

Turbo V イオン源

X500 QTOF および ZenoTOF 7600/7600+ 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。

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。

© 2024 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

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有害性.....	5
化学物質に関する注意.....	6
システムに対して安全な液体.....	7
検査室条件.....	8
安全な環境条件.....	8
性能仕様.....	8
装置の使用と変更.....	8
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
ツイン ESI プローブ.....	12
ツイン 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.....	17
イオン源チューブの接続.....	18
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.....	20
液漏れの点検.....	21
4 イオン源の最適化	22
サンプル導入.....	22
メソッド.....	22
流量.....	22
ツイン ESI プローブの最適化.....	23
流量およびイオン源温度.....	23
システムの設定.....	24
システムの準備.....	24
開始条件の設定.....	24
ツイン ESI プローブポジションの最適化.....	25
イオン源/ガスパラメータおよび電圧の最適化.....	26
ターボヒーター温度の最適化.....	27

目次

ヒーターガスツイン APCI プローブの最適化	27
システムの設定	28
システムの準備	28
開始条件の設定	28
イオン源 / ガスパラメータの最適化	29
コロナ放電ニードルのポジションの調整	29
ツイン APCI プローブポジションの最適化	29
ネブライザ電流の最適化	31
APCI プローブ温度の最適化	32
最適化に関するヒント	32
5 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
イオン源の取り扱い	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
ツイン電極の交換	38
コロナ放電ニードルの交換	39
サンプルチューブの交換	40
保管と取り扱い	40
6 イオン源のトラブルシューティング	42
A 動作原理 — イオン源	45
エレクトロスプレーイオン化モード	45
APCI モード	46
APCI イオン化領域	48
B イオン源パラメータおよび電圧	51
ツイン ESI プローブのパラメータ	51
ツイン APCI プローブのパラメータ	52
パラメータの説明	52
プローブポジション	54
溶媒組成	54
C シンボルについての用語集	56
お問い合わせ先	62
お客様のトレーニング	62
オンライン学習センター	62
SCIEX サポート	62
サイバーセキュリティ	62
説明書	62

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、Turbo V イオン源の温度を少なくとも 30 分間下げてください。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。イオン源ウィンドウに亀裂や破損がある場合は、イオン源を使用しないでください。SCIEX の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! 火災および有害化学物質の危険。溶剤漏れに対処する前に、イオン源への液体の流れが停止していること、イオンプレートの電圧がオフになっていること、火気やその他の火元が近くに存在しないこと、さらには室内が十分に換気されていることを確認してください。漏れた液体は非常に引火性が高い可能性があります。液体が放電や火元にさらされると、発火する可能性があります。換気が十分でない場合、液体によって中毒が発生する可能性があります。



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 (PPE) 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クリーニングする前に、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。適切な個人用保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廃棄しないでください。コンポーネントを正しく廃棄するには、現地規制に従ってください。



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。



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の前に、除染が必要かどうかを確認してください。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廃棄しないでください。コンポーネントを正しく廃棄するには、現地規制に従ってください。



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、ドレインチューブを質量分析装置とイオン源排出ドレインボトルに正しく接続してください。



- 修理および定期メンテナンスの前に、システムで使用されている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健康および安全上の注意については、安全データシート (SDS) を参照してください。保管情報については、分析証明書参照してください。SCIEX の SDS または分析証明書を検索するには、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、保護メガネ、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。

- 必ず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。
- イソプロパノールやメタノールなどの可燃性物質を使用している場合は、着火源に近づかないでください。

- 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。化学物質の使用と廃棄の正しい手順に従わない場合、人身傷害が発生する可能性があります。
- クリーニング時は化学物質が皮膚に触れないようにしてください。使用後は手洗いを行ってください。
- すべての排気ホースが正しく接続され、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、有害廃棄物として廃棄します。
- 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、使用、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

以下の流体は、システムを使用すれば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 によって危険を引き起こさ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: 海拔 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。

- 周囲温度: 15 °C ~ 30 °C (59 °F ~ 86 °F)。

温度は常に、2 °C (3.6 °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。

- 相対湿度は、20% ~ 80% で結露がないこと。

装置の使用と変更



警告! 感電の危険。カバーを取り外さないでください。カバーが取り外されると、怪我をしたり、システムが誤動作したりする恐れがあります。日常のメンテナンス、点検、調整の際にカバーを取り外す必要はありません。カバーの取り外しが必要な修理については、SCIEX の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 が推奨していない部品を使用したり、本来の目的以外で部品を使用したりすると、測定者が危険にさらされたり、システムのパフォーマンス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 *設置計画ガイド* で推奨されている環境条件下にある屋内のラボで使用してください。

メーカーが承認していない条件や環境でシステムを使用した場合、機器から供給される性能や保護機能が低下したり失われたりする可能性があります。

システム保守点検に関する情報は、FSE にお問い合わせください。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。推奨される環境条件以外でシステムを運用したり、不正な改造を行ったりすると、取得したデータが不正確になることがあります。

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ブは、ツイン ESI プロブです。

ツインプロ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。

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。

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 $\mu\text{L}/\text{min}$ ~ 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。

