

京大化研 FT-ICR-Mass 測定

加茂 翔伍

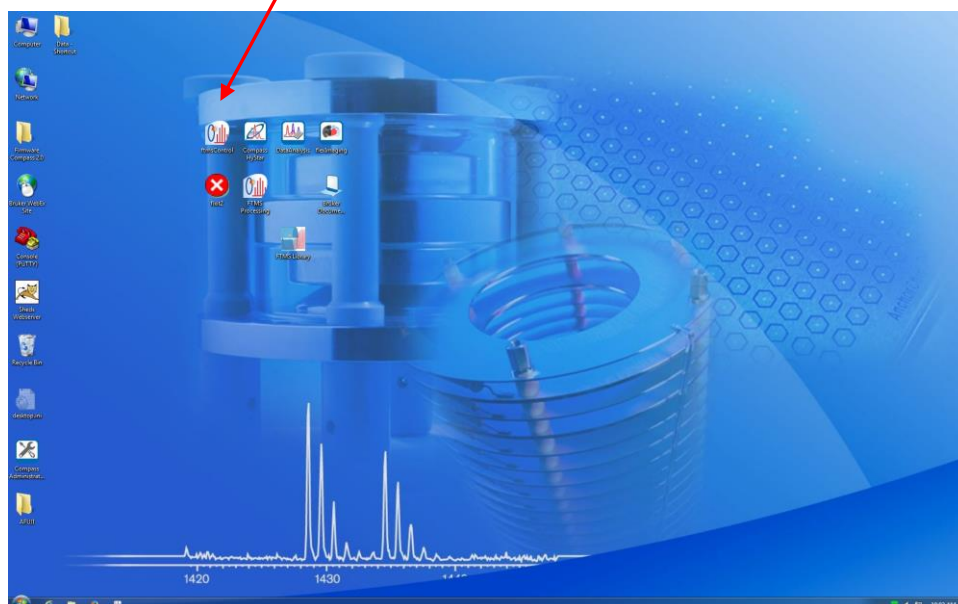
2017/06/20 平田 瞭

1, 測定を始める前に

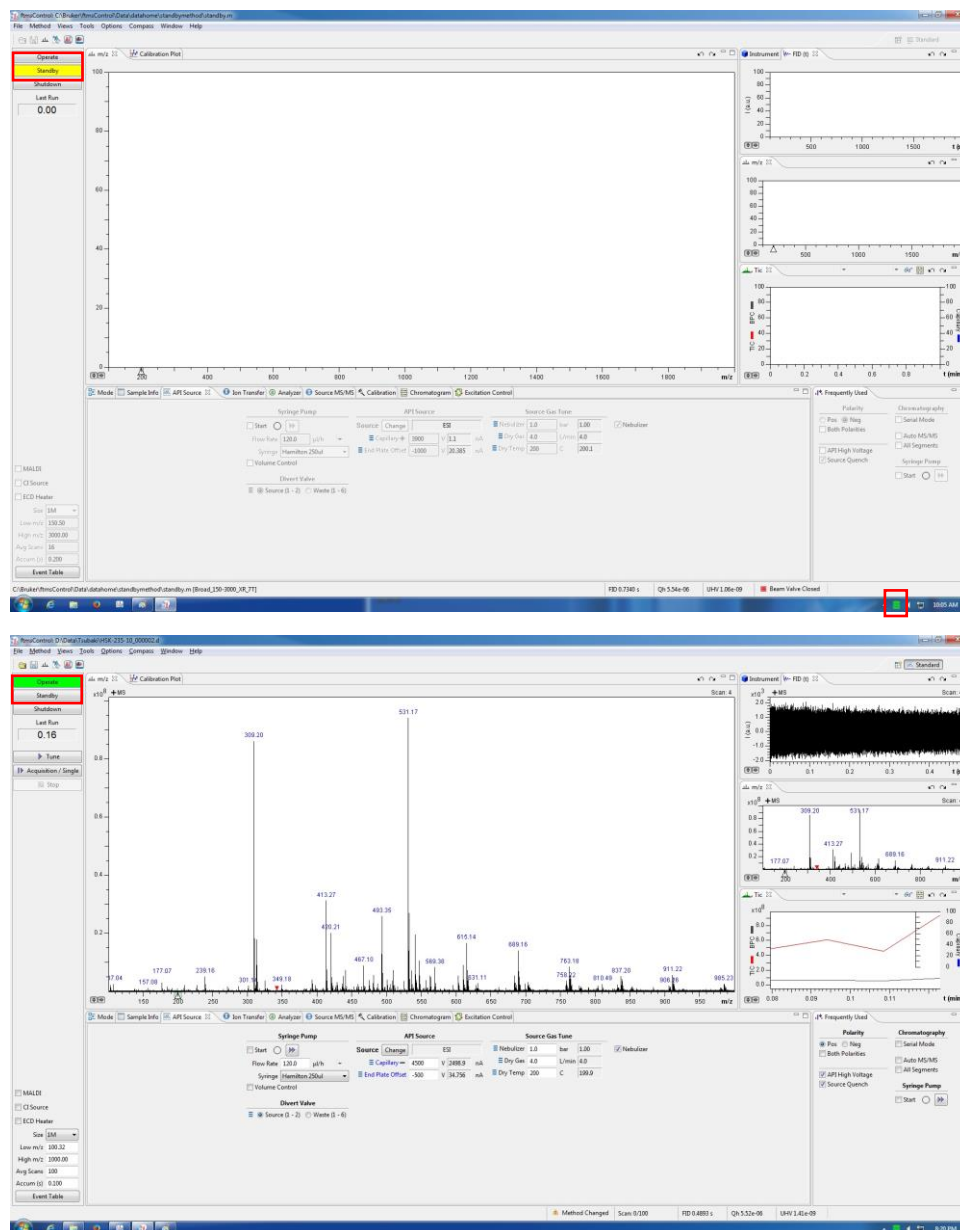
- ①ユーザーチェックリストに日付、開始時間、名前を記入。
 - ②ユーザーチェックリストの「1. Before Starting」を記入。
- ・ He Level は部屋に入って右奥に表示されている (写真)。



