



Turbo V™ イオン源

SCIEX QTOFシステム用

『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。

本機器は研究専用です。診断手段としての使用は想定されていません。実験室用診断への使用を推奨します。保証は後述の通りです。

すべての国で販売されているわけではありません。このような使用はいかなる場合も、これらの製造業者による製品をSCIEXの供給機器として扱う場合に限り、その権利やライセンスの使用、またはその他の業者にこれらの製造業者名および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、制定法若しくは別の形の法律、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ず明示的・黙示的を問わず、いかなる種類の他の保証も行わない。そのすべては明示的に放棄されている。またAB Sciexは購買者による使用、またはそれから生じる逆境が原因の間接的または必然的な損害を含め、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。診断手段としての使用は想定されていません。

AB Sciexは、SCIEXなどの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。

© 2015 AB Sciex



AB Sciex Pte.Ltd.
Blk 33, #04-06
Marsiling Ind Estate Road 3
Woodlands Central Indus.Estate.
シンガポール 739256

内容

章 1 イオン源の概要.....	5
操作上の注意事項および危険.....	5
イオン化モード.....	6
ESIモード.....	6
APCIモード.....	6
イオン源コンポーネント.....	7
プローブ.....	8
ツインESIプローブ.....	8
ツインAPCIプローブ.....	9
ガスおよび電気の接続.....	10
イオン源検出回路.....	10
イオン源排気システム.....	11
お問い合わせ先.....	11
関連マニュアル.....	12
テクニカルサポート.....	12
章 2 イオン源の取り付け.....	13
取り付けの準備.....	13
プローブの取り付け.....	14
イオン源チューブの接続.....	14
質量分析装置へのイオン源の取り付け.....	15
サンプル注入口要件.....	15
漏れの点検.....	16
章 3 イオン源の最適化.....	17
サンプル導入.....	17
メソッド.....	17
流量.....	18
ツインESIプローブの最適化.....	18
流量および温度.....	18
システムの設定.....	19
システムの準備.....	19
開始条件の設定.....	19
ツインESIプローブポジションの最適化.....	20
イオン源/ガスパラメータおよび電圧の最適化.....	20
ターボヒーター温度の最適化.....	21
ツインAPCIプローブの最適化.....	21
システムの設定.....	22
システムの準備.....	22
開始条件の設定.....	23
ガス1およびCurtain Gas流量の最適化.....	23

コロナ放電ニードルのポジションの調整.....	23
ツインAPCIプローブポジションの最適化.....	24
ネブライザ電流の最適化.....	25
APCI プローブ温度の最適化.....	26
最適化に関するヒント.....	26
章 4 イオン源のメンテナンス.....	27
イオン源の取り外し.....	28
イオン源の表面のクリーニング.....	29
プローブのクリーニング.....	29
プローブの取外し.....	29
ツイン電極の交換.....	30
電極チップ拡張部の調整.....	31
コロナ放電ニードルの交換.....	32
サンプルチューブの交換.....	33
章 5 トラブルシューティング.....	34
付録 A 動作原理—イオン源.....	37
エレクトロスプレーイオン化モード.....	37
APCI モード.....	38
APCIイオン化領域.....	41
付録 B イオン源パラメータおよび電圧.....	43
ツインESIプローブのパラメータ.....	43
ツインAPCIプローブのパラメータ.....	44
パラメータの説明.....	44
Probe Position.....	46
溶媒組成.....	46
付録 C 消耗品およびスペア.....	48
改訂履歴.....	50

イオン源の概要

1

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。

ツインESIプローブは、ESIモードで稼働する場合に使用します。ツインAPCIプローブは、APCIモードで稼働する場合に使用します。イオン源に付属する標準プローブは、ツインESIプローブです。

ツインプローブを使用することにより、互いに独立した電極を通じてキャリブラントとサンプルをオンデマンドで導入できます。

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。

操作上の注意事項および危険

規制情報および安全性に関する情報については、システムユーザーガイドを参照してください。



警告 放射線障害、生物学的危害、化学的危険。イオン源で使用する有害物質や障害性物質の適正使用、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 穿刺災害、放射線障害、生物学的危害、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担当者 FSE にお問い合わせください。装置に導入された有害物質や障害性物質は、イオン源排気出力に存在します。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 熱くなった表面の危険性。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、イオン源の表面と真空インターフェースコンポーネントが熱くなります。



警告 有害化学物質の危険性。白衣、手袋、および安全メガネなどの個人用防護具を着用して、皮膚や目を晒さないようにします。



警告 放射線障害、生物学的危害、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、システムがスタンバイ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、地域の規制に従います。



警告 感電の危険性。操作中、イオン源に印加された高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、システムを待機モードにします。

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物の気相イオンを生成します。加熱されたガス流の助けを借りて、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、分析物の化学的性質、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 $\mu\text{L}/\text{min}$ 3000 $\mu\text{L}/\text{min}$ 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 該当ページ 37](#)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。

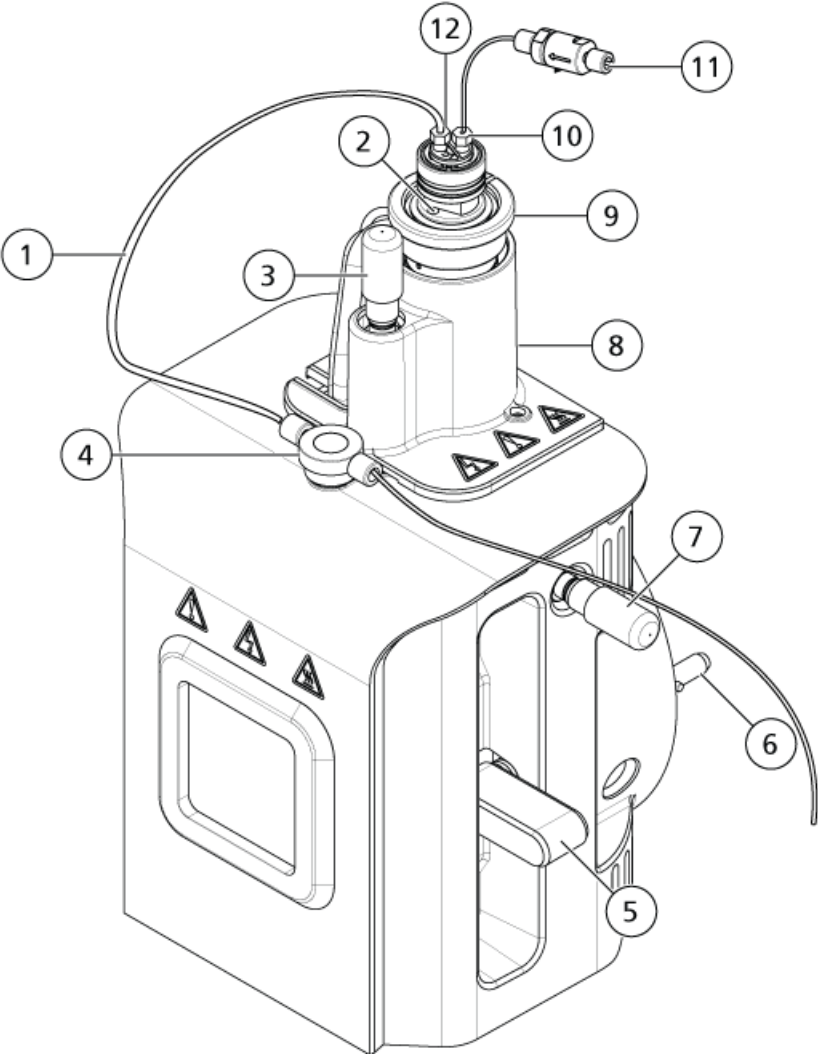
APCI法は揮発性化合物や不安定化合物に使用でき、熱分解を最小限に抑えます。液滴および同伴分析物の急速な脱溶媒和と蒸発作用によって熱分解が最小限に抑えられ、コロナ放電ニ-

