

# Turbo V<sup>TM</sup> イオン源

オペレータガイド



---

本書はSCIEX機器をご購入され、実際に使用されるお客様にむけてのものです。本書の著作権は保護されています。本書および本書の一部分を複製することは、SCIEXが書面で合意した場合を除いて固く禁止されています。

本書に記載されているソフトウェアは、使用許諾契約書に基づいて提供されています。使用許諾契約書で特に許可されている場合を除き、いかなる媒体でもソフトウェアを複製、変更、または配布することは法律で禁止されています。さらに、使用許諾契約書では、ソフトウェアを逆アセンブル、リバースエンジニアリング、または逆コンパイルすることをいかなる目的でも禁止することがあります。正当とする根拠は文書中に規定されているとおりです。

本書の一部は、他の製造業者および/またはその製品を参照することがあります。これらには、その名称を商標として登録しているおよび/またはそれぞれの所有者の商標として機能している部分を含む場合があります。そのような使用は、機器への組み込みのためSCIEXにより供給された製造業者の製品を指定することのみを目的としており、その権利および/またはライセンスの使用を含む、または第三者に対しこれらの製造業者名および/または製品名の商標利用を許可するものではありません。

SCIEXの保証は販売またはライセンス供与の時点で提供される明示的保証に限定されており、またSCIEXの唯一かつ独占的な表明、保証および義務とされています。SCIEXは、明示的・黙示的を問わず、制定法若しくは別の法律、または取引の過程または商慣習から生じるかどうかに関わらず、特定の目的のための市場性または適合性の保証を含むがこれらに限定されない、他のいかなる種類の保証も行いません。これらのすべては明示的に放棄されており、購買者による使用またはそれから生じる不測の事態に起因する間接的・派生的損害を含め、一切の責任または偶発債務を負わないものとします。

研究専用。診断手順には使用しないでください。

AB SciexはSCIEXブランドの下で事業を行っています。

ここに示されているすべての商標は、AB Sciex Pte. Ltd. またはそれぞれの権利保有者の財産です。

AB SCIEX™ はライセンスの下で使用されています。

© 2018年 AB Sciex



AB Sciex Pte. Ltd.  
Blk33, #04-06 Marsiling Industrial Estate Road 3  
Woodlands Central Industrial Estate, Singapore 739256

# 内容

---

1 操作上の予防措置および制限事項.....	5
操作上の注意事項および危険.....	5
化学物質に関する注意事項.....	6
システムに対して安全な液体.....	7
検査室条件.....	8
動作条件.....	8
性能仕様.....	8
機器の利用と変更.....	9
2 イオン源の概要.....	10
イオン化モード.....	10
ESIモード.....	10
APCIモード.....	10
イオン源コンポーネント.....	11
プローブ.....	12
TurbolonSpray® プローブ.....	12
APCIプローブ.....	13
ガスおよび電気の接続.....	14
イオン源検出回路.....	14
イオン源排気システム.....	15
3 イオン源の取り付け.....	17
取り付けの準備.....	17
プローブの取り付け.....	18
イオン源チューブの接続.....	19
質量分析装置へのイオン源の取り付け.....	19
サンプルインレット要件.....	21
漏れの点検.....	21
4 イオン源の最適化.....	22
サンプル導入.....	23
メソッド.....	23
流量.....	23
TurbolonSpray® プローブの最適化.....	23
流量およびイオン源温度.....	24
システムの設定.....	24
システムの準備.....	24
開始条件の設定.....	25
TurbolonSpray® プローブポジションの最適化.....	26
イオン源/ガスパラメータおよび電圧の最適化.....	27
ターボヒーター温度の最適化.....	28

APCIプローブの最適化.....	28
システムの設定.....	29
システムの準備.....	29
開始条件の設定.....	29
ガス1およびCurtain Gas™流量.....	30
コロナ放電ニードルのポジションの調整.....	30
APCIプローブポジションの最適化.....	31
ネブライザ電流の最適化.....	33
APCIプローブ温度の最適化.....	33
最適化に関するヒント.....	33
<b>5 イオン源のメンテナンス.....</b>	<b>35</b>
推奨されるメンテナンススケジュール.....	36
イオン源の取り扱い.....	37
イオン源の取り外し.....	38
イオン源の表面のクリーニング.....	39
プローブのクリーニング.....	39
プローブの取り外し.....	40
電極の交換.....	40
コロナ放電ニードルの交換.....	42
サンプルチューブの交換.....	44
保管と取り扱い.....	44
<b>6 イオン源のトラブルシューティング.....</b>	<b>45</b>
<b>A 動作原理 – イオン源.....</b>	<b>48</b>
エレクトロスプレーイオン化モード.....	48
APCIモード.....	49
APCIイオン化領域.....	52
<b>B イオン源パラメータおよび電圧.....</b>	<b>54</b>
TurbolonSpray® プローブパラメータ.....	54
APCIプローブのパラメータ.....	55
パラメータの説明.....	55
プローブポジション.....	57
溶媒組成.....	57
<b>C シンボルについての用語集.....</b>	<b>59</b>
お問い合わせ.....	64
お客様のトレーニング.....	64
オンライン学習センター.....	64
SCIEXのサポート.....	64
サイバーセキュリティ.....	64
ドキュメント.....	64

# 操作上の予防措置および制限事項

# 1

注：システムを操作する前に、本ガイドのすべてのセクションを注意してお読みください。

このセクションには、一般の安全関連の情報が含まれています。また、システムに関する潜在的な危険と関連する警告および危険を最小限にするために採るべき予防措置も説明されています。

研究室環境、システムおよび本文書内で使用されている記号と約束事に関する情報については、このセクションに加えて、[シンボルについての用語集](#)を参照してください。

## 操作上の注意事項および危険

質量分析装置の規制情報および安全性に関する情報については、安全ガイドまたはシステムユーザーガイドを参照してください。



警告！イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。イオン源で使用する有害物質や損傷を及ぼす物質の適正使用、汚染、排気に関する知識や訓練を受けている場合に限り、イオン源を使用します。



警告！尖った部分により怪我をする危険性、イオン化放射の危険性、生物学的危険性、あるいは有害化学物質の危険性。イオン源のウィンドウがひび割れたり破損したりした場合、イオン源の使用を中止して、**SCIEX** フィールドサービスエンジニア（FSE）にお問い合わせください。装置に入り込んだ有害物質や損傷を及ぼす物質は、イオン源排気出力に混入します。機器からの排気は必ず室外に換気してください。認定を受けた検査室安全手順に従い、鋭利物を処分します。



警告！高温面の危険。メンテナンス手順を開始する前に、イオン源を少なくとも**30分**そのままにして熱を下げます。操作中、イオン源の表面が熱くなります。



警告！有害化学物質の危険性。白衣、手袋、保護メガネなどの身体保護具を着用して、皮膚や目を危険物質にさらさないようにします。



警告！ イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、感電の危険性、あるいは有害化学物質の危険性。化学物質の流出が発生した場合、特定の指示に関して製品安全性データシートを確認します。イオン源付近にこぼれたものを掃除する前に、システムが**Standby**モードであることを確認してください。適切な個人用防護具と吸着布を使用して、流出を食い止め、現地規制に従い処分してください。



警告！ 環境の危険性。システムコンポーネントを一般廃棄物として処分しないでください。コンポーネントを処分する際は、現地規制に従います。



警告！ 感電の危険。操作中、イオン源に印加された高電圧に触れないようにします。サンプルチューブやイオン源付近の他の装置を調整する前に、システムを**Standby**モードにします。

## 化学物質に関する注意事項



警告！ イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。クリーニングやメンテナンス前に、汚染除去が必要かどうかを判断します。放射性物質、生物学的病原体、または有害化学物質が質量分析装置に使用された場合、お客様はクリーニングまたはメンテナンス前にシステムに対して汚染除去を行う必要があります。



警告！ 環境の危険性。システムコンポーネントを一般廃棄物として処分しないでください。コンポーネントを処分する際は、現地規制に従います。



警告！ 生物学的危険、有害化学物質の危険性。漏れを防ぐために、ドレインチューブを質量分析装置とイオン源排気ドレインボトルに正しく接続します。

- ・ サービスや定期保守の前に、システムに使用された化学物質を特定してください。化学物質について遵守する必要がある安全衛生対策については、安全性データシートを参照してください。SCIEX安全性データシートは[sciex.com/tech-regulatory](https://sciex.com/tech-regulatory)でご覧いただけます。
- ・ パウダーフリーのネオプレン製またはニトリル製手袋、安全メガネ、白衣など、割り当てられた個人用防護具を常に着用してください。
- ・ 通気性の良いエリアまたは換気フード内で作業を行ってください。

- ・ イソプロパノール、メタノール、その他可燃性溶媒などの可燃性物質を用いて作業を行う際には、発火源を避けてください。
- ・ 化学製品の使用および廃棄については十分注意してください。化学製品の取り扱いおよび廃棄について正しい手順が守られない場合には、個人レベルの傷害の危険性があります。
- ・ クリーニングの間、および使用後の手洗いの際には化学物質が肌に触れないようにしてください。
- ・ すべての排気ホースがしっかりと接続され、すべての接続が設計通りに機能していることを確認します。
- ・ 使用済み液体をすべて回収し、有害廃棄物として処分します。
- ・ 生物学的危険性のある物質、毒性物質、または放射性物質の保管、取り扱い、廃棄については、すべての現地規制を遵守してください。

## システムに対して安全な液体

以下の液体は、本システムで安全に使用できます。

---

注意：システムに損傷を与える恐れ。他の液体は、**SCIEX**によって危険がないことが確認されるまで、使用しないでください。これは完全なリストではありません。

---

- ・ 有機溶剤
  - ・ MSグレード アセトニトリル 最大100%
  - ・ MSグレード メタノール 最大100%
  - ・ イソプロパノール 最大100%
  - ・ HPLC-レベルまたはそれ以上の水 最大100%
  - ・ テトラヒドロフラン 最大100%
  - ・ トルエンおよびその他芳香族溶媒 最大100 %
  - ・ ヘキサン 最大100%
- ・ バッファ
  - ・ 酢酸アンモニウム 1%未満
  - ・ ギ酸アンモニウム 1%未満
  - ・ リン酸塩 1%未満

- ・ 酸と塩基
  - ・ ギ酸 1%未満
  - ・ 酢酸 1%未満
  - ・ トリフルオロ酢酸（TFA） 1%未満
  - ・ ヘプタフルオロ酪酸（HFBA） 1%未満
  - ・ アンモニア／水酸化アンモニウム 1%未満
  - ・ リン酸 1%未満
  - ・ トリメチルアミン 1%未満
  - ・ トリエチルアミン 1%未満

## 検査室条件

### 動作条件

システムは次の条件下で安全に動作するように設計されています。

- ・ 室内
- ・ 高度：海拔2000 m（6560フィート）以下
- ・ 周辺温度：5 °C（41 °F）～ 40 °C（104 °F）
- ・ 相対湿度：80%（最大31°C（88 °F））、50%（40 °C（104 °F））まで直線的に減少
- ・ 装置主電源電圧変動：通常電圧の±10%
- ・ 過渡過電圧：過電圧カテゴリIIレベルまで
- ・ 装置主電源の一時的過電圧
- ・ 汚染度：汚染度合2

### 性能仕様

システムは次の条件下で仕様に適合するように設計されています。

- ・ 設置環境温度15 °C～30 °C（59 °F～86 °F）  
温度の変化は常に、4 °C（7.2 °F）の範囲を維持し、毎時間2 °C（3.6 °F）以上の変化がないようにします。この制限を超えて環境温度が変化すると、スペクトルの質量シフトを引き起こす可能性があります。
- ・ 相対湿度20%～80%、結露なし。

## 機器の利用と変更



警告！感電の危険。カバーを取り外さないでください。カバーを取り外すと、傷害またはシステムの故障が発生する場合があります。定期的なメンテナンス、点検、または調整のためにカバーを取り外す必要はありません。カバーを取り外す必要がある修理については、**SCIEX**フィールドサービスエンジニア（FSE）にお問い合わせください。



警告！人身傷害の危険。**SCIEX**が推奨する部品のみを使用してください。**SCIEX**が推奨しない部品を使用したり、用途以外の目的で部品を使用すると、測定者が危険にさらされたり、システムの性能に悪影響を及ぼしたりする可能性があります。

質量分析装置およびイオン源は、質量分析装置の『設置計画概要書』で推奨されている環境条件下にある実験室内で使用してください。

質量分析装置とイオン源が製造業者の規定に反した環境および方法で使用された場合、機器の安全性は保証されません。

質量分析装置およびイオン源に対して、認定外の変更や動作を行ったために、個人レベルの負傷や機器の破損が発生した場合は、保証が適用されない可能性があります。質量分析装置およびイオン源が推奨環境条件を超えて、または下回って使用された場合、もしくは認定外の変更を行って使用された場合、正常でないデータが生成されることがあります。システムサービスに関する情報は、FSEにお問い合わせください。

Turbo V™イオン源は、エレクトロスプレーイオン化（ESI）または大気圧化学イオン化（APCI）に使用できます。

TurbolonSpray®プローブは、ESIモードで稼働する場合に使用します。APCIプローブは、APCIモードで稼働する場合に使用します。

イオン源の用途には、定性メソッドの開発や定性および定量分析などがあります。

## イオン化モード

### ESIモード

ESIは、ニードル内を流れるサンプル流出物に高電圧を印加することによって、サンプルに含まれる分析試料の気相イオンを生成します。加熱されたガス流により、単一イオンおよび多価イオンを比較的温和な条件下で生成するため、ESIは薬物や殺虫剤などの小分子や、ペプチド、タンパク質、その他の生体高分子などの大型分子を含む幅広い化合物に適しています。感度は、分析試料の化学的性質、ガス流量、温度、電圧、移動相組成によって異なります。

ESI法は、ペプチド、タンパク質、熱的に不安定な医薬品などの不安定化合物に十分使用できる温和な手法です。5 µL/min～3000 µL/minの流量で機能し、100%水性溶媒から100%有機溶媒までを気化させます。