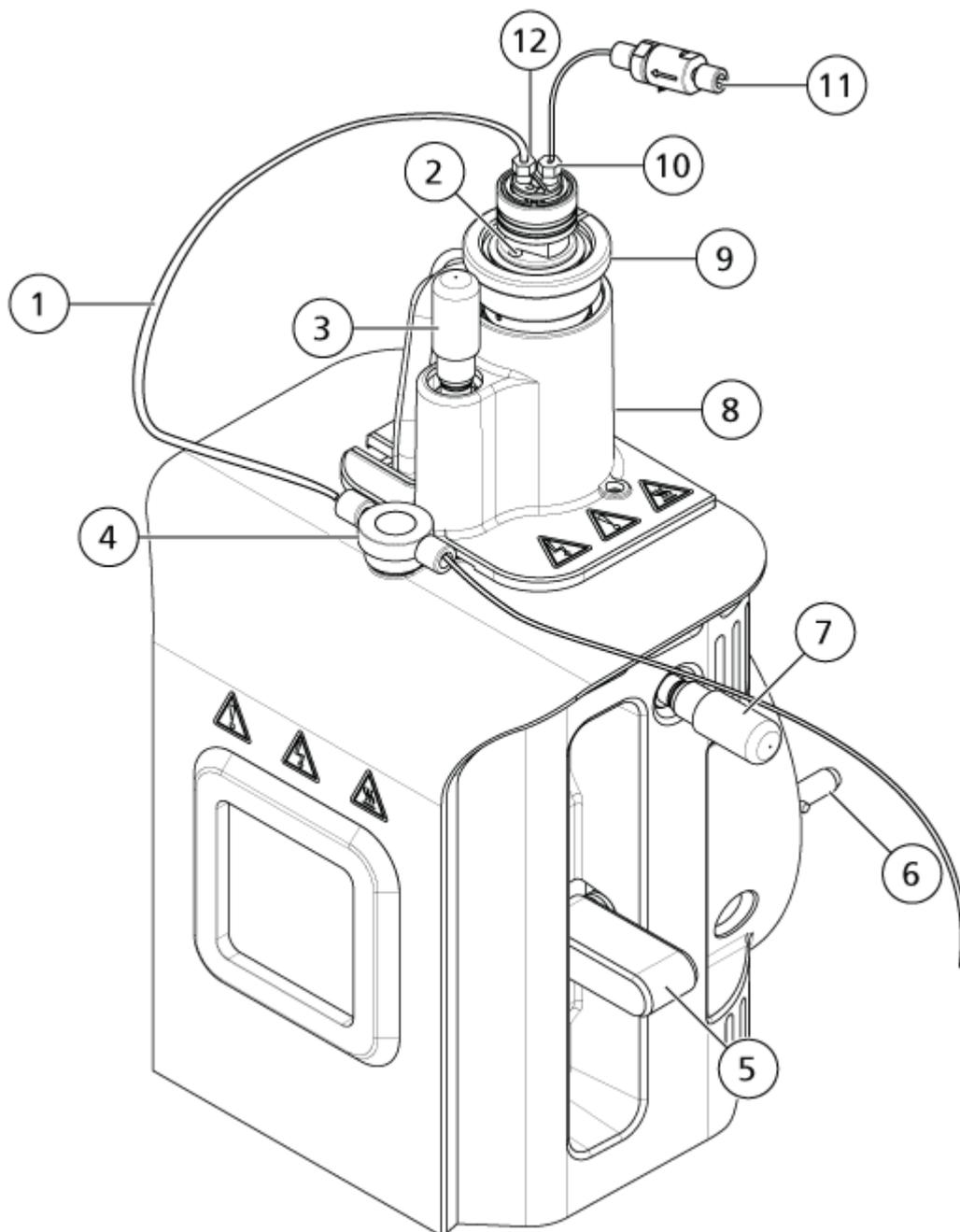
- 溶液にすぐにイオンを形成しない化合物のイオン化。これらは通常、非極性化合物です。
- LC-MS/MS 実験の単純な APCI スペクトルの生成。
- 複雑で汚れているサンプルの高スループット分析。イオン抑制効果に対する感度は比較的低くなります。
- LC カラムありまたはなしの流量注入による急速なサンプル導入。

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	コロナ放電ニードル調整ネジ

イオン源の概要

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する 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ト (CAL) ポート
11	流量モジュール、キャリブラントチューブとチェックバルブで構成
12	継手付きのサンプル (LC) ポート

プローブ

ツイン ESI 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	ツイン ESI プローブ	ツイン 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 <i>設置計画概要書</i> 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。

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製の電極を 2 つ備え、中央に位置しており、両側に 45 度の角度で 2 つのターボヒーターが配置されています。

サンプル供給はラベルの付いたポートに接続され LC、キャリブラントはラベルの付いたポートに接続されます CAL)。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ラント)は、高電圧 (**Spray Voltage**) 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。イオンは圧縮ゼロ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。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、イオンパスに対して 90 度の角度で発射されます。

図 2-2 : ツイン ESI プローブの部品



項目	説明
1	電極チップ(突起)の長さを調整する電極調整ナット(黒色)
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インレット領域にスプレーする電極チップ

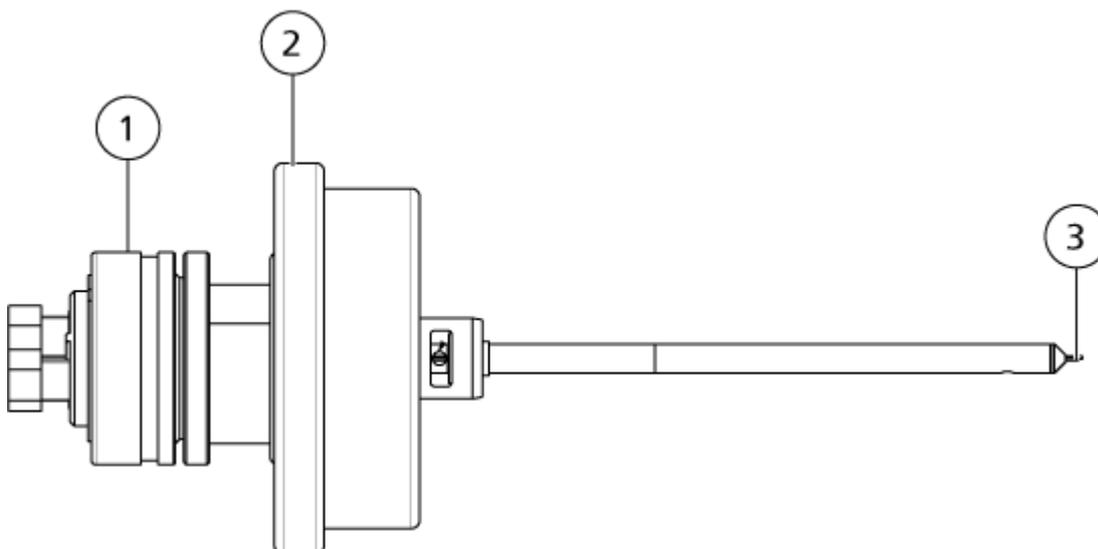
ツイン APCI プローブ

ツイン APCI プローブは長さ 125 mm です。内径 100 μm (0.004 インチ) のステンレススチール製の電極を 2 つ備えており、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ラントを接続します。分析物(サンプルまたはキャリブラント)はポンプによってスプレーに送り込まれ、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。ヒーターに埋め込まれたセンサーは、セラミックチューブが適切な温度に保たれていることを確認します。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酸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。

