

TSQ シリーズ

TSQ Quantiva および TSQ Endura

入門ガイド

Thermo
SCIENTIFIC

© 2013 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.

EASY-Max NG および Ion Max NG は商標、また Hypersil GOLD AQ、TSQ Quantiva、TSQ Endura, Pierce、Thermo Scientific、および Xcalibur はすべて米国サーモフィッシャーサイエンティフィックの登録商標です。

以下のものは、米国およびその他の国における登録商標です。Microsoft および Windows は Microsoft Corporation の登録商標です。Teflon は E.I. du Pont de Nemours & Co. 社の登録商標です。

以下のものは、各社の米国における商標または登録商標、またはその他の国における商標または登録商標です。Tygon は Saint-Gobain Performance Plastics Corporation の登録商標です。

PEEK は Victrex plc. の商標です。

その他のすべての商標は、サーモフィッシャーサイエンティフィックおよびその関連会社の資産です。

サーモフィッシャーサイエンティフィックは、製品を購入されたお客様が製品を使用できるようにこの文書を提供します。この文書は著作権によって保護されており、サーモフィッシャーサイエンティフィックの書面による許可を得ない限り、本文書の全部または一部を複製することは禁止されています。

本文書の内容は予告なしに変更される場合があります。本文書のすべての技術的情報は、参照のみを目的としたものです。本文書に記載されているシステム構成および仕様は、購入者がこれまでに受け取ったすべての情報より優先されます。

サーモフィッシャーサイエンティフィックは、本文書が完全であり、正確であり、誤りがないことを明言せず、本文書の情報に忠実に従った場合であっても、本文書の使用によって発生するいかなる過失、不作為、損傷、または損失についても責任を負いません。

本文書は、サーモフィッシャーサイエンティフィックと購入者の間の販売契約には含まれません。本文書はいかなる販売条件も管理または変更することはなく、二つの文書の間にあるすべての矛盾は販売条件によって管理されます。

改訂履歴：改訂版 A - 2013 年 8 月

ソフトウェアバージョン：(Thermo) Foundation 3.0 以降、Xcalibur 3.0 以降、TSQ Quantiva 1.0、または TSQ Endura 1.0 以降

研究目的での使用に限定。医学診断での使用は不可。

法規制の順守

サーモフィッシャーサイエンティフィックは、製品の完全なテストと評価を実施し、該当する国内および国際的な法規制に完全に準拠していることを確認しています。お客様に届けられる時点でのシステムは、以下のセクションで製品名別に記載されている、すべての関係する電磁適合性 (EMC) および安全性基準を満たしています。

お客様がシステムを変更すると、これらの EMC および安全性基準のいずれかに違反する可能性があります。システムに対する変更には、サーモフィッシャーサイエンティフィックによって特に許可および認定されていない、部品の交換、あるいは、コンポーネント、オプション、または周辺機器の追加が含まれます。交換または追加後も引き続き EMC および安全性基準に準拠するためには、交換部品および追加するコンポーネント、オプション、周辺機器を、サーモフィッシャーサイエンティフィックまたは正規代理店から購入する必要があります。

EMC 指令 2004/108/EC

EMC 準拠については、TUV Rheinland of North America, Inc. 社による評価を受けました。

EN 55011:2009、A1:2010	EN 61000-4-6:2009
EN 61000-3-2:2006、A2:2009	EN 61000-4-11:2004
EN 61000-3-3:2008	EN 61326-1:2006
EN 61000-4-2:2009	CISPR 11:2009、A1:2010
EN 61000-4-3:2006、A2:2010	ICES-003 Issue 5:2012
EN 61000-4-4:2004、A1:2010	CFR 47、FCC Part 15、Subpart B、Class A:2012
EN 61000-4-5:2006	

低電圧安全性の準拠

本装置は低電圧指令 2006/95/EC および整合規格 EN/UL/CAN 61010-1 に準拠しています。

FCC 適合性宣言

本装置は、FCC 規則パート 15 に準拠しています。操作においては、以下の二つの条件に従うものとします。(1) 本装置が、有害な干渉を引き起こす可能性がないこと。(2) 本装置が、操作に害を及ぼす可能性のある干渉を含め、他からのあらゆる干渉を許容できること。



注意 機器を使用する前に、本マニュアルに記載されている本製品の安全な使用と操作に関するさまざまな使用上の注意、記号、シンボルマークについて読み、理解してください。

Thermo Scientific 機器の適切な 使用に関する注意事項

国際的法規制への準拠のため、次のことが要求されます。本機器に備わっている保護機能が損なわれないように、本機器はサーモフィッシャーサイエンティフィックの指定通りに使用しなければなりません。本機器の適切な使用に関して指定されている方法からの逸脱には、システムへの変更および部品の交換が含まれます。したがって、部品の交換はサーモフィッシャーサイエンティフィックまたは正規代理店にご依頼ください。

電磁耐性に関する注意事項

本機器は、管理された電磁環境において動作するように設計されています。携帯電話などの無線周波数発信器を、機器の近くで使用しないでください。

製造場所については機器のラベルを参照してください。

WEEE への準拠

本製品は、EU の Waste Electrical & Electronic Equipment (WEEE) Directive 2002/96/EC に適合している必要があります。これについては次のシンボルマークで示されています。



サーモフィッシャーサイエンティフィックは、各 EU 加盟国において 1 社以上のリサイクル会社または廃棄物処理会社と契約しており、これらの会社が本製品の廃棄またはリサイクルを行う必要があります。これらの指示に関するサーモフィッシャーサイエンティフィックのコンプライアンスおよびお客様の国内のリサイクル会社の詳細については、www.thermoscientific.com/rohswceeを参照してください。

WEEE Konformität

Dieses Produkt muss die EU Waste Electrical & Electronic Equipment (WEEE) Richtlinie 2002/96/EC erfüllen. Das Produkt ist durch folgendes Symbol gekennzeichnet:



Thermo Fisher Scientific hat Vereinbarungen mit Verwertungs-/Entsorgungsfirmen in allen EU-Mitgliedsstaaten getroffen, damit dieses Produkt durch diese Firmen wiederverwertet oder entsorgt werden kann. Mehr Information über die Einhaltung dieser Anweisungen durch Thermo Fisher Scientific, über die Verwerter, und weitere Hinweise, die nützlich sind, um die Produkte zu identifizieren, die unter diese RoHS Anweisung fallen, finden sie unter www.thermoscientific.com/rohswcee.

Conformité DEEE

Ce produit doit être conforme à la directive européenne (2002/96/EC) des Déchets d'Equipements Electriques et Electroniques (DEEE). Il est marqué par le symbole suivant:



Thermo Fisher Scientific s'est associé avec une ou plusieurs compagnies de recyclage dans chaque état membre de l'union européenne et ce produit devrait être collecté ou recyclé par celles-ci. Davantage d'informations sur la conformité de Thermo Fisher Scientific à ces directives, les recycleurs dans votre pays et les informations sur les produits Thermo Fisher Scientific qui peuvent aider la détection des substances sujettes à la directive RoHS sont disponibles sur www.thermoscientific.com/rohswsee.

注意シンボルマーク

CAUTION

VORSICHT

PRECAUCIÓN

MISE EN GARDE



Risk electric shock:This instrument uses voltages that can cause electric shock and/or personal injury. Before servicing, shut down the instrument and disconnect it from line power. While operating the instrument, keep covers on. Do not remove the protective covers from the printed circuit board assemblies (PCBAs).

Stromschlaggefahr:Dieses Gerät arbeitet mit Spannungen, die Stromschläge und/oder Personenverletzungen verursachen können. Vor Wartungsarbeiten muss das Gerät abgeschaltet und vom Netz getrennt werden. Betreiben Sie das Gerät nicht mit abgenommenen Abdeckungen. Nehmen Sie die Schutzabdeckungen von Leiterplatten nicht ab.

Riesgo de descargas eléctricas:Este instrumento utiliza voltajes que pueden causar descargas eléctricas y/o lesiones personales. Antes de revisar o reparar el instrumento, apáguelo y desconéctelo de la red eléctrica. Mantenga colocadas las cubiertas mientras se utiliza el instrumento. No retire las cubiertas protectoras del circuito impreso completo (PCBA).

Risque de choc électrique :l'instrument utilise des tensions susceptibles de provoquer une électrocution et/ou des blessures corporelles. Il doit être arrêté et débranché de la source de courant avant toute intervention. Ne pas utiliser l'instrument sans ses couvercles. Ne pas enlever les capots de protection des cartes à circuit imprimé (PCBA).



Chemical hazard:Wear gloves and other protective equipment, as appropriate, when handling toxic, carcinogenic, mutagenic, corrosive, or irritant chemicals. Use approved containers and proper procedures to dispose of waste oil and when handling wetted parts of the instrument.

Gefahr durch Chemikalien:Tragen Sie beim Umgang mit toxischen, karzinogenen, mutagenen, ätzenden oder reizenden Chemikalien Schutzhandschuhe und weitere geeignete Schutzausrüstung. Verwenden Sie bei der Entsorgung von verbrauchtem Öl und beim Umgang mit medienberührenden Komponenten die vorgeschriebenen Behälter, und wenden Sie ordnungsgemäße Verfahren an

Peligro por sustancias químicas:Quando manipule sustancias químicas, tóxicas, carcinogénicas, mutágenas, corrosivas o irritantes, utilice guantes y otro equipo de protección. Utilice siempre recipientes homologados y siga los procedimientos adecuados cuando deseche aceite residual o manipule partes mojadas del instrumento.

Danger lié aux produits chimiques :porter des gants et d'autres équipements de protection appropriés pour manipuler les produits chimiques toxiques, cancérigènes, mutagènes, corrosifs ou irritants. Utiliser des récipients homologués et des procédures adéquates pour la mise au rebut des huiles usagées et lors de la manipulation des pièces de l'instrument en contact avec l'eau.



Hot surface:Before touching, allow any heated components to cool.

Heiße Oberflächen:Lassen Sie heiße Komponenten vor der Berührung abkühlen

Superficies calientes:Antes de tocar los componentes calientes, espere a que se enfrien.

Surface chaude :laisser refroidir les composants chauffés avant toute manipulation.



Flammable substances hazard:Use care when operating the system in the presence of flammable substances.

Gefahr durch entzündbare Substanzen:Beachten Sie die einschlägigen Vorsichtsmaßnahmen, wenn Sie das System in Gegenwart von entzündbaren Substanzen betreiben.

Peligro por sustancias inflamables:Tenga mucho cuidado cuando utilice el sistema cerca de sustancias inflamables.

Danger lié aux substances inflammables :agir avec précaution lors de l'utilisation du système en présence de substances inflammables.



Risk of eye injury:Eye injury could occur from splattered chemicals, airborne particles, or sharp objects. (Sharp objects that customers might install in the instrument include fused-silica tubing, the autosampler needle, and so on.) Wear safety glasses when handling chemicals or servicing the instrument.

Augenverletzungsrisiko:Verspritzte Chemikalien, Schwebstoffpartikel oder scharfe Objekte können Augenverletzungen verursachen. (Scharfe Objekte, die Kunden möglicherweise im Gerät installieren, sind z.B. Quarzglas-Kapillaren, die Nadel des Autosamplers, usw.) Tragen Sie beim Umgang mit Chemikalien oder bei der Wartung des Gerätes eine Schutzbrille.

Riesgo de lesiones oculares:Las salpicaduras de sustancias químicas, las partículas flotantes en el aire y los objetos afilados pueden causar lesiones oculares. (Entre los objetos afilados que los clientes pueden instalar en el instrumento se encuentran tubos de sílice fundida, agujas del muestreador automático, etc.) Para manipular sustancias químicas o realizar tareas de mantenimiento, utilice gafas de seguridad.

Risque de lésion oculaire :les projections chimiques, les particules en suspension dans l'air et les objets tranchants peuvent entraîner des lésions oculaires. (Les objets tranchants pouvant être installés par les clients dans l'instrument comprennent les tubes en silice fondue, les aiguilles du passeur automatique, etc.) Porter des lunettes de protection lors de toute manipulation de produit chimique ou intervention sur l'instrument.



General hazard:A hazard is present that is not included in the other categories. This symbol also appears on the instrument. For details about the hazard, refer to the instrument manual. When the safety of a procedure is questionable, contact Technical Support for Thermo Scientific San Jose products.

Allgemeine Gefahr:Es besteht eine weitere Gefahr, die nicht in den vorstehenden Kategorien beschrieben ist. Dieses Symbol wird auch auf dem Gerät angebracht. Einzelheiten zu dieser Gefahr finden Sie in den Gerätehandbüchern. Wenn Sie sich über die Sicherheit eines Verfahrens im Unklaren sind, setzen Sie sich, bevor Sie fortfahren, mit dem technischen Support für Thermo Scientific San Jose Produkte in Verbindung

Peligro general:Existen peligros que no se incluyen en las otras categorías. Este símbolo también aparece en el instrumento. Si desea obtener más información sobre estos peligros, consulte el manual del instrumento. En caso de duda sobre la seguridad de un procedimiento, póngase en contacto con el personal de servicio técnico de los productos Thermo Scientific San Jose.

Danger d'ordre général :indique la présence d'un risque n'appartenant pas aux catégories citées plus haut. Ce symbole figure également sur l'instrument. Pour plus de détails sur ce danger potentiel, se reporter au manuel de l'instrument. Si la sûreté d'une procédure est incertaine, contacter l'assistance technique pour les produits Thermo Scientific San Jose.

注意シンボルマーク	CAUTION	VORSICHT	PRECAUCIÓN	MISE EN GARDE
	Laser hazard: This instrument uses a laser that is capable of causing personal injury. This symbol also appears on the instrument. For details about the hazard, refer to the instrument manual.	Gefahr durch Chemikalien: Der in diesem Gerät verwendete Laser kann zu Verletzungen führen. Dieses Symbol wird auch auf dem Gerät angebracht. Einzelheiten zu dieser Gefahr finden Sie in den Gerätehandbüchern.	Peligro por láser: Este instrumento utiliza un láser que puede producir lesiones personales. Este símbolo también aparece en el instrumento. Si desea obtener más información sobre el peligro, consulte el manual del instrumento.	Danger lié au laser : l'instrument utilise un laser susceptible de provoquer des blessures corporelles. Ce symbole figure également sur l'instrument. Pour plus de détails sur ce danger potentiel, se reporter au manuel de l'instrument.
	Ultra violet light hazard: Do not look directly at the ultra-violet (UV) light or into the UV source. Exposure can cause eye damage. Wear UV eye protection.	Gefahr durch Chemikalien: Richten Sie Ihren Blick nicht direkt auf ultraviolettes Licht (UV-Licht) oder in die UV-Quelle. Dies kann zu Augenschäden führen. Tragen Sie eine UV-Schutzbrille.	Peligro por luz ultravioleta: No mire directamente a una luz ultravioleta (UV) ni a una fuente UV. La exposición puede causar daños oculares. Lleve protección ocular para UV.	Danger lié aux substances inflammables : ne jamais regarder directement la lumière ultraviolette (UV) ou la source d'UV. Une exposition peut entraîner des lésions oculaires. Porter des protections oculaires anti-UV.
	Sharp object: Avoid physical contact with the object.	Scharfes Objekt: Vermeiden Sie den physischen Kontakt mit dem Objekt.	Objeto puntiagudo: Evite el contacto físico con el objeto.	Objet tranchant : éviter tout contact physique avec l'objet.
	Pinch point: Keep hands away from this area.	Quetschgefahr: Halten Sie Ihre Hände von diesem Bereich fern.	Puntos de pinzamiento: Mantenga las manos apartadas de esta área.	Risque de pincement : éloigner les mains de cette zone.
	Heavy objects: Never lift or move the instrument by yourself; you can suffer personal injury or damage the equipment. For specific lifting instructions, refer to the instrument manual.	Schweres Objekt: Bewegen und heben Sie das Gerät niemals allein an; dies kann zu Verletzungen oder zur Beschädigung des Geräts führen. Spezifische Anweisungen zum Anheben finden Sie im Gerätehandbuch.	Objeto pesado: Nunca levante ni mueva el instrumento por su cuenta, podría sufrir lesiones personales o dañar el equipo. Para obtener instrucciones específicas sobre levantamiento, consulte el manual del instrumento.	Objet lourd : ne jamais soulever ou déplacer l'instrument seul sous peine de blessure corporelle ou d'endommagement de l'instrument. Pour obtenir des instructions de levage spécifiques, se reporter au manuel de l'instrument.
	Trip obstacle: Be aware of cords, hoses, or other objects located on the floor.	Stolpergefahr: Achten Sie auf Kabel, Schläuche und andere Objekte auf dem Fußboden.	Tropiezo con obstáculos: Tenga en cuenta los cables, mangueras u otros objetos colocados en el suelo.	Risque de trébuchement : faire attention aux câbles, tuyaux et autres objets situés sur le sol.
	When the safety of a procedure is questionable, contact Technical Support for Thermo Scientific San Jose products.	Wenn Sie sich über die Sicherheit eines Verfahrens im Unklaren sind, setzen Sie sich, bevor Sie fortfahren, mit dem technischen Support für Thermo Scientific San Jose Produkte in Verbindung.	En caso de duda sobre la seguridad de un procedimiento, póngase en contacto con el personal de servicio técnico de los productos Thermo Scientific San Jose.	Si la sûreté d'une procédure est incertaine, contacter l'assistance technique pour les produits Thermo Scientific San Jose.

注意シンボルマーク	CAUTION	警告	危険警告
	<p>Risk electric shock:This instrument uses voltages that can cause electric shock and/or personal injury. Before servicing, shut down the instrument and disconnect it from line power. While operating the instrument, keep covers on. Do not remove the protective covers from the printed circuit board assemblies (PCBAs).</p>	<p>感電の危険性:この機器では、感電や人体への傷害を引き起こすおそれのある電圧を使用しています。保守点検/修理の前には、機器の電源を切り、電源コードを抜いてください。機器の作動中は、カバーを付けたままにしてください。プリント回路基板 (PCBA) から保護カバーを取り外さないでください。</p>	<p>触电危険: 本伏器所用屯圧可能專致屯音或人身街害。遊行雄修服努前, 務必美羽伏器屯源并断弄其屯源連接。操作此伏器吋, 不要卸下頁蓋。勿卸下印刷屯路板姐件 (PCBA) 的保炉蓋。</p>
	<p>Chemical hazard:Wear gloves and other protective equipment, as appropriate, when handling toxic, carcinogenic, mutagenic, corrosive, or irritant chemicals. Use approved containers and proper procedures to dispose of waste oil and when handling wetted parts of the instrument.</p>	<p>化学的危険性:毒性、発癌性、変異原性、腐食性、または刺激性のある化学薬品を取り扱うときは、必要に応じて手袋などの保護具を着用します。使用済みオイルを廃棄したり、機器の接液部品を取り扱うときは、認可された容器を使用し、適切な手順に従います。</p>	<p>化学品危険: 当: 理毒性、致癌性、致突变性、腐油性或者刺激性化学品吋, 佩戴手套和其他保炉性投告。当: 理浸湿的伏器部件以及废油吋, 使用人可的容器和合造的歩環。</p>
	<p>Hot surface:Before touching, allow any heated components to cool.</p>	<p>高温面:触れる前に、加熱した部品を冷ましてください。</p>	<p>熱表面: 待高温部件冷却之后再遊行雄修。</p>
	<p>Flammable substances hazard:Use care when operating the system in the presence of flammable substances.</p>	<p>可燃性物質の危険性:可燃性物質があるところでシステムを作動させる場合は十分注意してください。</p>	<p>易燃物危険: 在有易燃物民的場地操作亥系統吋, 務必小心謹慎。</p>
	<p>Risk of eye injury:Eye injury could occur from splattered chemicals, airborne particles, or sharp objects. (Sharp objects that customers might install in the instrument include fused-silica tubing, the autosampler needle, and so on.) Wear safety glasses when handling chemicals or servicing the instrument.</p>	<p>眼外傷の危険性:飛散した化学薬品、浮遊粒子、または鋭利な物体によって眼外傷を負うおそれがあります (機器に取り付けられる可能性がある鋭利な物体は、ヒューズドシリカ、オートサンプラーニードルなどです)。化学薬品を取り扱ったり、機器の点検/整備を行うときは、保護メガネを着用します。</p>	<p>眼睛街害爪隆: 眼睛受街可能源自't滅的化学品、空汽中的顆粒、或者鋒利的物体。(安装在伏器内的鋒利物体包括熔融石英管、自力遊梓器的遊梓十等。): 理化学品或对伏器遊行雄修服努吋, 務必戴上防炉眼鏡。</p>
	<p>General hazard:A hazard is present that is not included in the other categories. This symbol also appears on the instrument. For details about the hazard, refer to the instrument manual. When the safety of a procedure is questionable, contact Technical Support for Thermo Scientific San Jose products.</p>	<p>一般的な危険性:それぞれのカテゴリーに当てはまらない危険があります。このシンボルマークは機器にも表示されています。この危険の詳細については、機器のマニュアルを参照してください。手順の安全性にご不明な点がある場合は、Thermo Scientific San Jose 製品のテクニカルサポートまでお問い合わせください。</p>	<p>普通危険: 未旧入其他業則的危險。此符号也会在伏器上出現。有美此危險的洋摺信息, 參凋造当的伏器手冊。若对任何歩環的安全事項有疑向, 朕系 Thermo Scientific San Jose F 品的技术支持中心。</p>