[エレクトロスプレーイオン化モード](#)を参照してください。

### APCIモード

APCIモードは以下に適しています。

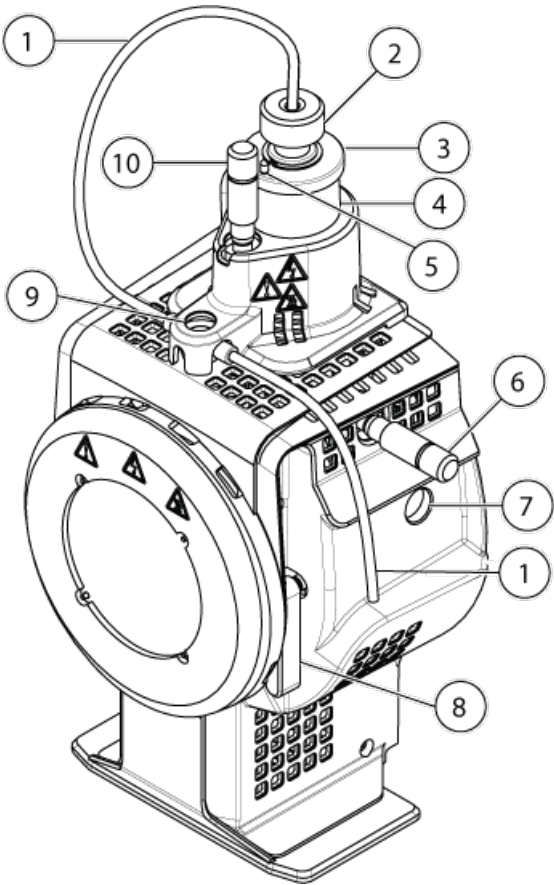
- ・ 溶液にすぐにイオンを形成しない化合物のイオン化。これらは通常非極性化合物です。
- ・ LC-MS/MS実験の単純なAPCIスペクトルの生成。
- ・ 複雑で汚れているサンプルの高スループット分析。イオン抑制効果に対する感度が下がります。
- ・ LCカラムありまたはなしの流量注入による急速なサンプル導入。

APCI法は揮発性化合物や不安定化合物に使用でき、熱分解を最小限に抑えます。液滴および同伴分析試料の急速な脱溶媒と蒸発作用によって熱分解が最小限に抑えられ、コロナ放電ニードルによるイオン化の分子同定が保持されます。バッファは大きな汚染を受けずにイオン源にすぐに許容され、スプレー噴射された流出物が瞬時蒸発することで最大100%の水を使用できます。このプローブは、流出物全体を分岐せずに流量200 µL/min～3000 µL/minで（広口径カラムを経由して）受け入れることができます。

APCIモードを参照してください。

# イオン源コンポーネント

図 2-1 イオン源コンポーネント



項目	説明	主要な材料
1	サンプル供給デバイスからのサンプルチューブ	赤いPEEKチューブ
2	電極調整ナット	ステンレススチール
3	止めリング	ステンレススチール
4	プローブタワー	ステンレススチール
5	コロナ放電ニードル調整ねじ	PEEKチューブ
6	プローブを水平軸の上に配置して、イオン源感度調整を行うために使用するマクロメータ	ガラス

項目	説明	主要な材料
7	ウィンドウポート	ステンレススチール
8	イオン源を質量分析装置に固定している2つのイオン源ラッチのうちの1つ	ステンレススチール
9	接地継手部。イオン源カバーの下にあります。	ステンレススチール
10	プローブを垂直軸の上に配置して、イオン源感度調整を行うために使用するマクロメータ	アルミニウム青銅

## プローブ

TurbolonSpray<sup>®</sup>およびAPCIプローブは、幅広いサンプルテスト機能を備えています。サンプル中の化合物に最も適したプローブとメソッドを選択します。

表 2-1 イオン源仕様

仕様	TurbolonSpray <sup>®</sup> プローブ	APCIプローブ
温度範囲	周辺温度から750 °Cまで（液体流量によって異なる）	50 °Cから750 °Cまで（液体流量によって異なる）
液体流量注入口	40 µL/min～1000 µL/min	200 µL/min～2000 µL/min
ガス1/ガス2	質量分析装置は、『設置計画概要書』を参照してください。	

質量分析装置ソフトウェアはインストールされて取り付けられているプローブを認識し、対応するユーザーコントロールを使用可能にします。イオン源を使用して測定したデータはすべて、そのデータの測定に使用されたプローブの略称によって識別されます（TurbolonSpray<sup>®</sup>プローブの場合はTIS、APCIプローブの場合はHN）。

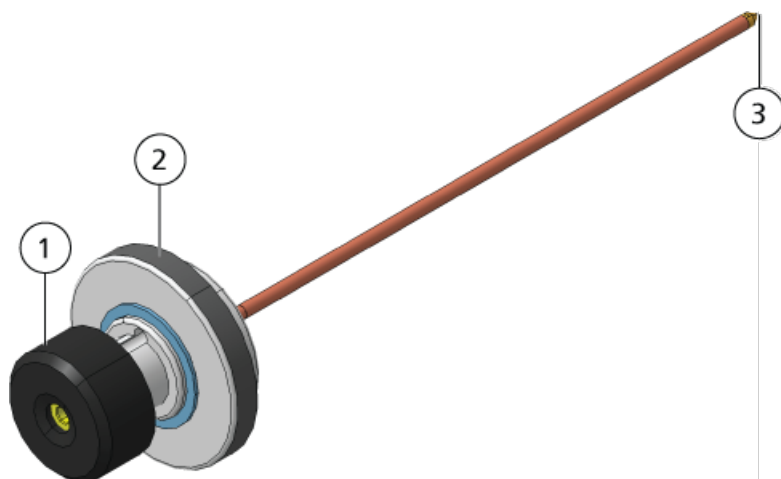
## TurbolonSpray<sup>®</sup> プローブ

TurbolonSpray<sup>®</sup>プローブは、外径0.012インチのステンレススチールチューブで構成されています。このプローブは中央に位置しており、2つのターボヒーターが両側にそれぞれ45度の角度で配置されています。TurbolonSpray<sup>®</sup>プローブから導入されたサンプルは、高電圧（IonSpray<sup>™</sup>電圧）を印加することによってチューブ内でイオン化されます。そして、ターボヒーターからの温かい乾燥した超高純度（UHP）窒素ガスのジェット噴射によってネブライズされ、高い電荷を帯びた小さい液滴のミストになります。IonSpray<sup>™</sup>からの流出物とターボスプレーからの加熱ドライガスの混成物が、イオンパスに対して90度の角度で入射します。[動作原理 – イオン源](#)を参照してください。



警告！ 尖った部分により怪我をする危険性。電極を取り扱うときは注意してください。電極チップは非常に尖っています。

図 2-2 TurbolonSpray<sup>®</sup>プローブの部品



項目	説明
1	エレクトロード先端の拡張量を調整するエレクトロード調整ナット（黒のカラー）
2	プローブをイオン源ハウジングのプローブタワーに固定する止めリング
3	イオン源のサンプルインレット領域にサンプルをスプレー噴射するエレクトロード先端

## APCIプローブ

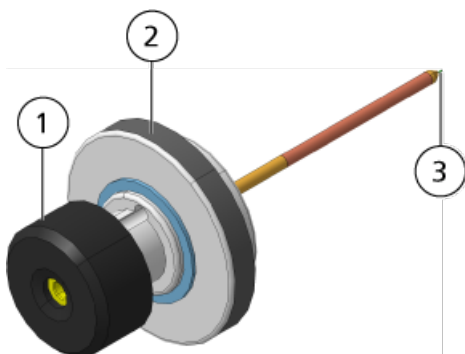
APCIプローブは、内径100 μm（0.004インチ）のステンレススチールチューブであり、チューブの周囲をネブライザガス（ガス1）が流れます。液体サンプルストリームがスプレーを通過して汲み上げられ、ヒーターを内蔵したセラミックチューブ内でネブライズ化されます。セラミックチューブの内壁は、温度範囲100℃～750℃に維持することが可能で、ヒーターに内蔵されたセンサーによってモニターされます。

高速ジェット噴射されたネブライザガスがエレクトロード先端の周囲を流れ、サンプルを微粒子のミストとして拡散します。それは、気化式セラミックヒーターを経由して、イオン源の反応領域へと移動し、イオン源ハウジングを通過する際にサンプル分子がイオン化されるコロナ放電ニードルを通過します。[動作原理－イオン源](#)を参照してください。



警告！ 尖った部分により怪我をする危険性。電極を取り扱うときは注意してください。電極チップは非常に尖っています。

図 2-3 APCIプローブの部品



項目	説明
1	エレクトロード先端の拡張量を調整するエレクトロード調整ナット（黒のカラー）
2	プローブタワー内のプローブを固定する止めリング
3	イオン源のサンプルインレット領域にサンプルをスプレー噴射するエレクトロード先端

## ガスおよび電気の接続

ガス接続と低電圧および高電圧電気接続は、インターフェースの前面プレートを通じて供給され、イオン源ハウジングを経由して内部接続されます。イオン源を質量分析装置にインストールすると、すべての電気およびガスの接続が完了します。

## イオン源検出回路

イオン源センス回路は、次の場合、質量分析装置とイオン源排気システムへの高圧電源供給を無効にします。

- ・ イオン源ハウジングがインストールされていない場合や、適切にインストールされていない場合。
- ・ プローブがインストールされていない場合。
- ・ 質量分析装置がガス不良を検出する場合。
- ・ ターボヒーターが故障した場合。
- ・ イオン源が過熱した場合。

## イオン源排気システム



警告！ イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。サンプル蒸気の排気を検査室環境から安全に除去するために、イオン源排気システムが接続され機能していることを確認してください。装置からの排気物は、一般の建物の排気口に排出され、検査室のワークスペースに排気されないようにする必要があります。イオン源排気システム要件については、『設置計画概要書』を参照してください。



警告！ イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。有害蒸気が検査室環境に侵入するのを防ぐために、イオン源排気システムに専用の実験室用ドラフトチャンバーまたは外部換気システムのいずれかの通気口を設けます。



警告！ イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。LCシステムが質量分析装置と併用される場合、およびイオン源排気システムが機能していない場合は、イオン源排気システムの機能が回復するまでLCシステムをシャットダウンします。



警告！ 火災の危険性。イオン源に可燃性の溶媒を3 mL/min以上向けないでください。最大流量を上回ると、溶媒がイオン源に蓄積する可能性があります。イオン源とプローブが正しく設置されているときにイオン源排気システムが無効で機能していない場合は、イオン源を使用しないでください。

注：装置の排気が室内に入ってくる可能性を低減させるために、すべての排気チューブがしっかりと接続されていることを確認します。

イオン源がサンプルと溶媒蒸気の両方を生成します。これらの蒸気は、検査室環境に潜在的に有害です。イオン源排気システムは、安全に取り外せて、サンプルと溶媒蒸気を適切に取り扱うことができるよう設計されています。イオン源が取り付けられている場合、イオン源排気システムが作動していない限り質量分析装置は作動しません。

イオン源排気検出回路内に取り付けられた真空スイッチが、イオン源内の真空を測定します。プローブがインストールされている間、イオン源の真空がセットポイント以上に上昇する場合、システムは排気故障（準備中）状態となります。

作動中の排気システムが、ドレインポート経由で化学ノイズを起こさずにイオン源排気物（ガス、溶媒、サンプル蒸気）を除去します。ドレインポートはドレインチャンバとイオン源排気ポンプを経由してドレインボトルに接続し、ここから顧客供給の排気換気システムに接続されています。イオン源排気システムの換気要件に関する詳細は、『設置計画概要書』を参照してください。

---

注：排気システムを定期的に点検して、排気ラインが損傷を受けておらず、排気が室内に漏れ込んでいないことを確実にする必要があります。

---

# イオン源の取り付け

# 3



警告！ 感電の危険。この手順の最終ステップとして、イオン源を質量分析装置に取り付けます。イオン源を設置する際、高圧が発生しています。

イオン源が真空インターフェースに接続され、2つのイオン源ラッチで保持されます。イオン源の内部は、イオン源の側面と前面のウィンドウから確認できます。

イオン源が取り付けられている場合、ソフトウェアがイオン源を認識して、イオン源同定を表示します。

注意： システムに損傷を与える恐れがあります。イオン源を片手で持ち上げたり、運んだりしないでください。イオン源は各面にある成形グリップを使用して、持ち上げ、または運ぶように設計されています。

## 必要な物

- ・ イオン源
- ・ TurbolonSpray<sup>®</sup> プローブ
- ・ （オプション）APCIプローブ
- ・ 赤のPEEKチューブ（0.005インチ口径）

## 取り付けの準備



警告！ 尖った部分により怪我をする危険性。電極を取り扱うときは注意してください。電極チップは非常に尖っています。

ヒント！ 空のパッケージを捨てないでください。イオン源を使用していないときの保管用として使用します。

- ・ プローブに付いているエレクトロード調整ナットを調整して、エレクトロード先端をエレクトロードチューブ内に収納します。

最適な安定性と性能を確保するために、エレクトロード先端がプローブ終端よりも0.5 mm ~ 1.0 mm 先に伸びていなくてはなりません。[TurbolonSpray® プローブポジションの最適化](#) または [APCIプローブポジションの最適化](#) を参照してください。

## プローブの取り付け

### 実施前提手順

- ・ [イオン源の取り外し](#)



警告！ 感電の危険。続行する前に、質量分析装置からイオン源が完全に取り外されているかを確認します。



警告！ 尖った部分により怪我をする危険性。電極を取り扱うときは注意してください。電極チップは非常に尖っています。

注意：システムに損傷を与える恐れ。エレクトロード先端突出部またはコロナ放電ニードルがイオン源ハウジングに一切触れないようにして、プローブを損傷から守ります。

注意：システムに損傷を与える恐れ。**TurbolonSpray®** プローブが使用中の場合は、コロナ放電ニードルチップがアパチャの方を向いていない状態であることを確認します。