イオン源の概要

図 2-3 : ツイン APCI プローブの部品



項目	説明
1	電極チップ(突起)の長さを調整する電極調整ナット(黒色)
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インレット領域にスプレーする電極チップ

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、適切に取り付けられていない場合。
- プローブが取り付けられていない場合。
- 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、一般の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、次のドキュメントを参照: **設置計画ガイド**



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換気フード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。



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。

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、ユーザーがサンプルと溶媒の蒸気を安全に除去し、正しく取り扱う手助けになるように設計されています。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、の『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: システムに損傷を与える恐れ。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。イオン源の前面の強化ガラスウィンドウからイオン源の内部が確認できます。

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
- ツイン ESI プローブ
- (オプション) ツイン APCI プローブ
- 1/4 インチのレンチ
- 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。ツイン ESI プローブポジションの最適化 または ツイン 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: システムに損傷を与える恐れ。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: システムに損傷を与える恐れ。ESI 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。
6. ツイン 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頂部の LC 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。1/4 インチレンチを使用してナットをさらに 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 rant チューブを **CAL** のラベルが付いたポートに接続します。六角ナットを手できつく締め、1/4 インチレンチを使用してナットをさらに 1/4 回転締めます。

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! 挟み込みの危険。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。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。

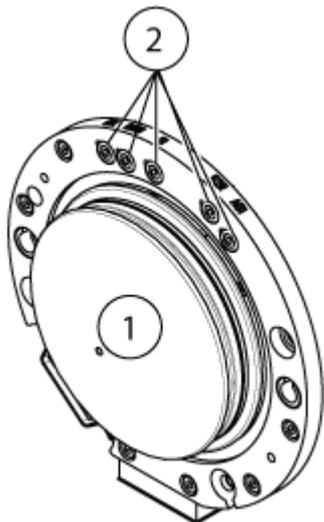
注: プローブがイオン源に適切に取り付けられていない場合、質量分析装置とイオン源排気システムの高電圧電源はオフになります。

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

- 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。
- 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。
- 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。
- 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。締め過ぎないように注意してください。

液漏れの点検



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(PPE)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。

イオン源に漏れがないか定期的に検査します。

- フィッティングとチューブに漏れがないか検査します。



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。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。イオン源ウィンドウに亀裂や破損がある場合は、イオン源を使用しないでください。SCIEX の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。

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とシグナルの安定性を最大化します。

[ツイン ESI プローブの最適化](#)または[ヒーターガスツイン 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 (未付属) 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。

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 $\mu\text{L}/\text{min}$ ~ 3,000 $\mu\text{L}/\text{min}$ の流量に対応しています。ツイン 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。

ツイン ESI 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。溶媒とサンプルの放出を制御し、システムを安全に操作するには、ラボの適切な換気が必要です。



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: 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 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。質量分析装置がスタンバイ状態になると、LC システムからの液体の流れがイオン源に溢れる可能性があります。

注: システムの清潔なステータスと最適なパフォーマンスを保つために、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 S/N 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を使用するよりも簡単です。

注: 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。

注: IonSpray 電圧 は常に TurbolonSpray プローブと APCI プローブの両方に同時に適用され、温度パラメータは常にターボヒーターと APCI ヒーターの両方に同時に適用されます。

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、最適なツイン ESI プローブ温度に影響します。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。

ツイン ESI プローブは、多くの場合、サンプル流量 5 $\mu\text{L}/\text{分}$ ~ 3,000 $\mu\text{L}/\text{分}$ 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

イオン源の最適化

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. 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。
2. 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。
3. 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

1. 制御ソフトウェアを開きます。
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されている場合、次の操作を行います。
 - a. イオン源温度を 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. 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

1. **Ion Source Gas 1** の開始値を入力します。
LC ポンプの場合、40 ~ 60 の値をガス 1 に使用します。
2. **Ion Source Gas 2** 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。

3. **Spray Voltage** フィールドに適切な値を入力します。
 - 正モード: 5500
 - 負モード: -4500
4. **Curtain Gas** フィールドに 25 と入力します。
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! 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。

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. 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。
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!

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。

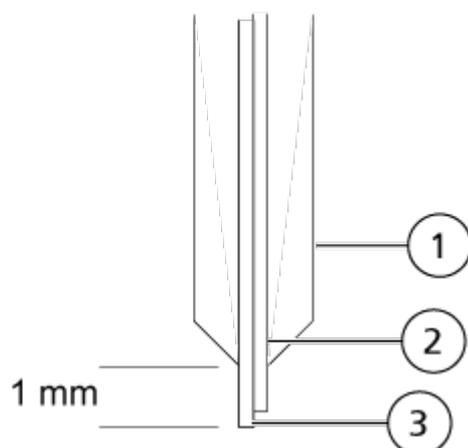
5. プローブ上の黒の電極調整ナットを調整して、電極チューブをプローブの内側または外側へと移動します（突起を調整します）。

注: 両方の電極がプローブから突き出ていることを確認してください。

ヒント! 噴射がアパチャに近すぎると、Curtain Gas インターフェースのガス流量が妨げられ、真空インターフェースが汚染されます。汚染を防ぐには、プローブを上に向け、垂直にマイクロメータを使用します。

