁₃ F ₂₆	649.9585	962	C ₂₀ F ₃₈	961.9393
662	C ₁₄ F ₂₆	661.9585	974	C ₂₁ F ₃₈	973.9393
674	C ₁₅ F ₂₆	673.9585	986	C ₂₂ F ₃₈	985.9393
686	C ₁₆ F ₂₆	685.9585	998	C ₂₃ F ₃₈	997.9393
700	C ₁₄ F ₂₈	699.9553			
712	C ₁₅ F ₂₈	711.9553			
724	C ₁₆ F ₂₈	723.9553			
736	C ₁₇ F ₂₈	735.9553			
748	C ₁₈ F ₂₈	747.9553			
750	C ₁₅ F ₃₀	749.9521			
762	C ₁₆ F ₃₀	761.9521			
774	C ₁₇ F ₃₀	773.9521			
786	C ₁₈ F ₃₀	785.9521			
798	C ₁₇ F ₂₉	797.9521			
800	C ₁₆ F ₃₂	799.9489			
812	C ₁₇ F ₃₂	811.9489			
824	C ₁₈ F ₃₂	823.9489			
836	C ₁₉ F ₃₂	835.9489			
848	C ₂₀ F ₃₂	847.9489			
850	C ₁₇ F ₃₄	849.9517			
862	C ₁₈ F ₃₄	861.9517			
874	C ₁₉ F ₃₄	873.9517			
886	C ₂₀ F ₃₄	885.9517			
898	C ₂₁ F ₃₄	897.9517			

USB

acc file

pdf

11.7.77

2.8.77