

ESI／CSI AccuTOF 操作マニュアル (ESI)

JEOL JEM-T100CS

2017/11/15 改定

装置の立ち上げ・ウォーミングアップ

①パソコンを立ち上げる

パスワードは**大文字でJEOL**

②装置コントロール用ソフトウェアを立ち上げる

ソフト名：**MassCenterメイン**

※デスクトップ上にショートカットあり

③自分のプロジェクトに切り替える

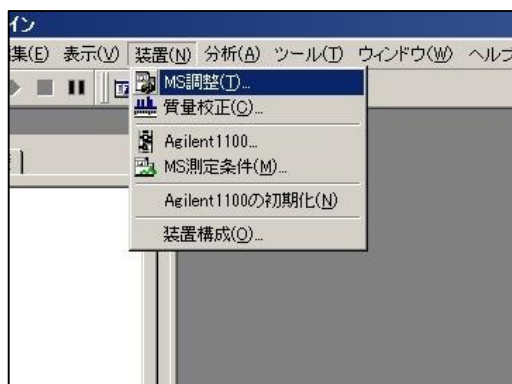
ファイル→プロジェクトを開く を選択、自分の測定プロジェクトに切り替える

※プロジェクトはDドライブ内に保存されている



④装置の調整パネルを開く

装置→MS調整 をクリックし、**MS調整マネージャー**を立ち上げる



⑤測定ウインドウを開く

↓↓測定に必要なウインドウ↓↓

イオン源、分析部、検出部、スペクトルモニタ、真空度ビュー

・イオン源、分析部、検出部の開き方



右クリック
↓↓↓
新規ウインドウで開く

・スペクトルモニタの開き方



クリック

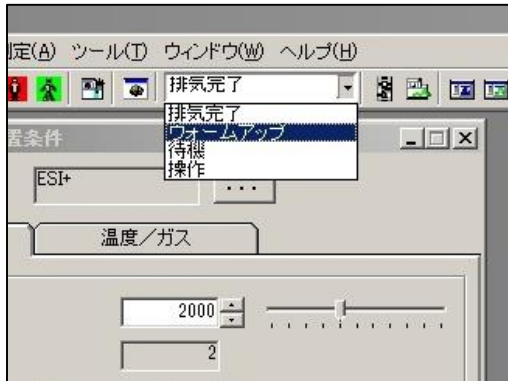
・真空度ビューの開き方

表示→真空度をクリック



⑥ 検出器のウォームアップ

MS調整マネージャで、検出器の状態を**排気完了**から**ウォームアップ**に切り替えて**1時間以上放置**し、検出器をあたためる



試料のセット

①窒素ガス発生装置を起動

主電源を**ON**、バルブを**OPEN**に切り替え

※試料の霧化、溶媒乾燥用のガスとして窒素ガスを利用している



②アイソレータをOPEN

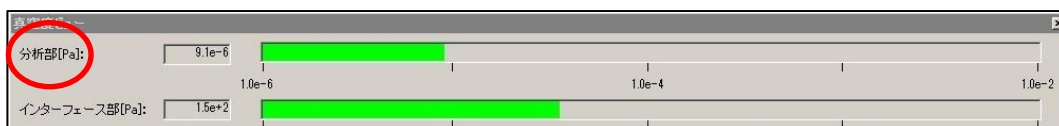
(アイソレータ=イオン源と検出部を仕切るシャッター)

