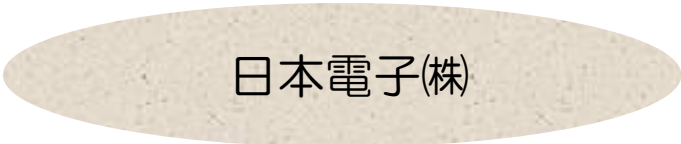




AccuTOF  
納入講習テキスト  
Windows7 Version



日本電子(株)

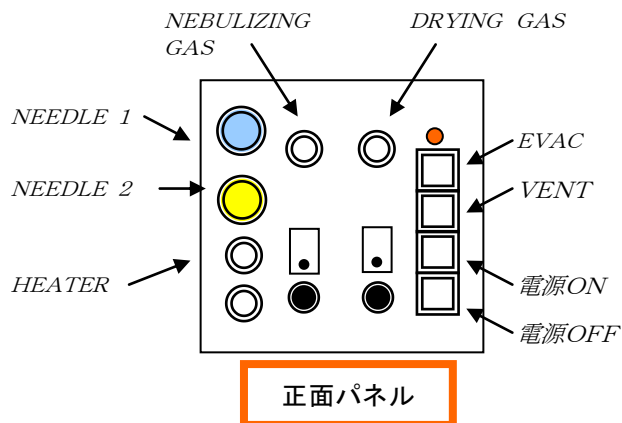
I	装置の立上げ.....	3
I-1	電源投入 & 排気開始 .....	3
	★検出器 (MCP) の慣らし運転について .....	3
I-2	ESIプローブ.....	3
II	システム.....	4
II-1	アイコン説明 .....	4
II-2	MassCenter の起動.....	5
II-3	MassCenter のメニューについて .....	5
II-4	プロジェクトの作成 .....	6
II-6	MS調整マネージャーのメニューについて .....	8
III	AccuTOFの調整.....	8
III-1	分解能&感度 調整 .....	8
IV	測定.....	1
IV-1	MS測定条件の編集 .....	1
IV-2	Agilent1100 測定条件の編集.....	2
IV-3	キャリブレーション (質量校正) .....	3
IV-3	測定.....	8
IV-3-1	単発測定.....	8
IV-3-2	Sample List による連続測定.....	11
IV-3-3	Sample List の作成.....	13
IV-3-4	連続測定の開始.....	15
IV-3-5	連続測定の中止.....	16
V	解析.....	17
V-1	解析 <クロマト処理> .....	17
V-2	解析 <スペクトル処理>.....	18
V-3	解析 <精密質量処理> .....	19
VI	装置の停止.....	28
VI-1	短期停止 .....	28
VI-2	長期停止 (シャットダウン) .....	29
VII	イオン源のメンテナンス要領 .....	30
VII-1	イオン源洗浄要領.....	31

VII-1-1	日常的な洗浄.....	32
VII-1-2	分解洗浄 I .....	33
VIII-1-3	分解洗浄 II .....	35
VIII-1-4	分解洗浄 III .....	36
VIII-2	ヒーター及び白金測温体交換要領.....	38
VIII-2-1	オリフィス.....	38
VIII-2-2	バーパライザー.....	39
VIII-3	スプレーヤーの分解及び組立要領.....	39
VIII-4	消耗品及び定期交換部品について.....	41
VIII-4-1	オリフィス.....	41
VIII-4-2	イオン源覗き窓.....	41
VIII-4-3	スプレーヤーガイド.....	42

# I 装置の立上げ

## I-1 電源投入&排気開始

- 1) 背面のブレーカーを『ON』
- 2) 電源 ON(装置前面)
- 3) 窒素ガスの供給  
600kpa 以上の圧力が必要
- 4) EVAC ON (排気開始)  
(窒素ガス圧力計が、600kpa 以上ないとスタートしない)
- 5) EVAC Ready



Ready ランプが点滅から点灯に変わること、排気完了となります。

検出器 (MCP) 保護のため、排気完了から15時間後に高電圧が印加可能になります。  
(システム側で制御しています)

排気完了の目安 (点滅→点灯)  
●真空度:  $1.2 \times 10^{-4}$ Pa 以下

### ★検出器 (MCP) の慣らし運転について

検出器 (MCP) は極微細管構造になっており、表面に酸素等が付着した状態で高電圧を印加すると、放電効果により微細管表面を損傷させてしまいます。

AccuTOF では検出器保護のため、真空立ち上げ後 (EVAC Ready) 15時間経過しないと高電圧が印加できないようにシステム側で制御しています。

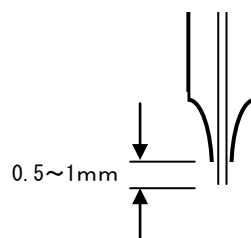
実際のご使用にあたっては、検出器保護のため、高電圧をゆっくりと印加して、検出器を“慣らす”必要があります。

『MS調整マネージャー』→『装置』→『MCP検出器の慣らし』を選択し、  
『停止電圧』を使用する電圧に設定し、『慣らし時間』を60minに設定して“検出器の慣らし”操作を実行してください。



## I-2 ESIプローブ

ESI 先端キャピラリーは、0.5~1mm に合わせます。



## II システム

### 1. システムの起動

- ・ ログインする

パスワード：JEOL (表示は\*\*\*\*となります)

### II-1 アイコン説明

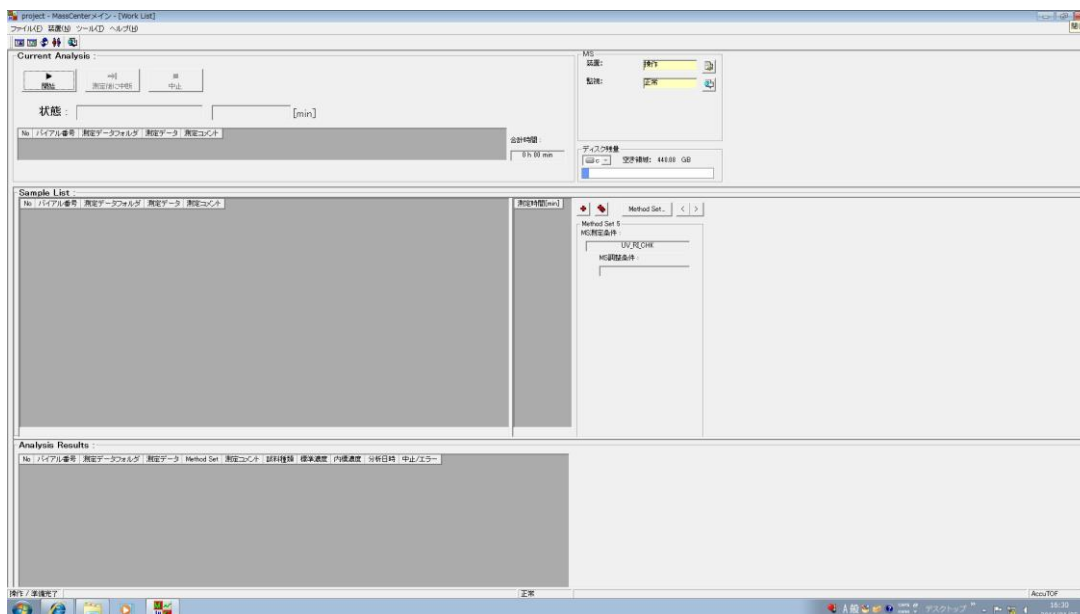
AccuTOFでは下記に示すアイコンで全ての操作を行います。

 MassCenterメインInk	<b>MassCenterメインプログラム</b> このプログラムでMS調整、測定、解析を行います。 すべてはここから始まります。
 JEOL ESI Deconvolutio	<b>デコンボリューションプログラム</b> AccuTOFで測定したデータをデコンボリューション演算するプログラムです。
 データマネージャ	<b>データマネージャプログラム</b> 各種分析条件・データ等のファイルメンテナンスプログラムです。
 MS監視ビューワ	<b>装置監視パネルプログラム</b> AccuTOFのアラーム、各ユニット電圧のモニタープログラムです。
 MassCenterS TOP	<b>MassCenterストッププログラム</b> MassCenterで、動作中のプログラムを全て停止させます。 MassCenterメインプログラムで正常終了しない場合、 動いたままになっているプログラムを強制終了させることができます。

## II - 2 MassCenter の起動

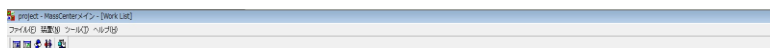


MassCenter アイコンをダブルクリックする



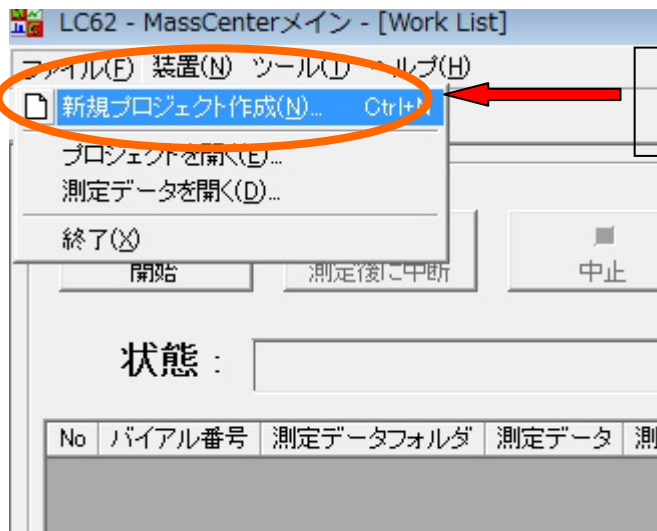
Mass Centerメイン画面

## II - 3 MassCenter のメニューについて

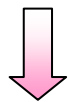


メニュー	下層メニュー	内容
装置(N)	MS調整(T)	感度・分解能調整画面へ
	MS測定条件(M)	測定条件編集画面へ
	質量校正(C)	キャリブレーション画面へ
	試料導入部条件(L)	LC制御画面へ
	装置監視パネル(S)	MS & LCの状態観察画面へ
ツール(T)	組成推定(F)	組成推定画面へ
	同位体シュミレータ(I)	同位体シュミレーション画面へ
	周期表(P)	周期律表画面へ
	一般定量(Q)	定量画面へ

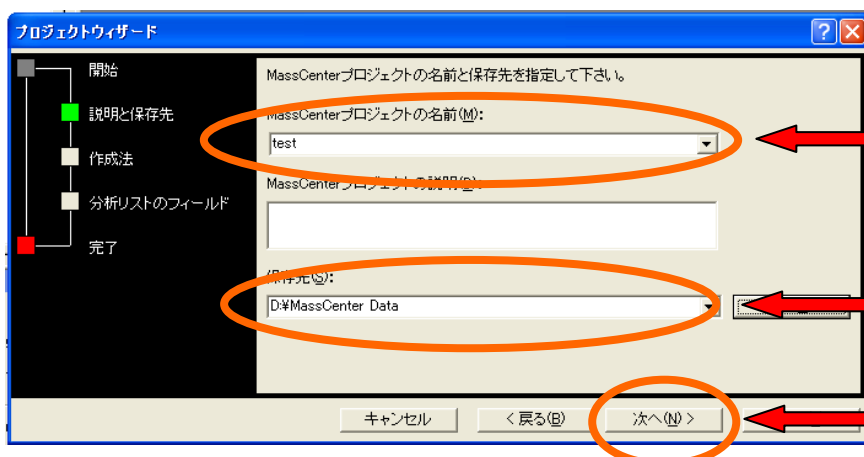
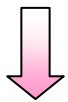
## II-4 プロジェクトの作成



1) 『Mass Centerメイン』のメニューバー『ファイル』→『新規作成』を選択



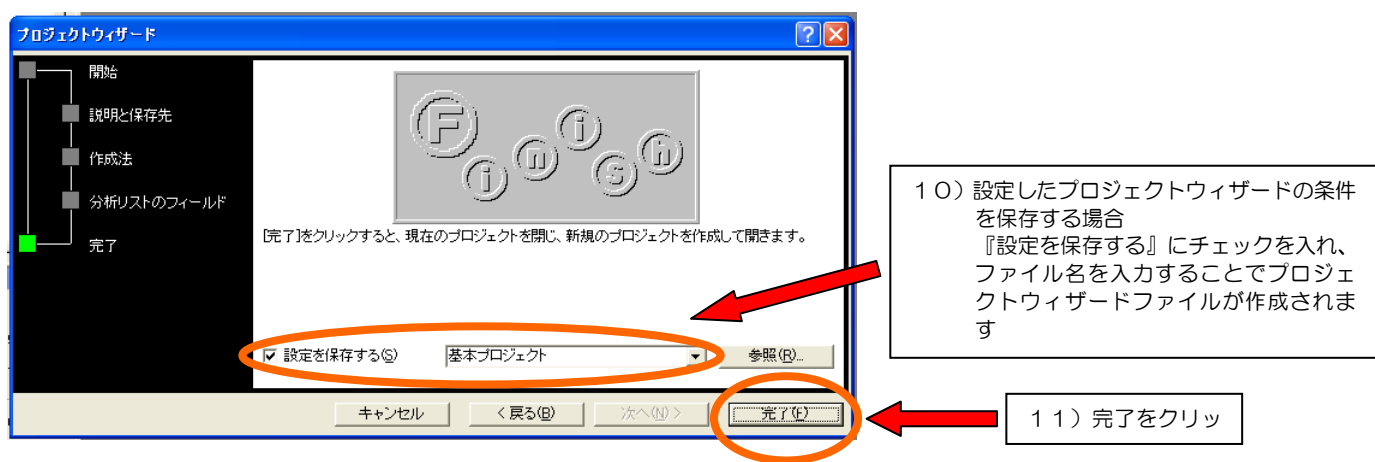
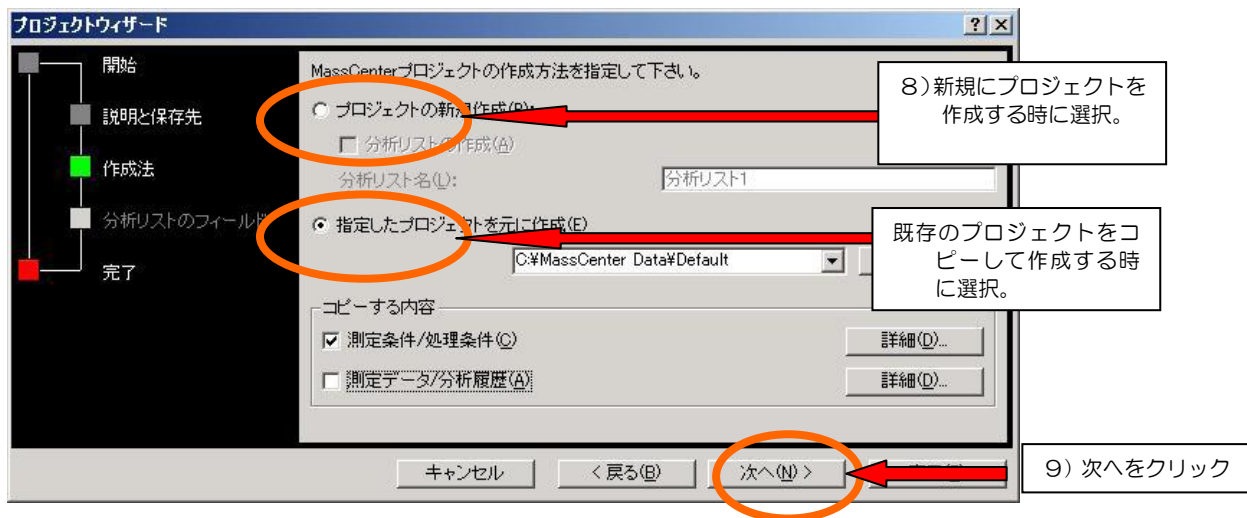
4) 次へをクリック



5) プロジェクトの名前を入力

6) 保存先を入力

7) 次へをクリック



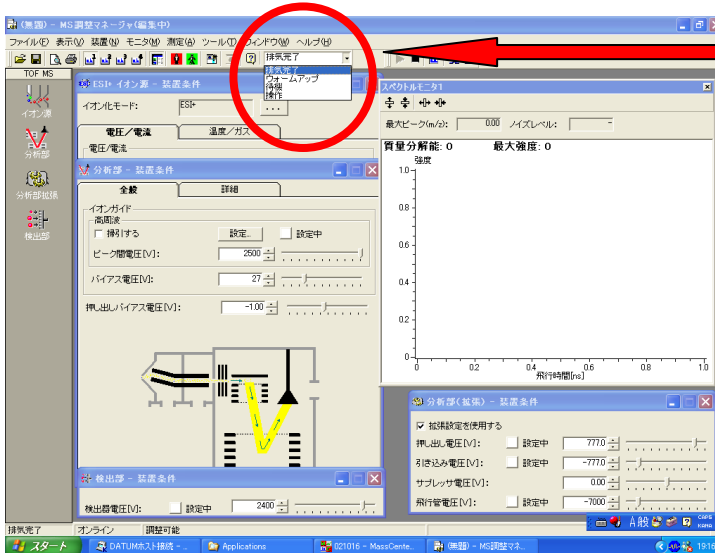
II-5 MS調整マネージャー画面について



『Mass Center』のメニューバーの『装置』→『MS調整』でMS調整マネージャーが立ち上がります。



**重要!**



左記丸印部のメニューバーの設定について

- 1) 排気完了  
高電圧：OFF 温度：OFF  
MassCenter 終了時に選択します。
- 2) ウォームアップ  
MCP：ON 温度：OFF 加速：ON
- 3) 待機  
温度：ON
- 4) 操作  
ION 源 高圧：ON  
ピーク確認時に選択します。
- 5) 大気開放  
\*\*排気完了後の経過時間が900分  
以上経過していません。\*\*\*  
MS 監視ビューワを確認してください。  
注意！  
サンプルを LC より導入する場合は、必  
ず温度・ガスはONにします。

