

質量分析計 JMS-Q1000TD

操作手順書

——測定編——

横浜国立大学機器分析評価センター

作 成 日	2022 年 8 月 4 日	
手順書 No.	MS Q1-2	
作 成	承 認	

目次

【準備が必要なもの】	3
【標準試薬の用意】	4
【操作手順】	5
【データ処理】	13
【終了操作】	18

【著作権・免責】

本マニュアルの著作権は、『横浜国立大学 研究推進機構 機器分析評価センター』に帰属します。

- 本マニュアルの**印刷およびダウンロード**につきましては、当該設備の利用者および利用予定者に限り認めます。**オンライン上での閲覧**についての制限はございません。
- 登録から抹消された利用者は、印刷またはダウンロードしたファイルを破棄してください。
- 著作権および免責につきましては、こちらの URL
(https://www.iac.ynu.ac.jp/site_policy) にて詳細が記載されています。

この手順は、予め真空ポンプが稼働している前提で説明する内容である。装置の電源が入っていないか、または真空ポンプが稼働していない場合は、担当者に相談すること。

【準備が必要なもの】

TLC を使う場合： 薄層クロマトグラフィー (TLC) ガラスプレート

- ・ TLC プレートは、**ガラス製のものが必要**である。理由としては、プラやアルミ製であるとホルダに挟んだときに曲がってしまうためである。
- ・ TLC の標準サイズは、7mm 幅 × 50mm 長 となっている。あまり幅が広いとホルダにはまらないので、5~7mm 程度でやや小さめにカットすること。また、長さについては、スライダーの可動範囲があり、最大 90mm くらいである。それ以上であると、目当ての場所にノズルが当てられないことがあるので、長すぎれば適宜カットするとよい。
- ・ TLC プレートの切りくずが残っていると **MS 側の試料導入部が詰まってしまう**ことがある。粉が残らないように払っておくこと（エアダスターを使う場合は、MS の近くで吹き付けないように注意！）。
- ・ ガラス切り（ダイヤモンドカッター）がない場合は、担当者に相談すること。
- ・ 単一成分や標品なら、TLC を展開しなくても測定できることがあるが、混合物はどの成分が優先して出るかわからないので（微量成分だけが出ることもあるので）、展開した方が無難である。
- ・ TLC 片 1 枚につき、スポットは1つとすること。TLC プレートに対して横からガスを吹き付けるので、2 列になっていると同時に検出されてしまう。
- ・ TLC 用呈色試薬（p-アニスアルデヒドなど）は使用しないこと。どうしても必要な場合は、2 枚を同時に展開して片方を呈色せずに MS 用に使用すること。

【標準試薬の用意】

標準試薬を用いて動作確認をするなら、以下の用意をする。標準試薬は必ず必要になるわけではないが、動作確認やチューニングなどをするときに必要になる。詳しくは担当者に確認すること。

A. 正イオンモードの場合

PEG200、PEG400、PEG600、PEG1000 の 4 種類を 1 : 1 : 1 : 3 の混合比になるようにチューブに入れ、総体積の 1/10 くらいのメタノールを加えて溶解して標準試料（90%メタノール溶液）とする。

たとえば、PEG200～600 を 10 μ L、PEG1000 を 30 μ L とすれば、メタノールは 6 μ L。PEG600 以上は室温で固体なので、ドライヤーなどで溶かすと良い。

B. 負イオンモードの場合

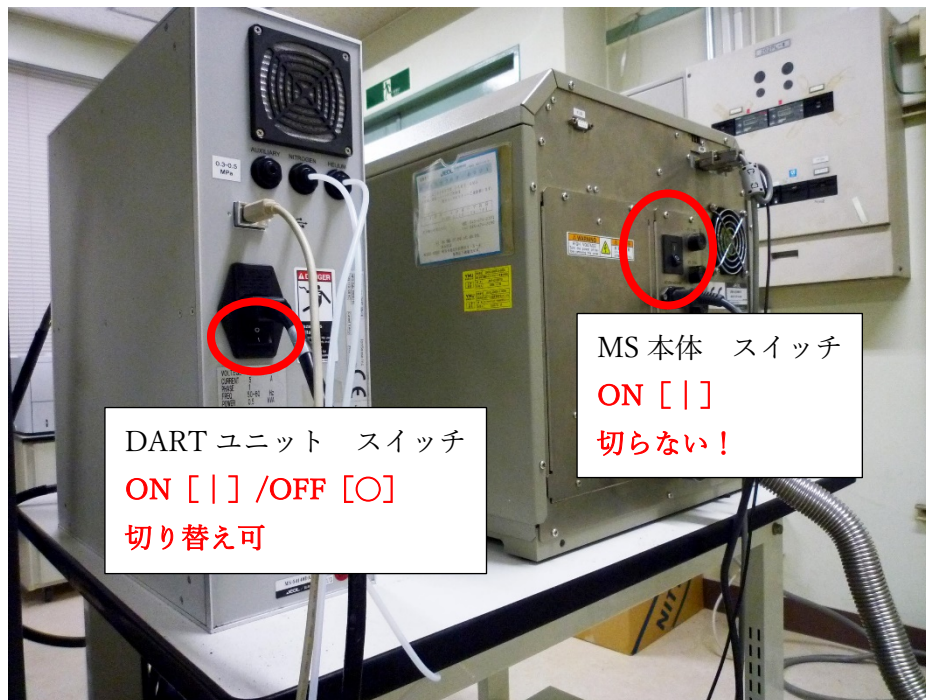
- ① Tristearin 100mg をクロロホルム 0.5mL に溶解する。
- ② Cholic Acid 3mg および Theophylline 2mg をメタノール 0.5mL に容器する。
- ③ ①溶液と②溶液が 5 : 1 となるように混合し、標準試料とする。