プローブはイオン源に事前に取り付けられていません。プローブを交換する前に、質量分析装置からイオン源を必ず取り外します。

注：プローブがイオン源に適切に取り付けられていない場合、質量分析装置とイオン源排気システムの高電圧電源はオフになります。

1. コロナ放電ニードルチップがカーテンプレートアパチャから離れていることを確認してください。[コロナ放電ニードルのポジションの調整](#) を参照してください。
2. プローブをタワーに挿入します。プローブの穴をイオン源の最上部にあるコロナ放電ニードル調整ネジに合わせます。[イオン源コンポーネント](#) を参照してください。
3. プローブをゆっくりと押し下げて、接点をタワーの接点と噛み合わせます。
4. プローブの止めリングを回して押し下げ、リングのネジ山とタワーのネジ山を噛み合わせながら、リングを手でしっかりと締めます。
5. APCIプローブについてのみ、コロナ放電ニードルチップがカーテンプレートアパチャの方を指しているかを確認します。[コロナ放電ニードルのポジションの調整](#) を参照してください。

## イオン源チューブの接続



警告！ 感電の危険。接地継手部の接続を省略しないでください。接地継手部は、質量分析装置とサンプル導入デバイスの間を接地します。



警告！ イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。この装置を操作する前に、サンプルチューブナットが適切に締められているかを確認して、漏れを防ぎます。

イオン源コンポーネントを参照してください。

1. 長さ30 cmの赤のPEEKチューブをサンプルチューブナットに挿入します。
2. サンプルチューブナットをプローブ頂部のポートにインストールして、サンプルチューブナットを手できつく締めます。
3. チューブの反対の端部をイオン源の接地継手部に接続します。

## 質量分析装置へのイオン源の取り付け



警告！ 感電の危険。イオン源を質量分析装置に取り付ける前に、プローブをイオン源に取り付けます。



警告！ 指挟みの危険性。イオン源を設置する際は、イオン源と真空インターフェースの間に指を挟まないように注意してください。

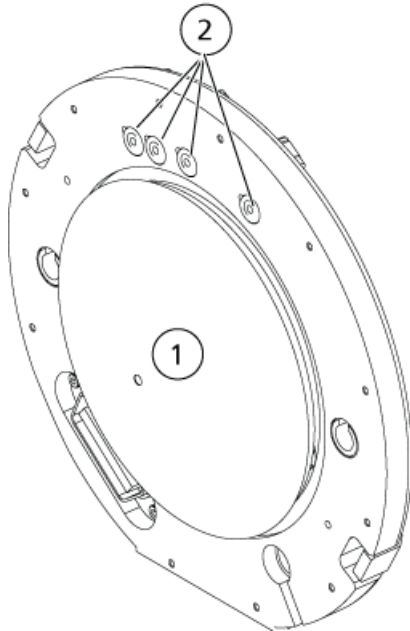
注意： システムに損傷を与える恐れ。エレクトロード先端突出部またはコロナ放電ニードルがイオン源ハウジングに一切触れないようにして、プローブを損傷から守ります。

注： プローブがイオン源に適切に取り付けられていない場合、質量分析装置とイオン源排気システムの高電圧電源はオフになります。

前提条件

- ・ 真空インターフェースにすべてのOリングが取り付けられていることを確認します。

図 3-1 真空インターフェースのOリング



項目	説明
1	カーテンプレート
2	Oリング

1. イオン源の両側面にあるイオン源ラッチが12時の位置にあることを確認します。イオン源コンポーネントを参照してください。
2. イオン源と真空インターフェースを位置合わせして、イオン源のガイドピンが真空インターフェースのソケットの位置に合っていることを確認します。
3. イオン源を真空インターフェースに軽く押し当て、イオン源ラッチを下向きに回してイオン源を所定の位置に固定します。

質量分析装置がイオン源を認識し、Analyst<sup>®</sup>またはAnalyst<sup>®</sup> TFソフトウェアを開始します。

4. サンプル供給デバイスの赤の PEEK チューブをイオン源の接地継手部の反対側に接続します。

## サンプルインレット要件

- ・ 適切な分析手順とメソッドを使用して、外部デッドボリウムを最小限に抑えます。サンプルインレットが、液体サンプルを損失することなく、デッドボリウムを最小限に抑えながら、イオン源注入口まで液体サンプルを移動します。
- ・ サンプルを事前にフィルタして、サンプルインレット内のキャピラリーチューブが粒子、沈殿したサンプルや塩で塞がれないようにします。
- ・ 漏れを防ぐため、すべての接続がしっかりと締められていることを確認します。締め過ぎないでください。

## 漏れの点検



警告！ 有害化学物質の危険性。白衣、手袋、保護メガネなどの身体保護具を着用して、皮膚や目を危険物質にさらさないようにします。

---

- ・ 接続部とチューブに漏れがないか点検します。

# イオン源の最適化

# 4



警告！イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。イオン源で使用する有害物質や損傷を及ぼす物質の適正使用、汚染、排気に関する知識や訓練を受けている場合に限り、イオン源を使用します。



警告！火災の危険性。イオン源に可燃性の溶媒を3 mL/min以上向けないでください。最大流量を上回ると、溶媒がイオン源に蓄積する可能性があります。イオン源とプローブが正しく設置されているときにイオン源排気システムが無効で機能していない場合は、イオン源を使用しないでください。



警告！尖った部分により怪我をする危険性、イオン化放射の危険性、生物学的危険性、あるいは有害化学物質の危険性。イオン源のウィンドウがひび割れたり破損したりした場合、イオン源の使用を中止して、**SCIEX** フィールド サービスエンジニア（FSE）にお問い合わせください。装置に入り込んだ有害物質や損傷を及ぼす物質は、イオン源排気出力に混入します。機器からの排気は必ず室外に換気してください。認定を受けた検査室安全手順に従い、鋭利物を処分します。

分析試料、流量または移動相組成に変化があるごとにイオン源を最適化します。

イオン源に依存するパラメータを最適化する際に、サンプル導入の方法として、フローインジェクション分析（FIA）またはTee注入のいずれかを用いて、サンプル分析時に使用される流量でサンプルを導入します。イオン源に依存するパラメータを最適化する前に、イオン源の位置を最適化します。

複数のパラメータがイオン源の性能に影響を及ぼします。既知の化合物を注入中、および既知のイオンシグナルをモニタリング中に性能を最適化します。マイクロメータパラメータ、ガスパラメータ、電圧パラメータを調節して、シグナル対ノイズ比とシグナルの安定性を最大化します。

[ESIモード](#)または[APCIモード](#)を参照してください。

## サンプル導入

### メソッド

液体サンプルストリームは、LCポンプまたはシリンジポンプによってイオン源に運ばれます。LCポンプで運ばれる場合、サンプルは、フローインジェクション分析（FIA）またはTeeを使用して移動相に直接注入するか、シリンジポンプを介して注入するか、あるいはループインジェクタまたはオートサンプラーを使用して分離カラムを介して注入できます。シリンジポンプによって導入される場合、サンプルはイオン源に直接注入されます。注入の最適化は、イオンパスの最適化とMS/MSフラグメント選定に使用することができます。

液体サンプルストリームは、LCポンプによってイオン源に運ばれます。サンプルは、フローインジェクション分析（FIA）またはTee注入を使用して移動相に直接注入するか、シリンジポンプ（未提供）を介して注入するか、あるいはループインジェクタまたはオートサンプラーを使用して分離カラムを介して注入できます。

### 流量

サンプル流量はLCシステムまたはシリンジポンプによって決定されます。TurbolonSpray<sup>®</sup> プロローブは、5  $\mu\text{L}/\text{min}$ ～3000  $\mu\text{L}/\text{min}$ の流量に対応します。APCIプロローブは、50  $\mu\text{L}/\text{min}$ ～3000  $\mu\text{L}/\text{min}$ の流量に対応します。

## TurbolonSpray<sup>®</sup> プロローブの最適化



警告！ イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。イオン源排気システムが接続され機能していること、および検査室全体が良好に換気されていることを確認してください。ラボでの適切な換気は、溶媒やサンプル排気の制御と、質量分析装置を安全に操作する上で必要です。



警告！ 火災の危険性。イオン源に可燃性の溶媒を3  $\text{mL}/\text{min}$ 以上向けないでください。最大流量を上回ると、溶媒がイオン源に蓄積する可能性があります。イオン源とプロローブが正しく設置されているときにイオン源排気システムが無効で機能していない場合は、イオン源を使用しないでください。



警告！ イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。電極がプロローブチップよりも先まで突出して、有害蒸気がイオン源から排出されないようにします。電極は、プロローブ内部に配置してはなりません。

注意：システムに損傷を与える恐れ。質量分析装置に接続されているHPLCシステムが、ソフトウェアによって制御されていない場合、操作中、質量分析装置から目を離さないでください。質量分析装置が待機モードに入ると、HPLCシステムがイオン源をあふれさせる可能性があります。

---

注：システムを清潔かつ最適な性能に保つために、流量を変更する際にプローブ位置を調整します。

---

ヒント！ シグナルおよびシグナル対ノイズ比を最適化するときは、フローインジェクション分析を使用する方がオンカラム注入法を使用するよりも簡単です。

---

注：IonSpray™電圧が高すぎると、コロナ放電が発生する可能性があります。これはプローブチップで青く光るため、目視確認できます。コロナ放電によって、シグナルの感度と安定性が下がります。

---

## 流量およびイオン源温度

サンプル導入流量およびサンプル溶媒組成は、TurbolonSpray® プローブ温度の最適化に影響を及ぼします。流量が高いほど、または含水量が多いほど、最適温度は高くなります。

TurbolonSpray® プローブは、多くの場合、サンプル流量5 µL/min～1000 µL/minで使用されます。蒸発速度を速めるため、熱が利用されます。これにより、イオン化効率が向上し、感度が高まります。流量が極度に少ない高有機溶媒の場合は通常、温度を上げる必要はありません。[イオン源パラメータおよび電圧](#)を参照してください。

## システムの設定

1. 移動相を必要な流量で提供するよう HPLC ポンプを構成します。[イオン源パラメータおよび電圧](#)を参照してください。
2. 5 µL ループを装備したインジェクタ経由で、イオン源の接地継手部をHPLCポンプに、あるいはオートサンプラに接続します。
3. オートサンプラが使用されている場合、オートサンプラが複数の注入を実行できるよう構成します。

## システムの準備

1. Analyst® または Analyst® TF ソフトウェアを起動します。
2. Navigation バーの **Tune and Calibrate** モードで **Manual Tuning** をダブルクリックします。
3. 前回最適化したメソッドを開くか、化合物に合わせてメソッドを作成します。

4. イオン源の熱を冷ますことが可能な場合、次の操作を行います。

a. **Temperature (TEM)**パラメータを**450**に設定します。

b. イオン源を30分そのままにして温めます。

この30分間の温め行程で、溶媒蒸気が冷たいプローブ内で固体化するのを防ぎます。

5. サンプルフローとサンプル注入を開始します。

## 開始条件の設定

1. Tune Method Editorで、正しい**Scan Type**と適切な化合物パラメータが選択されていることを確認してください。

2. Source/Gasタブで、**Ion Source Gas 1 (GS1)**の開始値を入力します。

LCポンプの場合、40～60の値をGS1に使用します。

3. **Ion Source Gas 2 (GS2)**の開始値を入力します。

LCポンプの場合、30～50の値をガス2に使用します。

注：ガス2は多めの流量で、通常LCシステムと使用され、温度の上昇と連動しています。

4. **IonSpray Voltage (IS)** または **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** フィールドで、質量分析装置に適切な値を入力します。

表 4-1 ISパラメータ値

質量分析装置	開始値
3500、4000、4500、5000、5500、5500+、6500、および6500+システム	4500
TripleTOF <sup>®</sup> システム	5500

5. Curtain Gas (CUR) フィールドで、質量分析装置に適切な値を入力します。

表 4-2 CURパラメータ値

質量分析装置	開始値
3500、4000、および 4500 システム	20
5000、5500、および5500+システム	25
6500および6500+システム	30
TripleTOF <sup>®</sup> システム	20 ～ 25、流量に応じて

6. **Collision Energy** フィールドに、**45**を入力します。

7. 測定を開始します。

## TurbolonSpray<sup>®</sup> プローブポジションの最適化

---



警告！イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。電極がプローブチップよりも先まで突出して、有害蒸気がイオン源から排出されないようにします。電極は、プローブ内部に配置してはなりません。

---



警告！尖った部分により怪我をする危険性。電極を取り扱うときは注意してください。電極チップは非常に尖っています。

---

プローブを最適化した後は微調整だけで済みます。プローブを取り外した場合、または分析試料、流量、溶媒組成が変更された場合は、最適化手順を繰り返します。

イオン源コンポーネントを参照してください。

1. イオン源ハウジングのウィンドウ越しに、プローブポジションを確認します。
2. Analyst<sup>®</sup> または Analyst<sup>®</sup> TF ソフトウェアの分析物のシグナルまたはシグナル対ノイズ比を監視します。
3. 水平マイクロメータを使用してプローブポジションを少しずつ調整して、最適なシグナルまたはシグナル対ノイズ比を達成します。

プローブがアパチャのどちらかの側に若干寄った形で最適化される可能性があります。

---

ヒント！水平マイクロメータ設定を調節して、TurbolonSpray<sup>®</sup> プローブから出る液体スプレーの方向をアパチャからそらして、アパチャの汚染、シグナルの不安定化をもたらす Curtain Gas<sup>TM</sup> 流量の浸透、液体混入による電気ショートを防ぎます。

---

4. 垂直マイクロメータを使用してプローブポジションを少しずつ調整して、最適なシグナルまたはシグナル対ノイズ比を達成します。
- 

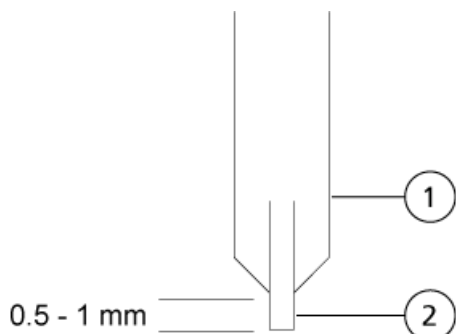
注：プローブの垂直位置は流量に左右されます。流量が低くなると、プローブがアパチャに接近します。流量が高くなると、プローブがアパチャから遠ざかります。