## II-6 MS調整マネージャーのメニューについて



メニュー	下層メニュー	内容
表示 (V)	スペクトルモニター (S)	最大スペクトル表示可能
	真空度 (V)	真空度画面の表示
	イオン源 (I)	イオン源画面の表示
	分析部 (N)	分析部画面の表示
	分析部拡張 (E)	分析部拡張画面の表示
	検出部 (D)	検出部画面の表示
装置 (N)	イオン化モード (I)	イオン化モードの切替え
	装置モード (M)	排気完了・ウォームアップ・待機・操作
モニタ (M)	表示範囲 (D)	SCAN範囲・時間等の設定
測定 (A)	単発測定 (C)	1Shot 分析
ツール (T)	アベレージャーのノイズ係数 (N)	ノイズ補正を行います。 装置納入時のみ使用します。

## III AccuTOFの調整

### III-1 分解能&感度 調整

サンプル例：レゼルピン 500ppb  
導入方法：調整用吸引ボトル  
：またはシリンジポンプ

**重要!!**

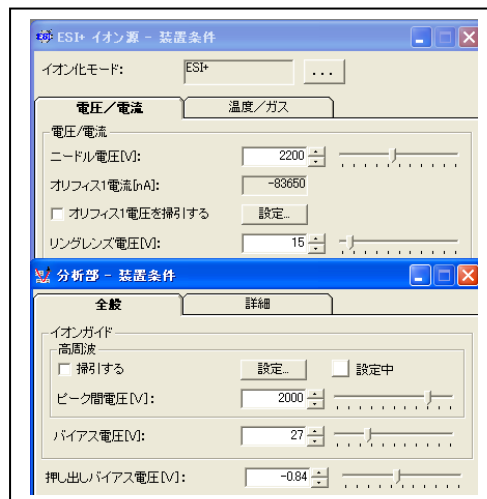
LCには絶対に高濃度 (ppm以上) の  
レゼルピンを入れないでください!  
LC内部に残ってしまい、配管交換が  
必要になることがあります。

#### 1) MS調整条件ファイルの読み込み

このファイルを読み込むことで、AccuTOF の全ての条件が切替わります。  
『ファイル』→『MS調整条件ファイルを開く』で目的の調整条件を選択します。

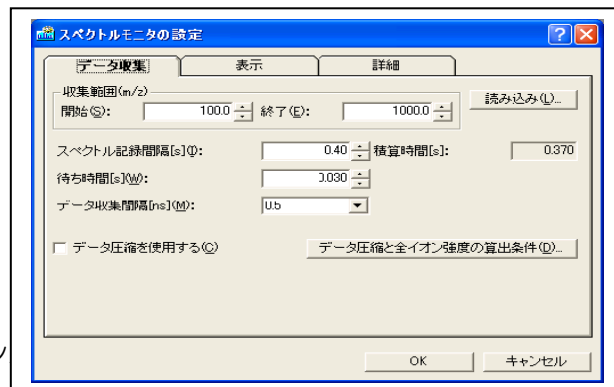
## 2) 装置条件例 (装置により条件が異なります)

- 分析部 (拡張): 飛行管電圧 (7 kV),  
押し出し電圧 (777V),  
引き込み電圧 (-777V)
- 検出器: MCP (2300V~2500V程度)
- イオン源: ニードル電圧 (2000V),  
オリフィス1電圧 (10V),  
リングレンズ電圧 (80V),  
オリフィス2電圧 (5V)
- イオンガイド: ピーク間電圧 (2000V),  
バイアス電圧 (27V)
- 温度: オリフィス1 (80°C),  
脱溶媒室温度 (250°C)



## 3) SCANレンジの設定例

- スペクトルモニター1のWindow内でマウスの右クリック → 『設定』を選択します。
- 質量電荷比範囲 (m/z) の設定: m/z 100~1,000
- スペクトル記録間隔: 0.4 sec
- 待ち時間: 0.03 sec
- データ収集間隔: 0.5 nsec に設定します。  
(納入時に設定しています)



## 4) ビームの確認

Nebulizer gas : ON (Flow は 0.7L/min 程度)

Dry gas ON (Flow は 2L/min 程度)

## 5) 調整 (tuning)

押し出しバイアス電圧 (0V から -1.0V 程度)、収束レンズ四重極電圧 (+20V 程度)、左右電圧、上下電圧 これらを組み合わせて分解能・感度を調整します。

## 6) MS調整条件の保存

分解能・感度調整が完了したMSコンディションを『MS調整条件』として保存します。

『MS調整マネージャー』画面で 『ファイル』 → 『名前を付けて保存』で行います。

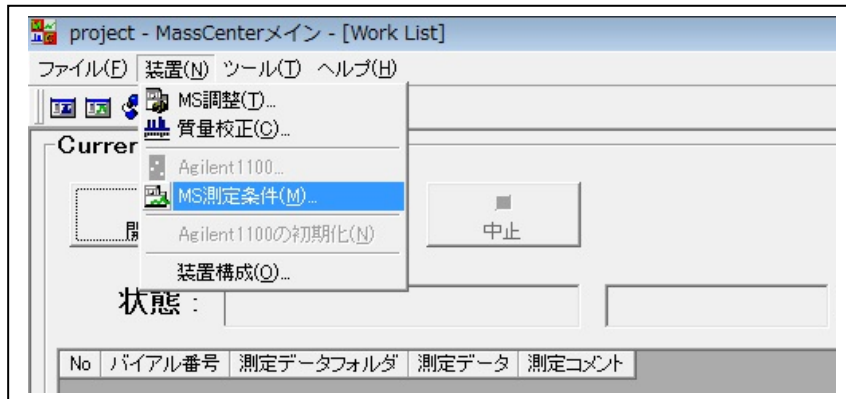
**重要！！**  
保存したMS調整条件は実測定で用います

## IV 測定

### IV-1 MS測定条件の編集

#### 1) MS測定条件の編集

- ・『MassCenterメイン』のメニューバー  
『装置』→『MS測定条件』を選択します



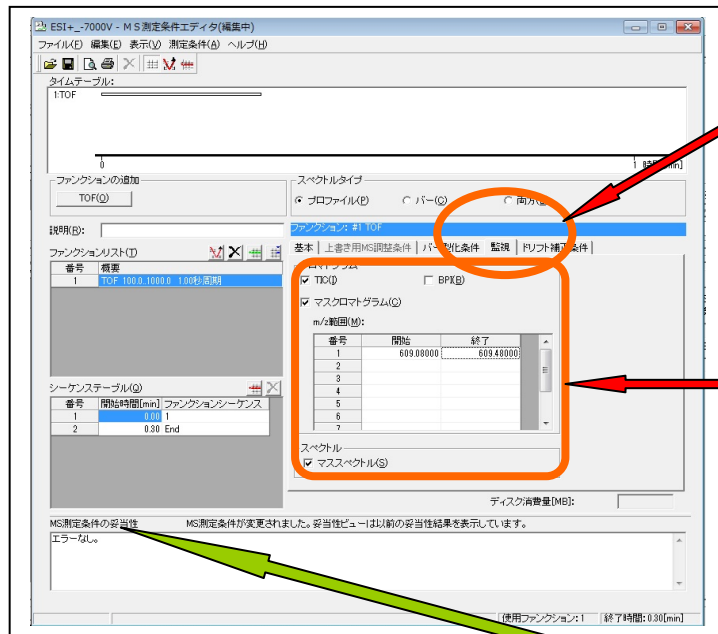
- ・下記手順で編集します

The screenshot shows the 'ESI+...7000V - MS測定条件エディタ' window. Four callouts with arrows point to specific parts of the interface:

- 手順①** ファンクション TOF ボタンを押します (The 'TOF' button in the 'ファンクションの追加' section is circled in orange.)
- 手順②** ファンクションテーブルの『番号2』に測定終了時間を入力します (The '0.30 End' entry in the 'ファンクションシークエンス' table is circled in orange.)
- 手順③** 測定質量範囲 (m/z100~1000)、測定時間を入力します。(通常は Default にて OK) (The '開始' and '終了' fields in the 'データ取得' section are circled in orange.)
- 手順④** 前頁で保存したMS調整条件を入力します。『参照』ボタンを押すことで検索できます。 (The '参照' button in the 'MS調整条件' section is circled in orange.)

番号	開始時間 [min]	ファンクションシークエンス
1	0.00	1
2	0.30	End

開始 (m/z)	終了 (m/z)	検量時間 [s]
100.0	1000.0	0.970



手順⑤  
『監視』を指定します。

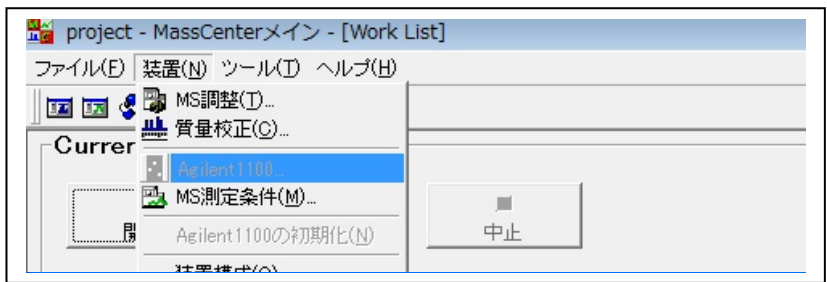
手順⑥  
リアルタイムモニター表示に必要なTIC, マスクロ、マススペクトルをチェックします。

・条件作成後、『ファイル』→『名前を付けて保存』でMS測定条件ファイルとして保存します。

参考までに！  
条件保存時に不適切なパラメータが設定されると、『MS測定条件の妥当性』欄に指摘事項が表示されます。  
条件が適切であれば『エラー無し』の表示が出ます。

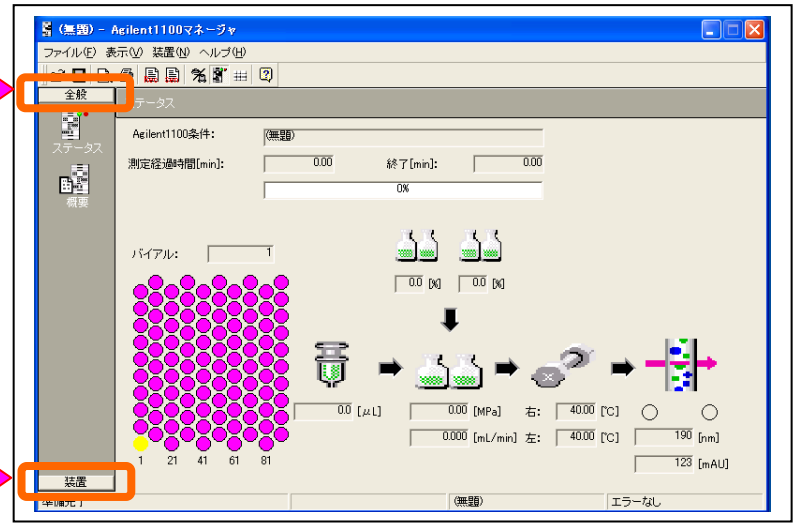
IV-2 Agilent1100 測定条件の編集

- 『MassCenterメイン』のメニューバーより、『装置』→『試料導入部条件』→『Agilent1100』を選択します

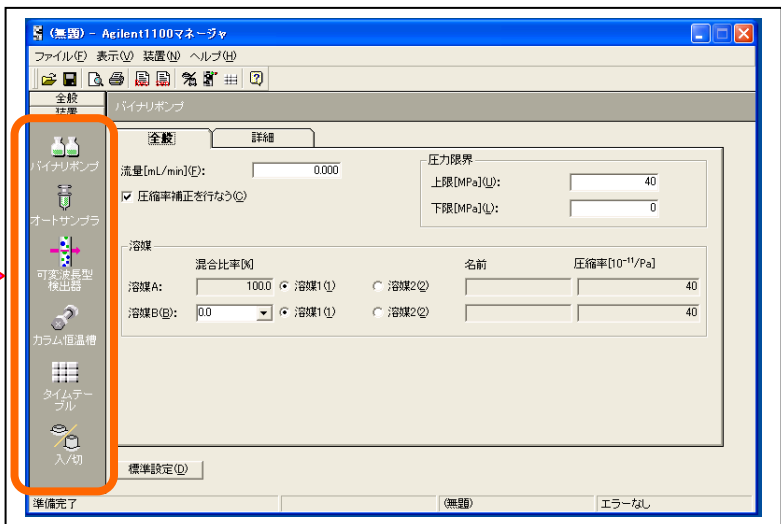


『全般』  
ここを指定すると Agilent1100 の現在のコンディションが表示されます。

『装置』  
ここを指定すると Agilent1100 のバイナリポンプ・オートサンプラ・UV検出器・カラム恒温槽等の条件編集画面に切替わります。



各アイコンを指定して  
分析条件を編集します。



- 条件作成後、『ファイル』→『名前を付けて保存』で Agilent1100 測定条件ファイルとして保存します

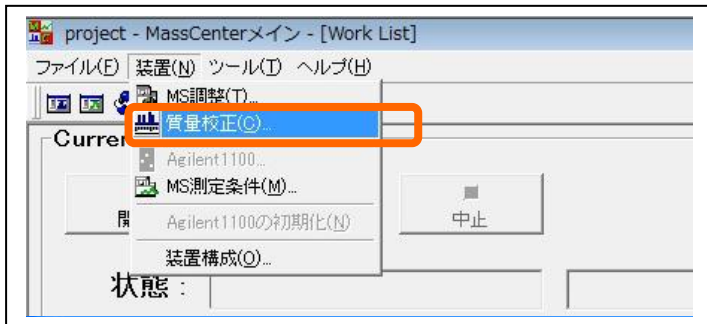
#### IV-3 キャリブレーション（質量校正）

AccuTOF のキャリブレーションには“質量校正”と“質量ドリフト補正”の2種類があります。

質量校正：  
このデータを元に質量が校正されます。

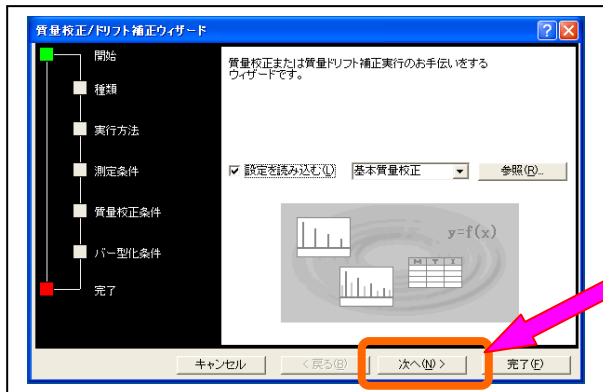
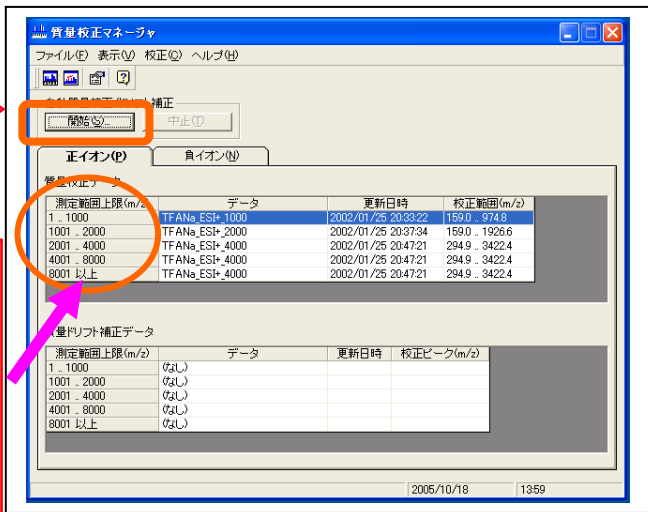
質量ドリフト補正：  
既知質量の成分を測定して、そのドリフト値を質量校正データに反映させます。

- 質量校正の実行  
『MassCenter』→『装置』→『質量校正』を指定すると、  
『質量調整マネージャー』が立ち上がります



『開始』ボタンを選択します。

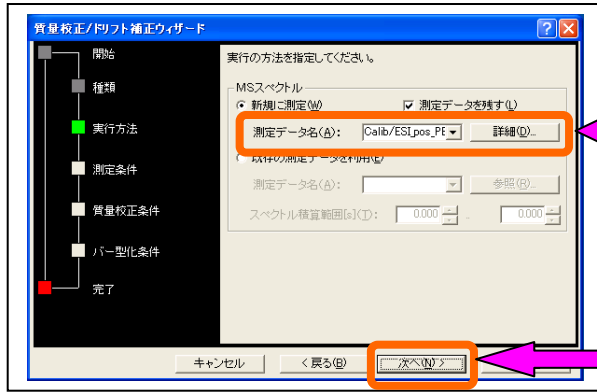
**重要**  
 測定質量範囲により使用している Calibration File が異なります。測定時の質量範囲の最大質量数が測定範囲上限に当てはまる File を使用しています。  
 例：測定質量範囲 100～5000  
 測定範囲上限が 4001～8000 の File を使用して測定されます。



『次へ』ボタンを選択します。

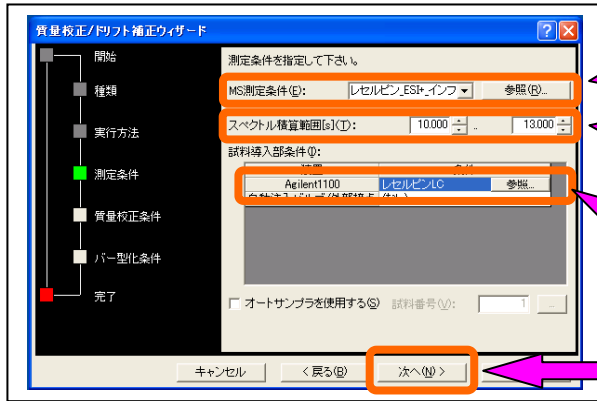


- ① キャリブレーションの種類を選択します。
- ② キャリブレーションを実行する質量範囲を選択します。
- ③ キャリブレーション情報を格納するデータファイル名を指定します。
- ④ 『次へ』ボタンを選択します。