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 4-1：電極チップ拡張部の調整



項目	説明
1	ツインプローブ
2	キャリブラント電極
3	サンプル電極

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、ツイン ESI 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。

注: 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。
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、感度を低下させない範囲で、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、ノイズの多いシグナルを発生させる 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、アパチャの汚染を防ぎ、全体の S/N 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
X500 QTOF および ZenoTOF 7600/7600+ システム	25

- 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。

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。

- 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。

ヒーターガスツイン 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。溶媒とサンプルの放出を制御し、システムを安全に操作するには、ラボの適切な換気が必要です。



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。



イオン源の最適化

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 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。質量分析装置がスタンバイ状態になると、LC システムからの液体の流れがイオン源に溢れ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 μ L/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、次のセクションを参照: [ツイン APCI プローブのパラメータ](#)。

ヒント! シグナルおよび S/N 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を使用するよりも簡単です。

注: IonSpray 電圧 は常に TurbolonSpray プローブと APCI プローブの両方に同時に適用され、温度パラメータは常にターボヒーターと APCI ヒーターの両方に同時に適用されます。

注: APCI プローブを使用する場合は、コロナ放電針が開口部の方向を向いていることを確認してください。

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](#) を参照してください。
2. 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。
3. 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

1. 制御ソフトウェアを開きます。
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されている場合、次の操作を行います。
 - a. イオン源温度を 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. 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

1. 30 フィールドに Ion Source Gas 1 と入力します。
2. Nebulizer Current (NC) フィールドに 1 と入力します。
3. 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、感度を低下させない範囲で、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 4-2](#)。これにより、ノイズの多いシグナルを発生させる 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、アパチャの汚染を防ぎ、全体の S/N 比を高めることができます。

表 4-2 : CUR パラメータ値

質量分析装置	開始値
X500 QTOF および ZenoTOF 7600/7600+ システム	25

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

- 絶縁マイナスイドライバー

ツイン 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の方を指しているかを確認します。ツイン ESI 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. 絶縁マイナスイ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。

ツイン 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。



イオン源の最適化

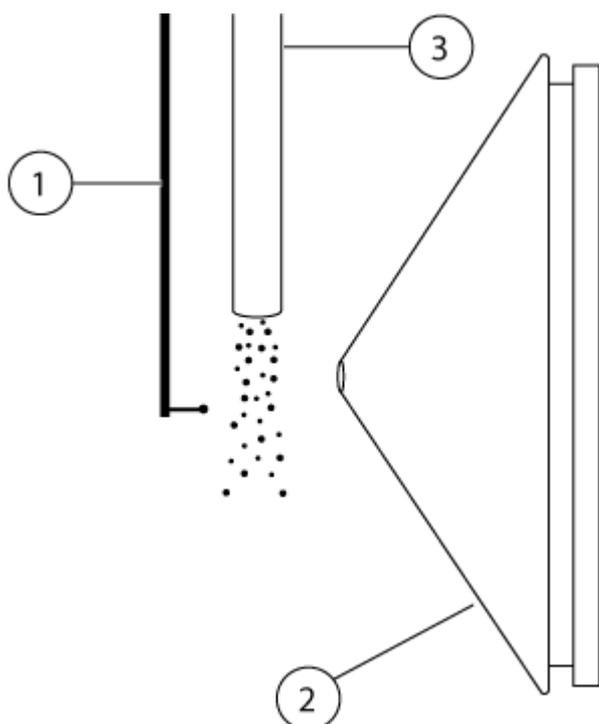


警告! 尖った部分により怪我をする危険。電極を取り扱うときは注意してください。電極チップは非常に尖っています。

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 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	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、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: 質量分析装置のパフォーマンス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。

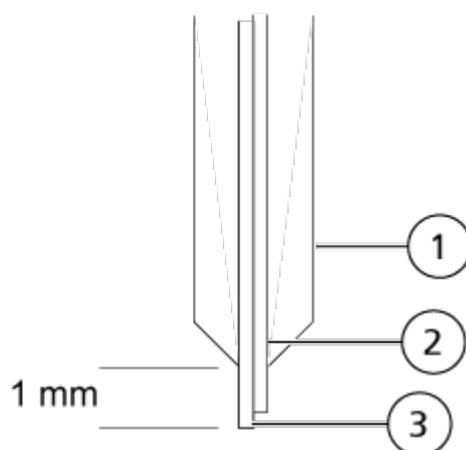
2. 制御ソフトウェアで、分析試料のシグナルまたはシグナル対ノイズ比をモニターします。

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 : 電極チップ拡張部の調整



項目	説明
1	ツインプローブ
2	キャリブラント電極
3	サンプル電極

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 μ A ~ 5 μ 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。

- 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、可能な限り最も高いイオン源温度を使用します。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。
- 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。SCIEX OS では、これは **スプレー電圧フィールド** 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。
- APCI モードで 2 mL/min を超える流量を用いる場合は、液体フローを開始する前に質量分析装置が平衡状態となるまで待ち、噴霧温度に達していることを確認します。

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、Turbo V イオン源の温度を少なくとも 30 分間下げてください。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 (PPE) 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クリーニングする前に、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。適切な個人用保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。イオン源ウィンドウに亀裂や破損がある場合は、イオン源を使用しないでください。SCIEX の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: システムに損傷を与える恐れ。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特定するには、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: 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、次のドキュメントを参照：[部品および機器ガイド](#)。

ヒント! 定期的にメンテナンス作業を行い、システムのパフォーマンスを最適に保つようにしてください。

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: 部品番号については、次のドキュメントを参照：[Parts and Equipment Guide](#)。

