

開催報告【WEB】令和4年 質量分析講習会 6
質量分析GC-MSハイブリッド講習会
～GC/MSにおける定性分析 ～ライブラリーサーチから未知物質の構造解析ま
で～

【開催日時】 2022年 11月22日 13:30-16:00(途中参加・途中退室可)

【場所】 WEB ミーティング(ZOOM)

【世話人】 大阪大学 三宅里佳、奈良先端科学技術大学院大学 西川嘉子、
鳥取大学 横野瑞希、北海道大学 岡征子、名古屋大学 瀧健太郎

【講師】 日本電子株式会社 MS事業ユニット 福留 隆夫 氏
佐藤 貴弥 氏
生方 正章 氏
渡邊 直美 氏

【参加対象者】 MS測定経験者および今後、測定する予定のある方。

【参加者】 23人

【プログラム】

13:30-16:00

【プログラム】

1.GC/MS基礎編

MS基礎と定性分析コツ・ノウハウ

2.GC/MS応用編

熱分解GC-MSとMALDI-TOFMSによるポリマー分析

3.JEOLラボツアー

4.製品紹介

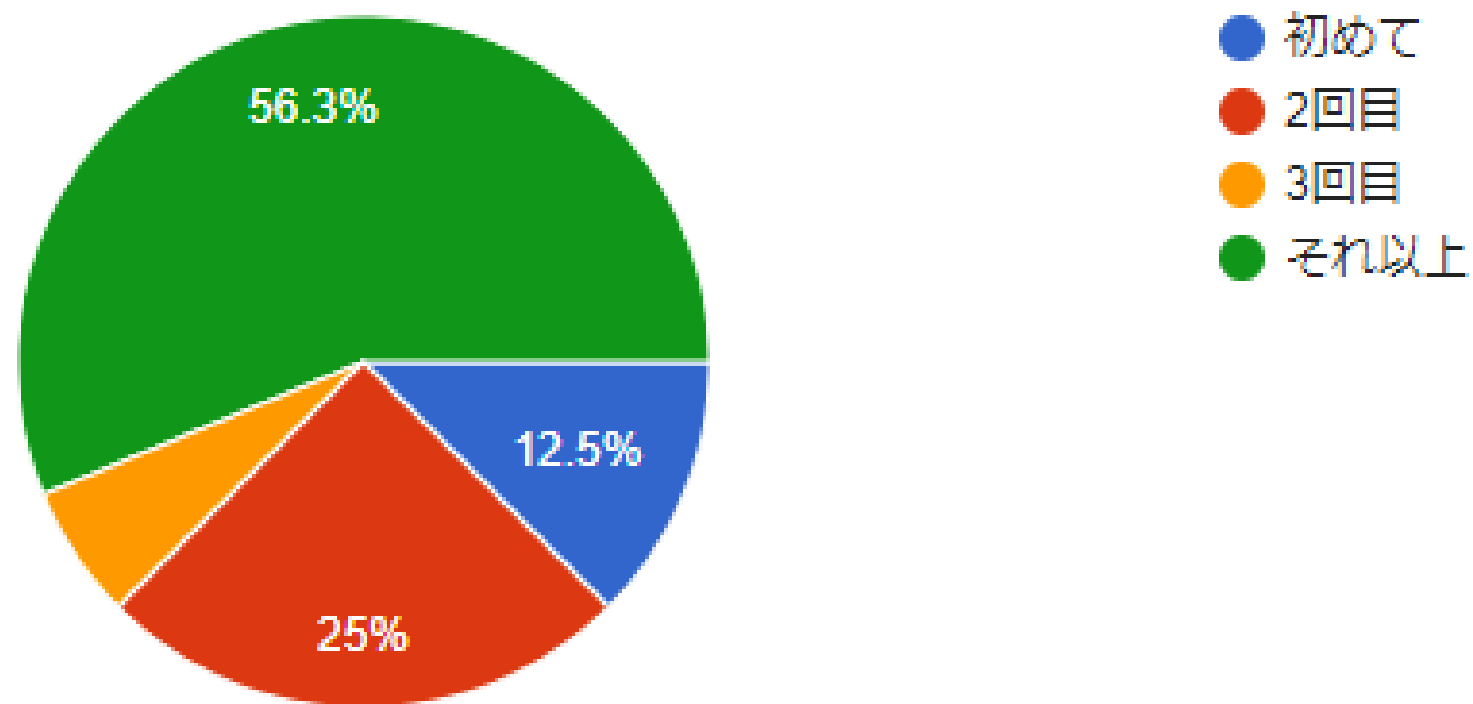
AI(人工知能)を活用したGC/MS 用自動定性解析ソフトウェア msFineAnalysis