- ・ デスクトップの「ftmsControl」を開く。



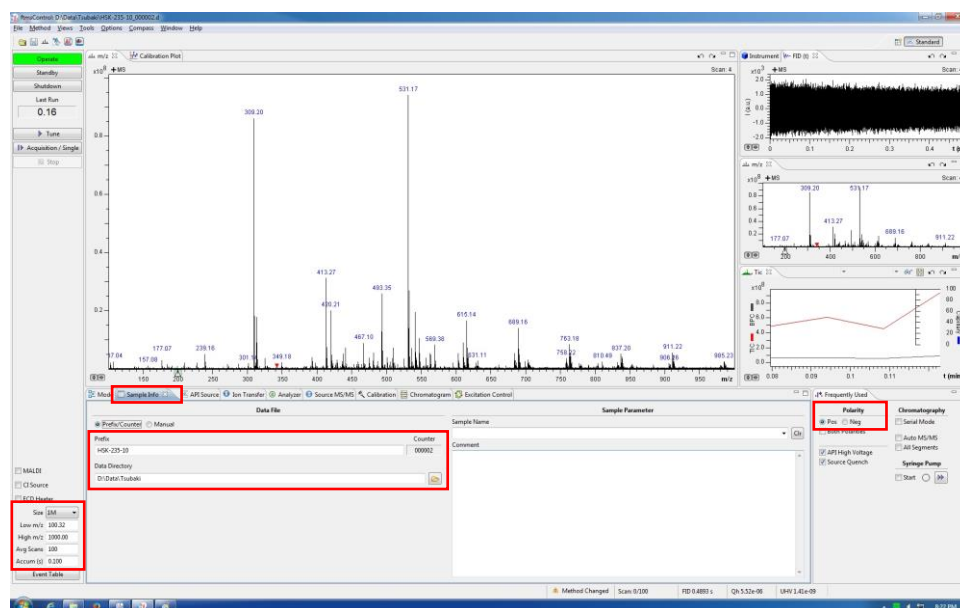
- ・プログラムが開いたら [Operate] をクリック
 → [Standby] の黄点灯が消え、[Operate] が緑点灯
 画面右下にある緑の三本線が点灯していることを確認。



- ・ F2+Alt キーを押す。新しいウィンドウが開くので、
 ここに表示されている数値3つをユーザーチェックリストに記入。

2, 測定

① Mode / Sample Info の設定



- [Size]; 1 M
- 測定範囲は[Low m/z]、[High m/z] で選択。
- [Avg Scans] で積算回数を設定 (100 くらいに設定)。
- [Accum(s)]; 0.100 程度
- 画面右下、[Pos] あるいは [Neg] にチェックをいれ、測定モードを設定。