【操作手順】


- 1 MS 本体および真空ポンプが起動していることを駆動音から確認する。起動していなかった場合は、必ず担当者に相談すること。
 - 2 ヒュームフード（ドラフトチャンバー）のスイッチを ON に入れる。密室で換気せずに長時間使用すると、酸素濃度が低下して体調不良になることもあるので注意！
 - 3 窒素（N₂）ガスとヘリウム（He）ガスの元栓とニードルバルブを開ける。
二次圧弁は変更しないこと。
- * 元栓とニードルバルブは、いずれもバルブの上から見て反時計回りが OPEN、時計回りが CLOSE（ジャムの瓶を開閉する向き）。
 - * 元栓は 1/4 周ほど、ニードルバルブは 2～3 周回せばよく、全開までは開けないこと。



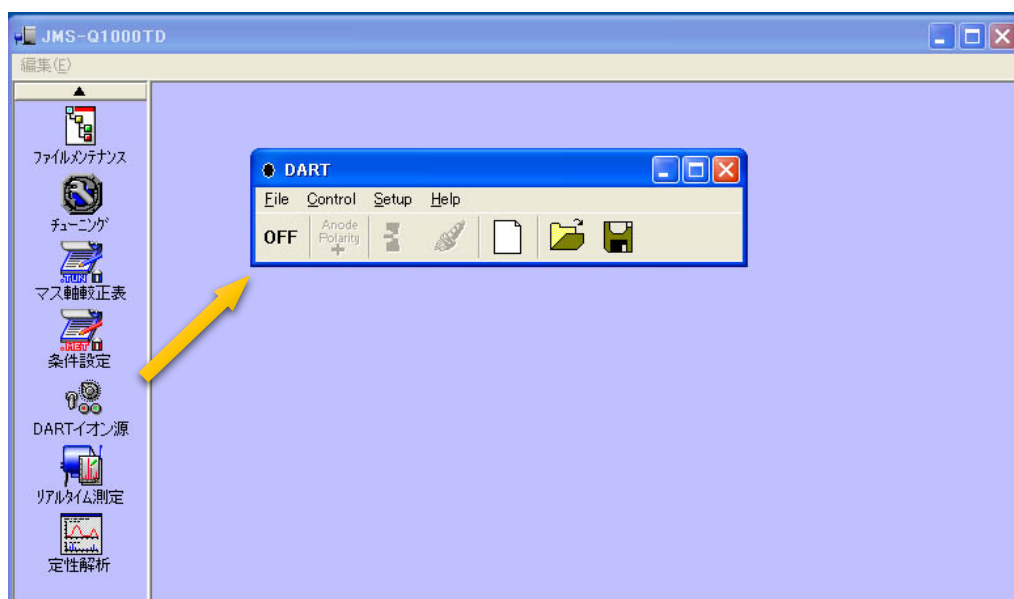
- 4 DRRT 本体ユニットの電源を入れる。MS 本体の電源を切ってはいけないので、間違えないこと！




- 5 PC とモニタの電源を入れる。
- 6 Windows2000 のログイン画面が出るので、パスワード「password」を入力してログインする。

- 7 起動したら、「JMS-Q1000TD」  を立ち上げる。
- 8 サイドメニューの「DART イオン源」をダブルクリックし、DART ウィンドウ（次ページ図）を開く。

* DART ウィンドウは、ウィンドウを閉じてタスクバーに常駐していることがある。再度「DART イオン源」をダブルクリックしても反応しないので、常駐アプリのアイコンを確認すること。



- 9 Load アイコン  (または File メニューの Load) をクリックしてウィンドウを開く。次に、「N2-default Heater-300」ファイルを選択し Load ボタンをクリックする。ウィンドウの下欄にパラメータが読み込まれるので、確認したら Close で閉じる。