AI のご紹介

5.質疑応答

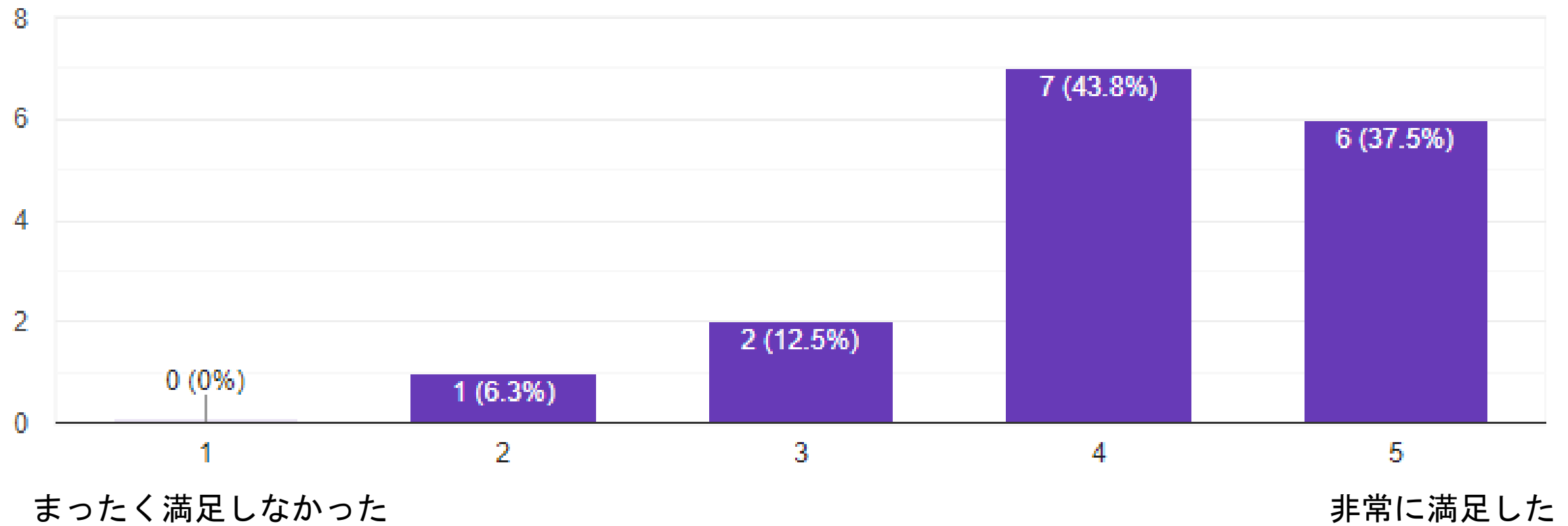
設備ネット 質量分析初歩講習会への参加は初めてですか？

16 件の回答



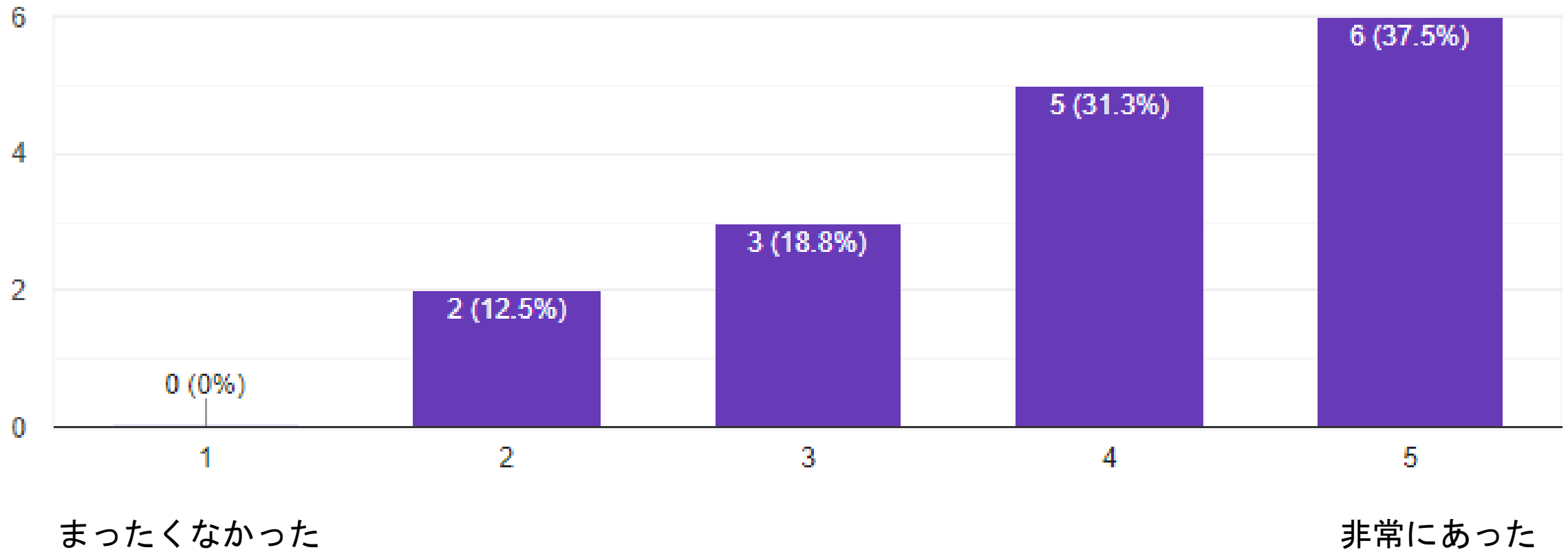
セミナーにはどのくらい満足されましたか。

16件の回答

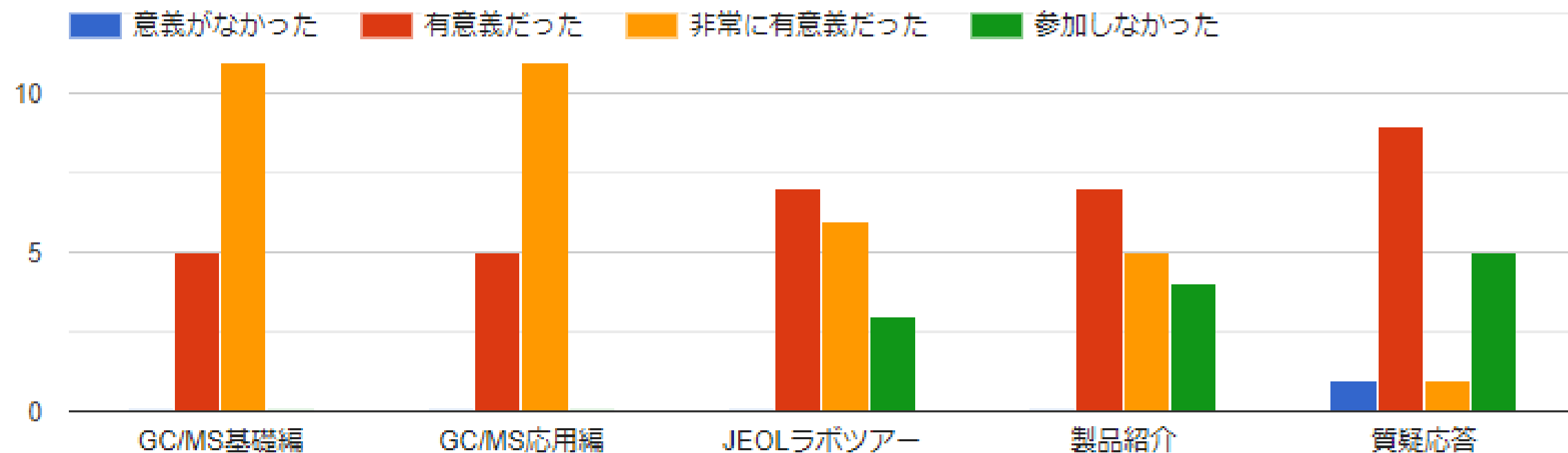


ご自分の仕事との関連性や、仕事に役立つ部分がありましたか。

16 件の回答



セミナーの各セッションは、どのくらい有意義だと感じましたか。



質問があればご記入ください。可能な限りフィードバックします。

- マイクの調子が悪くて聞きそびれましたが、GCMSにおけるデコンボリューションは、どのような方式で行っているのでしょうか。GCであれば正しい線形の予測は難しいですが、GCMSでは抽出クロマトがあるという利点が大きかったと思います（GCMSでデコンボリューション可能な理由？）。ソフトウェア的には、単純にTICの線形から行っているのか、EICなどでマススペクトルも絡めているのかが気になりました。

ご推察の通り、GC-MSではEICを利用しています。

弊社の場合ですと精密質量数でEICを複数作成してピーク検出を行い、RTやピーク形状から同一化合物であると判断したEICピークを用いて、デコンボリューションピークを作成しています→資料P23の青い網掛けのピークに相当します

