

Title	質量分析分野依頼分析効率化と新しい取り組み
Author(s)	大坂, 一生
Citation	国立大学法人北陸先端科学技術大学院大学技術サービス部業務報告集 : 平成21年度: 53-59
Issue Date	2010-10
Type	Presentation
Text version	publ isher
URL	http://hdl.handle.net/10119/10014
Rights	
Description	

質量分析分野 依頼分析効率化と新しい取り組み

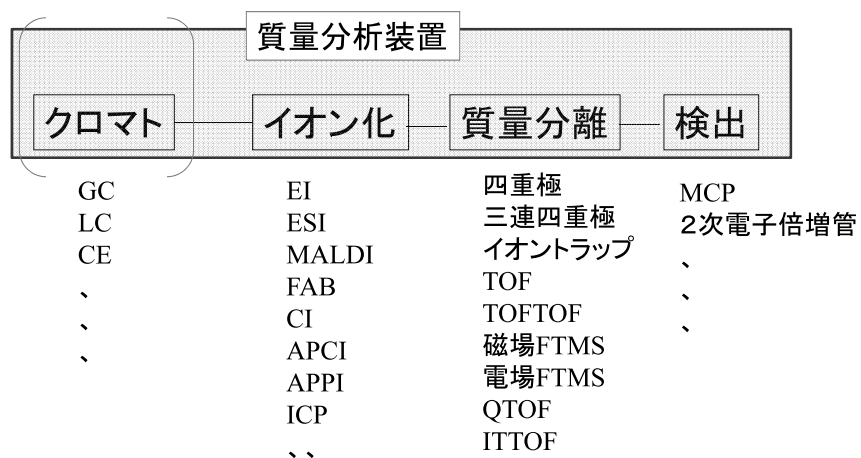
1. 依頼分析と実習
2. 装置導入とメンテナンス
3. 出張・基礎科学実験デモ等

北陸先端科学技術大学院大学
技術サービス部
ナノマテリアルテクノロジーセンター
大坂一生

質量分析について

[質量分析の流れ]

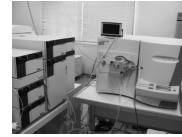
- a) 試料をイオン化
- b) そのイオンを質量電荷数比によって分離・検出



管理装置

[管理装置一覧]

FTICRMS
新規FTICRMS
LC-MS
GC-MS
MALDI-MS
L-SIMS
ICP-MS



特長: イオン化法と質量分離部の組み合わせで異なる
高感度, 破壊分析

管理体制: 職員一人で装置の維持管理・実習講習・依頼分析対応・新しい分析法の
情報収集と研究を実施
緊急時・不在時には, 他の職員一人にメンテ補助のみ依頼

1. 依頼分析業務

学内外の質量分析依頼に対応

以前

依頼者が装置を選定できない
(2度、3度手間)

今年度

依頼時に以下を確認

- 1) イオン化法の問題点
- 2) 装置の特徴
- 3) 文献紹介

例 { MALDIで分解
イオン化時に反応
MALDIとESIの関係

相談をすることで測定回数を減らし, 業務の効率を上げた

分析依頼件数(2009年3月-2010年5月)

依頼件数
全440件

MALDI-MS	246件
LC-MS	169件
ESI-FTICRMS	17件
GC-MS	2件
ICP-MS	6件

	ESI-MS	MALDI-MS	FTICRMS	GC-MS	ICP-MS	FAB-MS	合計
2007年度	74	49	66	13	0	0	202
2008年度	増 90	251	4	6	0	0	351
2009年度	151	188	16	1	6	0	362

LC-MSのHPLCを更新したため増加

講習・実習

講習と実習を受講し、認められた者が装置を使用できる

以前

装置使用ライセンス取得

- 1) 講習
- 2) 実習
- 3) テスト

試料調製3h、装置使用1h

今年度

装置使用ライセンス取得

経験や知識によって異なる内容

所要時間と実習回数:レベルによる

[実習内容]

MALDI : 低分子、高分子、Mw.3-5000の物質、カチオン化剤検討

ESI: 低分子、高分子、クラスター、カチオン化剤検討

実習の問題点

[試料調製に重点をおき実習]

理由1: 装置を汚しながら測定する破壊分析のため

理由2: 試料中の微量不純物を検出してしまうため
(成分が多いと、イオン化の競争もおこる)

以前

作業時間長い

一人ずつ実習・・・スペースと器具

年一回の講習会受講が必要

実習の件数:32件

今年度

作業時間長い

数人同時に実習

要望により基礎講習を実施

実習の件数:64件

濃度計算の計算式の提示

可能な限り依頼ではなく、実習を実施

2. 装置導入とメンテナンス

- ・新規FTICRMS導入
- ・メンテナンス作業一覧

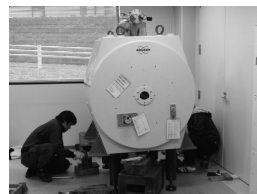
FTICRMS:フーリエ変換型イオンサイクロトロン共鳴質量分析計

- a) 質量分析装置の中で最も分解能が高い種類の装置
- b) 分解能が高いため、精密質量分析が可能である
- c) 磁場が強いものは分解能が高いため、高い質量領域の組成解析が可能となる。

旧FTICRMSは7T, 新規FTICRMSは9.4T

新規FTICRMS導入

- a) 天井工事
- b) 設置場所確保
(MALDI-MS移設)
- c) 室外機設置と工事
- d) クエンチパイプ管工事
- e) 分散板検討
- f) 導入経路打ち合わせ
- g) マグネット導入と調整
- h) カート部分導入
- i) 各部品組み合わせ
- j) 真空引き
- k) 業者性能確認