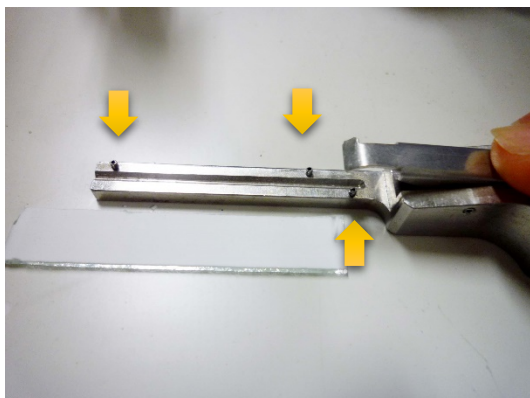
* パラメータは手動で変更してもいいが、N2-default を読み込むと自動的に N2 ガスのスタンバイモードに移行するので扱いやすい。

- 10 DART ウィンドウ左端のアイコンが「OFF」になっていたら、クリックしてスタンバイモードに移行させる (前項でファイルの読み込みをしていれば不要)。
- 11 サンプルを用意しておく。

- A. [TLC スライダー] を使うときは、ツマミ部分を持ってクリップを取り外す (磁石で付いている)。ガイドピンが 3 カ所あるので、それに合わせて TLC プレートを挟む。TLC




プレートに粉が付いていたら、ブロワーなどで吹き飛ばしておく。



B. [ガラス棒] などを使って液体を測定するときは、少量付けてイオン源にかざせるようにしておく。太いガラス棒だとイオン源に接触して汚染してしまうので注意（**接触禁止**）。作業は難しいので、基本的に新しい TLC プレートに塗布した方がよい。

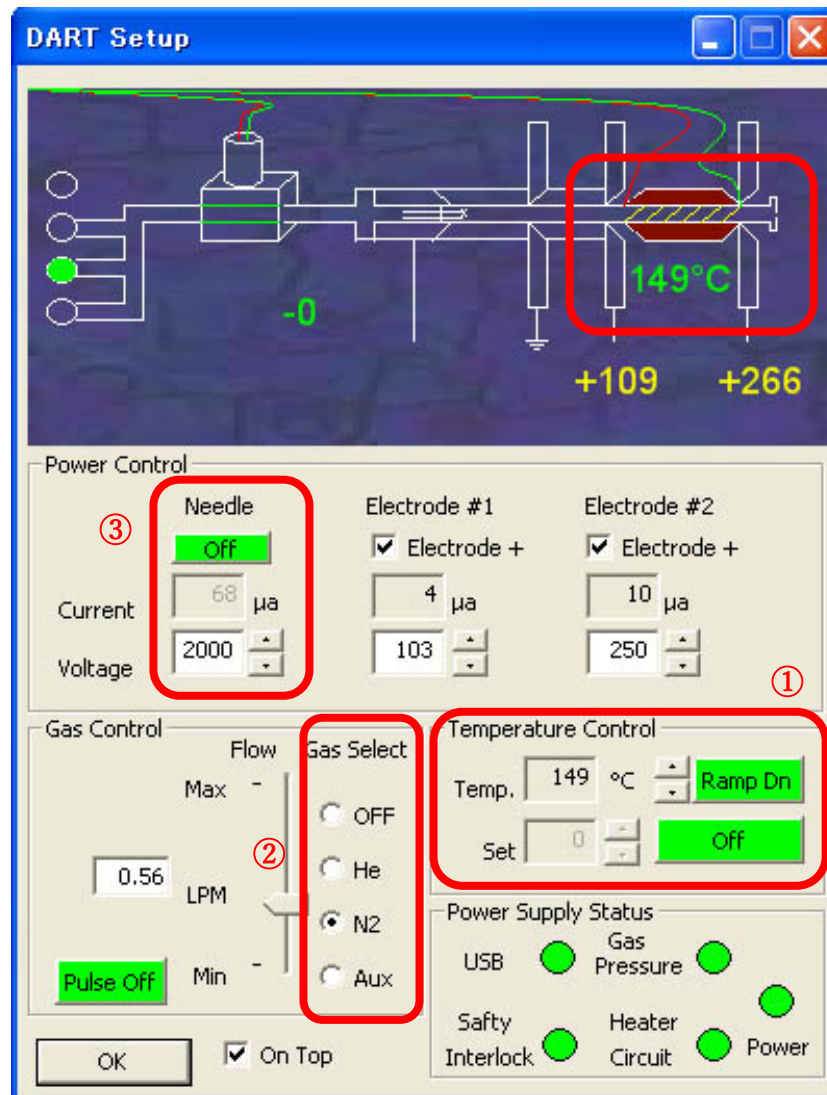
C. [薬包紙や専用のサンプルパック] に粉末などを詰める場合は、包んで用意しておく。粉末が飛散するとイオン源の導入部を詰まらせてしまうので、こぼれないように注意すること。

12 DART setup アイコン （または Setup メニューの DART setup）をクリックしてウインドウを開く。次ページの図を参考に、以下の順で設定を変更する。

12.1 Temperature Control の Set を通常は 300 に設定する。ボタンが [Off] であればクリックして [On] にし、Temp. が 300°C くらいになるまで待つ（温度は画面右上の装置図でも確認できる）。

