

# 四重極型ガスクロマトグラフ-質量分析装置の保守技術習得

杉山 孝雄<sup>1\*</sup>、設楽 浩明<sup>1\*</sup>、三田 和義<sup>2\*</sup>、小山 哲夫<sup>3\*</sup>、新美 智久<sup>2\*</sup>

物質・生命科学系（<sup>1</sup>応用化学科、<sup>3</sup>機能材料工学科、<sup>2</sup>科学分析支援センター）

## 1. はじめに

物質の同定(試料分子の分子量の推定)に必要な質量分析法は、破壊分析であるために分析装置の汚染を起こしやすい。分析装置の汚染は、得られるスペクトルデータに試料以外のピークを含むため、解析作業への障害やイオン化を阻害し測定自体が不可能になることがある。特に高感度での分析が必要となる環境分析においては、装置内部の汚染は致命的な影響を及ぼす。本年度の研修では、平成25年度に環境分析用の質量分析装置として科学分析支援センターに導入された SCION SQ を対象装置とし、内部の洗浄を含むメンテナンス手順の習得を目的として研修を行った。

## 2. 質量分析装置の概要

まず、質量分析装置そのものの概要について説明したい。質量分析装置はその名の通り物質(分子)の質量すなわち「分子量」を測定する装置である。

分子量を測定するためには、異なる分子を分離する際にサンプルが電荷を帯びている必要がある。分子に電荷を付与する操作を「イオン化」と言い、対象分子に何らかの方法でエネルギーを与えることにより実現する。その後イオンを電氣的・磁氣的な作用等により質量電荷比に応じて分離し、最終的に検出部に接触することにより電気信号として測定される(図1)。このイオン化および分離の方法が幾通りか有り、測定対象に応じて使い分けするのが一般的である。

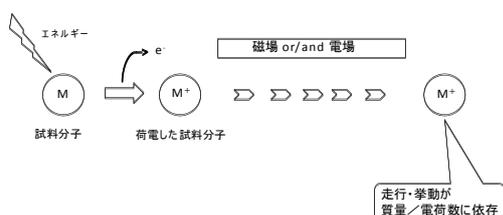


図1. 質量分析装置概要

## 3. グループ研修のこれまでの経緯

我々のグループはこれまで、分析機器の維持管理に関する技術の継承を目的として、以下に示すような複数の質量分析装置のメンテナンスに関するグループ研修を行ってきた。<sup>1-3)</sup>

- ・質量分析装置イオン化室に関する知識習得 (H20年度)
- ・質量分析装置イオン化部位の保守技術習得 (H21年度)
- ・質量分析装置イオン化部位の保守技術習得2 (H22年度)

これら研修を経た結果として、各分析装置の保守マニュアルも整備してきた(図2)。



図2. 先のグループ研修で作成した保守マニュアル

今回、先のグループ研修で取り上げた、Automass SYSTEM II(日本電子社製)の老朽化に伴い新たに科学分析支援センターに導入された質量分析装置である Bruker Daltonics社製 SCION SQ(図3)に対し、これまでと同様に保守技術の習得と保守マニュアルの作成を目的としてグループ研修を行った。本項はこれら一連の経過をまとめたものである。

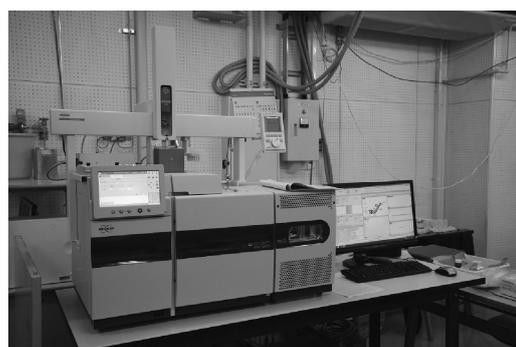


図3. SCION SQ システム全体図

#### 4. SCION SQ 装置概要

SCION SQ はガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS)と呼ばれる分析装置で、充填剤が封入されたキャピラリーカラム(0.25mmID)と呼ばれる細長い管の中を加熱気化されたサンプルのガスが通過する過程で複数の物質を順次分離させるガスクロマトグラフ(Gas Chromatograph : GC)と質量分析装置(Mass Spectrometry : MS)を組み合わせた機器である。同種の装置はごく微量のサンプルでも測定が可能のため、高い検出感度が求められる環境分析の分野で利用されることが多い。

SCION SQ も主として実験系構内排水中の揮発性有機化合物(VOC)の分析に使用されており、さいたま市指定の有害物質の測定値を「環境分析ニュースレター」で学内に周知している(図4)。



図4. 環境分析ニュースレター

このように SCION SQ は環境分析に使用する装置であることから、内部の汚染等に非常に敏感であり、装置の性能維持のためにはイオン源の洗浄を含む定期的なメンテナンスが必要不可欠である。メンテナンス技術の共有のため、グループ研修によるメンテナンス技術の習得を決定した。

#### 5. SCION SQ のメンテナンス

グループ研修に先だって、科学分析支援センターの専任教員一名と技術職員一名がメーカー主催の「SCION ユーザーズスクール」のガスクロマトグラフ質量分析計 SCION メンテナンスコースに参加し、メンテナンス講習を受講した。さらにメーカーの技術サービスより技術担当者を埼玉大学に招いて、科学分析支援センターに設置済みの実機を用いてより詳しいメンテナンスの講習を実施し、技術職員3名が受講した。最終的に先の講習を受けた技術職員を講師として、グループ研修のメンバーに対してメンテナンスの実習を実施した。<sup>4)</sup>