超電導マグネットは冷却された状態で輸入した

定期保守以外のメンテナンス作業一覧

旧FTMS: 真空表示計・・・表示パネル故障

ターボポンプ異常音・・・予定より早くグリスアップ

冷却水循環器用UPS停止・・・ヒューズ切れ

電気ノイズ・・・セルコントロールユニットにより検出されるノイズは
大きく異なることがわかった

MALDI: 劣化した窒素レーザー交換

レーザー軸ずれの補正

オイル漏れのロータリーポンプを交換・・・予定よりも早かった

感度低下のため、検出器交換。同時に再チューニング

メンテ作業後に緊急停止したターボポンプを交換

ターボポンプ緊急停止に伴い、フィラメントが断線した

イオンゲージを交換

故障して数値を表示できなくなった真空表示パネルを交換

LC-MS: 劣化によりイオンゲージフィラメント断線

その他の取り組み

- ・作成したマニュアル
 - 1) FTICRMSメンテナンスマニュアル作成
 - 2) 英語版FAB-MSマニュアル作成
- ・作成検討中のマニュアル
新しいFTICRMSの簡易マニュアル作成

新規FTMS以外の装置6台のマニュアル(日本語・英語)が完成

一般的な手法とは異なる分析法の取り組み

目的:最先端の研究に対応するために
センターとして独自の分析技術を検討する

試料精製: 色々な分野の実験手法を、前処理法として検討
異分野の実験: 専門の方への相談
研究: 新しい分析法の検討

[学術論文]

1. T. Kinumi, I. Osaka, A. Hayashi, T. Kawai, H. Matsumoto, and K. Tsujimoto, Protein Carbonylation Detected with Light and Heavy Isotope-Labeled 2,4-Dinitrophenylhydrazine by MALDI-TOF-MS, J. Mass Spectrom. Soc. Jpn., 2009; **57**: 371-377
2. K. Nozaki, I. Osaka, H. Kawasaki, and R. Arakawa, Application of On-line Electrochemistry/Electrospray/Tandem Mass Spectrometry to a Quantification Method for the Antipsychotic Drug Zolotepine in Human Serum, Anal. Sci., 2009; **25**: 1197-1201
3. S. Taira, N. Yokota, I. Osaka, M. Sakamoto, M. Kato, R. Ikeda, and Y. Sahashi, Mass spectrometric imaging of the ginsenosides localization in the *Panax ginseng* root, Ame. J. Chinese Medicine, 2010; **38**: 1-9
4. I. Osaka, K. Okumura, N. Miyake, T. Watanabe, K. Nozaki, H. Kawasaki, and R. Arakawa, Quantitative analysis of an antioxidant additive in insoluble plastics by surface-assisted laser desorption/ionization mass spectrometry (SALDI-MS) using TiO₂ nanoparticle, J. Mass Spectrom. Soc. Jpn., 2010 in press
5. I. Osaka, A. Yoshimoto, K. Nozaki, H. Moriwaki, H. Kawasaki and R. Arakawa, Simultaneous LC/MS Analysis of Hexachlorobenzene and Pentachlorophenol by Atmospheric Pressure Chemical Ionization (APCI) and Photoionization (APPI) Methods, Anal. Sci., 2009; **25**: 1373-1376
6. K. Nozaki, A. Tarui, I. Osaka, H. Kawasaki, and R. Arakawa, Elimination Technique for Alkali Metal Ion Adducts from an Electrospray Ionization Process Using an On-line Ion Suppressor, ANAL. SCI., 2010 in press
7. Y. Sahashi, I. Osaka, S. Taira, Nutrition analysis by nanoparticle-assisted laser desorption/ionization mass spectrometry, Food Chemistry, 2010; in press

[研究費]

・研究分担者

科学技術振興機構(JST) A-STEP「FS・ステージ 可能性発掘タイプ(シーズ顕在化/起業検証)」平成21年度第2回採択課題
アグリ・バイオ分野 ナノ微粒子支援レーザー/脱離イオン化質量分析(Nano-PALDI MS)を用いた食品の品質評価方法の開発

3. 出張、基礎科学実験デモ

[出張] 期間: 2009年3月-2010年6月

2009. 3. 13 京都先端ナノテク総合支援ネットワークシンポジウム参加

2009. 4. 21-22 FTMS・QTOFによる生体試料質量分析セミナー参加

2009. 5. 13-15 第57回質量分析総合討論会発表

2009. 9. 23-27 第58回日本分析化学会年会発表

2010. 2. 26-27 メタボロミクスセミナー参加・大学見学

2010. 6. 15-18 第58回質量分析学会総合討論会, 兼 第1回アジア
オセアニア質量分析会議発表

学会は, 数少ないFTMS使用者との情報交換の場でもある

見学対応・実験補助・実験デモ

a) 2009年 オープンキャンパス

- ・化学系と生物系の受験希望者の装置見学一部対応
- ・技術サービス部で色素増感電池担当

b) 2009年 子供マイスターウィーク

- ・偏光実験デモ担当

c) 2009年ナノテクコース授業

- ・質量分析実習補助(10月、8名参加)
ペプチドのESI-MS、MALDI-MS実習担当

d) 2010年 オープンキャンパス

- ・技術サービス部で偏光実験を担当