

Title	フーリエ変換イオンサイクロトロン共鳴質量分析計 (FT-ICR MS) の保守管理について
Author(s)	宮里, 朗夫
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24年度: 79-83
Issue Date	2013-08
Type	Others
Text version	publisher
URL	http://hdl.handle.net/10119/11909
Rights	
Description	

フーリエ変換イオンサイクロトロン共鳴質量分析計（FT-ICR MS）

の保守管理について

宮里 朗夫

ナノマテリアルテクノロジーセンター

概要

北陸先端科学技術大学院大学のナノマテリアルテクノロジーセンターには、FT-ICR MS、FAB MS、MALDI-TOF MS、LCQ、ICP MS、GC-MS の質量分析装置が導入されており、私は、これら質量分析装置を用いた依頼分析業務と装置の保守・管理業務を担当している。

今回、本学のナノマテリアルテクノロジーセンターに導入されている Bruker 社製 7T FT-ICR MS (BioAPEX70e) の消磁及び Bruker 社製 9.4 T FT-ICR MS (Solarix-JA) のコールドヘッド交換を行ったので報告する。

○7T FT-ICR MS (BioAPEX70e) の消磁について

近年、ヘリウムガスの供給量の減少に伴い本学における液体ヘリウムの供給量が制限されている。そのため、現在ナノマテリアルテクノロジーセンターに導入されている 800MHz (1 台) , 500MHz (1 台) , 400MHz (3 台) , 300MHz (1 台) の NMR 及び FT-ICR MS 全てに液体ヘリウムを供給することが難しくなった。そのため、古い機種である Varian 社製 400 MHz-NMR、300 MHz-NMR 及び Bruker 社製 7T FT-ICR MS (BioAPEX70e) に関して消磁作業を行い液体ヘリウムの供給量を減らすことになった。