---

5. 黒の Elektrode 調整ナットをプローブ上で調整して、電極内外で Elektrode チューブを移動します。通常、電極はプローブの終端から 0.5 mm～1.0 mm 突出しているのが最適です。

エレクトロード先端の最適な設定値は化合物に左右されます。エレクトロード先端の突出距離がスプレーコーンの形状に影響を及ぼし、スプレーコーンの形状が質量分析装置の感度に影響を及ぼします。

図 4-1 エレクトロード先端拡張部の調整



項目	説明
1	プローブ
2	電極

## イオン源/ガスパラメータおよび電圧の最適化

イオン源ガス1（ネブライザガス）を最適化して、最良のシグナル安定性と感度を得ます。イオン源ガス2（ヒーターガス）は溶媒の蒸発を助け、サンプルのイオン化を向上させます。

温度が高すぎると、TurbolonSpray<sup>®</sup> プローブチップで溶媒が早期に蒸発する可能性があります（これは特に、プローブの突出が大きすぎる場合によく起こります）。その結果シグナルが不安定になり、化学的バックグラウンドノイズが高くなります。同様に、ヒーターガス流量を多くすると、ノイズの多いシグナルまたは不安定なシグナルが生じる可能性があります。

IonSpray<sup>™</sup>電圧を、シグナルが失われない範囲で可能な限り低い値に設定します。シグナルだけではなく、シグナル対ノイズ比にも着目します。IonSpray<sup>™</sup>電圧が高すぎると、コロナ放電が発生する可能性があります。この放電は、TurbolonSpray<sup>®</sup>プローブのチップで青い光として見えます。これによって、イオンシグナルの感度と安定性が下がります。

1. **GS1**および**GS2**の値を5単位で調整して、最良のシグナルまたはシグナル対ノイズ比を達成します。
2. シグナルが低下し始めるまで、**CUR**フィールドの値を増やします。

注：汚染を防ぐために、感度を損なわずに可能な限り CUR最高値を使用します。CURを20以下に設定しないでください。これによって、ノイズの多いシグナルを生成する可能性のあるCurtain Gas™流量の浸透を防ぎ、アパチャを汚染から守り、全体のシグナル対ノイズ比を向上させます。

---

3. ISまたはISVFの値を500 V単位で調整して、シグナル対ノイズ比を最大化します。

## ターボヒーター温度の最適化

最適なヒーター温度は、化合物、流量、移動相組成によって異なります。流量が多くなると、水分組成が高くなり、最適温度も高くなります。

イオン源温度を最適化する際、イオン源が新規温度設定に平衡化するかを確認します。

- ・ TEMの値を50 °C～100 °C単位で調整して、最良のシグナルまたはシグナル対ノイズ比を達成します。

## APCIプローブの最適化



警告！ イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。イオン源排気システムが接続され機能していること、および検査室全体が良好に換気されていることを確認してください。ラボでの適切な換気は、溶媒やサンプル排気の制御と、質量分析装置を安全に操作する上で必要です。

---



警告！ 火災の危険性。イオン源に可燃性の溶媒を3 mL/min以上向けないでください。最大流量を上回ると、溶媒がイオン源に蓄積する可能性があります。イオン源とプローブが正しく設置されているときにイオン源排気システムが無効で機能していない場合は、イオン源を使用しないでください。

---



警告！ イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。電極がプローブチップよりも先まで突出して、有害蒸気がイオン源から排出されないようにします。電極は、プローブ内部に配置してはなりません。

---

注意：システムに損傷を与える恐れ。質量分析装置に接続されているHPLCシステムが、ソフトウェアによって制御されていない場合、操作中、質量分析装置から目を離さないでください。質量分析装置が待機モードに入ると、HPLCシステムがイオン源をあふれさせる可能性があります。

---

---

注： APCIプローブにサポートされる最小流量は、200  $\mu\text{L}/\text{min}$ です。APCIプローブパラメータの完全なリストについては、[APCIプローブのパラメータ](#)を参照してください。

---

ヒント！ シグナルおよびシグナル対ノイズ比を最適化するときは、フローインジェクション分析を使用する方がオンカラム注入法を使用するよりも簡単です。

---

注： APCIプローブを使用する際、コロナ放電ニードルがアパチャの方を指しているかを確認します。

---

## システムの設定

1. 移動相を必要な流量で提供するように HPLC ポンプを構成します。[イオン源パラメータおよび電圧](#)を参照してください。
2. 5  $\mu\text{L}$  ループを装備したインジェクタ経由で、イオン源の接地継手部をHPLCポンプに、あるいはオートサンプラに接続します。
3. オートサンプラが使用されている場合、オートサンプラが複数の注入を実行できるよう構成します。

## システムの準備

1. Analyst<sup>®</sup>またはAnalyst<sup>®</sup> TFソフトウェアを起動します。
2. Navigation バーの**Tune and Calibrate** モードで **Manual Tuning** をダブルクリックします。
3. 前回最適化したメソッドを開くか、化合物に合わせてメソッドを作成します。
4. イオン源の熱を冷ますことが可能な場合、次の操作を行います。
  - a. **Temperature (TEM)**パラメータを**450**に設定します。
  - b. イオン源を30分そのままにして温めます。  
この30分間の温め行程で、溶媒蒸気が冷たいプローブ内で固体化するのを防ぎます。
5. サンプルフローとサンプル注入を開始します。

## 開始条件の設定

1. Tune Method Editorで、正しい**Scan Type**と適切な化合物パラメータが選択されていることを確認してください。
2. Ion Source Gas 1 (GS1)フィールドに、**30**を入力します。
3. Curtain Gas (CUR)フィールドで、質量分析装置に適切な値を入力します。

表 4-3 CURパラメータ値

質量分析装置	開始値
3500、4000、および 4500 システム	20
5000、5500、および5500+システム	25
6500および6500+システム	30
TripleTOF <sup>®</sup> システム	20 ~ 25、流量に応じて

4. Nebulizer Current (NC) フィールドで、**1**を入力します。
5. Compoundタブの**Declustering Potential (DP)**フィールドで、**100**を入力します。
6. Collision Energyフィールドに、**45**を入力します。
7. 測定を開始します。

## ガス1およびCurtain Gas<sup>TM</sup>流量

1. **GS1**の値を5単位で調整して、最良のシグナルまたはシグナル対ノイズ比を達成します。
2. シグナルが低下し始めるまで、**CUR**パラメータを増やします。

注：汚染を防ぐために、感度を損なわずに可能な限り CUR最高値を使用します。CURを20以下に設定しないでください。これによって、ノイズの多いシグナルを生成する可能性のあるCurtain Gas<sup>TM</sup>流量の浸透を防ぎ、アパチャを汚染から守り、全体のシグナル対ノイズ比を向上させます。

## コロナ放電ニードルのポジションの調整

必要な物
・ 絶縁マイナスドライバー



**警告！感電の危険。**この手順に従い、コロナ放電ニードル、カーテンプレート、およびターボヒーターに印加された高電圧に触れないようにします。

APCIプローブを使用する際、コロナ放電ニードルがアパチャの方を指しているかを確認します。TurbolonSpray<sup>®</sup> プローブを使用する際、コロナ放電ニードルがアパチャから離れた方を指しているかを確認します。

1. 絶縁マイナスドライバーを使用して、ニードル頂部のコロナ放電ニードルの調節ねじを回します。

2. ガラスウィンドウ越しに、ニードルチップがアパチャの方を向いた形で配置されているかを確認します。

## APCIプローブポジションの最適化



警告！イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、および有害化学物質の危険性。電極がプローブチップよりも先まで突出して、有害蒸気がイオン源から排出されないようにします。電極は、プローブ内部に配置してはなりません。

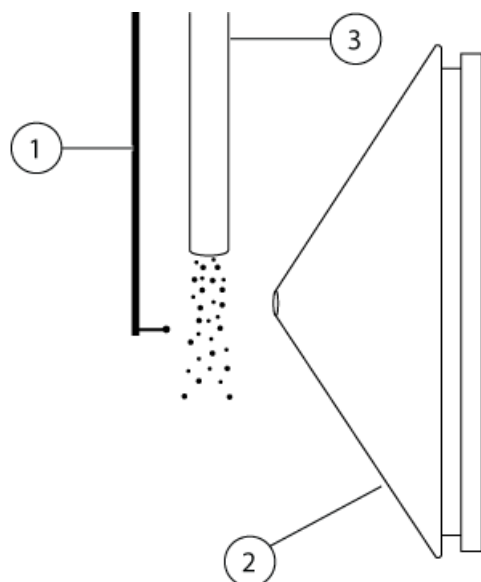


警告！尖った部分により怪我をする危険性。電極を取り扱うときは注意してください。電極チップは非常に尖っています。

カーテンプレートアパチャに、溶媒や溶媒液滴が常時ない状態であることを確認します。

スプレーノズルのポジションが感度とシグナル安定性に影響を及ぼします。プローブポジションは必ず少しずつ調整してください。流量が低い場合、プローブをアパチャに接近させます。流量が高い場合、プローブをアパチャから遠ざけます。プローブを最適化した後は微調整だけで済みます。プローブを取り外した場合、または分析試料、流量、溶媒組成が変更された場合は、最適化手順を繰り返します。

図 4-2 スプレーノズルポジション



項目	説明
1	コロナ放電ニードル
2	カーテンプレート
3	APCIプローブ

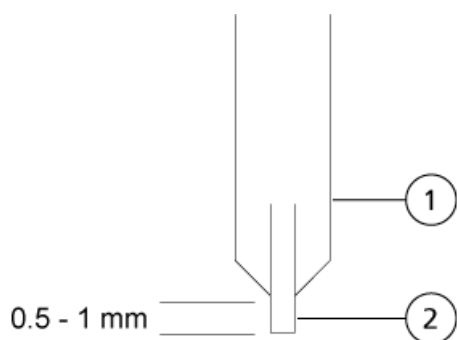
1. 前回の水平および垂直マイクロメータ設定を使用するか、これらの設定を5にして開始ポジションとして設定します。

注：質量分析装置の性能低減を回避するために、アパチャ内に直接スプレーを噴射しないでください。

2. 分析試料のシグナルまたはシグナル対ノイズ比をAnalyst<sup>®</sup>またはAnalyst<sup>®</sup> TFソフトウェアでモニターします。
3. 水平マイクロメータを使用してプローブを少しずつ調整して、最適なシグナルまたはシグナル対ノイズ比を達成します。
4. 垂直マイクロメータを使用してプローブポジションを少しずつ調整して、最適なシグナルまたはシグナル対ノイズ比を達成します。
5. 黒の電極調整ナットをプローブ上で調整して、電極内外で電極チップを移動します。エレクトロード先端がプローブ終端よりも0.5 mm～1.0 mm先に伸びていなくてはなりません。

エレクトロード先端の最適な設定値は化合物に左右されます。エレクトロード先端の突出距離がスプレーコーンの形状に影響を及ぼし、スプレーコーンの形状が質量分析装置の感度に影響を及ぼします。

図 4-3 エレクトロード先端拡張部の調整



項目	説明
1	プローブ
2	電極

## ネブライザ電流の最適化

イオン源は電圧ではなく電流で制御されています。イオン源の選択ポジションに関係なく、測定メソッドに適切な電流を選択します。

- ・ まず、**NC**の値を3に設定し、最良のシグナルまたはシグナル対ノイズ比が達成されるまで値を増減します。

コロナ放電ニードルに加えられるネブライザ電流は通常、ポジティブモードで1  $\mu$ A～5  $\mu$ Aの間で最適化されます。電流を上げてシグナルに変化が見られない場合、電流を最適なシグナルまたはシグナル対ノイズ比を実現する最小値にしておきます。

## APCIプローブ温度の最適化

溶媒の容量と種類が、最適なAPCIプローブ温度に影響を及ぼします。流量が多くなると、最適温度が高くなります。

- ・ **TEM**の値を50 °C～100 °C単位で調整して、最良のシグナルまたはシグナル対ノイズ比を達成します。

## 最適化に関するヒント

イオン源を最適化すると、イオン源および真空インターフェースコンポーネントのクリーニングの必要性が最小限に抑えられます。

- ・ 化合物を最適化する際、可能な限り最も高い温度を使用します。多くの化合物にとって一般的な温度は700 °Cです。高温で、イオン源を清潔に保ち、バックグラウンドノイズを減らします。
  - ・ Curtain Gas<sup>TM</sup>流量（CUR）を、シグナルが低下しない範囲で可能な限り高い値に設定します。これにより、次の内容が可能になります。
    - ・ Curtain Gas<sup>TM</sup>流の貫通を防ぐ。これはノイズの多いシグナルを生成する可能性があります。
    - ・ アパチャを汚染から守る。
    - ・ 全体のシグナル対ノイズ比を向上させる。
  - ・ 次の目的で、水平マイクロメータを調整して、プローブからの液体スプレーをアパチャから離れる方向に向けます。
    - ・ アパチャを汚染から守る。
    - ・ Curtain Gas<sup>TM</sup>流の貫通を防ぐ。これは不安定なシグナルを生成する可能性があります。
    - ・ 液体混入による電気ショートを回避する。
- そのためには、垂直マイクロメータを用いて、プローブを上に向けます。

- ・ IonSpray<sup>TM</sup>電圧を、シグナルが失われない範囲で可能な限り低い値に設定します。シグナルだけではなく、シグナル対ノイズ比にも着目します。

# イオン源のメンテナンス

# 5

このセクションに示すすべてのメンテナンス手順には、次の警告が適用されます。



警告！高温面の危険。メンテナンス手順を開始する前に、イオン源を少なくとも30分そのままにして熱を下げます。操作中、イオン源の表面が熱くなります。



警告！火災および有害化学物質の危険性。引火性液体を炎や火花に近づけないでください。また、通気口付化学ガス換気フードまたは安全キャビネットの中のみで使用してください。