注意シンボルマーク	CAUTION	警告	危険警告
	Laser hazard: This instrument uses a laser that is capable of causing personal injury. This symbol also appears on the instrument. For details about the hazard, refer to the instrument manual.	レーザー光線の危険性: この機器では、人体に傷害を与えるおそれのあるレーザーを使用しています。 このシンボルマークは機器にも表示されています。この危険の詳細については、機器のマニュアルを参照してください。	激光危険: 本伏器所用激光会導致人身傷害。此符号也会在伏器上出現。有美此危險的洋摺信息，參閱适当的伏器手冊。
	Ultra violet light hazard: Do not look directly at the ultra-violet (UV) light or into the UV source. Exposure can cause eye damage. Wear UV eye protection.	紫外光の危険性: 紫外線 (UV) 光または UV 光源を直接覗きこまないでください。照射によって眼損傷を引き起こすおそれがあります。UV 用保護メガネを着用します。	紫外光危険: 不要直视紫外 (UV) 光或者紫外光源。直视可能導致眼睛傷害。佩戴紫外鏡防炉眼鏡。
	Sharp object: Avoid physical contact with the object.	鋭利な物体: 鋭利な物体に身体が触れないようにしてください。	鋒利物体: 避免直接接触鋒利的物体。
	Pinch point: Keep hands away from this area.	ピンチポイント: この部分には手を挟まれないようにしてください。	失点: 勿将手放在此部住。
	Heavy objects: Never lift or move the instrument by yourself; you can suffer personal injury or damage the equipment. For specific lifting instructions, refer to the instrument manual.	重量物: 1人で機器を持ち上げたり移動しないでください。身体傷害を負ったり、機器を損傷するおそれがあります。 具体的な持ち上げ方法については、機器のマニュアルを参照してください。	重物: 切勿独自提起或移力本伏器；可能遭受人身傷害或損利伏器。有美具体的提起說明，參閱伏器手冊。
	Trip obstacle: Be aware of cords, hoses, or other objects located on the floor.	つまずく原因となる障害物: 床にあるコード、ホース、その他の物体に注意してください。	絆倒危険: 注意地面上的の線、管或其他物品。
	When the safety of a procedure is questionable, contact Technical Support for Thermo Scientific San Jose products.	手順の安全性にご不明な点がある場合は、Thermo Scientific San Jose 製品のテクニカルサポートまでお問い合わせください。	如対安全程序有疑向，联系 Thermo Scientific San Jose 产品的技术支持中心。

目次

	はじめに	xiii
	関連マニュアル.....	xiii
	安全に関する注意事項および特別な注意事項.....	xiv
	問い合わせ先.....	xvi
第1章	序論	1
	イオン化法.....	2
	H-ESI によるイオン化.....	2
	APCI によるイオン化.....	3
	NSI によるイオン化.....	4
	LC 流速.....	4
	緩衝液の種類.....	6
	Method Editor.....	7
第2章	サンプル導入	9
	直接注入.....	11
	高流速注入.....	11
	ループ注入 (フローインジェクション分析).....	11
	オートサンプラーと高性能液体クロマトグラフィー (HPLC).....	12
第3章	チューニング、キャリブレーション、およびキャリブレーション確認の ための設定	13
	シリンジポンプのセットアップ.....	13
	イオン源のセットアップ.....	14
	APCI スプレーインサートの取り外し.....	14
	低流速ニードルインサートの装着.....	15
	H-ESI スプレーインサートの装着.....	18
	低流速注入用スプレーノズルの位置決め.....	19
	注入用導入配管のセットアップ.....	20
第4章	スプレー安定性の評価	23
	キャリブレーション溶液の注入.....	23
	スプレー安定性の評価.....	25

第5章	チューニング、キャリブレーション、またはキャリブレーション確認の実施	29
	システムのチューニングおよびキャリブレーションの実施	29
	スプレー安定性の評価.....	31
	システムのチューニングおよび確認.....	32
	質量位置および分解能の確認.....	32
	質量位置および分解能のキャリブレーション	34
	検出器ゲインのキャリブレーション	34
第6章	化合物への最適化	35
	化合物への最適化用セットアップ	35
	イオン源初期設定値の決定.....	36
	イオン源パラメータの最適化.....	37
第7章	RF レンズ電圧および衝突エネルギーの最適化	41
	RF レンズ電圧の最適化.....	41
	衝突エネルギーの最適化.....	43
第8章	サンプルデータの取得	47
	Tune アプリケーションによるサンプルデータ取得.....	47
	Xcalibur データシステムによるサンプルデータ取得	49
付録A	Tune の基本的な機能	51
	Tune ウィンドウを開く	51
	機器の電源モードの設定.....	52
	機器のリードバック状況の確認.....	53
	シリンジポンプの制御.....	54
	データタイプの設定.....	54
	イオン極性モードの設定.....	55
	Tune Preferences の設定	55
	[Define Scan] ペインのマスリストの表の使用.....	56
	[History] ペインおよび [Favorites] ペインからのシステム設定の保存.....	57
付録B	導入部の洗浄	61
	ツールおよび備品.....	62
	キャリブレーション後の導入部の洗浄	63
	索引	65

はじめに

『TSQ Quantiva およびTSQ Endura 入門ガイド』では、Thermo Scientific™ TSQ Quantiva™ および TSQ Endura™ 質量分析計 (MS) の設定、チューニング、キャリブレーションの方法および MS データの取得法をご説明します。

目次

- [関連マニュアル](#)
- [安全に関する注意事項および特別な注意事項](#)
- [問い合わせ先](#)

関連マニュアル

TSQ Quantiva および TSQ Endura 質量分析計に同梱されるソフトウェア DVD には、すべてのマニュアルが含まれています。本ガイドの他に以下の PDF ファイル形式のマニュアルも、データシステムコンピューターから入手いただけます。

- *TSQ Quantiva およびTSQ Endura 設置事前要件ガイド*
- *TSQ Quantiva およびTSQ Endura 接続ガイド*
- *TSQ Quantiva およびTSQ Endura ハードウェアマニュアル*
- *Ion Max NG および EASY-Max NG イオン源ユーザーガイド*
- *安全性および法規制に関するガイド*

ご購入いただいた質量分析計には、『安全性および法規制に関するガイド』の冊子も同梱されています。このガイドでは、Thermo Scientific LC および MS システムについての重要な安全に関する情報をご紹介します。実験室のメンバー全員がこのガイドに確実に目を通し、利用できるようにしてください。

Microsoft™ Windows™ タスクバーからマニュアルを入手するには、以下の手順に従ってください。

- Thermo Scientific 質量分析計のマニュアルは、[Start] > [All Programs] > [Thermo Instruments] > [Thermo TSQ Quantiva] (または [Thermo TSQ Endura]) を選択してください。
- Thermo ソフトウェアアプリケーションを使用する LC 機器のマニュアルは、[Start] > [All Programs] > [Thermo Instruments] > [Manuals] > [LC Devices] などを選択してください。

TSQ Quantiva および TSQ Endura ソフトウェアには [Help] も付属しています。Tune アプリケーションの [Help] を利用するには、[Options] アイコン  をクリックし、[Tune Help] を選択します。

安全に関する注意事項および特別な注意事項

本ガイドに記載されている使用上の注意に従ってください。安全に関する注意事項および特別な注意事項は四角で囲ってあります。安全に関する注意事項および特別な注意事項には以下が含まれます。



注意 人、器物、または環境に対して危険があることを示します。各注意の説明には、注意のシンボルマークが付けられています。

重要 ソフトウェアの損傷、データの消失、無効なテスト結果を防ぐために必要な情報を示します。またはシステムの最適な性能を得るために重要な情報を含む場合があります。

注記 一般的な情報を示します。

ヒント 作業を容易に実行できる便利な情報を示します。

表1に、『TSQ Quantiva および TSQ Endura 入門ガイド』に記載されている注意事項のシンボルマークを記載します。

表1. 注意事項のシンボルマークとその意味

シンボルマーク	意味
	<p>化学的危険性:毒性、発癌性、変異原性、腐食性、または刺激性のある化学薬品を取り扱うときは、必要に応じて手袋などの保護具を着用します。使用済みオイルを廃棄したり、機器の接液部を取り扱う際には、認可された容器を使用し、適切な手順に従います。</p>
	<p>高温面:イオン源ユニットに触れる際には、加熱された部品が冷めるまで待ってください。</p>
	<p>感電の危険性:この機器では、感電や人体への傷害を引き起こすおそれのある電圧を使用しています。保守点検/修理の前に、機器の電源を切り、電源コードを抜いてください。機器の作動中は、カバーを付けたままにしてください。</p>
	<p>眼外傷の危険性:飛散した化学薬品や浮遊粒子により眼外傷を負うおそれがあります。化学薬品を取り扱うときや機器の点検/整備を行うときは、保護眼鏡を着用してください。</p>
	<p>鋭利な物体:シリンジニードルの先には身体が触れないようにしてください。</p>

問い合わせ先

必要な情報は、以下の方法でサーモフィッシャーサイエンティフィックにお問い合わせください。

❖ **カスタマーサポート本部**

電話番号 0120-753-670

FAX番号 0120-753-671

<http://www.thermoscientific.jp/>

序論

本章では、TSQ Quantiva および TSQ Endura 質量分析計に関する一般的な情報をご説明します。Thermo Tune アプリケーションの使用に関する情報は、[付録 A](#)、「[Tune の基本的な機能](#)」をご覧ください。日常的な操作、メンテナンス、およびシステムの起動や終了に関する情報は、『[TSQ Quantiva および TSQ Endura ハードウェアマニュアル](#)』をご参照ください。

注記 質量分析計を適切に操作していただくためには、『[TSQ Quantiva および TSQ Endura ハードウェアマニュアル](#)』に記載されている日常的な予防的メンテナンスを行うことをおすすめします。

目次

- [イオン化法](#)
- [LC 流速](#)
- [緩衝液の種類](#)
- [Method Editor](#)

イオン化法

一般的に、加熱エレクトロスプレーイオン化 (H-ESI) は極性化合物に推奨されるイオン化モードであり、大気圧化学イオン化 (APCI) は非極性化合物に推奨されるイオン化モード、そしてナノエレクトロスプレーイオン化 (nanoESI または NSI) はペプチドおよびタンパク質に推奨されるイオン化モードです。

- [H-ESI によるイオン化](#)
- [APCI によるイオン化](#)
- [NSI によるイオン化](#)

H-ESI によるイオン化

H-ESI は、ソフトな気相イオン化法です。H-ESI のイオン源は、溶液中のイオンを気相に移行させます。H-ESI では、従来は質量分析に適さなかった多くのサンプル (たとえば、熱に不安定な化合物や高分子量の化合物) を分析することができます。溶液中でイオンである極性化合物を付加イオンも含めて分析するのに H-ESI を使うことができます。このような化合物には、生体高分子化合物 (タンパク質、ペプチド、糖タンパク質、およびヌクレオチドなど)、医薬品およびその代謝物、そして工業用高分子化合物などがあります。たとえば、溶液中の NH_4^+ イオンと高分子中の酸素原子の間で付加物が形成されるため、酢酸アンモニウムを含む溶液からポリエチレングリコールを分析することができます。H-ESI では、TSQ Quantiva または TSQ Endura 質量分析計で分析できる分子量範囲は、多価イオンとして観測されるのであれば 50,000 Da を上回ります。

H-ESI のイオン源は、分析物の構造および溶媒によっては、多価イオンを生成することができます。たとえば、タンパク質やペプチドの質量スペクトルは、通常、多価の分析物イオンの分布です。この質量スペクトルを数学的に処理してサンプルの分子量を決定することができます。

H-ESI は、ポジティブイオンモードまたはネガティブイオンモードのどちらでもご利用いただけます。溶液中のイオンの極性により、イオン極性モードが決定されます。酸性分子は高 pH 溶液中で負イオンを形成し、塩基性分子は低 pH 溶液中で正イオンを形成します。装着した H-ESI スプレーインサートは、正または負に荷電します。正に荷電していると、正イオンを生成します。負に荷電していると、負イオンを生成します。

質量分析計への流速は、1 ~ 1000 $\mu\text{L}/\text{min}$ の範囲で変更します。[表 2 \(5 ページ\)](#) のガイドラインをご覧ください。

H-ESI では、緩衝液の種類と濃度が感度に大きく影響するため、これらの可変要素を適切に選択しなければなりません。

表面張力が大きく、揮発性が低く、表面電荷が低く、イオン溶媒和が高く、伝導率が高い大きな液滴は、H-ESI のプロセスに悪影響を与えます。逆に、表面張力が小さく、揮発性が高く、表面電荷が高く、イオン溶媒和が低く、伝導率が低い小さな液滴は H-ESI に適しています。

H-ESI では、水だけよりも、メタノール、アセトニトリル、イソプロピルアルコール (イソプロパノール) などの有機溶媒を含む有機/水性混合溶媒系の方が良い結果が得られます。揮発性のある酸および塩基でも良い結果が得られますが、最善の結果を得るためには 10 mM を超える塩は使用しないでください。強無機酸および強無機塩基は、機器にとってきわめて有害であることにご留意ください。

重要 H-ESI で良好な結果を得るため、以下のガイドラインに従ってください。

- 溶媒系に不揮発性の塩および緩衝液が混入しないようする。たとえば、ナトリウムまたはカリウムを含むリン酸塩や塩を使用しないようにする。代わりに酢酸塩やアンモニウム塩を使用する。強無機酸および強無機塩基を使用しない。機器に損傷を与える可能性があります。
- 有機/水性溶媒系および揮発性の酸および塩基を使用する。100% 水性溶媒の使用はなるべく避ける。
- 可能な場合には、溶媒系の pH を分析物に合わせて最適化する。たとえば、分析物に一級または二級アミンが含まれる場合、移動相は弱酸性 (pH2 ~ 5) にする。酸性 pH により、溶液中の正イオンが保たれる傾向があります。

APCI によるイオン化

H-ESI と同様、APCI もソフトな気相イオン化法です。したがって、APCI プロセスでは、分析物の気相中の酸性度および塩基性度と溶媒蒸気が重要な役割を果たします。APCI では、ある程度の揮発性を持つ中極性化合物の分子量情報が得られます。APCI は、一般的に、分子量が約 1,000 Da 以下の小さな分子の分析に使われます。

APCI は、ポジティブイオンモードまたはネガティブイオンモードのどちらでもご利用いただけます。ほとんどの分子に関しては、ポジティブイオンモードの方が強いイオン電流値が得られます。このことは、特に塩基性窒素 (または他の塩基性) 原子を一つ以上含む分子の場合に当てはまります。しかし、通常酸性部位で強い負イオンを生成する分子 (カルボン酸や酸アルコールなど) は、この例外となります。

一般的に、APCI で生成される負イオンの数は正イオンの数より少なくなります。しかしながら、ネガティブイオンモードでは化学的ノイズがポジティブイオンモードよりも少ないため、特異性が高くなる場合もあります。その結果、ネガティブイオンモードの方がシグナルノイズ比 (S/N) が良好になるかもしれません。

APCI モードでは、一般的に LC から質量分析計への溶媒の流速が速くなります (200 ~ 2,000 $\mu\text{L}/\text{min}$)。表 3 (5 ページ) のガイドラインをご覧ください。

APCI は、非常に堅牢なイオン化法です。緩衝液の種類や強度の変化などのたいていの可変要素における小さな変化には影響を受けません。

NSI によるイオン化

従来の ESI では、流速は 1 $\mu\text{L}/\text{min}$ ~ 1 mL/min の範囲にあります。エミッターから出てくる液体の量が多いため、脱溶媒および液滴の体積収縮を促進するためには、乾燥用ガスまたは熱加熱、あるいはこの両方が多くの場合に必要となります。NSI (またはナノ ESI) は、10 ~ 1,000 nL/min という低流速の ESI です。一般的に、NSI では乾燥用ガスや熱加熱は必要なりません。ESI や H-ESI と比べると、NSI は純水を含めた幅広い液体組成に対応しています。

流速を落とすと、エミッターを通る移動相の量が減少し、さらに小さなエアロゾル液滴が生成します。これにより、NSI のエミッターチップにおける分析物の濃縮効率が従来の ESI や H-ESI より高くなり、質量分析計のシグナルレスポンスで示される感度が大幅に向上します。表 4 (5 ページ) のガイドラインをご覧ください。

LC 流速

H-ESI スプレーインサートでは、1 ~ 1,000 $\mu\text{L}/\text{min}$ の液体流速¹ からイオンを揮発させることができます。この流速範囲は、CE、CEC、分析 LC、キャピラリー LC、およびマイクロボア LC などさまざまな分離法に対応できます。

APCI スプレーインサートでは、200 ~ 2,000 $\mu\text{L}/\text{min}$ の液体流速² からイオンを揮発させることができます。この流速範囲は、分析 LC、マイクロボア LC、および分取 LC などの分離法の使用に対応できます。

質量分析計に流入する溶媒の流速を変更する際には、以下のパラメータを調整してください。

- ESI または H-ESI モードの場合、スプレー電圧、トランスファーチューブおよびベポライザーの温度、およびシースガス、補助ガス、およびスイープガスの流速を調整します。
- APCI モードの場合、コロナ放電電流、イオントランスファーチューブおよびベポライザーの温度、およびシースガス、補助ガス、およびスイープガスの流速を調整します。
- NSI モードの場合、スプレー電圧およびイオントランスファーチューブ温度を調整します。

以下の表に、H-ESI (表 2)、APCI (表 3)、および NSI (表 4) を使用した場合のさまざまな LC 溶媒流速に対するガイドライン (イオン源パラメータの初期値) を記載します。

¹ H-ESI スプレーインサートでは、1 $\mu\text{L}/\text{min}$ 程度の少ない液体流速からイオンを生成することができます。しかしながら、5 $\mu\text{L}/\text{min}$ 未満の流速では注意が必要となります。

² APCI スプレーインサートでは、安定したスプレーを維持するため 200 $\mu\text{L}/\text{min}$ 未満の流速では注意が必要です。

表2. LC/H-ESI/MS の操作パラメータ設定のガイドライン

LC 流速 (μL/min)	スプレー電圧 (V) ^a	シースガス (任意単位)	補助ガス (任意単位)	スイープガス (任意単位)	イオントランスファーチューブ温度 (°C)	ベポライザー温度 (°C)	平均的な窒素ガス消費量 (L/min)
5	正:3500 負:-2500	5	5	0	275	50	1 未満
200	正:3500 負:-2500	35	10	0	325	275	8
500	正:3500 負:-2500	50	20	2	350	300	13
1000	正:3500 負:-2500	60	20	2	380	325	17

^a ポジティブイオンモード (正) およびネガティブイオンモード (負)

表3. LC/APCI/MS の操作パラメータ設定のガイドライン

LC 流速 (μL/min)	シースガス (任意単位)	補助ガス	スイープガス	イオントランスファーチューブ温度 (°C)	ベポライザー温度 (°C)	コロナ放電 (μA) ^b
200	25	5	0	250	325	正:4 負:-10
1000	45	5	2	275	375	正:4 負:-10

^b ポジティブイオンモード (正) およびネガティブイオンモード (負)

表4. LC/NSI/MS の操作パラメータ設定のガイドライン

スプレー電圧 (V)	スイープガス (任意単位)	イオントランスファーチューブ温度 (°C)
ポジティブイオンモード:1200 ネガティブイオンモード:-600	2	275

注記

測定で使用する LC 流速に適したスプレー電圧、シースガス圧、補助ガス圧、スイープガス圧、イオントランスファチューブ温度、およびベポライザー温度の初期値を決定するには、[Ion Source] ペインの [Ion Source] ページをご使用ください。

「[イオン源初期設定値の決定](#)」(36 ページ) をご覧ください。

測定に適したスプレー電圧、シースガス圧、補助ガス圧、およびスイープガス圧を最適化するには、[Ion Source] ペインの [Optimization] ページをご使用ください。

「[イオン源パラメータの最適化](#)」(37 ページ) をご覧ください。

緩衝液の種類

多くの LC アプリケーションでは、リン酸塩またはホウ酸塩緩衝液などの不揮発性緩衝液を使用します。不揮発性緩衝液を使用するとイオントランスファチューブやスプレーインサートのノズルなどイオン源の部品に塩が蓄積してしまう可能性があるため、使用しないようにしてください。不揮発性緩衝液を使用することに加えてイオン源の塩の蓄積を取り除くための洗浄をしないと、スプレーの性能が損なわれてしまうことがあります。

LC/MS 測定では、不揮発性緩衝液ではなく、以下の揮発性緩衝液をご使用ください。

- 酢酸
- 酢酸アンモニウム
- ギ酸アンモニウム
- 水酸化アンモニウム
- ギ酸
- トリエチルアミン (TEA)

