

質量分析装置 (MS) (JMS-600)

操作手順書

EI 低分解能測定 (Direct Probe)

横浜国立大学機器分析評価センター

作 成 日	2015 年 9 月 24 日	
手順書 No.	MS600 - 05	
作 成	承 認	

目 次

EI 低分解能測定 (Direct Probe)

A. 装置の準備	_____	L- 3
B. チューニングとキャリブレーション	_____	L- 8
C. 測定	_____	L- 15
D. データ処理	_____	L- 20
E. 終了操作	_____	L- 22

【別冊】

EI 高分解能測定 (Direct Probe)

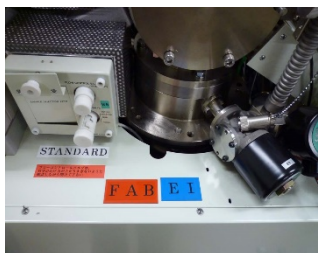
EI 低分解能測定 (GC)

A1 等の記号は、装置の本体に貼り付けたラベルを示し、それぞれ本書で分類した A～E の作業項目に対応している。「**A:装置の準備**」を赤、「**B:チューニングとキャリブレーション**」を緑、「**C:測定**」を黄色のラベルを用いた。

JMS-600 操作マニュアル (EI 低分解能測定 : Direct Probe)

A 装置の準備

A-1 EI 用イオン源が設置されていることを確認する。



イオン源交換表示ラベル
EI/FAB

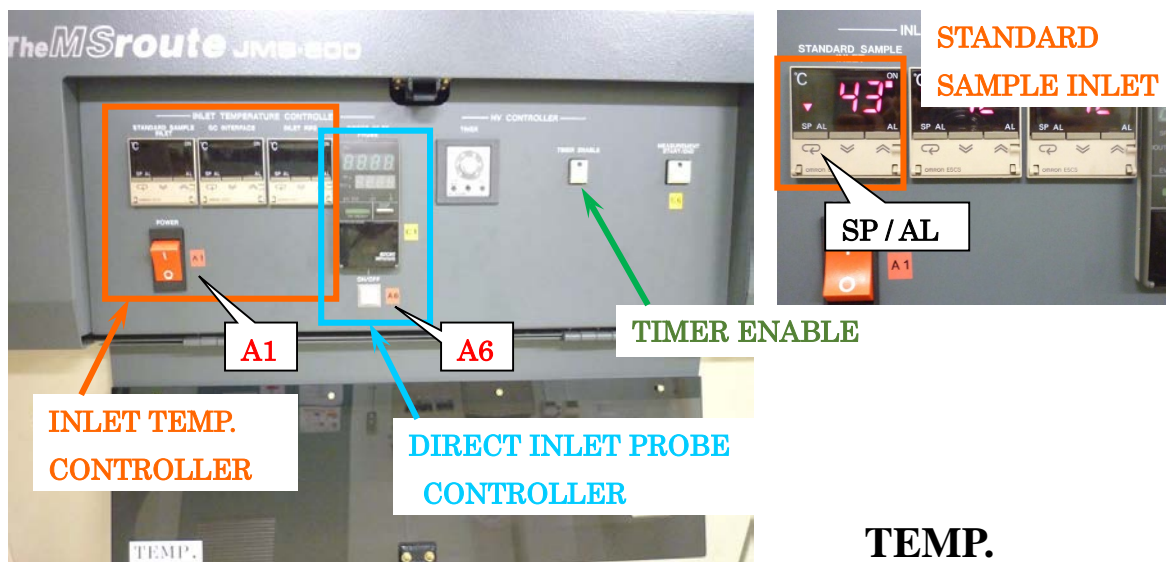


EI イオン源



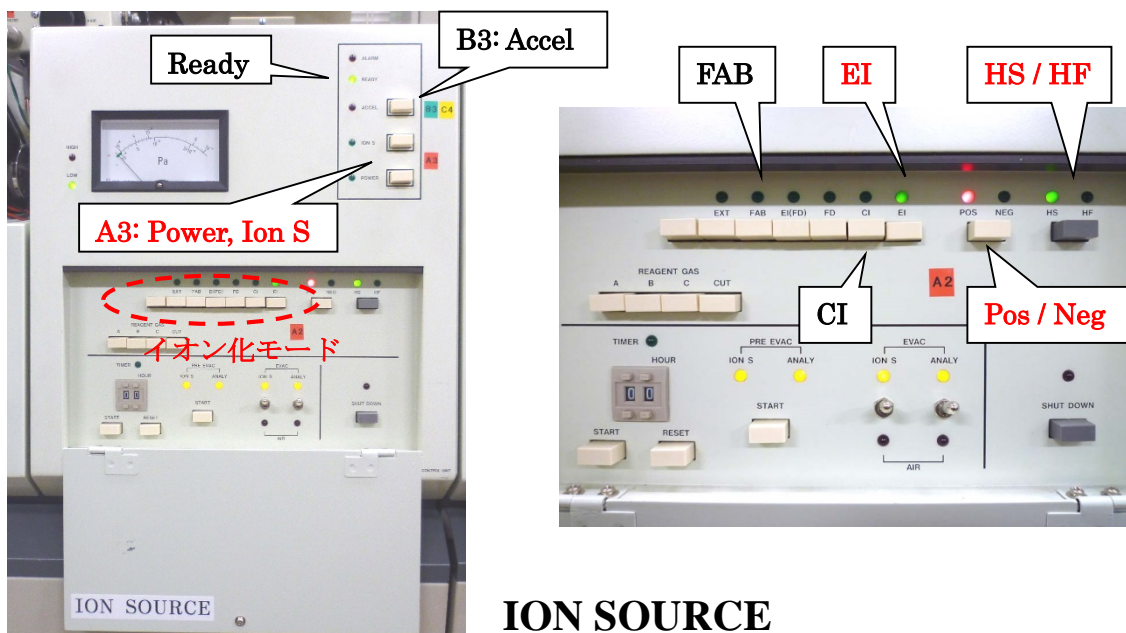
FAB イオン源

A-2 本体左側 (**TEMP.**) にある INLET TEMP. CONTROLLER **A1** の電源を入れる。
STANDARD SAMPLE INLET (PFK) の温度設定は 70℃とする^{*1}。HV
CONTROLLER の TIMER ENABLE のランプが点灯していたら、スイッチを切ってお
く。