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放出物が瞬時に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、放出物全体を分岐せずに流量50 $\mu\text{L}/\text{min}$ 3000 $\mu\text{L}/\text{min}$ 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 該当ページ 38を参照してください。

イオン源コンポーネント

図 1-1 イオン源コンポーネント



項目	説明
1	サンプルチューブ
2	コロナ放電ニードル調整ねじ

項目	説明
3	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Y軸マイクロメータ
4	接地継手部
5	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
6	ガイドピン
7	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X軸マイクロメータ
8	プローブタワー
9	止めリング
10	継手付きのキャリブランチポート
11	流量モジュール、キャリブランチチューブとチェックバルブで構成
12	継手付きのLC サンプルポート

プローブ

ツインESIおよびツイン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 1-1 イオン源仕様

仕様	ツインESIプローブ	ツイン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
液体クロマトグラフィー (LC)	任意のLCシステムとのインターフェース	
ガス1 ガス2	質量分析装置は、『現場プランニングガイド』を参照してください。	

取り付けられているプローブの種類がSCIEX OSソフトウェアによって識別され、対応するユーザーコントロールが使用可能になります。

ツインESIプローブ

ツインESIプローブは長さ220 mmです。内径100 µm 0.004 インチ のステンレススチール電極を2つ装備したこのプローブは、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。

LCのラベルが付いたポートにサンプル供給を接続し、Calのラベルが付いたポートにキャリブ rant を接続します。ツインESIプローブから導入された分析物 サンプルまたはキャリブ rant は、高電圧 IonSpray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、圧縮ゼログレードエアのジェット噴射によってイオンがネブライズされ、高い電荷を帯びた小さい液滴のミストになります。IonSprayからの放出物とターボヒーターからの加熱された乾燥ガスの混成物が、イオンパスに対して90度の角度で入射します。

図 1-2 ツインESIプローブの部品



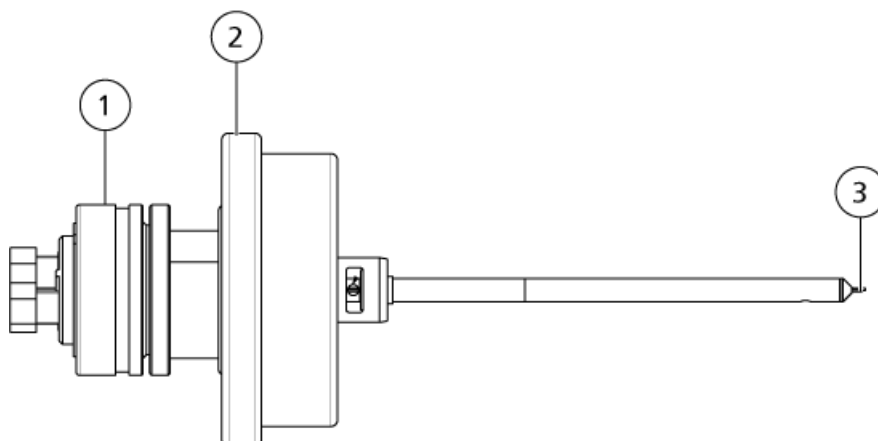
項目	説明
1	電極調整ナット 黒のカラー。電極チップの突出を調整します。
2	プローブをイオン源ハウジングのプローブタワーに固定する止めリング
3	サンプルまたはキャリブ rant をイオン源のサンプル注入口領域にスプレー噴射する電極チップ

ツインAPCIプローブ

ツインAPCIプローブは長さ125 mmです。内径100 μ m 0.004インチ のステンレススチール電極を2つ装備しており、電極の周囲をネブライザガス ガス1 が流れます。

LCのラベルが付いたポートにサンプル供給を接続し、Calのラベルが付いたポートにキャリブ rant を接続します。分析物 サンプルまたはキャリブ rant はポンプによってスプレーに送られ、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電極チップの周囲を流れ、サンプルを微粒子のミストとして拡散します。サンプルはセラミック蒸発ヒーターを通過してイオン源の反応領域に移動し、さらにコロナ放電ニードルを通過します。ここで、イオン源ハウジングを通過するサンプル分子がイオン化されます。

図 1-3 ツインAPCIプローブの部品 TBD



項目	説明
1	電極調整ナット 黒のカラー。電極チップの突出を調整します。
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	サンプルまたはキャリブラントをイオン源のサンプル注入口領域にスプレー噴射する電極チップ

ガスおよび電気の接続

ガス接続と低圧および高圧電気接続は、インターフェースの前面プレートを介して供給され、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成します。

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 放射線障害、生物学的危害、化学的危険。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。イオン源排気システム要件は、『現場プランニングガイド』を参照してください。



警告 放射線障害、生物学的危害、化学的危険。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 火災の危険性。イオン源に可燃性の溶媒を3 mL/分以上向けないでください。超えると、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適切に設置された際にイオン源排気システムが起動しておらず、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。

すべての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。プローブを取り付けている間に、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、排気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。排気ポートは排気チャンバとイオン源排気ポンプを経由して排気ボトルに接続し、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、『現場プランニングガイド』を参照してください。

お問い合わせ先

SCIEX

- sciex.com/contact-us
- sciex.com/request-support

お客様のトレーニング

- 北米 NA.CustomerTraining@sciex.com

- ヨーロッパ Europe.CustomerTraining@sciex.com
- ヨーロッパおよび北米以外 sciex.com/educationのお問合せ情報を参照してください。