質問があればご記入ください。可能な限りフィードバックします。

- ボルケーノプロットを見るときは一般的にどのくらい動いていたら固有のピークと考えるのでしょうか？もしめばしいピークがなかった場合は何かのパラメータを変えてデータ処理しなおすのでしょうか？MFやR・MFの値のもっともらしさはいくつぐらいがどの程度とかがありますでしょうか？

固有のピーク=AまたはBに特徴的なピークと解釈しますが、この判断については本来は分析者が分析目的に合わせて判断するものではありませんが、弊社ソフトの場合ですとGC-MS前提であることを加味して、

縦軸 $\text{Log}_2(\text{強度比}B/A)$ ： $\text{Log}_2(2)=1$ 以上

横軸 $-\text{Log}_{10}(\text{再現性}p\text{値})$ ： $-\text{Log}_{10}(0.05)=1.301$ 以上 ※p値は強度再現性をt検定に当てはめて算出した値です
を推奨値として提案(=初期値として表示)しています→資料P44の青枠および赤枠で囲んだ範囲に相当します

「もしめばしいピークがなかった場合は何かのパラメータを変えてデータ処理しなおすのでしょうか？」
おっしゃる通りです。ボルケーノプロット上のプロットは、クロマトグラムより検出されたピークに対応しているので、プロットの数が少ないければ、クロマトグラムピーク検出のしきい値を下げてピーク(プロット)を増やすことになります。また縦軸と横軸の範囲はあくまでも一般的な推奨値なので、より強度比の少ないピークや再現性の低いピークを解析対象とすることも可能です。

「MFやR・MFの値のもっともらしさはいくつぐらいがどの程度とかがありますでしょうか？」

ライブラリーを提供しているNISTのWebページには以下のような記載があるので参考にして下さい。

999 : Perfect match

998-900 : Excellent match

899-800 : Good match

799-700 : Fair match

600- : Very poor match

※MF,RMF共通です

質問があればご記入ください。可能な限りフィードバックします。

- ポリマー分析のマトリックスは、何で出るかわからないサンプルの場合、どれを試すのでしょうか。

ポリマーのマトリックスのファーストチョイスとしましては、DCTBもしくは2,5-DHBを使用することが多いです。

またポリマーの場合はカチオン化剤（主にナトリウム塩）を使用することもイオン化効率向上にとって重要です。

MALDI-TOFMSを用いた、前処理から解析については7/29に開催されましたウェビナー

「ポリマー分析でお困りの方必見！一気に見せます、高分解能MALDI-TOFMSの前処理から解析まで！」の動画が公開されておりますので、ご覧いただけますと幸いです。