測定データ名を Calib/ の後に入力します。

『次へ』ボタンを選択します。

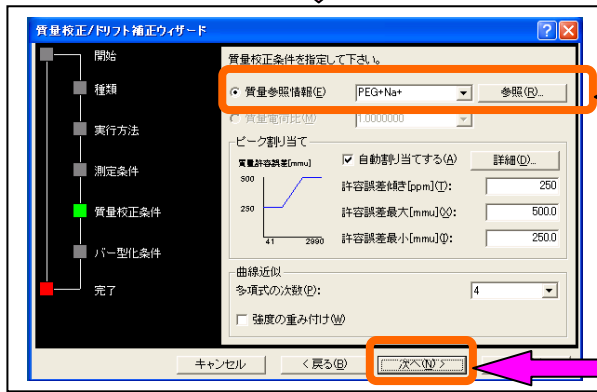


MS測定条件を選択します。

キャリブレーションデータとして用いるスペクトル範囲を指定します。範囲はTICのリテンションタイムになりますが単位は sec です。

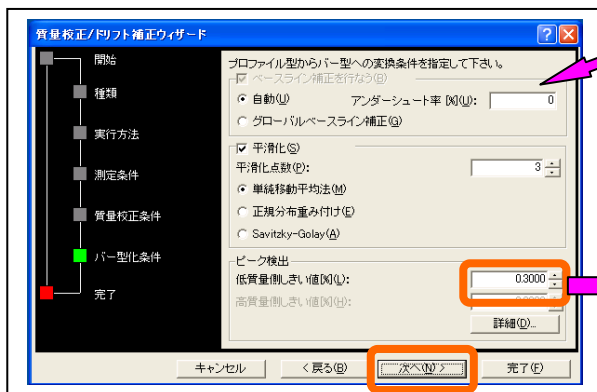
Agilent1100 の分析条件を指定します。

『次へ』ボタンを選択します。

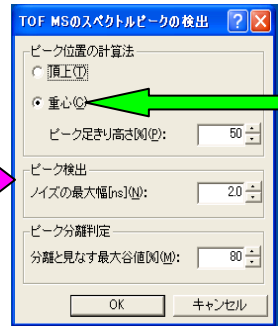


使用する質量校正成分の参照情報を選択します。

『次へ』ボタンを選択します。



各種設定を行います。



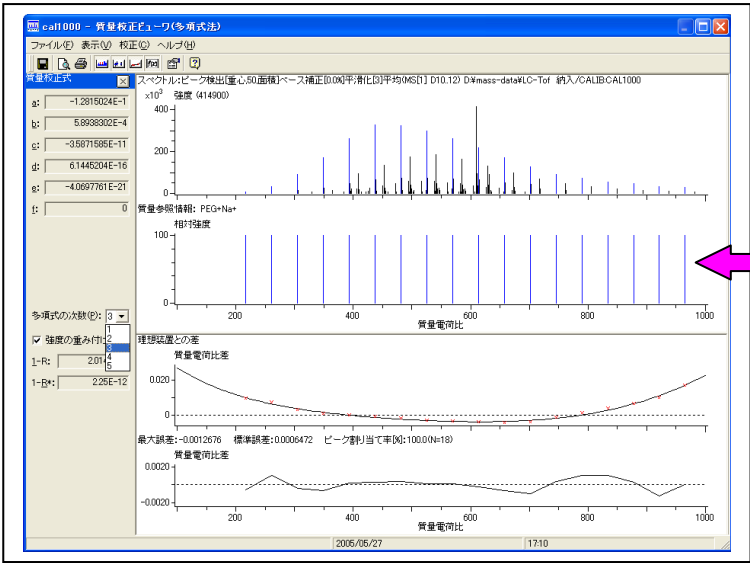
ピーク位置の計算方法  
重心法が良く用いられます。



完了ボタンを指定すると  
測定開始画面に切替わります。

質量校正サンプルを導入し、分析を開始します。

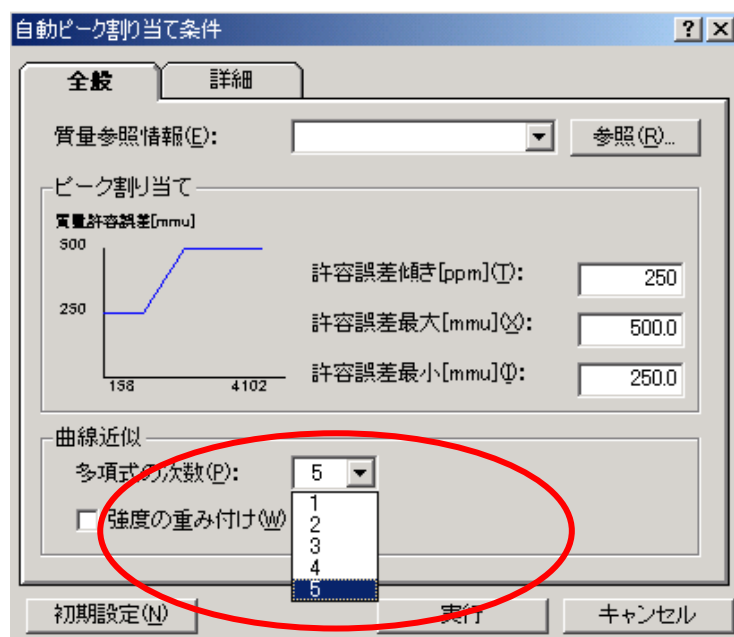
測定終了後、自動処理が始まり下図が表示されます。



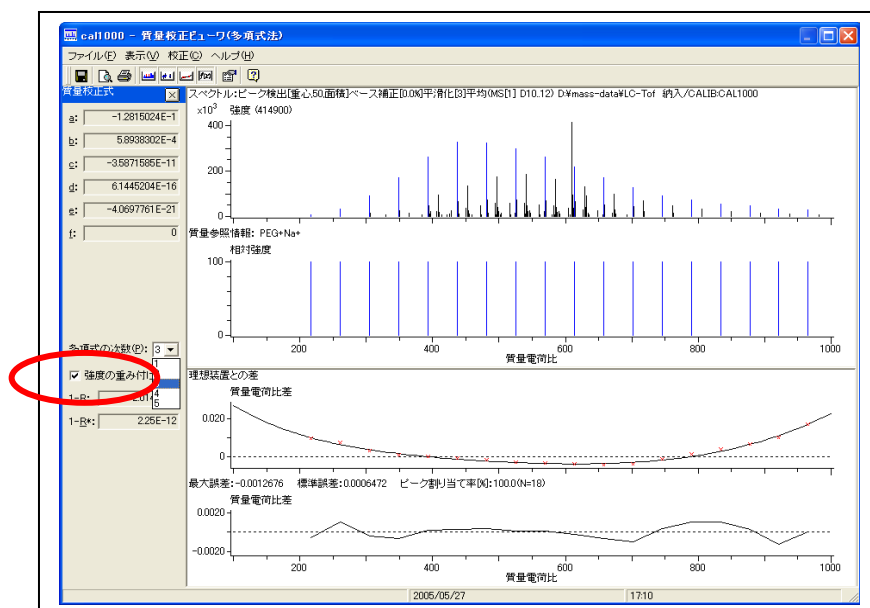
質量校正結果  
自動でピーク判定がされ  
ピークが青色になり、質量校正  
が実行されます。

1. 『校正』 → 『自動ピーク割り当て条件』を選択すると下図が表示される。





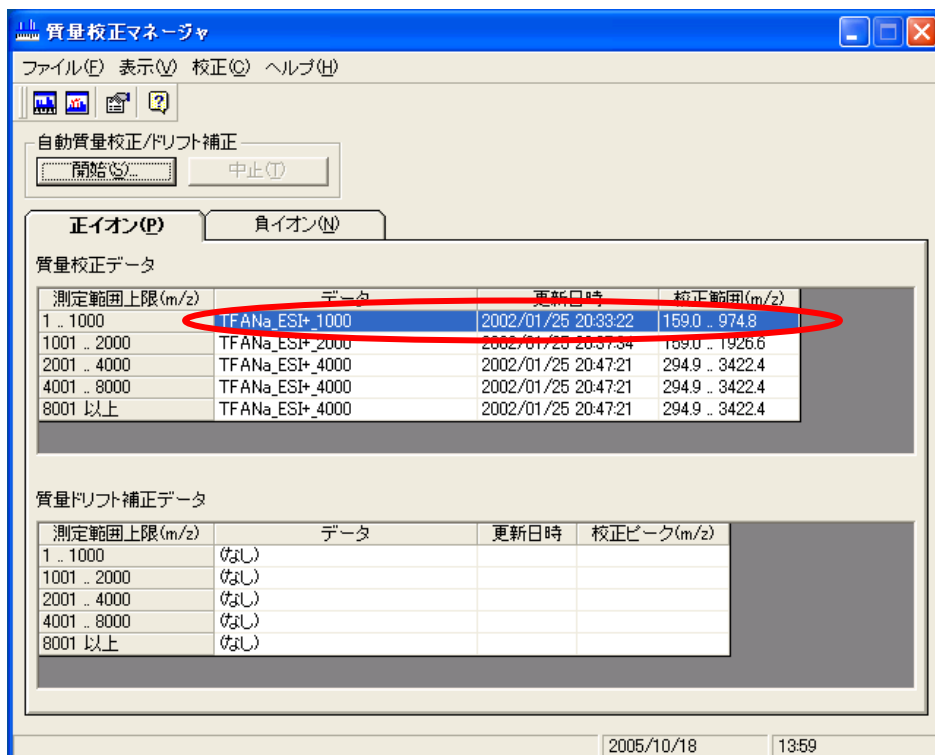
2. 近似の多項式の次数を1～5まで変化させ“1-R☆”の値が一番小さな値を選択する。



\*\* 1-R☆の値が5.0E-12以上の場合、ミリマス測定の精度が5 ppm以内に入ら  
 \*\* ない場合があります。その場合、サンプル濃度を上げるかサンプル自身を交換してみる。 \*\*

3. 『ファイル』 → 『更新』 を実施し、『ファイル』 → 『閉じて戻る』 にて終了する。

4. 質量校正マネージャにて作成したキャリブレーションデータの更新日時を確認する。



※※ MS調整マネージャのモニターは、マスレンジ等を変更しないと有効になりません。 ※※

## IV-3 測定

### IV-3-1 単発測定

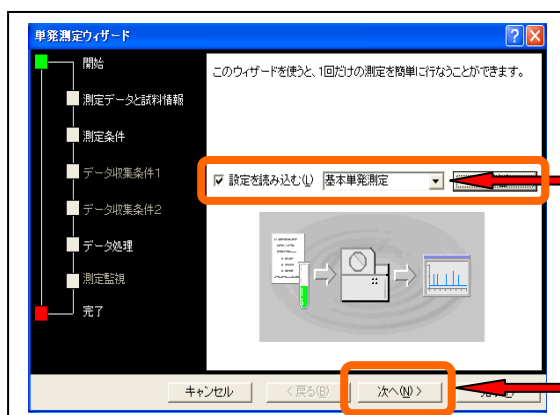
#### ●測定（単発測定）

『MS調整マネージャ』の  
『測定』 → 『単発測定』を選択します。



・『単発測定ウィザード』が起動するので  
ウィザードの手順に従って測定準備を行います。

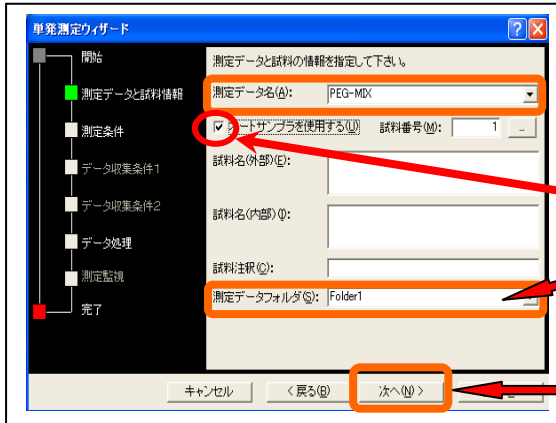
#### 単発測定ウィザードStep①



- 過去に作成した単発測定ウィザードファイルがある場合  
『設定を読み込む』にチェックを入れ、  
ファイル名を指定することで次のステップが  
簡略化できます。
- 単発測定ウィザードファイルがない場合  
『設定を読み込む』にチェックは入れません

『次へ』を指定します

### 単発測定ウィザードStep②



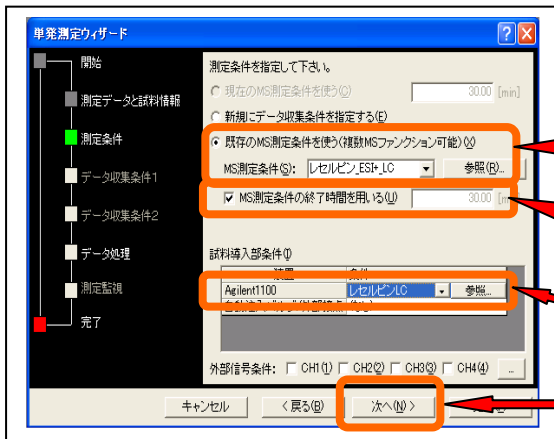
測定データ名を入力します。

オートサンプラー使用時はチェックを入れる。  
\*\*忘れやすいです!!

測定データを格納する  
フォルダーを指定します。

『次へ』を指定します

### 単発測定ウィザードStep③



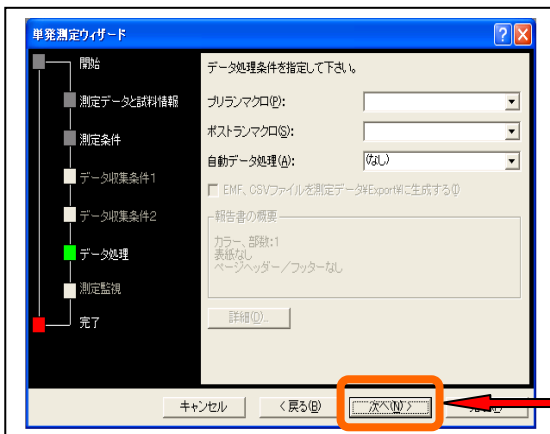
『既存のMS測定条件を使う』に  
チェックをかけ、ファイル名を入力します

MS測定時間をここで  
セットすることも可能

Agilent条件を設定しないとUVを取り込みません

『次へ』を指定します

### 単発測定ウィザードStep④



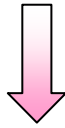
『次へ』を指定します

## 単発測定ウィザードStep⑤

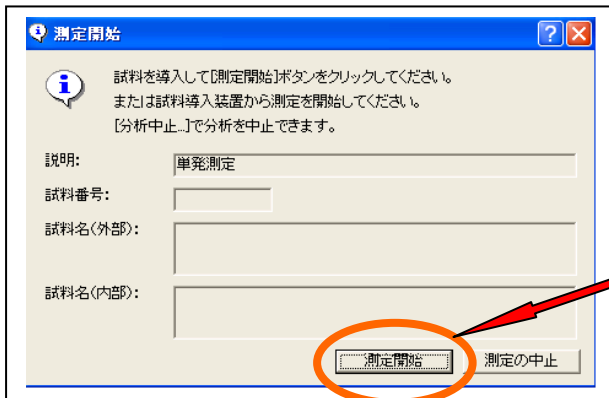


●設定した単発測定ウィザードの条件を保存する場合『設定を保存する』にチェックを入れ、ファイル名を入力することで単発測定ウィザードファイルが作成されます。

『完了』を指定します



モニター画面が起動します



試料導入後『測定開始』ボタンを押すとMSの測定が開始します。

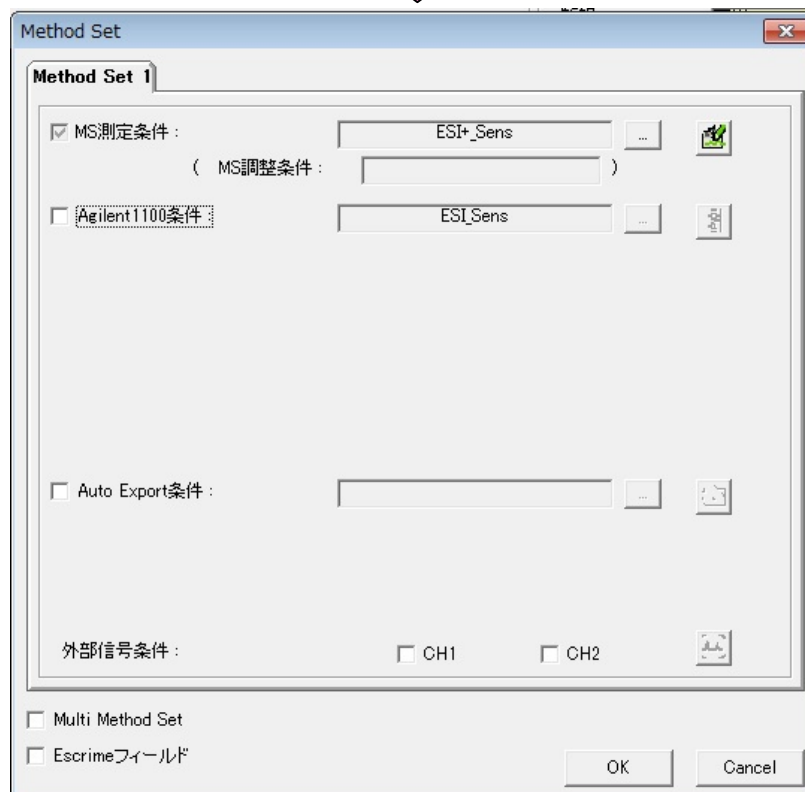
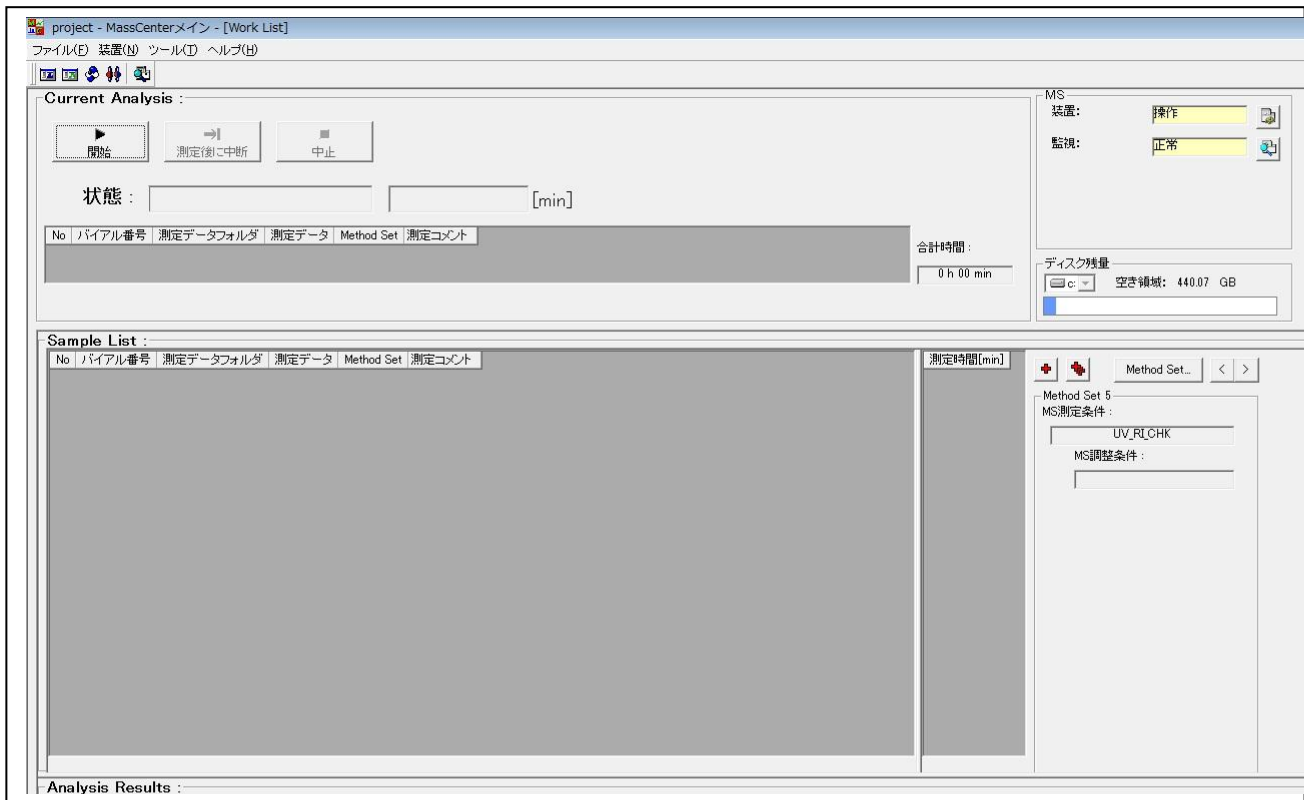
※※ オートサンプラー使用時は自動でスタートします ※※