真空度ビューの**分析部**を確認しながら、真空度が**1.0e-4**を

超えないように慎重にアイソレータを開く

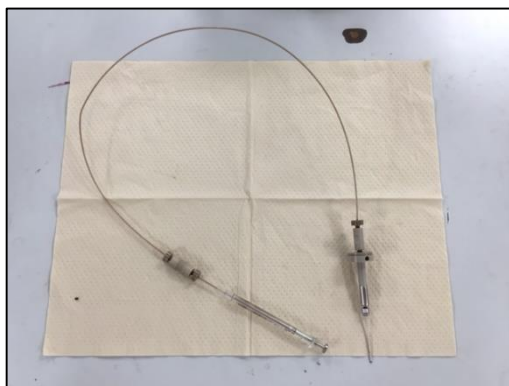
※真空度が1.0e-4を超えた場合は装置にインターロックがかかる

その場合は装置管理者に連絡してください



③試料のセッティング

- ・シリンジ(250 μ)とニードルをメタノールですすぐ



- ・ニードルを**試料ですすぐ**

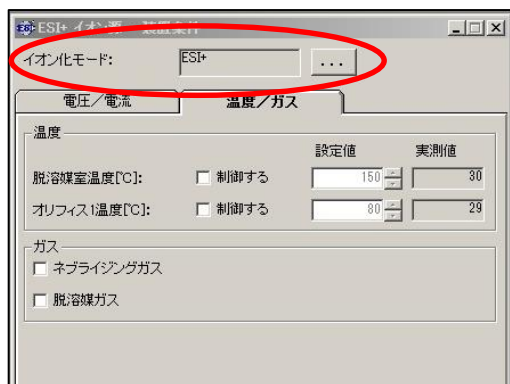
- ・シリンジに試料を満たし、ニードルと試料をセットする



④イオン化モードの選択

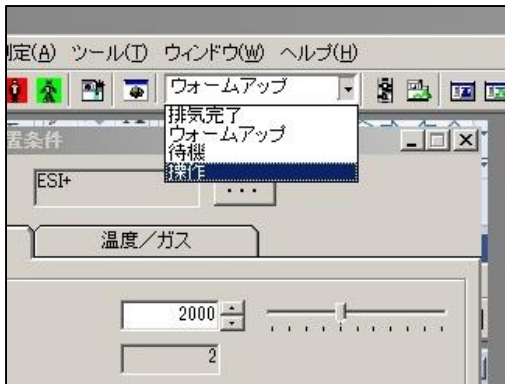
イオン源ウインドウでイオン化モードを選択する

※ESI+、ESI-、CSI+、CSI-



⑤ 検出器の電源をON

ウォームアップから**操作**へ切り替える



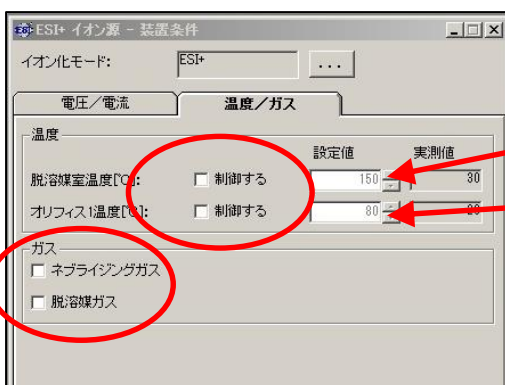
⑦ シリンジポンプをスタート

run/stopボタンを押してシリンジポンプをスタートさせ、装置に試料を導入する
※基本的には流量0.4ml/hrに設定、ピーク強度、分解能などに応じて変更する



⑥ イオン源ウインドウ、温度/ガスの調整

ネブライジングガス、脱溶媒ガス、脱溶媒室温度、オリフィス1温度にチェックを入れる
(熱に弱い試料の場合は温度はかけなくてもOK)