通常行う必要があるメンテナンスについて、実際の手順を以下に記す。

##### 5-1. キャピラリーカラムの交換

先に記したように GC 装置内部はキャピラリーカラム(以下カラム)が装着されているが(図5)、測定するサンプルの特性によってはカラムを交換する必要がある。

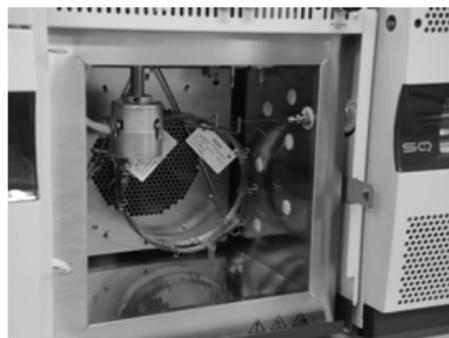


図5. GC 内部(中央円形がキャピラリーカラム)カラムの取り外しは、フロント注入口の接続口および複数の経路を切り替えるクイックスイッチバルブのナットをスパナ等で緩めて行う(図6)。



図6. クイックスイッチバルブ部分近影

カラムを取り外した後、交換するカラムの末端にセプタム(滑り止め)とフェラル(パッキン)を装着し逆の手順で GC に取り付けて完了である(図7)。

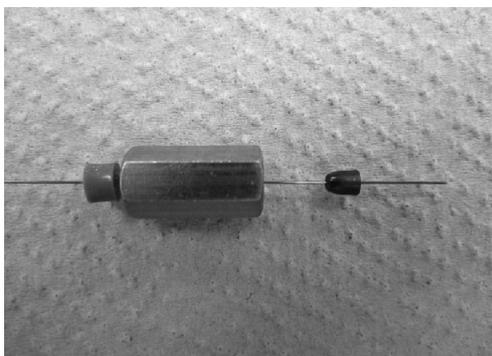


図7. カラム末端とセプタムおよびフェラル

### 5-2. イオン源の分解洗浄

サンプルをイオン化させる「イオン源」はサンプルによって汚染されやすい場所であり、定期的な洗浄が欠かせない。メンテナンス作業の内容は汚れた部品を研磨し洗浄することであるが、装置の重要部分を分解しなければならぬために細心の注意を要する。

メンテナンスの手順としてはイオン源を分解し、イオンを収束させる「イオンレンズ」とイオンを押し出す「リペラー電極」を取り出すことから始まる(図8～図12)。



図8. イオン源ブロックの取り出し



図9. イオンレンズの引き出し



図10. イオンレンズの内部構造



図11. リペラー電極の取り出し

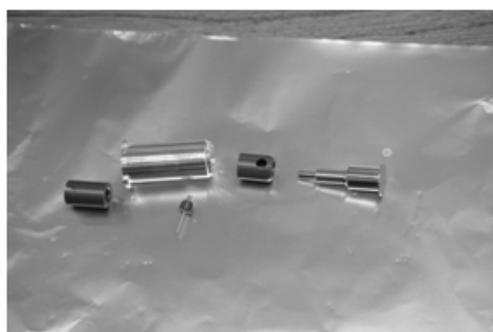


図12. リペラー電極の内部構造

続いてイオンレンズとリペラーの各部品をアルミナ粉を使用して研磨する。研磨後はアセトン中で超音波洗浄にかけ、汚れとアルミナ粉を除去し、逆の手順で組み立てて完了である(図13～図15)。

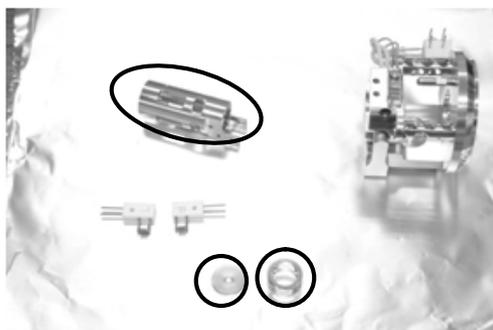


図13. 研磨・洗浄の対象となる部品



図 1 4. アルミナ粉と綿棒を使用し各部品を研磨



図 1 5. アセトン中での超音波洗浄

### 5-3. セプタムの交換

注入口のセプタムは、消耗品であるので一定回数以上使用するとそこから漏れなどが生じ、分析感度が悪くなり正しい値を得られなくなってしまうので、注入口のセプタム交換も行った。実際の交換作業ではインジェクション部の温度を下げ、ラインの切り換えなどにより真空度の保持を確認しながら行った(図 1 6)。



図 1 6. セプタム(ピンセットでつまんでいる円盤)

### 6. 保守マニュアルの作成

以上の様に装置を維持管理する上で必要となるメンテナンス作業を一通り経験した。

最後に、作業中気づいた事や制御用 PC の

オペレーションの内容も記載した保守マニュアルを作成した(図 1 7)。



図 1 7. 保守マニュアル

### 7. まとめ

この研修を通して、装置の保守作業の要点・注意事項に力点をおき、分かり易く、簡便で後継の技術職員に、保守技術や知識が引き継げるような保守マニュアルおよび注意事項集の作成をおこなうことが出来た。

また、作業時間に 1 日程度を要するので装置の停止時間の短縮と専任の保守作業員の確保が難しいこの時期、常時複数の人数が保守作業を行えるように保守技術者を養成し待機させておく必要がある。

### 参考文献

1. 杉山孝雄ら：質量分析装置イオン化室に関する保守技術習得，第 19 回技術部研修会報告集，49-54 (2009)
2. 三田和義ら：質量分析装置イオン化部位の保守技術習得，第 20 回技術部技術発表会予稿集，55-60 (2010).
3. 杉山孝雄ら：質量分析装置イオン化部位の保守技術習得 2，第 21 回技術部技術発表会発表報告集，47-50 (2011).
4. SCION SQ/TQ メンテナンス マニュアル，ブルカー・ダルトニクス株式会社