
IonDrive Turbo V 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ます。

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できます。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。

ここに記載されている商標および / または登録商標は、関連するロゴを含め、米国および / またはその他の特定の国における AB Sciex Pte. Ltd.、またはその該当する所有者の所有物です(sciex.com/trademarks をご覧ください)。

AB Sciex™ はライセンスの下で使用されています。

© 2022 年 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.



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

目次

第 1 章：操作上の予防措置および制限事項	6
操作上の注意事項および危険有害性	6
化学物質に関する注意	7
システムに対して安全な液体	8
検査室条件	9
安全な環境条件	9
性能仕様	9
機器の利用と変更	9
第 2 章：イオン源の概要	11
イオン化モード	11
ESI モード	11
APCI モード	12
イオン源コンポーネント	13
プローブ	14
TurbolonSpray プローブ	14
APCI プローブ	15
ガスおよび電気の接続	16
イオン源検出回路	16
イオン源排気システム	17
第 3 章：イオン源の取り付け	19
取り付けの準備	19
プローブの取り付け	19
イオン源チューブの接続	20
質量分析装置へのイオン源の取り付け	21
サンプルインレット要件	23
漏れの点検	23
第 4 章：イオン源の最適化	24
サンプル導入	24
メソッド	24
流量	25
TurbolonSpray プローブの最適化	25
流量およびイオン源温度	26
システムをティー注入用にセットアップする	26
TurbolonSpray プローブポジションの最適化	27
イオン源/ガスパラメータおよび電圧の最適化	29
イオン源最適化の手順(SCIEX OS)	30
ターボヒーター温度の最適化	31

目次

最適化に関するヒント.....	31
第 5 章：イオン源のメンテナンス.....	33
推奨されるメンテナンススケジュール.....	34
IonDrive Turbo V イオン源.....	35
イオン源の取り外し.....	36
イオン源の表面のクリーニング.....	37
プローブのクリーニング.....	37
プローブの取り外し.....	37
電極の交換.....	38
コロナ放電ニードルの交換.....	40
サンプルチューブの交換.....	41
保管と取り扱い.....	42
第 6 章：イオン源のトラブルシューティング.....	43
付録 A：動作原理 — イオン源.....	47
エレクトロスプレーイオン化モード.....	47
APCI モード.....	48
APCI イオン化領域.....	50
付録 B：イオン源パラメータおよび電圧.....	53
TurbolonSpray プローブのパラメータ.....	53
APCI プローブのパラメータ.....	54
パラメータの説明.....	54
プローブポジション.....	56
溶媒組成.....	56
デクラスタリングポテンシャル(DP).....	57
付録 C：イオン源の最適化(Analyst/Analyst TF ソフトウェア).....	58
TurbolonSpray プローブの最適化.....	58
システムの設定.....	59
システムの準備.....	59
開始条件の設定.....	59
APCI プローブの最適化.....	60
システムの設定.....	61
システムの準備.....	61
開始条件の設定.....	61
イオン源 / ガスパラメータの最適化.....	62
コロナ放電ニードルのポジションの調整.....	62
APCI プローブポジションの最適化.....	63
ネブライザ電流の最適化.....	65
APCI プローブ温度の最適化.....	65
付録 D：シンボルについての用語集.....	66

お問い合わせ先	72
お客様のトレーニング	72
オンライン学習センター	72
SCIEX サポート	72
サイバーセキュリティ	72
ドキュメント	72

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、[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有害性

質量分析装置の規制情報および安全上の情報は、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、生物学的危険、または有害化学物質の危険。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なしに、イオン源を使用しないでください。



警告! 高温面の危険。メンテナンス手順を開始する前に、IonDrive Turbo V のイオン源を少なくとも 90 分そのままにして熱を下げます。操作中、イオン源の表面の一部と真空インターフェースが熱くなります。



警告! 尖った部分により怪我をする危険、イオン化放射線障害の危険、生物学的危険、または有害化学物質の危険。イオン源のウイ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障害性物質は、イオン源排気出力に混入します。装置からの排気は室外に換気してください。認定を受けたラボ安全手順に従い、鋭利物を処分します。



警告! 有害化学物質の危険があります。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、生物学的危険、または有害化学物質の危険。化学物質の流出が発生した場合は、製品安全性データシートを参照し、詳細な指示を確認してください。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状態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。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、システムをスタンバイ状態にします。

化学物質に関する注意



警告! イオン化放射線障害の危険、生物学的危険、または有害化学物質の危険。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。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。漏れを防ぐために、ドレ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。

- サービスや定期メンテナンスの前に、システムに使用された化学物質を特定してください。化学物質について従うべき安全衛生対策については、Safety Data Sheet を参照してください。保管については、分析証明書を参照してください。SCIEX 安全性データシートまたは分析証明書を見つけるには、sciex.com/tech-regulatory にアクセスしてください。
- 割り当てられた個人用保護具を常に着用してください。これにはパウダーフリーの手袋、安全メガネ、および白衣が含まれます。

注: ニトリルまたはネオプレンの手袋をお勧めします。

- 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。
- 化学物質の使用および廃棄については十分注意してください。化学物質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、人身傷害の危険があります。
- 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。

操作上の予防措置および制限事項

- 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。
- 生物学的危険のある物質、毒性物質、および放射性物質の保管、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: ダメージを与える恐れ。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

- LC-MS グレードアセトニトリル、最大 100%
- LC-MS グレードメタノール、最大 100%
- LC-MS グレードイソプロパノール、最大 100%
- LC-MS グレード以上の水、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剤、最大 100 %
- ヘキサン 最大 100%

・ バッファ

- 酢酸アンモニウム; 100mM 未満
- ギ酸アンモニウム; 100mM 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

安全な環境条件

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: 海抜 2,000 m(6,560 フィート)以下
- 周辺温度: 5 °C(41 °F) ~ 40 °C(104 °F)
- 相対湿度: 20 % ~ 80 %、結露なし。
- 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 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。

システムは、質量分析装置設置計画概要書で推奨されている環境条件下にある屋内の検査室内で使用してください。

システム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、機器に備わっている性能や保護機能が損なわれる可能性があります。

システム上で認定外の変更や動作を行ったために人身傷害や機器の破損が発生した場合は、保障が適用されない可能性があります。システムが推奨環境条件の範囲外で使用された場合、およ

操作上の予防措置および制限事項

び認定外の変更を行った場合のどちらであっても、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。

イオン源の概要

2

IonDrive 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。

IonDrive Turbo V イオン源は、特に流量が多い場合に、供給する熱量を高め、脱溶媒和とイオン化を向上させることを目的に設計されました。それは、イオン化向上のためのヒーター直径の増加、「スイートスポット」の拡大、性能ばらつきの低減を特徴としています。

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。

設置手順は以下のシステムで行うことができます。

- TripleTOF 6600 および 6600+ システム
- QTRAP および SCIEX Triple Quad システム

このガイドでは、質量分析装置を制御するソフトウェアを制御ソフトウェアと呼びます。制御ソフトウェアは、使用する質量分析装置によって異なります。次の表を参照してください。

表 2-1 : 質量分析装置と制御ソフトウェア

質量分析装置	ソフトウェア
SCIEX Triple Quad 6500、および 6500+ システム	Analyst ソフトウェアまたは SCIEX OS ソフトウェア
QTRAP 6500 および 6500+ システム	Analyst ソフトウェア
TripleTOF 6600 および 6600+ システム	Analyst TF ソフトウェア

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。ESI は、加熱されたガスフローにより、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、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。ESI は $5 \mu\text{L}/\text{min} \sim 3,000 \mu\text{L}/\text{min}$ 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](#) 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。

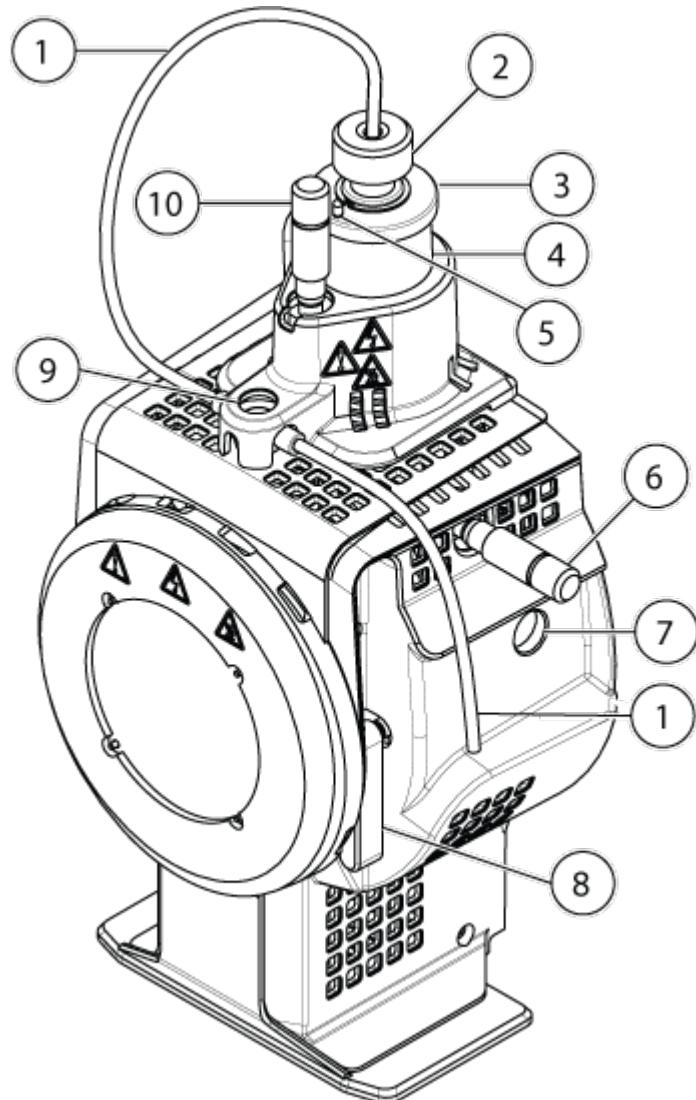
- ・ 溶液にすぐにイオンを形成しない化合物のイオン化。これらは通常、非極性化合物です。
- ・ LC-MS/MS 実験の単純な APCI スペクトルの生成。
- ・ 複雑で汚れているサンプルの高スループット分析。イオン抑制効果に対する感度は比較的低くなります。
- ・ LC カラムありまたはなしの流量注入による急速なサンプル導入。