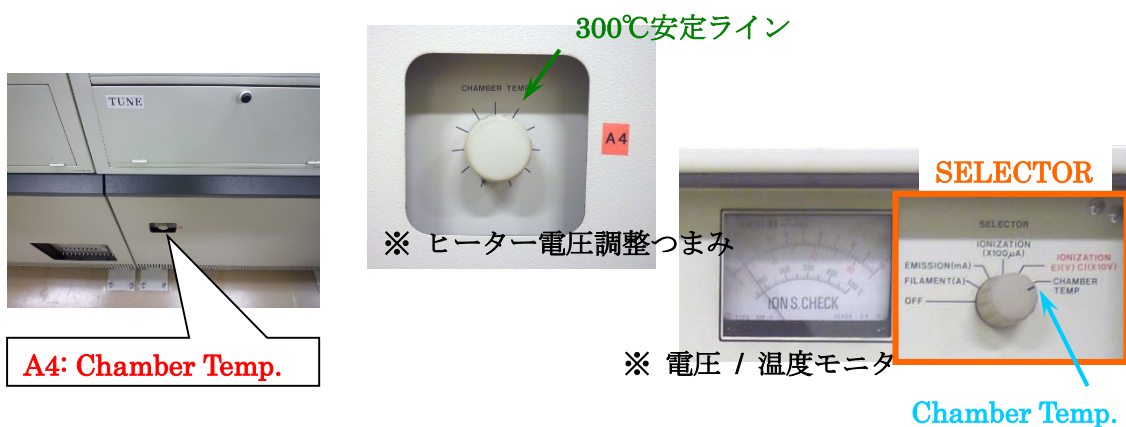
¹ SP/AL 切り替えキー (ランプが点灯/消灯) と $\Delta \nabla$ キーで設定を変更できる。SP 点灯=セットポイント、AL 点灯=アラームであり、通常 SP を 70 にして AL はそれより高い温度にする。SP/AL 消灯時は現在の温度を示す。

- A-3 本体パネル (**ION SOURCE**) のカバーを開け、イオン化モードを設定する **A2** (EI, POS, HS/HF^{*2})。



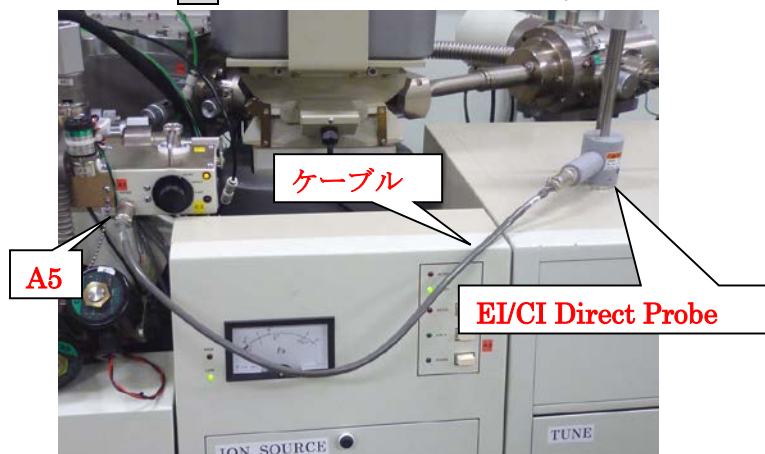
- A-4 **ION SOURCE** の上方に Ready ランプがあるので、点灯を確認する。POWER、続いて ION S の電源 **A3** を入れる。

- A-5 本体中央下の CHAMBER TEMP **A4** のつまみを適量回す。



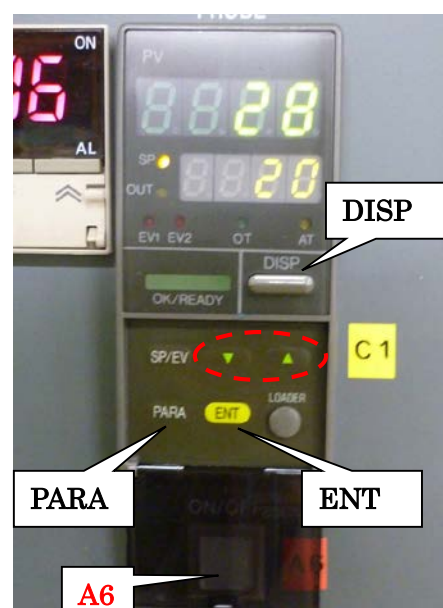
² 測定する質量数が 800 以下程度ならば HS でよい。

A-6 プローブ **A5** を写真のようにセットする。

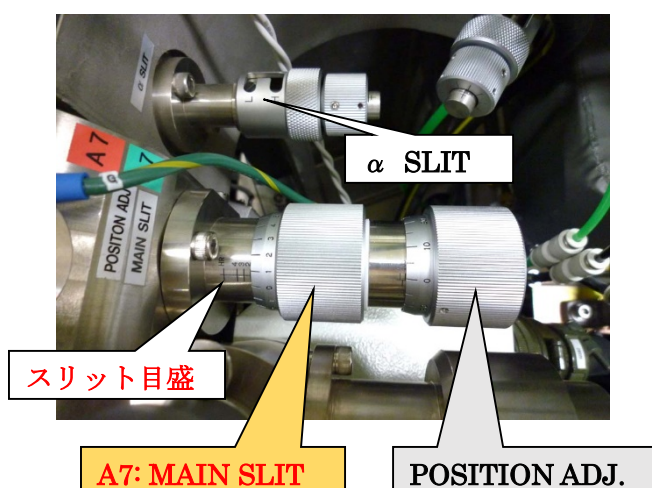


A-7 **TEMP.** の DIRECT INLET PROBE コントローラ **A6** の電源を入れる。

DIRECT INLET PROBE
CONTROLLER



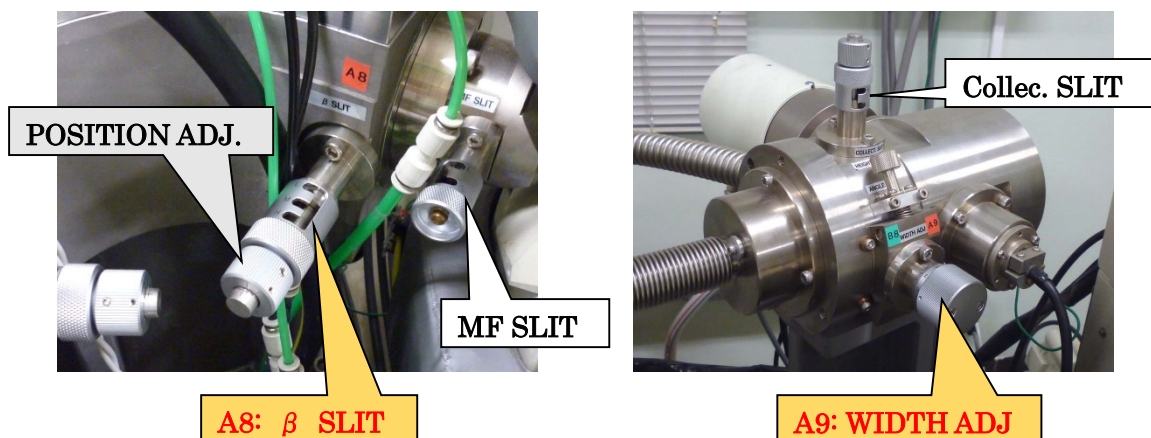
A-8 スリットを確認する **A7** **A8** **A9**。低分解能の基本セットは Resolution=1500 (下記)。スリットは、なるべくゆっくり切り替えること。



【注意】

POSITION ADJ.