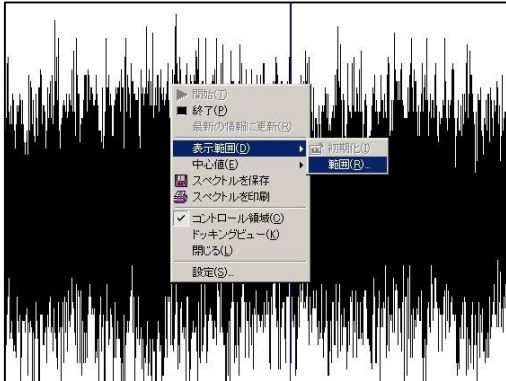
通常200~250°C

通常80~100°C

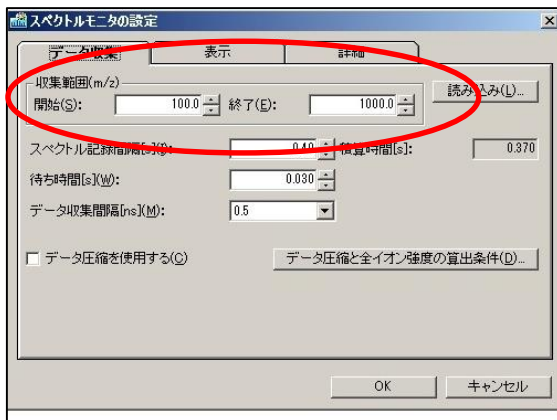
⑦スペクトルモニタ表示範囲の変更

試料に応じて、スペクトルモニタの表示範囲を変更する

スペクトルモニタ上(どこでも良い)で右クリック、**表示範囲**→**範囲**を選択



データ収集→**収集範囲** を変更

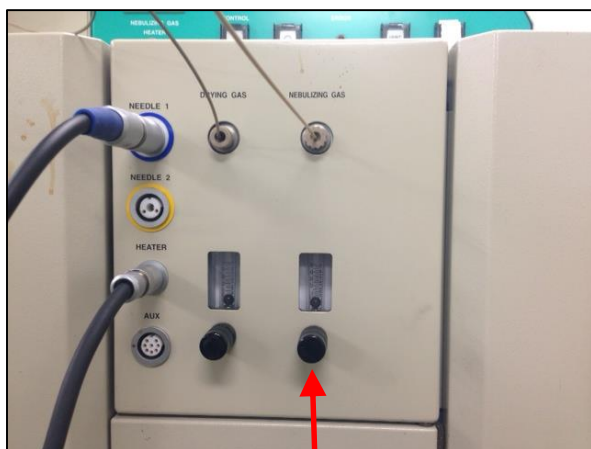


装置のチューニング

※以下、ピーク強度と分解能がなるべく高くなるように調整していく
ピーク強度と分解能はスペクトルモニタの上部で確認できます



①ネブライジングガス圧を調整
試料の霧化の調整



ネブライジングガス圧調整

②分析部、詳細の調整



変更しない(-175V固定)

下から順に調整するのがおすすめ

変更しない(950V固定)