APCI 法は揮発性化合物や熱に不安定な化合物に使用でき、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。APCI プローブは、流出物全体を分岐せずに、広口径カラムを介して流量 200 $\mu\text{L}/\text{min}$ ~ 3,000 $\mu\text{L}/\text{min}$ で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
1	サンプルチューブ
2	エレクトロード調整ナット
3	止めリング
4	プローブタワー
5	コロナ放電ニードル調整ねじ
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イクロメータ

イオン源の概要

項目	説明
7	ウインドウポート
8	イオン源を質量分析装置に固定する 2 つのイオン源ラッチのうちの 1 つ
9	接地継手部。イオン源カバー下のため見えません。
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イクロメータ

プローブ

TurbolonSpray 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 2-2 : イオン源仕様

仕様	TurbolonSpray プローブ	APCI プローブ
温度範囲	周囲温度から 750 °Cまで(液体流量によって異なる)	周囲温度から 750 °Cまで(液体流量によって異なる)
液体流量注入口	5 µL/min ~ 3,000 µL/min	200 µL/min ~ 3,000 µL/min
イオン源ガス 1 / イオン源ガス 2	質量分析装置の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 プローブの場合は TIS、APCI プローブの場合は HN)。

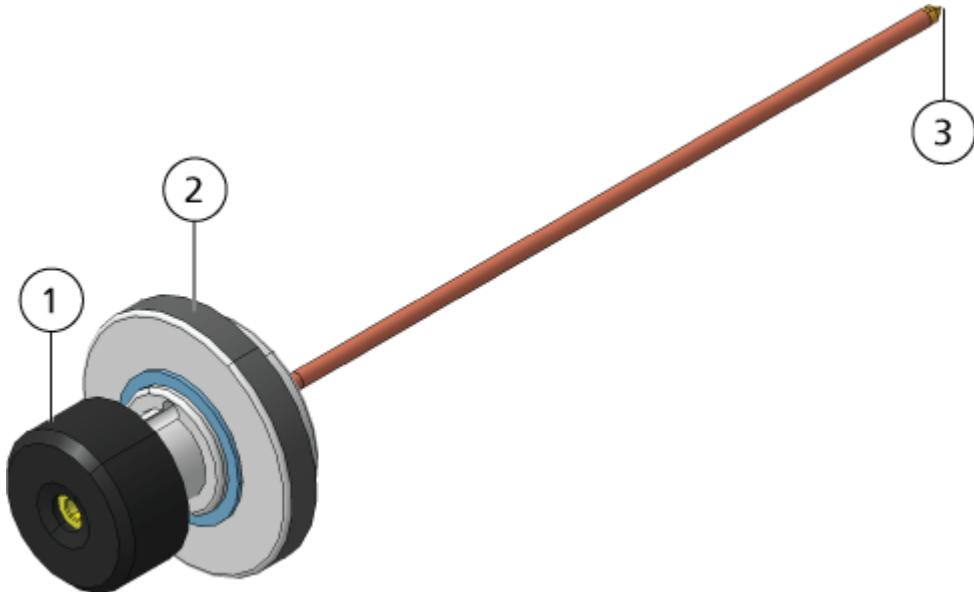
TurbolonSpray プローブ

TurbolonSpray プローブは、外径(o.d.)300 µm(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 プローブから導入されたサンプルは、高電圧 (Analyst ソフトウェアでは **IonSpray Voltage**、Analyst TF ソフトウェアでは **IonSpray Voltage Floating**、または SCIEX OS では **Spray voltage**) の印加により、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高温の乾燥したゼログレードエアのジェット噴射によって噴霧され、高い電荷を帯びた小さい液滴のミストになります。イオン源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 度の角度で発射されます。[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。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 プローブの部品



項目	説明
1	電極チップの拡張量を調整する電極調整ナット(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電極チップ

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って汲み上げられ、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 °C ~ 750 °C に維持することができ、ヒーターに内蔵されたセンサーによってモニタ一されます。

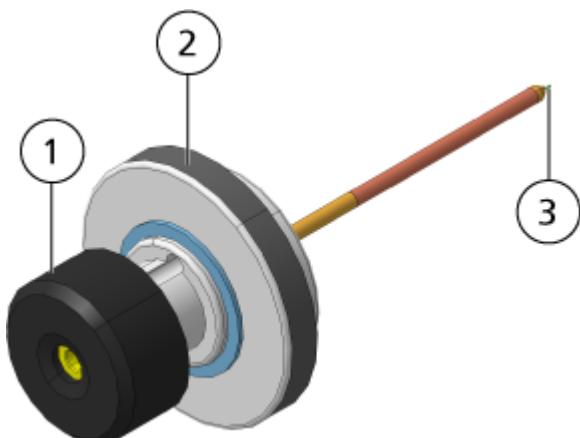
高速ジェット噴射されたネブライザガスが電極チップの周囲を流れ、サンプルを微粒子のミストとして拡散します。サンプルはセラミック気化ヒーターを通してイオン源の反応領域に移動し、コロナ放電ニードルを通過します。サンプル分子はここで、イオン源ハウジングを通過するときにイオン化されます。[動作原理 — イオン源](#)を参照してください。



警告! 尖った部分により怪我をする危険。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。

イオン源の概要

図 2-3 : APCI プローブの部品



項目	説明
1	電極チップの拡張量を調整する電極調整ナット(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電極チップ

ガスおよび電気の接続

ガス接続部と低電圧および高電圧の電気接続部は、真空インターフェースのフロントプレートに装備されており、イオン源ハウジングに内部接続されています。質量分析装置にイオン源を取り付けると、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

イオン源検出回路は、次の条件下で、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。

- ・ イオン源が取り付けられていないか、正しく取り付けられていない場合。
- ・ 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。
- ・ イオン源が過熱している場合。

イオン源排気システム



警告! イオン化放射線障害の危険、生物学的危険、または有害化学物質の危険。サンプル蒸気の排気をラボ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、一般的な建物の排気口に排出され、ラボ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、生物学的危険、または有害化学物質の危険。有害蒸気がラボ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ラボ用ドラフトチャンバ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、生物学的危険、または有害化学物質の危険。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。

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、ラボ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。プローブが取り付けられているときに、イオン源の真空がセットポイントを上回ると、システムは排気障害(準備中)状態になります。

作動中の排気システムは、化学ノイズを発生させることなく、ドレインポート経由でイオン源排気(ガス、溶媒、サンプル蒸気など)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。

イオン源の概要

注: イオン源排気システムは定期的に点検して、排気チューブに損傷がなく、排気が室内に漏れていないことを確認します。

イオン源の取り付け

3



警告! 感電の危険。この手順の最終手順として、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。

注意: ダメージを与える恐れ。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、両手(イオン源の各面に1つ)で持ち上げたり持ち運んだりできるように設計されています。

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イ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。

必要な資材

- ・ イオン源
- ・ TurbolonSpray
- ・ (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。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。

プローブ上の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で移動します。[図 2-2](#) および [図 2-3](#) を参照してください。

最適な安定性と性能を確保するために、電極チップ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



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。

イオン源の取り付け



警告! 尖った部分により怪我をする危険。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: ダメージを与える恐れ。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: ダメージを与える恐れ。TurbolonSpray プローブを使用している場合は、コロナ放電ニードルチップを必ずアパチャ(開口部)から離してください。

実施前提手順

- [イオン源の取り外し](#).

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。

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、リングのネジとタワーのネジを噛み合わせてから、リングを手できつく締めます。
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装置の間を接地します。



警告! イオン化放射線障害の危険、生物学的危険、または有害化学物質の危険。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](#)を参照してください。

1. 30 cm の赤い 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最上部のポートに取り付け、サンプルチューブナットを手でできつく締めます。
 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: ダメージを与える恐れ。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。

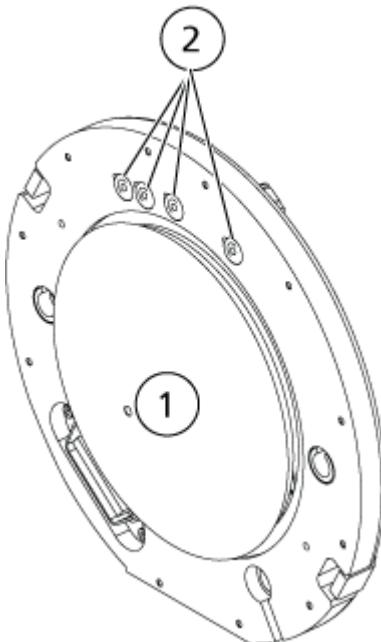
注: プローブがイオン源に適切に取り付けられていない場合、質量分析装置とイオン源排気システムの高電圧電源はオフになります。

イオン源の取り付け

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、イオン源の識別情報が制御ソフトウェアに表示されます。
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、外部デッドボリュー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、デッドボリュー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、すべての接続部がしっかりと締められていることを確認します。締め過ぎないよう注意してください。

漏れの点検



警告! 有害化学物質の危険があります。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、生物学的危険、または有害化学物質の危険。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なしに、イオン源を使用しないでください。



警告! 火災の危険。イオン源に可燃性の溶剤を 3 mL/分以上向けないでください。最大流量を上回ると、溶剤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、イオン化放射線障害の危険、生物学的危険、または有害化学物質の危険。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障害性物質は、イオン源排気出力に混入します。装置からの排気は室外に換気してください。認定を受けたラボ安全手順に従い、锐利物を処分します。

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は、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)またはティー注入を用い、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ヒグナルの安定性を最大化します。

[TurbolonSpray プローブの最適化](#)または [APCI プローブの最適化](#)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 ポンプまたはシリジポンプによってイオン源に運ばれます。LC ポンプでサンプルを送る場合、フローインジェクション分析(FIA)またはティー注入を使用して移動相に直接注入するか、シリジポンプを介して注入するか、またはループインジェクタもしくはオートサンプラーを使用して分離カラム経由で注入できます。シリジポンプで導入する場合、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。

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 プローブは、5 $\mu\text{L}/\text{min}$ ～3,000 $\mu\text{L}/\text{min}$ の流量に対応しています。APCI プローブは、200 $\mu\text{L}/\text{min}$ ～3,000 $\mu\text{L}/\text{min}$ の流量に対応しています。

