

AccuTOF GCv 簡易マニュアル

2010. 5. 27 版

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

やってはならないこと

- ・ 10^{-5} mol/L を超える濃度のサンプルを打ち込むこと
- ・ 「質量校正」 を実行すること
- ・ USB メモリや生でない CD-ROM を PC にセットすること

いずれの場合も、他の研究室に迷惑がかかります。

1. 使用記録に記入

2. オートサンプラーの洗浄用アセトンの残量確認

ターンテーブルの A 11 のボトルに半分以上アセトンが入っていなかった場合は、作業台上の「サンプル希釈用アセトン」(広口瓶) から適量補充する。

3. サンプルのセット

10^{-5} mol/L 以下に調製したサンプルを専用バイアルに移し、オートサンプラーの任意の位置にセットする。

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] でファイル名が最も新しい日付になっているファイルを開く (例:100521)。

6.3 [MS 調整マネージャ—検出部—検出器電圧] 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)。

7. 測定

- 7.1 [MassCenter メイン—分析—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。
- 7.2 測定データ名を入力する。年度名のフォルダ（2010 など）に、avance 500 と同じ形式で保存すること（fk-100531-589-xxx）。
- 7.3 [オートサンプラを使用する] にチェックを入れ、サンプルをセットした位置番号を[試料番号]に入力する。
- 7.4 [既存の MS 測定条件を使う] にチェックを入れ、[単発測定 35-800] を選択する。
- 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 Agilent7890A 条件ファイル(GC の条件)を選択する。¹
- 7.7 [データ処理条件] はスキップ。
- 7.8 [完了] をクリックすることで、測定が始まる。クロマトビューワとスペクトルビューワが立ち上がる。²³
- 7.9 その日の測定終了時に、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。⁴

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。
- 8.3 [スペクトル—質量電荷比の決定] を実行し、バー型スペクトルに変換する。[質量電荷比の決定] ウィンドウをそのまま閉じる。

9. 使用記録に記入

10. 退室

- 10.1 MS 調整マネージャのドロップダウンメニューが[排気完了]に戻っていることを確認する。
- 10.2 全てのウィンドウを閉じ、最後に MassCenter メインを終了する。PC は立ち上げたままでよい。
- 10.3 標準試料導入部の OPERATION VALVE が CUT OFF に、FLOW CONTROL VALVE が赤シールの位置になっていることを確認する。

¹ 規定以外の条件で GC を動作させたい場合：研究室責任者にファイル作成を依頼すること。

² イオン源部や分析部の温度が設定値に達しないうちに測定しようとする、「MS 装置の温度が異常なため、測定できません。装置の状態を確認してください。」とのエラーがでる。これらの温度は[MS 調製マネージャ—イオン源—温度/ガス]などで確認できる。通常は、分析系を立ち上げてから数分で測定が可能になる。

³ 測定を途中で切り上げたい場合：[MassCenter メイン—キュービュー] で[中止]をクリック。

⁴ 複数のサンプルを測定する場合はいちいち「排気完了」に戻さなくてよい。中座後測定を再開する場合は、[操作]から「フォームアップ」に変更する。「排気完了」にするのは、その日の全ての測定が終了する場合のみ。

ハイマス (HRMS) 測定

測定そのものはローマス (LRMS) と変わりません。検出器が飽和しないよう、サンプル濃度と PFK の流量を調整するのがコツです。

1. サンプル濃度の調整

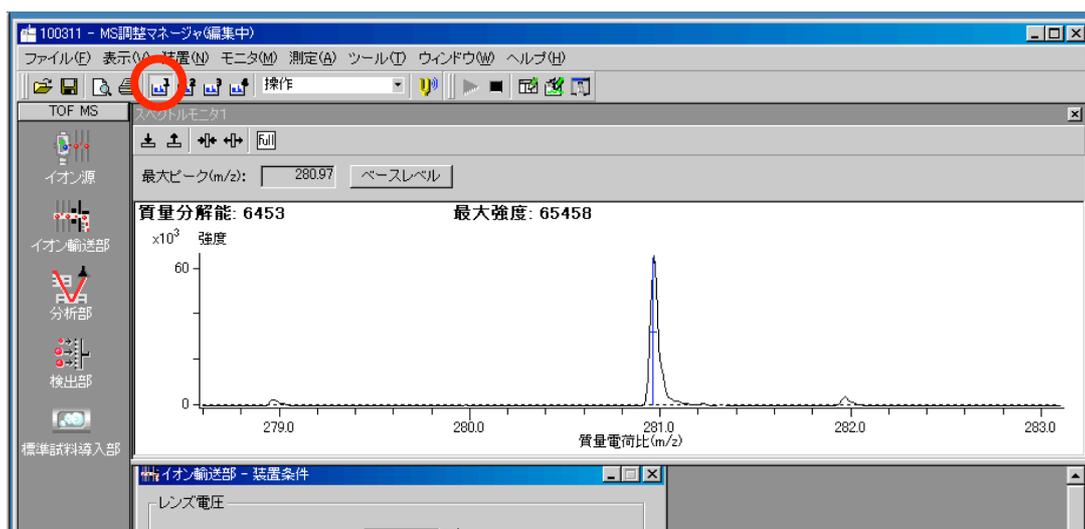
見たいイオンのイオンカウントが 20,000 程度になるよう、サンプル濃度を調整する。

