

JMS-T100CS コールドスプレー調整要領 (ハード編)

2004年11月2日

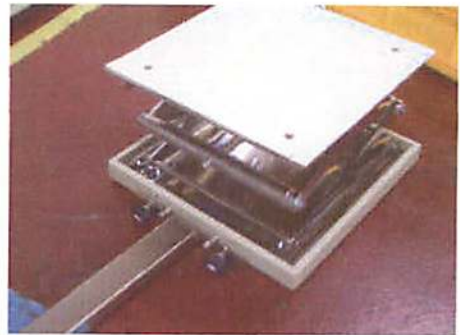
第3製造部1G

亀谷秀男

- 1、液体窒素をタンク内へ充填する。
尚 充填する際、タンク内半分以下になるよう 体重計にて約2~3Kg 増加するようにする。
(タンク本体の重さ約 5kg 充填後の重さ約 7~8kg)



- 2、ラボジャッキを固定台内部へ入れボルトにて固定する。
(この際ラボジャッキを多少持ち上げると固定しやすい)



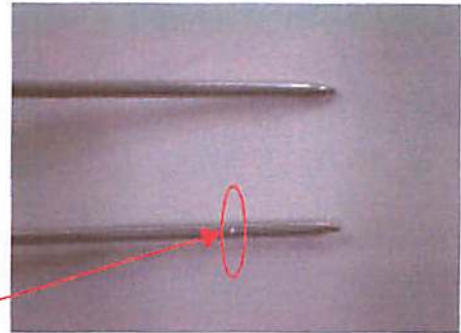
- 3、タンクホルダー (黒色バンド付) をラボジャッキへ取り付けタンクを載せてバンドにて固定する。



- 4、ヒーターホルダーを窒素タンクへ SET する
(その時の高さは適当な所にする)

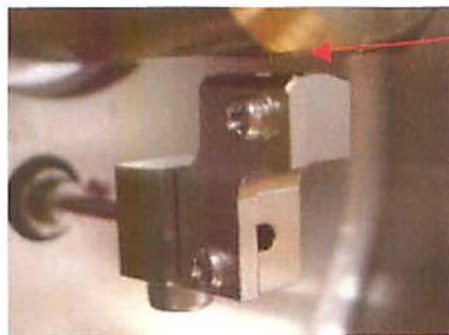


- 5、スプレーヤー先端のパイプを ESI 用から CS 用へ交換する。尚ニードルの長さは ESI 時と同じでパイプ先端から約 0.2~0.5mm 程度先に出る



(CS 用のパイプは途中に凹みマークがある。噴き出し口は 0.5φ となっている)

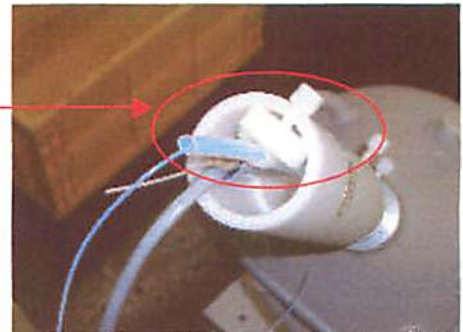
- 6、イオン源を取り外して、スプレーヤーニードル先端と CS 用 FlowRedirector の隙間が 0.5mm 以下になる様にスプレーヤーの高さを合わせる。(Redirector を回転させてニードルに接触しない事) 又 Redirector の穴の位置がニードルの真下になる様 前後の位置を合わせる。



0.5mm 以下

- 7、ヒーター及び GAS ラインをホルダーを通して窒素タンク内部へ入れる。

(ヒーター部をホルダーへしっかりと固定する。)



- 8、ラボジャッキの高さを合わせて N2GAS ラインを NebulizingGas ライン及びスプレーヤーへ接続する。(ヒーターケーブルも接続する。) N2 ガス OPEN にして Flow は MAX に SET する。



- 9、温度コントロールの電源を入れ、温度設定を“-200°C”に設定する。
(TEMP CONTROL SW “ON”)

温度設定方法

変更する数値の桁を合わせる。

上下のボタンを長押しにして任意の温度を設定する。

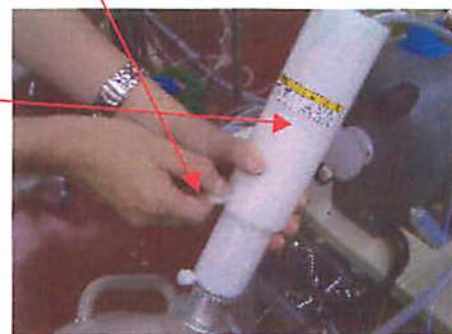


温度 Calibration の実施

実際の温度が“-70°C~-90°C”になるようにヒーターホルダーのビスを緩めて高さを微調整し合わせる。(このホルダーの高さを変える事によって、窒素タンクパイプの高さが変わる。その為に窒素はタンク内半分程度にし内部に入っているテフロンしておく事)
30分程度様子を見る。