TurbolonSpray プローブの最適化



警告! イオン化放射線障害の危険、生物学的危険、または有害化学物質の危険。イオン源排気システムが接続され機能していること、およびラボ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、溶剤やサンプル排気の制御と、システムを安全に操作する上で必要です。



警告! 火災の危険。イオン源に可燃性の溶剤を 3 mL/分以上向けないでください。最大流量を上回ると、溶剤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、生物学的危険、または有害化学物質の危険。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: ダメージを与える恐れ。質量分析装置に接続されている LC 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状態に入ると、LC システムがイオン源をあふれさせます。

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ニカラム注入法を使用するよりも簡単です。

注: イオン源電圧が高過ぎると、コロナ放電が発生するおそれがあります。Analyst ソフトウェアでは、これは **IonSpray Voltage** フィールドです。Analyst TF ソフトウェアでは、これは **IonSpray Voltage Floating** フィールドです。コロナ放電はプローブの先端で青く光るため、目視で確認できます。コロナ放電によって、シグナルの感度と安定性が低下します。

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。流量が多いほど、または水分含有量が多いほど、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 $\mu\text{L}/\text{min}$ ~ 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](#)を参照してください。

システムをティー注入用にセットアップする

注: このプロセスでは、トリアジンの注入を例に挙げています。別の化合物を最適化する場合は、最適化処理でその化合物を使用します。

注: このプロセスは、Analyst ソフトウェアと SCIEX OS の両方に適用されます。最適化の具体的な手順は、[システムの設定](#)を参照してください。

1. LC システムに分析カラムが装着されていないことを確認してください。
2. オートサンプラー-アウトレットチューブを継手部に接続し、継手部のもう一方の端にチューブを接続します。このチューブをティー継手に接続します。
3. PEEK チューブを使用して、ティーの出力側を質量分析装置の接地継手部に接続します。
4. ニードルを 1 mL シリンジに接続します。
5. 適量のトリアジン注入希釈液をシリンジに充填します。カスタマー習熟チェックリストを参照してください。
シリンジから気泡が除去されていることを確認します。
6. ニードルを外し、シリンジを注入 PEEK チューブラインに接続します。
7. シリンジをシリンジポンプに取り付け、注入ラインをティー継手に接続します。

図 4-1：ティー注入のセットアップ



項目	説明
1	化合物溶液の入ったシリンジが、MS 内蔵のシリンジポンプに収まっています
2	LC ポンプアウトレットを通過する移動相
3	質量分析装置注入口へ

TurbolonSpray 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、生物学的危険、または有害化学物質の危険。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。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ら、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。

[イオン源コンポーネント](#)を参照してください。

イオン源の最適化

1. イオン源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. 分析試料のシグナルまたはシグナル対ノイズ比を制御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。
プローブをアパチャのどちらかの側に若干寄せた方が最適となる可能性もあります。

ヒント! 水平マイクロメータ設定を調節して、TurbolonSpray プローブから出る液体噴射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 インターフェースの流量の浸透、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。

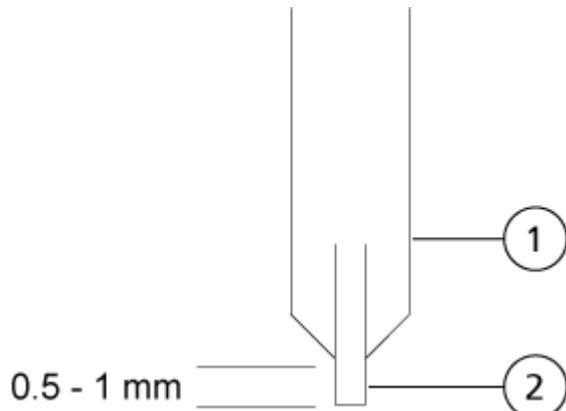
注: プローブの垂直ポジションは流量に左右されます。流量が低くなると、プローブがアパチャ(開口部)に接近します。流量が高くなると、プローブがアパチャ(開口部)から遠ざかります。

5. プローブ上の黒の電極調整ナットを調整して、電極チューブをプローブの内側または外側へと移動します(突起を調整します)。

注: 電極チップ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。

電極チップの最適な設定値は化合物に左右されます。電極チップ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 4-2 : 電極チップ拡張部の調整



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

最適なシグナル安定性と感度が得られるよう、イオン源ガス 1(ネブライザガス)を最適化します。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促進します。

温度が高すぎると、TurbolonSpray プローブ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。

シグナルを損なわない範囲で可能な限り低いイオン源電圧を使用します。Analyst ソフトウェアでは、これは **IonSpray Voltage** フィールドです。Analyst TF ソフトウェアでは、これは **IonSpray Voltage Floating** フィールドです。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。

注: イオン源電圧が高過ぎると、コロナ放電が発生するおそれがあります。Analyst ソフトウェアでは、これは **IonSpray Voltage** フィールドです。Analyst TF ソフトウェアでは、これは **IonSpray Voltage Floating** フィールドです。コロナ放電はプローブの先端で青く光るため、目視で確認できます。コロナ放電によって、シグナルの感度と安定性が低下します。

1. 最適なシグナルまたはシグナル対ノイズ比が得られるよう、イオン源ガス 1 とイオン源ガス 2 を 5 単位で調整します。

注: イオン源ガス 2 は、通常 LC システムで、高流量かつ高温で使用されます。

2. シグナルが減少し始めるまで、Curtain Gas インターフェースのガス流量を増やします。

注: 汚染を防ぐために、Curtain Gas インターフェースのガス流量は、感度を犠牲にしない範囲で、できるだけ大きな値を使用してください。流量を表の値未満に設定しないでください:[表 4-1](#)。これにより、ノイズの多い信号を発生させる Curtain Gas インターフェースのガスの流れが浸透するのを防ぎ、アパチャ(開口部)の汚染を防ぎ、全体のシグナル対ノイズ比を高めることができます。

表 4-1 : CUR パラメータ値

質量分析装置	開始値
SCIEX 6500 および 6500+ システム	30
TripleTOF 6600/6600+ システム	20 ~ 25、流量による

-
3. イオン源電圧の値を 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。

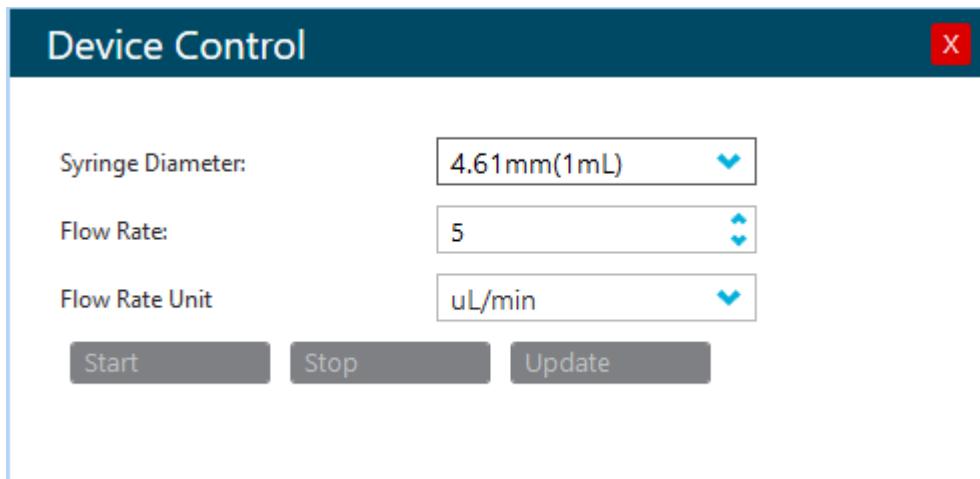
イオン源最適化の手順(SCIEX OS)

前提条件

- ティー注入用チューブ、コネクタ、質量分析装置、LC ポンプをセットします。[システムをティー注入用にセットアップする](#)を参照してください。
- 最適化に適した値を使用して、新しい LC メソッドを作成します。ソフトウェアユーザーガイドを参照してください。
- 最適化に適した値を使用して、新しい MRM メソッドを作成します。ソフトウェアユーザーガイドを参照してください。

- Queue ページの Configuration Workspace で、**Instrument idle time** に 30 から 60 分の値を入力します。
- ステータスパネルでシリングの **Direct Device Control** をクリックし、適切な値を入力します。

図 4-3 : シリングの Device Control ダイアログ



- Equilibrate** をクリックして、平衡時間、MS メソッド、LC メソッドを設定します。

注: 選択した MS メソッドと LC メソッドで装置がセットポイントに到達できるような平衡時間を選択します。

- Start** をクリックします。
シリングが自由に動き、漏れがないことを確認します。
- 機器の状態が **Ready** になったら、**Start** をクリックしてデータ収集を開始します。
- Data Acquisition パネルの XIC セクションで、安定した MRM ベースラインを取得した後、イオン源とガスのパラメータを最適化します。
イオン源とガスのパラメータを最適化した後で、ニードルの突出量とポジションを変更することができます。調整結果は Data Acquisition パネルで確認できます。

7. イオン源の条件やその他の勾配(グラジェント)組成をテストするには、ステータスパネルで LC システムの横にある **Device Direct Control** をクリックします。
Device Control ダイアログが表示されます。
8. パラメータ **Flow** と **Concentration** を調整し、**OK** をクリックします。
9. Data Acquisition ペインの **Stop** をクリックし、データファイルを **Save** します。
10. MS Method ウィンドウから、最適化したイオン源とガスのパラメータを **Save** します。

ヒント! 最適化したパラメータは、通常、幅広い化合物に適用できます。より複雑な混合物の場合、特定の化合物は異なるイオン源温度または **Spray voltage** を必要とする場合があります。

11. 最適化が完了したら、シリンジの Device Control ダイアログの **Stop** をクリックし、システムをスタンバイに設定します。
MS メソッドと LC 流量が停止します。イオン源とガスのパラメータはアクティブなままでです。

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、および移動相の組成によって異なります。流量が多くなると、または水分組成が高くなると、最適温度も高くなります。

イオン源温度を最適化する際には、イオン源が新規設定温度で平衡状態に達しているかを確認します。

注: Turbo V イオン源に合わせて最適化された温度は、ヒーターサイズが異なるため、IonDrive Turbo V イオン源に最適ではない場合があります。Turbo V イオン源のために開発したメソッドの温度は、最適な感度で安定性を保つために再度最適化することをお勧めします。IonDrive Turbo V イオン源の温度はほとんどの場合、Turbo V イオン源より低い温度です。