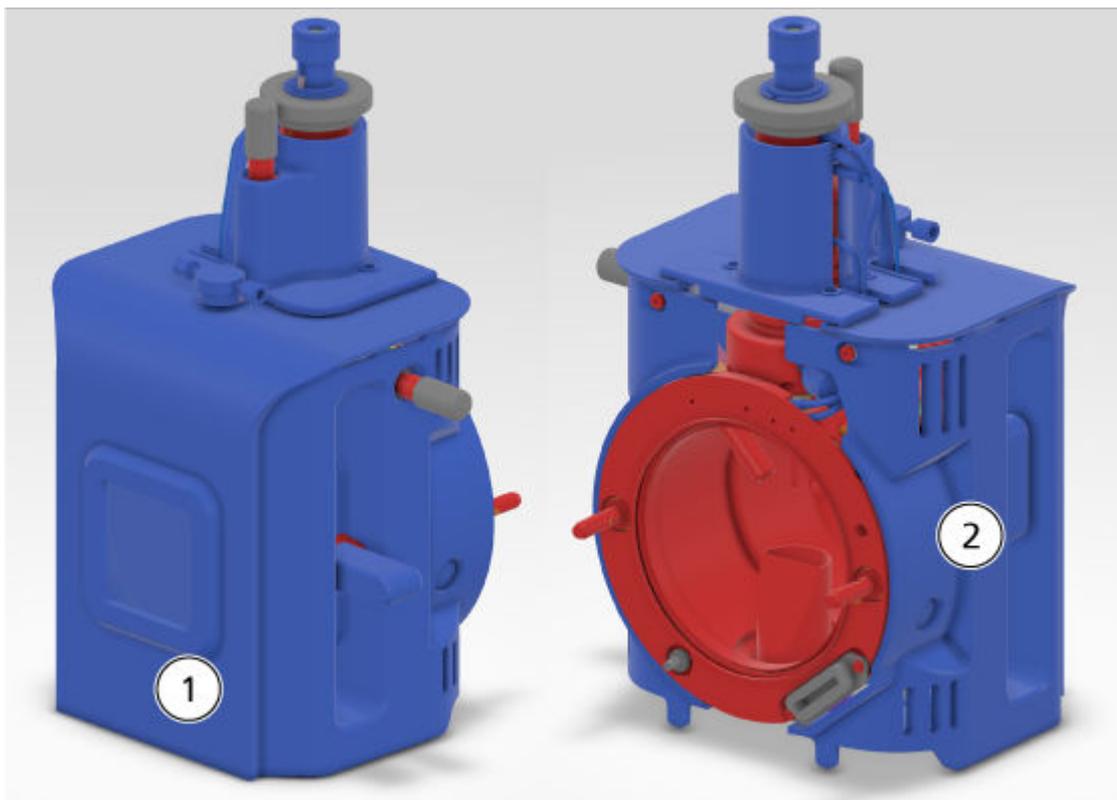
表 5-1 : イオン源のメンテナンス作業

コンポーネント	周波数	タスク	詳細な情報については
イオン源プローブ	必要に応じる	点検および交換	次のセクションを参照: プローブの取り外し および プローブの取り付け 。
ツイン ESI または APCI プローブ用電極	必要に応じる	点検および交換	次のセクションを参照: ツイン電極の交換 。
コロナ放電ニードル	必要に応じる	交換	次のセクションを参照: コロナ放電ニードルの交換 。
ターボヒーター	必要に応じる	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	必要に応じる	交換	次のセクションを参照: イオン源チューブの接続 。

イオン源の取り扱い

操作中はイオン源の表面が高温になります。次の図は、比較的温度の低い面(青)と、高温の状態が長時間続く面(赤)を示しています。イオン源の使用時や取り外し中は、赤で表示されている面に触れないでください。

図 5-1 : イオン源の熱い表面(赤=熱い、灰色=温かい、青=取り扱いに注意)



項目	説明
1	前
2	背面

イオン源の取り外し

注: 質量分析装置がオンのときは、9 L/min の流量で窒素が流れ続けます。

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. CDS の停止。
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 30 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. キャリブレーションチューブをチェックバルブから取り外します。
8. 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。
9. 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。

10. 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てください。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てください。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: システムに損傷を与える恐れ。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. キャリブ rant チューブナットを緩めて、キャリブ rant チューブをプローブから取り外します。
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



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てください。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。

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、ツイン電極を取り外します。
2. プローブ内に新しい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](#)を参照してください。
4. 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。
5. 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。
6. キャリブ rant チューブを接続します。

7. 電極チップ拡張部を調整します。ツイン ESI プローブポジションの最適化またはツイン 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てください。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。