* Sample Info

- [Prefix/Counter] にチェックが入っていることを確認。
- [Prefix] に「年月日_サンプル名_ESI_pos あるいは neg」を記入。
- [Data Directory] は「Tsubaki」を選択。
- [Sample Name] に「年月日_Tsubaki_ESI」を記入

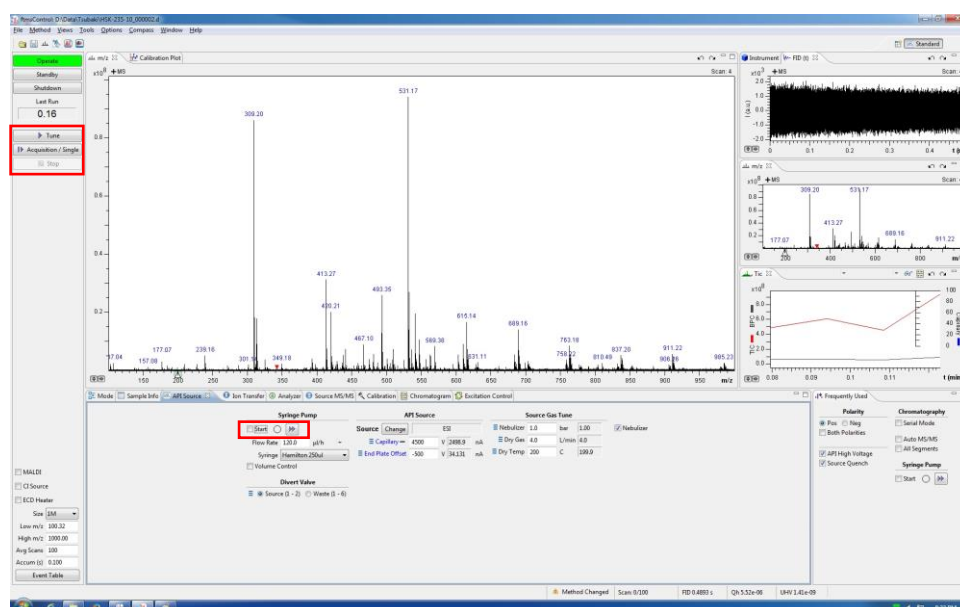
② サンプル調製

- サンプルをクロロホルムあるいはメタノールに溶解。
- メタノールで三次希釈液まで調製。1 ml 程度のメタノールに一滴垂らして希釈するくらいで充分 (元のサンプル量が多い場合は四次希釈まで調製)。
- 三次希釈液に NaTFA 溶液を 50~100 μ l 程度加え、測定サンプルと混合。
- シリンジにサンプルをとり、空気を抜いた後、装置にセット。台の下のねじはしっかりとめる。

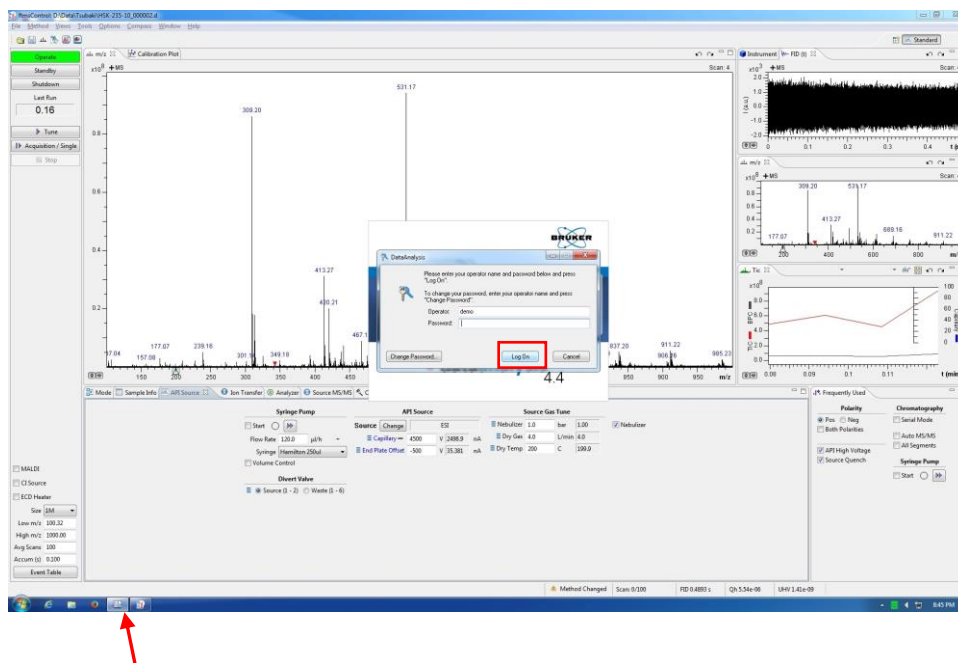


③ API Source (Syringe Pump の設定→測定開始)