推奨される溶媒のリストは、『[TSQ Quantiva および TSQ Endura 設置事前要件ガイド](#)』の第 5 章をご覧ください。

**注意 有害な可能性のある物質への曝露をお控えください。**

法律により、化学物質の製造元およびサプライヤーは、化学物質安全データシート (MSDS) または安全データシート (SDS) により顧客に最新の健康および安全に関する情報を提供する義務があります。MSDS および SDS は、実験室のメンバーがいつでも自由に調べられるようにしておかなければなりません。これらのデータシートには、化学物質についての記載があり、特定の化学物質の危険性および毒性に関する情報がまとめられています。また、化合物の適切な取り扱い、偶発的曝露の際の応急手当、およびこぼれたり漏れたりした時の対応策も記載されています。

使用する各化学物質の MSDS または SDS をお読みください。すべての化学物質の保管および取り扱いにあたっては、標準的安全手順に従ってください。溶媒や腐食剤を使用する際は、かならず保護手袋および保護眼鏡を着用してください。また、MSDS または SDS の指示に従って廃液を保管し、適切に換気し、すべての実験室試薬を廃棄してください。

不揮発性緩衝液を必要とする LC アプリケーションについては、最善の成果を得るために以下のガイドラインに従ってください。

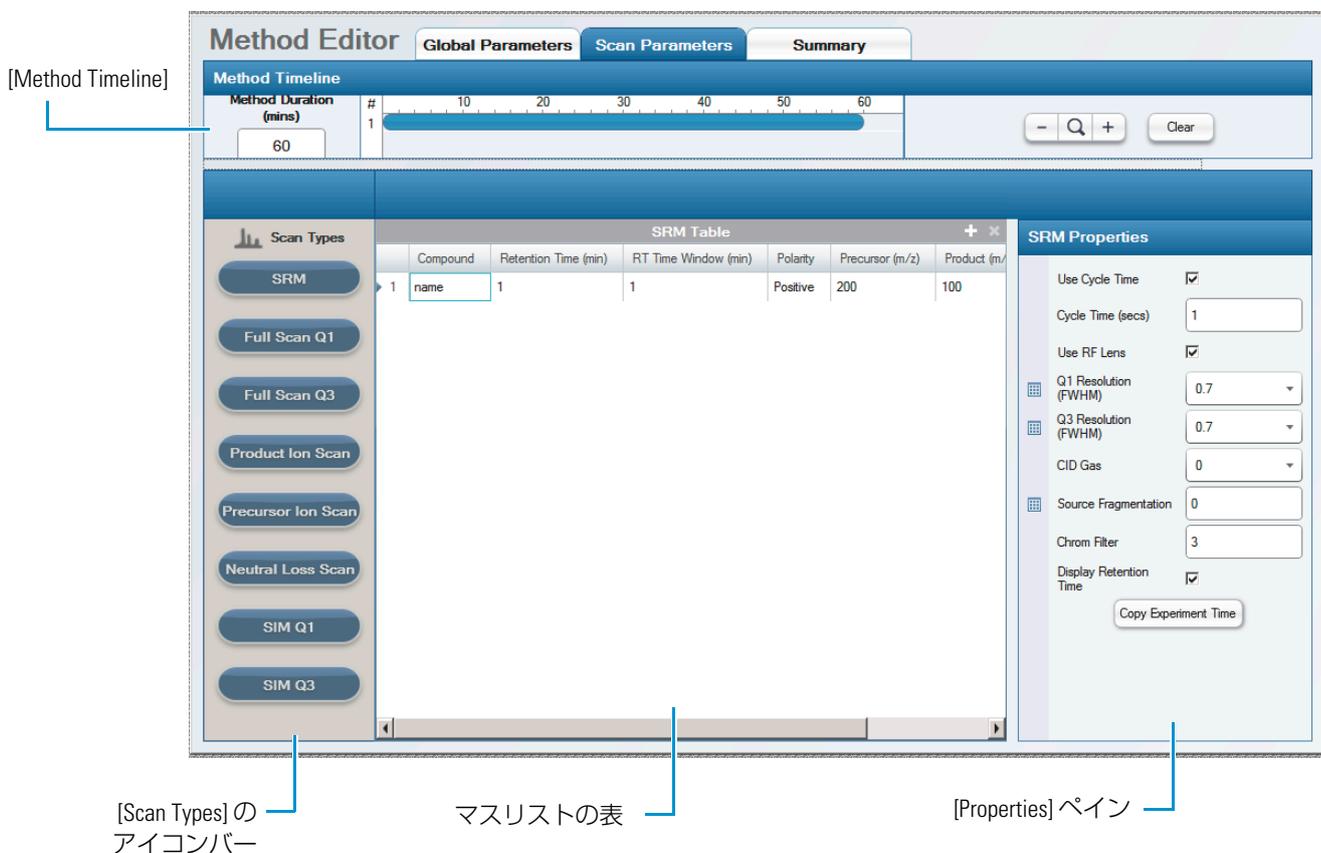
- スプレーインサートの位置を最適化する。
- 質量分析計のオプションのイオンスイープコーンを取り付ける。
- 緩衝液の濃度を絶対最小値まで下げる。

注記 不揮発性緩衝液を使用している場合には、イオン源のメンテナンスをより頻繁に行う必要があります。

Method Editor

[Method Editor] を使って装置メソッドを作成します。装置メソッドにより測定が定義されます。装置メソッドでは、質量分析計、シリンジポンプ、およびダイバートバルブの設定を指定します。測定タイプを選択し、選択した測定タイプ用のパラメータを設定して装置メソッドを作成します。また、MS/MS 測定には、質量範囲およびフラグメンテーションレンジも指定します。図 1 に、[Method Editor] の [Scan Parameters] ページを示します。

図 1. [Method Editor] の [Scan Parameters] ページ



❖ [Method Editor] を開く

1. [Start] > [All Programs] > [Thermo Xcalibur] > [Xcalibur] の順に選択します。
Xcalibur のホームページが開きます。
2. [Instrument Setup] アイコンをクリックします。
[Instrument Setup] ウィンドウが開きます。
3. [TSQ Quantiva] または [TSQ Endura] アイコンをクリックします。



サンプル導入

この章では、サンプル導入法をいくつかご紹介します。図 2 に、ご紹介する方法の概略図を示します。これらのサンプル導入法のためのインレット配管セットアップの方法に関する情報は、『TSQ Quantiva および TSQ Endura 接続ガイド』の第 6 章を参照してください。

目次

- 直接注入
- 高流速注入
- ループ注入 (フローインジェクション分析)
- オートサンプラーと高性能液体クロマトグラフィー (HPLC)

図 2. サンプル導入法の概略図

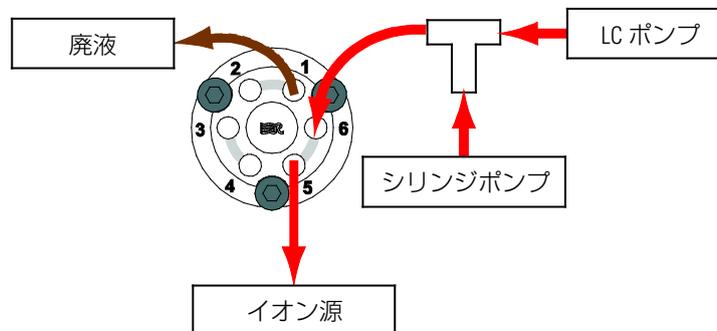
凡例

— 赤色 PEEK チューブ
— Teflon FEP チューブ

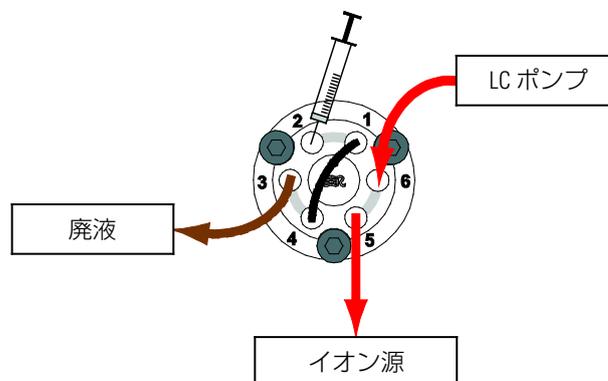
直接注入



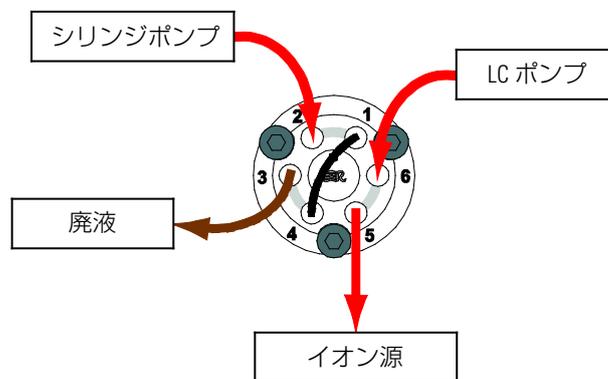
高流速注入
(ダイバートバルブ)



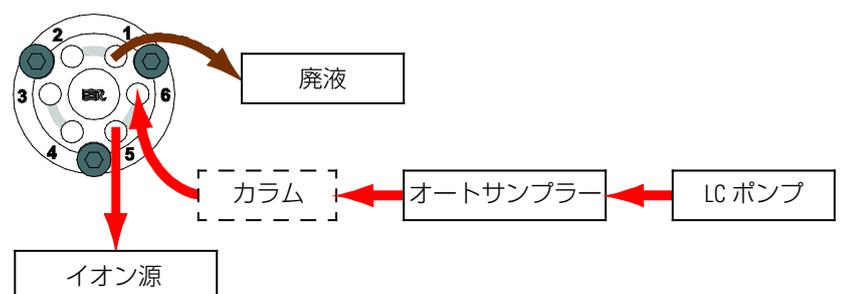
マニュアルループ注入
(ループインジェクター)



自動ループ注入
(ループインジェクター)



オートサンプラーと HPLC
(ダイバートバルブ)



直接注入

TSQ Quantiva および TSQ Endura 質量分析計には、外付けシリンジポンプが装備されています。直接注入法では、シリンジポンプを使ってサンプルを直接イオン源に注入します。H-ESI モードでキャリブレーションを行うためにキャリブレーション溶液を導入する際には、この方法を使います。また、この方法は、定性分析のためにH-ESI モードで純粋な分析物を一定速度で導入し、シリンジポンプを用いて低流速で測定を行う際にも使用できます。

高流速注入

この高流速注入法では、シリンジポンプからの溶媒流を LC ポンプから生成した溶媒流に混ぜるために LC の T 字ユニオンを利用します。合流した溶媒流は、ダイバート/インジェクションバルブを通してイオン源に入ります。LC システムを用いて高流速で測定を行う場合にはこの注入法を使います。高流速注入法では比較的少量の溶媒が質量分析計に入ることから、イオンスプレーコーンの洗浄をさらに頻繁に行う必要があるかもしれません。

ダイバート/インジェクションバルブが注入位置 (1-2) にある場合、LC ポンプからの溶媒流はポート 6 を通ってバルブに入り、イオン源に接続されたポート 5 から出ます。ダイバート/インジェクションバルブがダイバート位置 (1-6) にある場合、LC ポンプからの溶媒流はポート 6 を通ってバルブに入り、ポート 1 から出て廃棄されます。

ループ注入 (フローインジェクション分析)

サンプル量が限られている場合は、H-ESI または APCI モードでループ注入法をご利用ください。この方法を使うには、ダイバート/インジェクションバルブにサンプルループ、注入ポートフィッティング、および LC ポンプを装着し、ダイバート/インジェクションバルブをイオン源に接続します。バルブをロード位置にして、シリンジを使ってサンプルを注入ポートフィッティングからサンプルループにロードし、注入バルブの位置を注入位置に切り替えます。バルブを注入位置に切り替えることで、LC ポンプからの溶媒流でサンプルをループからイオン源へとバックフラッシュすることができます。

また、以下のガイドラインにも従ってください。

- 量の限られた純粋なサンプルの定性または定量分析では、クロマト分離を接続せずにマニュアルループ注入を使用する。
- 量の限られたサンプル混合物の定性または定量分析では、クロマト分離と接続したマニュアルループ注入を使用する。この場合、注入バルブとイオン源の間に LC カラムが必要となります。
- MS/MS 測定では化合物に対する質量分析計の感度を最適化するために、自動ループ注入を使用する。

オートサンプラーと高性能液体クロマトグラフィー (HPLC)

一連のサンプルを自動的に注入するには、オートサンプラーを備えた LC システムをダイバート/インジェクションバルブに接続し、このダイバート/インジェクションバルブをイオン源に接続します。オートサンプラーを使って、LC ポンプからの溶媒流にサンプル溶液を注入します。一般的な LC/MS 測定では、混合物中の化合物をイオン源に入る前に分離するために、溶媒を LC カラムに通します。

チューニング、キャリブレーション、および キャリブレーション確認のための設定

この章では、お使いの TSQ Quantiva または TSQ Endura 質量分析計のチューニングおよびキャリブレーションのため、またはキャリブレーション確認のためのセットアップについてご説明します。H-ESI または APCI モードでデータを取得する前に、H-ESI モードでキャリブレーションしてください。

目次

- シリンジポンプのセットアップ
- イオン源のセットアップ
- 低流速注入用スプレーノズルの位置決め
- 注入用導入配管のセットアップ

シリンジポンプのセットアップ

シリンジポンプを使って、ポリチロシン 1,3,6 キャリブレーション溶液を流速 2 $\mu\text{L}/\text{min}$ でイオン源へ直接注入します。

❖ シリンジポンプのセットアップ

1. きれいな 500 μL シリンジにポリチロシン 1,3,6 キャリブレーション溶液 (P/N 00301-22924) を充填します。



注意 鋭利な物体。シリンジニードルが肌に刺さる可能性があります。注意して取り扱ってください。

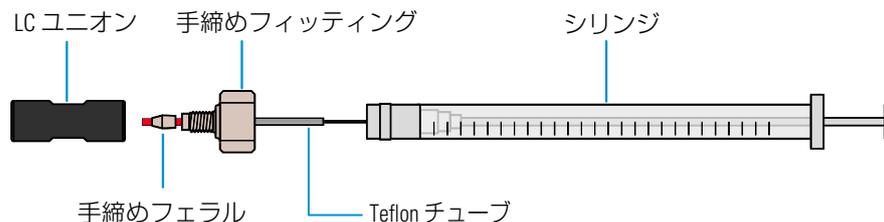
2. ツーピースの手締めフィッティングの 1 個を使用して、4 cm (1.5 インチ) の Teflon チューブを (黒い) LC ユニオンに接続します (図 3)。

この LC ユニオンには、10-32 コーン底受け入れポートが付いています。

3 チューニング、キャリブレーション、およびキャリブレーション確認のための設定

イオン源のセットアップ

図 3. シリンジの配管接続



3. シリンジのプランジャーを定位置で支え、シリンジニードルの先を Teflon チューブの未接続端に注意深く挿入します。

注記 必要であれば、シリンジニードルの先を使ってチューブ端の開口部を少し広げます。

4. シリンジを、シリンジポンプのシリンジホルダーに配置します。
5. シリンジポンプの押し出しブロックにある解除ボタンを強く押し、シリンジプランジャーに当たるまで押し出しブロックをゆっくりと動かします。

次のセクション「イオン源のセットアップ」に進みます。

イオン源のセットアップ

イオン源のセットアップでは以下のことを行います。

- APCI スプレーインサートの取り外し
- 低流速ニードルインサートの装着
- H-ESI スプレーインサートの装着

イオン源については、『*Ion Max NG および EASY-Max NG イオン源ユーザーガイド*』を参照してください。

APCI スプレーインサートの取り外し

APCI スプレーインサートを取り外す前には、かならず LC/MS システムをスタンバイモードにしてください。

❖ APCI スプレーインサートの取り外し

1. データ取得を行っている場合には、完了するまで待ちます。
2. LC (またはその他のサンプル導入装置) から API 源への送液を停止します。
3. Tune ウィンドウで、質量分析計を [Standby] モードにします。



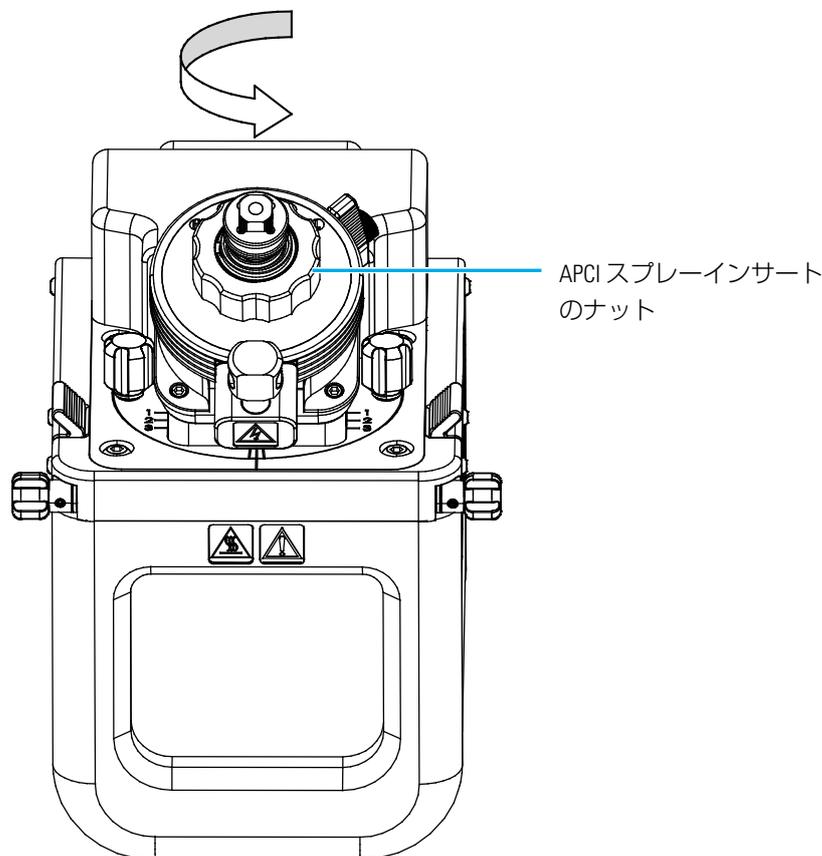
4. APCI スプレーインサートのサンプル注入口からサンプルラインを外します。
5. API 源ハウジングおよび APCI スプレーインサートが室温まで冷めるのを待ちます。



注意 やけどをしないように注意してください。高温面は冷めるまで待ってください。API 源ハウジングも APCI スプレーインサートも、触れないくらい熱くなることがあります。

6. スプレーインサートのナットを反時計回りに回して緩めます。図 4 をご覧ください。
7. APCI スプレーインサートを取り外し、安全な場所に保管します。

図 4. APCI スプレーインサートを装着した API イオン源



次のセクション「[低流速ニードルインサートの装着](#)」に進みます。

低流速ニードルインサートの装着

チューニングおよびキャリブレーション手順では、ポリチロシン 1,3,6 キャリブレーション溶液を流速 2 $\mu\text{L}/\text{min}$ で注入します。50 $\mu\text{L}/\text{min}$ 未満の流速には、低流速 H-ESI ニードルインサート (P/N 80000-06152) を使います。

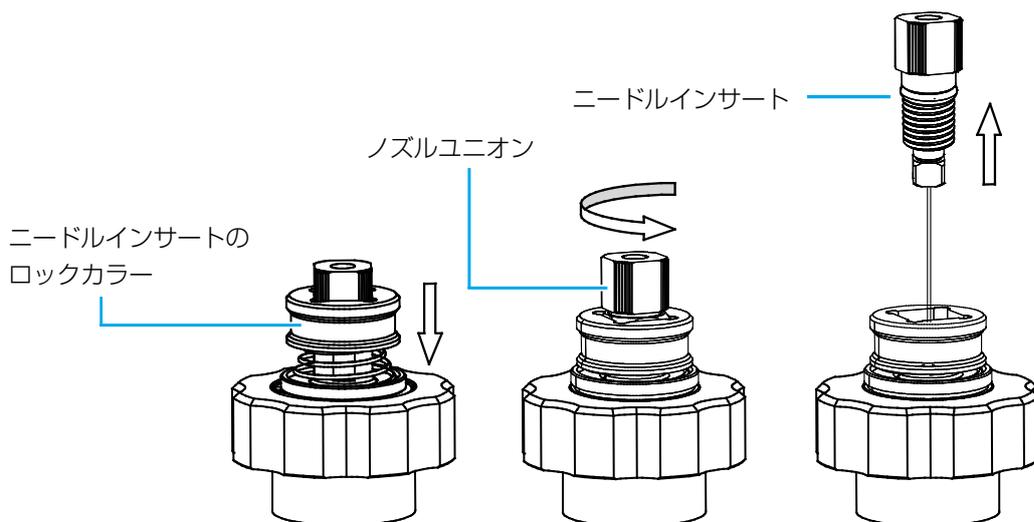
3 チューニング、キャリブレーション、およびキャリブレーション確認のための設定

イオン源のセットアップ

❖ 高流速ニードルインサートの H-ESI スプレーインサートからの取り外し

1. ニードルインサートのロックカラーを押し下げます。図 5 をご覧ください。
2. ニードルインサートのロックカラーが押し下げられた状態で、ノズルユニオンを手か 3/8 インチのレンチで反時計回りに回して緩めます。
3. ニードルインサートを H-ESI スプレーインサートから抜きだし、安全な場所に保管します。