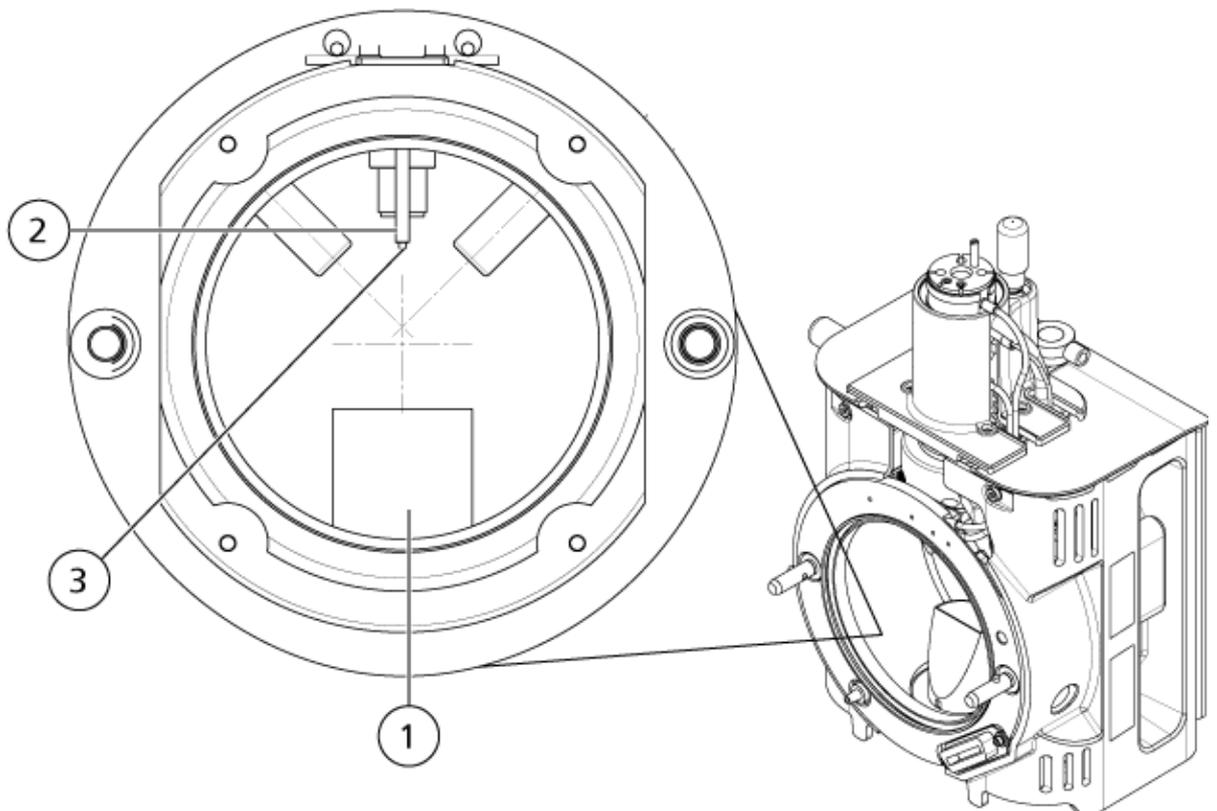
実施前提手順

- 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 5-2 : コロナ放電ニードル



イオン源のメンテナンス

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

- 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。
- 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。
- 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。
- 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。
- 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てください。すべての電気安全作業規範を遵守します。

注: キャリブ rant 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。

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。
- イオン源を除去します。[イオン源の取り外し](#)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廃棄しないでください。コンポーネントを正しく廃棄するには、現地規制に従ってください。

イオン源の保管と取り扱いのための環境要件

- 周囲温度: $-30\text{ }^{\circ}\text{C} \sim +60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($-22\text{ }^{\circ}\text{F} \sim 140\text{ }^{\circ}\text{F}$)
- 大気圧: $75\text{ kPa} \sim 101\text{ kPa}$
- 相対湿度: 99 %以下、結露のないこと

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。	<ol style="list-style-type: none"> 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。 	<ol style="list-style-type: none"> 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。 <ol style="list-style-type: none"> 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。
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。 ツイン電極の交換 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。	<ol style="list-style-type: none"> 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。 3. 短い方の電極がプローブから突出していません。 	<ol style="list-style-type: none"> 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。 3. 電極チップ拡張部を調整します。ツイン ESI プローブポジションの最適化またはツイン APCI プローブポジションの最適化を参照してください。

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。
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. 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"> 1. プローブが最適化されていません。 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。 3. 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"> 1. プローブを最適化してください。ツイン ESI プローブの最適化またはヒーターガスツイン APCI プローブの最適化を参照してください。 2. サンプルが適切に調製されていることを確認します。 3. 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。 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。
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 を参照してください。
キャリブ rant シグナルが低くなっています。	<ol style="list-style-type: none"> 1. CDS が接続されていません。 2. CDS のチューブが詰まっています。 	<ol style="list-style-type: none"> 1. CDS の接続を点検します。 2. キャリブ rant チューブに詰まりや漏れがないか点検します。

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。

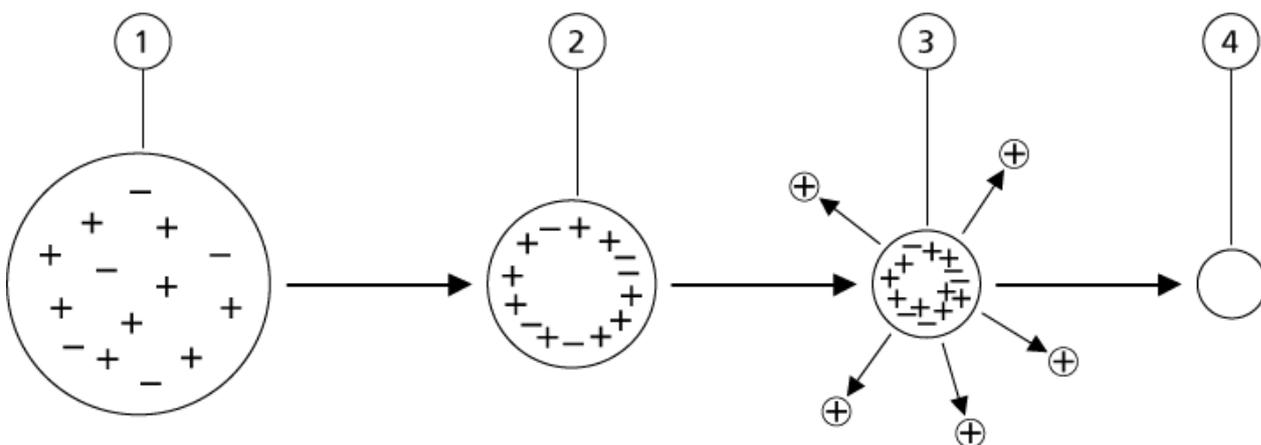
スプレー電圧とターボヒーターの相互作用により、ストリームが収束され、液滴の蒸発速度が速くなるため、結果としてイオンシグナルが増加します。加熱されたガスによりイオン蒸発効率が高まるため、感度が向上し、処理できる液体サンプル流量が増加します。

高速流のネブライザガスにより、**Spray Voltage** インレット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、複数の電荷により質量分析装置の質量範囲内で質量電荷比 (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。次の図を参照: [図 A-1](#)。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。