警告！有害化学物質の危険性。白衣、手袋、保護メガネなどの身体保護具を着用して、皮膚や目を危険物質にさらさないようにします。



警告！イオン化放射線障害の危険性、生物学的危険、感電の危険性、あるいは有害化学物質の危険性。化学物質の流出が発生した場合、特定の指示に関して製品安全性データシートを確認します。イオン源付近にこぼれたものを掃除する前に、システムが**Standby**モードであることを確認してください。適切な個人用防護具と吸着布を使用して、流出を食い止め、現地規制に従い処分してください。



警告！感電の危険。操作中、イオン源に印加された高電圧に触れないようにします。サンプルチューブやイオン源付近の他の装置を調整する前に、システムを**Standby**モードにします。



警告！尖った部分により怪我をする危険性、イオン化放射の危険性、生物学的危険性、あるいは有害化学物質の危険性。イオン源のウィンドウがひび割れたり破損したりした場合、イオン源の使用を中止して、**SCIEX** フィールド サービスエンジニア（FSE）にお問い合わせください。装置に入り込んだ有害物質や損傷を及ぼす物質は、イオン源排気出力に混入します。機器からの排気は必ず室外に換気してください。認定を受けた検査室安全手順に従い、鋭利物を処分します。

注意：システムに損傷を与える恐れがあります。イオン源を片手で持ち上げたり、運んだりしないでください。イオン源は各面にある成形グリップを使用して、持ち上げ、または運ぶように設計されています。

このセクションには、一般的なイオン源のメンテナンス手順が記載されています。イオン源のクリーニング頻度または予防メンテナンスの実施頻度を決定するには、以下を考慮します。

- ・ テストされた化合物
- ・ サンプルの清浄度とサンプル調製方法
- ・ 待機中プローブのサンプル含有時間量
- ・ システム総稼働時間

これらの要素によって、イオン源の性能に変化が見られる可能性があり、メンテナンスの必要性を示唆します。

取り付けたイオン源が質量分析装置に対して完全に密閉されており、ガス漏れの形跡がないことを確認します。定期的に、イオン源とその接続部に漏れがないか点検します。イオン源コンポーネントを定期的にクリーニングして、イオン源を良好な動作状態に保ちます。

注意：システムに損傷を与える恐れ。推奨されているクリーニング方法および材料のみを使用して、装置を損傷から守ります。

### 必要な材料

- ・ 1/4インチオープンエンドレンチ
- ・ マイナスドライバー
- ・ MSグレードメタノール
- ・ HPLCグレード脱イオン水
- ・ 安全メガネ
- ・ 呼吸マスクおよびフィルタ
- ・ パウダーフリーグローブ（ニトリルまたはネオプレンが推奨されます）
- ・ 白衣

## 推奨されるメンテナンススケジュール

次の表は、イオン源のクリーニングとメンテナンスの推奨されるスケジュールを示したものです。消耗部品およびスペア部品のリストについては、イオン源ならびに質量分析装置の部品および機器ガイドを参照してください。

ヒント！定期的にメンテナンス作業を実行し、質量分析装置が最適に機能していることを確認してください。

消耗部品の注文や基本サービス、メンテナンス要件については、有資格保守要員（QMP）にお問い合わせください。その他のすべてのサービスおよびメンテナンス要件については、SCIEXフィールドサービスエンジニア（FSE）にお問い合わせください。

注：部品番号については、質量分析装置の部品および機器ガイドを参照してください。

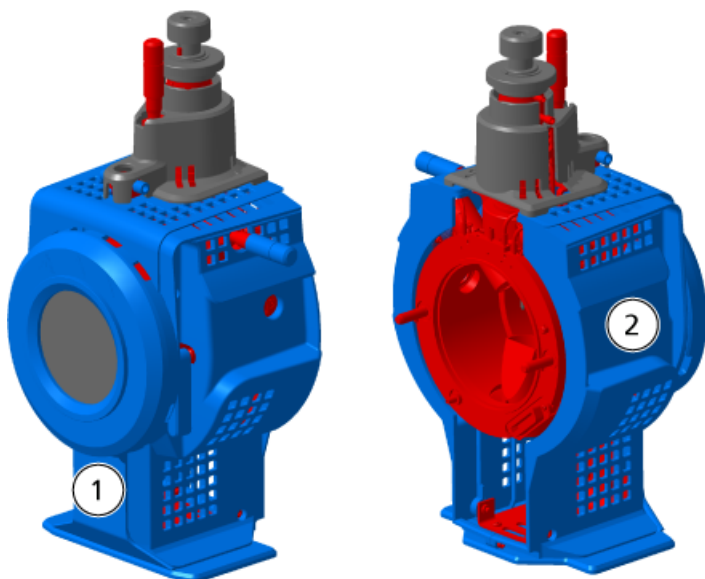
表 5-1 イオン源のメンテナンスタスク

コンポーネント	頻度	タスク	詳細については…
TurbolonSpray <sup>®</sup> およびAPCIプローブ	必要に応じて	検査と交換	プローブの取り外しおよびプローブの取り付けを参照してください。
TurbolonSpray <sup>®</sup> およびAPCI電極	必要に応じて	点検および交換	電極の交換を参照してください。
コロナ放電ニードル	必要に応じて	交換	コロナ放電ニードルの交換を参照してください。
ターボヒーター	必要に応じて	交換	現地の有資格保守要員またはFSEにお問い合わせください。
サンプルチューブ	必要に応じて	交換	イオン源チューブの接続を参照してください。

## イオン源の取り扱い

操作中、イオン源の表面が熱くなります。図 5-1 は、表面温度の低い箇所（青および灰色）と延長時間後も表面が高温のままの箇所（赤）を示します。イオン源の使用中やイオン源を取り外した後も、赤で示した箇所には触れないようにしてください。

図 5-1 イオン源の高温面（赤 = 高温、灰色 = 温かい箇所、青 = 慎重に取り扱う）



項目	説明
1	前面
2	背面

## イオン源の取り外し

注：（3500、4500、5500、5500+、6500、6500+、およびTripleTOF®システム）質量分析装置がオフであるか、またはイオン源がシステムから取り外された場合には、5.3 L/minの窒素が流れ続けます。質量分析装置を使用していない間、窒素ガスの消費を最小限に抑え、装置を清潔に保つには、質量分析装置にインストールされた取り付けられたイオン源とシステムの電源をオンのままにしておきます。

イオン源はツールなしで素早く簡単に取り外しできます。イオン源のメンテナンスやプローブの交換を実施する前に、質量分析装置からイオン源を必ず取り外します。

1. 実行中のスキャンを停止します。
2. サンプルストリームをオフにします。
3. ヒーターを使用している場合、TEMフィールドで0を入力します。
4. イオン源の熱が下がるまで少なくとも30分間待ちます。
5. 接地継手部のサンプルチューブを外します。
6. 2つのイオン源ラッチを12時の方向に向けて、イオン源を開放します。

7. イオン源を真空インターフェースからそっと引き抜きます。

注：真空インターフェースに取り付けられたOリングを紛失しないように注意します。

8. イオン源を清潔で安全な表面に置きます。

## イオン源の表面のクリーニング

### 実施前提手順

- ・ [イオン源の取り外し](#)



警告！感電の危険。この手順を開始する前に、質量分析装置からイオン源を取り外します。すべての電気安全作業規範を遵守します。

イオン源の表面に液体をこぼしたり、表面が汚れた場合は、イオン源の表面をクリーニングします。

- ・ 水を湿らせた柔らかい布でイオン源の表面を拭きます。

## プローブのクリーニング

サンプルに使用した化合物の種類に関係なく、イオン源を定期的にフラッシュします。フラッシュ操作専用のAnalyst<sup>®</sup>またはAnalyst<sup>®</sup> TFソフトウェアでメソッドを設定して行います。

1. 1:1の水:アセトニトリルまたは1:1の水:メタノールの移動相に切り替えます。
2. プローブポジションを調整して、オリフィスからできるかぎり遠ざけます。
3. Analyst<sup>®</sup>またはAnalyst<sup>®</sup> TFソフトウェアで、次の操作を行います。
  - a. MSメソッドを作成します。
  - b. **TEM**を**500～600**に設定します。
  - c. **GS1**と**GS2**を**40**以上に設定します。
  - d. **CUR**を最も高い値に設定します。
4. **TEM**のセットポイントに到達するまで待機します。
5. プローブとサンプルチューブがくまなくフラッシュされているかを確認します。

## プローブの取り外し



警告！感電の危険。この手順を開始する前に、質量分析装置からイオン源を取り外します。すべての電気安全作業規範を遵守します。

注意：システムに損傷を与える恐れ。エレクトロード先端突出部またはコロナ放電ニードルがイオン源ハウジングに一切触れないようにして、プローブを損傷から守ります。

プローブはツールなしで素早く簡単に取り外しできます。プローブを交換またはプローブのメンテナンスを実施する前に、質量分析装置からイオン源を必ず取り外します。

### 実施前提手順

- ・ [イオン源の取り外し](#)

1. サンプルチューブナットを緩めて、サンプルチューブをプローブから外します。
2. プローブをイオン源ハウジングに固定している止めリングを緩めます。
3. タワーからプローブをまっすぐ上にそっと引き上げます。
4. プローブを安全で清潔な表面に置きます。

## 電極の交換



警告！感電の危険。この手順を開始する前に、質量分析装置からイオン源を取り外します。すべての電気安全作業規範を遵守します。



警告！尖った部分により怪我をする危険性。電極を取り扱うときは注意してください。電極チップは非常に尖っています。

プローブには電極が含まれています。性能の低下が見られるときは電極を交換します。

注：電極交換後には、システム性能に対する影響を評価します。

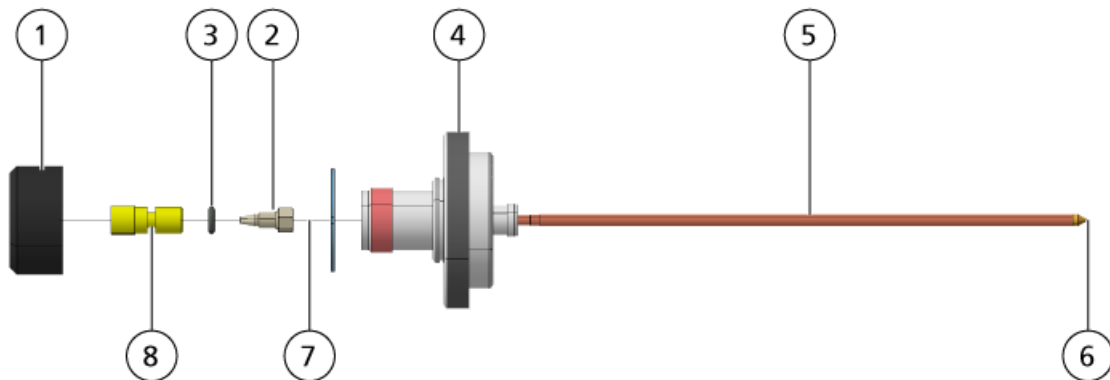
### 実施前提手順

- ・ [イオン源の取り外し](#)
- ・ [プローブの取り外し](#)

この手順は、両方のプローブに適用されます。

1. エレクトロード調整ナットを取り外してから、電極を取り外します。
2. 先端を下に向けてプローブを持ち、ばねがプローブ内にある状態を保ちながら、しっかり締まるまで手で締め付けてPEEK継手部のサンプル継手を取り付けます。

図 5-2 プローブ、拡大表示



項目	説明
1	エレクトロード調整ナット
2	1/4インチ止めナット
3	ばね
4	止めリング
5	スプレーチューブ
6	エレクトロード先端
7	エレクトロードチューブ
8	PEEK継手部

3. プローブからPEEK継手部と接続されたエレクトロードチューブを引っ張ります。
4. PEEK継手部からサンプル継手を外します。
5. 1/4インチオープンエンドレンチを使用して、PEEK継手部内にエレクトロードチューブを固定している止めナットを取り外します。
6. エレクトロードチューブを止めナットから取り外します。
7. 新しいエレクトロードチューブを止めナット、次にPEEK継手部に挿入します。

エレクトロードチューブがPEEK継手部の奥までしっかり挿入されているかを確認します。エレクトロードチューブと継手部内部のエレクトロードチューブの固定箇所間に隙間があると、デッドボリュームが生じることがあります。

8. 止めナットを締めてください。

止めナットを斜めにねじ込んで途中でとまった状態にしたり、締めすぎないでください。  
チューブに漏れが生じることがあります。

9. ばねがプローブ内部にまだあることを確認して、エレクトロード調整ナットを締めます。

10. エレクトロードチューブをスプレーチューブの狭い開口部と位置合わせをして、PEEK継手  
部と接続したエレクトロードチューブをプローブに挿入します。エレクトロードチューブ  
を折り曲げないように注意します。

11. エレクトロード調整ナットを取り付けて締め付けます。

12. プローブをインストールします。 [プローブの取り付け](#)を参照してください。

13. イオン源を質量分析装置に取り付けます。 [イオン源の取り付け](#)を参照してください。

14. サンプルチューブを接続します。 [イオン源チューブの接続](#)を参照してください。

15. エレクトロード先端拡張部を調整します。 [TurbolonSpray® プローブポジションの最適化](#) また  
は [APCIプローブポジションの最適化](#) を参照してください。