は動かさないこと。



	A7		A8			A9
Resolution	MAIN SLIT	α SLIT	β SLIT	MF SLIT	Collec. SLIT	WIDTH ADJ
500	about 1	L	L	L	L	about 150
1500	about 2	L	L(M)	L	L	about 50
3000	about 3	L	M	L	L	about 25
5000	about 4	L(H)	M or H	L(H)	L(H)	about 15

※ MAIN SLIT、WIDTH ADJ の値は正確でないので、「B.チューニングとキャリブレーション」にて調整を行う。

※ 分解能(10%谷定義)500 の場合、 m/z 500 と 501 の同強度のピーク二つが、丁度高さの 1/10 で繋がる程度となる。

※ 磁場型装置では、分解能と感度はトレードオフの関係である。

A-9 約 20 分待つ。少なくとも **TEMP.** の STANDARD SAMPLE INLET の表示に緑ランプが点灯するまで待つ。また、本体パネル (**TUNE**) にある SELECTOR で CHAMBER TEMP に合わせて温度を調べる。温度が 200°C 以上になっていると好ましい。^{*3}

³ チャンバー温度は、フラグメントパターンとピーク強度に大きく影響する（試料に依存する）。



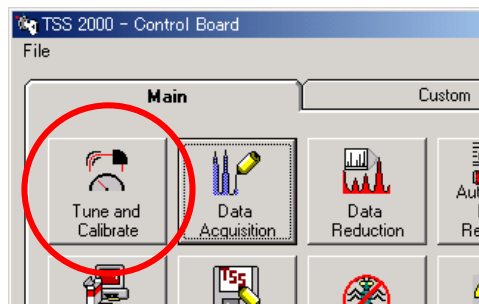
SELECTOR

B チューニングとキャリブレーション

- B-1 パソコンのモニターを表示し、TSS 2000 を立ち上げる。

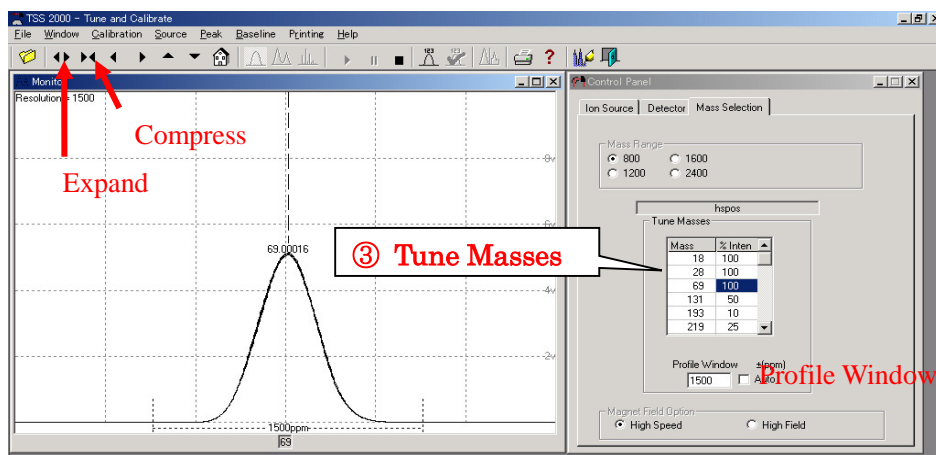
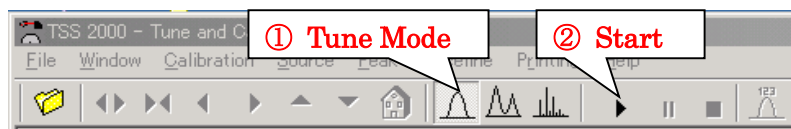


- B-2 Tune and Calibrate を開く *4



- B-3 Instrument Status の画面が出てきたら **OK** を押す。

- B-4 Tune Mode にする。



TUNE MODE

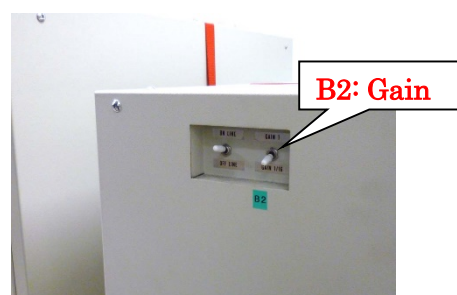
- B-5 測定モード(EI または FAB)を変更したいときは、Open File を実行し、Setup file を読み込む (EI/POS/HS ならば、eiposhs.stp)。

4 ここでエラーメッセージが表示されたときは、セットアップファイルが壊れているので、「無視」をクリックしてウィンドウを閉じる（ここで閉じられない場合は APU ユニットの再起動が必要）。その後、メニューの Calibration - Load Calibration Table を選択し、ウィンドウを開く。末尾の拡張子が [.TUC] のファイルのうち、適切なもの (PFK のデータが入っているもの) を選択して読み込む。エラーが表示されなければ続けて作業を行う。

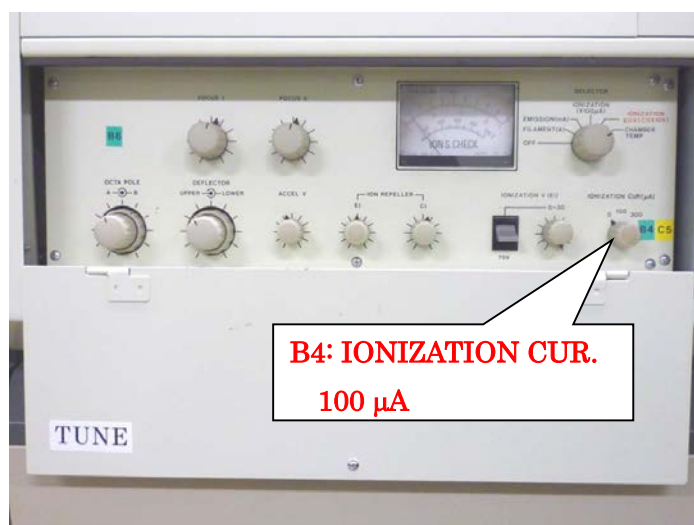
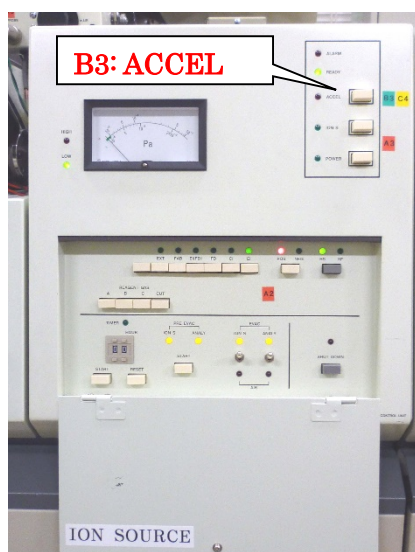
* 右図のメッセージが表示されたときは、
HS/HF の変更が必要なため、OK して該当
する適切な Tune & Calibrate File (hs800.tuc
など) を読み、開いた Calibration File を
OK とする *4