### IV-3-2 Sample List による連続測定

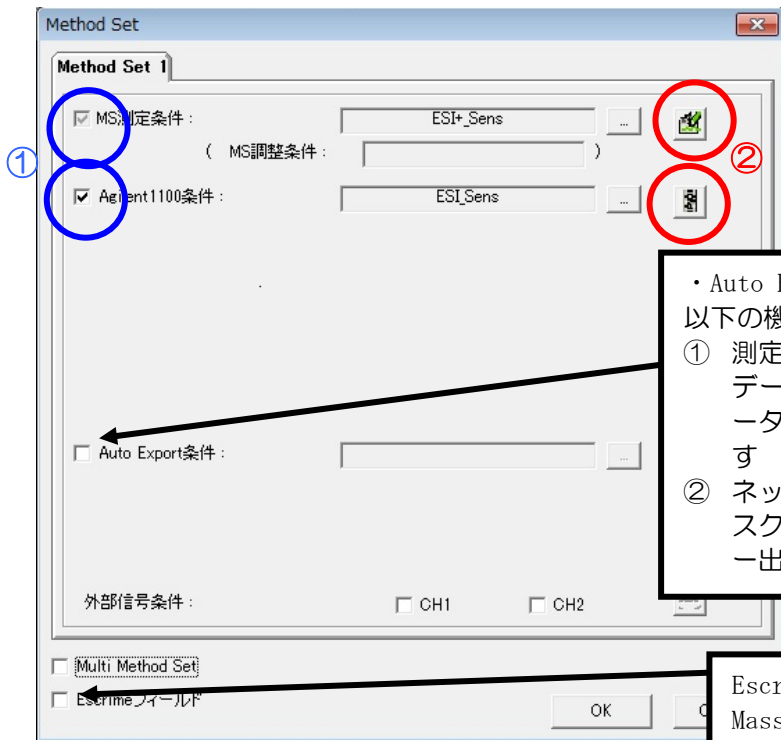
Sample List は一連の分析を行ううえで必要な情報（測定データ名・データ格納ホルダー、MS & LC分析条件等）をリストとして登録して、リストの内容に基づいて測定を行うものです。オートサンプラを使用した分析では分析前に作成しなければなりません。

#### ●Method Set の作成

1) 『MassCenter』の『Method Set』ボタンをクリックします。



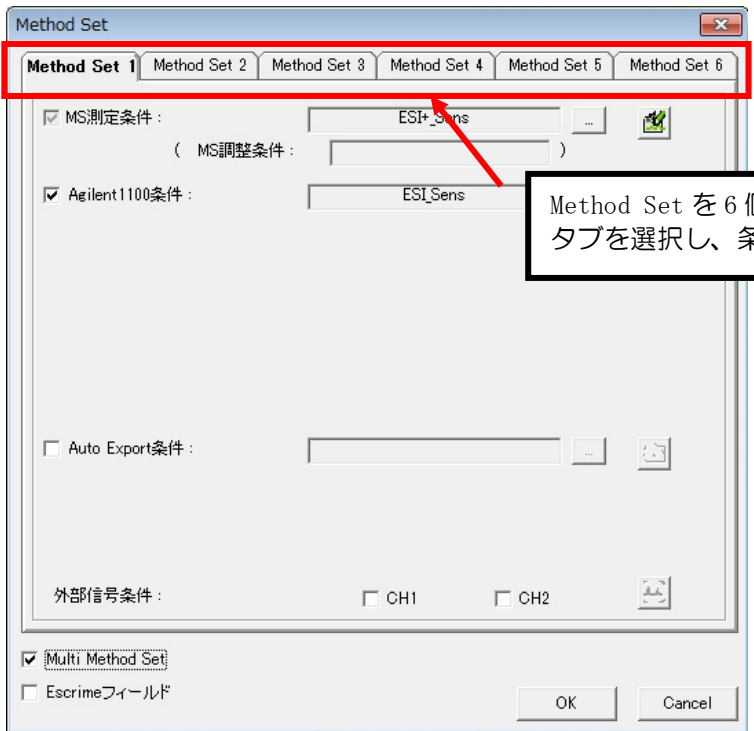
- 2) ①使用する条件にチェックマークを入れます。(MS 測定条件はチェックマークを外せません。)  
 ②各アイコンをクリックし、条件を作成します。  
 既に条件を作成済みの場合は、[...] ボタンをクリックし、作成した条件を選択します。



・ Auto Export 条件  
 以下の機能を利用する場合には設定してください。  
 ① 測定データ (Acquisition data) から andi/MS データ (ande/MS file) を作成します。パー型データの測定時に、andi/MS データを作成できます  
 ② ネットワーク接続された他の PC やハードディスクなどに andi/MS データや測定データをコピー出来ます。

Escribe フィールド  
 Mass Centerde で測定したデータを定量ソフト Escribe で定量解析する場合にチェックする。

- 3) 複数の Method Set を利用した測定をする場合は [Multi Method Set] をチェックして、[Multi Method Set] を選択します。




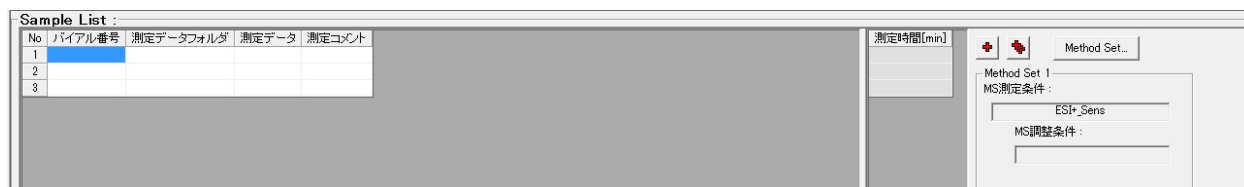
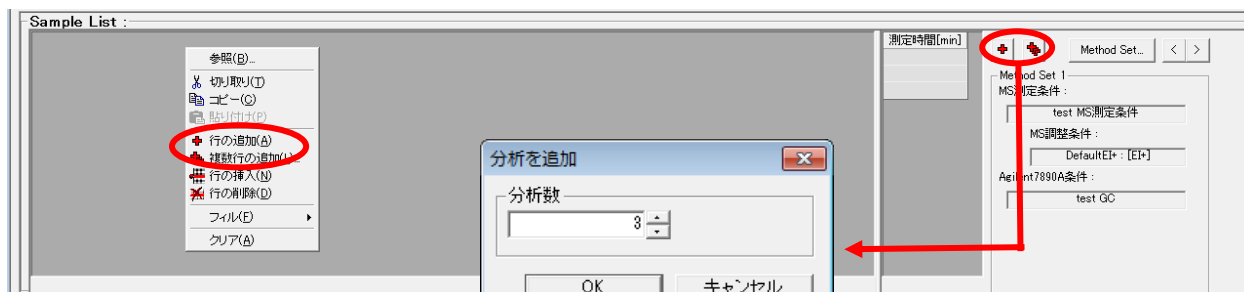
Method Set を 6 個まで作成する事が出来ます。タブを選択し、条件をセットしてください。

- 4) OK をクリックします。

### IV-3-3 Sample List の作成

連続測定前には、MassCenter メインでディスク残量の空き領域を確認してください。容量が残り少ない場合はデータをバックアップするなどして、空き容量をふやしてください。

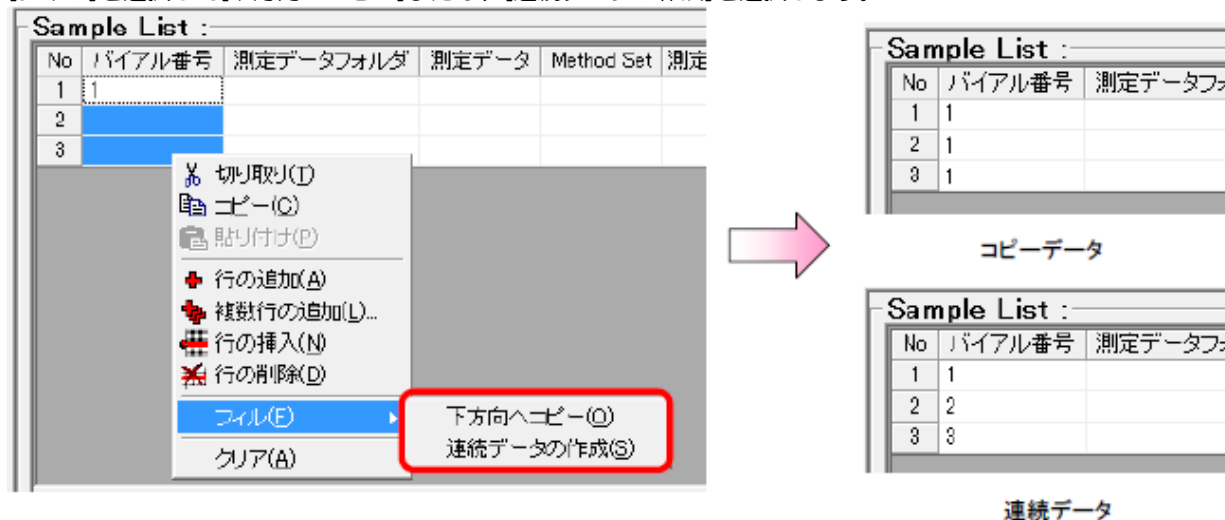
1) Sample List 上で右クリックをして表示されるメニューから[行の追加] (  アイコン) または[複数行の追加] (  アイコン) を選択します Sample List に行が追加されます。



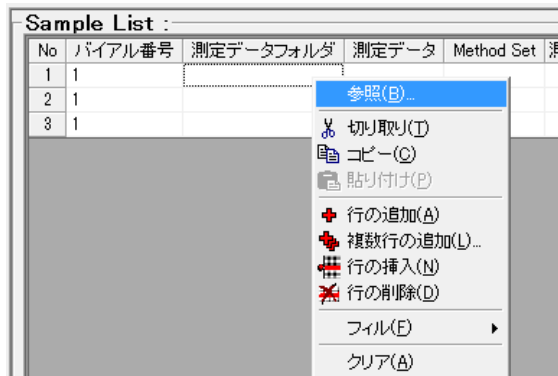
2) Sample List の各フィールドに設定を入力します。  
 [バイアル番号]にオートサンプラのバイアル番号を入力します。  
 ※オートサンプラを使用しない場合、すべてに『1』を入力して下さい。

No	バイアル番号	測定データフォルダ	測定データ	Method Set	測定コメント	試料種類	標準濃度	内標濃度
1	1							
2								
3								

★下のセルにコピーする場合や、連続した番号を付ける場合は、番号を入力したセルから下方向にドラッグし範囲を指定して右クリックでメニューを表示させます。  
 [フィル]を選択して[下方向へコピー]または、[連続データの作成]を選択します。

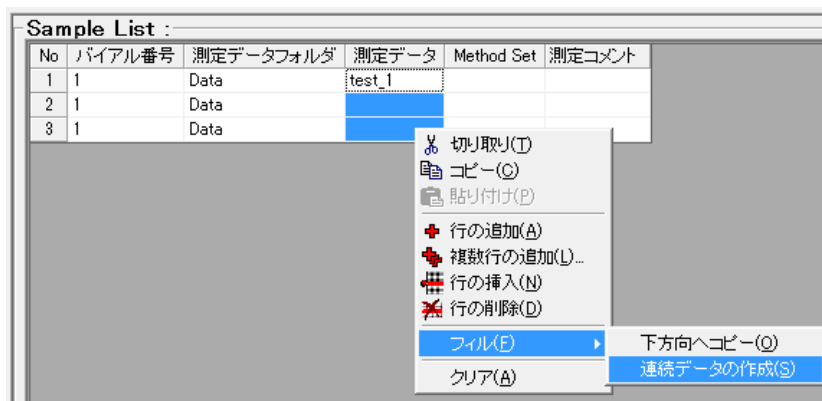


- 3) [測定データフォルダ]に測定データを保存するフォルダを選択します。
- ・既存の測定データフォルダを選択する場合は、左クリックでセルを選択し、右クリックして開くメニューから [参照]を選択してください。
  - ・測定データフォルダを新規作成する場合は、セルを選択してフォルダ名をキー入力してください。

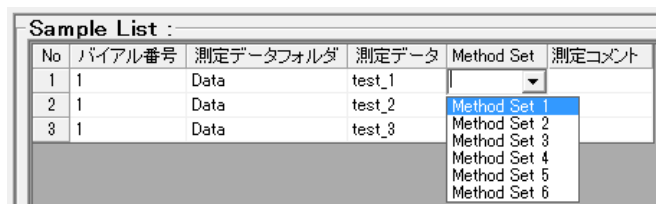


★連続して同一の内容を入力する時は、フィル機能を利用してコピーすると便利です。

- 4) [測定データ]に測定データ名を入力します。  
測定データ名に連続した番号を付ける場合はフィル機能を利用すると便利です。



- 5) [Method Set]を選択します。  
※Method Set 作成時に、[Multi Method Set]にチェックを入れた場合のみ表示されます。



★ 連続して同一の内容を入力する時は、フィル機能を利用してコピーすると便利です。

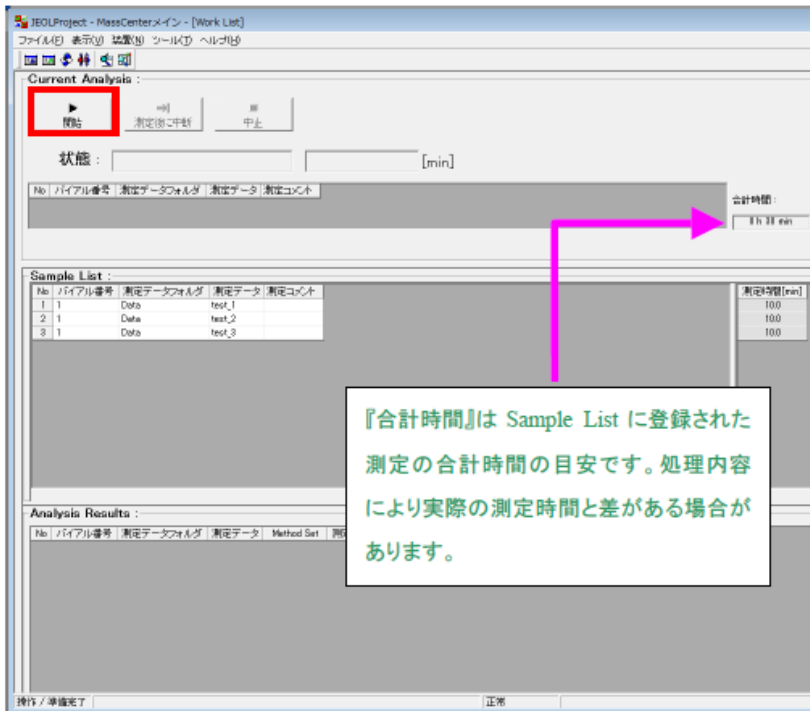
- 6) [測定コメント]を任意で入力します。  
7) [試料種類]、[標準濃度]、[内標濃度]を入力します。  
※Method Set 作成時、[Escrime フィールド]にチェックを入れた場合のみ表示されます。