オンライン学習センター

- training.sciex.com

関連マニュアル

質量分析装置のマニュアルは、質量分析装置のカスタマーリファレンスDVDに収録されています。

イオン源のマニュアルは、イオン源のカスタマーリファレンスDVDに収録されています。

テクニカルサポート

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配備しています。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。詳細は、SCIEXのウェブサイトsciex.comをご覧ください。

イオン源の取り付け

2



警告 感電の危険性。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インストールします。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、イオン源の前面にある強化ガラスウィンドウを通して確認できます。

イオン源が取り付けられている場合、SCIEX OSによってイオン源が認識され、イオン源の識別情報が表示されます。

必要な材料

- イオン源
- ツインESIプローブ
- オプション ツインAPCIプローブ
- 1/4インチレンチ
- イオン源消耗品キット

取り付けの準備



警告 とが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とがっています。

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電極調整ナットを調整して、電極チップを電極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、最も短い電極の電極チップがプローブ終端から0.5 mm 1.0 mm突出している必要があります。[電極チップ拡張部の調整 該当ページ 31](#)を参照してください。

プローブの取り付け

必須手順

- [イオン源の取り外し 該当ページ 28](#)



警告 感電の危険性。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。

注意 システムに障害を与える可能性のあるもの。電極チップ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 システムに障害を与える可能性のあるもの。ツインESIまたはTurbolonSpray® プローブを使用中に、コロナ放電ニードルがアパチャの方に向かないようにしてください。

プローブはイオン源に事前にインストールされていません。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。

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. 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 該当ページ 7](#)を参照してください。
2. 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。
3. 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。
4. ツインAPCIプローブの場合のみ、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ことを確認します。[コロナ放電ニードルのポジションの調整 該当ページ 23](#)を参照してください。

イオン源チューブの接続



警告 感電の危険性。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 放射線障害、生物学的危害、化学的危険。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 該当ページ 7。

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LCポートに取り付け、サンプルチューブナットを手でしっかりと締めます。1/4インチレンチを使用して、さらに1/4回転締めます。
ツインプローブには2つのポートがあります。必ずLCというラベルが付いたポートを使用してください。
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。
4. キャリブランチチューブをCALのラベルが付いたポートに接続します。

質量分析装置へのイオン源の取り付け



警告 感電の危険性。イオン源を質量分析装置に設置する前に、をイオン源に設置します。



警告 挟み込みの危険性。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。

イオン源プローブがイオン源に適切にインストールされていない場合、高電圧電源は供給されません。

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 該当ページ 7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、イオン源のラッチ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、イオン源の識別情報がSCIEX OSに表示されます。

4. 赤いPEEKチューブを使用して、サンプル供給デバイスとイオン源の接地継手部を接続します。

サンプル注入口要件

- 適切な分析手順とメソッドを使用して、外部すきま容積を最小限に抑えます。サンプル注入口が、液体サンプルを損失することなく、すきま溶液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、サンプル注入口内のキャピラリーチューブが粒子、降水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。締めすぎないでください。

漏れの点検



警告 有害化学物質の危険性。白衣、手袋、および安全メガネなどの個人用防護具を着用して、皮膚や目を晒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

3



警告 放射線障害、生物学的危害、化学的危険。イオン源で使用する有害物質や障害性物質の適正使用、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/分以上向けないでください。超えると、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適切に設置された際にイオン源排気システムが起動しておらず、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 穿刺災害、放射線障害、生物学的危害、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担当者 FSE にお問い合わせください。装置に導入された有害物質や障害性物質は、イオン源排気出力に存在します。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 IonSpray™ の電圧が高すぎると、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、目で確認できます。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。

分析物、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。

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。

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 またはティー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。ツインESIプローブは、5 $\mu\text{L}/\text{min}$ 3000 $\mu\text{L}/\text{min}$ の流量に対応します。ツインAPCIプローブは、50 $\mu\text{L}/\text{min}$ 3000 $\mu\text{L}/\text{min}$ の流量に対応します。

ツインESIプローブの最適化



警告 放射線障害、生物学的危害、化学的危害。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。検査室の適切な換気は、溶剤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/分以上向けないでください。超えると、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適切に設置された際にイオン源排気システムが起動しておらず、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。

注意 システムに障害を与える可能性のあるもの。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は、操作中に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システムからイオン源があふれ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ポジションを調整します。

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の方がオンカラム注入法を使用するよりも簡単です。

流量および温度

ツインESIプローブの最適温度は、サンプル導入流量とサンプル溶媒組成の影響を受けます。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。

ツインESIプローブは、多くの場合、サンプル流量40 $\mu\text{L}/\text{min}$ 1000 $\mu\text{L}/\text{min}$ 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 該当ページ 43](#)を参照してください。

システムの設定

1. 必要な流量で移動相が送られるようにLCポンプを構成します。イオン源パラメータおよび電圧 該当ページ 43を参照してください。
2. イオン源の接地継手部をLCポンプに5 μ Lのループを装備したインジェクタを介して 接続するか、オートサンプラに接続します。
3. オートサンプラを使用する場合は、オートサンプラで複数の注入が実行されるように構成します。

システムの準備

1. SCIEX OSソフトウェアを起動します。
2. 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。
3. イオン源の熱を冷ますことが可能だった場合、次を実行します。
 - a. 「Temperature 温度」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。
4. サンプルフローと注入を開始します。

開始条件の設定

1. のイオン源ガス1 (GS1)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。
2. のイオン源ガス 2 (GS2)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。

3. IonSpray Voltageフィールドに適切な値を入力します。
 - ポジティブモード **5500**
 - ネガティブモード **-4500**
4. カーテングスフィールドで、**25**を入力します。
5. 測定を開始します。

ツインESIプローブポジションの最適化



警告 放射線障害、生物学的危害、化学的危険。有害蒸気がイオン源から排出されることを防ぐため、電極がプローブ終端から突出していることを確認してください。電極は、プローブ内部に配置してはなりません。

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、または分析物、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。

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. 前回の水平および垂直マ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。
3. 分析物のシグナルまたはシグナル対ノイズ比をSCIEX OSでモニターします。
4. 水平マ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。
5. 垂直マ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 プローブの垂直ポジション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。

6. プローブに付いている黒の電極調整キャップを使用して、電極チップの突出を調整します。電極チップ拡張部の調整 該当ページ 31を参照してください。

注 両方の電極がプローブから突出していることを確認してください。

ヒント ツインESIプローブからの液体噴射をアパチャから離れる方向に向けます。これにより、アパチャの汚染、シグナルを不安定にする可能性があるCurtain Gas™流量の浸透、液体混入による電気ショートを防ぎます。