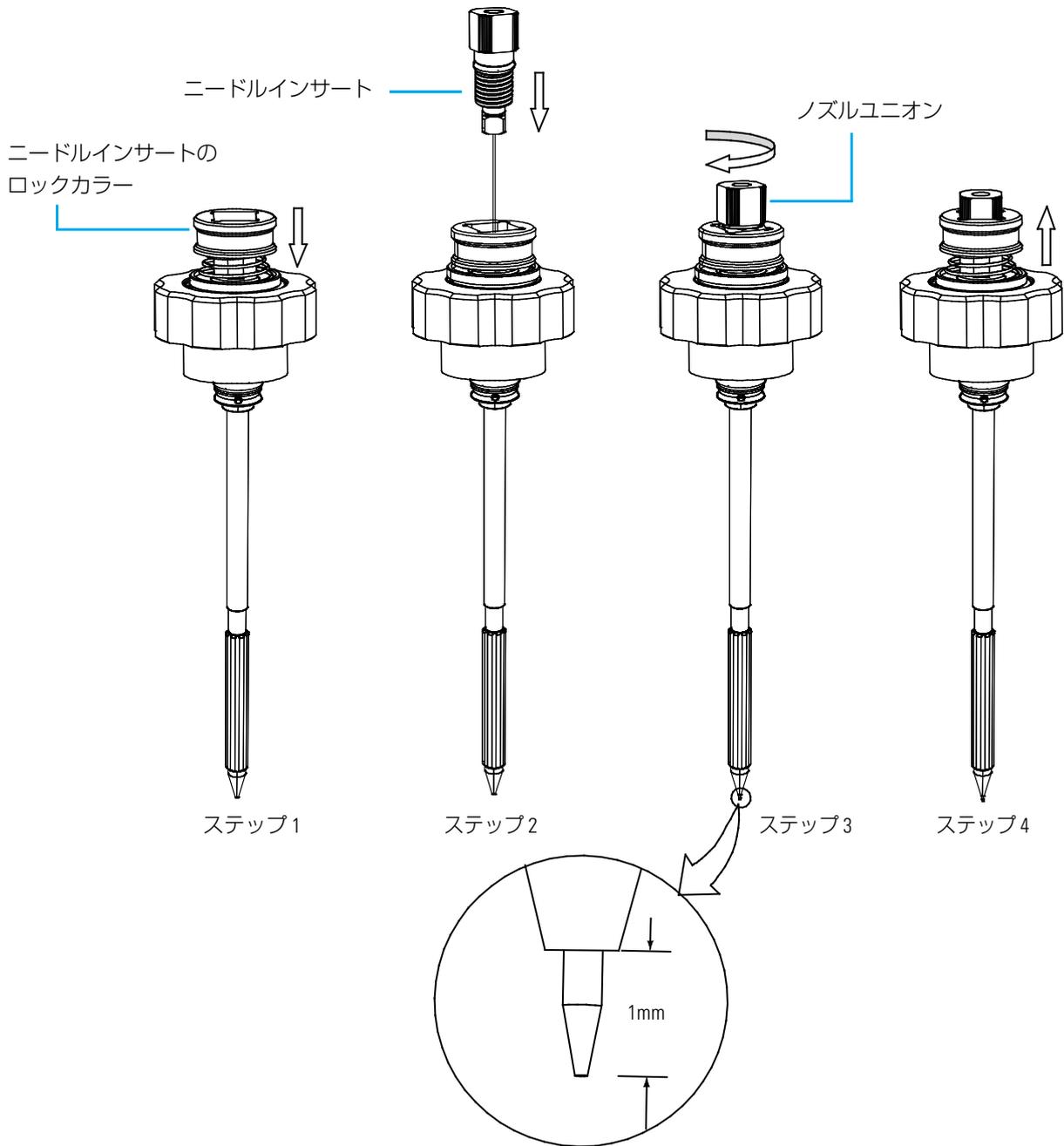
図 5. ニードルインサートの H-ESI スプレーインサートからの取り外し



❖ 低流速ニードルインサートの H-ESI スプレーインサートへの装着

1. ニードルインサートのロックカラーを押し下げます。図 6 をご覧ください。
2. 低流速ニードルインサート (P/N 80000-06152) を H-ESI スプレーインサートに挿入します。
3. エレクトロスプレーニードルが H-ESI ノズルの先端から約 1 mm 出てくるまで手でノズルユニオンを時計回りに回します。
4. ニードルインサートのロックカラーの押し下げを解除し、ニードルインサートを定位置に固定します。

図 6. ニードルインサートの H-ESI スプレーインサートへの装着



H-ESI スプレーインサートの装着

❖ H-ESI スプレーインサートの加熱アセンブリへの装着

1. 図7に示すように、H-ESI スプレーインサートのガイドピンを加熱アセンブリのガイドピンスロットに合わせます。
2. H-ESI スプレーインサートを加熱アセンブリに挿入します。スプレーインサートのナットを時計回りに回して締めます。
3. APCI コロナニードルアダプターのノブを時計回りに4時の位置まで回してコロナニードルをH-ESI スプレーインサートの出口側から遠い方向に向け、ニードルに電圧を供給する回路を遮断します。図8をご覧ください。

図7. H-ESI スプレーインサートの加熱アセンブリへの装着

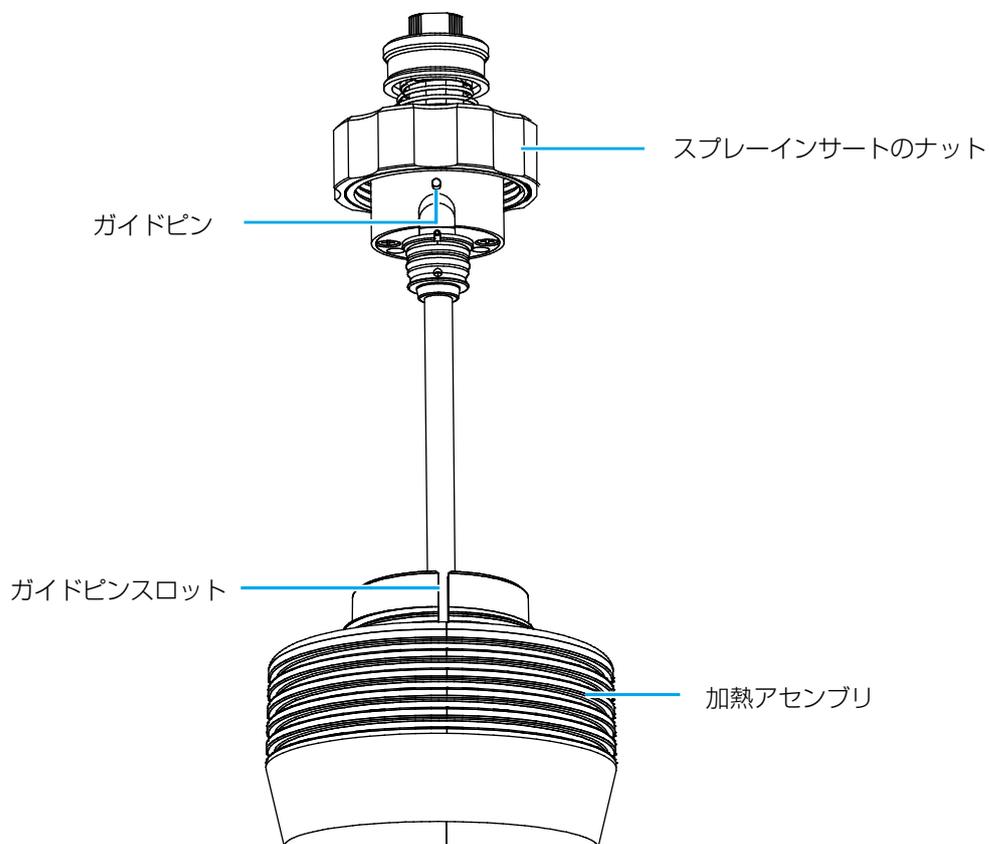
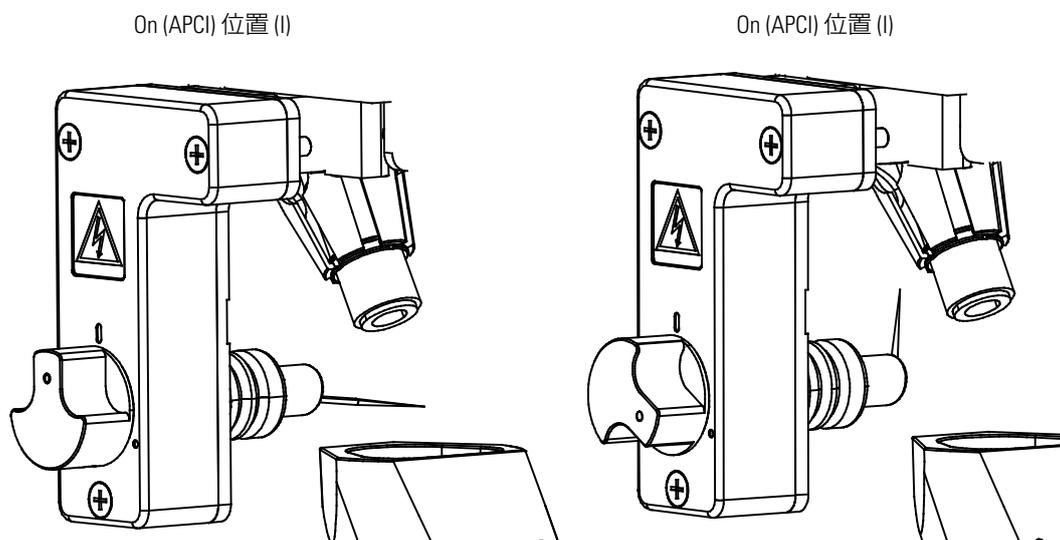


図 8. コロナ放電ニードル。On (APCI) 位置 (左) および Off (H-ESI) 位置 (右)



次のセクション「[低流速注入用スプレーノズルの位置決め](#)」に進みます。

低流速注入用スプレーノズルの位置決め

API 加熱アセンブリを動かして H-ESI スプレーインサートのノズルをイオントランスファチューブの入り口近くに持ってきます。[図 9](#)をご覧ください。

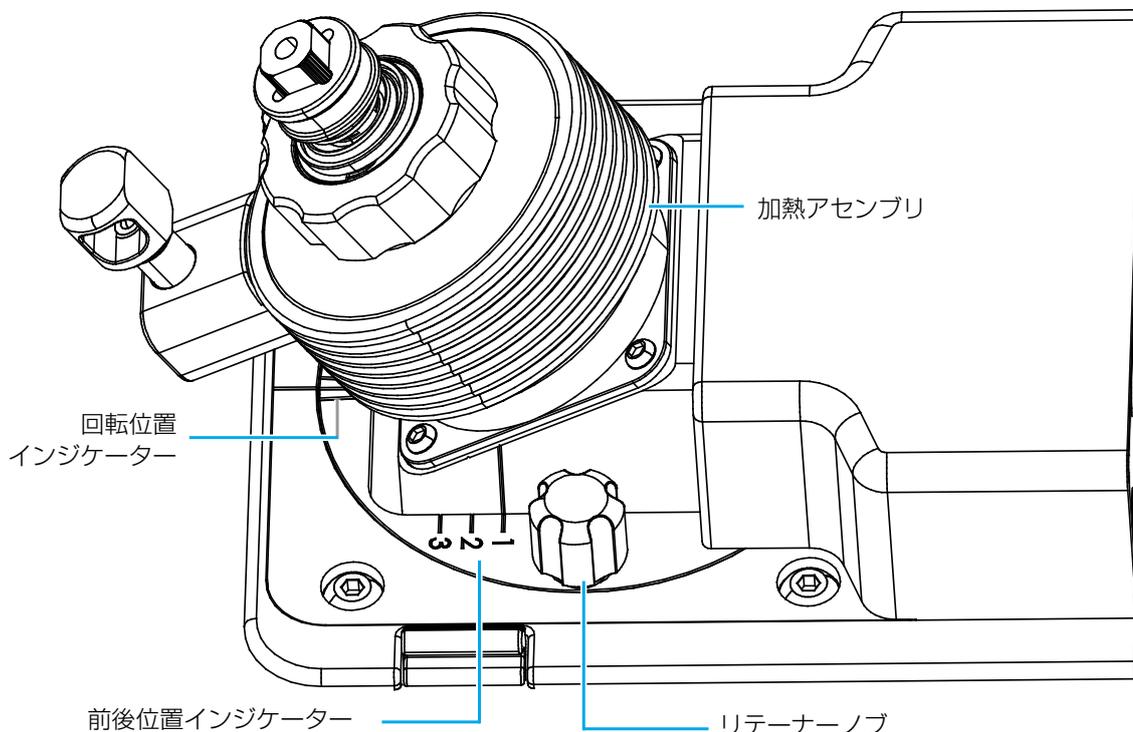
❖ 低流速注入用スプレーノズルの位置決め

1. 二つのリテーナーノブを反時計回りに回して緩めます。
2. 加熱アセンブリを前後位置インジケータの [1] の位置まで前側に押し出します。
3. 加熱アセンブリを回転位置インジケータの中央位置まで回転させます。
4. Ion Max NG イオン源の場合、プローブの深さを中央位置に設定します。
5. 二つのリテーナーノブを時計回りに回して締めます。

3 チューニング、キャリブレーション、およびキャリブレーション確認のための設定

注入用導入配管のセットアップ

図 9. 二つの位置インジケータが示された API イオン源の加熱アセンブリ



次のセクション「[注入用導入配管のセットアップ](#)」に進みます。

注入用導入配管のセットアップ

図 10 に、サンプルをイオン源に直接注入で導入するための導入配管の接続を示します。機器のキャリブレーションには、ナチュラル色の PEEK チューブを使用するようにしてください。

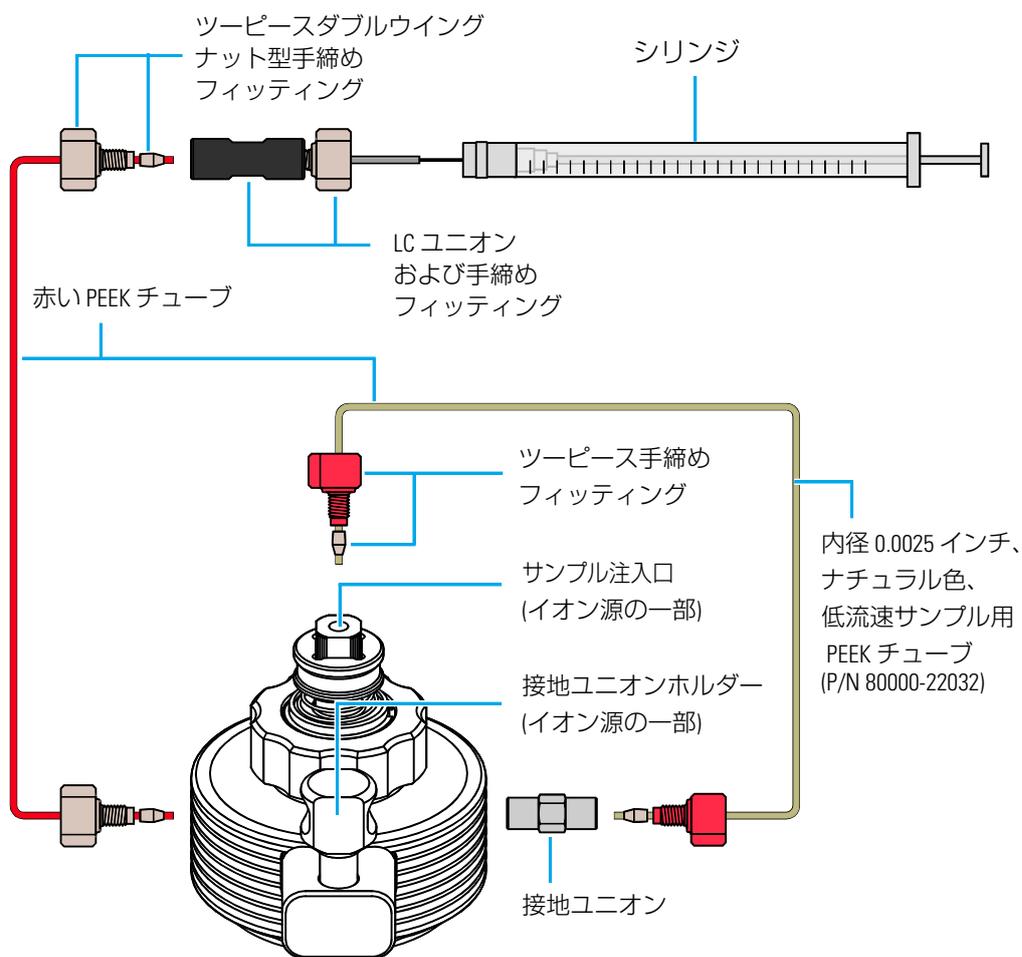
❖ LC ユニオンと接地ユニオンの間の注入ラインの接続

1. シリンジポンプをセットアップします (「[シリンジポンプのセットアップ](#)」(13 ページ) を参照)。
2. イオン源をセットアップします (「[イオン源のセットアップ](#)」(14 ページ) を参照)。
3. 接地ユニオン (P/N 00101-18182) がまだ装着されていない場合は、接地ユニオンホルダーに装着します。図 10 をご覧ください。
4. 以下の手順に従って赤色の PEEK チューブで LC ユニオンを接地ユニオンに接続します。
 - a. ツーピース手締めフィッティングを使用して、チューブをシリンジに接続されている LC ユニオンの未接続側に接続します。
 - b. ツーピース手締めフィッティングを使用して、チューブの未接続端を接地ユニオンに接続します。

❖ 接地ユニオンとイオン源の接続

1. 低流速接続用キット (P/N 80000-60621) のツーピース手締めフィッティングを使用して、ナチュラル色の PEEK チューブ (内径 0.0025 インチ) (P/N 80000-22032) をシリンジに接続している LC ユニオンの未接続端に接続します。
図 10 をご覧ください。
2. ツーピース手締めフィッティングを使用して、チューブの未接続端をイオン源のサンプル注入口に接続します。

図 10. 直接注入用配管接続



注意 感電を予防するために、接地ユニオンがステンレス製であることを確認してください。PEEK のような非伝導性材料の接地ユニオンでは、感電ハザードが発生します。

これでキャリブレーション溶液を注入準備が整いました。第 4 章「スプレー 安定性の評価」へ進みます。

スプレー安定性の評価

質量分析計をチューニングしキャリブレーションする前に、安定したイオン化スプレー状態が確立されていることを確認します。イオン化スプレーの強度および安定性は、イオン源の性能に大きく左右されます。

重要

- 安定したスプレーの状態を維持できないと、データの質が低下したり、キャリブレーション不良が引き起こされる可能性があります。
- 分析物の溶液でスプレーが不安定になったら、この章に戻ってスプレーの安定性を評価してください。

目次

- キャリブレーション溶液の注入
- スプレー安定性の評価

キャリブレーション溶液の注入

ポリチロシン 1,3,6 キャリブレーション溶液を流速 2 $\mu\text{L}/\text{min}$ でイオン源に注入します。

❖ キャリブレーション溶液の注入



- Tune ウィンドウで、質量分析計を **[On]** モードにします。
- [Ion Source] ペインで [Ion Source] ページを開き、以下の手順に従ってください。
 - [Current LC Flow ($\mu\text{L}/\text{min}$)] ボックスで、**2** と入力します。
 - [Get Defaults]** をクリックし、**[Apply]** をクリックします。

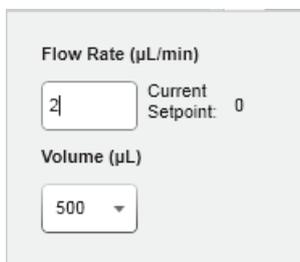
Tune アプリケーションは、H-ESI イオン源の初期パラメータを設定します。

4 スプレー安定性の評価

キャリブレーション溶液の注入

3. シリンジポンプパラメータを以下のように設定します。
 - a. [Syringe] ボタンの横のドロップダウン矢印  をクリックして、シリンジパラメータボックスを開きます (図 11).