- [Start] にチェックをいれる → 緑色に点灯 →
[矢印] を左クリック、長押し → シリンジポンプが回転。5 回転くらい。
- 画面左上の [Tune] をクリック。真ん中の画面にスペクトルが表示される。ピークがきれいに表示され、うまくイオン化しているのが確認できれば [Stop] をクリック。ピークの上に m/z の値が表示されるので、サンプルのピークが出ているか確認。(左クリックしたまま移動で、指定範囲を拡大。ダブルクリックで全画面に戻る。)
- *うまくイオン化していないときは気泡が入っている可能性があるので、もう一度シリンジ内のサンプルを送り出す。
- [Acquisition/Single] をクリック。測定と積算を開始。ピーク強度が $\times 10^8$ くらいになれば [Stop] をクリック。TFA のピークが出ているか確認しておく。



- ・測定が終われば、「Data Analysis」を開き、データ処理へ。
Password 入力画面が出るが、そのまま「Log On」をクリック。



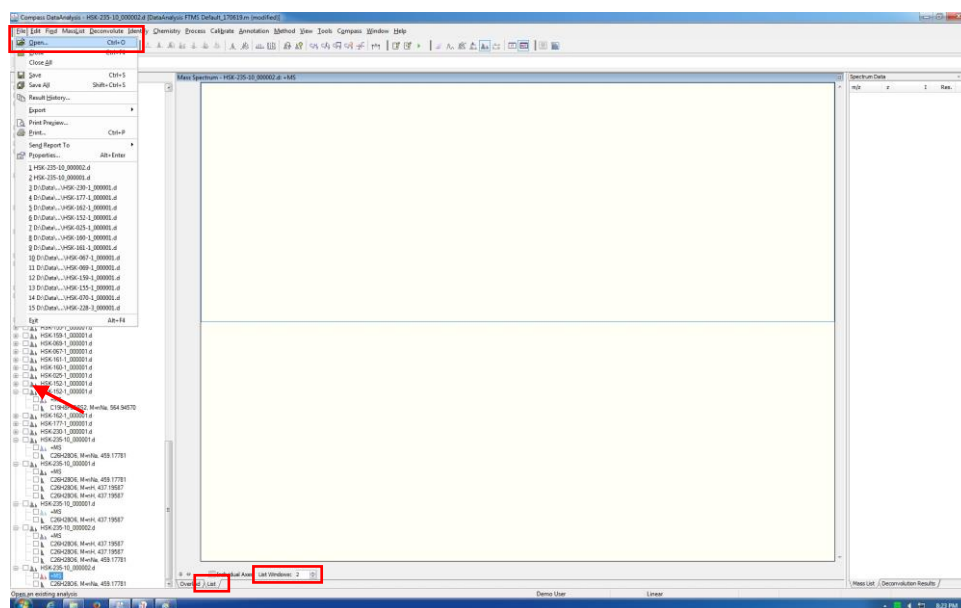
3, データ処理 (Calibration 及び理論値との比較)