- * ガスボンベのバルブを閉めた状態でヒーターを On にしないこと！
ガスを止めるときは、Temp. が 100°C 以下になってからにすること。
- * 300°C 以外で使用する場合は、事前に担当者に確認を取ること。
- * Ramp ボタンは、予め設定しておいた昇温速度の設定を ON/OFF す

るボタンであり、通常は使用しない。



12.2 Gas Control の Gas Select を [He] に変える。

- * He ガスは高価なので、スタンバイ状態で測定しないときは [N2] に戻すこと。また、スタンバイモードでは、最大流量の 25%程度に抑えてある。
- * N2 と He を切り替えると予め設定された LPM に変更される。ガスを切り替える操作だけで、特に調整をする必要はない。
- * Gas Control の Pulse ON/OFF ボタンを切り替えると、連続的にガスを流すモードから、パルスの断続的に流すモードに変更できる。

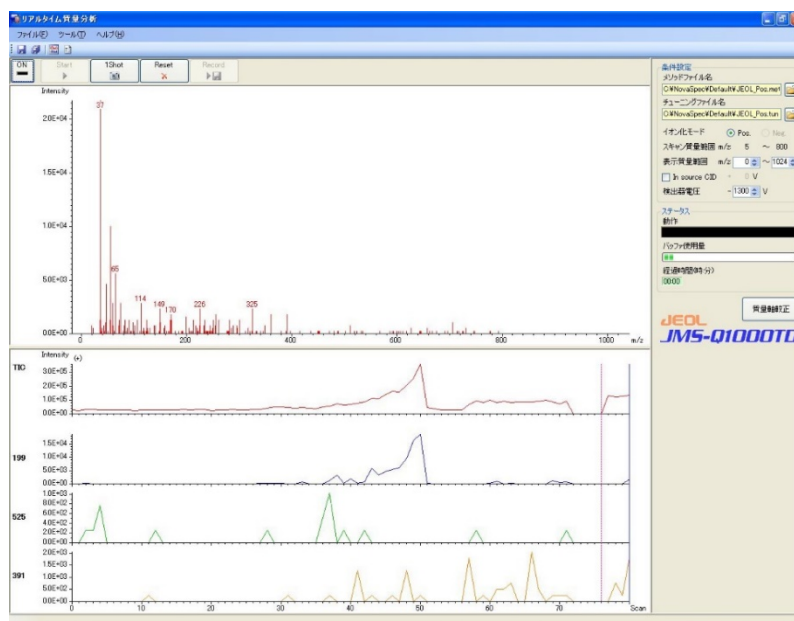
必要であれば使用することもある。

12.3 Power Control の Needle の [Off] ボタンをクリックして [On] に変える。

- 13 初期設定は正イオンモードになっているが、負イオンモードで測定するときは、DART ウィンドウにある Anode Polarity をクリックして、+ から - に変更する。



