

FAB Mass 測定方法

試料の調整方法

試料 0.5 mg を 1 ml にとかしてください。溶媒は、その試料をよく溶かすものを用いてください。(アセトン、塩化メチレン、クロロホルム、メタノールなど。)
分子量が 200 以下の低分子はマトリックスのピークが重なってしまいます。

測定前の装置の準備

- 1、左扉 positive mode の時 「FAB」「POS」「HF」であることを確認
negative mode の時 「FAB」「NEG」「HF」であることを確認
また、切り替える時は Power を一度 off にしてから行う。
- 2、Xe ガスのポンベのバルブを少し開けて Xe ガスを導入してすぐ閉めます。
目安は 1 目盛で数本分です。
- 3、スリットを確認します。
主スリット 1、 スリット L、 スリット L、 コレクタスリット 150 ミクロン。
(「FAB 測定」の p7 参照)
- 4、オシロスコープの電源を入れます。

測定前のパソコンの準備

- 1、パソコンのディスプレイの電源を入れます。
- 2、Login する。xms(小文字)と入力します。Password は空白のままで良いです。
- 3、日本語入力なしを選択し、OK をクリックします。
- 4、デスクトップ上で右クリックし、その中のデータマネージャーを開きます。
- 5、自分の研究室のフォルダーを選択するとデータファイルが開きます。
- 6、[アクション]の[ワークマネージャ]をクリックします。

較正測定の方法

初めに補正のための基準物質(ultramark)のメタノール溶液を測定します。

・パソコンの準備

- 1、Tm: FAB-Time を選び、ついで[校正測定]をクリックします。

Negative mode の時は Tm:FABneg-Time

- 2、一度、[一時休止]をクリックします。

・装置に試料を導入する

- 1、[EVAC]から[AIR]に戻し、ランプが点滅から点灯に変わったらプローブを抜きます。
- 2、ultramark を試料台にのせます。このときの ult は少量で良いです。
- 3、プローブを差込みロックします。

- 4、 [AIR]から[EVCAC]にし、減圧します。READY のランプが点滅しているときは、減圧中。点灯したら減圧終了。
- 5、 減圧終了を確認し、プローブを押し込みます。(無理やりに押し込まない!)
- 6、 FLOW CONT.VALVE を ADMF にします。ガス量が適量でない場合、上部のネジで調整します。(目安は low で 10^{-5} 位)
- 7、 [ION S]および[ACCEL]を ON にします。
- 8、 FABの装置のスイッチをONにし、[COLLISION CHAMBER],[GUN HIGH VOLT](3 kV に設定) [EMISSION] (5mA に設定)を入れます。
- 9、 上部装置の[FOCUS],[DEFLECTOR X],[DEFLECTOR Y]、下部装置の[FOCUS 1] [FOCUS 2], [DEFLECTOR], [ACCEL V], [ION REPELLER EI], [ION MULTI]を調整し、ピークが最大となるように調整します。
- 10、 [一時休止]を解除、[開始]をクリックし、測定を開始させます。
- 11、 良好なピークが得られたら、測定の終了をクリックし測定を止めます。目安はピーク数が 650 以上です。
- 12、 [COLLISION CHAMBER],[GUN HIGH VOLT] [EMISSION]を切り、[ACCEL] [IONS], Xe ガスを切ります。

データ処理方法

- 1、 ツールバーから[データ]、 [データ処理]を選びます。
- 2、 グラフ上で左クリックしピークを表示させたい箇所を選択した後、右クリックし[作成]を選択します。
- 3、 何点か選び良好にピークが出ているスペクトルを見つけます。
- 4、 良好なピークが出ているスペクトルを選択し、右クリックから、[質量校正グラフ]を選び、校正測定用のスペクトルを表示します。
- 5、 右クリックして、[校正結果のリセット]を選び、一度リセットします。
- 6、 228、249、1190、1290、1390のピークを選択します。右クリックから[質量数入力]を選択し、質量数を入力します。(「FAB 測定」の p15 参照)
negative の時は「211、243、1106、1206、1306、1406、1506」のピークを選択して下さい。「1106~1506」の中で一番高いのが「1306」です。
- 7、 [校正演算実行]をクリックして校正します。(978や1078のピークを拾えていたら OK)
- 8、 [確定]の[新規校正測定ファイルに格納]をクリックします。名前を ult とします。
- 9、 メニューバーから[ファイル]、 [終了]をクリックして最初の画面に戻ります。