## コロナ放電ニードルの交換



警告！感電の危険。この手順を開始する前に、質量分析装置からイオン源を  
取り外します。すべての電気安全作業規範を遵守します。



警告！尖った部分により怪我をする危険性。ニードルの取り扱いは慎重に行いま  
す。ニードルチップは非常に尖っています。

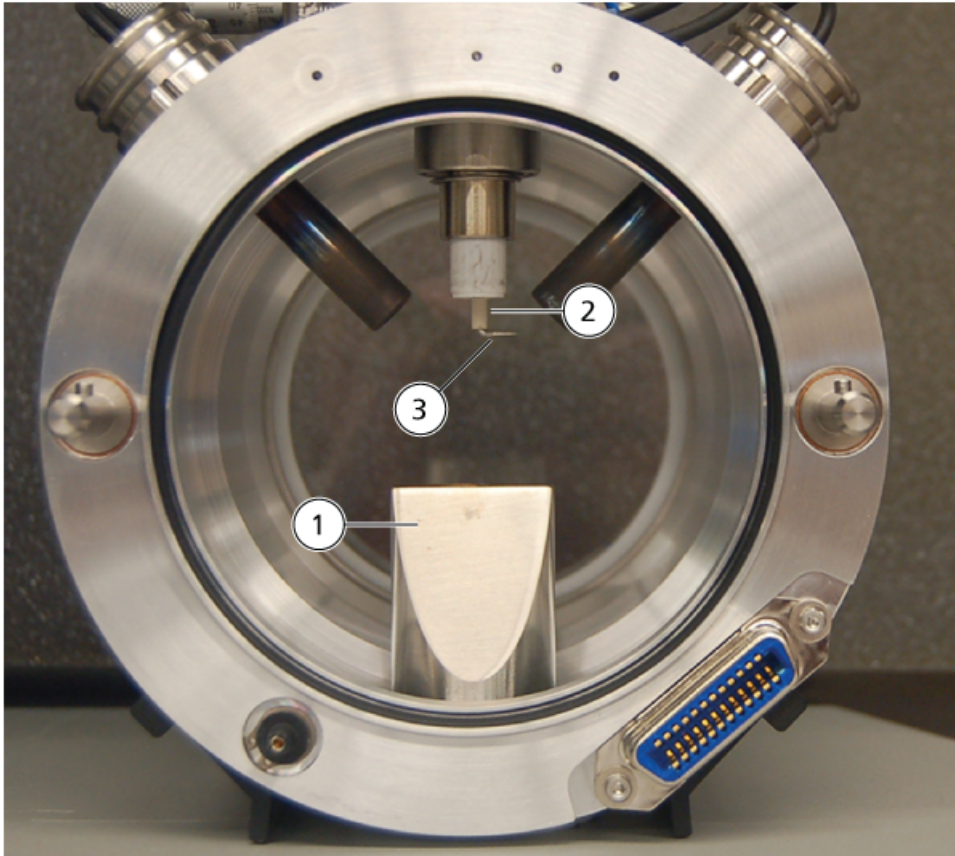
実施前提手順
<ul style="list-style-type: none"><li>・ <a href="#">イオン源の取り外し</a></li><li>・ <a href="#">プローブの取り外し</a></li></ul>



コロナ放電ニードルチップが腐食した場合は、手で取り外せないことがあります。この場合  
は、ニードルチップを切断して取り外し、コロナ放電ニードルチップ全体を交換します。

1. イオン源を回転して、開口部にアクセスしやすいようにします。

図 5-3 コロナ放電ニードル



項目	説明
1	排気チムニー
2	セラミックスリーブ
3	コロナ放電ニードルチップ

2. コロナ放電ニードル調整ネジ（[イオン源コンポーネント](#)を参照）を片方の手の親指と人差し指の間に挟んで持ちながら、コロナ放電ニードルをもう一方の手に持って、コロナ放電ニードルチップを反時計回りに回転して、チップを緩めてそっと取り外します。
3. コロナ放電ニードルを排気チムニーにそっと押し入れて取り外します。
4. 新しいニードルを排気チムニーからセラミックスリーブに挿入し、可能な限り奥まで押し込みます。

5. 新しいチップを片方の手の親指と人差し指の間に挟んで持ち、コロナ放電ニードル調整ネジをもう一方の手に持って、コロナ放電ニードルチップを時計回りに回転して、チップをインストールします。
6. プローブを挿入して、イオン源を質量分析装置にインストールします。[イオン源の取り付け](#)を参照してください。

## サンプルチューブの交換



警告！感電の危険。この手順を開始する前に、質量分析装置からイオン源を取り外します。すべての電気安全作業規範を遵守します。

### 実施前提手順

- ・ サンプルフローを停止し、残留ガスがイオン源排気システムから除去されたことを確認します。
- ・ [イオン源の取り外し](#)。

サンプルチューブに詰まりがある場合、次の手順で交換します。

1. プローブと接地継手部からサンプルチューブを外します。
2. サンプルチューブを適切な長さのチューブと交換し、適切なチューブカッターで切断します。[イオン源チューブの接続](#)を参照してください。
3. イオン源をインストールします。[イオン源の取り付け](#)を参照してください。
4. サンプルフローを開始します。

## 保管と取り扱い



警告！環境の危険性。システムコンポーネントを一般廃棄物として処分しないでください。コンポーネントを処分する際は、現地規制に従います。

### イオン源の保管と取り扱いのための環境要件

- ・ 周辺温度：-30 °C～+60 °C（-22 °F～140 °F）
- ・ 大気圧：75 kPa～101 kPa
- ・ 相対湿度：99%以下

# イオン源のトラブルシューティング

## 6

症状	考えられる原因	対策
Analyst <sup>®</sup> またはAnalyst <sup>®</sup> TFソフトウェアが、質量分析装置が故障状態になったことを報告します。	<ol style="list-style-type: none"><li>1. プローブが取り付けられていません。</li><li>2. プローブがしっかりと接続されていません。</li></ol>	<ol style="list-style-type: none"><li>1. プローブを取り付けます。<a href="#">プローブの取り付け</a>を参照してください。</li><li>2. プローブを取り付け直します。<ol style="list-style-type: none"><li>a. プローブを取り外します。<a href="#">プローブの取り外し</a>を参照してください。</li><li>b. プローブを取り付けて、止めリングをしっかりと締めます。<a href="#">プローブの取り付け</a>を参照してください。</li></ol></li></ol>
Analyst <sup>®</sup> またはAnalyst <sup>®</sup> TFソフトウェアが、特定のプローブは使用中であるものの、別のプローブがインストールされていることを示します。	F3ヒューズが飛びました。	FSEにお問い合わせください。
スプレー噴射が均一ではありません。	電極が塞がれています。	電極を交換します。 <a href="#">電極の交換</a> を参照してください。
感度がよくありません。	<ol style="list-style-type: none"><li>1. インターフェースコンポーネント（フロントエンド）が汚れています。</li><li>2. 溶媒蒸気または不明の化合物がアナライズ領域に存在します。</li></ol>	<ol style="list-style-type: none"><li>1. インターフェースコンポーネントをクリーニングして、イオン源を取り付けます。</li><li>2. Curtain Gas<sup>™</sup> 流量を最適化します。<a href="#">イオン源の最適化</a>を参照してください。</li></ol>

症状	考えられる原因	対策
テスト時に、イオン源が仕様を満たしていません。	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. テスト溶液が正しく用意されていません。</li> <li>2. 質量分析装置がインストールテストに合格していません。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. テスト溶液が正しく用意されたかを確認します。</li> <li>2. 問題が解決しない場合は、FSEに連絡してインストールテストを実施してください。</li> </ol>
バックグラウンドノイズが高いです。	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 温度（TEM）が高すぎます。</li> <li>2. ヒーターガス流量（GS2）が多すぎます。</li> <li>3. イオン源が汚染されています。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 温度を最適化します。</li> <li>2. ヒーターガス流量を最適化します。</li> <li>3. イオン源コンポーネントをクリーニングするか交換してから、イオン源とフロントエンドを次のように調整します。 <ol style="list-style-type: none"> <li>a. プローブを開口部から（垂直および水平方向に）最も離れた位置に移動します。</li> <li>b. インターフェースヒーターの電源が入っていることを確認します。</li> <li>c. ポンプ流量1 mL/minでメタノール：水（50：50）を注入します。</li> <li>d. Analyst<sup>®</sup>またはAnalyst<sup>®</sup> TFソフトウェアで、<b>TEM</b>を<b>650</b>に、<b>GS1</b>を<b>60</b>に、および<b>GS2</b>を<b>60</b>に設定します。</li> <li>e. <b>CUR</b>流量を<b>45</b>または<b>50</b>に設定します。</li> <li>f. 少なくとも2時間ないしできれば一晩中実行して、最良の結果を得るようにします。</li> </ol> </li> </ol>

症状	考えられる原因	対策
イオン源の性能が劣化しています。	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. プローブが最適化されていません。</li> <li>2. サンプルが正しく用意されなかったか、サンプルが劣化しています。</li> <li>3. サンプル注入口接続器に漏れがあります。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. プローブを最適化します。 <a href="#">TurbolonSpray® プロブの最適化</a>または<a href="#">APCIプロブの最適化</a>を参照してください。</li> <li>2. サンプルが適切に用意されたことを確認します。</li> <li>3. 接続器が締められているかを確認して、漏れが継続する場合は接続器を交換します。接続器を締め付けすぎないでください。</li> <li>4. 代替イオン源をインストールして最適化します。問題が解決しない場合は、FSE にお問い合わせください。</li> </ol>
アーク放電またはスパーク放電が発生します。	コロナ放電ニードルのポジションが正しくありません。	コロナ放電ニードルをカーテンプレートに向けて、ヒーターガスの蒸気がかからないようにします。 <a href="#">コロナ放電ニードルのポジションの調整</a> を参照してください。

## エレクトロスプレーイオン化モード

プローブの両側にそれぞれ45度の角度で配置されている2つのターボヒーターがあり、その中央部にプローブはあります。IonSpray™からの流出物とターボヒーターからの加熱ドライガスの混成物が、カーテンプレートのアパチャに対して90度の角度で入射します。

液体溶媒でイオン化する化合物のみを、イオン源の気相イオンとして生成することができます。イオン生成の効率性および割合は、特定のイオンの溶媒和エネルギーに左右されます。溶媒和エネルギーの低いイオンは、溶媒和エネルギーの高いイオンよりも蒸発する可能性が高くなります。

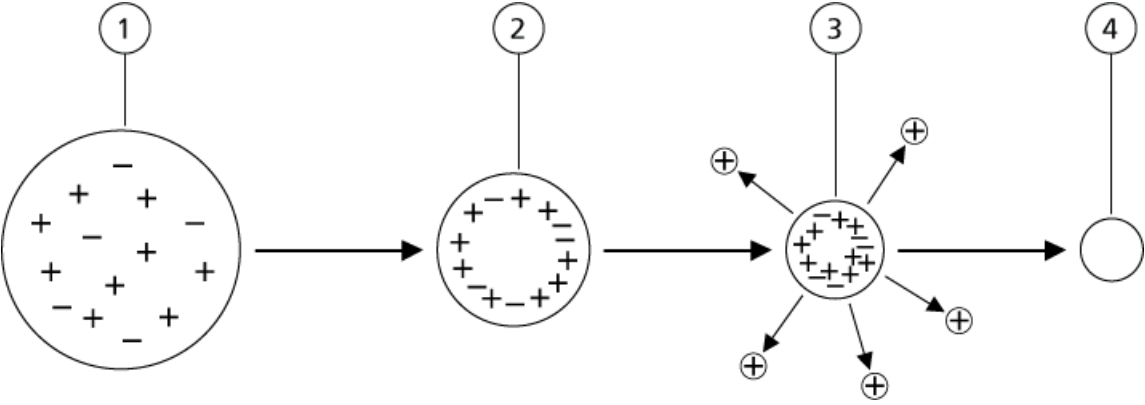
IonSpray™からの電圧とターボヒーターの相互作用によってストリームが収束し、液滴の蒸発速度が速くなるため、結果的にイオンシグナルが増加します。加熱されたガスがイオン蒸発効率を高めるため、感度が向上し、処理できる液体サンプル流量が多くなります。

ネブライザガス的高速流により、IonSpray™注入口で液体サンプルストリームの液滴がせん断されます。スプレーに印加された可変高圧を使用して、イオン源が各液滴に正味荷電を加えます。この電荷が液滴の拡散を助けます。単極イオンは、液体ストリームから分離されているため、高圧によって優先的に液滴内に引き込まれます。ただし、この分離は完全なものではないため、各液滴に両極イオンが数多く含まれます。単極イオンが各液滴で支配的ですが、陽イオンと陰イオンの数の差が正味電荷を引き起こします。支配的な極性の過剰イオンのみがイオン蒸発に使用され、これらのうち、実際に蒸発するのはごくわずかです。

プローブは、ペプチド類やオリゴヌクレオチドなど、複数の帯電箇所のある化合物から多価イオンを生成できます。これは高分子量種の分析において、多重帯電によって質量分析装置の質量範囲内の質量電荷 ( $m/z$ ) 比を持つイオンが生成される場合に役に立ちます。これによって、化合物の分子量をキロダルトン (kDa) 単位で定期的に求めることができます。

図 A-1 に示すとおり、電荷を帯びた各液滴に、溶媒、陽イオンと陰イオンの両方が含まれますが、一方が支配的な極性のイオンになります。導電媒体として、余剰電荷が液滴の表面に存在します。溶媒が蒸発すると、液滴の半径が小さくなるため、液滴の表面の電界が広がります。

図 A-1 イオン蒸発



項目	説明
1	液滴に、両極性のイオンが含まれますが、一方が支配的な極性のイオンになります。
2	溶媒が蒸発すると、液滴の表面の電界が広がり、イオンが表面に移動します。
3	臨界電界値によっては、イオンは液滴から排出されます。
4	不揮発性残留物が、乾いた粒子となって残ります。

液滴に余剰イオンが含まれ、十分な溶媒が液滴から蒸発する場合、イオンが表面から排出される臨界電界に達します。最終的に、溶媒のすべてが液滴から蒸発して、サンプル溶液の不揮発性要素で構成される乾いた粒子が残ります。