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、ツインESI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™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™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、ツインESI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. 「Ion Source Gas 1 イオン源ガス1」および「Ion Source Gas 2 イオン源ガス2」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、「Curtain Gas カーテンガス」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25より低い値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. 「Ion Spray Voltage イオンスプレー電圧」の値を500V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。

- 「Temperature 温度」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。

ツインAPCIプローブの最適化



警告 放射線障害、生物学的危害、化学的危険。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。検査室の適切な換気は、溶剤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 放射線障害、生物学的危害、化学的危険。有害蒸気がイオン源から排出されることを防ぐため、電極がプローブ終端から突出していることを確認してください。電極は、プローブ内部に配置してはなりません。

注意 システムに障害を与える可能性のあるもの。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は、操作中に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システムからイオン源があふれる可能性があります。

ツインAPCIプローブのパラメータ 該当ページ 44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. 必要な流量で移動相が送られるようにLCポンプを構成します。イオン源パラメータおよび電圧 該当ページ 43を参照してください。
2. イオン源の接地継手部をLCポンプに5µLのループを装備したインジェクタを介して 接続するか、オートサンプラに接続します。
3. オートサンプラを使用する場合は、オートサンプラで複数の注入が実行されるように構成します。

システムの準備

1. SCIEX OSソフトウェアを起動します。
2. 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。
3. イオン源の熱を冷ますことが可能だった場合、次を実行します。
 - a. 「Temperature 温度」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。
4. サンプルフローと注入を開始します。

開始条件の設定

1. **Ion Source Gas 1 (GS1)** フィールドに、**30**を入力します。
2. **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 3-1 CUR パラメータ値

質量分析装置	開始値
3200、3500、4000、および 4500 システム	20
5000 および 5500 システム	25
6500および6500 ⁺ システム	30
TripleTOF [®] システム	20 25、流量に応じて

3. **Nebulizer Current (NC)** フィールドで、**1**を入力します。
4. 測定を開始します。

ガス1およびCurtain GasTM流量の最適化

1. 「**Ion Source Gas 1** イオン源ガス1」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、「**Curtain Gas** カーテンガス」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25より低い値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 GasTM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

必要な材料

- 絶縁平刃形ドライバー



警告 感電の危険性。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圧に触れないようにします。

ツインAPCIプローブを使用するとき、コロナ放電ニードルがアパチャの方を指していることを確認します。

1. 絶縁平刃形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ていることを確認します。

ツインAPCIプローブポジションの最適化

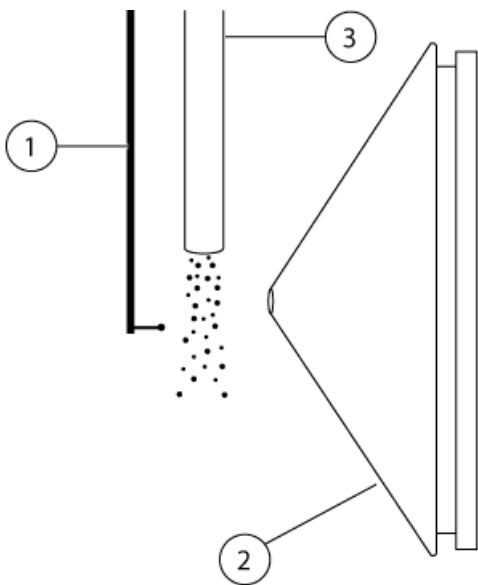


警告 放射線障害、生物学的危害、化学的危険。有害蒸気がイオン源から排出されることを防ぐため、電極がプローブ終端から突出していることを確認してください。電極は、プローブ内部に配置してはなりません。

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、または分析物、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 3-1 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	ツイン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、開始ポジションとしてこれらを5に設定します。

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噴射しないでください。

2. 分析物のシグナルまたはシグナル対ノイズ比をSCIEX OS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 サンプルイオンとキャリアブラントイオンの両方が適切な感度に達するまで、水平マイクロメータを調整してください。

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. 黒の電極調整キャップをプローブ上で調整して、電極チップを伸ばします。 [電極チップ拡張部の調整 該当ページ31](#)を参照してください。

注 両方の電極がプローブから突出していることを確認してください。

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「**Nebulizer Current** ネブライザ電流」の値を1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やします。

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 μ A 5 μ 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。

- 「**Temperature 温度**」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™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™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。
- 以下の目的で、プローブからの液体噴射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™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。
- IonSpray™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

4

このセクションに示すすべてのメンテナンス手順には、以下の警告が適用されます。



警告 熱くなった表面の危険性。 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、イオン源の表面と真空インターフェースコンポーネントが熱くなります。



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、および安全メガネなどの個人用防護具を着用して、皮膚や目を晒さないようにします。



警告 放射線障害、生物学的危害、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、システムがスタンバイ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 感電の危険性。 操作中、イオン源に印加された高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、システムを待機モードにします。



警告 穿刺災害、放射線障害、生物学的危害、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担当者 **FSE** にお問い合わせください。装置に導入された有害物質や障害性物質は、イオン源排気出力に存在します。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。

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。イオン源クリーニング頻度を決定または予防メンテナンスを実施する場合、次の内容を考慮します。

- テストされた化合物
- 準備メソッドの清浄度
- 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 システムに障害を与える可能性のあるもの。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
- 平刃形ドライバー
- 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

イオン源の取り外し

注 質量分析装置の電源がオンの時は、9 L/min の流量の窒素ガスが流れ続けます。

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. SCIEX OS ソフトウェアのステータスパネルで、スタンバイをクリックします。
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. キャリブランチチューブをチェックバルブから取り外します。
7. 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。
8. 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。
9. 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

必須手順

- [イオン源の取り外し 該当ページ 28](#)



警告 感電の危険性。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。そのためには、SCIEX OSでフラッシュ操作専用のメソッドを設定します。

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. SCIEX OSソフトウェアの「**MS Methods MSメソッド**」ワークスペースで、以下を実行します。
 - a. 「**Temperature 温度**」を**500 600**に設定します。
 - b. 「**Ion Source Gas 1 イオン源ガス1**」と「**Ion Source Gas 2 イオン源ガス2**」を**40**以上に設定します。
 - c. 「**Curtain Gas カーテンガス**」を最も高い値に設定します。
 - d. 「**Temperature 温度**」のセットポイントに到達するまで待機します。
4. 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。

プローブの取外し

必須手順

- [イオン源の取り外し 該当ページ 28](#)



警告 感電の危険性。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 システムに障害を与える可能性のあるもの。電極チップ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。

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. キャリブランチチューブナットを緩めて、キャリブランチチューブをプローブから外します。
3. 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。
4. 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。
5. プローブを安全で清潔な表面に置きます。

