

Title	質量分析装置の保守管理及び依頼測定について
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23年度: 67-72
Issue Date	2012-08
Type	Others
Text version	publ isher
URL	http://hdl.handle.net/10119/10807
Rights	
Description	

質量分析装置の保守管理及び依頼測定について

宮里 朗夫

ナノマテリアルテクノロジーセンター

1. 緒言

本学、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 の計 6 種類の質量分析装置が導入されている。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。

以下に本学に導入されている質量分析装置を紹介する。



Fig. 1 FT-ICR MS (9.4T)

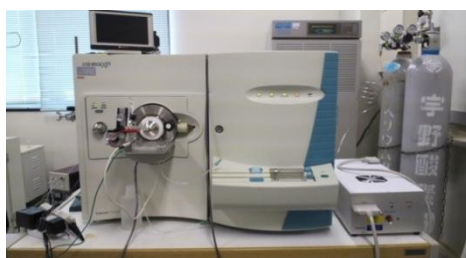


Fig. 2 LCQ



Fig. 3 MALDI-TOF MS



Fig. 4 FAB-MS



Fig. 5 GC-MS



Fig. 6 ICP-MS

昨今、質量分析装置の発展は目覚ましく、有機合成化合物から生体試料の構造解析に至るまで、核磁気共

鳴分光法（NMR）と同様に、非常に重要な構造解析手段の一つである。

本学ナノマテリアルテクノロジーセンターでは、最近 Bruker 社製 9.4 T の FT-ICR MS を導入した (Fig. 1)。FT-ICR MS は、高分解能、高感度であるため精密質量を測定できる。また、精密質量から分子組成を決定できることから非常に有用な analyzer の 1 つである。

今回、FT-ICR MS を中心に本学に導入されている質量分析装置の日常的なメンテナンス及び依頼分析業務について報告する。

2. 質量分析装置の保守管理

質量分析装置は、NMR、IR、X 線回折等の非破壊型の分析装置とは異なり、試料を直接装置内部に導入して測定を行う破壊型の分析装置である。そのため、測定するに従い分析装置内部は、次第に汚染される。その結果、測定感度が低下し良いスペクトルを得ることが難しくなる。特にイオン源に ESI を使用した場合、キャピラリーチューブ及び大気圧イオン化源のヒートキャピラリー（LCQ）、ガラスキャピラリー（FT-ICR MS）が汚れる。そのため、質量分析装置の精度を維持する為には、日常のメンテナンスが必要不可欠である。

また質量分析装置は、装置の原理上、高真空状態を保つことが非常に重要である。本学では、高真空度を維持する為、定期的に真空ポンプのオイル交換、FT-ICR MS に関してはベーキング作業によりチャンバー内壁に付着している気体分子を取り除く作業を行っている。また感度低下を防ぐ為、イオン源の洗浄を行い利用者へより良いサービスが提供できるよう保守管理を行っている。

そこでまず、本学で行っている質量分析装置のメンテナンス作業について紹介する。

2.1 ヒートキャピラリーの洗浄

本学に導入されている ThermoFinnigan (現 Thermoelectron) 社製 LCQ DECA XP (Fig 2) のヒートキャピラリーの洗浄について紹介する。以下にヒートキャピラリーの洗浄作業について示す。