2. PFK 流量の調整の質量分解能の確認

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

2.2 [MS 調整マネージャ—ファイル—MS 調整条件を開く] でファイル名が最も新しい日付になっているファイルを開く (例:100521)。

2.3 MS 調整ウィンドウ内でスペクトルモニタ 1 を開く (すでに開いている場合もある)。



2.5 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。

2.6 標準試料導入部の OPERATION VALVE を ADMI. (青シールの位置) に切り替える。FLOW CONTROL VALVE を反時計回りにまわすと、PFK(標準物質)が出はじめる。スペクトルモニタ 1 で m/z 69 の強度が 50,000 程度になるよう、⁵ FLOW CONTROL VALVE を調整する。⁶

2.7 m/z 281 \pm 2 の範囲で質量分解能が 6,000 以上であることを確認し、⁷スペクトルモニタ 1 を閉じる。

⁵ スペクトルモニタ 1 を拡大しすぎた場合：左ダブルクリックで戻る。

⁶ 注意：FLOW CONTROL VALVE は少しの動きで十分変わる。普段 PFK を流さない時は赤シールの位置にあり、緑シール付近で普通はちょうどよい。緑シールより先に回しても PFK が出ない時は、PFK が枯渇している可能性があるため、研究室責任者まで連絡すること。FLOW CONTROL VALVE を黄シールより先には絶対にまわさないこと。PFK 流量が決まったら、以降は FLOW CONTROL VALVE はいじらない。ただし、PFK 節約のために、OPERATION VALVE はこまめに CUT OFF にしてください。

⁷ 質量分解能が 6,000 を切っていた場合：研究室責任者に調整を依頼すること。

3. 測定

PFK を流し続けながら、LRMS と全く同様の手順で測定する。測定が終了したら、標準試料導入部の OPERATION VALVE を CUT OFF に、FLOW CONTROL VALVE を赤シールの位置に戻す。その日の測定終了時に、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。

4. データ解析

4.1 欲しい m/z を含むスペクトルを見つけたら、質量電荷比の決定を実行し、バー型スペクトルに変換する。

4.2 [スペクトルビューワーツール—質量校正情報の変更] を選択し、[質量ドリフト補正データ] の [変更] をクリックする。[内部質量ドリフト補正] を選択し、内部質量ドリフト補正ウィザードを立ち上げる。最初の画面はスキップする。注意：間違っても、質量校正データの方を変更しないこと。

4.3 [質量参照情報] の [参照] をクリックし、PFK_positive-EI-milli を選択する。

4.4 [完了] をクリックし、ウィザードを終了すると、質量ドリフト補正ビューワが表示される。

4.5 1-R, 1-R*が 10^{-10} 以下であることを確認する。⁸

4.6 [ファイル—更新] を選択する。×で閉じる。

4.7 質量ドリフト補正データが保存されたので、OK をクリックして[質量校正情報の変更] ウィンドウを閉じる。

5. 誤差の計算・または組成推定（オプション）

5.1 [スペクトルビューワーツール—組成推定] を選択する。

5.2 [元素条件] や [許容誤差] を適切に設定する。

5.3 目的イオンの付近をドラッグし、適当に拡大する。

5.4 目的イオンを左クリックし、選択する。

5.5 [推定] をクリックし、HRMS が当たっているかどうかを確認する。または、推定分子式を確認する。

⁸ 1-R, 1-R*が 10^{-10} 以下でない場合：都合の悪いデータを何点か外すことによって改善される場合もある。左クリックでイオンを指定し、右クリックで「割り当ての削除」を選択する。努力しても 1-R, 1-R*が向上しない場合：PFK 強度が不適正である可能性が高い。PFK 流量を調整し直した方が早い。