

# MALDI-TOF/TOF による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

## 概要

2013 年 11 月に導入されたマトリックス支援レーザー脱離イオン化タンデム飛行時間型質量分析装置 (MALDI-TOF/TOF) に関して日常の保守管理業務及び 2014 年 6 月～2015 年 6 月の 1 年間で行った依頼測定業務について紹介する。

## ○MALDI-TOF/TOF の保守管理業務について

質量分析装置は、赤外吸収スペクトルや核磁気共鳴分光法といった非破壊測定法とは異なり装置の中に直接試料を導入し質量を測定する破壊型の装置である。そのため、測定を行うにつれて次第に装置内部が汚れイオン検出感度及び質量精度の低下に繋がる。特に、イオン化を行う MALDI イオン源の汚染は、顕著に測定データに現れる。そのため、依頼測定において信頼性の高いデータを取ることが非常に困難になる。このイオン源の汚染は、測定の頻度によって異なるが学内の依頼測定だけだと 2～3 ヶ月に 1 回程度で問題ない。

しかしながら、現在本学で行っている依頼測定業務は、学内の依頼測定だけでなくナノテクプラットフォーム事業における依頼測定業務も行っている。このナノテクプラットフォーム事業で行っている依頼測定は、MALDI イメージング測定を主としている。MALDI イメージング測定は、1 サンプルにつき 1 万ポイント～10 万ポイントの場所を 1 ポイントずつ測定する手法で最終的に一つの画像データとして取り出すことができる。そのため測定時間は、17 時間～24 時間と長時間連続して測定することとなり、イオン源の汚染が通常の測定と比べ格段に高い。よって、1 ヶ月に 1 回程度の頻度でイオン源本体の洗浄を行う必要がある。

本学で行っているイオン源洗浄は、MALDI イオン源、真空チャンバーのパッキン、MALDI レンズの洗浄作業を行っている。

ここでは、MALDI-TOF/TOF の日常におけるメンテナンス作業について紹介する。



図 1. 本学に導入されている MALDI-TOF/TOF (ブルカー社製、Ultraflexstream)

図1に本学に導入されているブルカー社製 MALDI-TOF/TOF を示す。MALDI イオン源の洗浄は、まず、イオン源が導入されている真空チャンバーの真空を解除しチャンバーの扉を開く（図2）。

その後、図3に示す MALDI イオンソースをエタノールで数回洗い、次にブラシを用いてイオン源を傷つけないように洗浄作業を行った。特に、イオンソース裏面は目で見ながら洗浄ができないためブラシをゆっくり裏面に挿入し慎重に洗浄した。