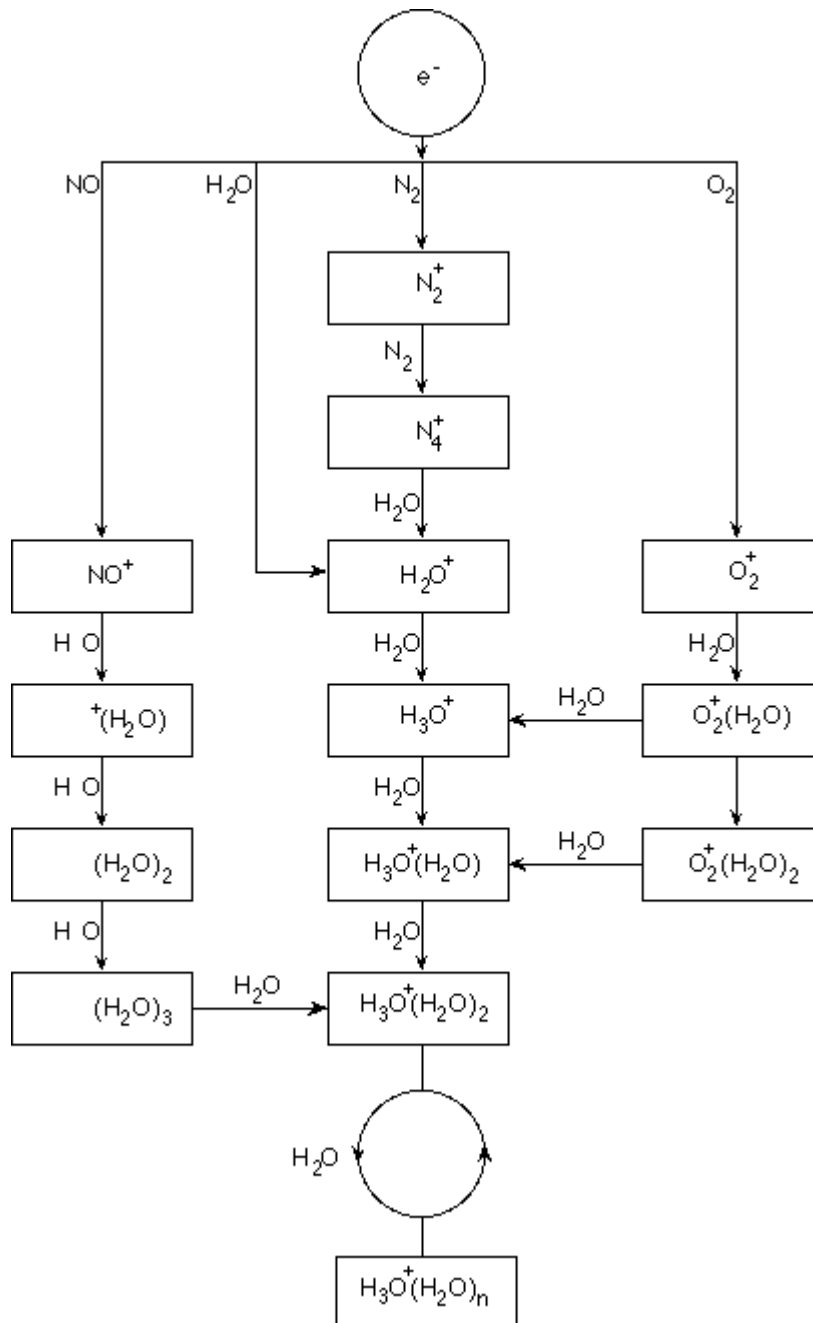
ほとんどの有機分子の溶媒和エネルギーが知られていないため、イオン蒸発に対する特定の有機イオンの感度を予測することは難しいです。液体の表面に堆積する界面活性剤を非常に高感度に検出することができるため、溶媒和エネルギーが重要なことは明らかなです。

## APCIモード

過去、液体クロマトグラフィーと質量分析法との関連付けにおいて両者が適合しなかったのは、溶液中の比較的不揮発性の分子（液体に溶媒）を過度に分解させずに分子ガスに変換することが困難であったためでした。APCIプローブプロセスでは、温めたセラミックチューブでサンプルをきめ細かく拡散した小さな液滴にそっとネブライズすることで、サンプルを急速に蒸発させて、サンプル分子が分解しないようにします。

図 A-2に、反応性正イオン（プロトン・ハイドレイト、 $\text{H}_3\text{O}^+[\text{H}_2\text{O}]_n$ ）のAPCIプロセスでの反応過程を示します。

図 A-2 APCI反応過程図



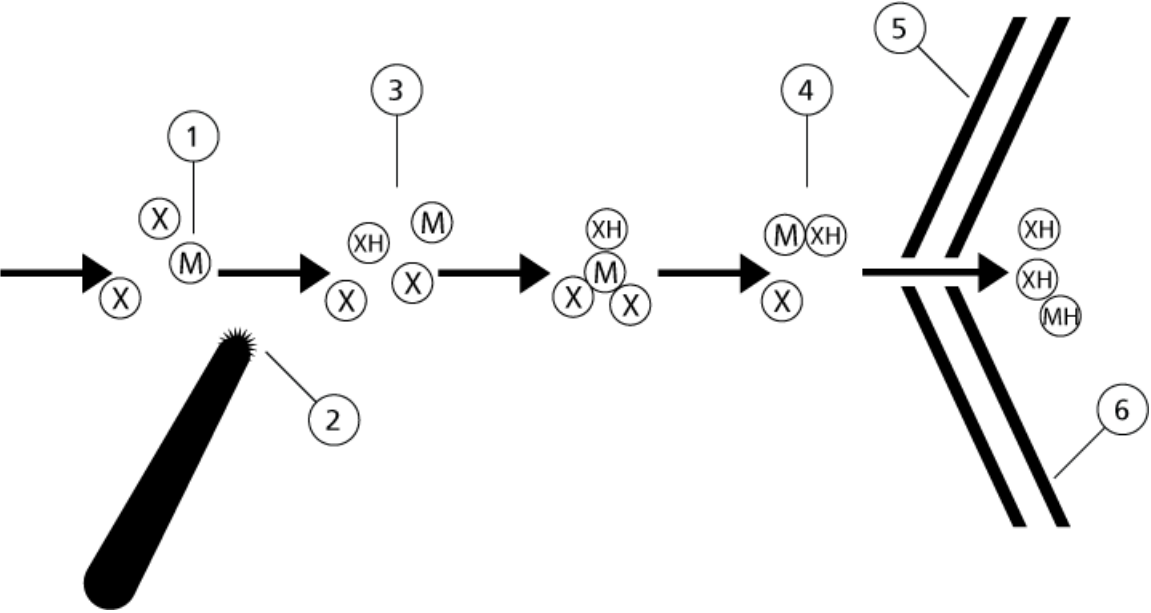
主要一次イオン $N_2^+$ 、 $O_2^+$ 、 $H_2O^+$ 、および $NO^+$ は、コロナが生成した電子が空中の主な自然構成要素に衝突することで形成されます。 $NO^+$ は通常、清浄な空中の主な構成要素ではないものの、コロナ放電で引き起こされる自然反応により、イオン源内にこの種の堆積する割合が多くなります。

APCIプローブから導入されるサンプルが、ネブライザガスの媒介により温められたセラミックチューブ内にスプレー噴射されます。チューブ内で、きめ細かく拡散したサンプルおよび

溶媒の液滴が、熱分解を最小限に抑えながら急速に蒸発します。穏やかな蒸発により、サンプルの分子同定が保持されます。

ガスサンプルと溶媒分子がイオン源ハウジング内に入り、そこで、セラミックチューブ終端に接続されたコロナ放電ニードルによって、APCIによるイオン化が誘発されます。サンプル分子は、移動相の溶媒分子のイオン化によって生成された試薬イオンと衝突してイオン化されます。図 A-3に示すように、蒸発した溶媒分子がイオン化して、試薬イオン $[X+H]^+$ をポジティブモードで、 $[X-H]^-$ をネガティブモードでそれぞれ生成します。サンプル分子と衝突時に安定したサンプルイオンを生成するのはこれらの試薬イオンです。

図 A-3 大気圧化学イオン化法



項目	説明
1	サンプル
2	一次イオンがコロナ放電ニードル周辺で生成されます。
3	イオン化によって、溶媒イオンが主に生成されます。
4	試薬イオンは、クラスタを形成するサンプル分子と反応します。
5	カーテンプレート
6	インターフェース

x = 溶媒分子、M=サンプル分子

サンプル分子が、ポジティブモードによるプロトン移動プロセスを通じて、また、ネガティブモードによる電子移動またはプロトン移動のいずれかによってイオン化されます。イオン源の大気圧は比較的高いため、APCIイオン化プロセスのエネルギーは衝突が支配的になります。

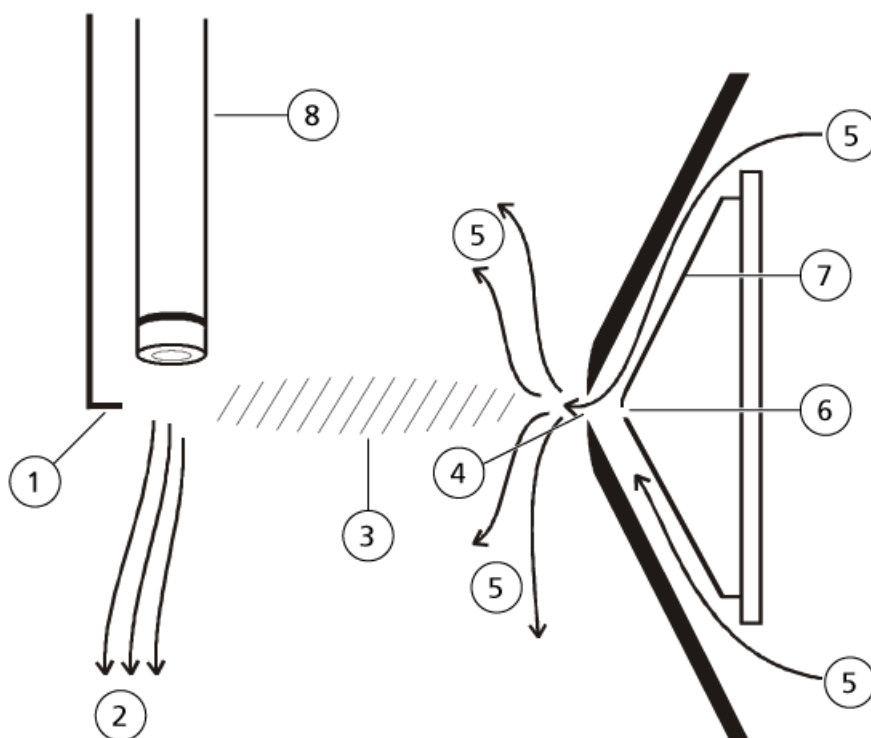
逆相用途の場合、試薬イオンは、ポジティブモードでプロトン化した溶媒分子とネガティブモードで溶媒和した酸素イオンで構成されています。優性熱力学を用いて、モディファイヤーを追加すると試薬イオン組成が変化します。例えば、アセテートバッファまたはモディファイヤーを追加すると、負モードでアセテートイオン  $[\text{CH}_3\text{COO}]^-$  一次試薬を作ることができます。アンモニウムモディファイヤーは、正モードでプロトン化したアンモニア  $[\text{NH}_4]^+$  一次試薬を作る場合があります。

衝突によって、特定のイオン（例：プロトン化した水クラスタイオン）が継続的に均一に拡散されます。イオン源内の試薬イオンや比較的高いガス圧に対する溶媒クラスタの影響が緩和されるため、イオン源内でのサンプルイオンの早期フラグメンテーションの可能性が低くなります。その結果、イオン化プロセスにより、質量分析装置での質量分析用として分子プロダクトイオンを主に産出します。

## APCIイオン化領域

図 A-4 に、APCIプローブのイオン分子反応器の一般的な場所を示します。斜線は無壁反応器を示しています。放電ニードルとカーテンプレート間の電界により、マイクロアンペア範囲で自己放電するコロナ放電イオン電流が生じます。例えば、一次イオン  $\text{N}_2^+$  および  $\text{O}_2^+$  は、放電ニードルチップのすぐ近くのプラズマ内で電子が損失することによって生成されます。これらの電子のエネルギーは、効果的なイオン化断面積によって中立分子が効率的にイオン化する前に、ガス分子と何回も衝突することで適度な状態になります。

図 A-4 APCIイオン化領域



項目	説明
1	放電ニードルチップ
2	サンプルフロー
3	無壁反応器
4	カーテンプレートアパチャ
5	Curtain Gas™供給
6	オリフィス
7	オリフィスプレート
8	セラミックチューブ

次に、一次イオンがサンプルイオンを形成する中間イオンを生成します。選択された極性ドリフトのイオンが電界の影響を受けてカーテンプレートの方向に漂流し、ガスカーテンを経由して質量分析装置内に入ります。APCIプローブの大気圧は比較的高いため、イオン形成プロセス全体は衝突が支配的になります。電界強度が最も大きい放電ニードルチップのすぐ近くを除き、電界によってイオンに与えられるエネルギーは、イオンの熱エネルギーと比較すると少ない量になります。

衝突によって、特定のイオン（例：プロトン化した水クラスタイオン）が継続的に均一に拡散されます。イオン分子反応プロセスでイオンが得る過剰エネルギーが熱化されます。衝突の安定化によって、多くの後発衝突が発生するにもかかわらず、プロダクトイオンの多くが固定化します。プロダクトイオンと反応イオンの形成は、760 torr（大気）の作動圧時の平衡条件に左右されます。

APCIプローブが無壁反応器として機能する理由は、イオン源から真空チャンバを通過して最終的に検出器に到達するイオンが決して壁と衝突しない（他の分子とのみ衝突する）ためです。イオンは指定イオン源の外側でも形成されますが、それらのイオンは検出されず、壁の表面と相互作用して最終的に中和されます。

プローブの温度は、APCIプローブの操作にとって重要な要素です。分子同定を温存するには、温度を十分に高く設定して急速な蒸発を可能にします。十分に高い操作温度で、液滴は急速に蒸発するため、有機分子が液滴から熱劣化を最小限に抑えた状態で離脱します。ただし、温度があまりにも低く設定されている場合、蒸発プロセスが遅くなり、蒸発し終わる前に熱分解または分解が始まる場合があります。APCIプローブを最適温度以上の温度で操作すると、サンプルの熱分解が生じる可能性があります。