- B-6 Detector タブを開いて、Automatic にチェックが入っていなければ、通常はチェックを入れる（高周波ノイズが自動的に低減される）。
- B-7 Start ▶ し、Tune Masses のリストから調整に使用する PFK のピークを選ぶ (m/z 69 と 131 が調整しやすい。これらがリストにない場合は、測定モードが FAB 法になっている可能性があり、戻ってモード変更を行う)
- B-8 Profile Window を 10000 程度にして広げる（ツールバーの Compress を使用してもよい）
- B-9 **TUNE** パネルの ION MULTI **B1**: 1.0、APU ユニット(本体右側の付属装置)のゲイン **B2**: 1/16 になっていることを確認する。



- B-10 **ION SOURCE** パネルの上にある ACCEL(加速電圧)ボタン **B3** を ON、**TUNE** パネルの IONIZATION CUR.(イオン化電流) **B4** を 100 μ A にする。





B5 (STANDARD)



HIGH ランプを 点灯させない！

ている場合があるので、圧力計を確認しながら開ける^{*5}。

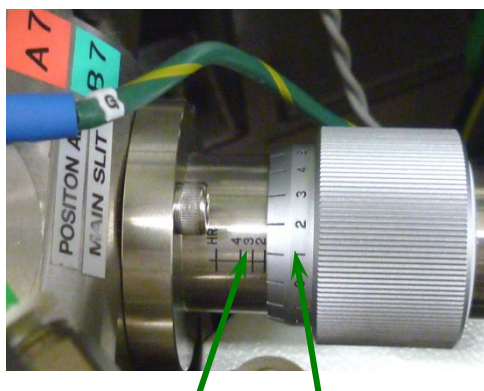
ークが確認できなかったら画面外にあるかもしれないので、Compress  を押して 50,000ppm 程度にし、画面内に表示する（または Profile Window に直接数値を打ち込む）。ピークが見やすいように、5,000ppm 以下に Expand  を押して戻す。



観測範囲(ppm)

- ① ピークが画面外にあるときは、続きの手順にしたがって観測範囲を広げる。
- ② チューニングが異常にずれていることがあるので、全てのチューン調整つまみの向きを真上になるようにする。
- ③ PFK が無くなっていることがあるので、PFK をシリンジで注入する（わからない場合は管理者に相談）。

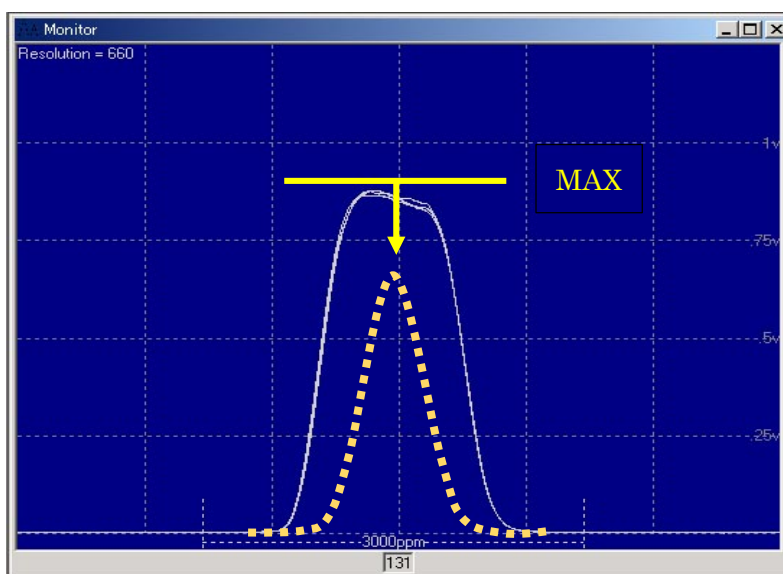
B-14 MAIN SLIT **B7** は通常 “2.0” または “1.0” であるが、スリットの位置が若干ずれるので、ピーク強度が最大になるように微調整する。



スリット目盛 微調整目盛

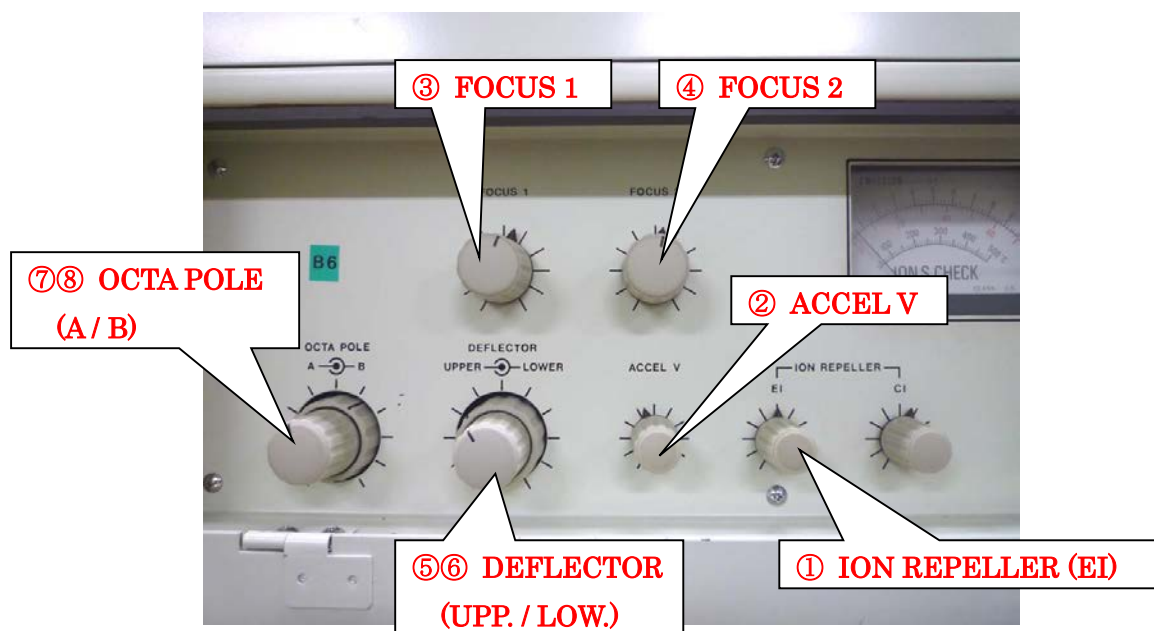


B-15 WIDTH ADJ **B8** を開くとピークが最大強度で頭打ちになり、台形型に広がる。その最大強度を目安にして絞り、ピークトップが鋭角になるようにして、最適強度と分解能にする *⁶。



B-16 **TUNE** パネルの ION REPELLER (EI)、ACCEL V、FOCUS 1、FOCUS 2、DEFLECTOR (UPP./LOW.) のツマミ **B6** を順番に回してピーク強度が最も大きくなるようにチューニングする。また、OCTA POLE (A/B) のツマミを回してピークの立ち上がりが最も鋭くなるようにする (画面を Expand するとよい)。これらの操作を最適な条件になるように繰り返す。

