AccuTOF CS ESI-MS測定

2010.06.22 鍋島研究室

0. webページより予約を行う。url: http://www.chem.tsukuba.ac.jp/accutof/index.html password: cs

1. 測定ノートを記入する。特に窒素ボンベの残量に注意。10 MPaより低い場合は交換する。窒素ボンベの消費量 が多いので十分注意して使用すること。

2. PCのデスクトップから、MassCenterを起動(下記のショートカットアイコンをダブルクリック)



3. ツールバーから、「ファイル」→「プロジェクトを開く」をクリックし、プロジェクト一覧からNabeshima1を選ぶ



4. ツールバーから、「装置」→「MS調整」をクリックし、MS調整マネージャー画面を開く。

5. ツールバーから、「ファイル」 → 「MS調整条件を開く」をクリックし、測定したい条件のファイルを選ぶ。

6. 装置の真空度を確認し、<u>測定ノートに記入する</u>。真空度がグリーンであることを確認する。イエローであれば 測定を行わない。

7. 左のウインドウから「検出部」をクリックし、検出器電圧を表示する。数字をノートに記入する。



8. 装置の状態を「排気完了」から「ウォームアップ」に変更

9. 装置の状態を「ウォームアップ」から「待機」に変更

気化室の温度が設定温度に到達するまで、5分程度かかります。設定温度に到達しなくても次の操作に移って 構いません。ただし、測定を行う際には温度が安定していることを確認すること。データの再現性がでないだけでな く、エラーがでてアプリケーションがフリーズします。

10. ブランク溶媒をシリンジにセットし、シリンジポンプをONにする。

11. 分析部とのジョイントを開ける。

このジョイントは測定時以外はなるべく閉めること。

 装置の状態を「待機」から「操作」に変更 窒素ガスが流れはじめ、ピークの検出が始まります。 しばらく、ブランク溶媒を流して、シグナル強度が十分小さいことを確認してください。 ブランク溶媒の確認が終わったら、サンプルに交換します。測定を行わないときに、こまめに窒素ガスを止め ることで窒素ガスの使用量を抑えることができます。

13. シリンジにサンプル溶液をセットし、目的物のシグナルが十分な強度で検出されていることを確認。サンプルは10⁻⁷ Mの濃度で十分検出できます。なるべく薄い濃度で測定しましょう。

14. シグナルの検出ができたら、ツールバーの「測定」→「単発測定」をクリック

15. 設定を読み込むにチェックしないで、「次へ」をクリック

16. 測定データ名(実験番号など)、試料名(化合物名など)、測定フォルダ(各人一つフォルダを用意します)を入 力して、「次へ」をクリック

17. 測定時間を入力 1 min から10 min程度。シグナルの感度に依存します。

18. 「完了」をクリック。クロマトビューワー、スペクトルビューワーが起動する。「測定開始」をクリックすると測定が始まる。

18. 測定終了後、できるだけ速く、窒素ガスを止め、ジョイントを閉める。次に測定するサンプルがある場合でもなるべく使用しないときは、ガス、ジョイントを閉めておく。

19. データ解析は、スペクトルビューワー左のデータから、測定ファイルを開くとスペクトルが表示される。同位体パ ターンニングなどお好みでどうぞ。ツールバーの「ファイル」→「名前を付けて保存」→「JEOL-DX(J)」を選ぶ とテキストファイル形式で保存できます。データはMS専用のCD-Rを使ってもってくること。<u>USBメモリ使用禁止!</u> 20. 測定終了後、測定に用いた溶媒で洗浄。洗浄溶媒としてメタノールが測定室に用意してあります。測定に用いたサンプルが観測されないことを確認してください。

どうしても、シグナルが消えないときはスタッフに報告! すぐに対応できますので、あせらないように。

21. 終了前に窒素ガスが止まっていること、ジョイントが閉じていること、窒素ボンベの残量を確認し、ノートに記入

22. 「操作」→「待機」→「ウォームアップ」→「排気完了」の順に変更。すぐに変えて構いません。

23. アプリケーションを終了。ノートを記入して終了する。