ここでは、7T FT-ICR MS (BioAPEX70e) の消磁作業に関する報告を行う。

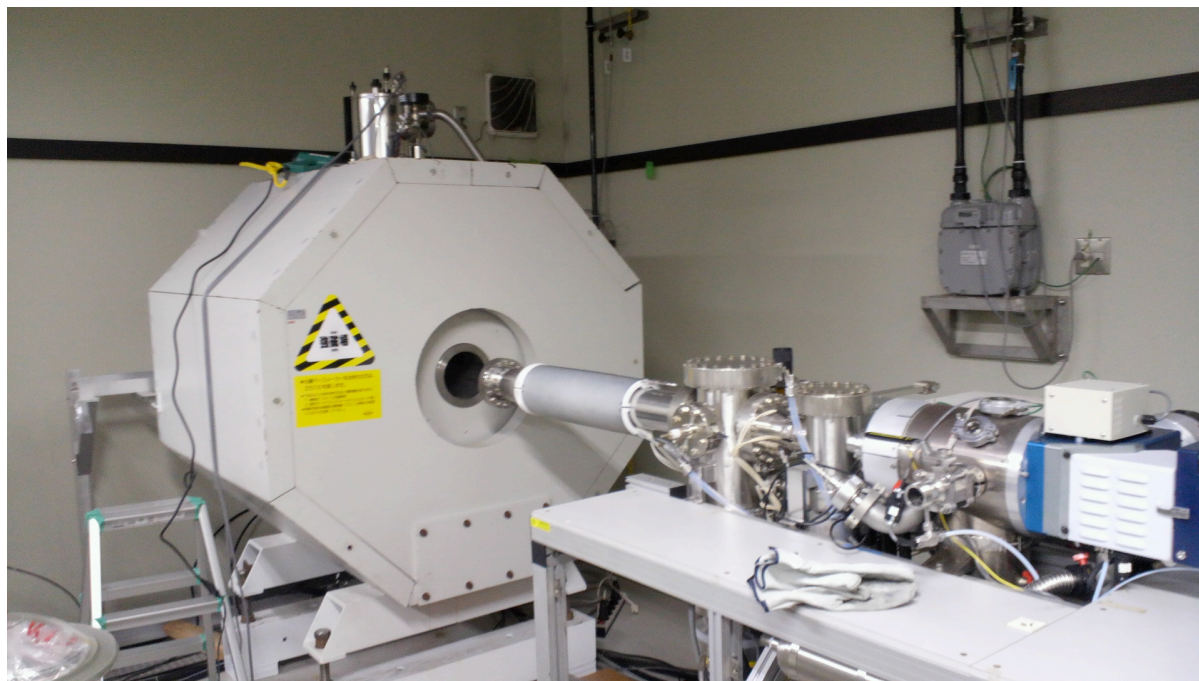


Fig. 1 本学に導入されている 7T FT-ICR MS (BioAPEX70e)

マグネット本体から手前のイオン化部および質量分離部を取り出し、作業スペースを確保した。その後、外部に電流を逃がし徐々に磁場を落とし作業を終了した。



Fig. 2 消磁中の 7T FT-ICR MS (BioAPEX70e)

消磁作業終了後、本体内部の液体ヘリウムをベッセルに移す作業を行ったが、本体内部の圧が上がり破裂板が損傷し作業を進めることができなかった。現在、破裂板の交換作業を行い、自然蒸発でヘリウムガスを回収している。

○ 9.4T FT-ICR MS (Solarix-JA)のコールドヘッド交換について

本学、ナノマテリアルテクノロジーセンターに導入されている 9.4 T FT-ICR MS のコールドヘッド交換作業を 2 日間の日程で行った。本学、9.4T FT-ICR MS には、液体ヘリウムの再凝縮装置が導入されており定期的に消耗品であるコールドヘッドの交換作業が必要である。今回、コールドヘッド交換作業を行ったので報告する。まず、コールドヘッドの交換作業を行う前に FT-ICR MS 本体の消磁作業を行った。



Fig. 3 消磁準備中の 9.4T FT-ICR MS (Solarix-JA)



Fig. 4 消磁中の 9.4T FT-ICR MS (Solarix-JA)

消磁作業終了後、コールドヘッドの交換を行い問題なく作業を終了した。コールドヘッド交換後、再度磁場入れを行った後、標準試薬により性能の確認を行い全ての作業を終了した。

○ ICR セルの不具合による質量精度の低下について

9.4T FT-ICR MS の依頼測定においてサンプルピークの分裂が起こった。現状での測定では、精密質量の精度が低下するため ICR セルを本体から取り出し原因を探った。