このホルダーを上下させる。
尚高さを変更した際、ラボジャッキにて必ず全体の高さを調整する事。

30分後 実測温度が-70°C~-90°C程度になっている事。



- 10、 実際の温度は“-70~-90°C以内”になっている事を確認して、温度設定を+10°C程度にする。



温度が+10°Cになると コールドスプレー（ハード編）の準備は終了です。

コールドスプレー調整要領（ソフト編）

コールドスプレーの準備が出来次第 下記の要領に基づき サンプルを測定する。

- 1、MASS Center MSTune 画面にてイオン化モードを “ColdSplay+” に設定する。
- 2、イオン源の設定

ニードル電圧は 0kv

オリフィス1 温度及び 脱溶媒室温度 共に 0°C

その他レンズ等の電圧は ESI 時と同じ

サンプル : L-プロリン 5 mM サンプル作成手順は別紙参照

- 3、測定方法

シリンジポンプ Flow 10ul~30ul/min

MCP 電圧 2400V~2500V

始めに MassRange 100~1000 程度（通常の ESI と同じ設定）にてモニター上にプロリン

のピークをイオン源に有る Redirector 変更ノブを左右、上下に動かしてピーク強度が一番高くなるように場所を合わせ出す。

（この作業が慣れるまで非常に大変です。）



逆に一度プロリンが取れば CS は簡単な装置です。！！

その後 モニター設定にて MASSRANGE を 100~5,000 へ変更し
プロリンのクラスターイオンが M/Z5,000 まで確認出来る事。

尚 モニター設定内

スペクトル記録間隔 10 s

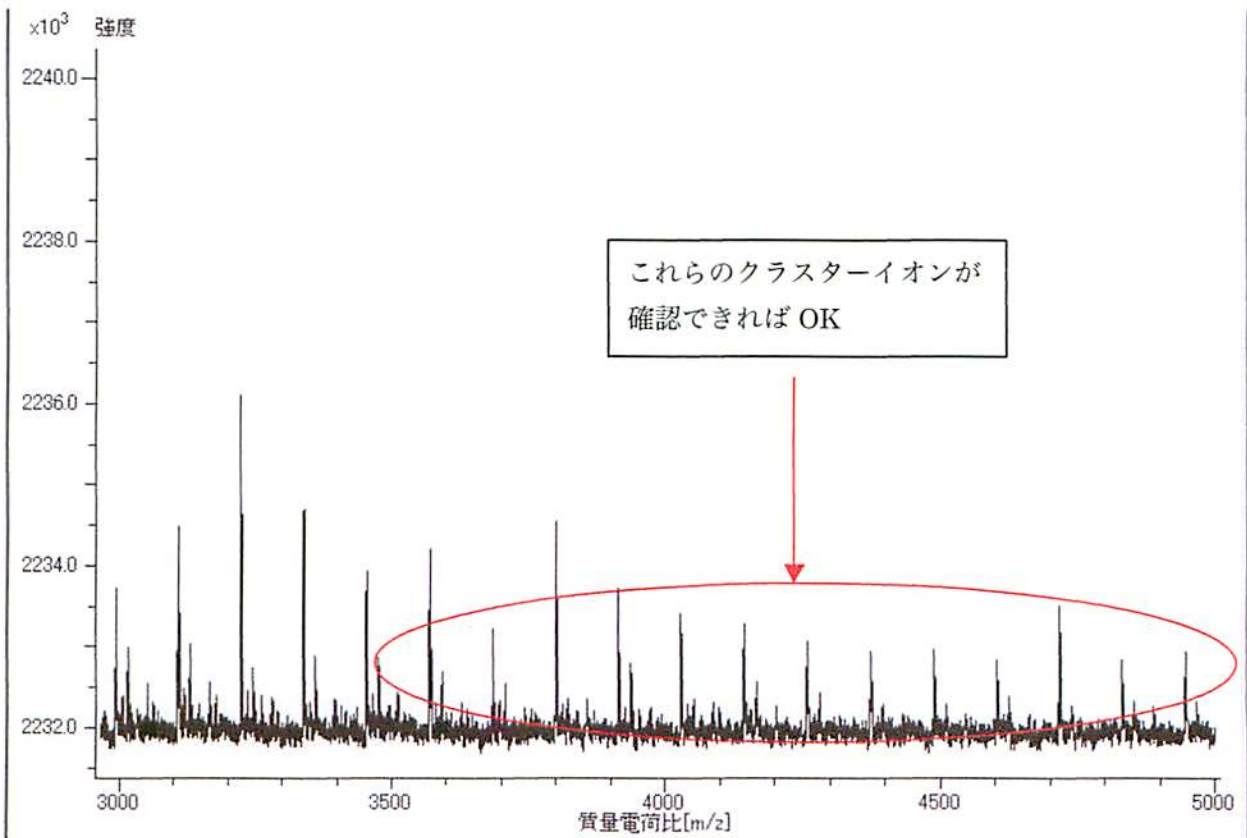
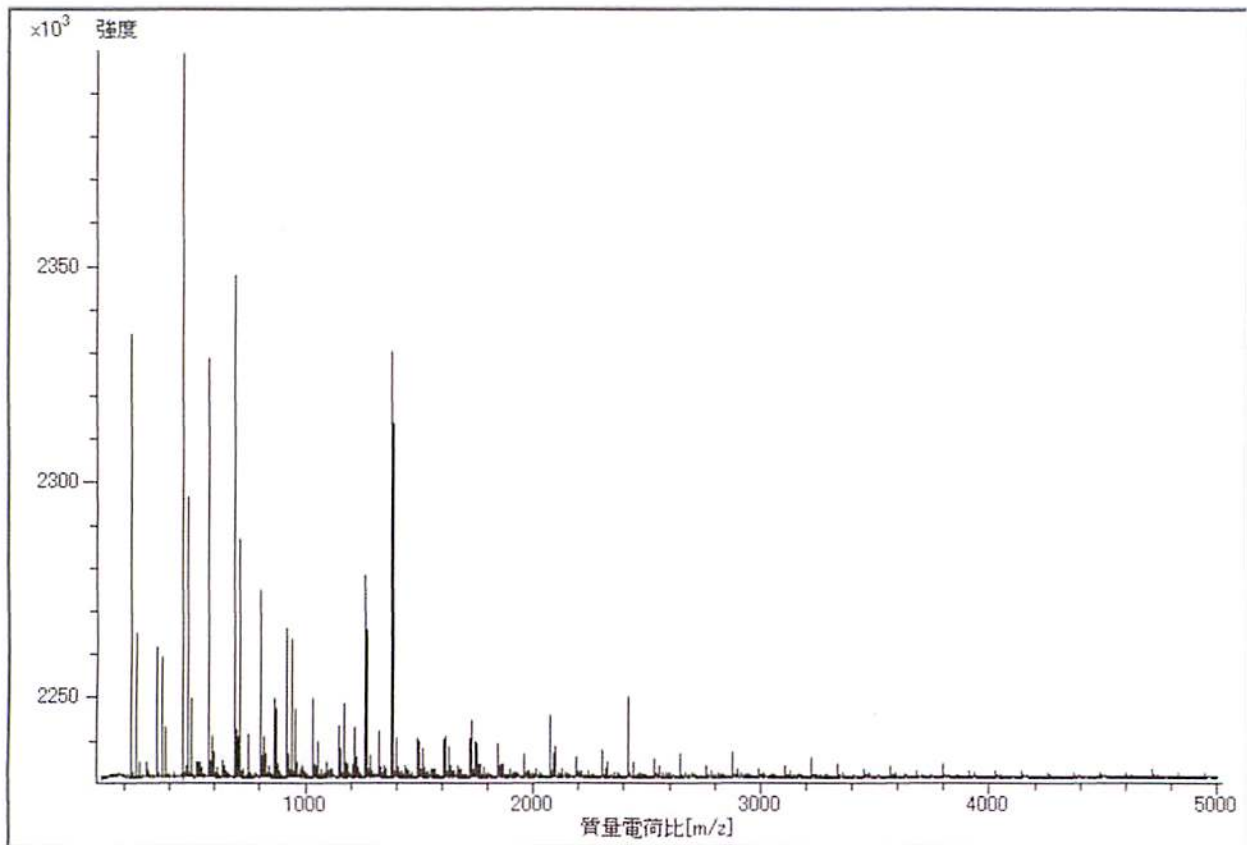
データ収集間隔 2s へ変更する事。

