

令和元年 12 月 2 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 11 月 27 日 (水) 13:00 ～ 11 月 29 日 (金) 14:00  
【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)、三重大学(1)  
( )内の数字は技術系職員参加者数

【プログラム】

11 月 27 日 (水)

- 13:00～13:30 ・研修内容打合せ  
13:30～14:30 ・イオン源と分析部の原理と利用法についての講義  
14:30～16:30 ・FAB 法による精密質量測定法の実習  
16:30～17:00 ・EI イオン源のメンテナンス、イオン源の交換(FAB → EI)

11 月 28 日 (木)

- 9:00～ 9:30 ・EI イオン源の設定、昇温作業  
9:30～12:30 ・標準試料サーバーの異常を発見し、メンテナンスを実施  
12:30～13:30 ・昼休憩  
13:30～15:00 ・EI 測定のための較正ファイルの作成  
15:00～17:00 ・EI イオン源による低分解能測定法の実習

11 月 29 日 (金)

- 9:00～10:30 ・EI 測定用 DI プローブのメンテナンス  
10:30～11:30 ・イオン源の交換(FAB → EI)  
11:30～12:30 ・FAB 法による精密質量測定用の較正ファイルの作成  
12:30～13:30 ・昼休憩  
13:30～14:30 ・FAB 法による精密質量測定の実習

※当初予定のプログラムから変更あり

## 【報告】

講習会 1 日目は、講師によるイオン化法の種類と検出方法に関する講義を受け、試料に適したイオン化法の使い分け方を学んだ。参考資料も提示していただき、受講者が受託する測定試料について、どちらのイオン化法を用いて分析すればよいかを判断する際に役立つ講義となった。その後、装置とその周辺機器を確認し、ロータリーポンプのオイル交換法について、講師が作成したマニュアル等をいただき、今後のメンテナンスの資料とさせていただいた。その後、FAB 測定において精密質量分析のやり方について、これまでよりも測定時間を短く、安定した状態で結果が得られるよう、測定条件を最適化する方法を実機にてご教示いただくことができた。また、業務のなかで FAB 法では測定が上手くいかなかったサンプルの分析をおこなうため、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こととして 1 日目の講習を終えた。

2 日目は、EI イオン源の設定等をおこない、装置に標準試料を導入して較正用の測定ファイルを作成した。次に、EI イオン化法が適する受託サンプルについて、FAB 法よりきれいな分子ピークが見えることを確認し、そのサンプルの測定条件を詳しく検討していただいた。これまで、EI イオン化法は難しく、EI が適する試料も無理に FAB 法を用いて分析をしていたところがあったが、本講習を受講したことで、EI イオン化法を通常の業務でも活かしていけるようになったと思う。一方で、これまで不慣れな EI 測定をしていたことで、測定試料の性質や混合物に関する配慮や、標準試料の導入部について適切な管理が出来ておらず、熱により O リング等が固着していることが明らかになり、標準資料導入部のメンテナンスをおこなった。標準試料導入部の部品を 1 つずつ外してメンテナンスをおこなったことで、導入部の内部構造をよく知ることができた。今回はメンテナンスに必要な部品が足りなかったため、部品が届いたらまた改めてメンテナンスをおこなうことになった。

3 日目は、昨日メンテナンスした標準試料導入部をもちいた EI 法による精密質量分析に取り組んだ。しかし、これまでの分析試料の混合物で EI 法に使うプローブが汚れていたため、プローブのメンテナンスをおこなった。講師より、プローブの部品の外し方や、手入れの方法を詳しくご教示いただいた。しかし、汚れが落ちきらず、固着したネジが取れないなどの問題が出てきたため、急遽 EI 法による分析を取りやめ、再び FAB 法による精密質量分析の講習をしていただいた。

全体のまとめとして、今回の研修で、これまで苦手意識が強かった EI イオン化法による測定に積極的に取り組んでいけるようになったことや、測定はできていたものの、より早く正確に FAB 法で精密質量分析が出来るようになり、年度末に向けて増えてくる受託分析の効率を飛躍的に高めることができた。個別講習会は、実際に受講者が使用している装置や、測定内容に合わせて、講師が測定条件や測定精度を維持するための具体的なメンテナンス方法を講習して下さる点に大きなメリットがあり、1 回開催するごとにその後の受託測定のスPEEDや精度が向上していく実感がある。また、講師と受講者との人的な繋がりが出来、かつ、講師が受講者の使用する装置の状態を把握することで、講習会終了後も、講師と連絡を取り、相談しながら分析業務を進められる点も個別講習会の良い点であり、実際に受講者は質量分析についてほぼ初心者状態から 1 年半で、講師と相談しながら学内の受託分析を受け、練習を重ねている。今後は共用機器として学外からの利用や受託分析が可能になるよう、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。