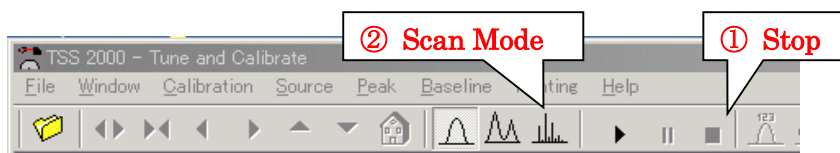
⁶ 最大強度の 6～9 割。感度重視なら大きめ、分解能や質量精度を重視するなら小さめ。



＊ . 調整のコツ:

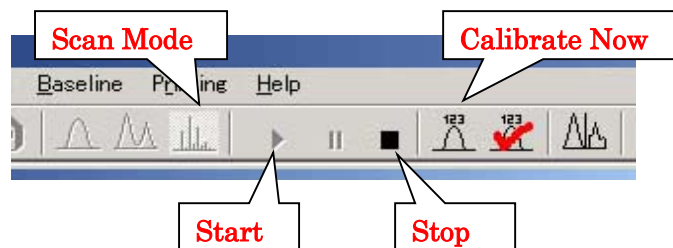
- ① ION REPELLER は、比較的変動しやすいので、まめに調整する。(長時間測定では感度低下の原因にもなる)
- ② OCTA POLE は A/B のバランスであるため、振り切れなければ片方の調整だけでよい。
- ③ ACCEL V と OCTA POLE は、ピークが左右にぶれるので、同時に調整すると作業しやすい。
- ④ DEFLECTOR は、UPP./LOW.のバランスであるため、片方が変化するともう一方がずれることがあり、相互調整が必要。
- ⑤ 全てのツマミに共通するが、初期値はゲージが上向き(↑ 12 時方向)である。困ったら初期値に戻す。
- ⑤ ピークのふらつきによって調整が難しい場合は、PFK の流量が足りないこともある。適度なピーク強度になるように調整してから作業するとよい。
- ⑥ 全て調整しても左右非対称になる場合は、スリット条件についても検討してみる(詳細は管理者に相談)。

B-17 チューニングが終わったら、Stop ■ ボタンを押し、Scan Mode アイコンで切り替える。

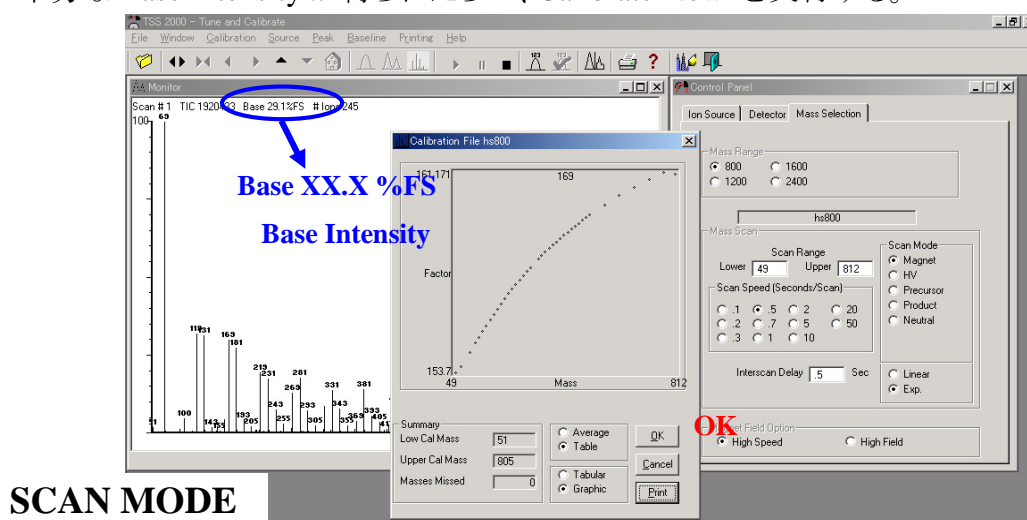


B-18 High Speed (HS)／High Field (HF) 等の設定が異なる場合 (または初回読み込み時) は、確認メッセージが出ることもあるので、メニューの Calibration - Load Calibration Table を選び、適当なキャリブレーションファイルを読み込み OK する ^{*7}。

B-19 測定条件 ^{*8}を確認して、▶ する。



B-20 モニターで PFK のピークを確認しながら、最適になるように PFK の流量を調節する。十分な Base Intensity が得られたら ^{*9}、Calibrate Now を実行する。



⁷ **キャリブレーションファイルは「System」フォルダに保存する** (System 以外に保存するとファイルが壊れることがある)。ただし、「System」フォルダが一杯になったら、管理者が削除するので、必要なファイルは「System」フォルダ内の「EI」フォルダにバックアップを保存する。

キャリブレーションファイル名の書式

EI : [hs/hf][質量範囲].cal (ex. hs800.cal)

EI(高分解能、Magnet) : r[分解能]_[hs/hf][質量範囲].cal (ex. r5k_hs500.cal)

EI(高分解能、HV) : r[分解能]_[hs/hf][質量範囲]HV.cal (ex. r5k_hs200_400HV.cal)

CI : ci[pos/neg]_[hs/hf][質量範囲].cal (ex. cipos_hs500.cal)

FAB : fab[pos/neg]_[hs/hf][質量範囲].cal (ex. fabneg_hf500.cal)

⁸ 標準は、Scan Mode: Magnet(Exp), Mass Range: 測定する任意の質量範囲, Scan Speed: 0.5, Interscan Delay: 0.5

⁹ 通常は m/z 69 のピークで 30%程度の強度があれば十分

B-21 得られたキャリブレーションが間違っていたら、画面を拡大し、間違っている所をクリック&ドラッグして正しいピークに設定しなおす ^{*10} (なだらかな曲線になる)。標準設定では左からピークを検出する仕様となっているため、ピーク設定も左 (低 m/z 側) から行う。OK し、キャリブレーションファイルを保存する ^{*7}

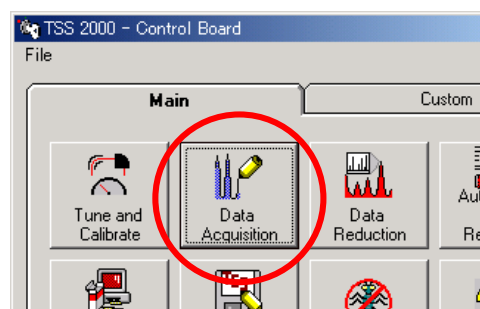
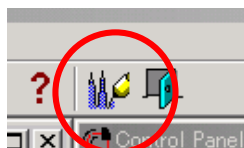
* 拡大するときは、左クリック&ドラッグで囲み、もう一度左クリックする。ツールバーの▲印も使用できる。

B-22 ■ を押して測定を止める。PFK を止め(Flow: OFF, CUT OFF)、IONIZATION CUR.:OFF, ACCEL: OFF する。