モニター上にてクラスターイオンが 5,000 まで確認できれば、そのまま測定を行う。

温度設定を 0°C~20°C程度まで変更して一番感度が良くなる温度を探す。

N₂ のガスは MAX で OK です。プローブの高さも変更して見てる。

以上



プロリンの調整方法

第2 技本 2G

森田徹一郎

本書類は、JMS-T100CS “AccuTOF CS”の標準試料である L-proline の試料調整方法について、まとめたものです。

対象試料

試料： L-proline : 分子量 115
濃度： 5mM(mol/L)¹
試料溶媒： MeOH/ H₂O=98:2

調整方法

1. L-proline の Xmg 測り取る。
2. メタノール：H₂O=98:2 の溶媒を用意する。これが試料溶媒となる。最終的に 10mL 程度の標準試料を作成するので、多めに作成しておくこと。
3. L-proline ; Xmg に対して(10×X/5.75)mL の試料溶媒を加え、よく溶かす。
4. 5mM の標準試料のできあがり。

試料調整の留意点など

- ◆ 測定直前に溶かしたほうが良い。溶媒に溶かしてから時間が経過すると、付加イオンのパターンが、M+Na イオンから M+H イオンに変化したりすることがある。
- ◆ 2%程度水を加えるのがコツと千葉大の担当者は言っていました。
- ◆ メタノールや H₂O はなるべくグレードが高いものが良いと思われれます。千葉大では、メタノールは残留農薬用を使用していました。開発では、HPLC グレードのものを使用していました。
- ◆ 試料は 10mL 程度作成する方が無難です。

¹ 1mM=分子量 mg/L です。5mM=5.75mg/10mL になります。