図 11. シリンジパラメータボックス



Flow Rate (µL/min)

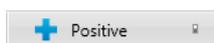
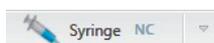
2 Current Setpoint: 0

Volume (µL)

500

- b. [Flow Rate (µL/min)] ボックスで、**2** と入力します。
- c. [Volume (µL)] リストで、**500** を選択します。
- d. **[Syringe]** をクリックします。
Tune アプリケーションは、シリンジポンプから送液を始めます。

注記 シリンジポンプはキーパッドからも操作できます。



4. **[Positive]** または **[Negative]** をクリックしてポジティブイオンモードを選択します。
5. **[Define Scan]** をクリックしたら **[Scan]** タブをクリックして [Scan] ページを表示します (図 12)。
6. [Scan] ページでは、以下の手順に従ってください。
 - [Scan Type] は [Full Scan Q1] を選択する。
 - [Scan Range] は [100-1100] Da に設定する。
 - [Q1 Peak Width] は [0.7] Da に設定する。
 - [Scan Rate] は [1000] unit/sec を選択する。
 - [CID Gas] は [0] mTorr を選択する。
 - [Source Fragmentation] ボックスはチェックしない。

7. [Apply] をクリックして、設定を適用します。

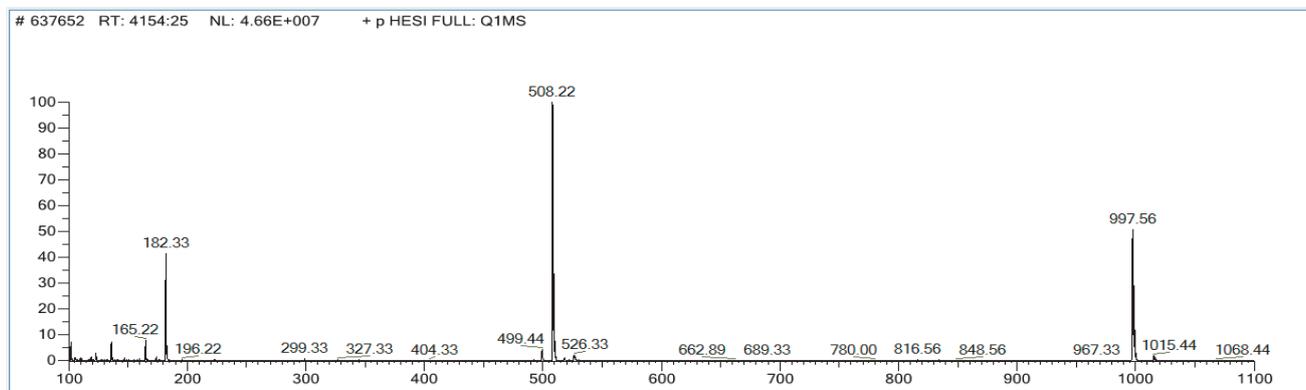
図 12. ポリチロシン 1,3,6 注入のための設定が表示された [Scan] ページ

ION SOURCE	DEFINE SCAN	CALIBRATION
<input type="button" value="Scan"/> <input type="button" value="Optimization"/>		
Scan Type	Full Scan (Q1)	
Scan Range (Da)	100-1100	
Q1 Peak Width (Da)	0.7	
Scan Rate (unit/sec)	1000	
CID Gas (mTorr)	0	
<input type="checkbox"/> Source Fragmentation (V)	0	



8. システムのリードバックが正常なこと、そして Tune アプリケーションでポジティブイオンモードにおいてポリチロシン単量体 (m/z 182.082)、三量体 (m/z 508.208)、および六量体 (m/z 997.398) のマススペクトルが表示されていることを確認します (図 13)。

図 13. ポリチロシン 1,3,6 のマススペクトル



次のセクション「スプレー安定性の評価」に進みます。

スプレー安定性の評価

スプレー安定性の評価では、全イオン電流 (TIC) またはモニター対象のイオンのイオン電流のリアルタイムグラフを作成します。また、TIC またはモニター対象のイオンのイオン電流の相対標準偏差 (RSD) のグラフも作成されます。安定性の格付けは以下のように行います。

4 スプレー安定性の評価

スプレー安定性の評価

- 悪い: RSD が 15% 超
- 良い: RSD が 2 ~ 15% の範囲
- 非常に良い: RSD が 2% 未満

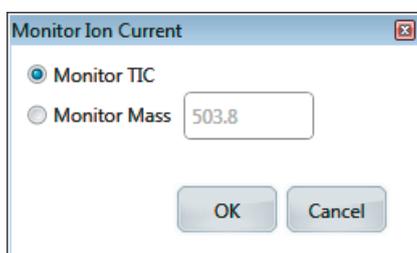
評価に合格するには、安定性の格付けが「良い」または「非常に良い」でなければなりません。

質量分析計のチューニング、キャリブレーション、またはキャリブレーションの確認を行う前に、スプレー安定性の評価を行ってください。

❖ スプレー安定性の評価

1. **[Plot Chromatogram]** アイコン  をクリックして **[Monitor Ion Current]** ダイアログボックスを開きます (図 14)。

図 14. [Monitor TIC] オプションを選択した状態の [Monitor Ion Current] ダイアログボックス



2. **[Monitor TIC]** オプションを選択します。
3. **[OK]** をクリックして TIC クロマトグラム (図 15) および %RSD グラフ (図 16) をプロットします。

図 15. 安定したスプレーの TIC のリアルタイム表示

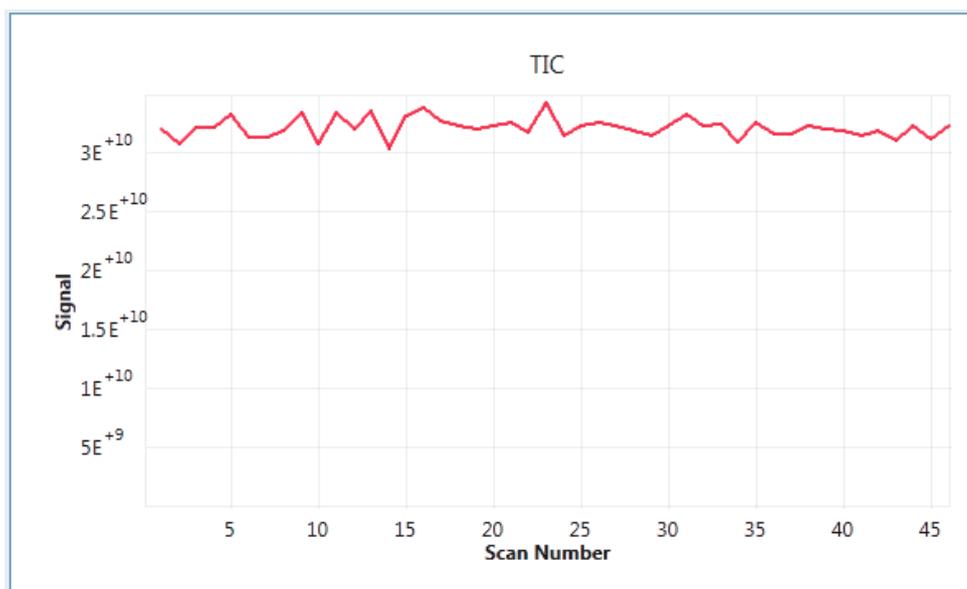
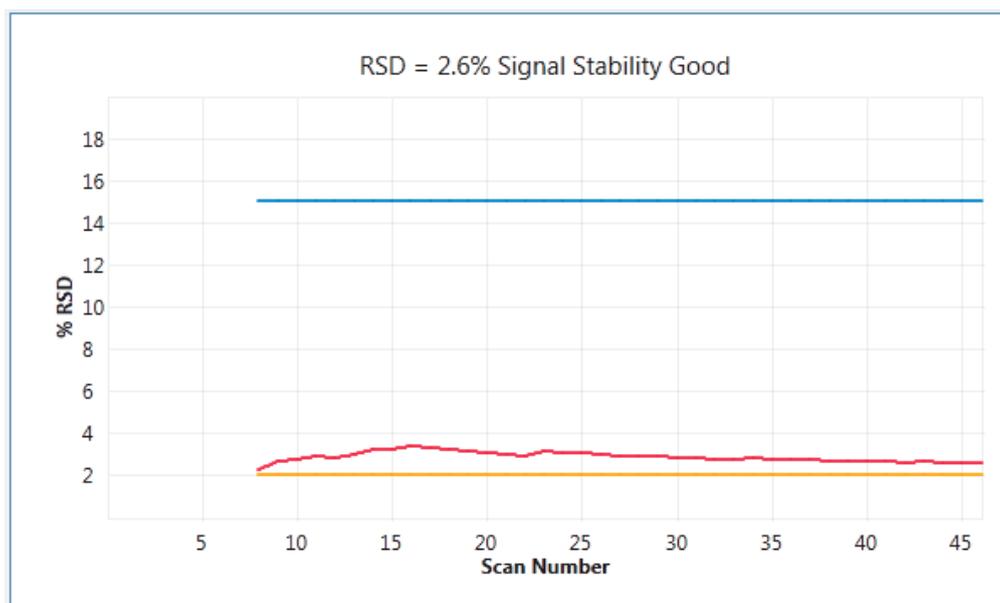


図 16. 安定したスプレーの %RSD のリアルタイム表示



4. RSD グラフを観察し、シグナル安定性格付けと最大 %RSD 値を再検討します。
[Calibration Options] ペインでは、スプレー安定性評価の状況が表示されます (図 17)。

図 17. スプレー安定性の評価の状況を示すメッセージ



スプレー安定性の評価が問題なく完了したら、第 5 章「チューニング、キャリブレーション、またはキャリブレーション確認の実施」に進んでください。

シグナル安定性の格付けが悪かったり、%RSD 値が閾値以上である場合、「イオン源パラメータの最適化」(37 ページ) の手順に従ってください。

重要 サーモフィッシャーサイエンティフィックは、前回のスプレー評価でイオン化スプレーが不安定であると確認された場合にのみイオン源パラメータを最適化することをおすすめします。

これでスプレー安定性の評価は完了です。

チューニング、キャリブレーション、または キャリブレーション確認の実施

この章では、H-ESI モードの TSQ Quantiva および TSQ Endura 質量分析計のチューニング、キャリブレーション、またはキャリブレーション確認を実施する方法をご説明します。チューニング、キャリブレーション、およびキャリブレーション確認の手順では、ポリチロシン 1,3,6 キャリブレーション溶液を一定の流速で装置に注入することが必要となります。

目次

- システムのチューニングおよびキャリブレーションの実施
- スプレー安定性の評価
- システムのチューニングおよび確認
- 質量位置および分解能の確認
- 質量位置および分解能のキャリブレーション
- 検出器ゲインのキャリブレーション

システムのチューニングおよびキャリブレーションの実施

キャリブレーションパラメータは、質量精度および分解能に影響を与える装置パラメータです。H-ESI または APCI モードでデータを取得する前に、H-ESI モードで TSQ Quantiva および TSQ Endura 質量分析計をキャリブレーションします。一般的に、質量分析計の全質量範囲にわたり最適な性能が得られるようにするためには、使用時間 1～3 カ月ごとに質量分析計をキャリブレーションする必要があります。

チューニングパラメータは、イオンシグナルの強度に影響を与える装置パラメータです。質量依存のおよび化合物依存のという 2 種類のチューニングパラメータがあります。

- 質量依存のチューニングパラメータには、rf レンズの rf 電圧、M00 および M0 マルチポールの dc オフセット電圧、および L11、L12、L21、L23、L31、L33、L4 レンズの dc オフセット電圧があります。

5 チューニング、キャリブレーション、またはキャリブレーション確認の実施

システムのチューニングおよびキャリブレーションの実施

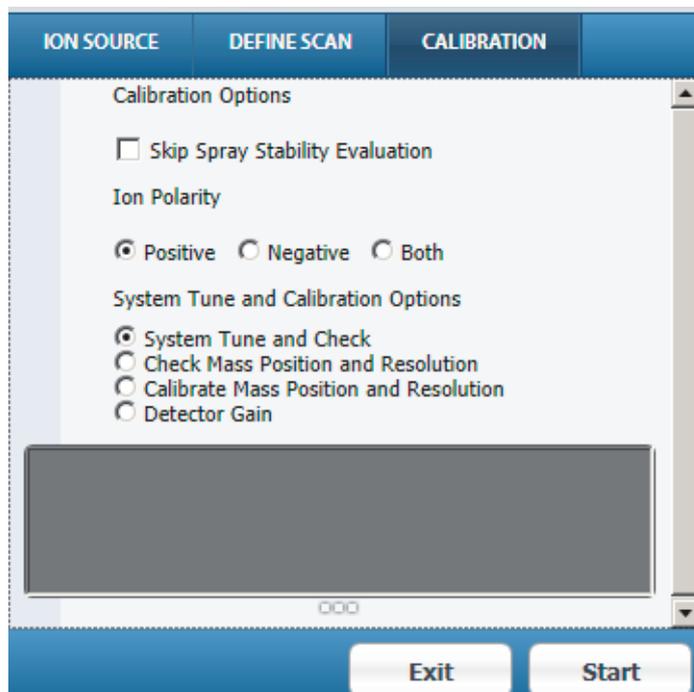
- 化合物依存的なチューニングパラメータには、スプレー電圧 (H-ESI または NSI) またはスプレー電流 (APCI)、シースガス圧、補助ガス圧、スイープガス圧、ペポライザー温度、およびイオントランスファーチューブ温度があります。測定を変更したら、お使いの化合物に適したスプレー電圧またはスプレー電流、シースガス圧、補助ガス圧、およびスイープガス圧を最適化するために [Ion Source] ペインの [Optimization] ページをご利用ください。第 6 章「化合物への最適化」をご覧ください。

注記 Tune アプリケーションは、キャリブレーションパラメータおよび質量依存的なチューニングパラメータをキャリブレーションファイルに書き込みます。化合物依存的なチューニングパラメータは [History] ペインの変更記録に書き込みます。この変更記録は、後に Tune アプリケーションや [Method Editor] で使用するために名前を付けて [Favorites] ペインに保存することができます。「[History] ペインおよび [Favorites] ペインからのシステム設定の保存」(57 ページ) をご覧ください。

❖ システムのチューニングおよびキャリブレーションの実施

- ポリチロシン 1,3,6 キャリブレーション溶液をイオン源に注入するためにセットアップします。第 3 章「チューニング、キャリブレーション、およびキャリブレーション確認のための設定」をご覧ください。
- キャリブレーション溶液を 2 $\mu\text{L}/\text{min}$ で注入します。「[キャリブレーション溶液の注入](#)」(23 ページ) をご覧ください。
- [Calibration] をクリックしてから、[Calibrate] をクリックして [Calibration Options] ペインを表示します (図 18)。

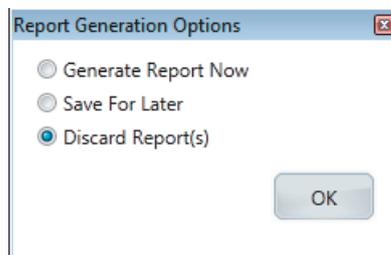
図 18. [Calibration Options] ペイン



- [Skip Spray Stability Evaluation] チェックボックスのチェックを外します。
- [Positive]、[Negative]、[Both] 極性のいずれかを選択します。

6. [System Tune and Calibration Options] のいずれかを選択します。以下のオプションがあります。
 - システムのチューニングおよび確認
 - 質量位置および分解能の確認
 - 質量位置および分解能のキャリブレーション
 - 検出器ゲインのキャリブレーション
7. [Start] をクリックします。
8. 手順が完了したら、[Report Generation Options] (図 19) を選択して [OK] をクリックします。

図 19. [Report Generation Options] ダイアログボックス



注記 キャリブレーションが完了すると、TSQ Quantiva または TSQ Endura システムはキャリブレーションパラメータをキャリブレーションファイルに書き込みます。このキャリブレーションファイルは、前回のキャリブレーションファイルに上書きされます。キャリブレーションを置き換えたり修正したりすることはできません。

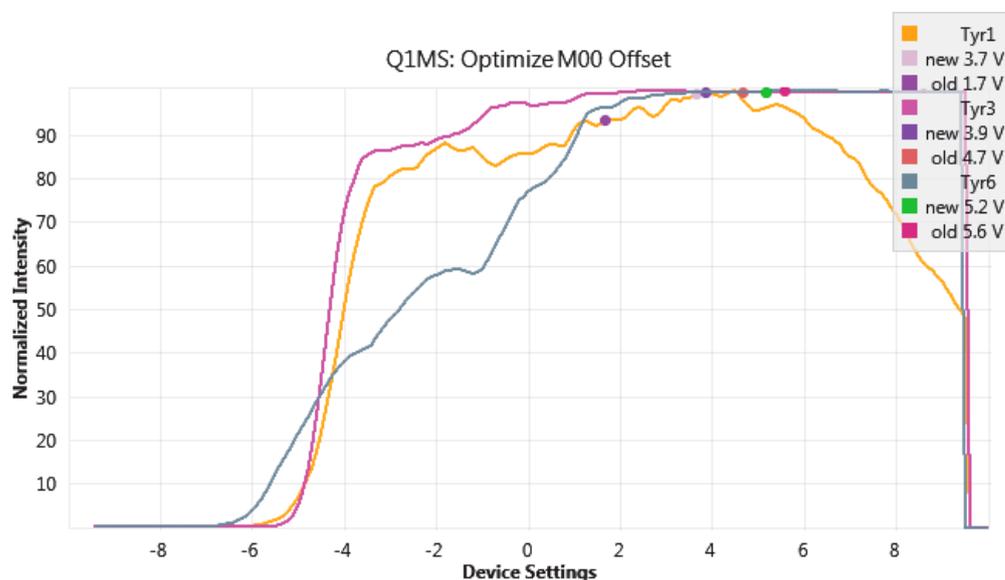
スプレー安定性の評価

スプレー安定性の評価では、TIC のリアルタイムグラフ (26 ページの図 15)、および TIC の相対標準偏差 (RSD) のリアルタイムグラフ (27 ページの図 16) が作成されます。「スプレー安定性の評価」(25 ページ) をご覧ください。スプレー安全性の評価に合格するには、%RSD が 15% 未満でなければなりません。

システムのチューニングおよび確認

[System Tune and Check] のオプション (30 ページの図 18) を選択すると、TSQ Quantiva または TSQ Endura システムは rf レンズの rf 電圧 (EDIF または S- レンズ)、M00 および M0 マルチポール dc オフセット電圧、および L11、L12、L21、L23、L31、L33、L4 レンズの dc オフセット電圧を最適化してイオンシグナルの強度を最大化します。システムは、ポリチロシン 1,3,6、そして Q1 および Q3 四重極に合わせて最適化します。図 20 に、M00 マルチポールオフセット電圧最適化を示します。最適化が完了すると、システムは質量位置および分解能のテストを行います。マルチポールおよびレンズの説明については、『TSQ Quantiva および TSQ Endura ハードウェアマニュアル』を参照してください。

図 20. ポリチロシン 1,3,6 に対する最適値を示す M00 マルチポールオフセット電圧に対する規格化強度



質量位置および分解能の確認

定期的に、[Check Mass Position and Resolution] のチェックボックス (30 ページの図 18) を選択して質量位置および分解能の確認を行ってください。評価で不合格になった場合は、質量位置および分解能キャリブレーションを実行します。

質量位置および分解能の評価では、Tune アプリケーションは測定したポリチロシン 1,3,6 の同位体ピーク (赤の曲線) と理論的な同位体ピーク (青の曲線) を比較します。図 21 をご覧ください。この手順は、ポリチロシン 1,3,6、 m/z 0.4 および 0.7 のピーク幅、そして Q1 および Q3 四重極について繰り返されます。

図 21. ピーク幅 m/z 0.4 のポリチロシン三量体の測定で得られた同位体ピーク (赤の曲線) および理論的な同位体ピーク (青の曲線)