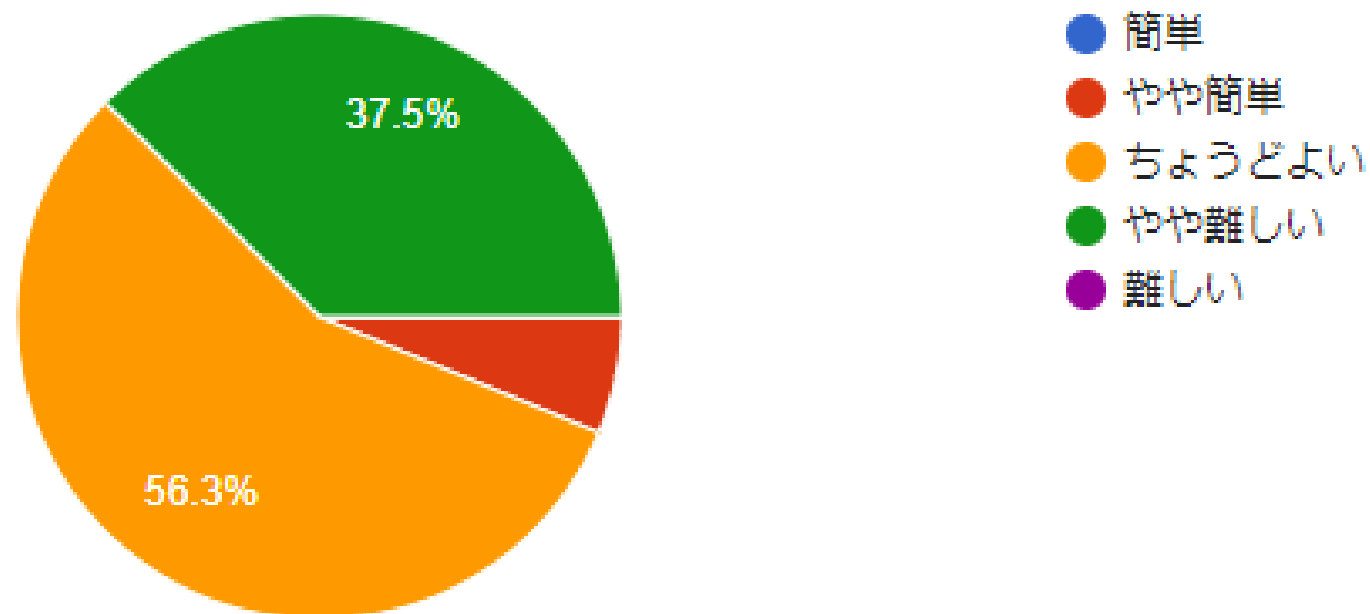
https://www.jeol.co.jp/events_seminars/seminars/20220610.6180.html

また弊社 web サイトにて公開している「JMS-S3000 SpiralTOF™ シリーズ ポリマー・マススペクトル集」には種々のポリマーの MALDI マススペクトルが、使用したマトリックスの情報と共に掲載されておりますので、参考としていただければ幸いです。

<https://www.jeol.co.jp/solutions/applications/details/1998.html>

今年度より、講習会参加習熟度をご自身で把握していただくために問題を作成いたしました。
問題は難しかったでしょうか。

16 件の回答



習熟度テスト

1. GC-MSの分析における順序として正しいものを選びなさい

- Q1
- (1) イオン化 → GC分離 → 質量分離 → イオン検出
 - (2) GC分離 → 質量分離 → イオン化 → イオン検出
 - (3) GC分離 → イオン化 → 質量分離 → イオン検出

GC-MSのカラム分離について正しい記述を選びなさい

- Q2
- (1) GCに用いるカラムは、測定対象化合物の極性に応じて選択する。
 - (2) キャリアガスの変更はカラム分離にのみ影響し、MSの測定結果には影響しない。
 - (3) 昇温条件を変更することでテーリング、リーディングといったピーク形状を改善できる。