※リフレクトロン電圧の調整で、強度、分解能を上げることが出来るが、同時に質量軸も大きく変動するため、質量校正が必要になる

③分析部、全般の調整

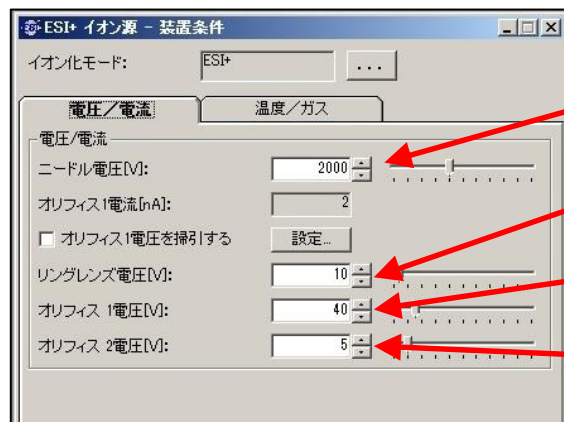


m/z=500以上 : 2500V
m/z=100前後 : 1500V
m/z=100以下 : 1200V

微調整で済むことが多い

※バイアス電圧を変更した場合は、リングレンズ、オリフィス1、オリフィス2電圧の再調整が必要になります

④イオン源、電圧/電流の調整



2000V 固定

1~20Vを基準に調整

大 → フラグメント化
小 → イオン化し辛い

1~10Vを基準に調整

⑤ 検出部の調整

基本的には**2300Vに固定**

全部の調整を行っても、ピーク強度が確保できない場合には
2500Vまで上げてOK

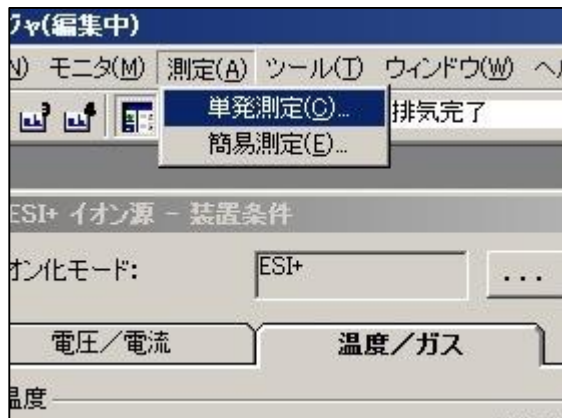
※注意！

この電圧を上げると、検出器の寿命が短くなるので、
測定後はすぐに2300Vに戻すこと！

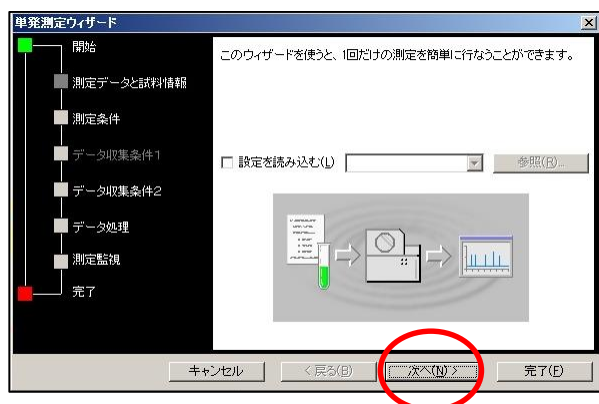


測定

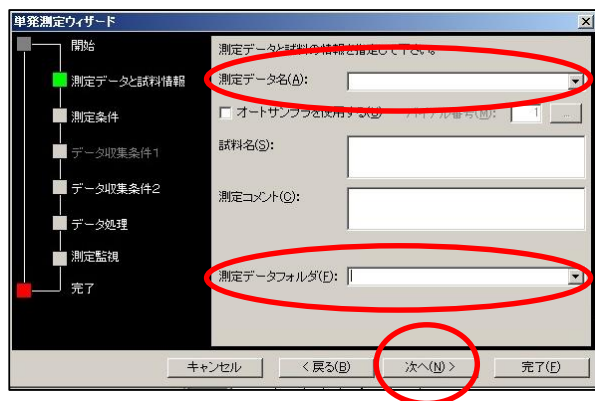
①MS調整マネージャー 測定→単発測定 をクリック



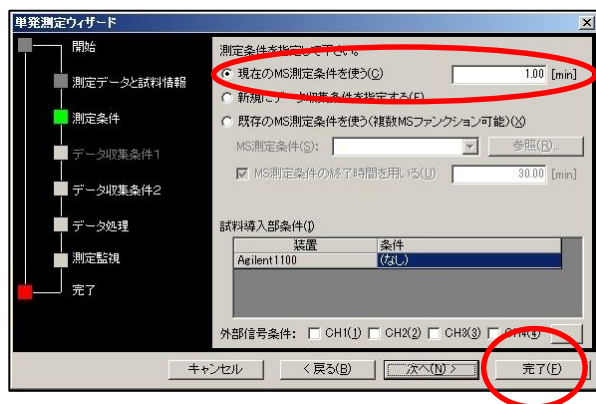
②次へ をクリック



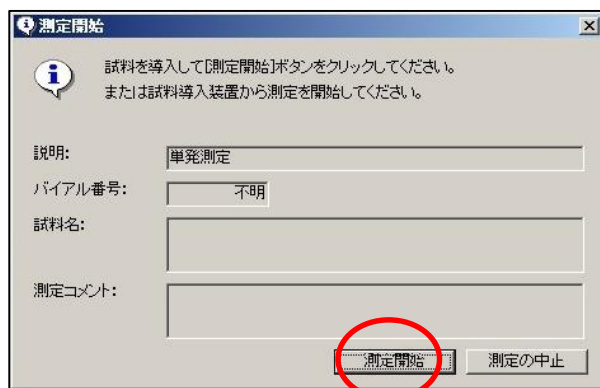
③測定データフォルダを選択(もしくは新規作成)、測定データ名を入力し、次へ をクリック