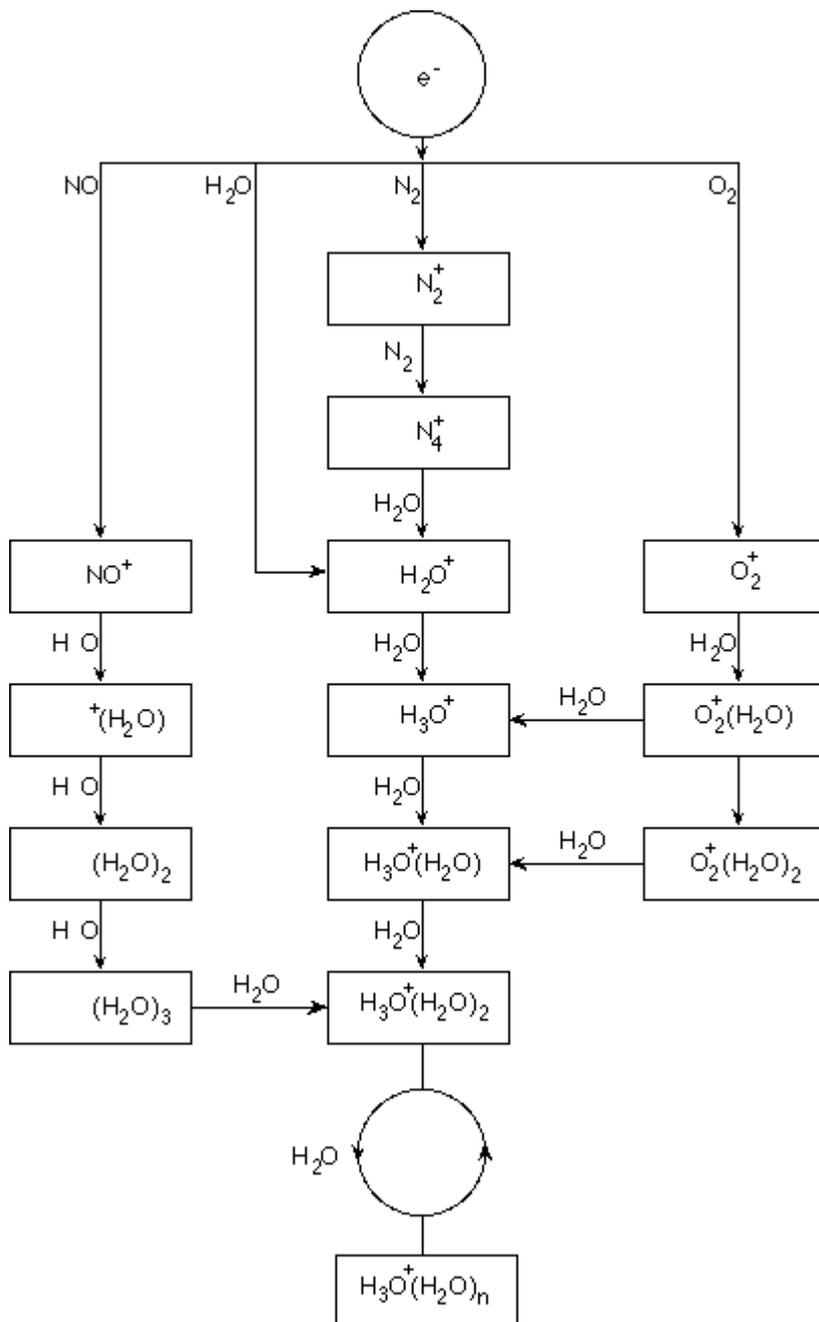
ほとんどの有機分子の溶媒和エネルギーが知られていないため、イオン蒸発に対する特定の有機イオンの感度を予測することは難しいです。液体の表面に堆積する界面活性剤を非常に高感度に検出することができるため、溶媒和エネルギーが重要なことは明らかです。

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。ツイン APCI プロブプロセスでは、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、 $\text{H}_3\text{O}^+[\text{H}_2\text{O}]_n$ 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。

ツイン 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。

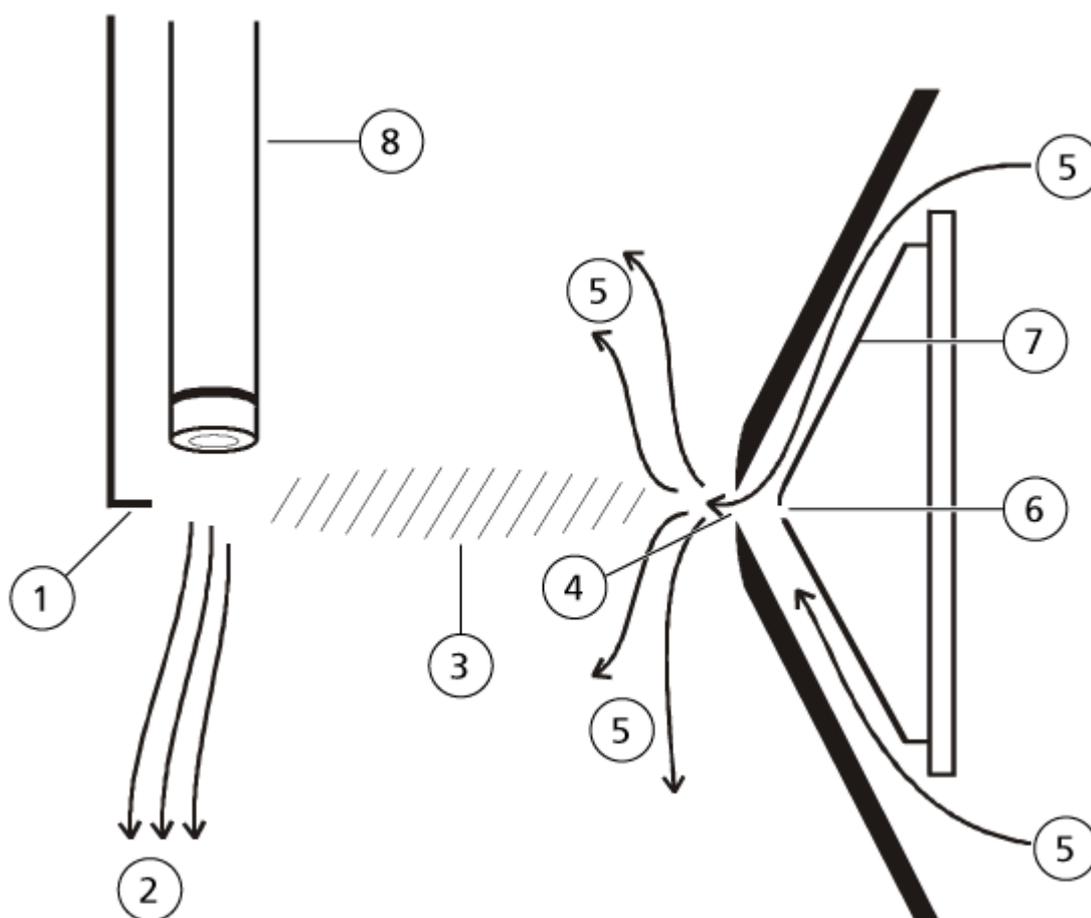
逆相アプリケーションの場合の試薬イオンは、正極性ではプロトン化された溶媒分子、負極性では溶媒和酸素イオンで構成されます。優性熱力学を用いて、モディファイヤーを追加すると試薬イオン組成が変化します。例えば、酢酸塩緩衝液またはモディファイヤーを追加すると、酢酸イオン $[CH_3COO]^-$ を負極性の主な試薬とすることができます。アンモニウムモディファイヤーを追加すると、プロトン化したアンモニア $[NH_4]^+$ を正極性の主要な試薬とすることができます。