★作成した Sample List はテキスト形式で保存する事が出来ます。メモ帳やワードパッドに保存してください。



#### IV-3-4 連続測定の開始

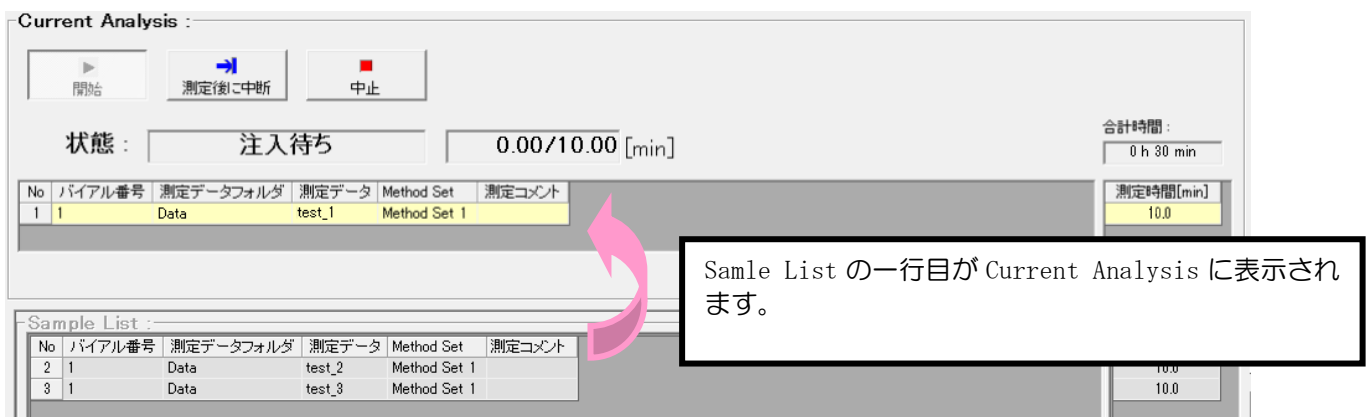
Current Analysis 内の **開始** ボタンをクリックします。



Sample List の妥当性確認が実行されます。

[不具合なし]

測定開始



測定が終了すると、『Current Analysis』に表示されていた測定は消え、『Analysis Result』に追加されます。複数の測定を実行した場合は、次に登録されている測定が実行されます。


Analysis Results :

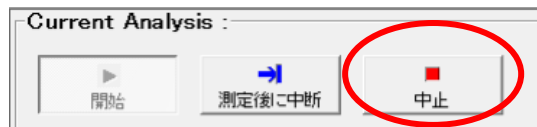
No	バイアル番号	測定データフォルダ	測定データ	Method Set	測定コメント	試料種類	標準濃度	内標濃度	分析日時	中止/エラー
1	1	Data	test_1	Method Set 1					2010/12/17 14:21:11	中止/エラー

測定を中止した場合や測定でエラーが起きた場合は、[中止/エラー]の項目に『\*』が付きます。

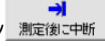
#### IV-3-5 連続測定の中止

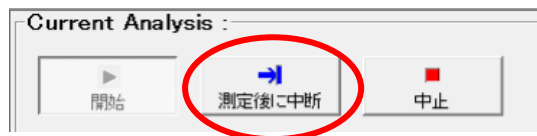
##### ・測定の中止

[Current Analysis]の[中止]ボタン  をクリックすると、実行中の測定がただちに中止され、連続測定が終了されます。



##### ・測定後に中断

[Current Analysis]の[測定後に中断]ボタン  をクリックすると、現在の測定完了後に、連続測定が終了します。押された状態の[測定後に中断]ボタンを再び押すと、[測定後に中断]状態が解除され、次の測定が実行されます。



#### IV-3-6 連続測定中の Sample List の編集

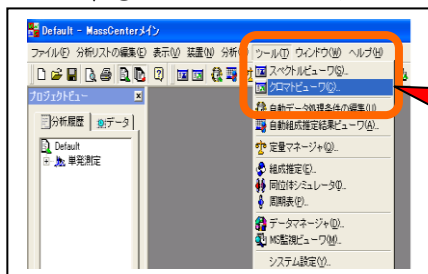
[Current Analysis]の[測定後に中断]ボタンをクリックすると、連続測定中に Sample List や Method Set を編集することができます。編集が終了したら、再び[測定後に中断]ボタンを押すと、[測定後に中断]状態が解除され、編集した内容が登録されます。

[測定後に中断]が押された場合でも、連続測定中は Method Set ダイアログ内の [Multi Method Set]、[Escribe フィールド] の選択は変更できません。

## V 解析

### V-1 解析 <クロマト処理>

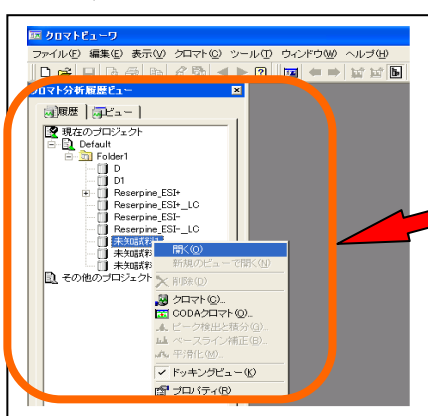
#### Step①：プログラムの起動



『MassCenter』を起動します。

『ツール』→『クロマトビュー』を選択し『クロマトビュー』を起動させます。

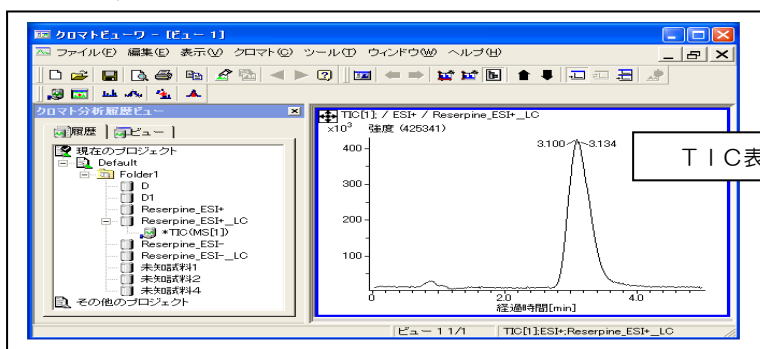
#### Step②：解析データの指定



『クロマトビュー』の『分析履歴ビュー』内の解析したいデータを指定（左クリック）します。

指定後（青色に反転）、右クリックすることでメニューが表示します。  
『開く』を選択することでクロマトグラムが表示します。

#### Step③：TIC処理

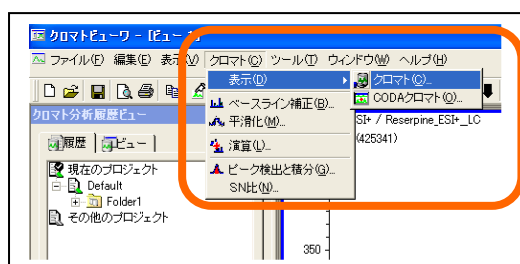


TIC表示

#### ★TIC処理方法

左ドラッグ（直線） → 指定範囲のクロマト拡大  
左ドラッグ（囲み） → 囲み範囲のクロマト拡大

#### Step④：マスクロマトグラム処理



マスククロマトグラムを表示させます。  
『クロマト』→『表示』→『クロマト』を指定します。

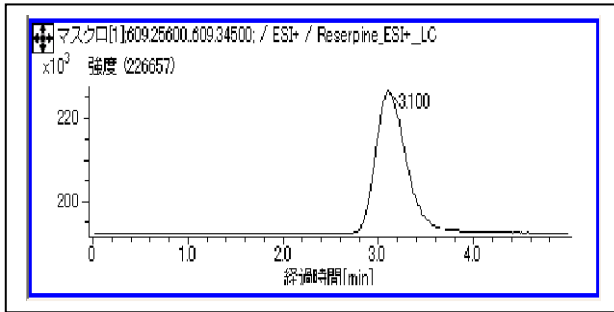
Step⑤：マスクロマト処理の設定

『クロマトの種類』→『マスクロマト』を選択します。

『値（範囲）』に表示させたい質量数を入力します。

設定後、『実行』ボタンを押すことでマスクロマトグラムが表示されます

Step⑥：マスクロマトの表示



V-2 解析 <スペクトル処理>

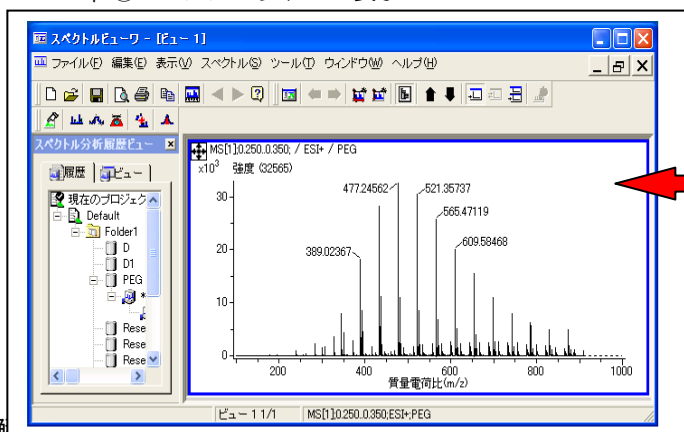
Step①：スペクトル処理

処理したい範囲を右ドラックで指定することで、マスクスペクトルが表示されます

★クロマト処理  
 左ドラッグ（直線） → 指定範囲のクロマト拡大  
 左ドラッグ（囲み） → 囲み範囲のクロマト拡大

★スペクトル処理  
 右クリック → 指定ポイントのスペクトル表示  
 右ドラッグ → 囲み範囲の積算スペクトル表示

Step②：マススペクトルの表示



Step①で指定したマススペクトルが『マススペクトルビュー』に表示されます

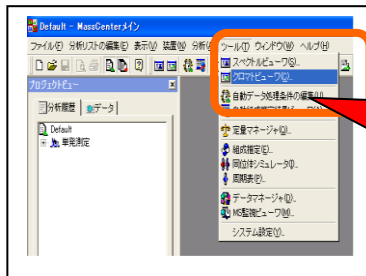
V-3

AccuTOF で精密質量測定を行う場合、内部標準物質として既知質量の成分を添加したサンプルを調製します。

内部標準物質の質量を基準に目的質量の校正が行われます。  
内部標準物質の濃度としては 0.5ppm 程度が適当と思われます。  
濃度が低すぎると十分な精度が得られない場合があります。

- 調整方法  
『測定』の項を参照ください
- MS調整条件の保存  
『測定』の項を参照ください
- MS測定条件の編集  
『測定』の項を参照ください
- 測定  
『測定』の項を参照ください
- 解析（ミリマス測定）

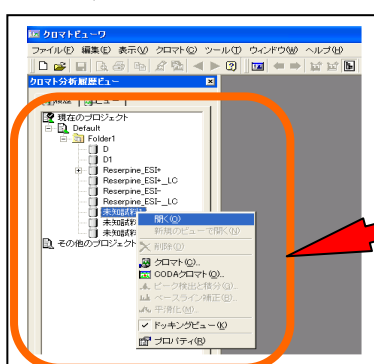
Step①



『MassCenter』を起動します。

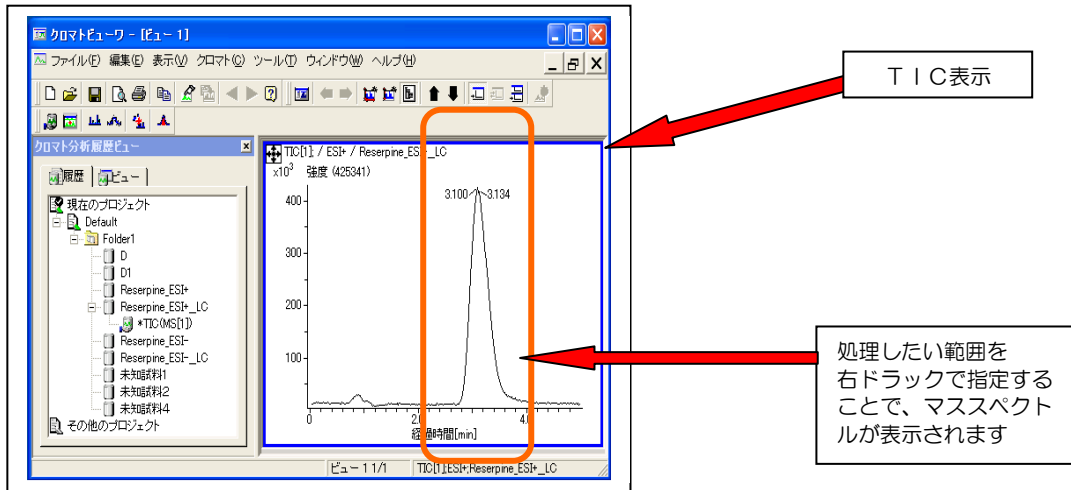
『ツール』 → 『クロマトビュー』を選択し『クロマトビュー』を起動させます。

Step②



『クロマトビュー』の『分析履歴ビュー』内の解析したいデータを指定（左クリック）します。  
指定後（青色に反転）、右クリックすることでメニューが表示します。  
『開く』を選択することでクロマトグラムが表示します。

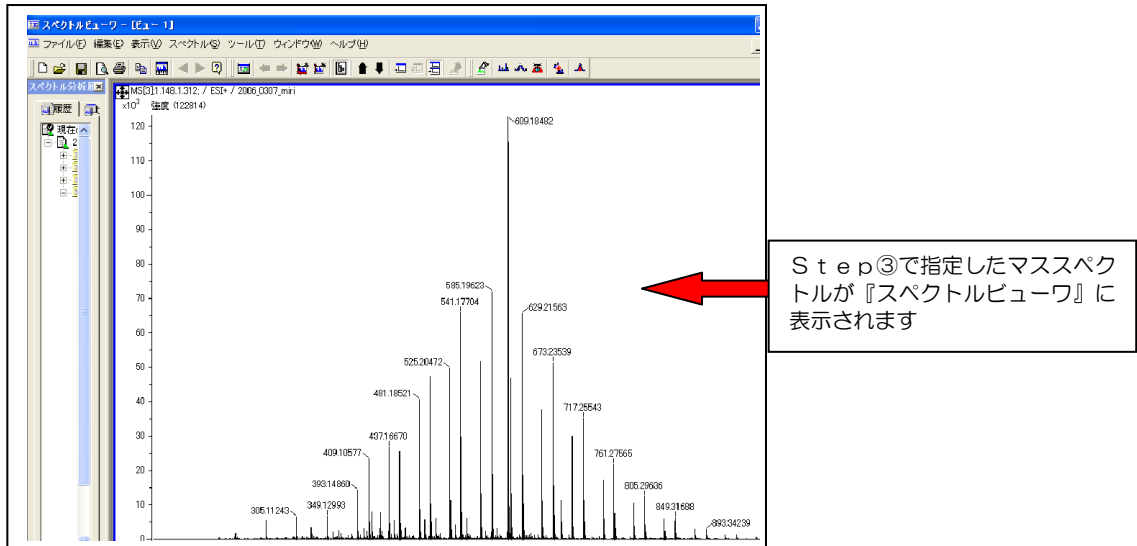
### Step③



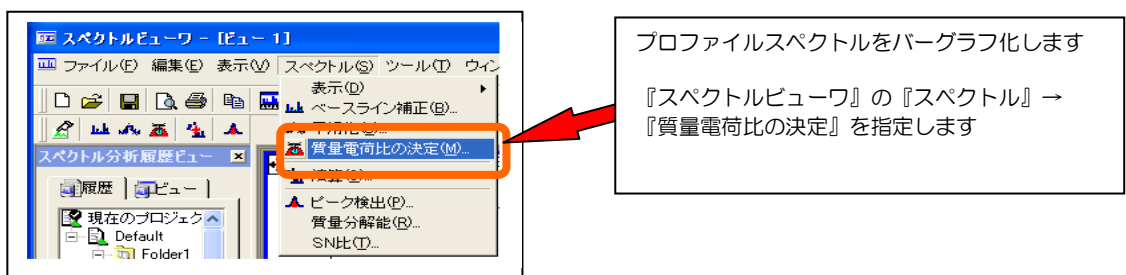
★クロマト処理  
 左ドラッグ (直線) → 指定範囲のクロマト拡大  
 左ドラッグ (囲み) → 囲み範囲のクロマト拡大

★スペクトル処理  
 右クリック → 指定ポイントのスペクトル表示  
 右ドラッグ → 囲み範囲の積算スペクトル表示

### Step④



### Step⑤



Step⑥

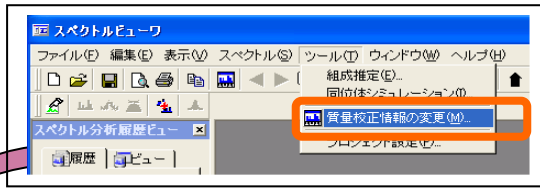
ベースライン補正が実行されます

『詳細』ボタンで『ピーク検出』のパラメータ設定ができます

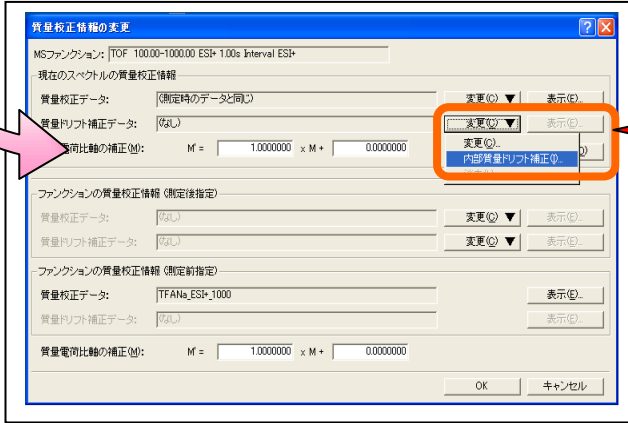
Step⑦

スペクトルビューワの上段にプロファイル型マススペクトル 下段にバー型マススペクトルが表示されます

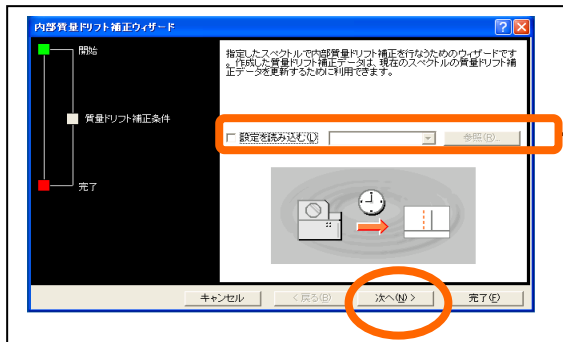
Step⑧



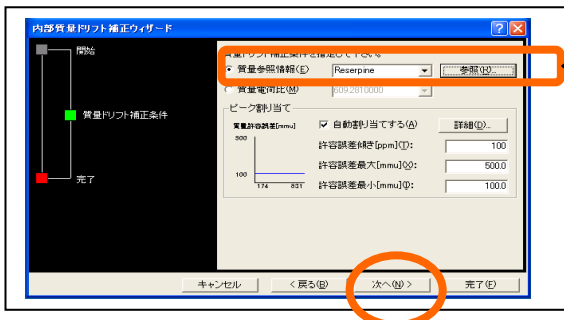
キャリブレーション情報を指定します。  
『スペクトルビュー』→『質量校正情報の変更』  
を指定します