最適なシグナルまたはシグナル対ノイズ比が得られるよう、イオン源温度を 50 °C ~ 100 °C 単位で調整します。

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には、可能な限り高い **Source temperature** 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。高温にすることによりイオン源を清潔に保ち、バックグラウンドノイズを削減します。
- Curtain Gas インターフェースのガス流量には、感度を損なわない範囲で可能な限り高い値を使用します。これにより、次のことが可能になります。
 - Curtain Gas インターフェースのガス流の貫通を防ぐ。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ります。
 - 全体のシグナル対ノイズ比を向上させます。

イオン源の最適化

- 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ります。
 - Curtain Gas インターフェースのガス流の貫通を防ぐ。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します。

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。

- シグナルを損なわない範囲で可能な限り低いイオン源電圧を使用します。Analyst ソフトウェアでは、これは **IonSpray Voltage** フィールドです。Analyst TF ソフトウェアでは、これは **IonSpray Voltage Floating** フィールドです。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、IonDrive Turbo V のイオン源を少なくとも 90 分そのままにして熱を下げます。操作中、イオン源の表面の一部と真空インターフェースが熱くなります。



警告! 火災および有害化学物質の危険。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があります。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、生物学的危険、または有害化学物質の危険。化学物質の流出が発生した場合は、製品安全性データシートを参照し、詳細な指示を確認してください。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状態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、システムをスタンバイ状態にします。



警告! 尖った部分により怪我をする危険、イオン化放射線障害の危険、生物学的危険、または有害化学物質の危険。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障害性物質は、イオン源排気出力に混入します。装置からの排気は室外に換気してください。認定を受けたラボ安全手順に従い、鋭利物を処分します。

注意: ダメージを与える恐れ。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、両手(イオン源の各面に 1 つ)で持ち上げたり持ち運んだりできる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またはメンテナンスを実施する頻度を決定するには、次のことを考慮してください。

イオン源のメンテナンス

- テスト対象の化合物
- サンプルの清浄度とサンプル調製方法
- 待機中プローブがサンプルを含有する時間量
- 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: ダメージを与える恐れ。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。

必要な資材

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

推奨されるメンテナンススケジュール

次の表に、イオン源のクリーニングとメンテナンスの推奨スケジュールを示します。消耗部品と予備部品のリストについては、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、システムが最適に機能していることを確認してください。

有資格保守要員(QMP)にご連絡いただければ、消耗部品のご注文や基本サービスおよびメンテナンス要件についてのご相談を承ります。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: 部品番号は部品および機器ガイドを参照してください。

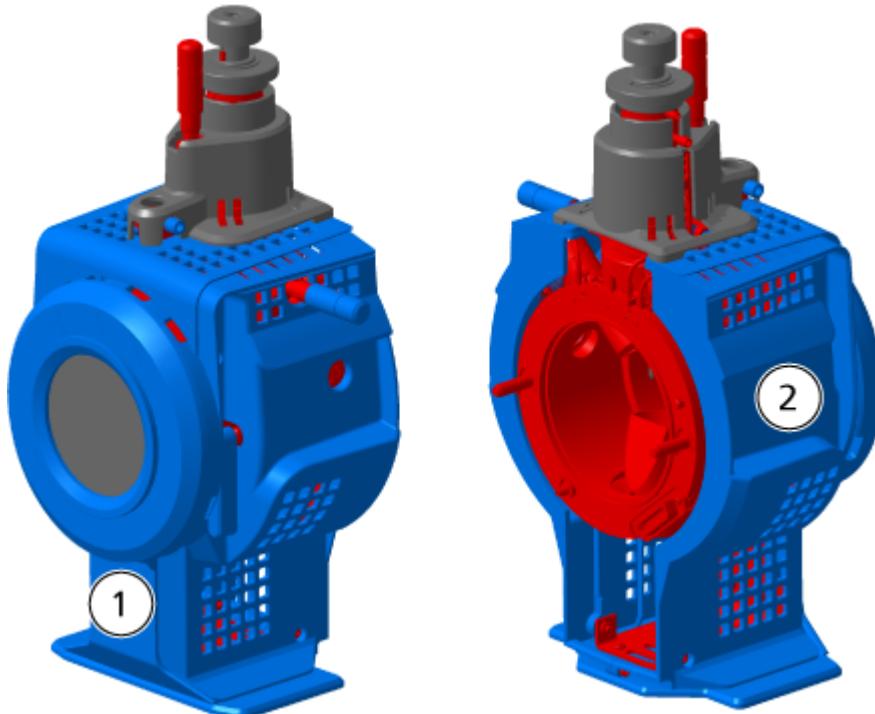
表 5-1：イオン源のメンテナンス作業

コンポーネント	頻度	タスク	詳細な情報については
TurbolonSpray および APCI プローブ	必要に応じて	点検および交換	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 および APCI プローブ用電極	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	お近くの有資格保守要員 (QMP) または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。
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。

IonDrive Turbo V イオン源

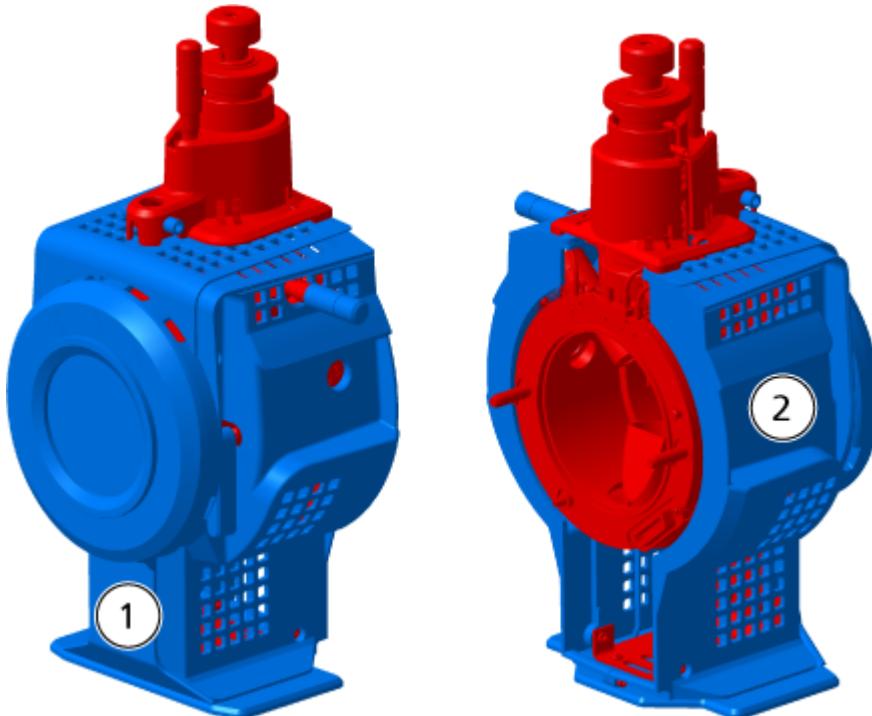
操作中はイオン源の表面が高温になります。次の図に、比較的温度の低い表面(青と灰色)と長時間高温状態が続く表面(赤)を示します。イオン源の使用中や取り外し中は、赤で表示されている面に触れないでください。

図 5-1：熱い表面：ESI モード(赤=熱い、灰色=温かい、青=取扱に注意)



イオン源のメンテナンス

図 5-2 : 熱い表面 : APCI モード(赤=熱い、灰色=温かい、青=取扱に注意)



項目	説明
1	前面
2	背面

イオン源の取り外し

注: 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、質量分析装置に取り付けられたイオン源をそのままにし、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は、イオン源 Temperature を 0 に設定します。
4. (SCIEX OS)ステータスパネルで Standby()をクリックします。
5. イオン源が冷えるまで、少なくとも 90 分待ちます。

6. 接地継手部のサンプルチューブを外します。
7. 2つのイオン源ラッチを 12 時の位置まで回して、イオン源を取り外します。
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。

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。

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



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

- イオン源の取り外し。

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。水で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制御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. 制御ソフトウェアで次のことを実行します。
 - a. MS メソッドを作成します。
 - b. イオン源の温度を 500 °C と 600 °C の間に設定します。
 - c. イオン源ガス 1 とイオン源ガス 2 を 40 以上に設定します。
 - d. Curtain Gas インターフェースの流量をできるだけ大きな値に設定します。
4. 設定した温度に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。

イオン源のメンテナンス

注意: ダメージを与える恐れ。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。

実施前提手順

- ・ イオン源の取り外し。

プローブはツールを使わずに素早く簡単に取り外せます。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. 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。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。

実施前提手順

- ・ イオン源の取り外し。
- ・ プローブの取り外し。

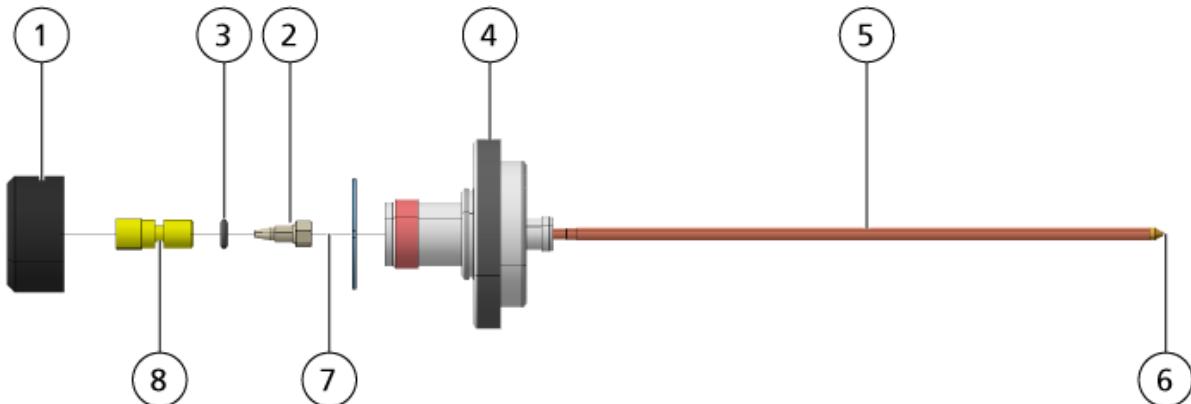
プローブには電極が含まれています。性能の低下が見られるときは電極を交換します。

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。

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、電極を取り外します。
2. ばねがプローブ内に留まるように先端を下に向けてプローブを持ち、サンプルフィッティングを PEEK 継手部に取り付けて、手できつく締めます。