④現在のMS測定条件を使う にチェックを入れる
測定時間を**1分**にする
完了 をクリック



⑤**測定開始** をクリック

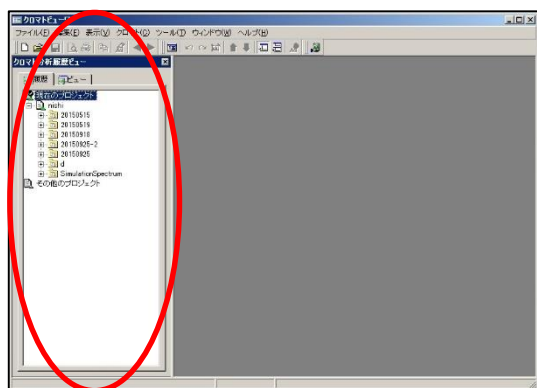


測定データの印刷、エクスポート

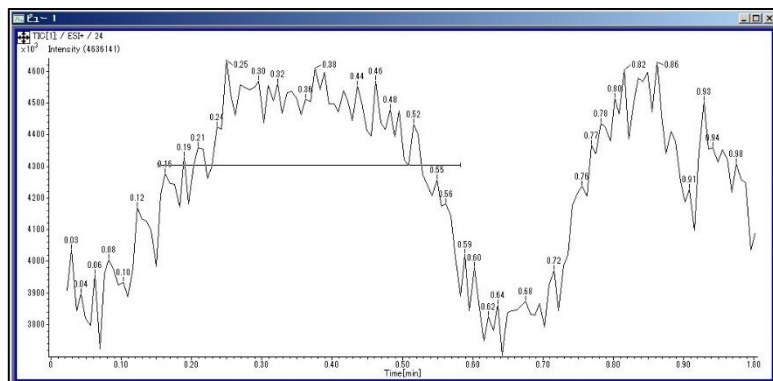
- ①MS調整マネージャ、**ツール→クロマトビューワ** をクリック
クロマトビューワを立ち上げる



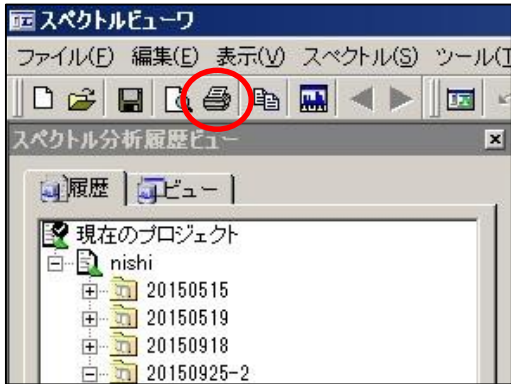
- ②クロマトビューワの左側、クロマト分析履歴ビュー、
履歴のタブから、測定データを開く