ツイン電極の交換

必須手順

- [イオン源の取り外し 該当ページ 28](#)
- [プローブの取外し 該当ページ 29](#)



警告 感電の危険性。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 とが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とがっています。

プローブにはツイン電極が装備されています。性能の低下が見られるときはツイン電極を交換します。

この手順は、両方のプローブに適用されます。

1. 電極調整ナットを取り外してから、ツイン電極を取り外します。
2. プローブ内部にツイン電極を取り付け、電極調整ナットを締めます。
3. プローブを取り付けます。[プローブの取り付け 該当ページ 14](#)を参照してください。
4. サンプルチューブを接続します。
5. キャリブランチチューブを接続します。
6. 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 該当ページ 13](#)を参照してください。

7. 電極チップ拡張部を調整します。 [電極チップ拡張部の調整 該当ページ31](#)を参照してください。

電極チップ拡張部の調整



警告 放射線障害、生物学的危害、化学的危険。有害蒸気がイオン源から排出されることを防ぐため、電極がプローブ終端から突出していることを確認してください。電極は、プローブ内部に配置してはなりません。

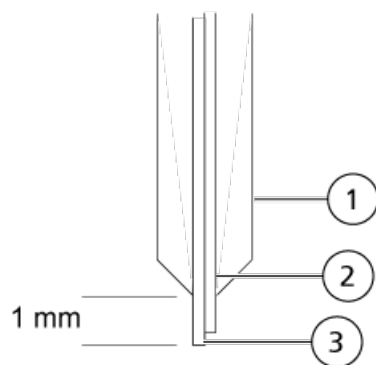


警告 とがった部分により怪我をする危険性。電極を取り扱うときは注意してください。電極チップは非常にとがっています。

電極チップ拡張部を調整して、最良の性能を確保します。最適な設定値は化合物に左右されます。サンプル電極チップの突出距離はスプレー噴射コーンの形状に影響を及ぼし、スプレー噴射コーンの形状は質量分析装置の感度に影響を及ぼします。

- 黒の電極調整キャップをプローブ上で調整するか、電極先端を伸ばします。サンプル電極チップはプローブ終端から1.0 mm以上突出している必要があります。

図 4-1 電極チップ拡張部の調整



項目	説明
1	プローブ
2	キャリブラント電極
3	サンプル電極

注 両方の電極がプローブから突出していることを確認してください。

コロナ放電ニードルの交換

必須手順

- [イオン源の取り外し 該当ページ 28](#)
- [プローブの取外し 該当ページ 29](#)



警告 感電の危険性。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。

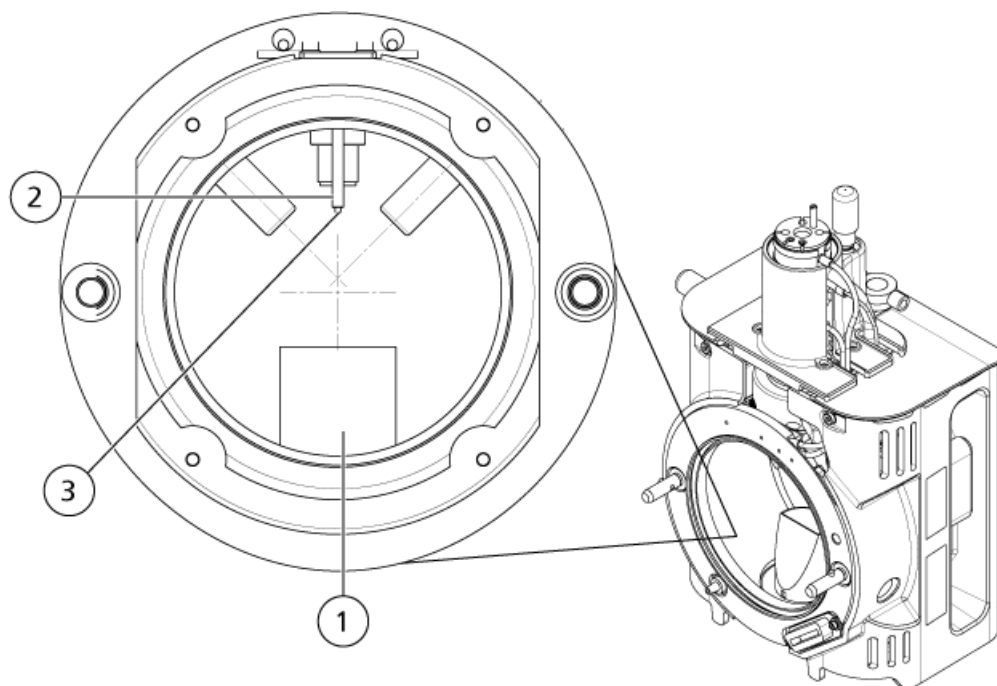


警告 とがった部分により怪我をする危険性。ニードルの取扱は慎重に行います。ニードルチップは非常に尖っています。

コロナ放電ニードルチップが、ニードルから切除しなければならないほど腐食することがあります。腐食が発生した場合は、コロナ放電ニードル全体を交換します。

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 4-2 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チップ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. 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。
4. 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。
5. 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 該当ページ 13](#)を参照してください。

サンプルチューブの交換

必須手順
<ul style="list-style-type: none"> • 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 該当ページ 28。



警告 感電の危険性。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 キャリブメントチューブを交換するには、システムユーザーガイドを参照してください。

サンプルチューブに詰まりがある場合、次の手順を使用して交換します。

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. 前回と同じ長さのチューブのサンプルチューブと交換します。
3. イオン源をインストールします。 [イオン源の取り付け 該当ページ 13](#)を参照してください。
4. サンプルフローを開始します。

兆候	考えられる原因	対策
SCIEX OSから、質量分析装置が故障状態になったと報告されました。	<ul style="list-style-type: none"> プローブが取り付けられていません。 プローブがしっかりと接続されていません。 	<ul style="list-style-type: none"> プローブを取り付けます。プローブの取り付け 該当ページ 14を参照してください。 プローブを取り付け直します。 <ol style="list-style-type: none"> プローブを取り外します。プローブの取外し 該当ページ 29を参照してください。 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。プローブの取り付け 該当ページ 14を参照してください。
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。 ツイン電極の交換 該当ページ 30 を参照してください。
感度がよくありません。	<ul style="list-style-type: none"> 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。 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。 短い方の電極がプローブから突出していません。 	<ul style="list-style-type: none"> 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。 Curtain Gas™ 流量を最適化します。イオン源の最適化 該当ページ 17を参照してください。 電極チップ拡張部を調整します。電極チップ拡張部の調整 該当ページ 31を参照してください。