『変更』→『内部質量ドリフト補正』  
を指定して、『ウィザード』を起動  
させます

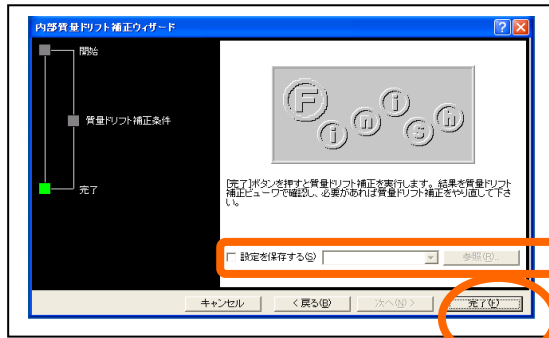


- 過去に作成したドリフト補正ウィザード  
ファイルがある場合  
『設定を読み込む』にチェックを入れ、  
ファイル名を指定することで次のステップが  
簡略化できる。
- ウィザードファイルがない場合  
『設定を読み込む』にチェックは入れないこと



レゼルピンによる1点補正を行うので  
『質量参照情報』は『Reserpine』を  
します



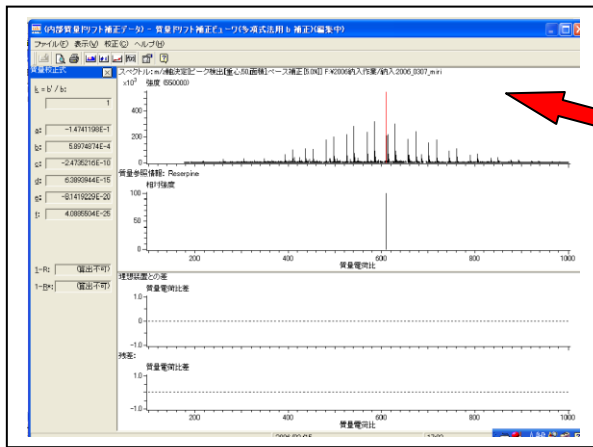


設定したウィザードの条件を保存する場合『設定を保存する』にチェックを入れ、ファイル名を入力することで単発測定ウィザードファイルが作成されます。



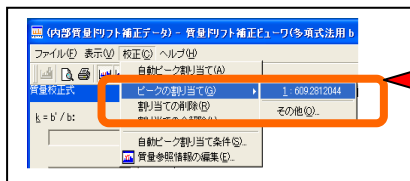
『実行』ボタンを押すことで『質量参照情報』としてレセルピンの参照ピークが表示されます。

- 1 段目：測定データ
- 2 段目：質量参照情報

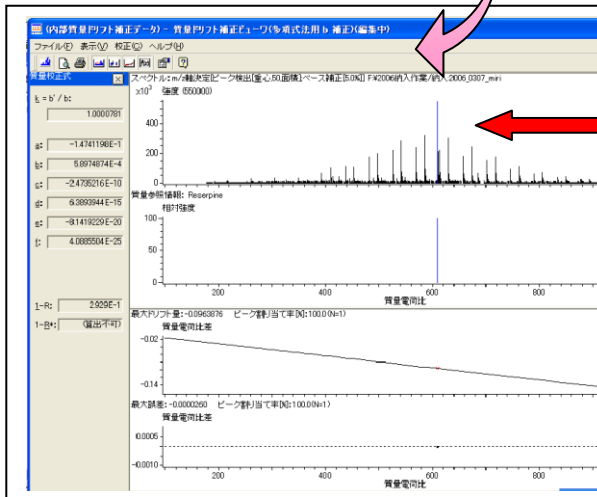


1 段目の測定データ中のレセルピンのピークをクリックして指定する。→ 『赤色』に反転

左ドラッグすることで拡大できるのでピーク指定がやり易くなります。



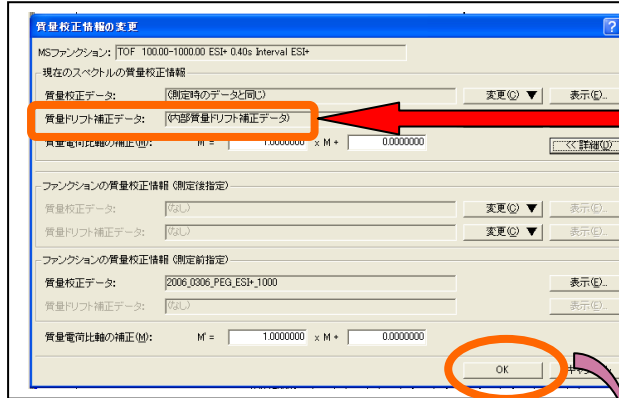
『質量ドリフト補正ビュー』 → 『校正』 → 『ピークの割り当て』 → 『指定ピーク』を選択することで 2 段目の『質量参照情報』のレセルピンピークが内部標準としてキャリブレーションされます。



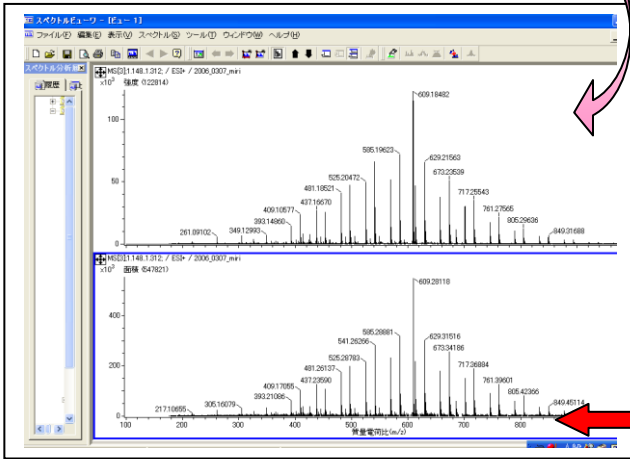
2 段目の『質量参照情報』のレセルピンピークが内部標準としてキャリブレーションされると『青色』に反転します。

『ファイル』→『更新』→『閉じて戻る』を選択します。

Step 9

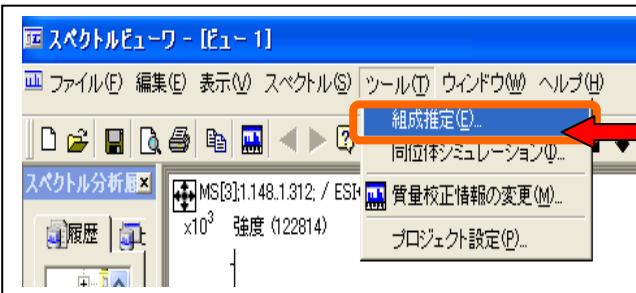


『質量ドリフト補正データ』が『なし』 → 『内部質量ドリフト補正データ』に変わっていることを確認します。

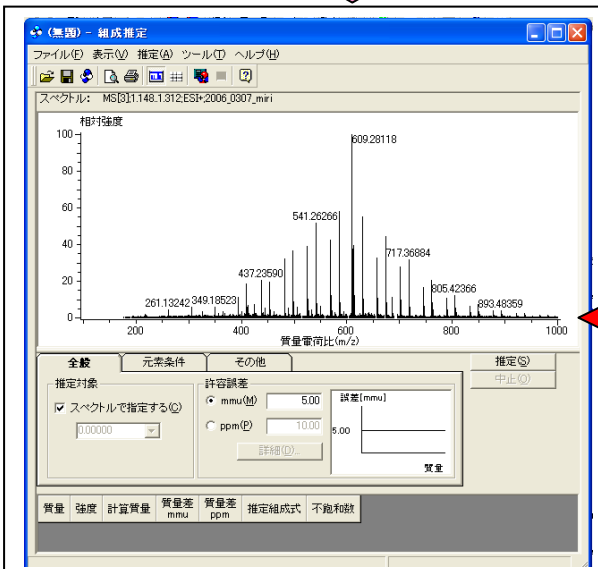


下段のデータがドリフト補正後のデータに変わります。

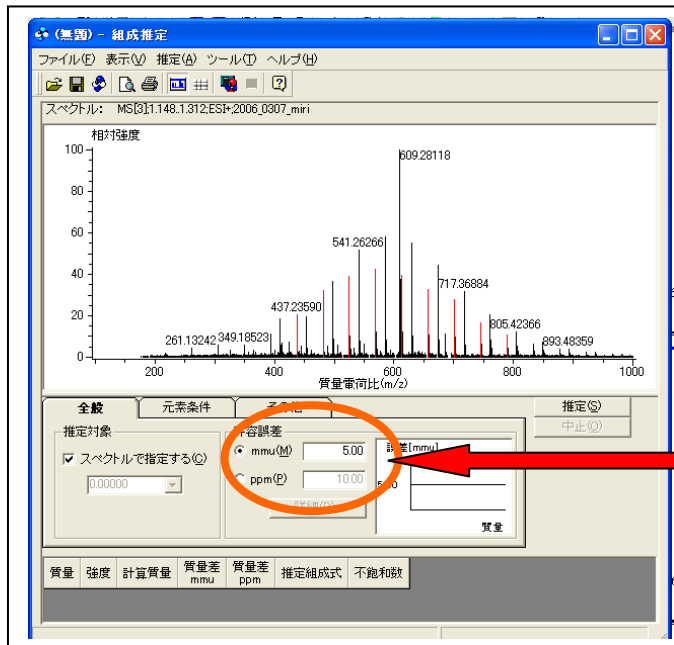
Step 10



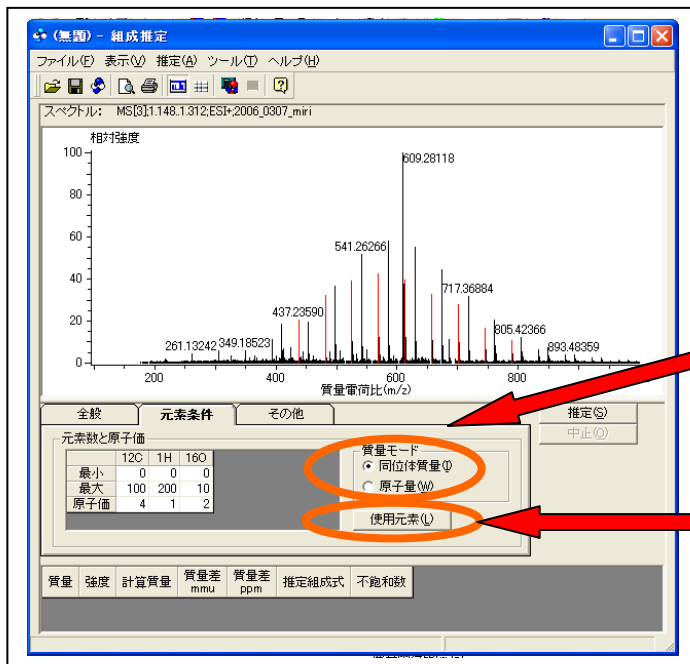
メニューバーの『ツール』 → 『組成推定』を選択します。



組成推定プログラムが起動します。



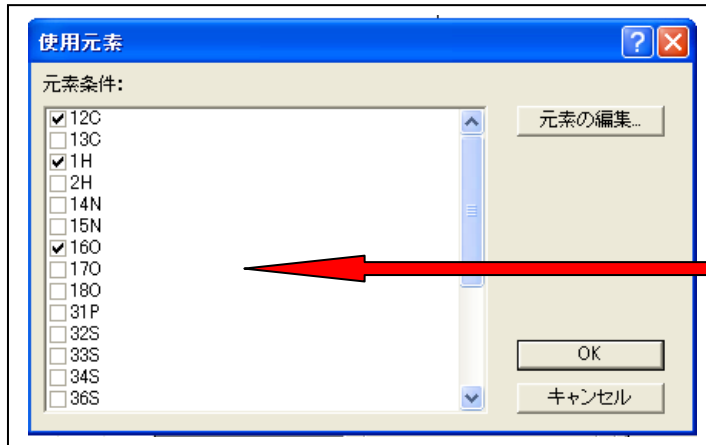
エラーの許容誤差値を入力します。



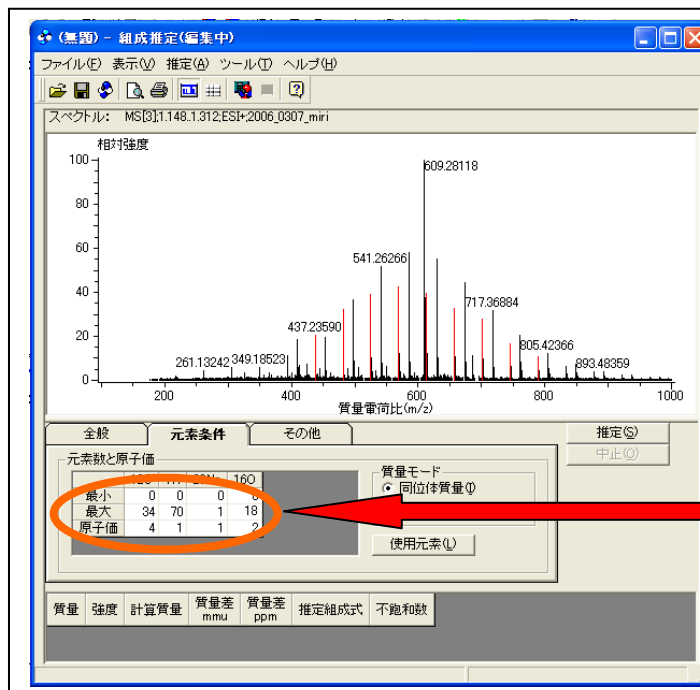
質量モードを『同位体質量』にチェックされていることを確認します。  
**注意** 『原子量』にチェックされていると、平均分子量で計算されてしまいます。

『使用元素』を選択します。

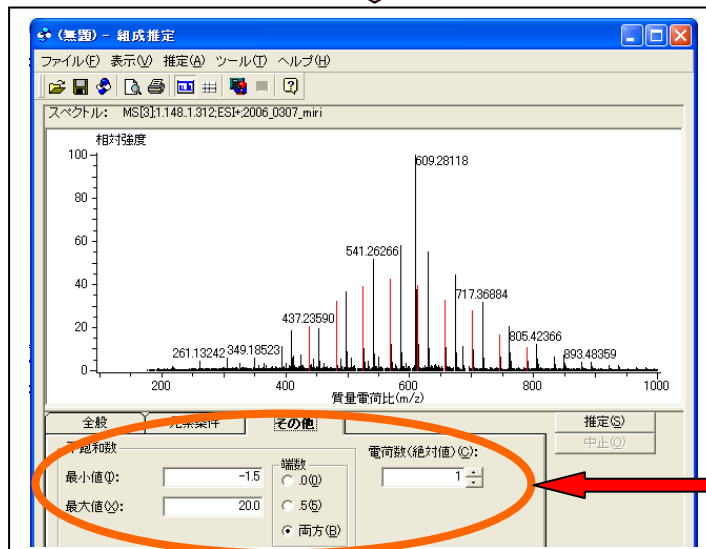




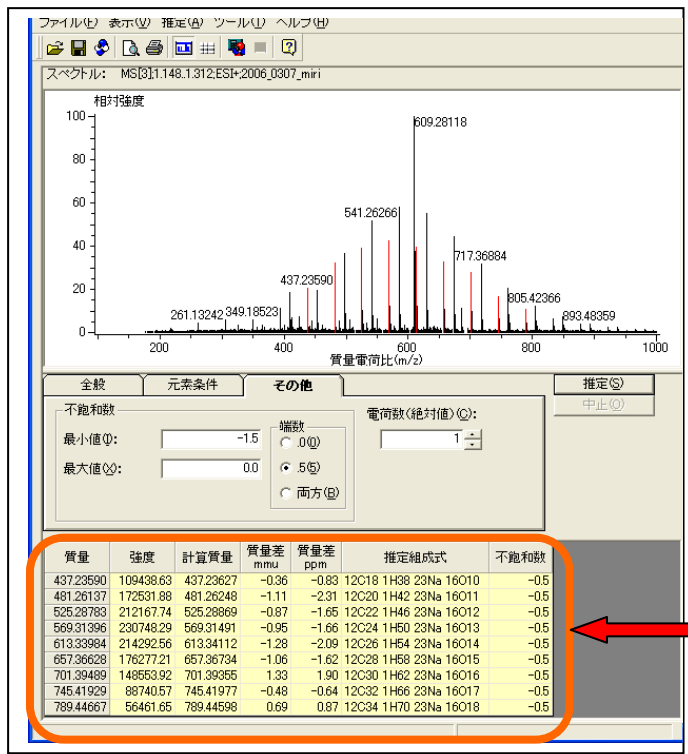
組成演算に必要な元素にチェックを入れ指定します。指定後『OK』します。



選択した元素の最大値、最小値をキー入力します。



『その他』のタグで不飽和数、電荷数の指定をします。指定後、『推定』を選択し組成演算の実行をします。



全数 元素条件 その他 推定 (S) 中止 (C)

不飽和数

最小値 (V):  端数  0 (O)  5 (E)  両方 (B)

最大値 (V):  電荷数 (絶対値) (C):

質量	強度	計算質量	質量差 mmu	質量差 ppm	推定組成式	不飽和数
437.23590	10943863	437.23627	-0.36	-0.83	12C18 1H38 23Na 16O10	-0.5
481.26137	17253188	481.26248	-1.11	-2.31	12C20 1H42 23Na 16O11	-0.5
525.28783	21216774	525.28869	-0.87	-1.65	12C22 1H46 23Na 16O12	-0.5
569.31396	23074829	569.31491	-0.95	-1.66	12C24 1H50 23Na 16O13	-0.5
613.33984	21429256	613.34112	-1.28	-2.09	12C26 1H54 23Na 16O14	-0.5
657.36628	17627721	657.36734	-1.06	-1.62	12C28 1H58 23Na 16O15	-0.5
701.39489	14856392	701.39355	1.33	1.90	12C30 1H62 23Na 16O16	-0.5
745.41929	8874057	745.41977	-0.48	-0.64	12C32 1H66 23Na 16O17	-0.5
789.44667	5646165	789.44598	0.69	0.87	12C34 1H70 23Na 16O18	-0.5

