

AccuTOF CS 簡易マニュアル

2011. 5. 17 版

装置 URL : <http://www.chem.tsukuba.ac.jp/accutof/CS.html>

サンプル濃度は、 5×10^{-5} mol/L 以下 (非イオン性物質) または 1×10^{-5} mol/L 以下 (イオン性物質)。

携行物

- ・ マニュアル
- ・ 濾過済みのサンプル溶液(プロトン性溶媒が好ましい)、廃液瓶

1. 使用記録に記入

2. 測定準備

隔離バルブを開け、シリンジポンプの電源を入れる。ガスの残量をチェックし、ノートに記録する (前回使用者が使用後に記した残量と一致するはず)。

3. サンプルのセット

シリンジでサンプル溶液をとり、シリンジポンプにセットする。

4. 分析用ソフトウェアの起動

デスクトップから「Mass Center メイン」を立ち上げる。

5. 市川研究室用のプロジェクトを開く

[MassCenter メイン—ファイル—プロジェクトを開く] で ichikawa1 を開く。市川研究室割り当て分として ichikawa2 もあるが、当面使わない。

6. 分析系を立ち上げる

6.1 [MassCenter メイン—装置—MS 調整] で MS 調整マネージャを開く。

6.2 [MS 調整マネージャ—ファイル—MS 調整条件を開く] で [ESI+_1000_2010_5_7] を選ぶ。

6.3 [真空度ビュー] を確認し、使用記録に記録する。

6.4 MS 調整マネージャのドロップダウンメニューを[操作]に変更する。これにより、イオン源部や分析部に電源が入り、イオンが観測され始める(データは保存していない)。ネブラ

イジングガスと脱溶媒ガスのチェックをはずす。ガスは測定と洗浄のときのみ流すこと。
そうでないとボンベのガスがすぐなくなる。設定温度に到達するのを待つ。

6.5 [MS 調整マネージャ—表示—スペクトルモニターモニタ 1]で分析部の様子をチェック。

7. 測定

7.1 ネブライジングガスと脱溶媒ガスを流す。

7.2 [MS 調整マネージャ—測定—単発測定] を選択し、単発測定ウィザードを立ち上げる。最初の画面はスキップする。

7.3 測定データ名を入力する。年度名のフォルダ (2011 など) に、**avance 500** と同じ形式で保存すること(ft-110517-035-xxx)。

7.4 [既存の MS 測定条件を使う] にチェックを入れ、[ESI+_1000_2011_4_14] を選択する (この測定は分子量 1000 まで。それ以上の分子量の化合物を測定したい場合は藤田まで。ESI-を測定したい場合も同様)。

7.5 [MS 測定条件の終了時間を用いる] にチェックを入れる。

7.6 [データ処理条件] はスキップ。

7.7 [完了] をクリック。

7.8 画面上の[測定開始]をクリックした後、シリンジポンプの[run]のボタンを押して測定を始める。

7.9 ピークが出続けるのを[スペクトルビューワ]で確認したら[MassCenter メイン—測定の中
止]で測定を終了する。

7.10 シリンジポンプの[stop]のボタンを押した後、シリンジを洗浄用メタノールで洗浄し (針先はメタノールを染み込ませたキムワイプで拭く。それからシリンジ内を 10 回以上)、さらに洗浄したシリンジとシリンジポンプを用いて流路をメタノールで 3 分間洗浄する。
[MS 調整マネージャ—表示—スペクトルモニターモニタ 1]でピークの消失を確認する。洗浄後、バックグラウンドの最大ピークを与える m/z の値と最大強度を使用記録に記す。

7.11 ネブライジングガス、脱溶媒ガスを止めて、MS 調整マネージャのドロップダウンメニューを[排気完了]に戻す。

8. データ解析

8.1 クロマトビューワから、自分の測定データを開く。

8.2 クロマト上で右ダブルクリックすると、その保持時間におけるマススペクトルがスペクトルビューワに表示される。または、クロマト上で右ドラッグすると選択した時間帯の平均

マススペクトルがスペクトルビューワに表示される。流路に Na⁺が存在するため、分子量は+23 で現れる。

8.3 [ファイル—印刷] から[EPSON LP-1400] を選んで OK をクリック。

9. 終了

10.1 全てのウィンドウを閉じ、最後に MassCenter メインを終了する。「MS 調整条件を保存しますか？」と出ても[いいえ]をクリックする。PC は立ち上げたままでよい。

10.2 シリンジポンプの電源を切り、隔離バルブを閉じる。

10. 使用記録に記入

注意事項

- ・ **サンプルは測定溶媒に溶かしたのち、各研究室においてミリポアなどのフィルターで必ず濾過する。**
- ・ 黄色いラベルを貼った、洗浄用・・・の広口瓶にはシリンジを直接浸して結構です。ただし、浸す前に針先をキムワイプでよくぬぐい、かつ浸している最中にシリンジの内容物を広口瓶に押し出さないようにしてください（コンタミ防止のため）。
- ・ マイクロフィーダー（シリンジポンプ）の設定を変更した場合は、最後に必ず戻してください。
- ・ 利用後は、自分のサンプル由来のイオンカウントが2000以下になるよう洗浄してください。
- ・ 窒素ガスが1 MPaを切ったら、研究室責任者がポンベを交換し、その旨管理責任者にお知らせください。
- ・ イオン源交換は、研究室責任者と教職員のほか、研究室責任者から直接指導を受けた博士後期課程の学生にも認めます。
- ・ **速やかな連絡・対処を徹底する。流路の詰まり、溶媒切れ、シリンジの破損、装置の異常等。**