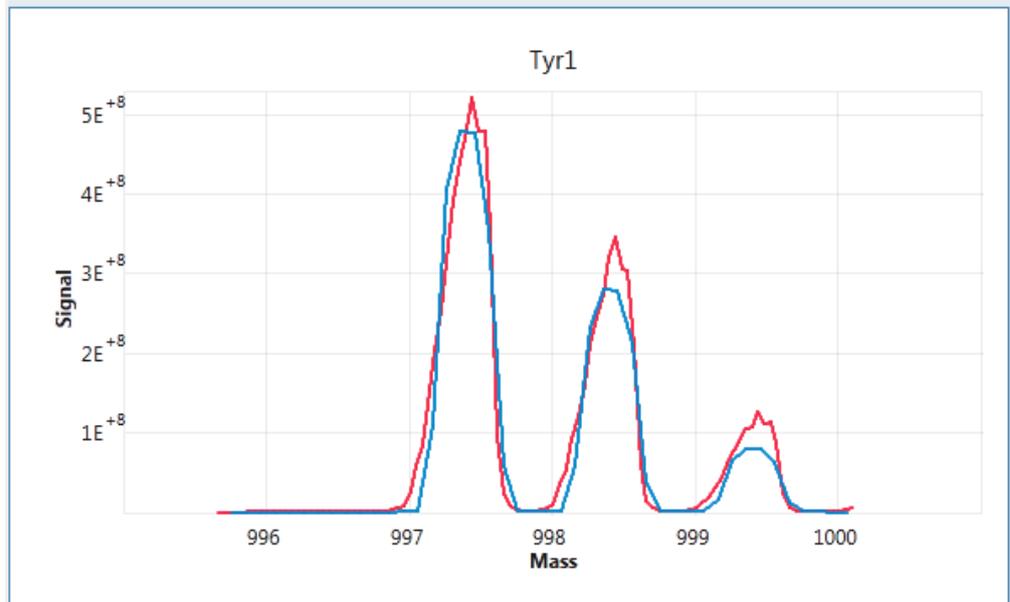
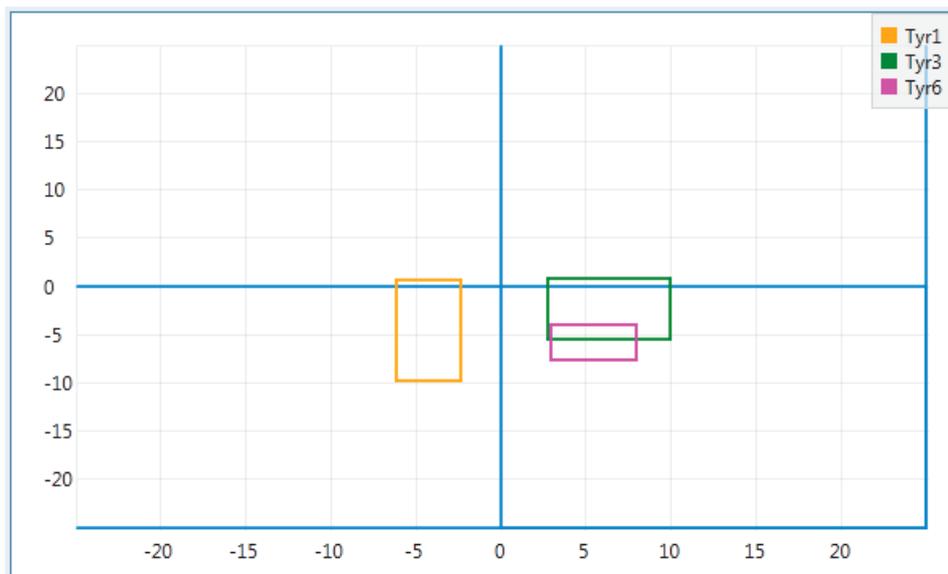


図 22 に、ポリチロシン 1,3,6 の誤差範囲ボックスを示します。Y 軸は予想されるピーク幅を m/z 0.4 としたときのピーク幅の誤差範囲 (mDa)、X 軸は予想される質量位置からの質量位置の誤差範囲 (mDa) です。質量分析計は、多数のスキャンに渡ってピーク幅と質量位置を測定します。評価に合格するには、誤差範囲ボックスは、予想されるピーク幅および質量位置から ± 20 mDa 以内でなければなりません。

図 22. ポリチロシン 1,3,6 のピーク幅の誤差範囲 (Y 軸) および質量位置の誤差範囲 (X 軸)、両軸とも mDa



質量位置および分解能のキャリブレーション

質量位置および分析能の評価に不合格となった場合は、[Calibrate Mass Position and Resolution] オプション (30 ページの図 18) を使います。質量位置および分解能キャリブレーション中、キャリブレーション手順では、測定されたポリチロシン同位体ピーク (図 21 の赤い曲線) のピーク幅および位置がこれらのピークの理論的ピーク (図 21 の青い曲線) のピーク幅および位置にもっともよく一致するように、Q1 および Q3 四重極に印加される rf および dc 電圧を変化させます。この手順は、ポリチロシン 1,3,6、 m/z 0.4 および 0.7 のピーク幅、そして Q1 および Q3 四重極について繰り返されます。

検出器ゲインのキャリブレーション

エレクトロンマルチプライヤーが古くなると、検出器ゲインが低下します。検出器ゲインのキャリブレーションでは、エレクトロンマルチプライヤーの電圧が上昇し、MS モードでは 5×10^5 のゲイン、MS/MS モードでは 2×10^6 のゲインが維持されます。イオンシグナル強度が低下していることに気付いたら、[Detector Gain] オプション (30 ページの図 18) を選択します。

これで、実際の分析物の溶液を用いてデータ取得を開始することができます。

重要 実際の分析物を使い始める前に、「導入部のフラッシュ」 (63 ページ) の手順に従ってください。

化合物への最適化

この章では、スプレー電圧またはスプレー電流、シースガス圧、補助ガス圧、およびスweepガス圧などの化合物に依存したイオン源パラメータを最適化して分析物のイオンモニターシグナルの強度を最大化する方法を説明します。

目次

- [化合物への最適化用セットアップ](#)
- [イオン源パラメータの最適化](#)

化合物への最適化用セットアップ

分析物を質量分析計のイオン源に導入するには高流速注入法を使用してください。高流速注入法では、分析物をシリンジポンプから測定に適した (流速および組成の) LC 流へと導くために T 字ユニオンを利用します。

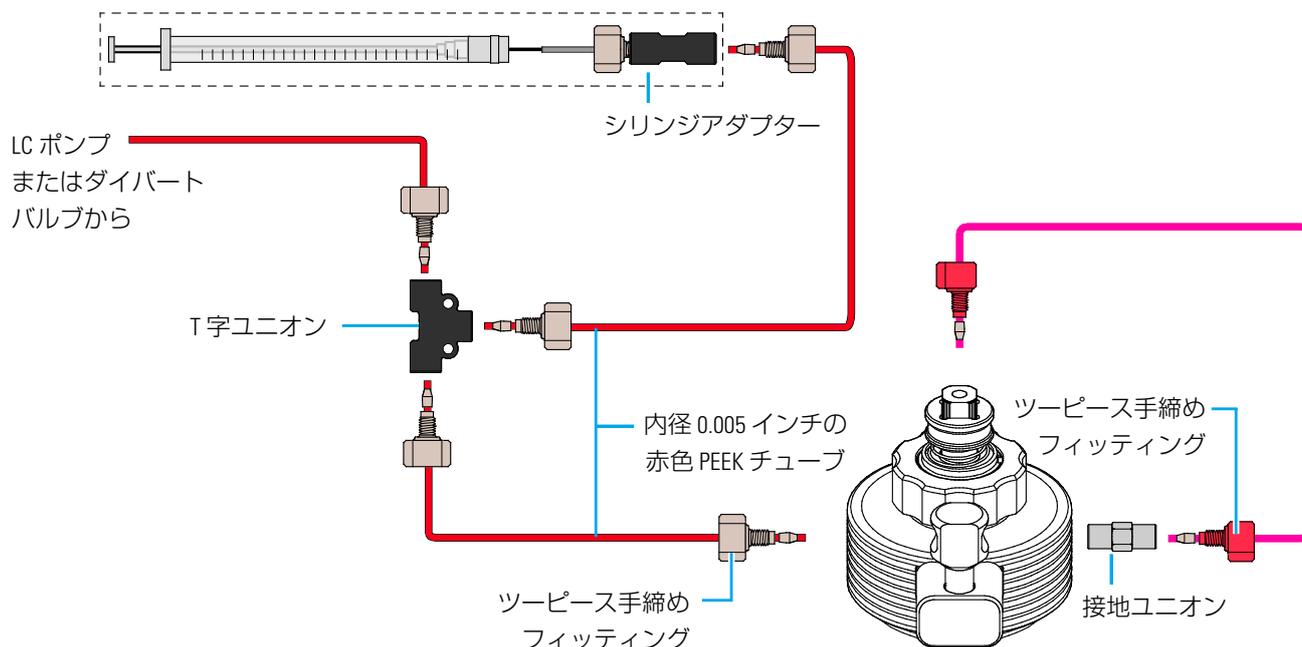
図 23 に、高流速注入配管接続を示します。高流速注入のセットアップについては、『TSQ Quantiva および TSQ Endura 接続ガイド』の第 6 章を参照してください。

次のセクション「[イオン源初期設定値の決定](#)」に進みます。

6 化合物への最適化

イオン源初期設定値の決定

図 23. 高流速注入用配管接続



イオン源初期設定値の決定

測定で使用する LC 流速に適したスプレー電圧、シースガス圧、補助ガス圧、スイープガス圧、イオントランスファーチューブ温度、およびベポライザー温度の初期値を決定するには、[Ion Source] ペインの [Ion Source] ページをご利用ください。これらの API イオン源の初期設定値は、システム性能の最適化の出発点となります。目的とするアプリケーションに最適な設定は、目的の化合物、溶媒マトリックス、そしてクロマトグラフィー条件に依存します。

❖ イオン源初期設定値の決定

1. デスクトップ上で、**Tune** アイコン  をクリックして Tune ウィンドウを開きます。
2. **[Ion Source]** をクリックして [Ion Source] ペインの [Ion Source] ページを表示します。
3. [Current LC Flow (μL/min)] ボックスに流速 (μL/min) を入力して、**[Get Defaults]** をクリックします。

[Ion Source] ページに、お使いの流速に適したイオン源初期設定値が表示されます。図 24 をご覧ください。

図 24. LC 流速 200 $\mu\text{L}/\text{min}$ の初期設定値を表示している [Ion Source] ペインの [Ion Source] ページ

Parameter	Value
Current LC Flow (ul/min)	200
Ion Source Type	HESI
Pos Ion Spray Voltage (V)	3000
Neg Ion Spray Voltage (V)	-2500
Sheath Gas (Arb)	35
Aux Gas (Arb)	10
Sweep Gas (Arb)	0
Ion Transfer Tube Temp (°C)	325
Vaporizer Temp (°C)	275

4. [Apply] をクリックして、設定を適用します。

[Apply] をクリックすると、Tune アプリケーションにより [History] ペインに変更記録が作成されます。次のセクション「[イオン源パラメータの最適化](#)」に進みます。

イオン源パラメータの最適化

イオン化スプレーが不安定な場合、このセクションの手順に従ってイオン源パラメータを最適化します。

❖ イオン源パラメータの最適化

1. 分析物を一定の速度で LC からの送液に注入します。

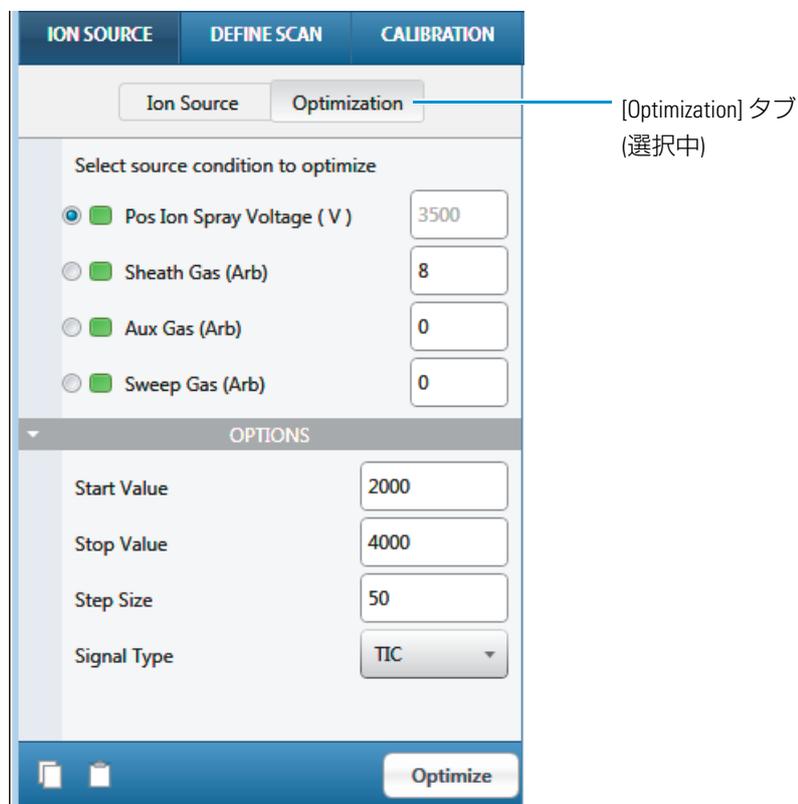
6 化合物への最適化

イオン源パラメータの最適化

2. [Ion Source] ペインの [Optimization] ページを開き、以下の手順に従ってください。

a. [Pos Ion Spray Voltage (V)] オプション (図 25) を選択します。

図 25. [Ion Source] ペインの [Optimization] ページ

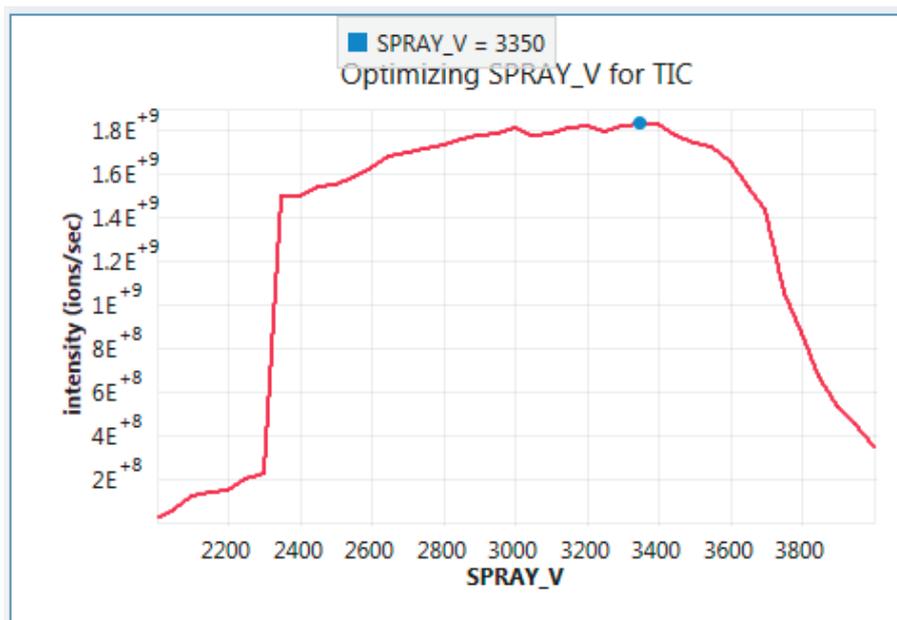


b. [Option] の下にある [Signal Type] のリストで [TIC] を選択します。

c. [Optimize] をクリックします。

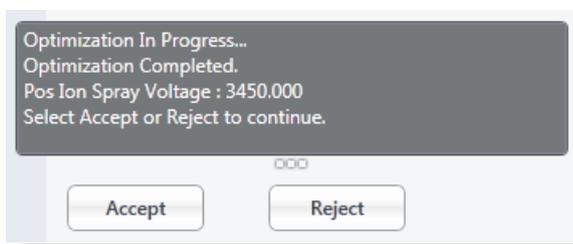
図 26 に、スプレー電圧に対するイオンシグナル強度のプロットを示します。システムは、最適なスプレー電圧を 3350 V であると決定しました。

図 26. スプレー電圧の最適化



ステイタスが表示される部分には「Optimization In Progress (最適化進行中)」というメッセージが表示されます。最適化が完了すると、最適化された値、そして [Accept] および [Reject] ボタンが表示されます (図 27)。

図 27. 最適化完了のメッセージ



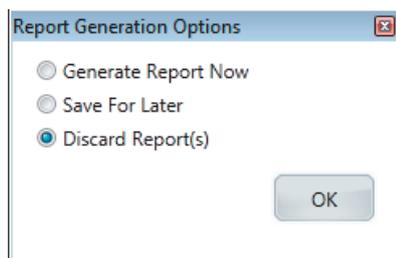
- d. [Accept] をクリックします。
[Report Generation Options] ダイアログボックスが表示されます (図 28)。
- e. オプションを選択して、[OK] をクリックします。

ヒント [Report Generation Options] ダイアログボックスが表示されないようにするには、「[Tune Preferences] の設定」(55 ページ) をご覧ください。

6 化合物への最適化

イオン源パラメータの最適化

図 28. [Report Generation Options] ダイアログボックス



3. その他のイオン源パラメータを最適化します。

RF レンズ電圧および衝突エネルギーの最適化

rf レンズとは TSQ Quantiva 質量分析計の電気力学的イオンファンネル (EDIF) または TSQ Endura 質量分析計の S- レンズのこと、イオン源からイオン光学系にイオンを送ります。衝突エネルギーは、MS/MS 測定においてプリカーサーイオンの衝突誘起解離 (CID) からのプロダクトイオン強度を決定します。

- RF レンズ電圧の最適化
- 衝突エネルギーの最適化

RF レンズ電圧の最適化

rf レンズ電圧の振幅は、以下のようにマスペクトルに影響を与えます。

- rf レンズ電圧が低下すると、rf レンズで壊れやすいイオンのフラグメンテーションの量が低下する。
- rf レンズ電圧が低下すると、 m/z が大きいイオンの rf レンズへの透過が低下し、 m/z が小さいイオンの透過が増加する。
- rf レンズ電圧が上昇すると、rf レンズで壊れやすいイオンのフラグメンテーションの量が増加する。
- rf レンズ電圧が上昇すると、 m/z が大きいイオンの rf レンズへの透過が増加し、 m/z が小さいイオンの透過が低下する。

[Define Scan] ペインの [Optimization] ページを使って、EDIF または S- レンズへのプリカーサーイオンの透過に最適な rf レンズ電圧を見つけます。

注記 rf レンズ電圧の最適化を実行するまでは、rf レンズ電圧は質量依存的なチューニングパラメータです。実行後は化合物依存的なチューニングパラメータとなります。

❖ RF レンズ電圧の最適化

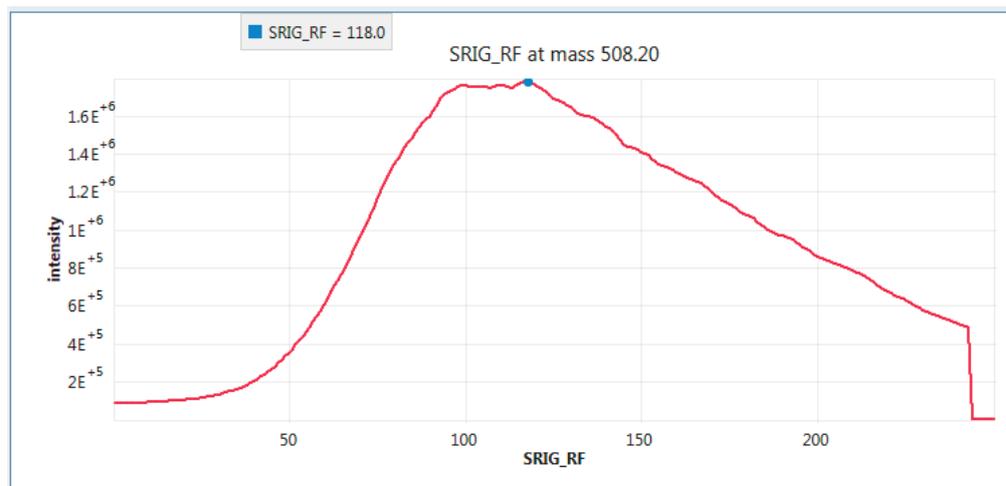
1. お使いの TSQ Quantiva または TSQ Endura システムを直接注入または高流速注入用にセットアップします。「注入用導入配管のセットアップ」(20 ページ) または「化合物への最適化用セットアップ」(35 ページ) をご覧ください。
2. 装置に化合物を一定の流速で注入します。
3. [Define Scan] をクリックしたら [Optimization] タブをクリックして [Optimization] ページを表示します。図 29 をご覧ください。
4. [Mass Input Option] を [formula] または [m/z] に指定します。
5. 化合物の名前を入力します。
6. [Charge State] を指定します。
7. [Precursor - Optimize RF Lens] チェックボックスにチェックを入れます。
8. [Optimize] をクリックします。

図 29. rf レンズ電圧のポリチロシン三量体イオンへの最適化のための [Define Scan] ページの [Optimization] ページの設定

The screenshot shows a software window with three tabs: 'ION SOURCE', 'DEFINE SCAN', and 'CALIBRATION'. The 'DEFINE SCAN' tab is active. Below the tabs, the text 'Sample Injection Mode: Syringe' is displayed. Under the heading 'Mass Input Options', there are two radio buttons: 'Formula' (unselected) and 'm/z' (selected). Below this, there are four input fields: 'Mass value' containing '508.2', 'Compound Name' containing 'polytyrosine trimer', 'Charge State' containing '1', and a checked checkbox labeled 'Precursor - Optimize RF Lens'. At the bottom, there is another checked checkbox labeled 'Adjust Precursor Mass' and a blue 'Optimize' button.