兆候	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。	<ul style="list-style-type: none"> テスト溶液が正しく用意されていません。 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。 	<ul style="list-style-type: none"> テスト溶液が正しく用意されたかを確認します。 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。
バックグラウンドノイズが高いです。	<ul style="list-style-type: none"> 温度 (TEM) が高すぎます。 ヒーターガス流量 GS2 が多すぎます。 イオン源が汚染されています。 	<ul style="list-style-type: none"> 温度を最適化します。 ヒーターガス流量を最適化します。 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以下のように調整します。 <ol style="list-style-type: none"> プローブをアパチャ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。 インターフェースヒーターの電源が入っているかを確認します。 ポンプ流量 1 mL/min でメタノール 水 (50:50) を注入します。 SCIEX OSで、「TEM」を650に、「GS1」を60に、「GS2」を60に、それぞれ設定します。 「CUR」流量を45または50に設定します。 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。

兆候	考えられる原因	対策
イオン源の性能が劣化しています。	<ul style="list-style-type: none"> プローブが最適化されていません。 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。 サンプル注入口接続器に漏れがあります。 	<ul style="list-style-type: none"> プローブを最適化します。 ツインESIプローブの最適化 該当ページ18または ツインAPCIプローブの最適化 該当ページ21を参照してください。 サンプルが適切に用意されたことを確認します。 接続器が絞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。 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。
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。 コロナ放電ニードルのポジションの調整 該当ページ23 を参照してください。
キャリブメント信号が低くなっています。	<ul style="list-style-type: none"> CDSが接続されていません。 CDSのチューブが詰まっています。 	<ul style="list-style-type: none"> CDSの接続を確認します。 キャリブメントチューブの詰まりを点検します。

エレクトロスプレーイオン化モード

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プローブの両側にそれぞれ45度の角度で配置されています。IonSpray™からの放出物とターボヒーターからの加熱された乾燥ガスの混成物が、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。

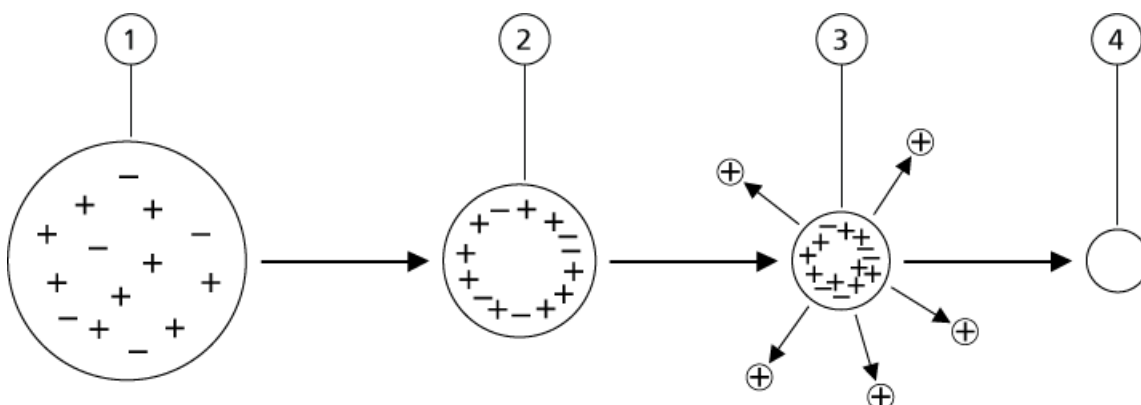
IonSpray™電圧とターボヒーターの相互作用によってストリームが収束し、液滴の蒸発速度が速くなるため、結果的にイオンシグナルが増加します。加熱されたガスがイオン蒸発効率を高めるため、感度が向上し、処理できる液体サンプル流量が多くなります。

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から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。

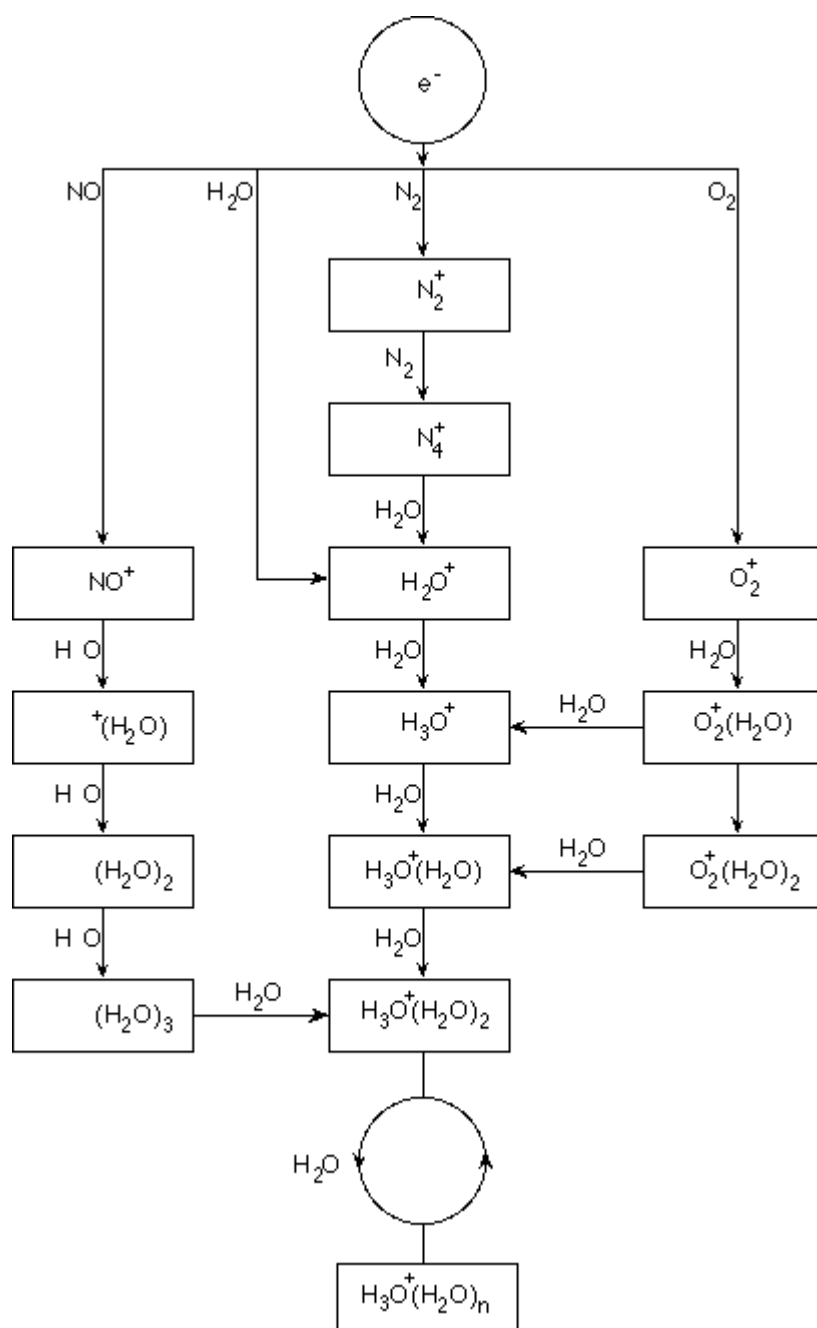
ほとんどの有機分子の溶媒和エネルギーが知られていないため、イオン蒸発に対する特定の有機イオンの感度を予測することは難しいです。液体の表面に堆積する界面活性剤を非常に高感度に検出することができるため、溶媒和エネルギーが重要なことは明らかです。