## TurbolonSpray<sup>®</sup>プローブパラメータ

次の表に、TurbolonSpray<sup>®</sup>プローブの推奨される操作条件を3通りの流量別に示します。各流量に対して、Curtain Gas<sup>™</sup>流量ができる限り多くなるようにします。最適化に使用された溶媒組成は、1：1の水：アセトニトリルです。これらの条件は、プローブの最適化の開始地点を示しています。反復プロセスを使用して、フローインジェクション分析を使用するパラメータを最適化して、対象の化合物の最良のシグナル対ノイズ比を達成します。

表 B-1 TurbolonSpray<sup>®</sup>プローブのパラメータ最適化

パラメータ	標準値			操作範囲
LC流量	5 µL/min～ 50 µL/min	200 µL/min	1000 µL/min	5 µL/min～ 3000 µL/min
ガス1 (ネブライザガス)	20 psi～ 40 psi	40 psi～60 psi	40 psi～60 psi	0 psi～90 psi
ガス2 (ヒーターガス)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi～90 psi
IonSpray電圧	5500	5500 V	5500 V	5500 V
Curtain Gas <sup>™</sup> 供給	20 psi	20 psi	20 psi	20 psi～50 psi
温度 <sup>1</sup>	0 °C ～200 °C	200 °C～650 °C	400 °C～750 °C	最大750 °C
デクラスタリング電位 (DP) <sup>2</sup>	ポジティブ： 70 V ネガティブ： -70 V	ポジティブ： 70 V ネガティブ： -70 V	ポジティブ： 70 V ネガティブ： -70 V	ポジティブ： 0 V～400 V ネガティブ： -400 V～0 V
プローブ垂直型 マイクロメータ設定	7～10	2～5	0～2	0～13
プローブ水平 マイクロメータ設定	4～6	4～6	4～6	0～10

<sup>1</sup> 温度の最適値は、化合物と移動相組成に左右されます（水分含有量が高いと、温度が高くなります）。ゼロ（0）は、温度が加えられていないことを意味します。

<sup>2</sup> DP値は化合物に左右されます。

## APCIプローブのパラメータ

表 B-2 APCIプローブのパラメータ最適化

パラメータ	標準値	操作範囲
LC流量	1000 $\mu\text{L}/\text{min}$	200 $\mu\text{L}/\text{min}$ ～2000 $\mu\text{L}/\text{min}$
ガス1（ネブライザガス）	30 psi	0 psi～90 psi
Curtain Gas <sup>TM</sup> 供給	20 psi	20 psi～50 psi
温度 <sup>3</sup>	400 °C	100 °C～750 °C
ネブライザ電流（NC）	ポジティブ：3 $\mu\text{A}$ ネガティブ：-3 $\mu\text{A}$	ポジティブ：0 mA～5 $\mu\text{A}$ ネガティブ：-5 mA～0 $\mu\text{A}$
デクラスタリング電位（DP）	ポジティブ：60 V ネガティブ：-60 V	ポジティブ：0 V～300 V ネガティブ：-300 V～0 V
プローブ垂直型 マイクロメータ設定	4	目盛0～13

## パラメータの説明

表 B-3 イオン源固有パラメータ

パラメータ	説明
イオン源ガス1 （GS1）	TurbolonSpray <sup>®</sup> およびAPCIプローブのネブライザガスを制御します。 <a href="#">動作原理－イオン源</a> を参照してください。
イオン源ガス2 （GS2）	TurbolonSpray <sup>®</sup> プローブのヒーターガスを制御します。最高感度は、温度（TEM）とヒーターガス（GS2）流量の組み合わせにより、LC 溶媒がほぼ完全に蒸発する時点で達成されます。GS2 を最適化するには、バックグラウンドノイズが大幅に増える場合、流量を増やして最適なシグナル対ノイズ比を確保します。ガス流量が多すぎると、ノイズの多いシグナルまたは不安定なシグナルが生じる可能性があります。 <a href="#">動作原理－イオン源</a> を参照してください。

<sup>3</sup> 温度値は化合物に左右されます。

表 B-3 イオン源固有パラメータ (続き)

パラメータ	説明
カーテングス (CUR)	<p>Curtain Gas<sup>TM</sup> インターフェースへのガスの流量の制御。カーテングスインターフェースは、カーテンプレートとオリフィスの間に配置されています。これにより、周囲空気と溶媒液滴による侵入および汚染からイオン光学部品を守り、真空インターフェースとスプレーニードルの間に発生する電界によってサンプルイオンが真空チャンバに誘導されます。イオン入口光学部品が汚染されると、Q0透過性、安定性、感度が低下し、バックグラウンドノイズが増加します。</p> <p>Curtain Gas<sup>TM</sup> 流量を、感度が失われない範囲で可能な限り高い流量に保ちます。</p>
温度 (TEM)	<p>サンプルに加えられた熱を制御して、蒸発させます。最適温度は、サンプルが完全に蒸発する最低温度です。</p> <p>50 °C単位で最適化します。</p>
温度 (TEM) - TurbolonSpray <sup>®</sup> プロブ	<p>TurbolonSpray<sup>®</sup> プロブ内のヒーターガスの温度を制御します。</p> <p>最良の感度を得られるのは、温度 (TEM) とヒーターガス (GS2) 流量を組み合わせることでLC溶媒がほぼ完全に蒸発するポイントに達したときです。</p> <p>溶媒の有機含有量が増えると、最適なプロブ温度は下がります。溶媒が100%メタノールまたはアセトニトリルで構成される場合、プロブの性能は300 °C程度の低い温度で最適化されることがあります。100%水で構成される水性溶媒（流量約1000 µL/minの場合）では、最高750 °Cのプロブ温度が必要となります。</p> <p>温度の設定が低すぎる場合、蒸発が不完全かつ大きくなり、目に見える液滴がイオン源ハウジング内に放出されます。</p> <p>温度の設定が高すぎる場合、特にプロブが非常に低く設定されていると（5 mm～13 mm）、溶媒がプロブチップで早期に蒸発することがあります。</p>
温度 (TEM) - APCIプロブ	<p>APCI プロブの温度を制御します。</p> <p>溶媒の有機含有量が増えると、最適なプロブの温度は下がります。溶媒が100%メタノールまたはアセトニトリルで構成される場合、プロブの性能は流量1000 µL/min時に400 °C程度の低い温度で最適化されることがあります。100%水で構成される水性溶媒（流量約2000 µL/minの場合）では、最低700 °Cのプロブ温度が必要となります。</p> <p>温度の設定が低すぎる場合、蒸発が不完全かつ大きくなり、目に見える液滴がイオン源ハウジング内に放出されます。</p> <p>温度の設定が高すぎる場合、サンプルの熱劣化が発生します。</p>

表 B-3 イオン源固有パラメータ (続き)

パラメータ	説明
ネブライザ電流 (NC)	APCI プローブ内のコロナ放電ニードルに加えられている電流を制御します。放電により、溶媒分子がイオン化し、次にこれがサンプル分子をイオン化します。APCIプローブの場合、コロナ放電ニードルに加えられる電流 (NC) は通常、広い範囲 (ポジティブモードで約1 $\mu$ A~5 $\mu$ A) で最適化されます。最適化するには、値「1」から始めて、最良のシグナルまたはシグナル対ノイズ比が達成されるまで値を増やします。電流を上げてもシグナルに変化が見られない場合は、電流を最良の感度が得られる最低の設定にします (例: 2 mA)。
IonSpray 電圧浮遊 (ISVF) または IonSpray電圧 (IS)	TurbolonSpray® プローブ内のスプレーに印加される電圧を制御します。これにより、イオン源内のサンプルがイオン化されます。このパラメータの値は極性によって異なり、スプレー噴射の安定性と感度に影響を及ぼします。
インターフェースヒーター (ihe)	このパラメータは、3500、4500、5500、5500+、6500、6500+、および TripleTOF® システムでは常に有効になります。  ihe パラメータにより、インターフェースヒーターをオンオフします。インターフェースを温めることで、イオンシグナルを最大化し、イオン光学部品を汚染から守ります。測定者が分析中の化合物が極端に脆い場合を除き、測定者がインターフェースを温めることを推奨します。

## プローブポジション

プローブポジションは分析感度に影響を及ぼします。プローブポジションを最適化する方法に関する詳細は、[イオン源の最適化](#)を参照してください。

## 溶媒組成

ギ酸アンモニウムまたは酢酸アンモニウムの標準濃度は、正イオンの場合2 mmol/L~10 mmol/Lで、負イオンの場合2 mmol/L~50 mmol/Lになります。有機酸の濃度は、体積で0.1%~0.5% (TurbolonSpray® プローブの場合)、または体積で0.1%~2.0% (APCIプローブの場合) です。

広く使われている溶媒は、次のとおりです。

- ・ アセトニトリル
- ・ メタノール
- ・ プロパノール
- ・ 水

広く使われているモディファイヤーは、次のとおりです。

- ・ 酢酸
- ・ ギ酸
- ・ ギ酸アンモニウム
- ・ 酢酸アンモニウム

次のモディファイヤーは、そのイオン混合物とクラスタの組み合わせで、スペクトルを複雑化させるため、あまり使用されません。また、ターゲット化合物のイオンシグナル強度を抑制する場合があります。

- ・ トリエチルアミン (TEA)
- ・ リン酸ナトリウム
- ・ トリフルオロ酢酸 (TFA)
- ・ ドデシル硫酸ナトリウム

# シンボルについての用語集

C

注：以下の表のすべてのシンボルが、すべての機器に適用されるものではありません。

シンボル	説明
	オーストラリアの監督法規の遵守マーク。本製品が、Australian Communications Media Authority（ACMA）のEMC要件を満たしていることを表します。
	交流
A	アンペア（電流）
	ヨーロッパ共同体の公認代表者
	生物学的危険
	CE適合マーキング
	cSAusマーク。カナダおよび米国での電気安全認証を示します。
	カタログ番号
	注意 注：SCIEXマニュアルでは、このシンボルは人的危害の危険を示します。
	中国RoHS注意ラベル。電子情報製品は特定の毒性または有害物質を含んでいます。中央に書かれている数字は、環境保護使用期限（EFUP）の日付であり、製品の操作可能暦年を数字で示すものです。EFUPの期限が切れた際は、製品は速やかにリサイクルされなければなりません。回転矢印は、製品がリサイクル可能であることを示します。ラベルまたは製品にある日付コードは、製造年月日を示します。



## シンボルについての用語集

シンボル	説明
	中国RoHSロゴ。装置は最大濃度値を超える毒性および有害物質または元素を含んでおらず、リサイクルおよびリユース可能な環境に優しい製品です。
	使用説明書を参照してください。
	TUV Rheinland of North America用のcTUVusマーク
	ユニークデバイス識別子（UDI）を取得するためにバーコードリーダーでスキャンできるData Matrixシンボル。
	環境の危険
	イーサネット接続
	爆発の危険性
	火災の危険
	可燃性化学物質の危険
	壊れ物
	ヒューズ
Hz	ヘルツ

シンボル	説明
	高電圧。感電の危険 メインカバーを取り外す必要がある場合は、感電を避けるためにSCIEXの代理店に連絡してください。
	高温面の危険
	実験室用診断機器
	イオン化放射の危険
	濡らさないでください。 雨に曝さないでください。 相対湿度は99%以下でなければなりません。
	上部を上にしてください
	引き裂き/重篤な危険
	レーザー放射線障害の危険
	持ち上げ操作の危険
	製造業者
	可動部品の危険
	挟まれる危険
	加圧ガスの危険

## シンボルについての用語集

シンボル	説明
	保護接地（アース）
	穿刺災害の危険
	反応性化学物質の危険
	シリアル番号
	有毒化学品の危険
	システムの輸送および保管は66 kPa～103 kPa以内で行ってください。
	システムの輸送および保管は75 kPa～101 kPa以内で行ってください。
	システムの輸送および保管は相対湿度10%～90%以内で行ってください。
	システムの輸送および保管は-30℃～+45℃以内で行ってください。
	システムの輸送および保管は-30℃～+60℃以内で行ってください。
	USB 2.0接続
	USB 3.0接続
	紫外線放射の危険
VA	ボルトアンペア（皮相電力）

シンボル	説明
V	ボルト（電圧）
	WEEE。分別されていない一般廃棄物として機器を廃棄しないでください。 環境の危険
W	ワット
	yyyy-mm-dd 製造年月日

# お問い合わせ

---

## お客様のトレーニング

- ・ 北米 : [NA.CustomerTraining@sciex.com](mailto:NA.CustomerTraining@sciex.com)
- ・ ヨーロッパ : [Europe.CustomerTraining@sciex.com](mailto:Europe.CustomerTraining@sciex.com)
- ・ ヨーロッパおよび北米以外 : [sciex.com/education](https://sciex.com/education) のお問い合わせ情報を参照してください。

## オンライン学習センター

- ・ [SCIEXUniversity](#)

## SCIEXのサポート

SCIEXおよびその代理店は、十分に訓練を受けた保守／技術専門要員を世界中に有しています。システムまたは起こり得る技術的問題に関するご質問にお答えします。詳細な情報については、SCIEXウェブサイト ([sciex.com](https://sciex.com)) を参照するか、以下のいずれかの方法でお問い合わせください。

- ・ [sciex.com/contact-us](https://sciex.com/contact-us)
- ・ [sciex.com/request-support](https://sciex.com/request-support)

## サイバーセキュリティ

SCIEX製品のサイバーセキュリティに関する最新のガイダンスについては、[sciex.com/productsecurity](https://sciex.com/productsecurity) を参照してください。

## ドキュメント

このマニュアルの本バージョンは、以前のバージョンに優先します。

このマニュアルを電子的に閲覧するにはAdobe Acrobat Readerが必要です。最新バージョンをダウンロードするには、<https://get.adobe.com/reader> にアクセスしてください。

ソフトウェア製品のマニュアルについては、ソフトウェアに付属のリリースノートまたはソフトウェアインストールガイドを参照してください。ハードウェア製品のマニュアルはシステムまたはコンポーネントに付属のカスタマーリファレンスDVDに収録されています。

マニュアルの最新版については、SCIEXのウェブサイト ([sciex.com](http://sciex.com)) を参照してください。

---

注： このマニュアルの無料印刷版を請求するには、[sciex.com/contact-us](http://sciex.com/contact-us)にご連絡ください。

---