- ①「Data Analysis」を開くと下のような画面が表示される。

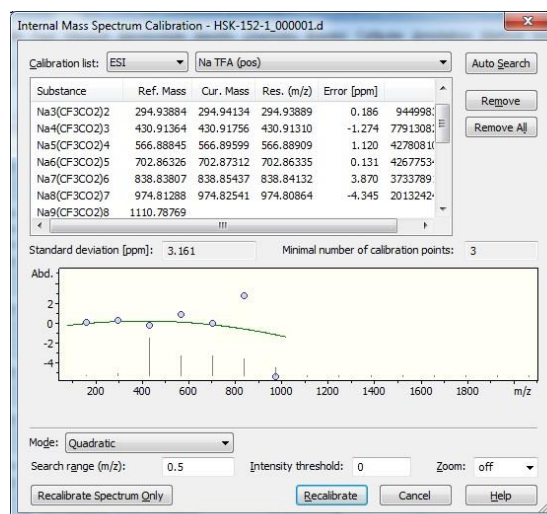
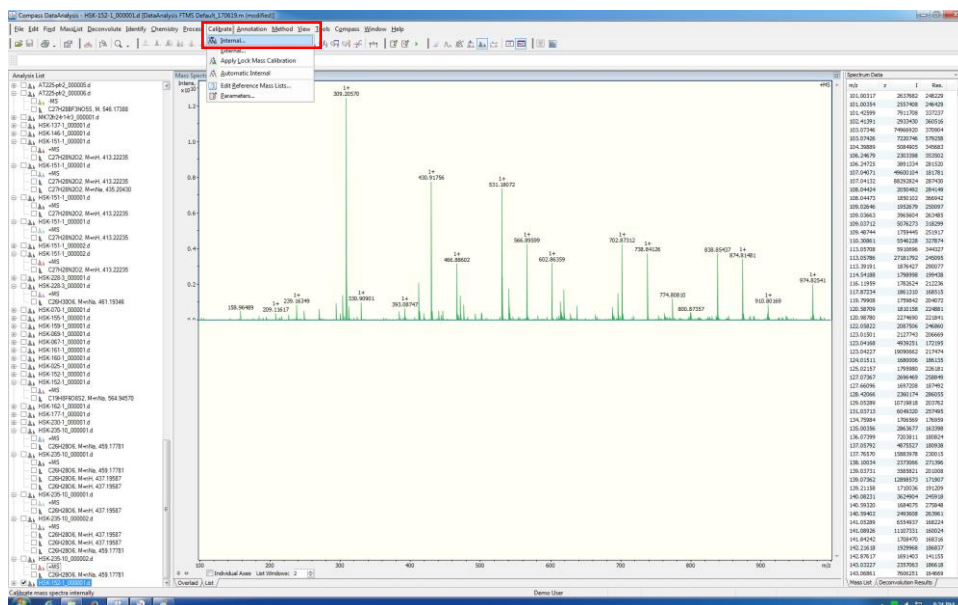
- ・ [List] のタブを選択。→ [List window] を「2」にする。

[File] から測定したデータを開く。→ 実測値のピークが画面上段に表示される。

前回測定したスペクトルが表示されている場合、チェック(赤矢印)を外すと消える。



② 「Calibrate」をクリックし「Internal...」を選択。Internal Mass Spectrum Calibration という新しいウィンドウが開く。



③ [Calibration list:] を「ESI」に設定、続けて NaTFA (pos) あるいは (neg) を選択。

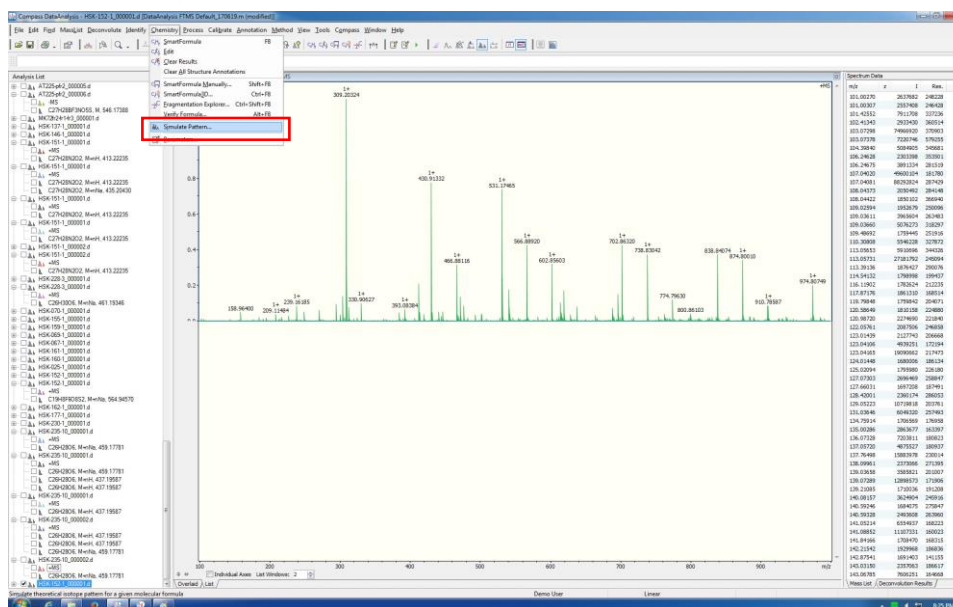
④ 選択した NaTFA のデータが反映され、NaTFA の Ref. Mass が表示される。