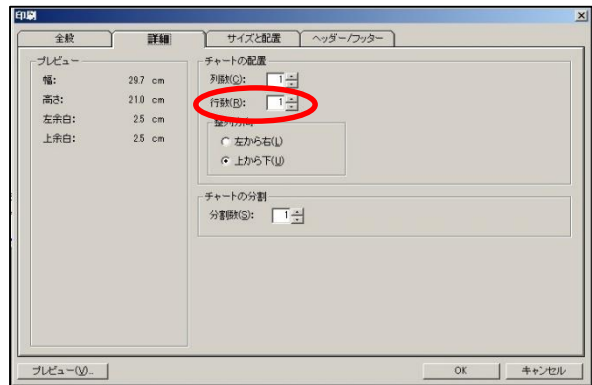
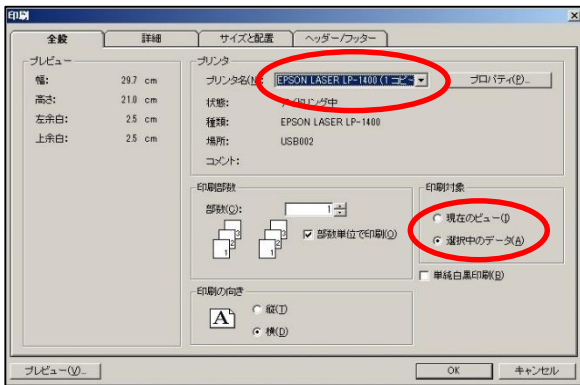
- ③良好な結果が出ている時間帯を右クリックで選択すると、
(右クリックを押しながら、**直線で選択**)
その時間帯の積算スペクトルが表示される



④印刷(PDF化も可)したいレイアウトにスペクトル表示を変更
(スペクトル全体表示、もしくは特定部分の拡大など)
スペクトルビューワの印刷ボタンを押す



⑤プリンタかPDFを選択し、印刷する
複数の測定結果を1枚の紙に印刷する場合は、
現在のビューを選択し、詳細タブの行数を変える



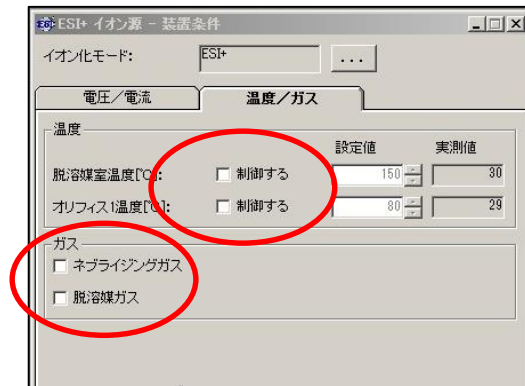
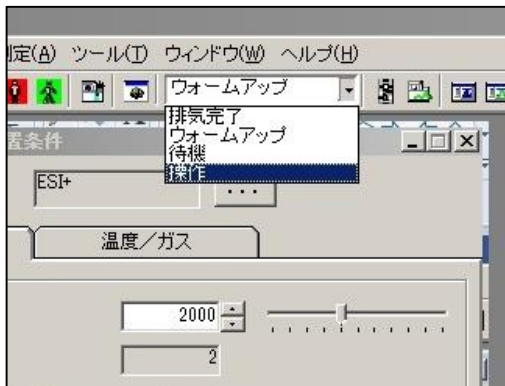
⑥アスキー変換データを書き出したい場合
ファイル→名前を付けて保存→JEOL-DX



終了作業

① シリンジポンプの電源をOFF

② 操作→排気完了に変更し、ガス・温度を止める



③ アイソレータを閉じる



④ シリンジとニードルをメタノールで洗浄

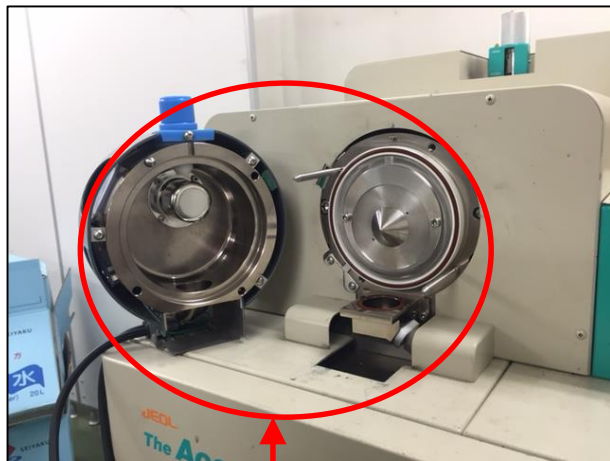
⑤ 全てのソフトウェアを閉じて、PCの電源OFF

⑥イオン源を洗淨

メタノール+キムワイプで、イオン源を洗淨



外す



洗淨