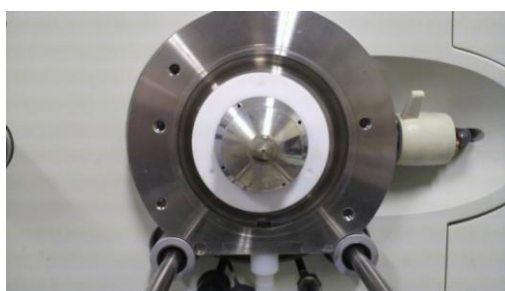


Fig. 7 API スタック

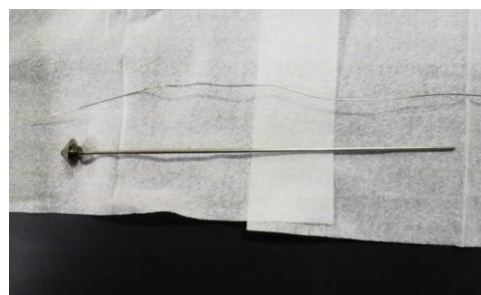


Fig. 8 ヒートキャピラリー



Fig. 9 メタノール中のヒートキャピラリー



Fig 10 超音波洗浄

Fig 7 に API スタック（大気圧イオン化源）を示す。API スタック中央にヒートキャピラリー（Fig 8）が挿入されている。ヒートキャピラリーは、溶媒を気化させイオン化させる役割を持つ。このヒートキャピラリーは、測定を行うにつれキャピラリー内部に試料が付着し汚染され、ゴーストピークの出現を引き起こす。そのため定期的にメタノール及びアセトニトリルによる超音波洗浄を行っている（Fig 10）。

2.2 API スタックのスキマーレンズ洗浄

スキマーレンズは、装置のチャンバーを2つに分け、間にスキマーを挟むことで、真空度を一段階下げる役割を持つ。スキマーを挟むことで圧力の違いでイオンを質量分離部に導く。このスキマー中央には、イオンを通す穴があり測定を行うにつれて穴に試料が付着することで感度低下を引き起こす。そこで、本学で実施しているスキマーの洗浄方法を紹介する。

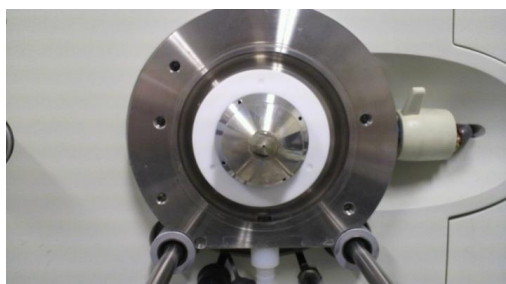


Fig. 11 API スタック

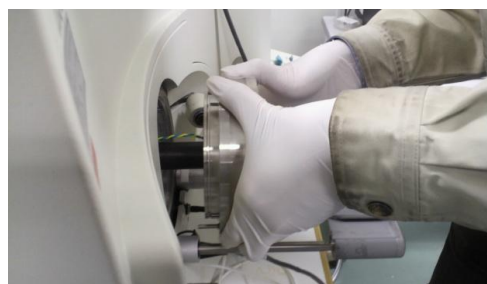


Fig. 12 API スタックの取り外し作業



Fig. 13 取り外した API スタック

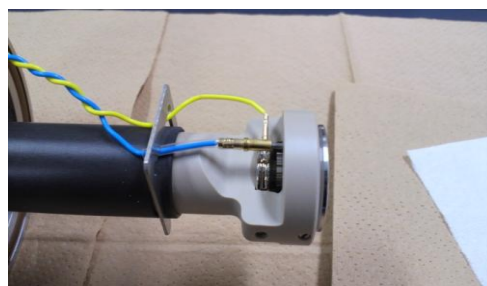


Fig. 14 スキマー部の拡大

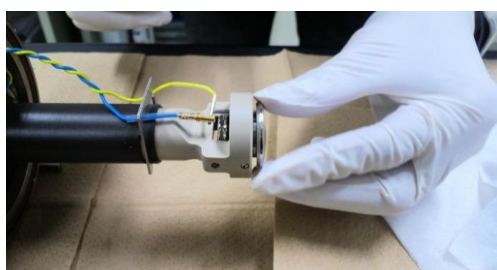


Fig. 15 スキマーの取り外し



Fig. 16 メタノールによる超音波洗浄

Fig 12 に示すように真空を解除し LCQ 本体から API スタックを取り外す。取り外した API スタックを Fig 13 に示す。Fig 14 及び Fig 15 に示すように API スタック本体からスキマーを取り外し、Fig 16 に示すようにメタノールで超音波洗浄し作業を終了した。