図 5-3 : プローブ、拡大表示



項目	説明
1	電極調整ナット
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	電極チップ
7	電極チューブ
8	PEEK 継手部

3. プローブから PEEK 継手部と接続された電極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 インチオーブンエンドレンチを使用して、PEEK 継手部内に電極チューブを固定している止めナットを取り外します。
6. 電極チューブを止めナットから取り外します。
7. 新しい電極チューブを止めナットに挿入してから、PEEK 継手部に挿入します。
電極チューブが PEEK 継手部に可能な限り奥まで挿入されていることを確認してください。電極チューブと継手部内部の接触箇所の間に隙間があると、デッドボリュームが生じことがあります。
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、電極調整ナットを締めます。
10. 電極チューブとスプレー チューブの狭い開口部の位置を合わせ、PEEK 継手部と接続した電極チューブをプローブに挿入します。電極チューブを折り曲げないよう注意します。

イオン源のメンテナンス

11. 電極調整ナットを取り付けて締め付けます。
12. プローブを取り付けます。[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。
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. 電極チップ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。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。

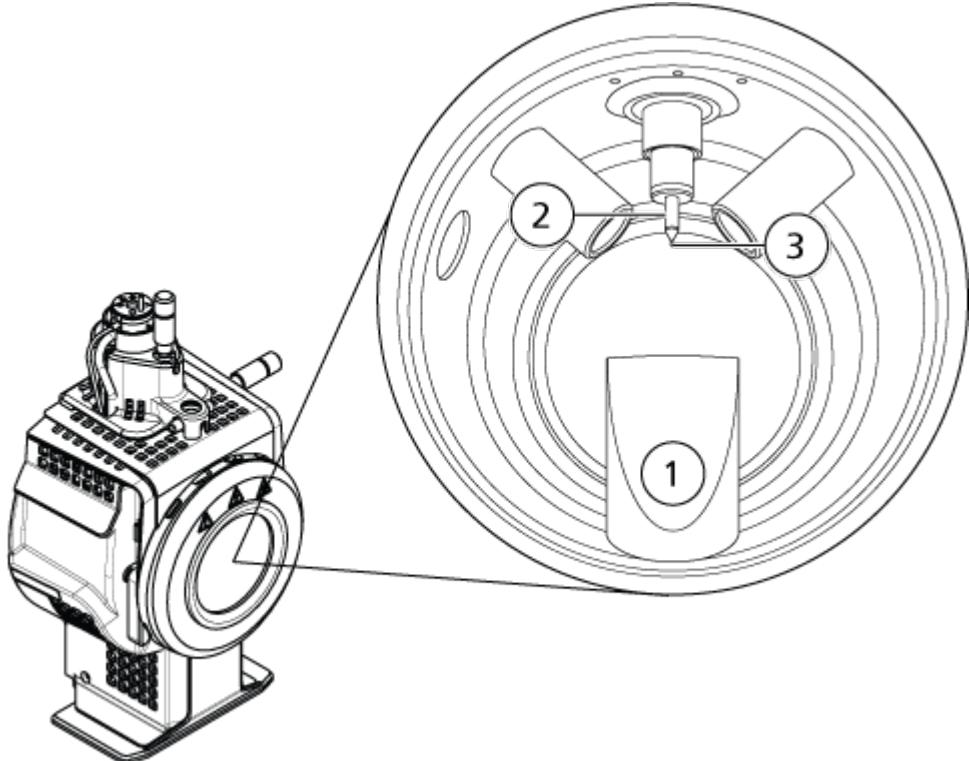
実施前提手順

- [イオン源の取り外し](#).
- [プローブの取り外し](#).

コロナ放電ニードルチップが腐食すると、手で取り外せなくなることがあります。取り外せない場合は、ニードルチップを切断して取り除き、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 5-4 : 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. 片手の親指と人差し指でコロナ放電ニードル調整ネジをつまみ、もう一方の手でコロナ放電ニードルを持って、コロナ放電ニードルチップを反時計回りに回して緩め、ゆっくりと取り外します。[イオン源コンポーネント](#)を参照してください。
3. コロナ放電ニードルをゆっくりと下ろし、排気チムニーを通して取り除きます。
4. 排気チムニーから新しいニードルを入れ、セラミックスリーブに可能な限り奥まで挿入します。
5. 新しいチップを片方の手の親指と人差し指でつまみ、もう一方の手でコロナ放電ニードル調整ネジを持って、コロナ放電ニードルチップを時計回りに回し、チップを取り付けます。
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。

- プローブと接地継手部からサンプルチューブを取り外します。
- 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。
- イオン源を取り付けます。[イオン源の取り付け](#)を参照してください。
- 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。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

- 周囲温度: -30 °C ~ +60 °C (-22 °F ~ 140 °F)
- 大気圧: 75 kPa ~ 101 kPa
- 相対湿度: 99 %以下、結露のないこと

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	修正アクション
制御ソフトウェアから、質量分析装置に障害が発生したことが報告されました。	1. プローブが取り付けられていません。 2. プローブがしっかりと接続されていません。	1. プローブを取り付けます。 プローブの取り付けを参照してください。 2. プローブを取り付け直します。 a. プローブを取り外します。 プローブの取り外しを参照してください。 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。 プローブの取り付けを参照してください。
制御ソフトウェアは、特定のプローブが使用中であることを示していますが、取り付けられているのは別のプローブです。	F3 ヒューズが飛びました。	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。
スプレー噴射が均一ではありません。	電極が詰まっています。	電極を交換します。 電極の交換を参照してください。
イオン源温度に達していない、または温度が高すぎるか不安定です。	ターボヒーターが故障しています。	お近くの有資格保守要員(QMP)または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。
感度がよくありません。	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。 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。	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。 2. Curtain Gas インターフェースのガスの流量を最適化します。 イオン源の最適化を参照してください。

イオン源のトラブルシューティング

症状	考えられる原因	修正アクション
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">1. テスト溶液が正しく用意されていません。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。	<ol style="list-style-type: none">1. テスト溶液が正しく調製されているか確認します。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。

症状	考えられる原因	修正アクション
バックグラウンドノイズが高くなっている。	<ol style="list-style-type: none"> 1. イオン源の温度が高すぎます。 2. ヒーターガス(イオン源ガス 2)の流量が多すぎます。 3. イオン源が汚染されています。 	<ol style="list-style-type: none"> 1. イオン源の温度を最適化します。 2. ヒーターガス流量を最適化します。 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"> 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。 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。 c. ポンプ流量 1 mL/min でメタノール:水(50:50)を注入します。 d. 制御ソフトウェアで、イオン源温度を 650、イオン源ガス 1 を 60、イオン源ガス 2 を 60 に設定します。 e. Curtain Gas インターフェースのガス流量を 45 または 50 に設定します。 f. 最良の結果を得るには、データの取得を最低 2 時間、できれば一晩中行ってください。

イオン源のトラブルシューティング

症状	考えられる原因	修正アクション
イオン源の性能が劣化しています。	<ol 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。サンプルインレット継手に漏れがあります。	<ol style="list-style-type: none">プローブを最適化してください。TurbolonSpray プローブの最適化またはAPCI プローブの最適化を参照してください。サンプルが適切に調製されていることを確認します。フィッティングが締められているか確認し、漏れが継続する場合はフィッティングを交換します。継手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ないか、または電極チップが破損しています。	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るないようにします。 コロナ放電ニードルのポジションの調整 を参照してください。

動作原理 — イオン源

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。ターボヒーターからの加熱ドライガスとスプレーの混成物が、カーテンプレートのアパチャに対して 90 度の角度で発射されます。

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 Voltage (Analyst ソフトウェア)、**IonSpray Voltage Floating** (Analyst TF ソフトウェア)、または **Spray voltage** (SCIEX OS) とターボヒーターの相互作用により、ストリームが収束され、液滴の蒸発速度が速くなるため、結果としてイオンシグナルが増加します。加熱されたガスによりイオン蒸発効率が高まるため、感度が向上し、処理できる液体サンプル流量が増加します。

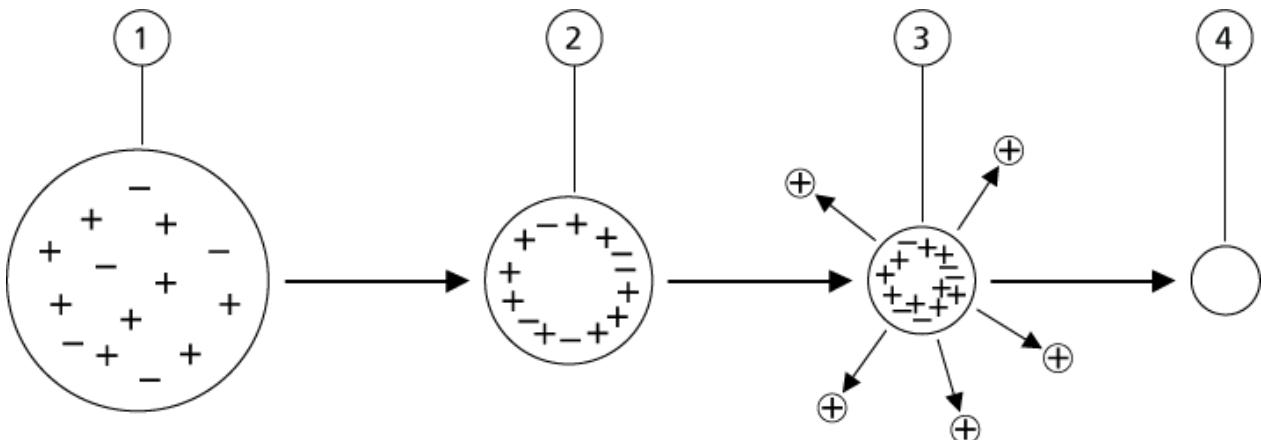
ネブライザガスの高速流量で、**IonSpray Voltage** または 注入口の液体サンプルストリームの液滴がせん断されます。スプレーに印加された可変高圧を使用して、イオン源が各液滴に正味荷電を加えます。この電荷が液滴の拡散を助けます。単極イオンは、液体ストリームから分離されているため、高電圧によって優先的に液滴内に引き込まれます。ただし、この分離は完全なものではないため、各液滴に両極イオンが数多く含まれます。単極イオンが各液滴で支配的ですが、陽イオンと陰イオンの数の差が正味電荷を引き起こします。支配的な極性の過剰イオンのみがイオン蒸発に使用され、これらのうち、実際に蒸発するのはごくわず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