推定結果が表示されます。

## VI 装置の停止

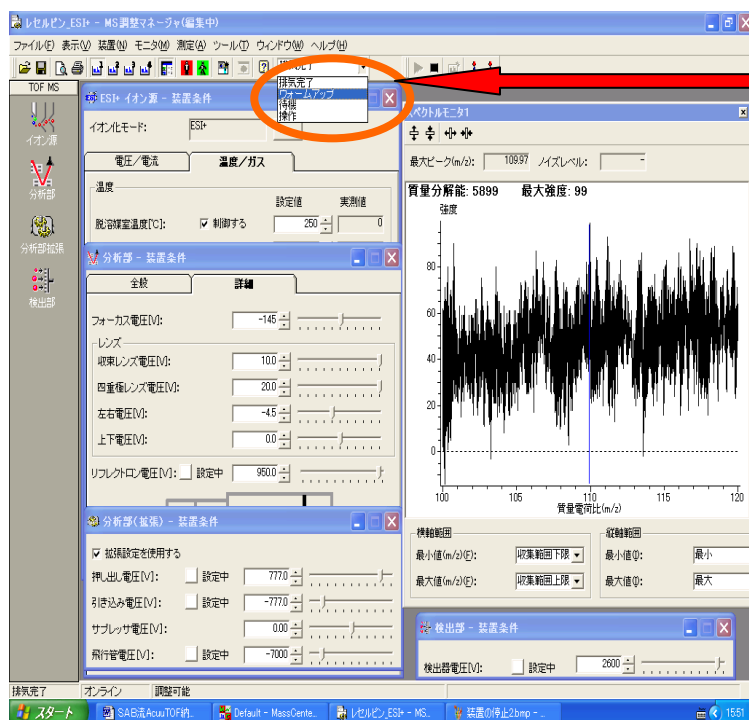
AccuTOF の停止方法は以下の2種類があります。

- 短期停止（日常での停止方法）
- 長期停止（シャットダウン方法）

### VI-1 短期停止

①Nebulizer・脱溶媒ガスを OFF にします。

②日々の停止 → 装置状態を『ウォームアップ』状態にします。  
一週間程度の停止 → 装置状態を『排気完了』状態にします。



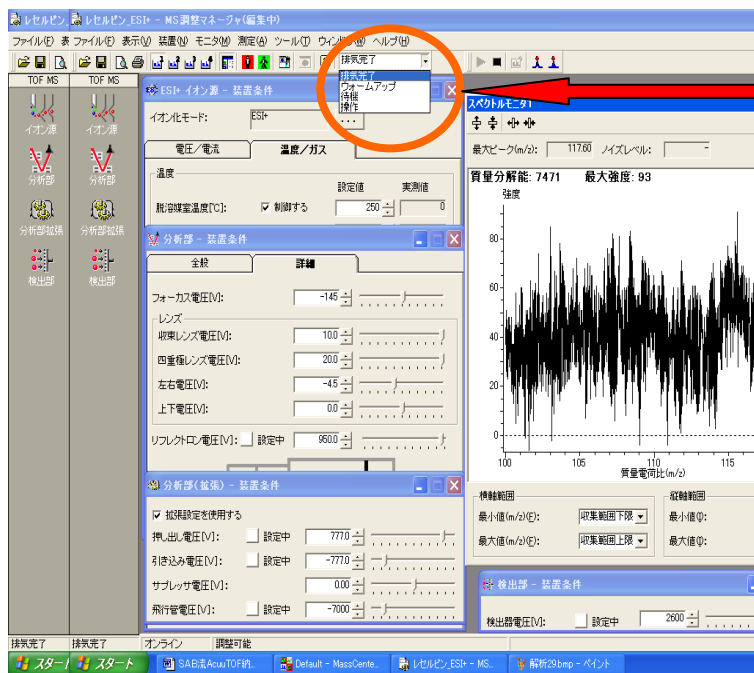
# 重要!

左記丸印部のメニューバーの設定について

- 1) 排気完了  
高電圧：OFF 温度：OFF  
MassCenter 終了時に選択します。
- 2) ウォームアップ  
MCP：ON 温度：OFF 加速：ON
- 3) 待機  
温度：ON
- 4) 操作  
ION 源 高圧：ON

## VI-2 長期停止（シャットダウン）

- ①装置状態を『排気完了』状態にします。
- ②イオン源のヒータをOFFにします。
- ③Nebulizer・脱溶媒ガスをOFFにします。
- ④窒素ガスが600kpa以上の圧力がかかっていることを確認します。



**重要!**

左記丸印部のメニューバーの設定について

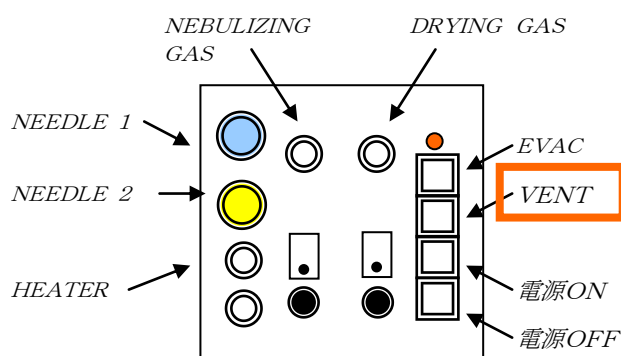
- 1) 排気完了  
高電圧：OFF    温度：OFF  
MassCenter 終了時に選択します。
- 2) ウォームアップ  
MCP：ON        温度：OFF
- 3) 待機  
加速：ON        温度：ON
- 4) 操作  
ION源 高圧：ON  
ピーク確認時に選択します。

⑤装置正面パネルの『VENT』ボタンを押して真空を停止します。

⑥装置正面パネルの『電源OFF』ボタンを押します。

⑦窒素ガスの供給を止めます。

⑧PC、プリンターの電源を切ります。



## Ⅶ イオン源のメンテナンス要領

この項では、お客様が行うイオン源及びイオン導入部のメンテナンス作業について以下の順番でご紹介します。

- Ⅶ-1 イオン源洗浄要領
  - Ⅶ-1-1 日常的な洗浄
  - Ⅶ-1-2 分解洗浄Ⅰ
  - Ⅶ-1-3 分解洗浄Ⅱ
  - Ⅶ-1-4 分解洗浄Ⅲ
- Ⅶ-2 ヒーター及び白金測温体交換要領
  - Ⅶ-2-1 オリフィス
  - Ⅶ-2-2 ベーパーライザー
  - Ⅶ-2-3 スプレーヤーの分解及び組立要領
- Ⅶ-3 消耗品及び定期交換部品について
  - Ⅶ-3-1 オリフィス
  - Ⅶ-3-2 イオン源覗き窓
  - Ⅶ-3-3 スプレーヤーガイド

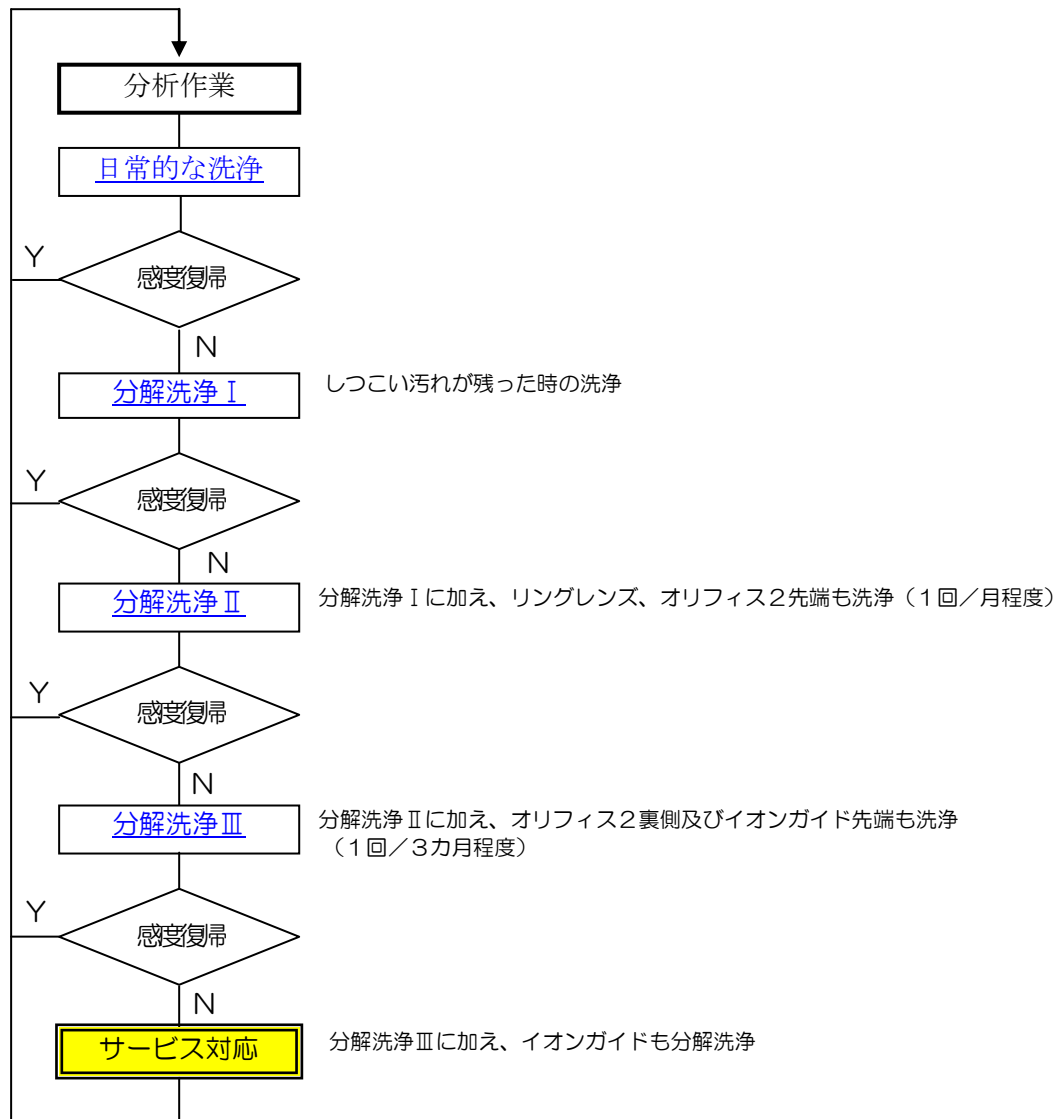
### 【 警告 】

以下に説明するイオン源各部品の洗浄を行う前に、イオン源の操作（加熱、ガス導入、LC 稼働）を停止し、ベーパーライザー及びオリフィス1の温度が手で触れる事の出来る温度に低下した事を確認して下さい。  
上記事項を守らないと溶媒蒸気を吸い込む、感電する、やけどを負う等の危険性があります。



## VII-1 イオン源洗浄要領

以下のフローチャートのように、汚れの度合により洗浄する項目が違います。以下に示した洗浄頻度は目安であり、お客様の使用状況により変わります。



### 【注意】

イオンガイドの分解洗浄は専門のサービス員にお任せ下さい。お客様が分解洗浄・再組立を行った場合、分解能が復元しない可能性があります。

オリフィス1及びオリフィス2の取り扱いには十分注意して下さい。

ぶつける等でオリフィス周辺の形状が変化すると、感度が低下する可能性があります。

スプレーヤー先端のノズルを曲げないように取り扱いに注意して下さい。曲げると感度が不安定になる可能性があります。

## VII-1-1 日常的な洗浄

毎日を目安に、1日の測定開始前あるいは測定終了後に、以下の簡単な拭取洗浄を行って下さい。

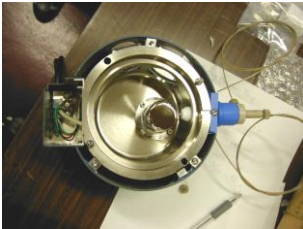
- 1) イオン源を外します。



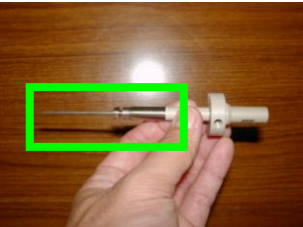
- 2) オリフィス1、テフロンリング及びドレンポートを溶媒で拭取洗浄します。  
オリフィス1 (オリフィス径 0.4mm)にごみがついて穴を塞がないように注意して下さい。



- 3) イオン源内面を溶媒で拭取洗浄します。



- 4) スプレーヤーの金属部分を溶媒で拭取洗浄します。



拭取洗浄に使用する溶媒は、エタノールなどのアルコール類やアセトンを使用して下さい。アセトンの方が脱脂力が強く洗浄効果があります。

## VII-1-2 分解洗浄 I

長期間使用した事によりイオン源内に残留したサンプル、又は残り易いサンプルのバックグラウンドが測定に影響をおよぼす場合は、日常的な洗浄に加えベーパーライザー部分の分解洗浄も行って下さい。脱脂力の強いアセトンで洗浄を行って下さい。

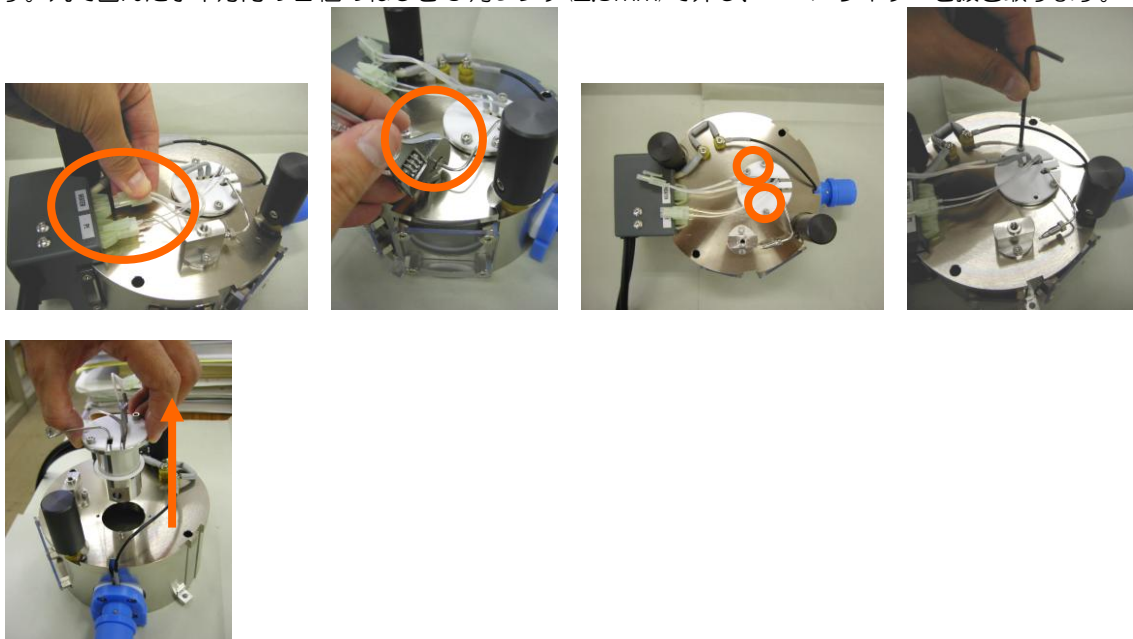
用意する工具

- ・ 6角レンチ(1.5mm/2.5mm)
- ・ スパナ(6.35mm)

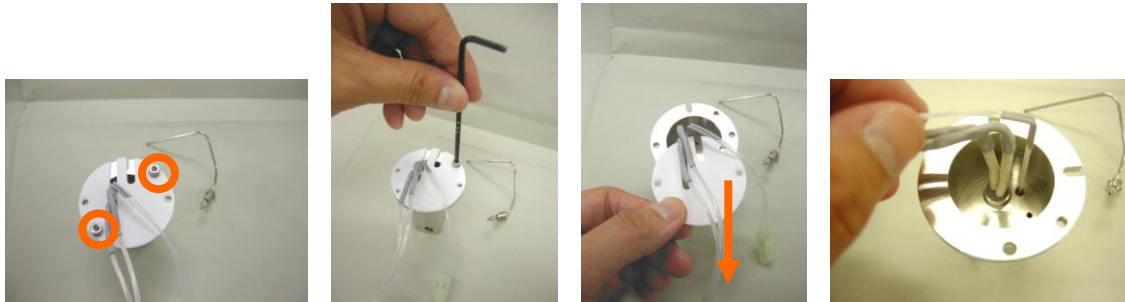
- 1) カバーを下にして作業台に置き、丸で囲んだ3個のねじを6角レンチ(2.5mm)で緩めます。カバーを上にして置き直し、カバーを上方に持ち上げ外します。



- 2) ヒーター及び白金测温体のナイロンコネクターを抜き、ドライガス配管のナットをスパナ(8mm)で緩めます。丸で囲んだ水平方向の2個のねじを6角レンチ(2.5mm)で外し、ベーパーライザーを抜き取ります。



3) ヒートコンダクターからヒーター及び白金測温体を外します。



丸で囲んだ2個のねじを六角レンチ(2.5mm)で外し、キャップ(定期交換品)を手前に引き抜きます。



ヒートコンダクター側面の3個の止めねじを六角レンチ(1.5mm)で緩め、ヒーター及び白金測温体を外します。



ヒートインシュレーター(定期交換品)を抜き取ります。

ヒートコンダクター、ヒートインシュレーター、止めねじ、ヒーターの金属部分をアセトンで拭取洗浄します。

4) 丸で囲んだ熱輻射カバーを固定しているねじ(4個)を六角レンチ(2.5mm)で外し、熱輻射カバーを外し、輻射カバー内外面と取付ねじを拭取洗浄します。



5) その他イオン化室内の部品、スプレーヤーの金属部分、オリフィス1及びドレンポートを全てアセトンで拭取洗浄して下さい。

6) 洗浄後、分解したのと逆の手順で組み立てて下さい。尚白金測温体を取り付ける際、止めねじは軽く締めして下さい。締め付けが強過ぎると白金測温体の測温部を破損する可能性があります。