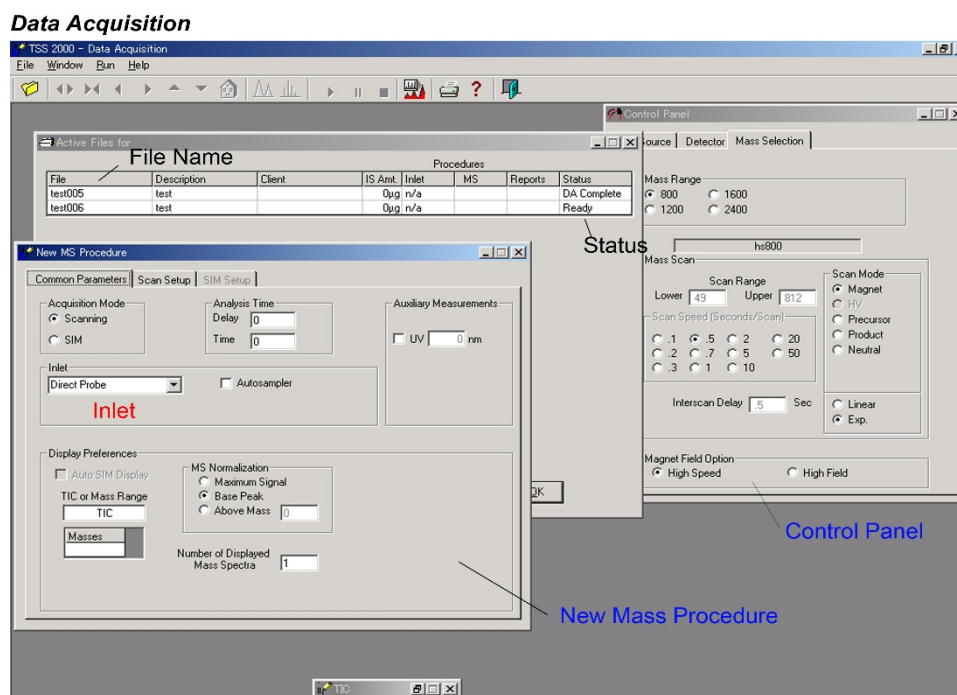
¹⁰ キャリブレーションが間違っているときは、なだらかな曲線にならない。ただし、 m/z 50 以下で空気が入っている場合は、Exp モードのときに曲線が折れ曲がるので注意が必要である。

C 測定

- C-1 Acquisition Setup アイコンを押すか、あるいはウィンドウを閉じて Data Acquisition を実行する。



- C-2 はじめに左下の MS Procedure ウィンドウをクリックして開く^{*11}。Inlet は Direct Probe を選び、Time(分)には必要な時間を入力する(Time は後でもよい)。入力したら Scan Setup の Scan タブを開いてキャリブレーションファイルが正しく読まれているか確認し、ウィンドウを最小化しておく。

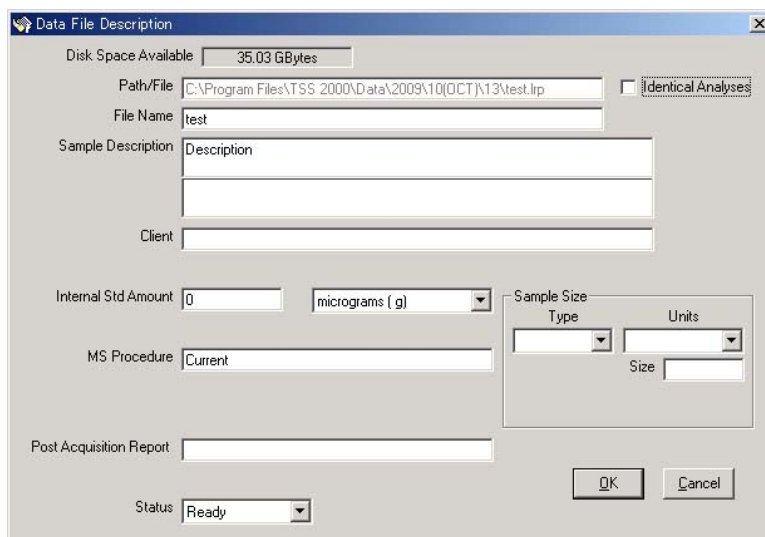


¹¹ MS Procedure の内容は保存することができる（しなくてもよい）。保存する時は、ウィンドウをアクティブにして File - Save File as を選び「キャリブレーションファイルと同じ名称.msm」にして保存する。

- C-3 メニューの Edit – Add file を選ぶ^{*12}。研究室フォルダ、または測定日の日付の新しいフォルダを作成し、その中にファイル名を入力して保存する。ファイル名は研究室名がわかるようにし、重複しないようにする。



- C-4 新しいウィンドウが開くので、試料説明 (Sample Description) や試料量などを必要に応じて入力し、MS Procedure の欄を Current にする^{*13}。

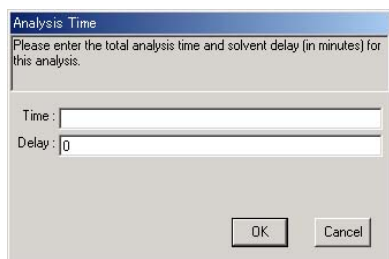


- C-5 入力が終わったら OK を押す。その際、Create New Data File As ウィンドウが再表示されるのでキャンセルする。
- C-6 作成したファイルがリストに Ready 状態で一つだけ表示されたことを確認して、OK する。

¹² Active File for の画面を右クリックで Add File すると、そこで選んだファイルのコピーが追加される。

¹³ 保存した MS Procedure を利用する時は、空欄 (Current が入っている) をクリックしてファイルを指定する。

- C-7 Time を入力していない場合、ここでウィンドウが表示されるので入力する。画面は右図のような測定の待機状態にしておく。



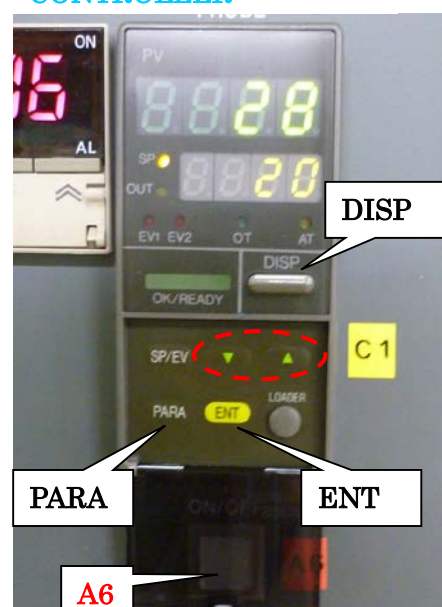
- C-8 DIRECT INLET PROBE **C1** の初期温度および最終温度 ^{*14}、昇温速度 ^{*15} を決める。

- C-9 プローブを加熱した直後の場合は、プローブの温度が常温付近になるように冷やす。

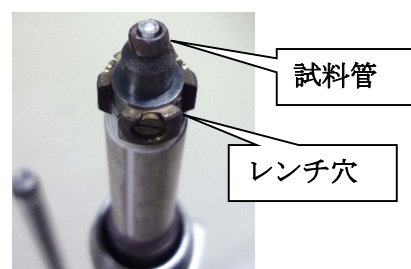
- C-10 専用のガラスキャピラリー (PN: 800346246) にサンプルを適量入れ(通常は μg 程度) ^{*16}、飛散しやすい固体試料などはグラスウールを詰める。