- 14 「JMS-Q1000TD」画面に戻り、サイドメニューの「リアルタイム測定」をダブルクリックしてウィンドウを開く。

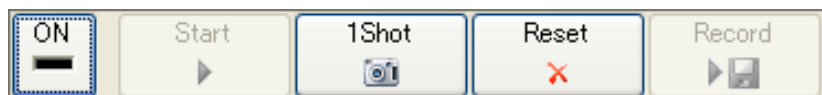


- 15 右上の「条件設定」のフォルダアイコンをクリックして、測定したい条件のメソッドファイルを開く。

* JEOL_Pos.met が正イオン、JEOL_Neg.met が負イオンモードである。中性・塩基性化合物は正イオン、酸性化合物は負イオンが出やすい。



- 16 左上の ON ボタンをクリックして、測定可能な状態にする。ON になるとアイコンのランプが点灯に変わり、Start ボタンが押せるようになる。



- 17 [Start] ボタンをクリックするとリアルタイム測定とデータの取り込みが開始される。

- * [Start] ボタンをクリックすると、[Pause] ボタンに変わる。一時停止するときは Pause をクリックする。

- * [Start] ボタンをクリックした後は、自動でバッファにデータが蓄積される。バッファの使用量は、右メニューのバッファ使用量に表示される。

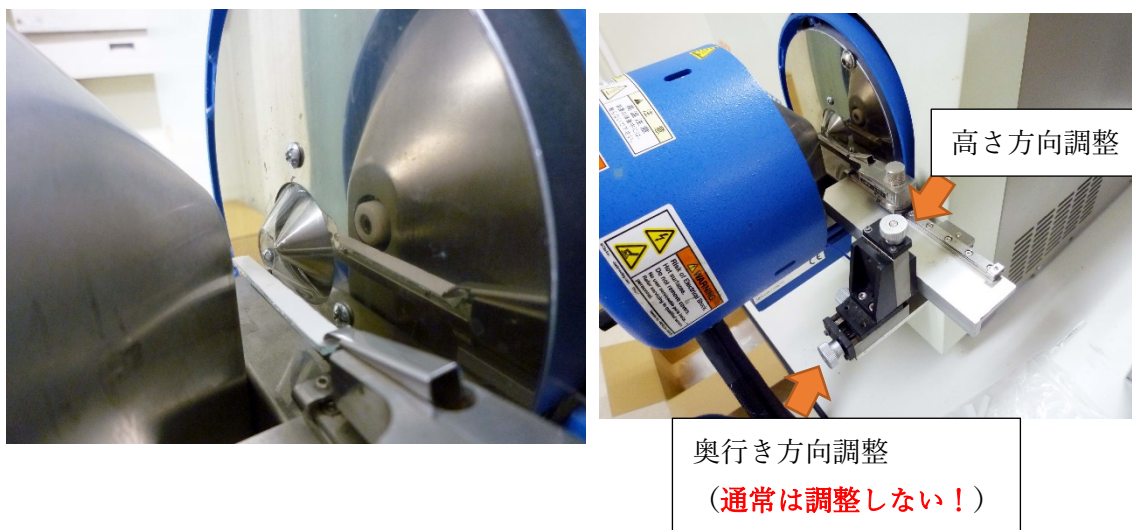


- * [Pause] で一時停止した場合、再開すると同じバッファに続けて記録される。バッファデータをリセットするには、[Reset] ボタンをクリックする。
- * スペクトル 1 枚をデータとして簡易的に保存するには、[1Shot] ボタンをクリックする。PDF 保存、印刷等の処理ができる。また、コメント入力するときは、コメント欄に入力し、「更新」ボタンをクリックする。

- 18 DART イオン源に試料をかざして、リアルタイムで測定する。TLC プレートスライダを使うときは、左から右にスライドさせる（**プレートをノズルに当てないように注意！** 部品が破損状態のため、復旧不能になる可能性がある！）。一定速度でスライドさせる場合は、Start のタイミングと合わせるとよい。