GC-MSにおけるイオン化について正しい記述を選びなさい。

- Q3
- (1) ソフトイオン化ではEIで観測できない分子イオンが観測できる。
 - (2) 測定対象化合物によってEIやソフトイオン化の中から適切なもの1つ選択することが望ましい
 - (3) EIのイオン化エネルギーを変更してもマススペクトルに影響がないので70eVに固定して使用される。

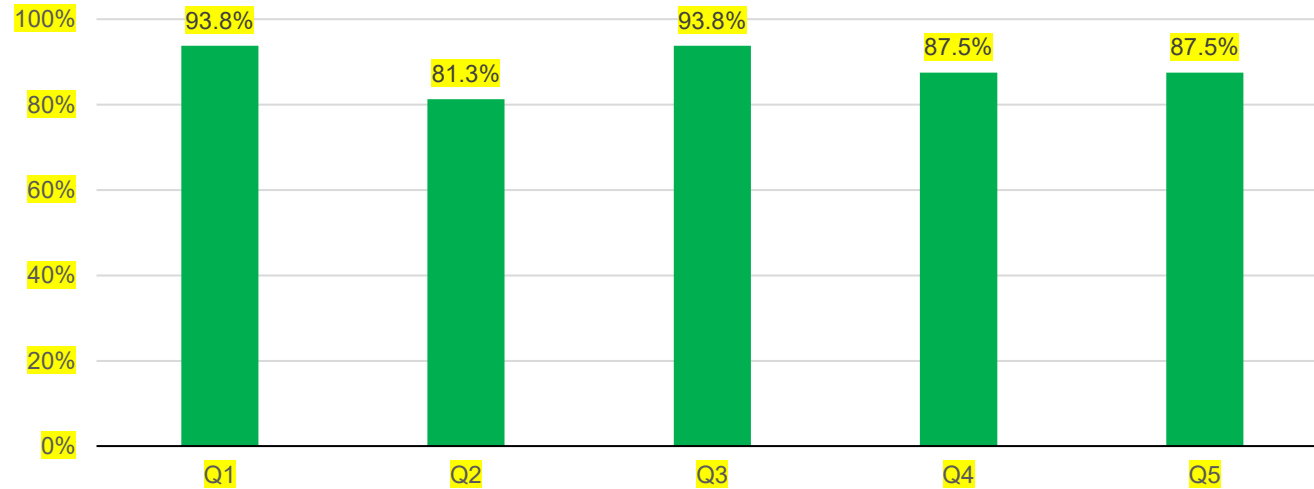
GC-MSの定性分析について誤った記述を選びなさい

- Q4
- (1) リテンションインデックスを用いれば、異なるGC測定条件でのデータとの比較が可能となる。
 - (2) EI法のライブラリーサーチを使用する場合、登録されている化合物であれば一意に同定が可能である。
 - (3) ソフトイオン化およびEIのフラグメントイオンのどちらにおいても精密質量による組成推定は定性分析に有用である。

ポリマー分析におけるMALDI-MSと熱分解GC-MSについて誤った記述を選びなさい

- Q5
- (1) MALDI-MSとGC-MSは異なる定性情報が得られるため相補的な分析が可能である。
 - (2) 熱分解GC-MSはGC-MSを使用しているので、一般的にMALDIと比較してより低分子量のポリマーを対象とする。
 - (3) MALDIはポリマー分子の1価イオンを主に生成するため、熱分解GC-MSでは得られない分子量分布の情報を得ることができる。

習熟度テスト正答率



(回答数：16件)