APCI モード

液体クロマトグラフィーを質量分析法にリンクさせることにおける過去の非適合性の根拠は、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ることに起因しています。ツインAPCIプローブプロセスは加熱されたセラミックチューブ内でサンプルを微細に拡散した小さな液滴に優しくネブライズするため、サンプルが急速に蒸発し、サンプル分子が分解しません。

[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



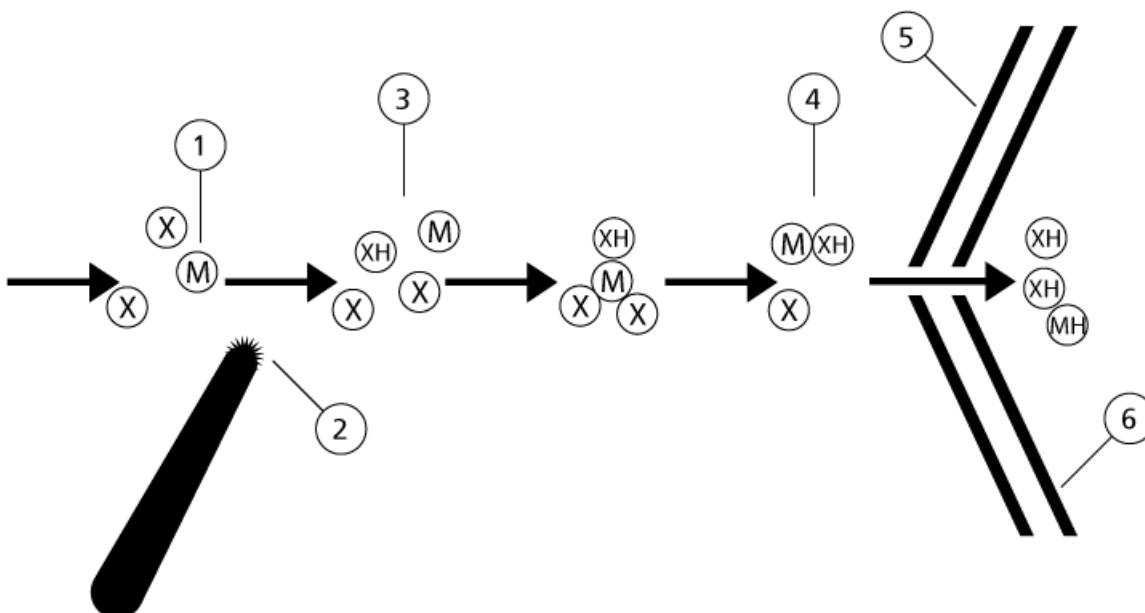
主要一次イオン N_2^+ , O_2^+ , H_2O^+ 、および NO^+ は、コロナが生成した電子が空中の主な自然構成要素に衝突することで形成されます。 NO^+ は通常、正常な空中の主な構成要素ではないものの、コロナ放電で引き起こされる自然反応により、イオン源内にこの種の堆積する割合が多くなります。

ツインAPCIプローブから導入されたサンプルは、ネブライザガスの助けを借りて、加熱さ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、蒸発した溶剤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、正モードによるプロトン移動プロセスを通じて、また、負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。

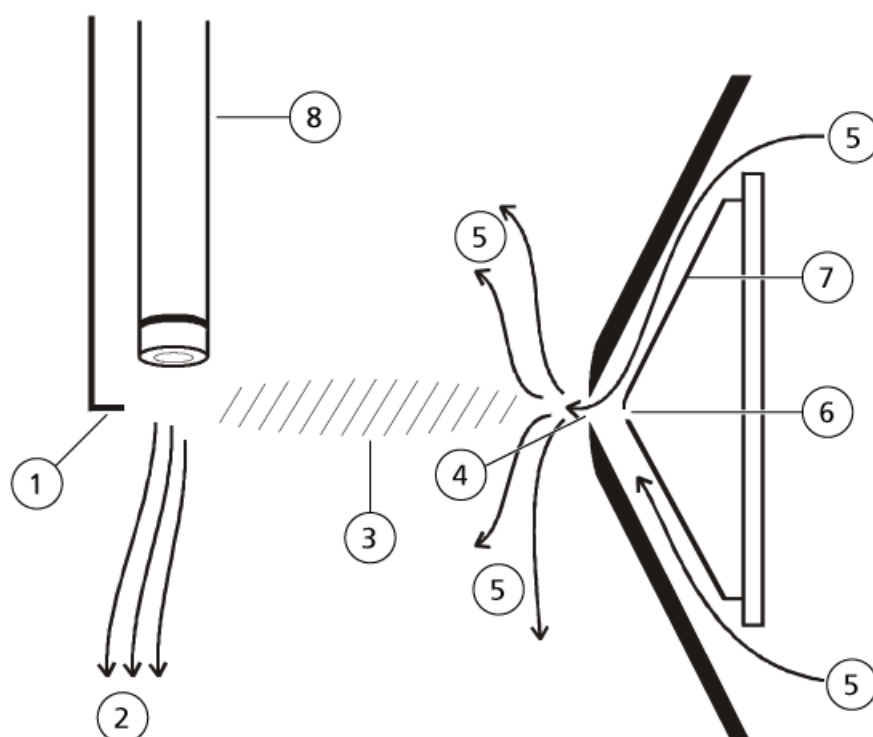
逆相用途の場合、試薬イオンは、正モードでプロトン化した溶媒分子と負モードで溶媒和した酸素イオンで構成されています。優性熱力学を用いて、モディファイアを追加すると試薬イオン組成が変化します。例えば、アセテートバッファまたはモディファイアを追加すると、負モードでアセテートイオン $[\text{CH}_3\text{COO}]^-$ 一次試薬を作ることができます。アンモニウムモディファイアは、正モードでプロトン化したアンモニア $[\text{NH}_4]^+$ 一次試薬を作る場合があります。