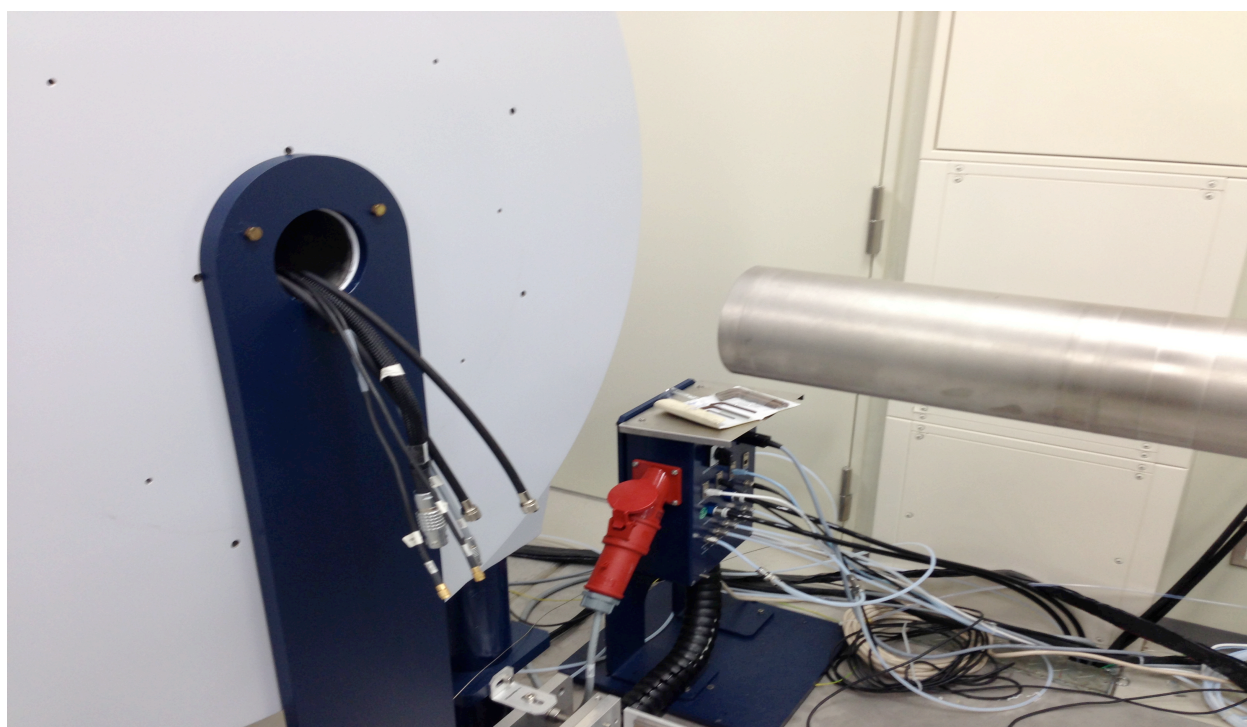


Fig. 5 マグネット本体からイオン源、質量分離部、ICR セル部を手前に引き出した様子



Fig. 6 本体から取り出した ICR セル

本体から ICR セルを取り出し目視及び端子の電圧を確認しながら原因を探った。この結果、ICR セルの汚れ及び半田不良であった。半田不良は、修理が難しいため新しい ICR セルに交換した。交換後、標準試薬によるテストを行い高い質量精度を保っていることを確認した。