- 19 感度が出ないときは、プレートの高さを調整すると改善することがある。コーンの先端部分よりプレートの表面が上にならないようにする。

- * サンプルは直ぐに無くなってしまうことがあるので、空いているプレートで PEG 標準試料などをスポットして使うと良い。



- 20 測定が終わったら、メニューの「ファイル(F)」から、データの保存を行う。
1Shot での保存以外では、2 種類の方法がある。

【表示範囲の測定ファイルへの保存(S)】

表示されているクロマトグラムに対応する測定データのみを保存する。

【全範囲の測定ファイルへの保存(A)】

バッファに保存されている測定データをすべて保存する。

- * クロマトグラム上で右クリックでもよい。表示されるメニューに同様の選択がある。

- 21 TLC プレートを使っていたら回収する。

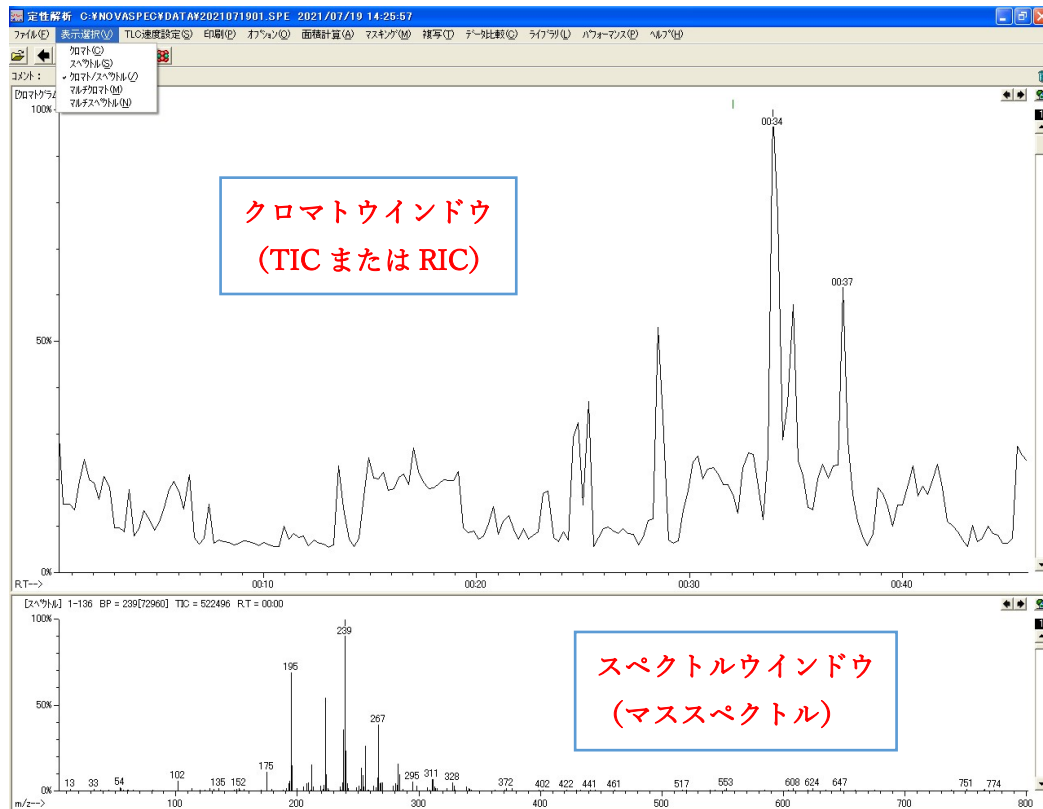
- * イオン源が汚れるので、サンプルをノズル近づけたままにしないこと。

- 22 続けて測定したいサンプルがある場合は、サンプルを交換して測定する。バッファが混在するのを避けるなら、Reset ボタンでクリアしておく。

【データ処理】

23 「JMS-Q1000TD」ウィンドウのサイドメニューから「定性解析」をダブルクリックして開く。

24 定性解析は、右図のような5つの表示モードがある。TICとマススペクトルを並べて解析するなら「クロマト／スペクトル」を用いる。また、TICとRICを同時に並べる必要があれば、「マルチクロマト」モードを使用する。



- ・ クロマト： クロマトグラムのこと。表示できる機能として、以下の 2 種類がある。

TIC(TICC)：Total Ion Current Chromatogram。全イオン電流値を保持時間に対してプロットしたクロマトグラム。横軸時間と縦軸強度の関係のプロットになり、ピークがあるところで何かのサンプルのイオンが検出されていることがわかる。

RIC：Reconstructed Ion Chromatogram (extracted ion chromatogram の方が用語として正しい)。特定の m/z 値のイオン電流値の合計を保持時間に対してプロットしたクロマトグラム。ピークがあるところに、特定の成分に由来するイオンが検出されていることがわかる。

- ・ スペクトル： マススペクトルのこと。 m/z 値 (質量を電荷で割った値) を横軸に、イオン強度を縦軸にプロットしたスペクトル。価数が 1 価のイオン (+, -, + ·) であれば、横軸は質量と同じになる。

- 25 TIC (RIC) やマススペクトルの拡大をする場合は、Ctrl キー + 左クリックでドラッグ&ドロップする。また、拡大をリセットするときは、「クロマトウインドウ (上段)」または「スペクトルウインドウ(下段)」の右上にあるホームアイコンをクリックする。



- 26 「クロマトウインドウ」で TIC/RIC を拡大したとき、範囲外にスライドするにはは、右上にある矢印キーをクリックする。1 クリックで表示幅の 1/10 だけシフトする。

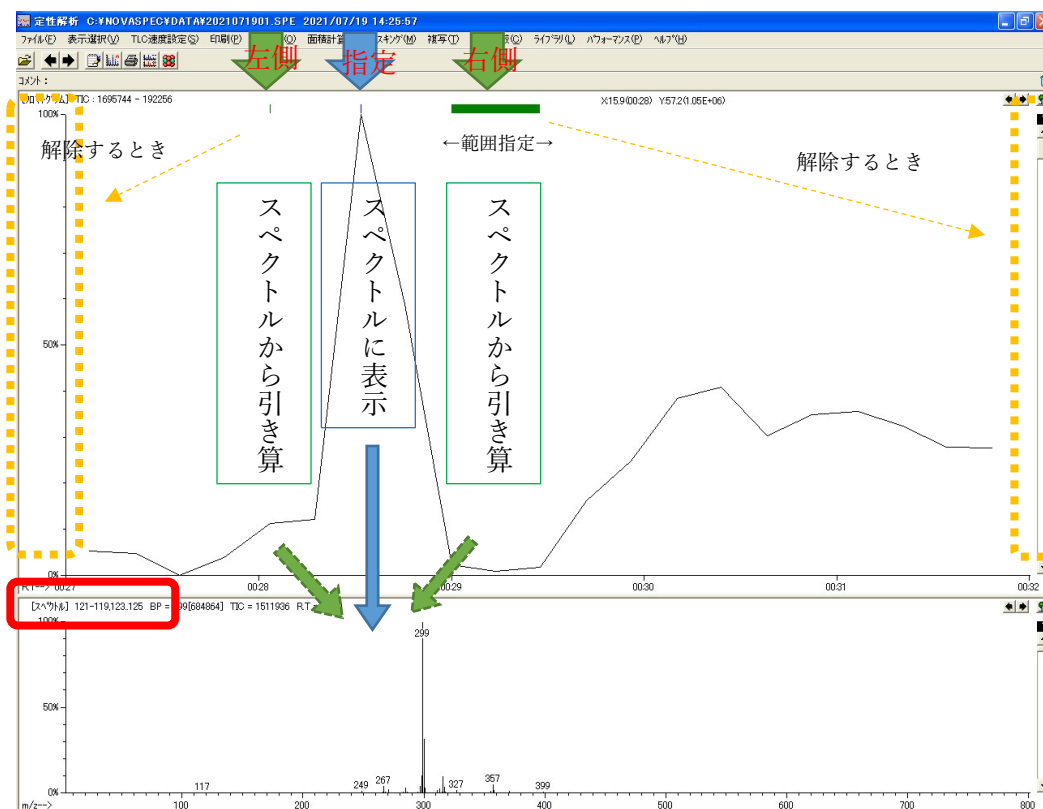


- 27 「スペクトルウインドウ」で、マススペクトルをスキャンごとに 1 枚ずつ表示していくときは、マススペクトルの右上にある矢印キーをクリックする (前項の機能との違いに注意)。