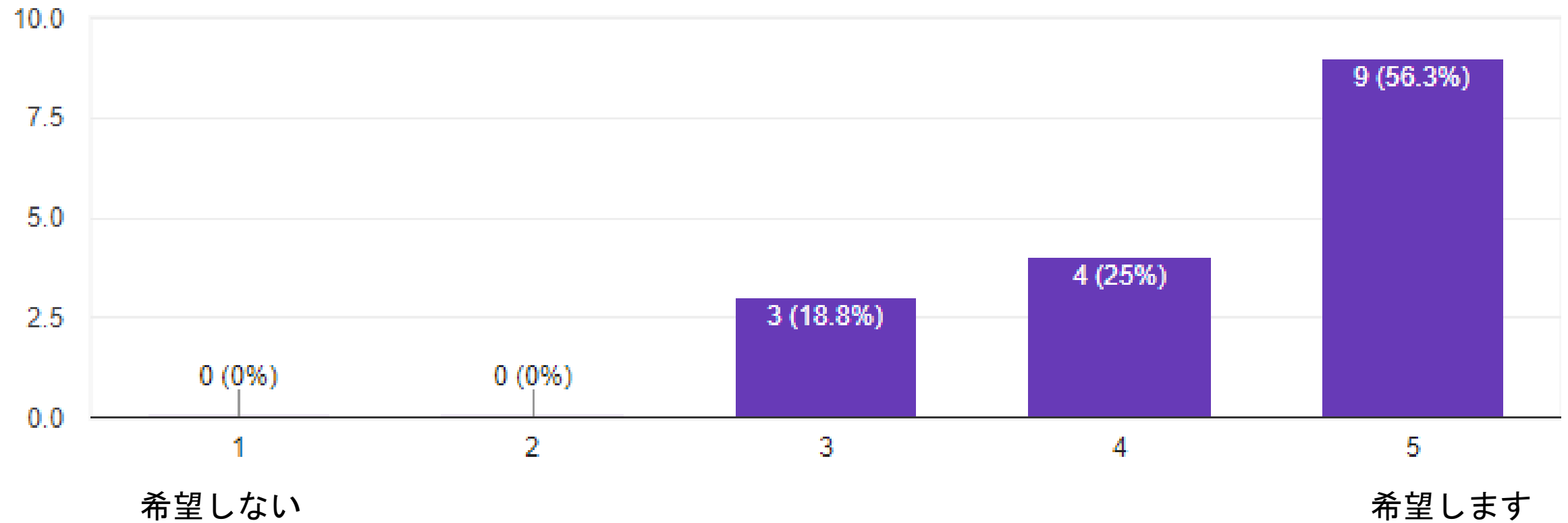
- Q1 **GC-MSの分析における順序として正しいものを選びなさい**
(3)GC分離 → イオン化 → 質量分離 → イオン検出
- Q2 **GC-MSのカラム分離について正しい記述を選びなさい**
(1) GCに用いるカラムは、測定対象化合物の極性に応じて選択する。
- Q3 **GC-MSにおけるイオン化について正しい記述を選びなさい。**
(1)ソフトイオン化ではEIで観測できない分子イオンが観測できる。
- Q4 **GC-MSの定性分析について誤った記述を選びなさい**
(2)EI法のライブラリーサーチを使用する場合、登録されている化合物であれば一意に同定が可能である。
- Q5 **ポリマー分析におけるMALDI-MSと熱分解GC-MSについて誤った記述を選びなさい**
(2) 熱分解GC-MSはGC-MSを使用しているため、一般的にMALDIと比較してより低分子量のポリマーを対象とする。

このセミナーの感想をご自由にお書きください。

- 基礎編は大変勉強になりました。ただ基礎編の後半になると早口になり、スライドだけでなく+aの情報を話してくれるとよかったです。
- 大変わかりやすかったです。ありがとうございました。
- ご多忙の中、このような研修会を開催していただきありがとうございました。
- 基礎編も応用編も詳しい資料で実際の例も挙げながら丁寧に説明してくださったので、とても分かりやすく良かったです。また、事前に資料をいただけたので、内容をある程度確認したり、聴講中に前の内容を見返したりすることができてとても助かりました。製品紹介では、ソフトの進化を感じたり、知らなかった装置についての話を聞かせていただいたりして興味深かったです。

今後もこのようなセミナーの開催を希望されますか。

16 件の回答



今後企画してほしいセミナー内容やご意見ございましたらご記入ください。

- 今回の基礎編を30分で終わるのではなく、むしろ基礎編のボリュームを増やしてほしい。

	笹山智仁 (奈良...)	大橋 弘幸 (奈良...)	山垣 (奈良先端...)	東京医科歯科大...

			山垣 (奈良先端...)	石原 晋次 (横浜...)
		網本智子(広島大) 西川嘉子@NAIST		