* 溶媒に試料を溶かした場合は、事前にドライヤー等で乾燥させる(汚れるので溶媒はチャンバーになるべく入れない)。

DIRECT INLET PROBE CONTROLLER

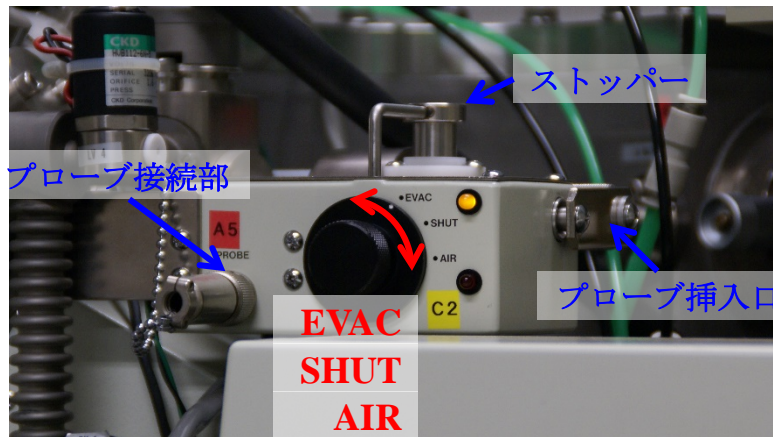


- C-11 プローブにキャピラリーをセットし、六角レンチで軽く締める。サンプルが落ちないように注意深く行う。試料管の先端が埋まっているか、または 1mm 以上出ている場合は、新しいものに替える。

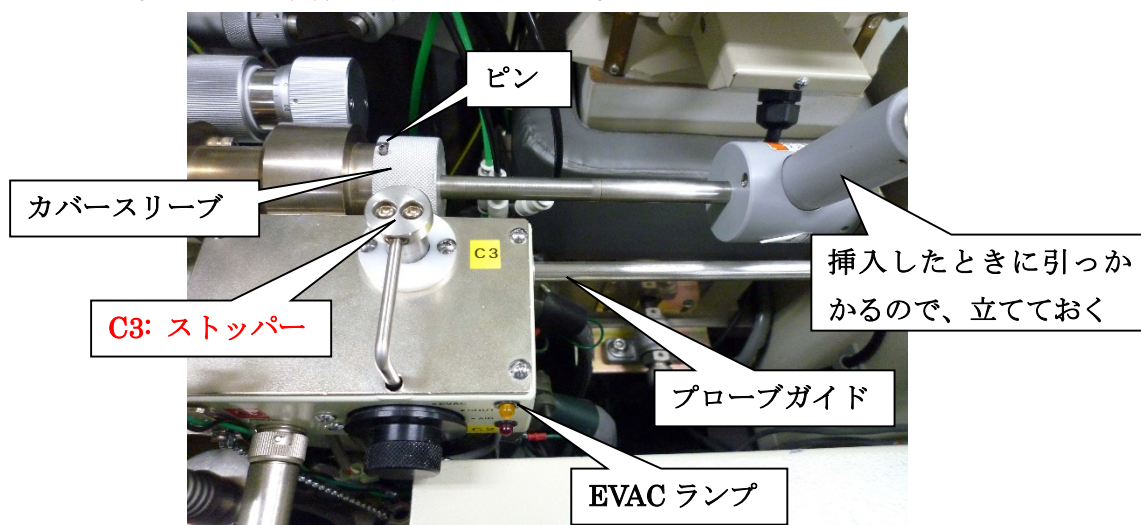


- 14 PARA キーを押すことで SP0(初期温度)、SP1(最終温度)を切り替えられる。
▲▼キーで変え、ENT キーを押す。戻る時は DISP ボタンで戻る。
- 15 昇温速度を変える時は、まず ENT と ▼キーを 3 秒間同時に押して、▲キーで C35 を選ぶ。次に ENT キーを押して温度表示を点滅させ、▲▼キーで変えたのち、ENT キーで確定する。戻る時は DISP ボタンで戻る。なお、単位は $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
- 16 サンプルをオーバーロードするとイオン源を汚染したり、ショートしてフィラメントが切れたりすることがあるので、注意すること。

- C-12 真空シャッターの切り替えダイヤル **C2** を SHUT→AIR にし、赤ランプが点灯するまで待つ。



- C-13 プローブ挿入口に挿してある盲栓プローブ(プラグ)を、落下させないように注意して抜く。
- C-14 あらかじめプローブのカバースリーブを引き上げておき、ガイドと合わせてスリーブを挿入する。このとき、スリーブの溝とピンを合わせるように設置する(L字板が下向きになる)。**プローブ本体は押し込まないこと。**



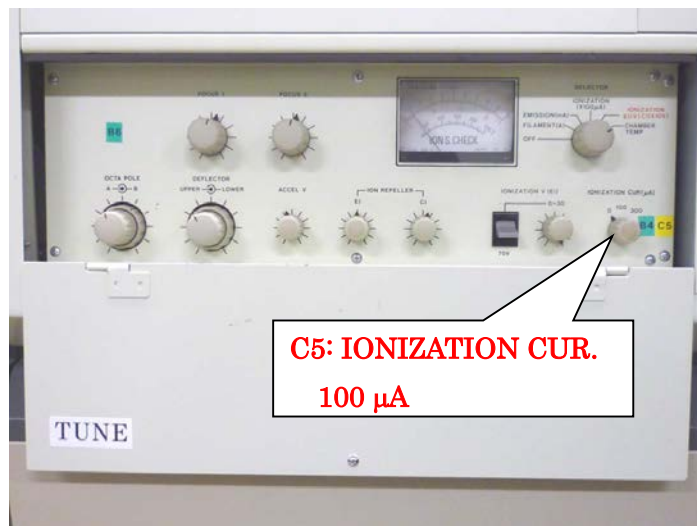
【以下の3項目の作業は、焦らず、手早く、流れるように、行うこと】

- C-15 ダイヤルを回して EVAC に切り替える ^{*17}。
- C-16 EVAC ランプが点滅から点灯に変わったら、ストッパー **C3** を押しながらプローブをイオン源内部にゆっくり(5～10 秒くらいかけて)挿入する ^{*18}。

¹⁷ この黒いダイヤルに緩みが生じていたら、管理者に相談すること。

¹⁸ 固くなっている場合は、必要に応じて真空グリスをつける (管理者に相談)。

C-17 本体の ACCEL **C4** : ON、IONIZATION CUR. **C5** : 100 にしたのち、Measurement Start **C6** する (C6 は、パソコンで Enter キーを押すか、または Start ボタンをクリックしてもよい)



C-18 パソコンの TIC モニタを確認し、ピークが十分に出了ら Measurement Stop **C6** または、画面の ■ を押して停止する(最後まで待つ必要はない)。画面では再測定を促すメッセージが出ることもあるが、「No」とする。