2.3 ガラスキャピラリーの洗浄

本学の FT-ICR MS のガラスキャピラリーの洗浄方法について紹介する。
以下にガラスキャピラリーの洗浄について示す。

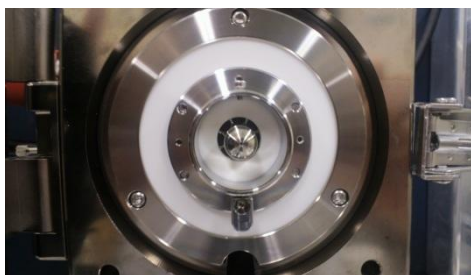


Fig. 17 API 部



Fig. 18 ガラスキャピラリーの洗浄



Fig. 19 窒素ガスで乾燥

Fig 17 に API 部を示す。まず、イオン源部の真空の解除を行った。ガラスキャピラリーは、API 部中央に挿入されており洗浄する際は、ガラスキャピラリーが割れないように慎重に手前に引きぬく。取り出したガラスキャピラリーは、Fig 18 に示すようにマイクロピペッターを用い、キャピラリー内部をメタノールで数回洗浄した。洗浄後ガラスキャピラリーの先端から窒素ガスを流して乾燥 (Fig 19) 後、元通り装置に挿入してガラスキャピラリーの洗浄を終了した。Fig 20 と Fig 21 にガラスキャピラリーの洗浄前と洗浄後のメタノールのみの測定結果を示す。

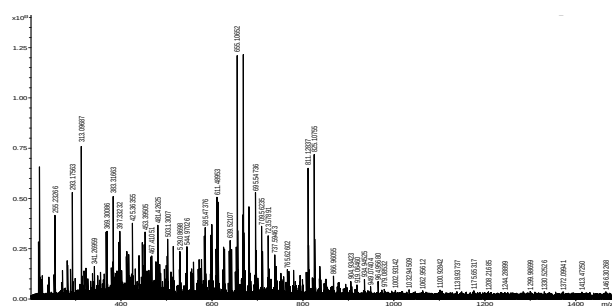


Fig. 20 ガラスキャピラリー洗浄前

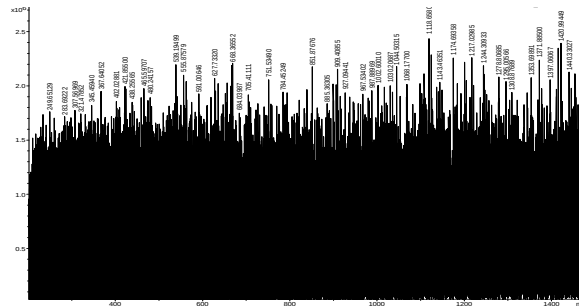


Fig. 21 ガラスキャピラリー洗浄後

Fig 20 においてガラスキャピラリー内部に付着している多くの化合物由来の分子イオンピークが観測されているが、ガラスキャピラリー洗浄後の測定結果では、全ての分子イオンピークが消失していることがわかる。

2.4 FT-ICR MS のベーキング作業

質量分析装置は、原理上真空度が非常に重要であり定期的に真空ポンプのオイル交換及びベーキング作業により高真空度を維持することを心がけている。

以下に本学における FT-ICR MS (9.4T) のベーキング作業について報告する。

Fig 22 に FT-ICR MS 本体を示す。 Fig 22 に示している FT-ICR MS の右側のイオン化部は、リモコンによ

り前方へ動かすことができる。Fig 23 に前方へ動かした写真を示す。Fig 23 に示すように装置内部の真空チャンバーを確認できる。この真空チャンバーに Fig 24 に示すようにサーマルジャケットを取り付けパソコン上でベーキング時間を設定しベーキング作業を行った。ベーキング作業は、通常 10 時間を目安に行っている。



Fig. 22 FT-ICR MS (9.4T)