プローブは、ペプチド類やオリゴヌクレオチドなど、複数の帶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、複数の電荷により質量分析装置の質量範囲内で質量対電荷比(m/z)のイオンが生成される、高分子量種の分析において役立ちます。これによって、化合物の分子量を決まった手順によりキロダルトン(kDa) 単位で求めることができます。

帯電した各液滴には、溶媒と正イオンおよび負イオンが含まれていますが、一方のイオンが支配的な極性となります。[図 A-1](#) を参照してください。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。

動作原理 — イオン源

図 A-1 : イオン蒸発



項目	説明
1	液滴には両極性のイオンが含まれますが、一方の極性が支配的になります。
2	溶媒が蒸発すると、液滴の表面の電界が強まり、イオンが表面に移動します。
3	臨界電界値に達すると、イオンは液滴から放出されます。
4	不揮発性残留物が、乾燥し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後に残ります。

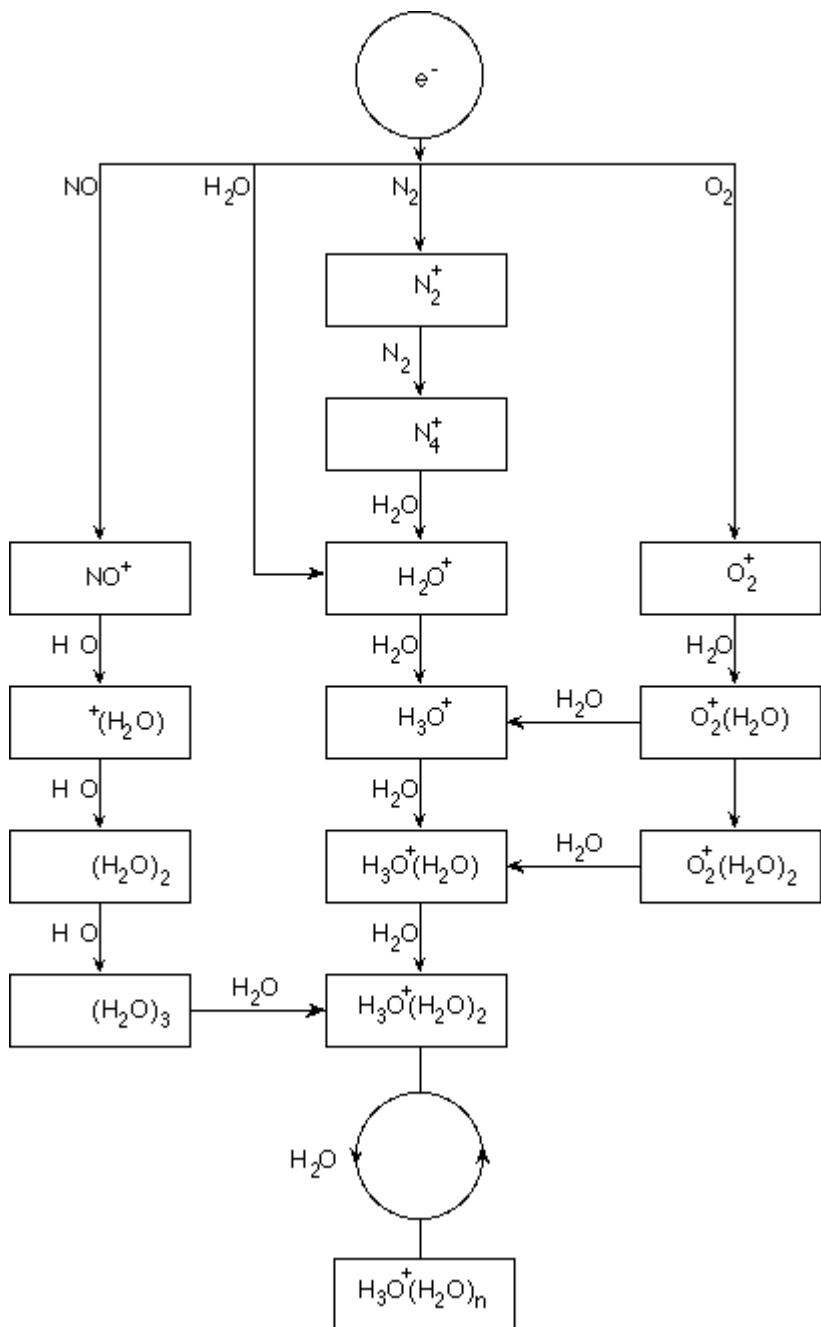
ほとんどの有機分子の溶媒和エネルギーが知られていないため、イオン蒸発に対する特定の有機イオンの感度を予測することは難しいです。液体の表面に堆積する界面活性剤を非常に高感度に検出することができるため、溶媒和エネルギーが重要なことは明らかです。

APCI モード

これまで液体クロマトグラフィーと質量分析の連携がうまくいかなかったのは、溶液中の比較的不揮発性の分子を過度に分解せずに分子ガスに変換するのが困難だったためです。APCI プローブプロセスでは、穏やかに噴霧されたサンプルが、加熱されたセラミックチューブ内で微細に分散された小さな液滴となるため、サンプルが急速に蒸発し、サンプル分子の分解が抑えられます。

次の図に、反応物正イオン、プロトンハイドレート、 $H_3O^+[H_2O]_n$ に対する APCI プロセスの反応フローを示します。

図 A-2 : APCI 反応フロー図



主要な一次イオン、 N_2^+ 、 O_2^+ 、 H_2O^+ 、および NO^+ は、空気中の主要な中性成分に対するコロナ生成電子の電子衝撃によって形成されます。 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 プローブを通して導入されたサンプルは、ネブライザガスを使用して、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。

動作原理 — イオン源

ガスサンプルと溶媒分子はイオン源ハウジングに送られ、そこで、セラミックチューブの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することによりイオン化されます。気化した溶媒分子はイオン化し、正極性の試薬イオン $[X+H]^+$ と負極性の試薬イオン $[X-H]^-$ が生成されます。[図 A-3](#) を参照してください。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、主に溶媒イオンが生成されます。
4	試薬イオンがサンプル分子と反応し、クラスタを形成します。
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

サンプル分子は、正極性ではプロトン移動プロセスを通じて、また、負極性では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。

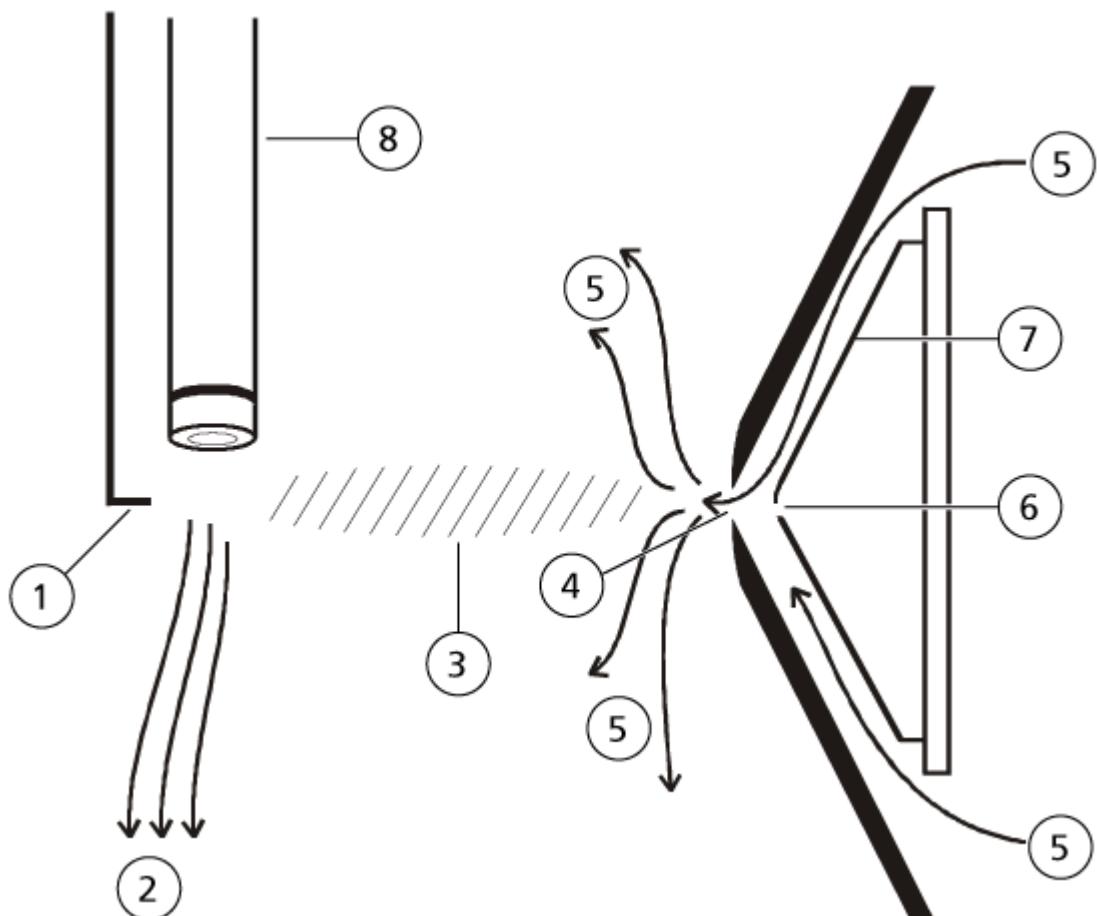
逆相アプリケーションの場合の試薬イオンは、正極性ではプロトン化された溶媒分子、負極性では溶媒和酸素イオンで構成されます。優性熱力学を用いて、モディファイヤーを追加すると試薬イオン組成が変化します。例えば、酢酸塩緩衝液またはモディファイヤーを追加すると、酢酸イオン $[CH_3COO]^-$ を負極性の主な試薬とすることができます。アンモニウムモディファイヤーを追加すると、プロトン化したアンモニア $[NH_4]^+$ を正極性の主要な試薬とすることができます。