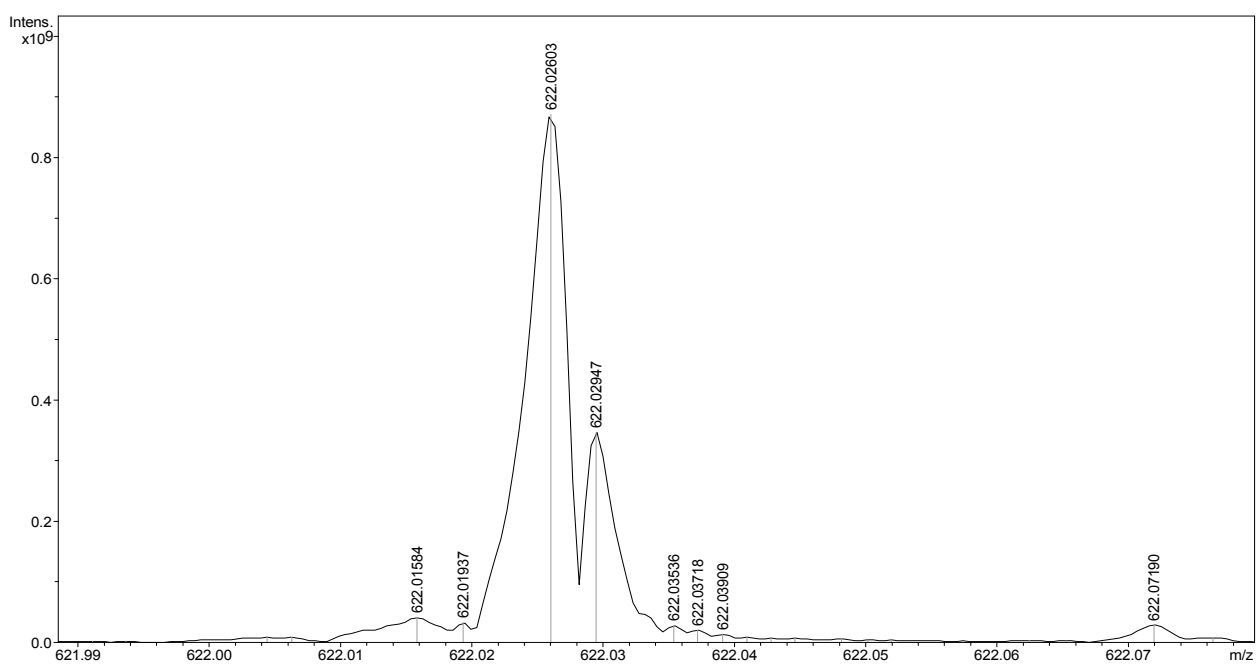


Fig. 7 ICR セル交換前の FT-ICR MS データ

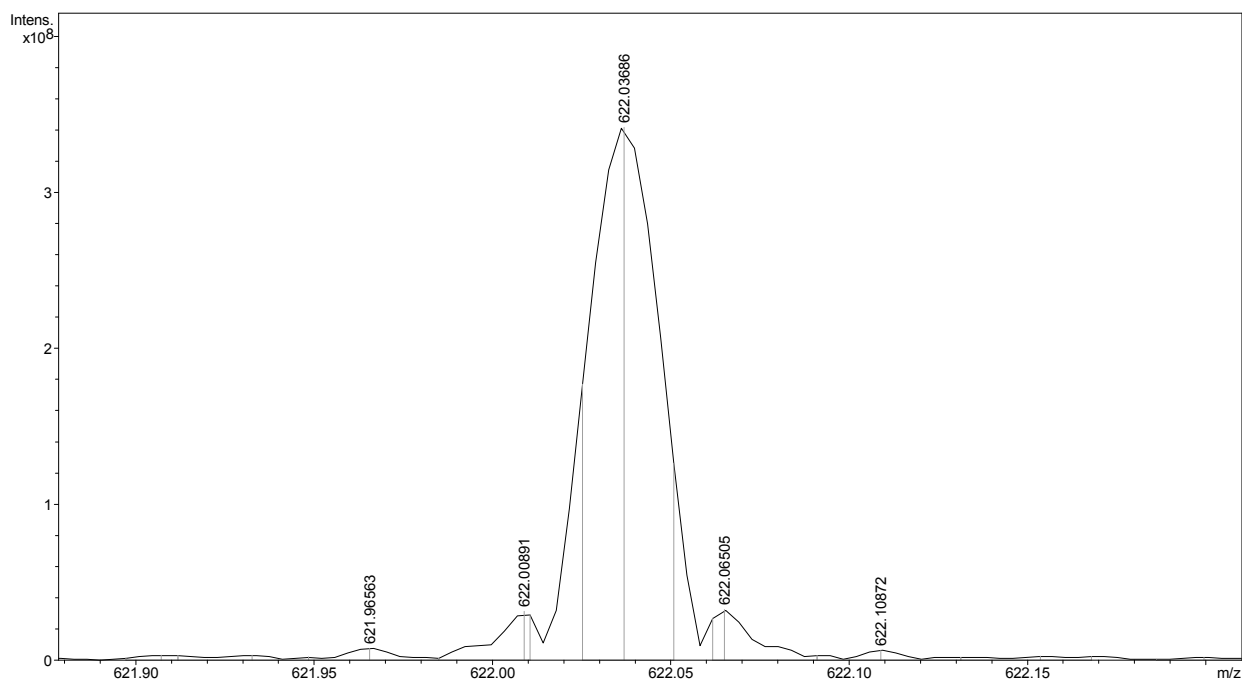


Fig. 8 ICR セル交換後の FT-ICR MS データ

ICR セル交換前の標準試薬のピークを見ると 2 個に分裂して観測されていることがわかる。(Fig 7)

また、ICR セル交換後のピークを見るとシャープに 1 本のピークが観測されていることがわかる。今回の ICR セルの半田不良の原因は、現在の所ははっきりしていない。

1 まとめ

今回、本学における FT-ICR MS の保守管理について報告した。特に、ICR セルの半田不良についての原因がはっきりしていないため、現在原因を探っている。本学では、昨年度からナノテクプラットフォーム事業が開始され FT-ICR MS を利用した依頼測定が急増している。今後、依頼測定の質量精度を維持するために定期的にメンテナンスを行っていきたいと考えている。