<講習の様子>

ポンプに繋がる配管をふさぎ、標準試料導入部のメンテナンスをしているところ



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)

所属:信州大学

参加講習会名:質量分析個別研修～JMS-700を用いた質量分析の基礎と応用～

日時:2019年11月27日～29日

(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。

当センターは新規採用の職員がほぼ一人で質量分析の業務に従事しており、これまでも設備ネットワークを通じた個別講習会を開催していただくことで、分析できる試料の種類や、適用できる分析法の幅を広げてきた。今回もまだ当センターで十分に対応できていない試料の精密質量分析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、FAB イオン源による精密質量測定法について、より効率よく測定できる標準物質の種類や使用方法をご教示いただき、合わせて装置条件を最適化する方法を学ぶことが出来た。また、苦手意識のあった、EI イオン化法による測定について重点的に講習していただき、EI イオン源やプローブ、標準試料導入部の構造から手入れの方法までご教示いただいたことで、今後の測定に積極的に活用していけるようになった。また、分析初心者は、講師に実際の装置を見てもらい、指摘されなければメンテナンスの失敗や改善法に気付かないことも多く、個別講習で講師が受講者の測定環境を実際にチェックしてくださることの効果は大きいと感じた。

(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。

分析技術に自信がなく、周囲に相談もできない状況では、共用化や学外利用を受けられないと考えがちだが、人的なネットワークができ、メンテナンスを含む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という意識に変わり、共用化に積極的に取り組むことができる。

(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。

今回の個別講習では、2名の受講者があったが、同じ装置を使っているために、共通する内容が多くあり、講師の方もそれぞれの事情に配慮しながら講習を進めてくださったので、お互いに実り多い講習会になったと感じた。個別講習会もぜひ公開し、より講習の効果を高められたらよいと思う。

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)

所属:三重大学 地域イノベーション推進機構

参加講習会名:質量分析個別研修会 JMS-700 による質量分析の技術修得を目指して

～よりよいマススペクトルを得るためのポイントは?その2～

日時:2019年11月27日～29日

(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。

数年前から質量分析装置の管理をしているが、引継ぎが十分でなく日頃のメンテナンスや測定操作に関する知識不足・技術不足を感じていたため、今回正しい操作法やメンテナンス方法を習得すべく参加を希望した。特に、自身の管理する装置と同じJMS-700を使った実習であったことは、参加動機の大きな要因にもなった。

(3)研修会で得たものを教えてください。

測定操作に関して、これまでの自身の測定手順とは異なるところがあり、何故その操作が必要なのか或いは不要なのかということ詳しく教えていただけたため、正しい操作法を習得することができた。測定結果への影響だけでなく装置を長く使い続けるためにも、正しい測定操作は必須であることを改めて痛感したことから、今後既存の手順書を改善する予定をしている。操作の細かいところまで教えていただけるこのような機会は滅多になく、大変勉強になることばかりであった。

また装置のメンテナンスにおいて、普段実施したことがなかったリザーバーのメンテナンス法を知ることができた。実際にねじを外してパーツを取り外すことによって理解できることも多く、この貴重な経験を今後の装置管理に活かしたいと思う。他にも本研修会では装置のハード面・ソフト面共にすぐに役立つことをたくさん学び取ることができ、自身にとって充実した講習内容であった。

(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。

管理するMS装置の利用法について、現在は自己測定のみ扱っており依頼測定は実施していない状況である。依頼測定を開始するために、本研修会で得た知識や技術をもとに準備を進めていく予定をしている。機器共用・外部連携等のさらなる促進に向け、まずは学内外の依頼測定を開始できればと考えている。

(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。

これまでは最低限のメンテナンスのみ実施している状態でしたが、本講習で日常的及び定期的には実施すべきメンテナンス方法を詳しく学ぶことができました。今後の装置管理に非常に役立ちますので、貴重な機会を設けていただいたことに感謝しております。今回、ダイレクトプローブを用い

た測定方法についてご教示いただきましたが、今後 GC 法についても学ぶ機会があれば有難く存じます。自身の管理する MS 装置には、使われていない GC が接続されており、GC が使えるようになれば測定の幅も広がり利用拡大につながると考えますので、講習を希望いたします。また本研修会には自費にて参加させていただきましたが、旅費支給があればさらに参加し易くなるため、ご検討いただけると幸いです。予算の都合上メーカー主催の講習会等への参加が困難であることもあり、本研修会に参加できたことは大変有意義でした。ありがとうございました。