衝突によって、プロトン化した水クラスタイオンなど、特定のイオンが継続的に均一に拡散されます。試薬イオンに対する溶媒クラスタ緩和効果とイオン源内の比較的高いガス圧により、イオン源内のサンプルイオンの早期フラグメントーションが抑制されます。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主に分子プロダクトイオンが産出されます。

APCI イオン化領域

次の図に、APCI プローブのイオン分子反応器の一般的な位置を示します。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。放電ニードルチップ周辺のプラズマで発生する電子の放出により、一次イオン (N_2^+ や O_2^+ など) が生成されます。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 インターフェース用ガス
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。選択し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ドリフトし、ガスカーテンを通って質量分析装置内に流れ込みます。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

動作原理 — イオン源

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可能性のある過剰エネルギーは、すべて熱化されます。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 プローブは無壁反応器として機能します。これは、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達するイオンが一度も壁と衝突せず、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。しかし、設定温度が低すぎると、蒸発プロセスが遅くなり、蒸発が完了する前に熱分解または分解が生じる可能性があります。最適温度を超える温度で APCI プローブを操作すると、サンプルの熱分解が生じる可能性があります。

イオン源パラメータおよび電圧

B

TurbolonSpray プローブのパラメータ

次の表に、TurbolonSpray 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 インターフェースのガス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、水: アセトニトリル (1:1) 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 プローブのパラメータの最適化

パラメータ	標準値			動作範囲
	低	中	高い	
LC 流量	5 $\mu\text{L}/\text{min}$ ~ 50 $\mu\text{L}/\text{min}$	200 $\mu\text{L}/\text{min}$	1,000 $\mu\text{L}/\text{min}$	5 $\mu\text{L}/\text{min}$ ~ 3,000 $\mu\text{L}/\text{min}$
イオン源ガス 1(ネブラ イザガス)	20 psi ~ 40 psi	40 psi ~ 60 psi	40 psi ~ 60 psi	0 psi ~ 90 psi
イオン源ガス 2(ヒータ 一ガス)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi ~ 90 psi
IonSpray Voltage、 IonSpray Voltage Floating、または Spray voltage	5500 V	5500 V	5500 V	5500 V
Curtain Gas インターフ エースのガス	30 psi	30 psi	30 psi	20 psi ~ 50 psi
イオン源温度 ¹	周囲温度 ~ 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) ²	正: 70 V 負: -70 V	正: 70 V 負: -70 V	正: 100 V 負: -100 V	正: 0 V ~ 400 V 負: -400 V ~ 0 V
プローブ水平マイクロメ ータ設定	3 ~ 8	3 ~ 8	3 ~ 8	0 ~ 10

¹ 最適な温度値は化合物と移動相の組成によって異なります。水分含有量が多いほど、温度を高くする必要があります。ゼロ(0)は、加熱されていないことを意味します。

² DP 値は化合物によって異なります。

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	動作範囲
LC 流量	1,000 $\mu\text{L}/\text{min}$	200 $\mu\text{L}/\text{min} \sim 3,000 \mu\text{L}/\text{min}$
イオン源 ガス 1 (ネブライザガス)	30 psi	0 psi ~ 90 psi
Curtain Gas インターフェースのガス	30 psi	20 psi ~ 50 psi
イオン源温度 ³	400 °C	100 °C ~ 750 °C
ネブライザ電流	正:3 μA 負:-3 μA	正:0 mA ~ 5 μA 負:-5 mA ~ 0 μA
デクラスタリング電位(DP)	正:60 V 負:-60 V	正:0 V ~ 300 V 負:-300 V ~ 0 V
プローブ垂直型マイクロメータ設定	5	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	TurbolonSpray プローブと APCI プローブ両方のネブライザガスを制御します。動作原理 — イオン源を参照してください。
イオン源ガス 2	TurbolonSpray プローブのヒーターガスを制御します。最高感度が得られるのは、温度とヒーターガスの流量の組み合わせにより、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。イオン源ガス 2 を最適化する際に、バックグラウンドノイズの増加が著しい場合は、流量を増やして最適なシグナルまたは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 — イオン源を参照してください。

³ 温度値は化合物によって異なります。

表 B-3 : イオン源固有パラメータ (続き)

パラメータ	説明
カーテンガス	<p>Curtain Gas インターフェースのガスの流量を制御します。Curtain Gas 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、周囲空気や溶媒液滴がイオン光学部に侵入して汚染が生じるのを防ぎます。また、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、真空チャンバ内のサンプルイオンの流れを方向づけます。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 インターフェースのガス流量を、感度が失われない範囲で可能な限り高く保ちます。</p>
イオン源温度	<p>サンプルに加えられた熱を制御して、蒸発させます。イオン源の最適な温度は、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>
イオン源温度 (TurbolonSpray プローブ)	<p>TurbolonSpray プローブのヒーターガスの温度を制御します。</p> <p>最高感度が得られるのは、温度とイオン源ガス 2 の流量の組み合わせにより、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となる可能性があります。100 %水で構成される水性溶媒の場合は、流量約 1,000 µL/minにおいて最高 750 °Cのプローブ温度が必要となります。</p> <p>イオン源温度の設定が低すぎると、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>イオン源温度の設定が高すぎると、特にプローブが非常に低く設定されている場合(5 ~ 13)、溶媒がプローブチップで早期に蒸発する可能性があります。</p>
イオン源温度 (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 1,000 µL/minにおいて 400 °C程度の低い温度で最適となる可能性があります。100 %水で構成される水性溶媒の場合は、流量約 2,000 µL/minにおいて最低 700 °Cのプローブ温度が必要となります。</p> <p>イオン源温度の設定が低すぎると、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>イオン源温度の設定が高すぎると、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され、それに次いでサンプル分子もイオン化されます。APCI プローブの場合、コロナ放電ニードルに印加される電流の最適値は、通常、正極性において約 $1 \mu\text{A} \sim 5 \mu\text{A}$ の広い範囲にわたります。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： $2 \mu\text{A}$ 。
イオン源電圧	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。 これは、Analyst ソフトウェアでは IonSpray Voltage フィールド、Analyst TF では IonSpray Voltage Floating フィールド、SCIEX OS では Spray voltage フィールドです。
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。 インターフェースヒーターのオン/オフを切り替えます。インターフェースの加熱は、イオン信号を最大化させ、イオン光学の汚染を防ぐのに役立ちます。分析対象の化合物が非常に壊れやすい場合を除き、インターフェースを加熱することをお勧めします。

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、正イオンで $2 \text{ mmol/L} \sim 10 \text{ mmol/L}$ で、負イオンで $2 \text{ mmol/L} \sim 50 \text{ mmol/L}$ です。有機酸の濃度は、体積で $0.1\% \sim 0.5\%$ (TurbolonSpray プローブの場合)、または体積で $0.1\% \sim 1.0\%$ (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
- プロパンノール
- 水

広く使われているモディファイナーは、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

デクラスタリングポテンシャル(DP)

通常、デクラスタリングポテンシャル電圧が高くなると、質量分析装置の分析領域に入るイオンに与えられるエネルギー量が多くなります。このエネルギーが、クラスタイオンを分離させ、スペクトル内の化学ノイズを軽減して、シグナル対ノイズ比または感度を向上させます。最適条件以上に電圧を高くすると、イオンが質量フィルタに入る前にフラグメント化を誘発させ、感度を低下させる可能性があります。場合によっては、フラグメント化は追加の構造情報を提供する貴重なツールになります。

イオン源の最適化(Analyst/ Analyst TF ソフトウェア)

C

このセクションでは、Analyst および Analyst TF ソフトウェアを使用して最適化する手順のみを説明します。SCIEX OS を使用して最適化する手順は、[イオン源最適化の手順\(SCIEX OS\)](#)を参照してください。

TurbolonSpray プローブの最適化



警告! イオン化放射線障害の危険、生物学的危険、または有害化学物質の危険。イオン源排気システムが接続され機能していること、およびラボ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、溶剤やサンプル排気の制御と、システムを安全に操作する上で必要です。



警告! 火災の危険。イオン源に可燃性の溶剤を 3 mL/分以上向けないでください。最大流量を上回ると、溶剤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、生物学的危険、または有害化学物質の危険。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: ダメージを与える恐れ。質量分析装置に接続されている LC 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状態に入ると、LC システムがイオン源をあふれさせます。

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グラム注入法を使用するよりも簡単です。

注: イオン源電圧が高過ぎると、コロナ放電が発生するおそれがあります。Analyst ソフトウェアでは、これは **IonSpray Voltage** フィールドです。Analyst TF ソフトウェアでは、これは **IonSpray Voltage Floating** フィールドです。コロナ放電はプローブの先端で青く光るため、目視で確認できます。コロナ放電によって、シグナルの感度と安定性が低下します。

システムの設定

- 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](#) を参照してください。
- ループを備えたインジェクタを介して、イオン源の接地継手部を LC ポンプに、またはオートサンプラーに接続します。
- オートサンプラーが使用されている場合、オートサンプラー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

- 制御ソフトウェアを開きます。
- Navigation バーの **Tune and Calibrate** モードの下にある **Manual Tuning** をダブルクリックします。
- 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。
- イオン源の熱を冷まされている場合、次の操作を行います。
 - イオン源温度を 450 に設定します。
 - 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。
- 溶媒フローとサンプル注入を開始します。

開始条件の設定

- 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。
- イオン源ガス 1 の開始値を入力します。
LC ポンプの場合は、イオン源ガス 1 に 40 ~ 60 の値を使用します。
- イオン源ガス 2 の開始値を入力します。
LC ポンプの場合は、イオン源ガス 2 に 30 ~ 50 の値を使用します。

注: イオン源ガス 2 は、通常 LC システムで、高流量かつ高温で使用されます。

- 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 C-1 : IS および ISVF パラメータ値

質量分析装置	開始値
SCIEX 6500 および 6500+ システム	4500
TripleTOF 6600/6600+ システム	5500

5. Curtain Gas インターフェースのガス流量として、質量分析装置に適した値を入力します。

表 C-2 : CUR パラメータ値

質量分析装置	開始値
SCIEX 6500 および 6500+ システム	30
TripleTOF 6600/6600+ システム	20 ~ 25、流量による

6. 衝突エネルギーを 45 に設定します。

7. 測定を開始します。

APCI プローブの最適化



警告! イオン化放射線障害の危険、生物学的危険、または有害化学物質の危険。イオン源排気システムが接続され機能していること、およびラボ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、溶剤やサンプル排気の制御と、システムを安全に操作する上で必要です。