図 30 に、rf レンズ電圧に対するポリチロシン三量体イオンシグナル (m/z 508.2) の強度を示します。最適化アルゴリズムでは、rf レンズ電圧の最適値が 118.0 V と決定されました。

図 30. ポリチロシン三量体イオンへの rf の最適化



最適化が完了すると、最適化された値、そして [Accept] および [Reject] ボタンが表示されます。

9. **[Accept]** をクリックして最適化された値を承認するか、**[Reject]** をクリックして却下してください。

衝突エネルギーの最適化

[Optimization] ページを使って、単一プリカーサーイオンの MS/MS トランジションに最適な衝突エネルギーを見つけます。以下の例では、プリカーサーイオンとしてポリチロシン三量体イオンを用いています。

❖ 衝突エネルギーの最適化

1. お使いの TSQ Quantiva または TSQ Endura システムを直接注入または高流速注入用にセットアップします。
2. 装置に化合物を一定の流速で注入します。
3. **[Define Scan]** をクリックしたら **[Optimization]** タブをクリックして [Optimization] ページを表示します (図 31)。

図 31. ポリチロシン三量体イオンの m/z 508.2 から 299 への MS/MS トランジションの衝突エネルギー最適化のための [Define Scan] ペインの [Optimization] ページの設定

Sample Injection Mode: Syringe

Mass Input Options

Formula
 m/z

Mass value: 508.2

Compound Name: polytyrosine trimer

Charge State: 1

Precursor - Optimize RF Lens

Adjust Precursor Mass

Product

CID Gas (mTorr): 1.5

Product Input Options:

Unknown Product Ions
 Known Product Ions

Adjust Product Mass

Product Mass	
1	299

Optimize

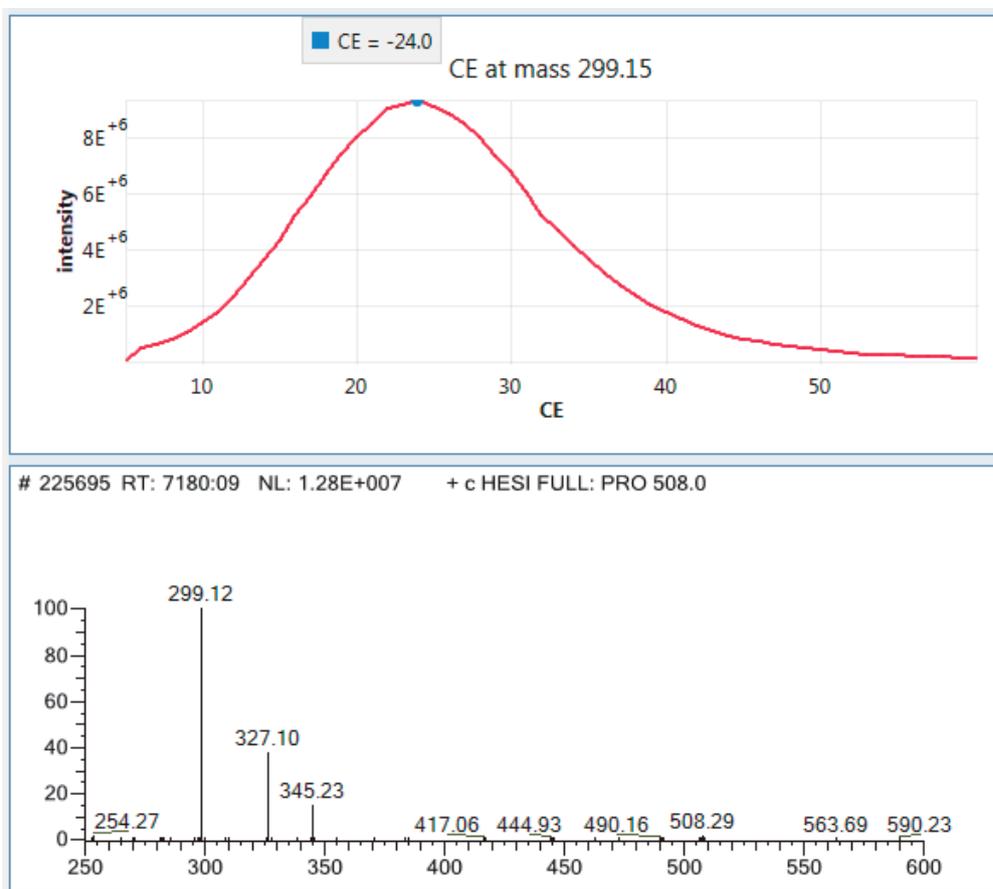
4. プリカーサーイオンの [Mass Input Options] を指定します。
5. 化合物の名前を入力します。
6. プリカーサーイオンの [Charge State] を指定します。
7. [Product] チェックボックスにチェックを入れます。
8. CID ガス圧 (milliTorr) を選択します。
9. [Product Input Options] を以下のように選択します。
 - 強度がもっとも高いプロダクトイオン上位 n 個に関して衝突エネルギーを最適化するには、[Unknown Product Ions] を選択する。

- 質量の [Table] に含めたプロダクトイオンに関して衝突エネルギーを最適化するには、[Known Product Ions] を選択する。

10. [Optimize] をクリックします。

Tune アプリケーションは、衝突エネルギーに対してプロダクトイオン強度をプロットし、最適な衝突エネルギーを決定します。図 32 に、衝突エネルギーに対するポリチロシン三量体イオンの m/z 508.2 から 299.15 への MS/MS トランジションの強度を示します。最適化アルゴリズムでは、rf レンズ電圧の最適値が 24.0 V と決定されました。

図 32. ポリチロシン三量体イオンの m/z 508.2 から 299.15 への MS/MS トランジションの衝突エネルギー最適化(上)およびポリチロシン三量体イオンの MS/MS スペクトル(下)



最適化が完了すると、最適化された値、そして [Accept] および [Reject] ボタンが表示されます。

11. [Accept] をクリックして最適化された値を承認するか、[Reject] をクリックして却下してください。

サンプルデータの取得

この章では、サンプルデータを手動で取得するための Tune アプリケーションの使用法をご説明します。また、サンプルデータ取得のために装置を作動させる前に、Xcalibur データシステムを使ってスタート信号 (トリガー) を出す装置を設定する方法についてもご説明します。

注記

- サンプル溶液の分析を開始する前に、3 カ月以内に質量分析計が H-ESI モードでキャリブレーションされていることを確認してください。
- データシステムコンピューターは、取得したデータを自動的にハードドライブに保存します。

目次

- [Tune アプリケーションによるサンプルデータ取得](#)
- [Xcalibur データシステムによるサンプルデータ取得](#)

Tune アプリケーションによるサンプルデータ取得

❖ サンプルデータファイルの取得

1. [Data Acquisition] ペインを開き (図 33)、以下の手順にしたがってください。
 - a. RAW ファイルの保存フォルダーを変更したい場合は、[Browse] アイコンをクリックする。
フォルダーのデフォルトの場所は、C:\Thermo\Data となっています。
 - b. ファイル名ボックスに [reserpine] (または分析物の名前) と入力する。
RAW ファイル名は、入力したベースとなるファイル名と年 (YY)、月 (MM)、日 (DD)、時刻 (HHMMSS) で構成された自動的に入力されるタイムスタンプの組み合わせとなります。
 - c. [Sample Name] ボックスに分析物の名前 (または適切なラベル) を入力する。

8 サンプルデータの取得

Tune アプリケーションによるサンプルデータ取得

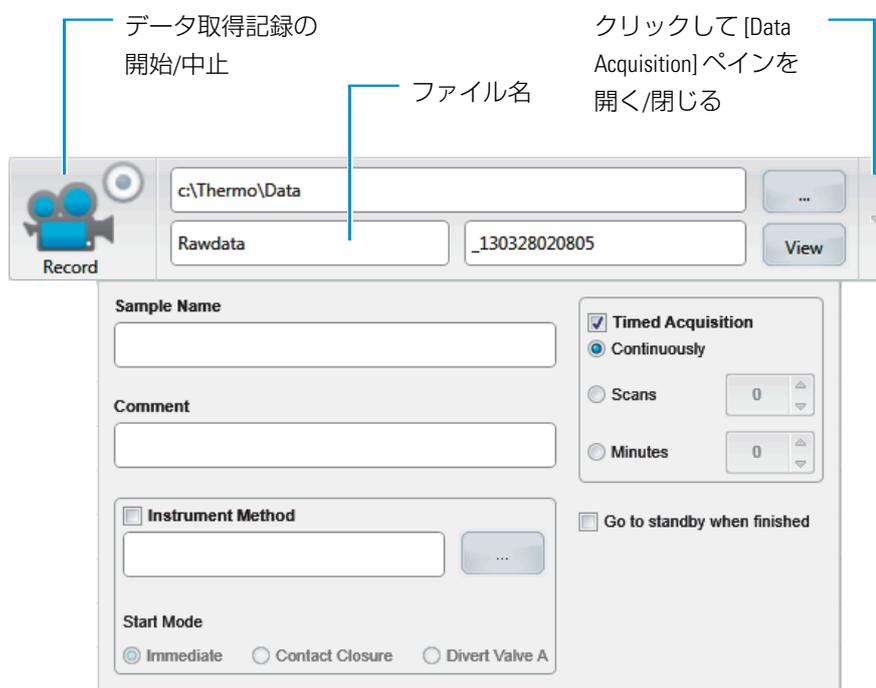
- d. [Comment] ボックスに測定についてのコメントを入力する。

たとえば、イオン化モード、スキャンタイプ、スキャンの速度、サンプル量、サンプル導入法などを記入します。データシステムでは、このコメントはRAW ファイルのヘッダー情報に含まれます。

また、この情報を Xcalibur XReport レポート作成ソフトウェアで作成したレポートに追加することもできます。XReport アプリケーションを開くには、[Start] > [All Programs] > [Thermo Xcalibur] > [XReport] を選択します。

- e. [Time Acquisition] では、[Continuously] オプション (取得を中止するまでデータを取得する) を選択します。

図 33. Tune ウィンドウの [Data Acquisition] ペイン



2. [Record] アイコン (図 33) をクリックしてデータ取得を開始します。
[Record] アイコンの小さな丸が赤くなります (●)。
3. 完了したら、[Record] アイコンを再度クリックして取得を中止します。
[Record] アイコンの小さな丸が灰色になります (記録していません)。

取得データの検討についての詳細は、『Thermo Xcalibur Qual Browser ユーザーガイド』または Qual Browser の [Help] を参照してください。

Xcalibur データシステムによるサンプルデータ取得

Xcalibur データシステムなどの Thermo 質量分析アプリケーションで、接続された外付けの装置を制御することができます。Xcalibur アプリケーションで外付けの装置を制御できる場合、シーケンス実行のデフォルトのスタート信号(トリガー)を出す装置としてオートサンプラーが選択されます。Xcalibur アプリケーションで外部装置を制御できない場合、スタート信号を出す装置として質量分析計が選択されます。この場合、Xcalibur シーケンス実行設定の一環としてスタート信号を出す装置を変更しなければなりません。

以下の手順に従ってください。

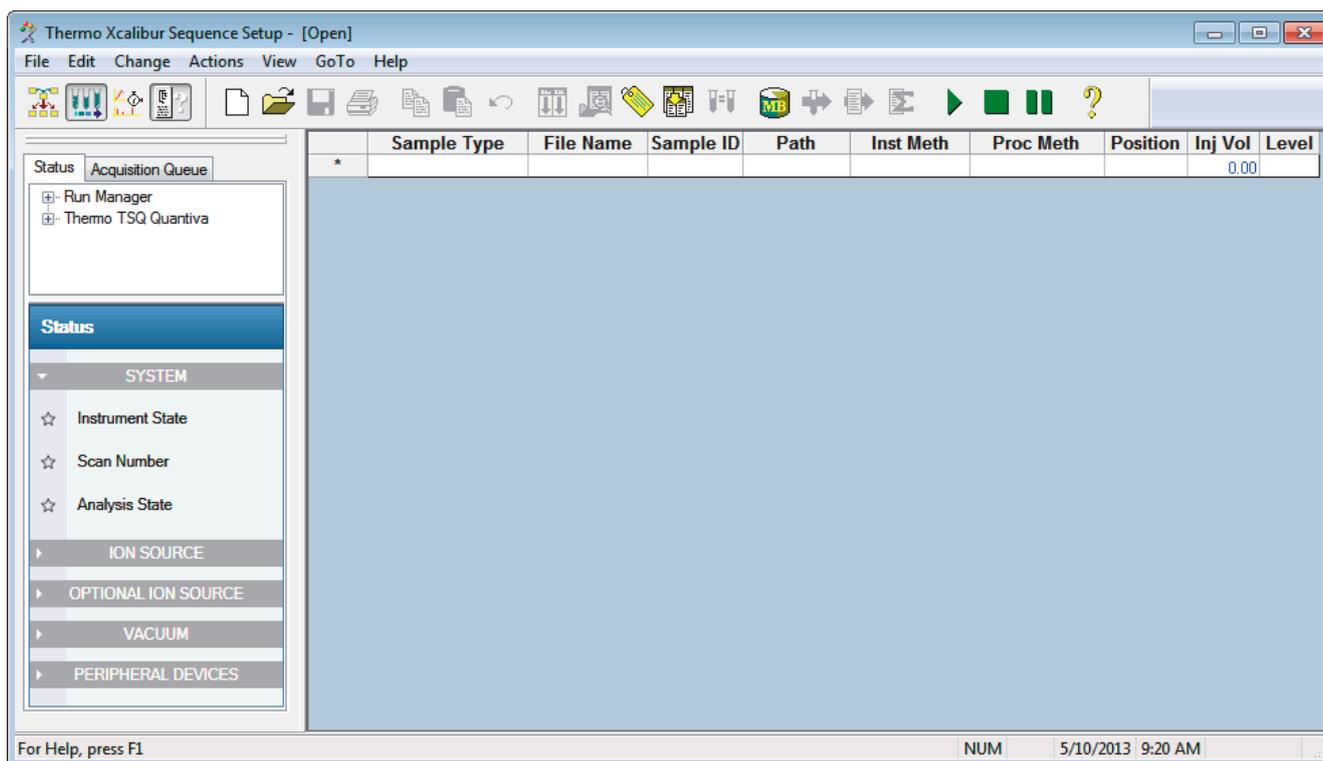
1. [外付けのスタート信号を出す装置の選択](#)
2. [Xcalibur データシステムによるデータファイルの取得 \(50 ページ\)](#)

❖ 外付けのスタート信号を出す装置の選択

1. Xcalibur データシステムを開き、[Sequence Setup] アイコンをクリックして [Sequence Setup] ウィンドウ を開きます (図 34)。



図 34. [Thermo Xcalibur Sequence Setup] ウィンドウ



2. 以下の手順に従って実行するシーケンスを開きます。



- a. [Open] ボタンをクリックして、適切なフォルダをブラウズします。
- b. シーケンスファイル (.sld) を選択して、[Open] をクリックします。

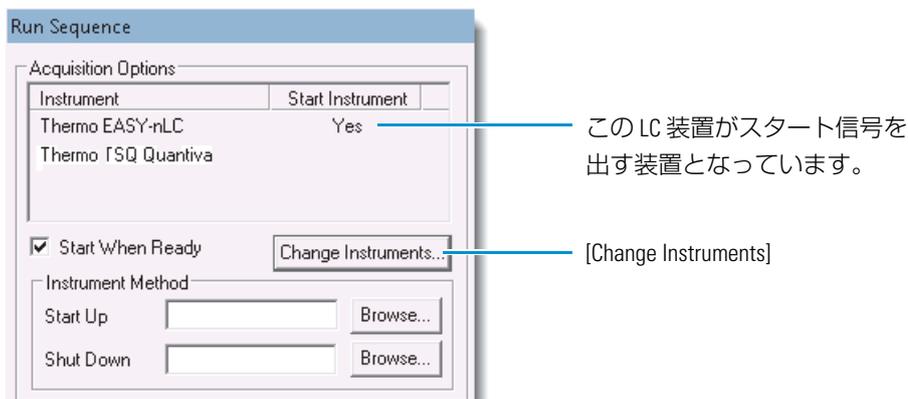
8 サンプルデータの取得

Xcalibur データシステムによるサンプルデータ取得

3. [Actions] > [Run Sequence] または [Actions] > [Run This Sample] を選択して、[Run Sequence] ダイアログボックスを開きます (図 35)。

[Start Instrument] 欄の [Yes] は、シーケンス実行のためのデフォルトのスタート信号を出す装置を示しています。

図 35. 選択されたスタート信号を出す装置を示す [Run Sequence] ダイアログボックス (一部)

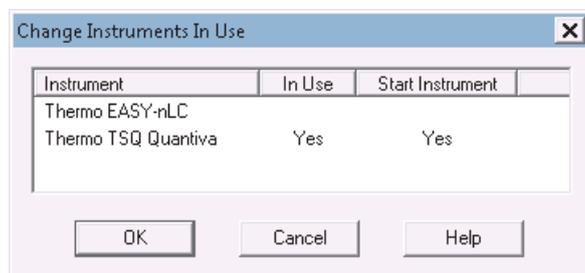


この LC 装置がスタート信号を出す装置となっています。

[Change Instruments]

4. 質量分析計の [Start Instrument] 欄に [Yes] が表示されている場合やスタート信号を出す装置を他の装置に変更する必要がある場合には、[Change Instruments] をクリックして [Change Instruments In Use] ダイアログボックス (図 36) を開きます。

図 36. 質量分析計がスタート信号を出す装置として表示されている [Change Instruments In Use] ダイアログボックス



- a. [Start Instrument] 欄で、適切なトリガー装置 (一般的にはオートサンプラー) の右側の空白の領域をクリックして [Yes] をクリックした位置に移動します。
 - b. [OK] をクリックします。
5. [Run Sequence] ダイアログボックスで、[Start When Ready] チェックボックスを選択します。
TSQ Quantiva または TSQ Endura システムは、スタート信号を出す装置による接点接続を検出したら取得を開始します。
 6. [Run Sequence] ダイアログボックスで、その他の選択を完了します。
 7. [OK] をクリックします。

これでスタート信号を出す装置のセットアップは完了です。

❖ Xcalibur データシステムによるデータファイルの取得

手順については、[Xcalibur Help] の [Instrument Setup] および [Sequence Setup] をご参照ください。

Tune の基本的な機能

この付録では、本ガイド内で使用されている Tune の基本的な機能の一部についてご説明します。詳細については、Tune の [Help] をご参照ください。

目次

- Tune ウィンドウを開く
- 機器の電源モードの設定
- 機器のリードバック状況の確認
- シリンジポンプの制御
- データタイプの設定
- イオン極性モードの設定
- [Tune Preferences] の設定
- [Define Scan] ペインのマスリストの表の使用
- [History] ペインおよび [Favorites] ペインからのシステム設定の保存

Tune ウィンドウを開く

❖ Tune ウィンドウを開く

Windows のタスクバーで、適切なパスを選択します。

- [Start] > [All Programs] > [Thermo Instruments] > [Thermo TSQ Quantiva] > [Thermo TSQ Quantiva Tune]
- [Start] > [All Programs] > [Thermo Instruments] > [Thermo TSQ Endura] > [Thermo TSQ Endura Tune]