- 28 TIC (または RIC) から特定の保持時間のマススペクトルを抽出する場合は、TIC の希望の位置にマウスカーソルを合わせ、左クリックする (下図のよう

に青い | が付く)。範囲で指定したい場合は、左でドラッグ&ドロップして選択する（青の■が付く）。解除するとき（スキンの1番に戻す場合は、画面の左端のスケールバーあたりに左クリックする。これらは、加算の追加・解除と考えるとわかりやすい。




また、上記で指定したマススペクトルから、特定の保持時間のマススペクトルを差し引いたスペクトルを表示する場合は、TICの希望の位置にマウスカーソルを合わせ、右クリックする（緑の | が付く）。範囲で指定したい場合は、右でドラッグ&ドロップして選択する（緑の■が付く）。この手順は、マススペクトルに指定していた保持時間に対して、左側(前)と右側(後)の2カ所を指定できる。解除するときは、左側(前)であれば画面の左端のスケールバーあたりを右クリック、右側(後)であれば画面の右端のスペクトルがないところを右クリックする。これらは、減算の追加・解除と考えるとわかりやすい。

詳細なスキャン数はマススペクトル左上（赤枠部分）に表示される。

29 TIC と RIC の表示方法は、以下のようなものがある。

【TIC を表示する場合】

「スペクトルウインドウ」右上のホームボタン  をクリックし、拡大をリセットする。次にマススペクトルの左端の縦軸のところで左クリックを長押しすると、TIC というアイコンが出るので、そのままクロマトウインドウにドラッグ&ドロップする。

【マススペクトル 1 点の RIC を表示する場合】

「スペクトルウインドウ」で抽出したい m/z (横軸) の位置にカーソルを合わせ、左クリックを長押しする。数字が表示されるので、その m/z 値が希望の通りであれば、そのままクロマトウインドウにドラッグ&ドロップする。このとき、ピークの位置に自動で合うわけではないので、正確に合わせる場合は目視で調整すること。

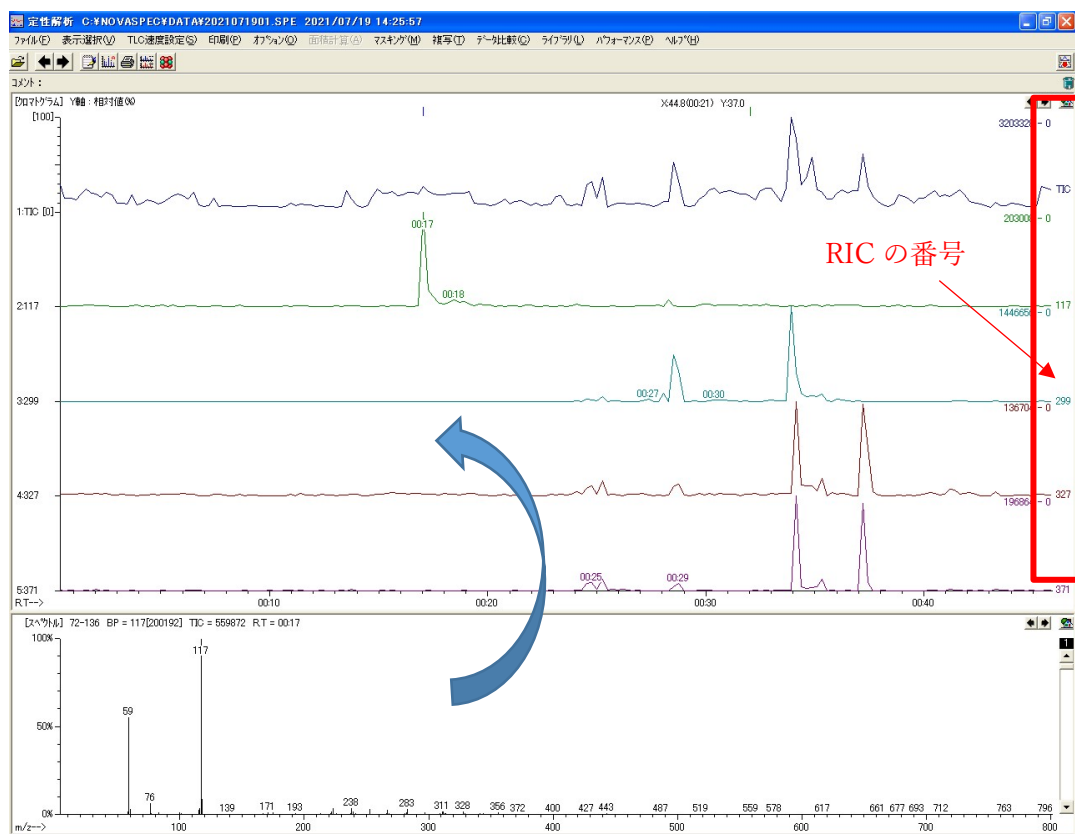
【マススペクトルを範囲指定して平均の RIC を表示する場合】

「スペクトルウインドウ」で Ctrl キー+左クリックによって抽出したい範囲をドラッグ&ドロップして拡大する。次にマススペクトルの左端の縦軸のところで左クリックを長押しすると、専用の RIC アイコンが出るので、そのままクロマトウインドウにドラッグ&ドロップする