[Mode:] は「Linear」もしくは「Single Point Correction」を選択。

- ・測定したサンプルの分子量より小さく、できるだけサンプルに近い点で、NaTFA のピークを選択 → [Auto Search] (選択した部分に影が入る)
- ・次に測定したサンプルの分子量より大きい側で、できるだけサンプルの分子量に近いピークを選択 → [Auto Search] をクリック。
- ・二点を選択できたら、[Recalibration] をクリック。測定データのピークが補正される。

⑤ Calibration が終わったら、理論値のピークを表示させる。

まず「Chemistry」から「Simulate Pattern...」を選択。Simulate Isotopic Pattern という新しいウィンドウが表示される。



Simulate Isotopic Pattern

Molecular formula:

Charge:

Charge:

Monoisotopic: 436.18589 459.177809

Average: 436.497904 459.487125

Nominal: 436 458

Width (FWHM): Intens.:

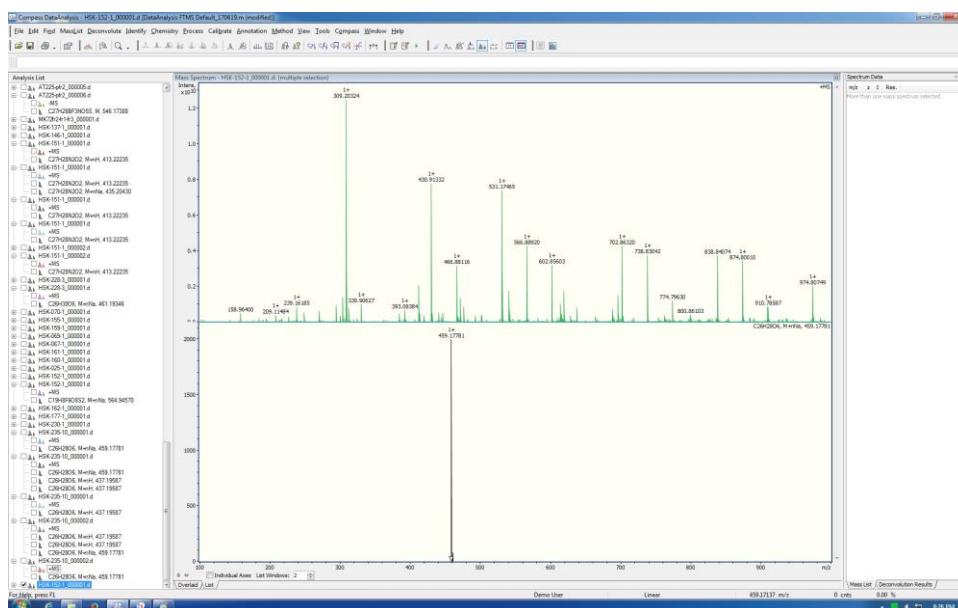
☒ Replace simulated mass spectrum

OK Apply Cancel Help

[Molecular formula:] に組成式を記入。[Charge:] の設定を変更。その後 [Apply] をクリックすると、画面下段に理論値のピークが表示される。[Width:] の値を小さくすると理論値スペクトルのピーク幅を絞ることができる。

⑥ ピークを拡大して、サンプルのピークと理論値のピークが一致するか確認。ピークの拡大、軸の移動等は SHIFT キーを押しながら。

一致していれば印刷。パソコンとプリンターの用紙設定が A4 になっていることを確認。事前に記入した測定用紙 (サンプル番号、組成式、構造式、分子量等記入したもの) に記入。



⑦データ処理が終了したら、メタノールで装置を洗浄、シリンジにメタノールをとり、2-③と同様にセットし、[Tune] でメタノールを流す。[Stop] でピークを確認し、きれいになっていれば次のサンプルの測定へ (2-②から繰り返す)。

＊ピークが消えないときは、再度シリンジをメタノールで洗浄するか、クロロホルムを流す。クロロホルムを流した後は、再度メタノールで洗浄する。

4. 片付け

①クロロホルムで洗浄。続いてメタノールで洗浄。[Tune] → [Stop] できれいになっているか確認。

② チェックリストの「4. End Check」を記入。F2+Alt キーを押し、表示されたウィンドウの三つの数値を記入。He レベルと温度を記入。測定用紙とともにファイルに閉じる。

③ソフトを閉じる。

④デスクトップの「Data」を開き、測定データを USB に取り込む。