警告! 火災の危険。イオン源に可燃性の溶剤を 3 mL/分以上向けないでください。最大流量を上回ると、溶剤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、生物学的危険、または有害化学物質の危険。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: ダメージを与える恐れ。質量分析装置に接続されている LC 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状態に入ると、LC システムがイオン源をあふれさせます。

注: APCI プローブにサポートされる最小流量は、200 µL/min です。APCI プローブの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には、コロナ放電ニードルがアパチャ(開口部)の方を指しているかを確認します。

システムの設定

- 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](#) を参照してください。
- ループを備えたインジェクタを介して、イオン源の接地継手部を LC ポンプに、またはオートサンプラーに接続します。
- オートサンプラーが使用されている場合、オートサンプラー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

- 制御ソフトウェアを開きます。
- Navigation バーの **Tune and Calibrate** モードの下にある **Manual Tuning** をダブルクリックします。
- 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。
- イオン源の熱を冷まされている場合、次の操作を行います。
 - イオン源温度を 450 に設定します。
 - 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。
- 溶媒フローとサンプル注入を開始します。

開始条件の設定

- 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。
- イオン源ガス 1 を 30 に設定します。
- 制御ソフトウェアで、Curtain Gas インターフェースのガス流量として、質量分析装置に適した値を入力します。

表 C-3 : CUR パラメータ値

質量分析装置	開始値
SCIEX 6500 および 6500+ システム	30

イオン源の最適化(Analyst/Analyst TF ソフトウェア)

表 C-3 : CUR パラメータ値 (続き)

質量分析装置	開始値
TripleTOF 6600/6600+ システム	20 ~ 25、流量による

4. **Nebulizer Current** を 1 に設定します。
5. 化合物タブで、**Declustering potential** フィールドに 100 と入力します。
6. **CE** を 45 に設定します。
7. 測定を開始します。

イオン源 / ガスパラメータの最適化

1. 最適なシグナルまたはシグナル対ノイズ比が得られるよう、イオン源ガス 1 を 5 単位で調整します。
2. Curtain Gas インターフェースのガス流量を、シグナルが減少し始めるまで増やしていきます。

注: 汚染を防ぐために、Curtain Gas インターフェースのガス流量は、感度を犠牲にしない範囲で、できるだけ大きな値を使用してください。流量を表の値未満に設定しないでください: 表 C-4。これにより、ノイズの多い信号を発生させる Curtain Gas インターフェースのガスの流れが浸透するのを防ぎ、アパチャ(開口部)の汚染を防ぎ、全体のシグナル対ノイズ比を高めることができます。

表 C-4 : CUR パラメータ値

質量分析装置	開始値
SCIEX 6500 および 6500+ システム	30
TripleTOF 6600/6600+ システム	20 ~ 25、流量による

コロナ放電ニードルのポジションの調整



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。



必要な資材

- 絶縁マイナスドライバー

APCI プローブを使用する際には、コロナ放電ニードルがアパチャ(開口部)の方を指しているかを確認します。TurbolonSpray プローブを使用する際には、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、ニードルの最上部にあるコロナ放電ニードル調整ネジを回します。
2. ガラスウインドウ越しに、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、生物学的危険、または有害化学物質の危険。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。

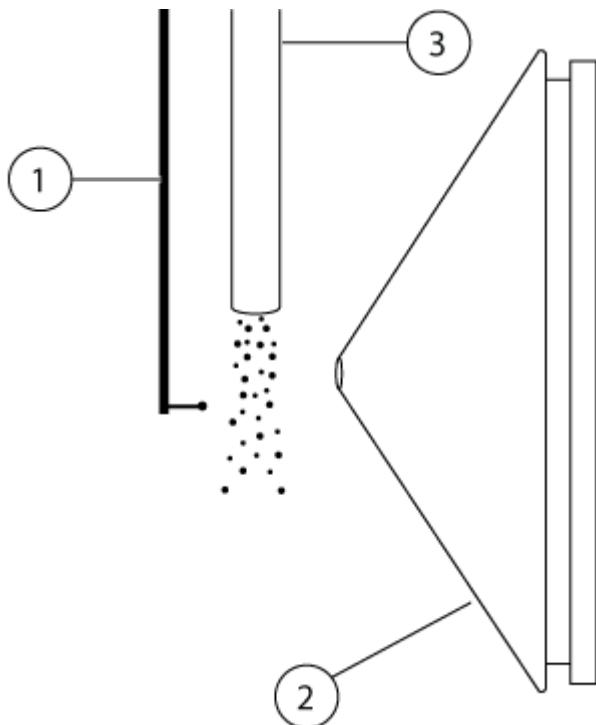


警告! 尖った部分により怪我をする危険。電極を取り扱うときは注意してください。電極チップは非常に尖っています。

カーテンプレートアパチャが、常に溶媒や溶媒液滴のない状態に保たれてい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。流量が少ない場合は、プローブをアパチャに近づけます。流量が多い場合は、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ら、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 C-1 : スプレーノズルポジション



イオン源の最適化(Analyst/Analyst TF ソフトウェア)

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。

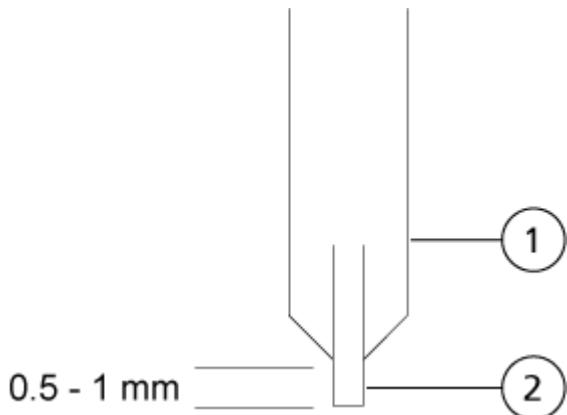
注: 質量分析装置の性能低減を回避するために、アパチャ(開口部)内に直接スプレー噴射しないでください。

2. 制御ソフトウェアで、分析試料のシグナルまたはシグナル対ノイズ比をモニターします。
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. プローブ上の黒の電極調整ナットを調整して、電極チューブをプローブの内側または外側へと移動します(突起を調整します)。

注: 電極チップ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。

電極チップの最適な設定値は化合物に左右されます。電極チップの突出距離がスプレークーンの形状に影響を及ぼし、スプレーク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 C-2 : 電極チップ拡張部の調整



項目	説明
1	プローブ

項目	説明
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。イオン源の選択位置に関係なく、測定メソッドに適した電流を選択します。

ネブライザの電流値の開始値を 3 として値を増減し、最適なシグナルまたはシグナル対ノイズ比が得られるよう調整します。

コロナ放電ニードルに印加されるネブライザ電流の最適値は、通常、どちらの極性でも $1 \mu\text{A} \sim 5 \mu\text{A}$ です。電流を上げてもシグナルに変化が見られない場合は、最高のシグナルまたはシグナル対ノイズ比が得られ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。

注: イオン源の電源がオフの場合、イオン源ヒーターが、イオン源がウォームアップ中であることを示す赤色になるまで 1 ~ 2 分要します。

最適なシグナルまたはシグナル対ノイズ比が得られるよう、イオン源温度を $50^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$ 単位で調整します。

シンボルについての用語集

D

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)
	窒息の危険
	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
	cCSAus 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。起こりうる危険についての情報は、説明書を参照してください。 注: SCIEV マニュアルでは、このシンボルは人身傷害の危険を示します。

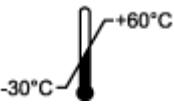
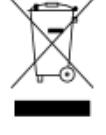
シンボル	説明
	中国 RoHS 注意ラベル。電子情報製品は特定の毒性または有害物質を含んでいます。中央に書かれている数字は、環境保護使用期限(EFUP)の日付であり、製品の操作可能暦年を数字で示すものです。EFUP の期限が切れた際は、製品は速やかにリサイクルされなければなりません。回転矢印は、製品がリサイクル可能であることを示します。ラベルまたは製品にある日付コードは、製造年月日を示します。
	中国 RoHS ロゴ。装置は最大濃度値を超える毒性および有害物質または元素を含んでおらず、リサイクルおよびリユース可能な環境に優しい製品です。
	使用説明書を参照してください。
	圧碎の危険
	TUV 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
	眼球傷害の危険
	火災の危険

シンボルについての用語集

シンボル	説明
	可燃性化学物質の危険
	壊れ物
	ヒューズ
Hz	ヘルツ
	内部安全シンボル「注意—感電の危険あり」(ISO 3864)、別名高電圧シンボル 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 SCIELEX 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。 雨にさらさないでください。 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

シンボル	説明
	吊り上げ時の危険
	磁気の危険
	メーカー
	可動部品の危険
	ペースメーカーの危険。ペースメーカーを使用している人はアクセスできません。
	挟み込みの危険
	加圧ガスの危険
	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
	有害化学物質の危険

シンボルについての用語集

シンボル	説明
	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指定された相対湿度の最小(min)および最大(max)レベルの間で、結露が発生しない状態で行ってください。
	システムの輸送および保管は-30 °C～+45 °C 以内で行ってください。
	システムの輸送および保管は-30 °C～+60 °C 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
	英国適合性評価マーク
VA	ボルトアンペア(皮相電力)
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

シンボル	説明
	<i>yyyy-mm-dd</i> 製造年月日

お問い合わせ先

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

オンライン学習センター

- ・ [SCIEX Now Learning Hub](#)

SCIEX 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) を参照するか、以下の連絡先までお問い合わせください。

- ・ sciex.com/contact-us
- ・ 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 を参照してください。

ドキュメント

このバージョンのドキュメントは、以前のすべてのバージョンのドキュメントに優先します。

このドキュメント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> にアクセスします。

ソフトウェア製品のドキュメントについては、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ドキュメントを検索するには、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 を参照してください。

ドキュメントの最新版は SCIEX の web サイト (sciex.com/customer-documents) で入手できます。

注: このドキュメントの無料の印刷版を請求するには、sciex.com/contact-us までお問い合わせください。