30 前項の操作をマルチクロマトモードで行うと、下図のように複数段に並べて表示できる。

テーブルを使って数値指定する場合は、メニューバーの [オプション(O)] - [表示クロマト編集(N)] - [テーブル編集(T)] をクリックしてウインドウを開く。左端のイオン番号が抽出した m/z 値を示しているので、追記・編集を行える。

- * イオン番号の数字は、「TIC = 0 番」となっている。
- * 範囲を指定して平均を出すときは、ゼロを挟んで数字を並べる（たとえば、50～100 であれば 500100 とする）。
- * 加算するときは「+」、減算をするときは、「-」を付ける（たとえば、50番から100番を引いて200番を足すなら 50-100+200、50番から100～200番の平均を引くなら 50-1000200 となる）。



【終了操作】

31 「リアルタイム測定」画面左上の ON ボタンをクリックして OFF にし、リアルタイム測定のウインドウを閉じる。

32 DART ウインドウから DART setup のウインドウを開く。



32.1 Power Control の Needle が [On] だったらクリックして [Off] に変える。

32.2 Gas Control の Gas Select を [N2] に変える。

32.3 Temperature Control のボタンが [On] なら [Off] にして、Temp.が 100°C以下になるまで待つ（温度は画面右上の装置図でも確認できる）。

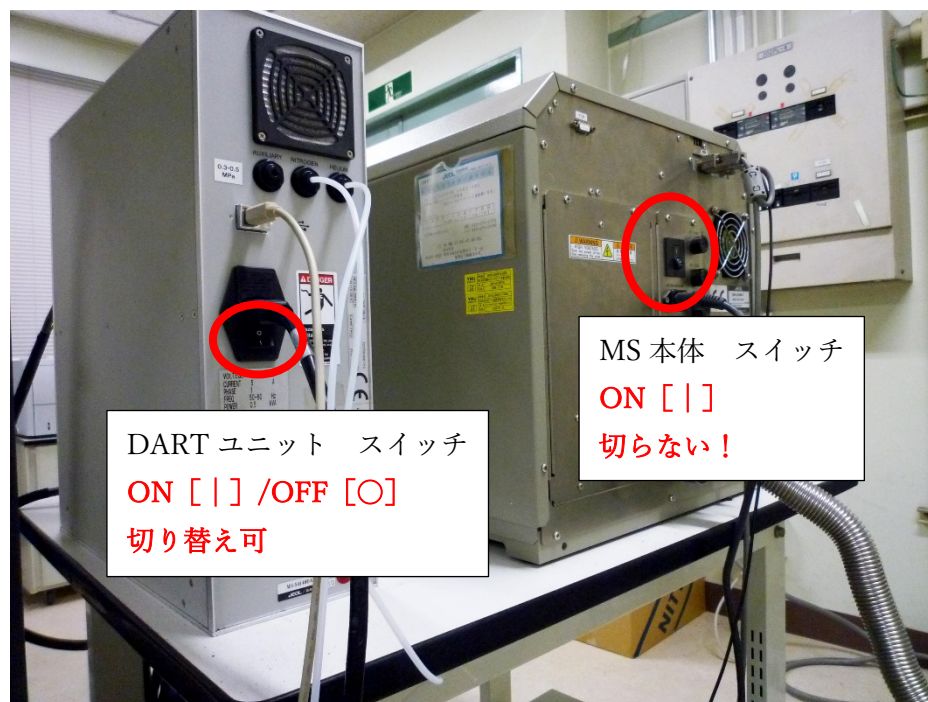
* 一連の作業は、DART ウインドウからも操作できるが、温度の確認が必要なので、**setup** からの方がわかりやすい。

33 DART setup ウインドウ、JMS-Q1000TD ウインドウを閉じる。

34 データを持ち出すときは、事務室の窓口のパソコンに接続されている専用の USB メモリを取り外し、データの移動を行う。その後、窓口にあるパソコンに USB メモリを返却する際に、自身で持ち込んだ USB メモリ等でデータの移動を行う。

35 パソコンをシャットダウンする。

36 DART 本体ユニットの電源を切る。MS 側は切らないこと。



37 窒素 (N₂) ガスとヘリウム (He) ガスの元栓とニードルバルブを閉める。
二次圧弁は変更しないこと。閉め忘れ注意！！

38 ヒュームフード（ドラフトチャンバー）の電源を切る。

39 使用簿に使用記録を記載する。

40 退室する。

* 夏季は冷房を入れているので、切らなくてよい。