本測定の方法

・ Low Mass の測定方法

- 1、 Pf: FAB を選びます。 [測定条件]の[パラメータの確認編集]をクリックして測定条件を目的に合わせて変更します。
- 2、 変更し終わったら、測定条件のチェック、処理条件のチェックを行い、保存して、終了します。
- 3、 本測定をクリックし、一度、一時休止をクリックします。
- 4、 ロックを外し、プローブを引き抜きます。
- 5、 試料を試料台に導入します。あわせてマトリックスも導入します。
マトリックスは NBA やグリセロールなどを添加します。Negative の場合はジエタノールアミン(DEA)を使います。
- 6、 プローブを差込みロックします。
- 7、 減圧する。READY のランプが点滅しているときは、減圧中。点灯したら減圧終了。
- 8、 減圧終了を確認し、プローブを押し込みます。(無理やりに押し込まない!)
- 9、 FLOW CONT.VALVE を ADMF にします。ガス量が適量でない場合、上部のネジで調整します。(目安は low で 10^{-5} 位)
- 10、 [ION S]および[ACCEL]を ON にします。
- 11、 FAB の装置のスイッチを ON にし、 [COLLISION CHAMBER],[GUN HIGH VOLT](3 kV に設定) [EMISSION] (5mA に設定)を入れます。
- 12、 上部装置の[FOCUS],[DEFLECTOR X],[DEFLECTOR Y]、下部装置の[FOCUS 1] [FOCUS 2], [DEFLECTOR], [ACCEL V], [ION REPELLER EI], [ION MULTI]を調整し、ピークが最大となるように調整します。
- 13、 [一時休止]を解除、[開始]をクリックし、測定を開始させます。
- 14、 データのデータ処理をクリックし、ピークが良好に得られているかを確認します。
- 15、 よいデータが得られたら必要に応じて部分拡大や拡大をして印刷します。
- 16、 良好なピークが得られたら、[測定の終了]をクリックし測定を止めます。
- 17、 [COLLISION CHAMBER],[GUN HIGH VOLT] [EMISSION]を切り、[ACCEL] [IONS]を OFF にします。
- 18、 Xe ガスのコックを閉じます。

・ High-Mass の測定方法

- 1、 スリットを高分解能用に設定します。
主スリット 3、 スリット M、コレクタスリットを 25 ミクロンに設定します。
- 2、 Tm: FAB-HighMS をクリックします。測定条件のパラメータの確認編集をクリックして測定条件を目的に合わせて変更します。測定したいピークが間に入るような PEG のピークを見つけます。その二つのピークが入るように、測定モードの中のスキャン質

量範囲を設定します。[適用]、[了解]をクリックします。

[質量校正ファイル]で小文字の ult および、peg 400 を選択し、[適用]、[了解]をクリックします。

- 3、Low Mass の測定方法の 2-14 と同様に操作を行います。
- 4、Low Mass の時に得られたサンプルと同様のスペクトルであることを確認し、しばらくそのままの状態です。
- 5、ある程度スペクトルが得られたら、[一時停止]をクリックし、[COLLISION CHAMBER],[GUN HIGH VOLT] [EMISSION] (5mA に設定)をそのままの状態にしたまま、[ACCEL],[IONS]を OFF にします。
- 6、目的分子量に応じた PEG を用いて測定を行います。(PEG200,400,600800、1000 等)
- 7、データ処理画面から、データ処理をクリックし、PEG のピークがあるスペクトルデータを表示させます。
- 8、[質量校正グラフ]をクリックし、PEG のピークを二つ選択し、校正測定を行います。(「確定：全スペクトルに適用」を選択。)
- 9、測定試料のスペクトルをいくつか表示させ、拡大し、ピークが計算値と合っているかを確認します。
- 10、計算値と合うまで 7 から 9 の作業を続けます。
- 11、計算値と合っているピークを見つけたら確定をクリックし、[スペクトルリスト]から[編集]の中の [組成演算/アミノ酸演算]を選択し、Element 部分に分子式を入力し、[確定]をクリックします。
- 12、[計算]をクリックします。このときの Err-mmu が 30 以内となるまで行います。
(JEOL の許容誤差は 10 p p m なので、m/z 600 なら 6 mmu 以内が良い。)

計算値の表示方法

- 1、どこかのピークをクリックし Mass Spectrum を表示させ、右クリックから[確定]を選択します。[スペクトルリスト]の[編集]の[組成演算/アミノ酸演算]をクリックします。
- 2、[タイプイン]をクリックします。組成式を入力すると計算値が表示されます。

測定上の注意点

- ・ 測定データは最大 15 個までの保存にしてください。データが多いと測定や印刷ができなくなります。いらなくなった測定データは[データ]から[削除]で消してください。
- ・ High Mass 測定終了後は、スリットを元の位置に戻してください。

トラブルシューティング

- ・ サーバーコネクトとの接続に失敗しましたと表示された場合。[スペシャル]から[APU 初期化]をクリックします。
- ・ ワークマネージャがとまったとき、[アクション]から[ロックファイルの削除]を行います。

または、[スペシャル]から[APUの初期化]を行います。

- ・ 較正測定をクリックしたときに[サーバとの接続に失敗しました]の表示された場合、[スペシャル]から[APUの初期化]を行います。

測定の終了方法

- 1、全てのファイルを終了させ、右下の終了をクリックします。
- 2、パソコンのディスプレイを消し、Massのディスプレイも消します。
- 3、オシロスコープの電源を切ります。
- 4、プローブをダミーに戻し、[EVAC]にします。測定器具を元の場所に戻して終了。