– または –

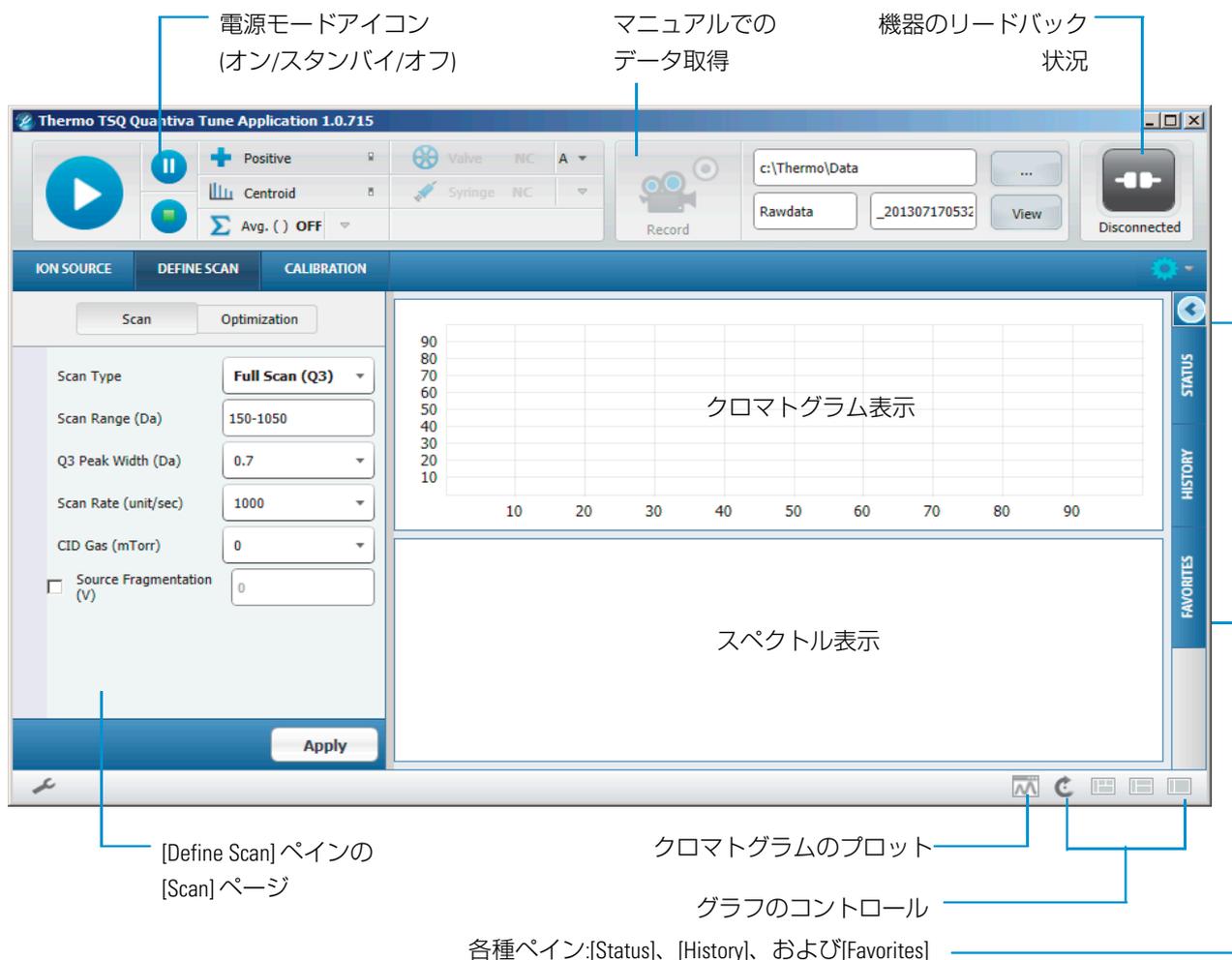
デスクトップ上で、[Tune] アイコンをクリックします 。

A Tune の基本的な機能

機器の電源モードの設定

図 37 に、Tune ウィンドウの [Define Scan] ペインを示します。図示されているボタン、アイコン、およびコントロールについては、Tune の [Help] をご参照ください。

図 37. [Define Scan] ペインが表示されている Tune ウィンドウ



機器の電源モードの設定

Tune ウィンドウの電源モードアイコン (図 37) を使って質量分析計の電源モード (オン、スタンバイ、オフ) を設定します。

イオン源ハウジングまたはスプレーインサートを取り外す前には、かならずシステムをスタンバイモードにしてください。システムをスタンバイモードにすると、質量分析計の前面パネルにあるシステムの LED が黄色く光ります。質量分析計の検出システムの高電圧および API イオン源への 8 kV 電源はオフになります。補助ガス、シースガス、およびスイープガスは 2 に設定されます。rf および dc オフセット電圧はオンのままです。

オフモードは、スタンバイモードに似ていますが、rf 電圧もすべてオフになっている点で異なります。システムをオフモードにすると、質量分析計の前面パネルにあるシステムの LED が消えます。

質量分析計がスタンバイモードにある場合の質量分析計部品のオン/オフ状況については、『TSQ Quantiva およびTSQ Endura ハードウェアマニュアル』の第3章をご参照ください。

❖ 装置の電源モードの設定

設定したい電源モードのアイコンをクリックします (図 38)。

選択したアイコンの中央部分が白色から緑色に変わります。

図 38. 選択モードが表示された電源モードアイコン



機器のリードバック状況の確認

システムリードバックアイコンは、Tune ウィンドウの右上にあります。

表 5. 機器のリードバックアイコンおよびその意味

アイコン	背景色	意味
	緑色	正常
	緑色	ビジー
	琥珀色	設定の変更待ち
	黄色	警告
	赤	エラー
	灰色	パワーオフ
	濃灰色	電源から切断されている

シリンジポンプの制御

必要に応じて、以下の手順に従ってください。

- シリンジポンプをオフまたはオンにする
- シリンジポンプパラメータを設定する

❖ シリンジポンプをオフまたはオンにする



Tune ウィンドウで、[Syringe] をクリックしてオンとオフを切り替えます。

❖ シリンジポンプパラメータの設定

1. [Syringe] ボタンの横のドロップダウン矢印  をクリックして、シリンジパラメータボックスを開きます (図 39)。

図 39. シリンジパラメータボックス

The image shows a control panel for the syringe pump. It has two main sections. The top section is labeled 'Flow Rate (µL/min)' and contains a text input field with the value '2' and a label 'Current Setpoint: 0'. The bottom section is labeled 'Volume (µL)' and contains a dropdown menu with '500' selected.

2. 設定したいパラメータ値を入力します。
Tune アプリケーションは、この値を自動的に保存します。
3. ドロップダウン矢印を再度クリックまたは Tune ウィンドウの他の部分をクリックしてシリンジパラメータボックスを閉じます。

データタイプの設定

❖ データタイプの設定

[Centroid] または [Profile] をクリックして設定したいデータタイプを選択します。

図 40. データタイプのボタン



イオン極性モードの設定

❖ イオン極性モードの設定

[Positive] または [Negative] をクリックして設定したい極性モードを選択します。

図 41. 機器の極性モードのボタン



Tune Preferences の設定

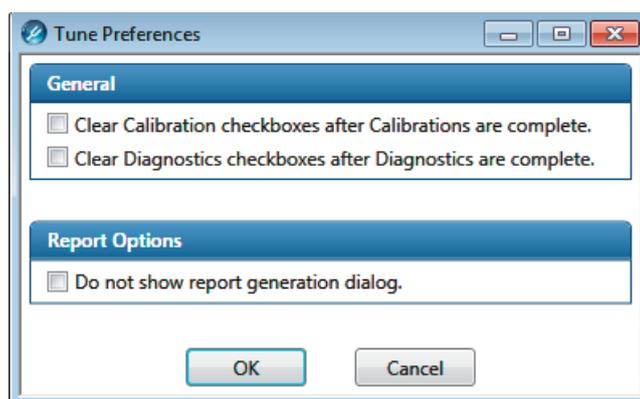
Tune アプリケーションの動作に関していくつかの環境を設定することができます。

❖ [Tune Preferences] の設定



1. [Options] をクリックし、[Tune Preferences] を選択して [Tune Preferences] ダイアログボックスを開きます (図 42)。

図 42. [Tune Preferences] ダイアログボックス



2. 設定したい各環境のチェックボックスを選択して、[OK] をクリックします。

[Define Scan] ペインのマスリストの表の使用

[Define Scan] ペインで [SIM Q1]、[SIM Q3]、または [SRM] を選択すると、それぞれ [SIM Q1 Table]、[SIM Q3 Table]、または [SRM Table] が表示されます。この表を使ってスキャンパラメータを指定します。プリカーサーイオンに異なるスキャンパラメータを設定するには、パラメータを表に追加します。

- 表に行を追加する
- 表から行を削除する
- 表から複数行を削除する
- スキャンパラメータを表に追加または表から削除する

❖ 表に行を追加する

以下のいずれかを行います。

- [Add Row] アイコン  をクリックする。
- 表を右クリックし、ショートカットメニューから [Add Row] を選択する。

❖ 表から行を削除する

1. 行番号を選択して行全体をハイライトします。
2. 以下のいずれかを行います。

- [Delete Selected Rows] アイコン  をクリックする。
- 選択した行を右クリックし、ショートカットメニューから [Delete Selected Rows] を選択する。
- キーボードの DELETE キーを押す。

❖ 表から複数行を削除する

1. 一番上の行番号を選択して行全体をハイライトします。
2. 以下のいずれかを行います。
 - 隣の行または連続した行のグループの場合、SHIFT キーを押しながら他の行番号を選択する。
 - 隣の行または連続していない行のグループの場合、CTRL キーを押しながら他の行番号をそれぞれ選択していく。
3. 以下のいずれかを行います。
 - [Delete Selected Rows] アイコン  をクリックする。
 - 選択した行を右クリックし、ショートカットメニューから [Delete Selected Rows] を選択する。
 - キーボードの DELETE キーを押す。

❖ スキャンパラメータを表に追加または表から削除する



[Table] アイコンを 1 回クリックしてその横のスキャンパラメータを表に追加します (図 43)。

再度クリックしてパラメータを表から削除します。

図 43. [SRM Table] に追加された [Q3 Peak Width]

[Q3 Peak Width] が
選択されています。

SRM Table					
	Compound	Precursor (m/z)	Product (m/z)	Q3 Peak Width (Da)	Collision Energy (V)
1	polytyrosine 3	508	299.2	0.7	0
2	polytyrosine 3	508	327.2	0.7	0
3	polytyrosine 3	508	345.2	0.7	0

[SRM Table] に [Q3 Peak Width] が
表示されています。

[History] ペインおよび [Favorites] ペインからのシステム設定の保存

[Ion Source] ペインまたは [Define Scan] ペインの [Apply] をクリックすると、Tune アプリケーションは変更記録を [History] ペインに追加します。図 44 をご覧ください。この変更記録には、Tune アプリケーションから適用された装置状態への変更のすべてが記録されます。

図 44. [History] ペイン

HISTORY	
Scan Type	SRMScan
Precursor (m/z)	508, 508, 508
Product (m/z)	299.2, 327.2, 345.2
Q1 Peak Width (Da)	0.7
Q3 Peak Width (Da)	0.7, 0.7, 0.7
Dwell Time (ms)	100
Collision Energy (V)	0, 0, 0
RF Lens (V)	0
Ion Source Type	HESI
Pos Ion Spray Voltage (V)	3500.000
Sheath Gas (Arb)	2
Aux Gas (Arb)	2
Sweep Gas (Arb)	2
Ion Transfer Tube Temp (°C)	325
Vaporizer Temp (°C)	0
Polarity	Positive

History Logs	
<input type="checkbox"/>	Today - Friday, July 26, 2013
<input type="checkbox"/>	Saturday, July 20, 2013
<input type="checkbox"/>	Wednesday, July 17, 2013
<input type="checkbox"/>	Tuesday, June 04, 2013
<input type="checkbox"/>	Wednesday, April 24, 2013
<input type="checkbox"/>	Tuesday, April 23, 2013
<input type="checkbox"/>	Friday, April 19, 2013

[History] ペインには以下の機能があります。

- Tune アプリケーションは、[Ion Source] または [Define Scan] ペインのいずれかでパラメータが変更され [Apply] がクリックされると、変更記録を作成する。
- [History] ペインは、変更記録をその作成日の従属項目として表示する。変更記録の最大数は 100。
- 変更記録のパラメータを表示するには、変更記録をクリックするか、右クリックしてショートカットメニューから **[Load]** を選択する。赤色で表示されるパラメータは、初期値から変更されたものです。
- 変更記録のパラメータを質量分析計に送信するには、変更記録をダブルクリックするか、右クリックしてショートカットメニューから **[Apply]** を選択する。
- 変更記録のイオン源タイプが現在のイオン源タイプと異なる場合には、変更記録は使用できない。

❖ 設定をお気に入り状態として保存する

1. Tune ウィンドウで、[Favorites] ペインを開きます (図 45)。

図 45. [Favorites] ペイン



2. [Save Current State] をクリックし、ボックスに固有名を入力します (図 46)。

図 46. 状態の名前を入力するボックス



3. [Save Current State] を再度クリックして状態を保存します。
最新の状態が [User Settings] リストの一番上に表示されます。

❖ お気に入り状態の適用、ロード、削除、または名前の変更

[User Settings] の下で、状態の名前を右クリックし、ショートカットメニューから適宜 [Apply]、[Load]、[Delete]、または [Rename] を選択します。

導入部の洗浄

この付録では、ポジティブイオンモードおよびネガティブイオンモードの両キャリブレーション手順後、また分析物の溶液を変更する前に、導入部 (サンプルトランスファーライン、サンプルチューブ、およびスプレーインサート) をフラッシュする方法をご説明します。

また、サーモフィッシャーサイエンティフィックは、腐食を予防してイオン源の最高の性能を維持するために、スイープガスコーン、スプレーコーン、およびイオントランスファーチューブを定期的に洗浄することをおすすめします。装置を使った日の終わりには、LC システムからメタノール水溶液 (50:50) を導入部に送り込んだ後に、イオンスイープコーンおよびイオントランスファーチューブを洗浄またはフラッシュすることをおすすめします。不揮発性緩衝液を含む移動相を使用した場合や高濃度のサンプルを注入した場合は、これらの部品の洗浄をさらに頻繁に洗浄する必要があるかもしれません。スイープガスコーンおよびイオントランスファーチューブをフラッシュするためにシステムをベントする必要はありません。

イオンスイープコーン、スプレーコーン、およびイオントランスファーチューブの洗浄の方法については、『*TSQ Quantiva および TSQ Endura* ハードウェアマニュアル』第5章のセクション「スイープガスコーン、スプレーシールド、およびイオントランスファーチューブの洗浄」をご参照ください。



注意 イオントランスファーチューブが装着されている状態で洗浄溶液のフラッシュを行わないでください。残留物が質量分析計に流れ込んでしまいます。

目次

- ツールおよび備品
- キャリブレーション後の導入部のフラッシュ

ツールおよび備品

表 6 に、特定の部品のフラッシュおよび洗浄に必要なツールおよび備品を記載します。



注意 有害な可能性のある物質への曝露をお控えください。

法律により、化学物質の製造元およびサプライヤーは、化学物質安全データシート (MSDS) または安全データシート (SDS) により顧客に最新の健康および安全に関する情報を提供する義務があります。MSDS および SDS は、実験室のメンバーがいつでも自由に調べることができるようにしておかなければなりません。これらのデータシートには、化学物質が記載されており、特定の化学物質の危険性および毒性に関する情報がまとめられています。また、化合物の適切な取り扱い、偶発的曝露の際の応急手当、およびこぼれたり漏れたりした時の対応策も記載されています。

使用する各化学物質の MSDS または SDS をお読みください。すべての化学物質の保管および取り扱いにあたっては、標準的安全手順に従ってください。溶媒や腐食剤を使用する際は、かならず保護手袋および保護眼鏡を着用してください。また、MSDS または SDS の指示に従って廃液を保管し、適切に換気し、すべての実験室試薬を廃棄してください。

表 6. ツールおよび備品

説明	部品番号
グローブ、リントフリー、パウダーフリー	Fisher Scientific: <ul style="list-style-type: none"> • 19-120-2947A (S サイズ) • 19-120-2947B (M サイズ) • 19-120-2947C (L サイズ) • 19-120-2947D (XL サイズ) Thermo Scientific: <ul style="list-style-type: none"> • 23827-0008 (M サイズ) • 23827-0009 (L サイズ)
メタノール、LC/MS グレード	Fisher Scientific:A456-1
水、LC/MS グレード	Fisher Scientific:W6-1
アセトン、LC/MS グレード	Fisher Scientific:AX0120-2

キャリブレーション後の導入部の洗浄

このセクションでは、キャリブレーション後に導入部 (サンプルトランスファーライン、サンプルチューブ、およびスプレーインサート) をフラッシュする方法をご説明します。最良の結果を得るために、分析物のデータを取得する前に以下の手順に従ってください。

❖ 導入部のフラッシュ



1. シリンジポンプからの流れを停止します (「シリンジポンプの制御」 (54 ページ) を参照)。
2. 質量分析計を [Standby] モードにします (「機器の電源モードの設定」 (52 ページ) を参照)。
3. 以下の手順にしたがってシリンジポンプからシリンジを取り外します。
 - a. シリンジからシリンジホルダーを持ち上げて外す。
 - b. 押しブロックの解除ノブを押し、ブロックを左に移動させる。
 - c. シリンジをホルダーから取り外す。
 - d. シリンジアダプターアセンブリの Teflon チューブからシリンジニードルを慎重に取り外す。
4. 以下の手順でシリンジを洗浄します。
 - a. シリンジをメタノール水溶液 (50:50) ですすぐ。
 - b. シリンジをアセトンで数回すすぐ。
5. 以下の手順でサンプルトランスファーライン、サンプルチューブ、およびスプレーインサートをフラッシュします。
 - a. きれいなシリンジにメタノール水溶液 (50:50) (または他の適切な溶媒) を充填する。
 - b. シリンジアダプターアセンブリの Teflon チューブにシリンジニードルを慎重に再挿入する。
 - c. シリンジプランジャーをゆっくりと押して、サンプルトランスファーライン、サンプルチューブ、およびスプレーインサートを溶液でフラッシュする。
 - d. シリンジニードルをシリンジアダプターアセンブリから取り外す。

これで導入部のフラッシュ手順は完了です。ネガティブイオンモードキャリブレーションを行った後、この手順を繰り返し行ってください。

索引

A

APCI イオン源、APCI スプレーインサートの取り外し 15
APCI モード、説明 3

C

[Change Instruments In Use] ダイアログボックス 50

D

[Data Acquisition] ペイン 48
DVD、ソフトウェア xiv

E

EMC 準拠 iii

F

[Favorites] ペイン 59
FCC 適合性 iii

H

H-ESI スプレーインサート、装着 (図) 18
H-ESI モード、
説明 2
配管接続、直接注入 20

I

[Ion Source] ペイン、[Ion Source] ページ 52

L

LC/MS 操作ガイドライン
APCI モード 5
H-ESI モード 5
NSI モード 5

M

MSDS 6

N

NSI モード、説明 4

O

[Optimization] ページ、[Ion Source] ペイン 38

R

[Record] ボタン 48
[Report Generation Options] ダイアログボックス 31, 40
[Run Sequence] ダイアログボックス ([Acquisition Options])
50

S

SDS 6

T

Tune アプリケーション
開く 51
[Tune Preferences]、設定 55

W

WEEE への準拠 v

X

Xcalibur ファイルタイプ、シークエンス (.sld) 49
Xcalibur ファイルタイプ、生データ (.raw) 47

あ

安全性基準 iii
イオン極性モード、設定 55
イオンスイープコーン、洗浄 61
イオントランスファーチューブ
洗浄 61
温度、LC 流速に合わせた調整 4
オートサンプラー注入を用いた HPLC
概略図 10
使用 12
オートサンプラー注入を用いた LC、概略図 10
オートループ注入、概略図 10
お気に入り状態
適用、ロード、削除、または名前の変更 59
名前をつけて保存 59

か

ガス流量、LC 流速に合わせた調整 4
緩衝液、説明 6
機器の始動
Xcalibur による設定 49
説明 49
[Run Sequence] ダイアログボックス 50
キャリブレーションパラメータ 29
極性モード
「イオン極性モード、設定」 52
をご覧ください

索引

高流速注入
説明 11
配管接続 (図) 36
概略図 10
コロナ放電ニードル、On および Off 位置 (図) 19

さ

最適化
イオン源パラメータ、一般手順 37
メッセージ 39
注記 27
[Signal Type]、リスト 38
サンプル導入法、概略図 10
シークエンス実行、Xcalibur で機器を始動 49
質量分析計
キャリブレーションパラメータ 29
流速、設定 4
電源モード、設定 52
チューニングパラメータ 29
準拠、適合、適合性
FCC iii
法規制 iii
WEEE v
シリンジ
セットアップ 13
洗浄 63
シリンジポンプ制御 54
セットアップ 13
スプレーコーン、洗浄 61
洗浄
導入部 63
イオンスイープコーン 61
イオントランスファーチューブ 61
スプレーコーン 61
シリンジ 63
ソフトウェア DVD xiv

た

ダイバート/インジェクションバルブ、概略図 10
注意シンボルマーク、説明 xv
注入ライン、接地ユニオンへの接続 20
チューニングおよびキャリブレーションのためのセットアップ 14
チューニングパラメータ
化合物依存的 30
質量依存的 29
調査用リンク xvi
直接注入
配管の接続 20

説明 11
配管接続 (図) 21
概略図 10
データ取得
ボタン 48
Tune アプリケーション 47
Xcalibur 50
データタイプ、設定 54
電磁適合性 iii
問い合わせ先 xvi
導入部のフラッシュ 63

な

ニードルインサート
高流速、取り外し 16
低流速、装着 16

は

フローインジェクション分析、説明 11
文書
入手 xiv
関連 xiii
文書調査 xvi
ペイン
[Data Acquisition] 48
[Favorites] 59
[Ion Source]、[Ion Source] ページ 52
[Ion Source]、[Optimization] ページ 38
ベボライザー温度、LC 流速に合わせた調整 4
法規制への適合 iii
ボタン、オン/スタンバイ/オフ 52

ま

マスリストの表、使用 56
マニュアルループ注入、概略図 10
メタルニードル
装着 16
取り外し 16

や

溶媒、説明 6

ら

リードバック状況、説明 53
流速、設定 4
ループ注入、液体クロマトグラフィー説明 11

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

本社 〒221-0022 神奈川県横浜市神奈川区守屋町 3-9 C棟 2F

大阪支店 〒532-0011 大阪市淀川区西中島 6-3-14 DNX 新大阪ビル 5F

お問い合わせは

Customer Support Center: TEL:0120-753-670 FAX:0120-753-671