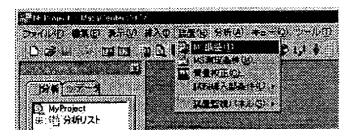
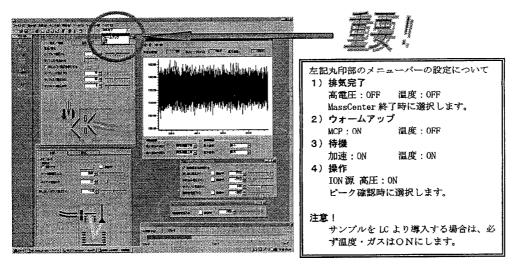
- 0. webページより予約を行う。url: http://www.chem.tsukuba.ac.jp/accutof/index.html password: cs
- 1. 測定ノートを記入する。特に窒素ボンベの残量に注意。10 MPaより低い場合は交換する。窒素ボンベの消費量が多いので十分注意して使用すること。
- 2. PCのデスクトップから、MassCenterを起動 (下記のショートカットアイコンをダブルクリック)



- 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。
- 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。
- 12. 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。USBメモリ使用禁止!

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。