### Ⅷ-1-3 分解洗浄Ⅱ

日常的な洗浄及び分解洗浄1)で感度が復帰しなくなった場合、オリフィス1裏側、リングレンズ、オリフィス2先端の汚れを落とす必要があります。汚れの度合はお客様の使用状況により異なりますが、1ヵ月程度を目安に下記洗浄を行って下さい。

用意する工具

- ・ 六角レンチ(1.5mm/3mm)
- ・ オリフィス1着脱用治具(六角穴付きボルト M5×40 2本)

1) 真空排気停止

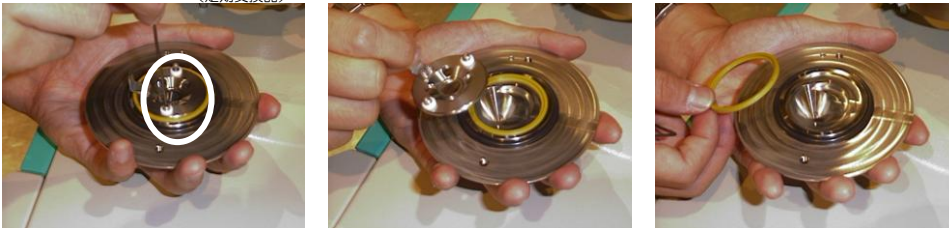
正面パネルの **VENT** ボタンを押し真空排気を停止します。VENT完了に10分を要します。

2) VENTが完了したらイオン源を取り外します。

3) オリフィス1を固定しているねじ2本を六角レンチ(3mm)で外し、着脱用治具を使用して手前に引き外します。



4) リングレンズを固定しているねじ2本を六角レンチ(1.5mm)で外し、リングレンズとインシュレーター(定期交換品)を外します。



5) オリフィス1の裏側、リングレンズ及びオリフィス2の先端がイオン焼けを起こしていないか確認し、イオン焼けしていないようならこの手順を進め、イオン焼けを起こしているならⅧ-1-4 [分解洗浄Ⅲ](#)へ進んで下さい。



6) セラミックのインシュレーターを除き、分解した部品をアセトンで拭取洗浄します。



## VIII-1-4 分解洗浄Ⅲ

オリフィス1の裏側、リングレンズ及びオリフィス2の先端がイオン焼けを起こしているような汚れのひどい場合は、拭取洗浄に加えて研磨、及びイオンガイドの先端部の簡単な洗浄が必要です。汚れの度合はお客様の使用状況により異なりますが、3ヵ月程度を目安に下記洗浄を行って下さい。

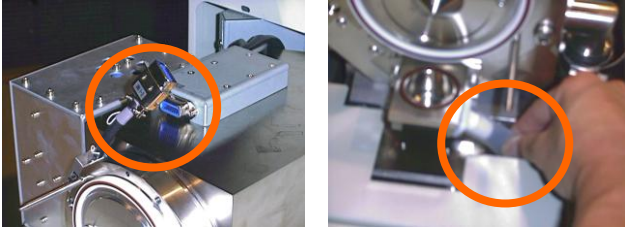
用意する工具

- ・ 六角レンチ(1.5mm/2.5mm/3mm/6mm)
- ・ +ドライバー
- ・ エメリーペーパー(#1000以上)

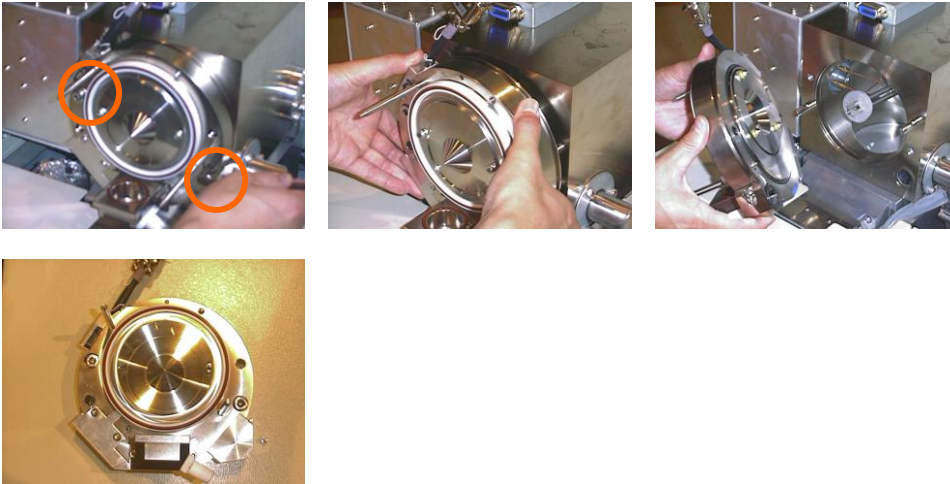
- 1) 下図に示すカバーを外します。左右側面の固定ねじ2個を六角レンチ(3mm)で外し、イオン源ガイドピンを避けられる位置まで手前に引き上に持ち上げます。



- 2) ケーブルコネクターとドレンホースを外します。



- 3) 固定ねじ(2個)を六角レンチ(6mm)で緩め、ユニットを手前に引き外し、作業台にのせます。



- 4) オリフィス1を外し、リング(定期交換品)を外します。



- 5) オリフィス2の固定ねじ3個を六角レンチ(3mm)で外し、インシュレーター(定期交換品)3個とオリフィス2を取り外します。



- 6) リングレンズを外し、リングレンズのインシュレーターも取り外します。



- 7) 各部品をアセトンで拭取洗浄します。

汚れのひどい部分、特にイオン焼けを起こしている箇所はエメリーペーパーで研磨し、アセトンで拭取洗浄します。この際オリフィスの両端のエッジは元の形状を崩さないように注意して下さい。形状が崩れると感度が低下する場合があります。

プラスチック製のインシュレーターは、必ず拭取洗浄して下さい。溶媒に浸漬すると膨潤して寸法変化を起こします。

硝子の汚れがひどい時は交換して下さい。溶媒で拭くと絶縁不良を起こします。

- 8) イオンガイド先端の洗浄



イオンガイドの先端から50mm程度を溶媒で拭取洗浄して下さい。

イオンガイドが曲がらないよう注意して下さい。分解能が低下する恐れがあります。

また拭取に使用した洗浄紙の毛羽が残らないように注意して下さい。放電を起こし感度が不安定になる可能性があります。

イオンガイドがイオン焼けを起こしている場合は専門のサービス員による分解洗浄が必要です。お近くの日本電子データム(株)サービスセンターに分解洗浄を依頼して下さい。

## VIII-2 ヒーター及び白金測温体交換要領

オリフィス及びペーパライザーに使用されているヒーター及び白金測温体は定期交換の必要ありません。機能しなくなった時に日本電子データムより購入していただき、下記要領で交換して下さい。

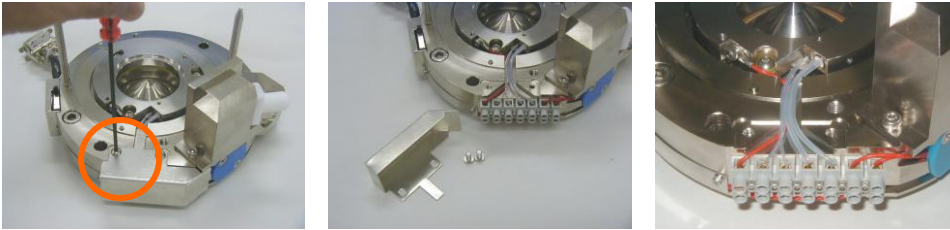
### VIII-2-1 オリフィス

用意する工具

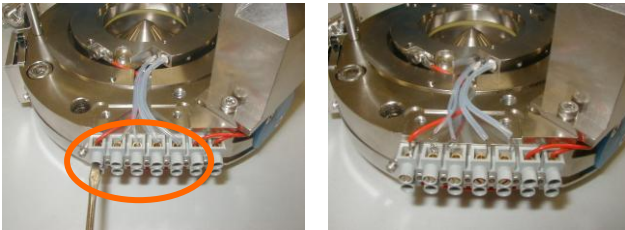
- ・ 六角レンチ(1.5mm/2.5mm/3mm)
- ・ ドライバー

1) [分解洗浄Ⅲ](#)の④の手順までおすすめします。

2) コネクターカバーを外します。



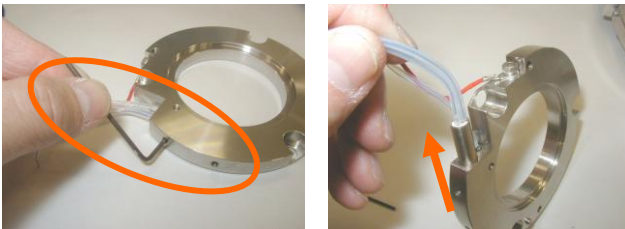
3) ヒートコンダクターに関する左5箇所のカプルの固定を緩めます。



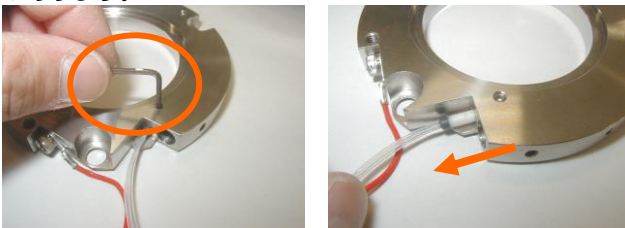
4) 固定しているねじ3個を緩めヒートコンダクターを外します。



5) ヒーターを交換する場合、固定している止めねじ2個を外し引き抜き、新しいヒーターに交換します。



6) 白金測温体を交換する場合、固定している止めねじを外し引き抜き、新しい白金測温体に交換します。取り付けの際、止めねじは軽く締めて下さい。締め付けが強過ぎると白金測温体の測温部を破損する可能性があります。



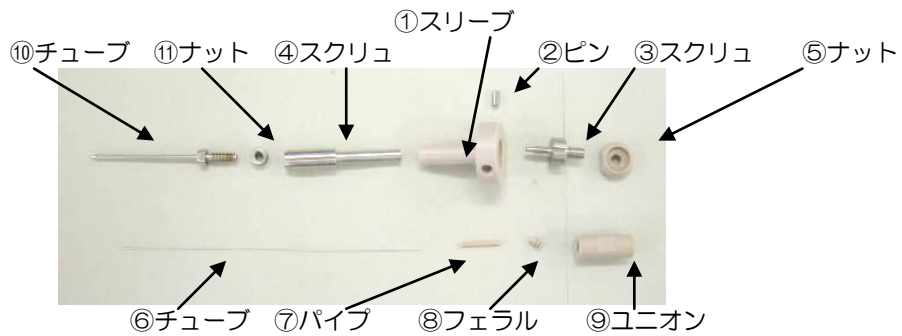


## VIII-2-2 ベーパライザー

分解・交換要領は[分解洗浄 I](#)の①～③と同じですので参照して下さい。

## VIII-3 スプレーヤーの分解及び組立要領

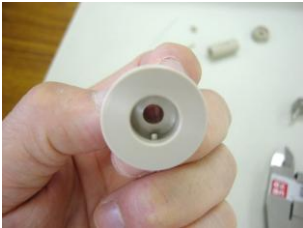
スプレーヤーは以下の部品から構成されています。



用意する工具

- ・ スパナ(6mm×2/8mm)

- 1) ①スリーブに②ピンを挿入します。



- 2) ①スリーブに③スクリュを挿入します。



- 3) ④スクリュを①スリーブに通し、③スクリュにねじ込みます。



- 4) ⑤ナットを③スクリュにねじ込みます。



5) ⑥チューブを⑦パイプに通し、⑧フェラルを⑦パイプに通します。



6) ③スクリュを通し、⑥パイプと⑦チューブの端面を合わせ、⑧フェラルから3~4mm 出た位置に合わせます。



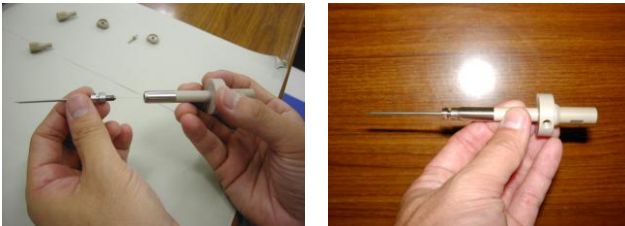
7) ⑨ユニオンをねじ込み、手締めで締まったところから 1/2 回転締め込み、⑥チューブが固定されている事を確認します。手で引っ張って軽く抜けるようであれば更に締め込みます。手締めで十分締め込みますが、⑨ユニオンにスパナ(8mm)を使用しても構いません。



8) ⑩チューブに⑪ナットを2mm ほど残しねじ込みます。



9) ⑪チューブを④スクリュにねじ込みます。



10) ⑥チューブの⑩チューブからの突き出し量を任意の位置に合わせ、⑪ナットを固定します。

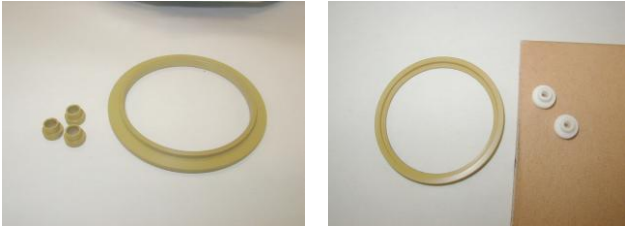
分解はこの逆の手順で行って下さい。

## VIII-4 消耗品及び定期交換部品について

イオン源及びイオン導入部に使用されているプラスチック部品は、高温又は高温・真空下で使用されており、長期的に材質劣化や変形を起こします。特にオリフィス・リングレンズ・バーパライザーの固定に関するインシュレーターの材質劣化や変形は、それぞれの位置関係にずれを生じさせ、感度やレンズ電圧配分の変化という現象を引き起こす可能性があります。「消耗品・定期交換部品リスト」を参照していただき、定期的に交換して下さい。

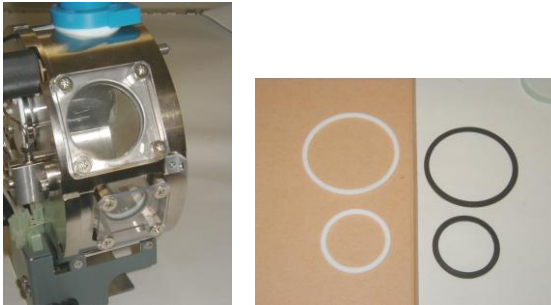
### VIII-4-1 オリフィス

オリフィス2及びヒートコンダクターの固定に使用されるインシュレーター（下図左）  
リングレンズの固定に使用されるインシュレーター（下図右）  
分解要領は、分解洗浄Ⅲを参照して下さい。



### VIII-4-2 イオン源覗き窓

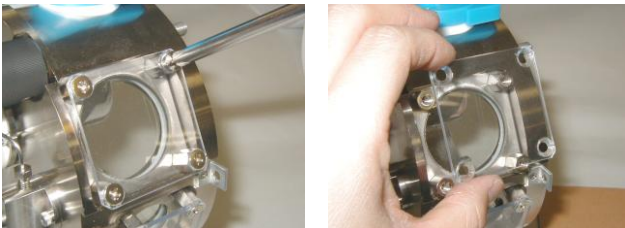
覗き窓のシール・固定に使用しているパッキンを交換します。以下に分解要領を説明します。



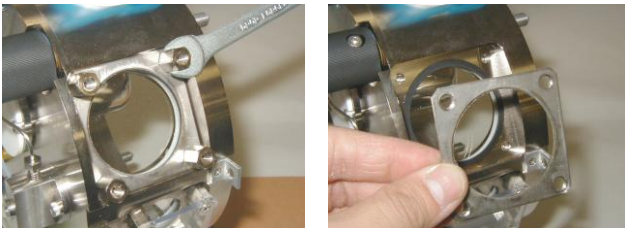
用意する工具

- ・ +ドライバー
- ・ スパナ（8mm）

- 1) [分解洗浄Ⅰ](#)の①の手順でイオン源カバーを外します。
- 2) 覗き窓の保護カバーを固定している4個のねじを+ドライバーを使用して外します。



- 3) ガラス窓の固定プレートを固定している支柱4個をスパナ（8mm）を使用して外します。

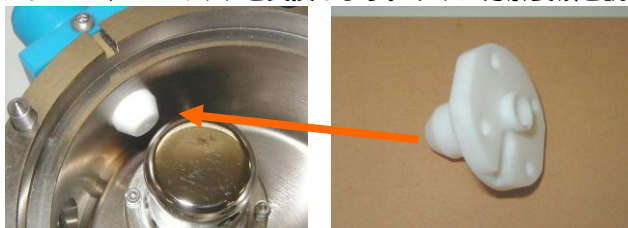


4) パッキンとガラス窓を外します。



### VIII-4-3 スプレーヤーガイド

スプレーヤーのガイドを交換します。以下に分解要領を説明します。

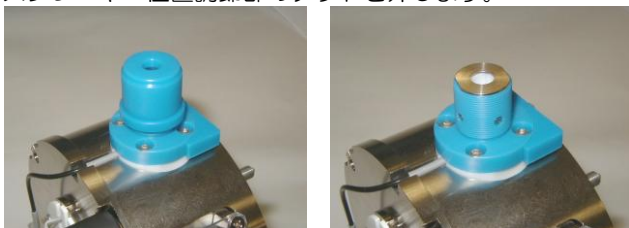


用意する工具

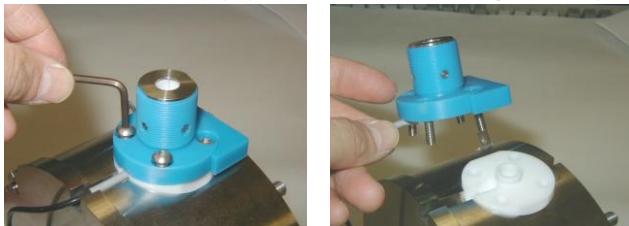
・6角レンチ (2.5mm)

1) [分解洗浄 I](#) の①の手順でイオン源カバーを外します。

2) スプレーヤー位置調節部のナットを外します。



3) スプレーヤー位置調節部の固定ねじ4個を6角レンチ (2.5mm) で外し、横にずらします。



4) スプレーヤーのガイドを抜き取ります。