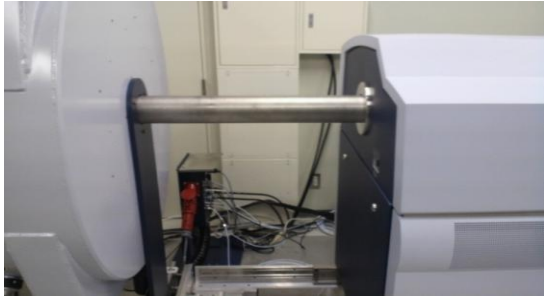


Fig. 23 内部真空チャンバー



Fig. 24 サーマルジャケットの取り付け

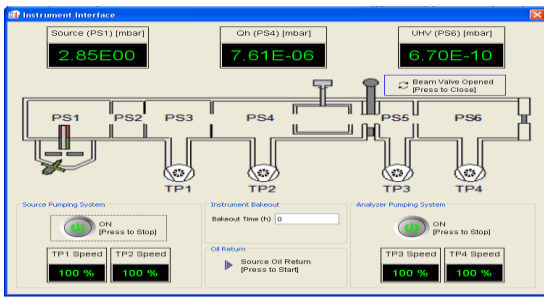


Fig. 25 ベーキング時間の設定

3. 本学における依頼分析及び FT-ICR MS の測定パラメーターの設定

本学では、先に述べたように 6 種類の質量分析装置を導入している。依頼分析は、FT-ICR MS を中心に MALDI-TOF MS、LCQ イオントラップ型質量分析計が主である。

3.1 本学における依頼測定の現状

以下に本学における依頼測定件数を示す。

Table 1. 2011 年 4 月～2012 年 6 月における質量分析依頼測定の件数

MALDI-TOF MS	ESI-MS	FT-ICR MS	GC-MS	ICP-MS	FAB-MS	合計
20 件	8 件	62 件	0 件	0 件	0 件	90 件

上記の期間において合計で 90 件の依頼測定を行った。特に FT-ICR MS に関しての依頼測定が多く、合計 62 件の測定を行った。FT-ICR MS の依頼測定は、イオン源に MALDI を用いたイメージング測定を始め、同位体ラベルサンプル、未知試料等の高分解能が必要であるサンプルの依頼測定が多く寄せられた。今後も FT-ICR MS に関する依頼測定の需要が伸びることが予想される。

3.1 FT-ICR MS のパラメーター設定

FT-ICR MS は、測定条件の最適化が重要であり分子量に応じた測定条件を設定しなければならない。そこで、FT-ICR MS の高分子量サンプルにおける測定条件の最適化及び分析データの違いについて示す。

FT-ICR MS の依頼分析においてイオン化法に MALDI を使用し、ポジティブモードで 6000～10000Da の分子量領域での測定要望があった。そこで、まずキャリブレーション用ユビキチン(分子量:8564)をデフォ

ルトの測定条件を使用し測定を行った。この時、マトリックスにシナピン酸 (SA) を使用した。その結果、Fig. 26 に示すようにユビキチン由来の分子イオンピークを観測することができなかった。これは、質量分離部における高周波電圧のパラメーターが最適化されていない為、高分子量のイオン分子が ICR セルまで届いていないことが予測された。そこで、高分子量領域でのスペクトルが観測できるように質量分離部における測定条件の最適化を試みた。

以下にパラメーター設定前と設定後の測定データを示す。

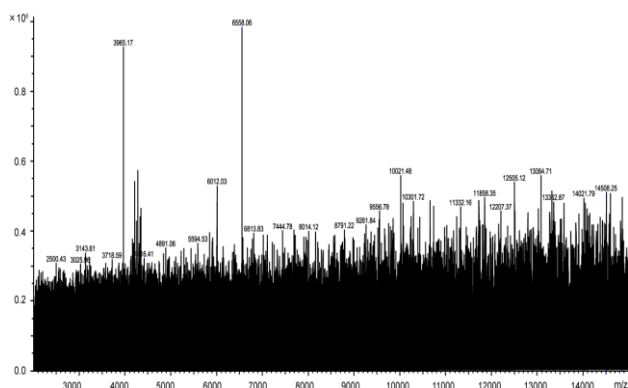


Fig. 26 パラメーター設定前のユビキチンデータ