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ーイオン)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ト化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、ツイン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 N_2^+ および 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	サンプル流量
3	無壁反応器
4	カーテンプレートアパチャ
5	カーテンガス™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、カーテンガスを經由して質量分析装置内に入ります。ツイン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ーイオン)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関わらず、プロダクトイオンの多くが固定化します。プロダクトと反応性イオンの形成は、760 torr (大気) の作動圧時の平衡条件に左右されます。

ツイン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、ツイン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。ツイン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。

ツインESIプローブのパラメータ

次の表に、ツインESI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、カーテングス™ 流量を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、流量注入量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 ツインESI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
カーテングス™ 供給	25 psi	25 psi	25 psi	25 psi 50 psi
温度*	0 °C 200 °C	200 °C 650 °C	400 °C 750 °C	最大750 °C
デクラスタリングポテンシャル (DP) **	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
プローブ水平マクロメータ設定	4 6	4 6	4 6	0 10
<p>* 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。</p> <p>** DP 値は化合物に左右されます。</p>				

ツインAPCIプローブのパラメータ

表 B-2 ツイン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 µL/min	200 µL/min 2000 µL/min
ガス 1 (ネブライザガス)	30psi	0 psi 90 psi
カーテンガス™供給	25 psi	25 psi 50 psi
温度*	400 °C	100 °C 750 °C
ネブライザ電流 (NC)	ポジティブ 3 µA ネガティブ -3 µA	ポジティブ 0 mA 5 µA ネガティブ -5 mA 0 µA
デクラスタリングポテンシャル (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
* 温度値は化合物に左右されます。		

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	ツインESI、ツインAPCI、TurbolonSpray®、およびAPCIプローブのネブライザガスを制御します。 動作原理—イオン源 該当ページ 37 を参照してください。
イオン源ガス2	ESI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。 動作原理—イオン源 該当ページ 37 を参照してください。

表 B-3 イオン源固有パラメータ (続き)

パラメータ	説明
カーテンガス	<p>カーテンガスへのガスの流量の制御TMインターフェース。カーテンガ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 GasTM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	<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 - ESIプローブ	<p>ESIプロー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、温度とヒーターガス イオン源ガス2 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、最適なプロー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、プローブの性能は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のプロー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、特にプローブが非常に低く設定されていると 5 mm 13 mm、溶媒がプローブチップで早期に蒸発することがあります。</p>
温度 - APCIプローブ	<p>APCI プロー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、最適なプロー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、プローブの性能は流量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のプロー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	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は通常、広い範囲 ポジティブモードで約1 μ A 5 μ 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	ESI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	このパラメータは、常に有効になります。 このパラメータにより、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。

Probe Position

The position of the probe can affect the sensitivity of the analysis. Refer to [イオン源の最適化 該当ページ 17](#) for more information on how to optimize the position of the probe.

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% ツインESIプローブの場合、または体積で0.1% 2.0% ツイン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アは、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

次のモディファイアは、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もあります。

- 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

消耗品およびスペア

C

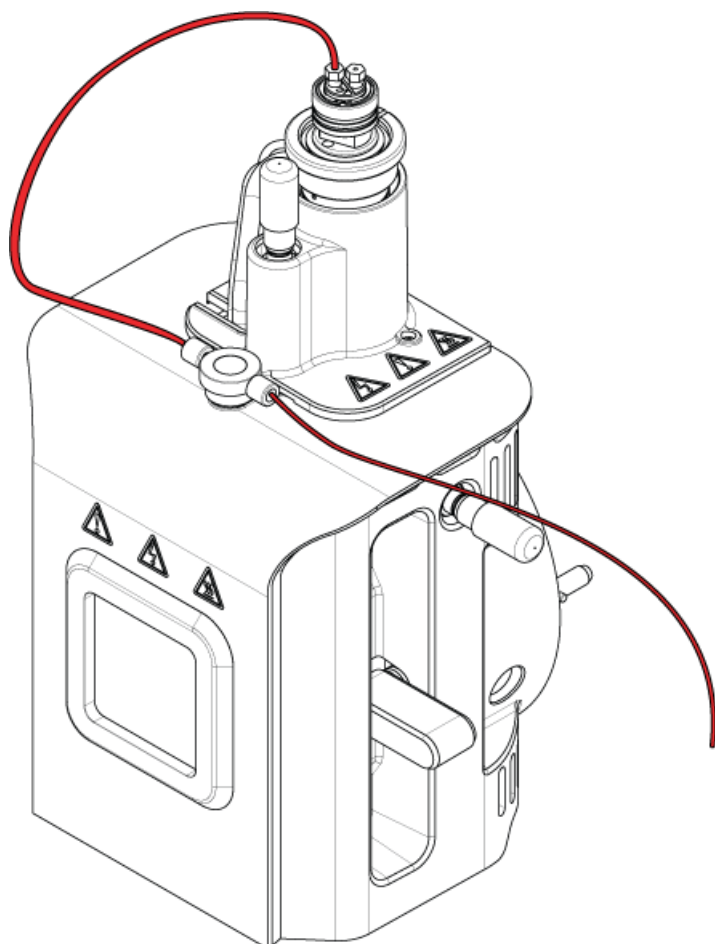
表 C-1 消耗品

PN	説明	数量	詳細
016316	チューブ*1 16 OD X .005 BORE	cm	赤の PEEK チューブ (0.005-インチ口径)。サンプルチューブの交換 該当ページ 33 を参照してください。
016325	接続部*PEEK 10 32 X 1 16 インチ	1	茶の PEEK 接続器。サンプルチューブの交換 該当ページ 33 を参照してください。
016485	チューブ*外径 1 16 - 内径 0.0025 インチ PEEK	cm	黄褐色の PEEK チューブ (0.0025-インチ口径)。サンプルチューブの交換 該当ページ 33 を参照してください。
019675	接続部*ティーインサート .25 口径	1	ティーインサート 0.25 mm口径
5044626	アセンブリ* ESI ツイン電極	1	ツイン ESI プローブ電極
5045380	アセンブリ* APCI ツイン電極	1	ツイン APCI プローブ電極

表 C-2 スペア

PN	説明	数量	詳細
027947	FRU (フィールド交換可能ユニット)*キット用ネブライザ ニードル	1	コロナ放電ニードル。コロナ放電ニードルの交換 該当ページ 32 を参照してください。
5041898	キット* ESI ツインスプレープローブ検査済み	1	ツイン ESI プローブアセンブリ
5041899	キット* APCI ツインスプレープローブ検査済み	1	ツイン APCI プローブアセンブリ

図 C-1 赤いPEEKチューブ



改訂履歴

改訂	変更の説明	日時
A	マニュアル初版	2015年12月