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ず、試薬イオンに対する溶媒クラスター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テ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、ツイン 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、ガスカーテンを通して質量分析装置内に流れ込みます。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

動作原理 — イオン源

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せん。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、すべて熱化されません。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。

ツイン APCI プロ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、ツイン APCI プロ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ツイン APCI プロ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。

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、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 : ツイン ESI 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	
LC 流量	5 μ L/分 ~ 50 μ L/分	200 mL/分	1,000 μ L/分	5 μ L/分 ~ 3,000 μ L/分
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 (ヒーターガス)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi ~ 90 psi
スプレー電圧	5500 V	5500 V	5500 V	5500 V
Curtain Gas インターフェースのガス	25 psi	25 psi	25 psi	25 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

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。

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	動作範囲
LC 流量	1,000 μ L/min	200 μ L/min ~ 3,000 μ L/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	25 psi	25 psi ~ 50 psi
イオン源温度 ³	400 $^{\circ}$ C	100 $^{\circ}$ C ~ 750 $^{\circ}$ C
ネブライザ電流	正: 3 μ A 負: -3 μ A	正: 0 mA ~ 5 μ A 負: -5 mA ~ 0 μ A
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	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	ツイン ESI およびツイン APCI プローブのネブライザガスを制御します。次のセクションを参照: 動作原理 — イオン源 。
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。最高感度を得られるのは、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。次のセクションを参照: 動作原理 — イオン源 。

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 (ESI プローブ)	<p>ESI プローブ のヒーターガスの温度を制御します。</p> <p>最高感度を得られるのは、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>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>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 μ A ~ 5 μ 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 μ A。
イオン源電圧	ESI プローブ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	インターフェースヒーターのオン/オフを切り換えます。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 mmol/L ~ 10 mmol/L で、負イオンで 2 mmol/L ~ 50 mmol/L です。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% ~ 1.0% (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

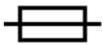
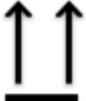
C

注: 以下の表のすべてのシンボルが、すべての装置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 および電気安全性の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: SCIEX 説明書では、このシンボルは人身傷害の危険を示します。

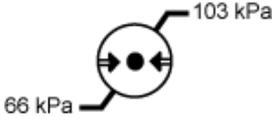
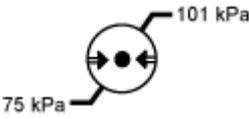
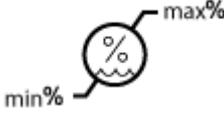
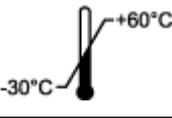
シンボル	説明
	<p>中国 RoHS 注意ラベル。電子情報製品は特定の毒性または有害物質を含んでいます。中央に書かれている数字は、環境保護使用期限 (EFUP) の日付であり、製品の操作可能暦年を数字で示すものです。EFUP の期限が切れた際は、製品は速やかにリサイクルされなければなりません。回転矢印は、製品がリサイクル可能であることを示します。ラベルまたは製品にある日付コードは、製造年月日を示します。</p>
	<p>中国 RoHS ロゴ。装置は最大濃度値を超える毒性および有害物質または元素を含んでおらず、リサイクルおよびリユース可能な環境に優しい製品です。</p>
	<p>使用説明書を参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

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
	国際安全シンボル 注意、感電の危険性 (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 SCIEX の代理店に連絡してください。
	高温面の危険
	インビトロ診断機器
	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/切断の危険

シンボル	説明
	レーザー放射線障害の危険
	持ち上げ時の危険
	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には接触できません。
	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

シンボルについての用語集

シンボル	説明
	有害化学物質の危険
	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
UKRP	英国責任者
VA	ボルトアンペア(皮相電力)
V	ボルト(電圧)

シンボル	説明
	<p>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</p>
<p>W</p>	<p>ワット(電力)</p>
	<p>yyyy-mm-dd 製造年月日</p>

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配置しています。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 web 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。

説明書

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。

ソフトウェア製品の説明書については、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説明書については、システムまたはコンポーネントに付属の説明書を参照してください。

説明書の最新版は 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。
