

令和元年 6 月 27 日

質量分析個別研修会
～JMS-700 を用いた質量分析の基礎と応用～
報告書

- 【主 催】 : 自然科学研究機構 分子科学研究所(大学連携研究設備ネットワーク)
【開催日】 : 令和元年 6 月 17 日(月) 13:00 ～ 6 月 21 日(金) 12:00
【開催場所】 : 信州大学農学部機器分析支援部門・伊那分室 (D 棟 109 号室)
【講師】 : 質量分析技術者研究会 三宅里佳氏
【受講機関】 : 信州大学農学部 (1)

()内の数字は技術系職員参加者数

【プログラム】

6 月 17 日(月)

- 13:00～13:30 ・研修内容打合せ
13:30～14:00 ・装置確認・冷却装置のメンテナンス
14:00～16:00 ・FAB 法による CIS を用いた m/z4000 までの較正測定法(Pos, Neg)
16:00～17:00 ・EI イオン源のメンテナンス、イオン源の交換(FAB → EI)

6 月 18 日(火)

- 9:00～10:00 ・EI イオン源の設定
10:00～12:00 ・EI イオン源による較正測定、サンプル測定
12:00～13:00 ・昼休憩
13:00～16:00 ・EI イオン源による炭化水素の測定

6 月 19 日(水)

- 9:00～10:00 ・EI イオン源の設定、昇温作業
10:00～12:00 ・質量分析に関する図書資料の収集
12:00～13:00 ・昼休憩
13:00～16:00 ・EI イオン源による精密質量測定
16:00～17:00 ・FAB ターゲットのメンテナンス、イオン源の交換(EI→FAB)

6 月 20 日(木)

- 9:00～11:00 ・EI イオン源のメンテナンスと組み立て
11:00～12:00 ・FAB 測定の復習、受託サンプルの測定法
12:00～13:00 ・昼休憩

- 13:00～15:00 ・FAB 測定の復習、精密質量測定用の校正ファイルの作成
15:00～17:00 ・FAB 測定の復習、精密質量測定

6月21日(金)

- 9:00～11:00 ・信州大学農学部における受託サンプルの測定法の検討
11:00～12:00 ・これまでの研修内容について、復習とディスカッション

※当初予定のプログラムから変更あり

【報告】

1 日目は、まず装置とその周辺機器の確認をおこなった。装置の真空度が悪いことについて指摘を受け、これまでの終了作業では装置のシャットダウンとしては不十分であり、検出器やイオンモニタの値を下げ、画面を確実に消すこと、装置内の電流を OFF にすること、サンプル導入口には目くら栓をしてイオン化室内の真空度を高く保つこと等をご教示いただいた。その後、FAB 測定においてマトリックスに CSI を直接溶解する校正測定法を講習いただき、 m/z 4000 付近までの校正測定をおこなった。また、分析業務のなかで測定が上手くいかなかったサンプルの分析法について、FAB 法では対応できないサンプルであることが判明したため、それを分析するために急ぎ EI イオン源への設定変更をおこない、翌朝まで真空引きをおこなうところで 1 日目の講習を終えた。

2 日目は、まず EI 法の校正測定をおこなった。装置に PFK を導入して校正測定し、EI イオン源の状態を確認した。次に、依頼分析のうち、FAB 法では測定できていなかった炭化水素の受託サンプルの測定が EI 法でおこなえることを確認し、そのサンプルの測定法について詳しくご教示いただいた。その際、受講者に質量分析の基礎となる構造解析に関する知識が不足していると指摘があり、講習いただくとともに、翌日に図書資料を収集することにして 2 日目の講習を終えた。

3 日目は、EI イオン源の昇温を待つ間に図書室で質量分析や構造解析に関する図書資料を収集した。不足しているものは他学部から取り寄せた。その後、やはり FAB 法では対応できなかった揮発性が高い受託サンプルについて、EI 法により低分解能測定および精密質量測定する手法について講習を受けた。翌日の測定に備え、イオン源を EI から FAB に変更して真空引きをおこないながら 3 日目の講習を終了した。

4 日目は再び FAB 法による測定を復習した。これまで、当該装置を用いて交互導入法による精密質量測定をおこなっていたが、講師より測定の進め方の問題を指摘していただき、校正ファイルを取り直すとともに、より早く正確に精密質量測定をおこなう手法を講習していただいた。

5 日目は午前だけの講習で、これまでの講習内容を踏まえて、信州大学農学部で分析しているサンプルの傾向を把握し、測定法の検討を行うため、過去 1 年分の質量分析の記録から、研究室ごとの傾向や、依頼人ごとの試料の性質を検討した。今回講習していただいた EI 法が適するサンプル測定の依頼が 2 割程度あることがわかり、今後は FAB 法と EI 法を使い分けていくことになった。最後に、研修全体の内容について、質疑応答や復習、ディスカッションを行った。

全体のまとめとして、今回の研修で、これまで対応できていなかった EI イオン源を用いた測定に

対応できるようになったこと、測定できていると思っていた FAB 法での測定の問題点を指摘していただいたことなど、実際の測定現場で講習いただいたことによる成果があった。その他にも、質量分析を進めるうえで構造解析に関する知識が役に立つこと、装置の状態を適切に保持するための終了方法、周辺機器の維持管理、測定結果の返却方法など、すぐに業務に役立つノウハウをご教示いただいた。一般的な座学を主とした講習会とは異なり、実機を用いた個別講習だったため、実際に自分が依頼を受けているサンプルの測定をどうこなすか、という具体的な質問ができ、講師にも講習内容をカスタマイズしていただけたため、実り多い講習となった。このような講習会は、当学部のように、前任者からの引継ぎのない不慣れな分析担当者や、そこに測定を依頼する関係者にとって非常に重要で、貴重な機会であり、今後もぜひ受講させていただきたいと考えている。実際に、これまで測定できていなかった揮発性のサンプルや、炭化水素の測定が可能になった。装置の保守・管理・2 種類のイオン源を用いた講習内容には、5 日間でも短いくらいであり、機会があれば、今回の講習成果を踏まえた次のステップの講習を企画したい。



大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書(個人用)

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

当機器分析支援センターでは、前任者からの引き継ぎなく新規に採用された担当者がほぼ一人で質量分析を担当しており、依頼されるサンプル測定に対応できていなかった。そこで、以前より測定法をご教示いただいていた三宅氏に、当学部で対応できていない試料の測定法を講習いただきたいと考え、研修実施を依頼した。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

まず、EI イオン源による測定法を習得し、これまで当センターで対応できていなかった揮発性サンプルや炭化水素の測定が可能になった。また、自分ではできていると思っていた測定法に問題があることを指摘いただき、改善することができた。これらは、個別講習で講師が実際に受講者のおこなう測定を細かに見てくださるからこそその成果であり、一般の講習会では得られない貴重な勉強の機会となった。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えてください。

受講者は、FAB 法の依頼にも十分対応できていない状態であったが、今回の研修により、FAB 法だけでなく、EI 法による質量分析にも対応が可能となった。また、測定結果の確認方法についてもご教示いただき、よりよい状態で依頼者に返却できる。このように技術的な研鑽を積むことで、学外からの依頼にも対応できるようになり、いずれは他大学や他機関からの測定依頼に対応するなど、外部機関との連携もできるようにしたいと考えている。

(5) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

個別講習でも、目的を同じくする2-3名程度の人数であれば、それぞれに情報交換をしながら十分講習を受けられるのではないかと思います。今回は5日間という長期間、講師を占有してしまい、その分の講習効果は十分あったのですが、それを他に必要としている皆さんと共有し、より講習の効果が高められたらよいと思いました。