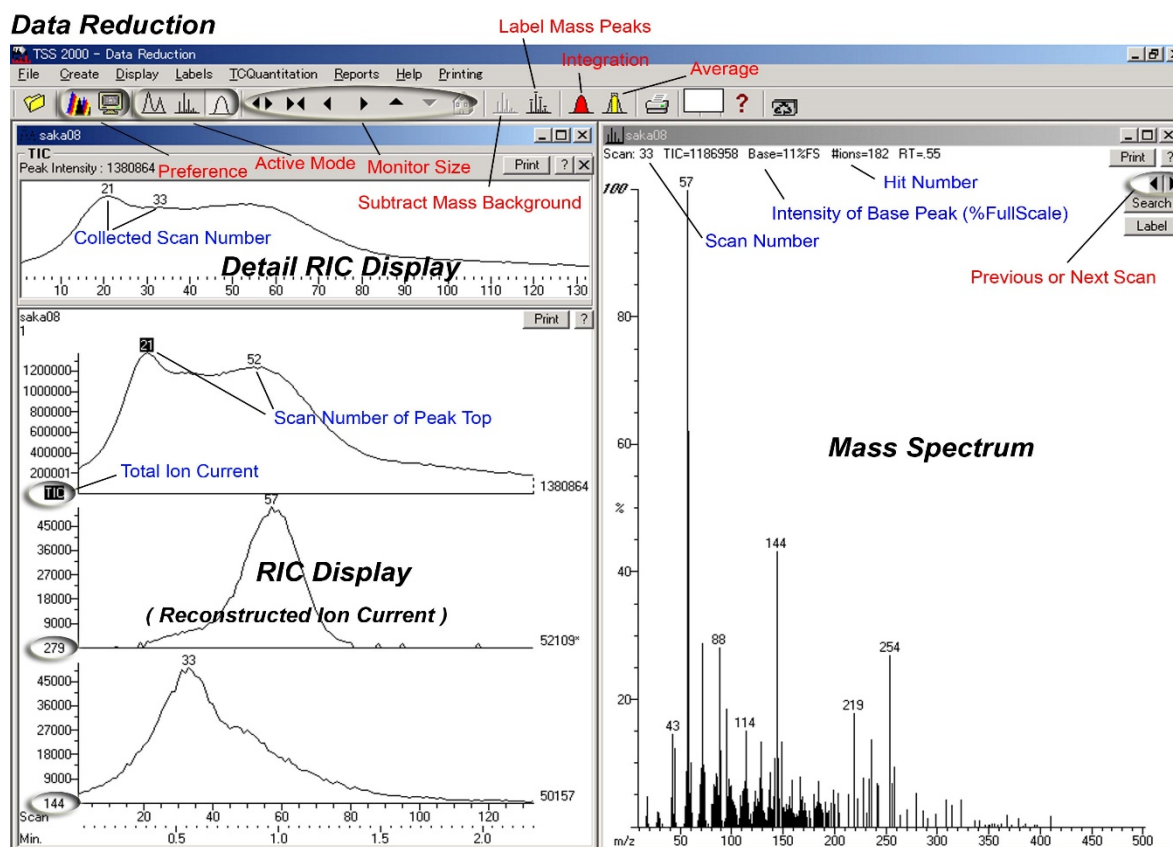
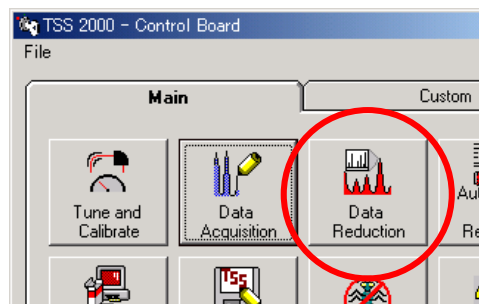
* ① TIC モニタ左に表示されている Base Intensity (%FS) の値が 100% になった場合や、② チャンバー内の真空度が極端に低下した場合は、モニタ中でも構わないので、速やかにイオン化電流 **C5**、ACCEL **C4** を止める。

C-19 イオン化電流 **C5**、ACCEL **C4** を止める。

C-20 先ほどの手順と逆に、プローブをゆっくり抜く (プローブをイオン源から抜いて初期位置にする→AIR にする→スリーブを取り外す→盲栓プローブを挿入する→EVAC にする)。取り外したプローブは、立てた状態で空冷する。

D データ処理

- D-1 Data Reductionを開く。ウィンドウが正しく表示されていなかったら、モード切替アイコン (Active Mode) をクリックして画面を出す。または、Displayメニューの Tile を好みに変更する。



- D-2 デフォルトでは事前に測定したファイルが開くようになっている。もし、別のファイルを開きたいときは Open する。
- D-3 必要に応じて Preference を開いて (アイコンでも可)、 m/z 範囲やピーク処理の設定をする (不明な点は管理者に相談する)。
- D-4 RIC (Reconstructed Ion Current) Display で、TIC (Total Ion Current) が最大になっているスキャン No. が自動で表示されているので、上段のウィンドウを使って、最も適切なスキャンをクリックして探す。またはピークウィンドウの ◀▶ キーで探す。

複数のスキヤンの平均スペクトルを取得するには、左クリックで範囲を選択し、Average を選ぶ。

差スペクトルを取得するには、Average アイコンをクリックし、差を取りたいスキヤン番号を指定する。

特定のピークのクロマトグラムを得たい場合は、スペクトルのピークを RIC Display にドラッグ&ドロップすると作成される。編集するには Preference の RIC タブから行う。

Base が 100%FS を超えているスキヤンに該当するスペクトルは、データとして不適切なので絶対に取得してはならない。

D-5 必要に応じて Print する。

Table を印刷する場合は、Printing メニューの Tabular Only にチェックを入れる。

画像やテキストデータに変換する場合は、Printing メニューの Preference から設定を変更した後、Print ボタンをクリックすると変換できる(ただし、不具合でボタンが非アクティブになることがあるので、メニューから Print する)。

D-6 データベースサーチをするときは、スペクトルを開いた状態で Search ボタンを押す。

E 終了操作

- E-1 DIRECT INLET PROBE コントローラ **A6** の電源を切る。
- E-2 SAMPLE INLET **B5** バルブ (PFK) を **CUT OFF** にして **FLOW CONTROL** を止めた状態(時計方向に回す) になっていることを確認する。
- E-3 ION S、POWER **A3** を切る。
- E-4 **CHAMBER TEMP** **A4** のつまみを反時計方向に回して切る。
- E-5 INLET TEMP. CONTROLLER **A1** の電源を切る。
- E-6 特に理由がない限り、EI (低分解能) の条件に戻しておく。スリットを変えていたら戻し、ION MULTI **B1** : 1.0、APU ユニットのゲイン **B2** : 1/16 にする。
- E-7 D: データ処理で設定を変えた場合は、元に戻しておく。
- E-8 プローブや、使用したドライヤーなどの実験器具類を片付ける。
- E-9 パソコンは電源を入れたままにし、ソフトだけ終了させておく。モニタの電源を切る。
- E-10 使用記録簿に、日付、利用時間、利用者名、測定法などを記載する。また、不具合があったら追記する。