

# 質量分析装置群を利用した技術支援

Technical support by Mass Spectrometer group



## 「技術支援貢献賞」受賞 / Best Technical Support Contribution Award

受賞者：西川 嘉子 (奈良先端科学技術大学院大学)

Awardee: Yoshiko Nishikawa (Nara Institute of Science and Technology)



**KEY WORDS** mass spectrometer, molecular weight, monoisotopic mass

## 概要 | Overview

奈良先端大の共通利用設備で利用できる質量分析装置群は合計で6台あります。利用できるイオン化法はEI/CI/FAB/ESI/APCI/CSI/DART/MALDIの計8種あり、分析部と導入方法も様々あります。学外依頼は基本的に技術代行で行っており、測定を行う際には、依頼者からサンプル情報をいただいて、構造などからイオン化法を選択し、測定を行っています。

The total of 6 mass spectrometers in the common equipment of Nara Institute of Science and Technology have been used. 8 types of ionization methods can be used: EI / CI / FAB / ESI / APCI / CSI / DART / MALDI. And the analysis unit and the injection unit has various types. Off-campus requests are basically measured by a technical support staff. When performing technical support, technical supporting staff select an appropriate ionization method by looking at the sample structure and perform measurements.

## 質量分析装置群の紹介

Introduction of Mass Spectrometer group

### ●二重収束質量分析計(JMS700 JEOL製)

イオン化法: EI(電子イオン化)法/CI(化学イオン化)法/FAB(高速原子衝撃)法  
分析部: 電場、磁場の二重収束型  
導入方法: GC(ガスクロマトグラフィー)/DI(Direct)プローブ



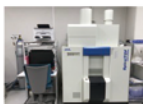
### ●大気圧イオン化飛行時間型質量分析計(JMS-T100LP Accutof LC-plus4G JEOL製)

イオン化法: ESI(エレクトロスプレー)法/ESI(コールドスプレー)法/APCI(大気圧化学イオン化)法/DART(Direct Analysis Real Time)法  
分析部: TOF(飛行時間型)  
導入方法: LC(液体クロマトグラフィー)/Direct infusion法/Flow injection法/DI法/NanoESI法



### ●マトリックス支援レーザー脱離イオン化飛行時間型質量分析計(JMS-S3000 SpiralTOF JEOL製)

イオン化法: MALDI(マトリックス支援レーザー脱離イオン化)法  
分析部: Spiral(らせん状)TOF型



### ●マトリックス支援レーザー脱離イオン化飛行時間型質量分析計(Autoflex2 Bruker製)

イオン化法: MALDI法 分析部: TOF型



### ●DART四重極型質量分析計(JMS-Q1000TD JEOL製)

イオン化法: DART法 分析部: 四重極型 導入方法: DI法

### ●大気圧イオン化飛行時間型質量分析計(JMS-T100LC Accutof JEOL製)

イオン化法: ESI法 分析部: TOF型 導入方法: LC / Direct infusion法/Flow injection法

## 研究支援実績の概要

Overview Technical Supports

### ●上記の質量分析装置群を利用した支援件数(カッコ内は実測定数)

H24	H25	H26	H27	H28	H29	H30	R1	R2	合計
9(174)	6(276)	8(331)	11(500)	18(509)	15(581)	18(398)	12(160)	12(204)	109(3133)

### ●発表論文

- (1) R. Mizutsu(NAIST), R. Asato, C. J. Martin, M. Yamada, Y. Nishikawa, S. Katao, M. Yamada, T. Nakashima, T. Kawai, J. Am. Chem. Soc., 141, 20043-20047 (2019)
- (2) Yan Bing Tan(NAIST), Mihoko Yamada, Shohei Katao, Yoshiko Nishikawa, Fumio Asanoma, Junpei Yuasa, and Tsuyoshi Kawai, Inorg. Chem., 59, 12867-12875 (2020)
- (3) W. Ishii(NAIST), S. Katao, Y. Nishikawa, Y. Okajima, A. Hatori, M. Ehara, T. Kawai, T. Nakashima, Chem. Commun., 2021, 57, 6483-6486
- (4) Yan Bing Tan(NAIST), Yoshinori Okayasu, Shohei Katao, Yoshiko Nishikawa, Fumio Asanoma, Mihoko Yamada, Junpei Yuasa, and Tsuyoshi Kawai, J. Am. Chem. Soc. 2020, 142, 41, 17653-17661

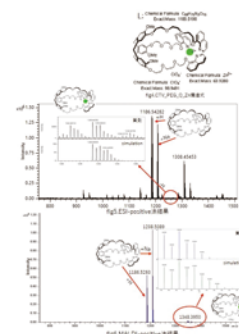
## 技術支援事例1

Typical Example of Technical Support #1

### ●分子カプセルを利用した蛍光プローブの開発

大阪歯科大学 牧田佳真講師

背景 依頼者側で合成された金属錯体の確認のための依頼。  
測定 JMS-T100LP(ESI法, Flow injection法)/JMS-S3000(MALDI法, matrix:DCTB)  
結果 最初にESI法で測定を行った。(サンプル: AcCNにて溶解、移動相: MeOH)小さいが、 $[L+Zn^{2+}-H]^+$ が検出された。依頼者に確認をしたところ、固体状態で結晶化することのであったため、MALDI法で検出が可能かもしれないと思われたため、MALDI法でも測定を行ったところ、 $[L+Zn^{2+}+ClO_4]^+$ が検出された。



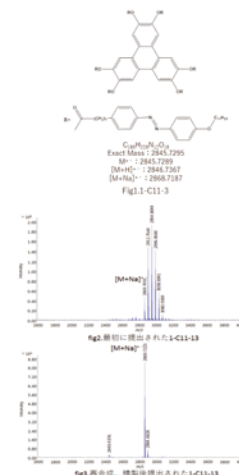
## 技術支援事例2

Typical Example of Technical Support #2

### ●カラミチックーディスコチック双液晶性アゾベンゼントリフェニレン誘導体の研究/開発

龍谷大学 内田欣吾教授

背景 依頼者側で元素分析測定は既に済んでおり、最終確認のための依頼。  
測定 JMSS3000(MALDI法)(matrix:DCTB/カチオン化剤:TFANa)  
結果 最初に測定したものがfig.2である。目的物は検出されているものの、他にも多数ピークが確認された。元素分析が合っているという前情報があったため、純度は高いと考えられていたが、再測定は同じ結果であった。元素分析担当に相談したところ分子量が2000程度のものであるとすると、元素分析の世界ではエラー値が±0.3%以内とされているため±6Daのずれは可能性としてあり得るという意見をもらった。今回のサンプルは末端直鎖のアルキル数違いによる液晶相転移の違いを検証している研究であったため、-CH<sub>2</sub>の違いのサンプルが混在しやすく、純度が高なくても元素分析が合いやすい状況下にあったと考えられた。この結果を依頼者に報告したところ、再度合成精製が行われた。さらに、物性確認を行うと、前回のサンプルと明らかに違う結果となったと報告を受けた。そこで、再度本学へ質量分析測定の依頼がなされfig3の結果を得ることができた。



## CONTACT

西川 嘉子 Yoshiko Nishikawa  
奈良先端科学技術大学院大学/Nara Institute of Science and Technology  
URL : <https://mswebs.naist.jp/nanopla/>