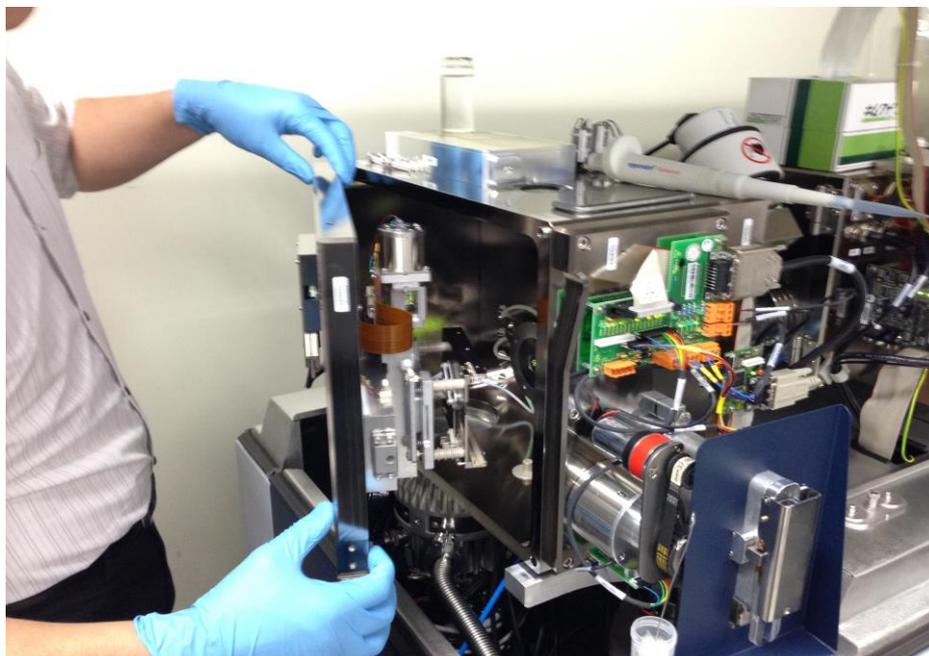


図2. 真空チャンバーの開放

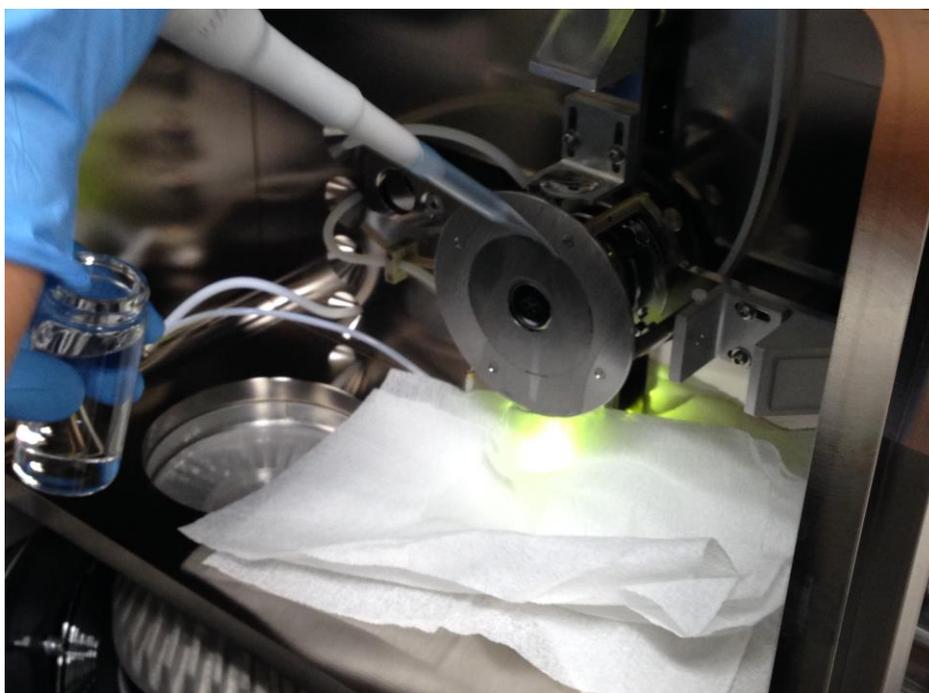


図3. イオンソースの洗浄作業

次に、エタノールを含ませたキムワイプで真空チャンバー内部及びパッキンの汚れを取り除いた。イオン源

洗浄後、装置を起動し真空度が基準値に達したことを確認した。その後、標準サンプルの測定を行い分解能及びイオン検出感度を確認し作業を終了した。

#### ○MALDI-TOF/TOF を利用した依頼分析業務について

本学の MALDI-TOF/TOF で使用される MALDI (マトリックス支援レーザー脱離イオン化法) は、355 nm の UV レーザー (Smart beam II) が搭載されている。MALDI 法は、このレーザー波長を吸収するマトリックス (ベンゼン環構造を骨格に持つ) と呼ばれる低分子化合物の溶液とサンプル溶液を混ぜ合わせ MALDI プレートに一滴置き、その後溶媒を気化させることによりサンプルとマトリックスの混晶を作成することでイオン化を行う手法である。

本学に導入されている MALDI-TOF/TOF は、教職員以外のユーザーは基本的に自分で測定することができない。よって、学生や研究員が MALDI-TOF/TOF で測定を行いたい場合、依頼測定にて対応することになっている。ここでは、本学で行っている依頼分析業務について紹介する。

2014年6月～2015年6月までに MALDI-TOF/TOF を用いた依頼測定は、72 サンプルであった。依頼測定で特に多いのが DNA 及びタンパク質の質量分析であり、特に DNA の測定が近年増加している。DNA は、合成して作っているが、合成できる量が非常に少なく濃度が低い (約 1 ul)。全てのイオン化条件が決まっている状況であれば、十分な量であるが何も情報がない状況で測定を行うには少ない量である。なぜならば、上記にも記載したが MALDI-TOF/TOF で用いられる MALDI 法は、マトリックスの種類及び混晶の状態によってイオン化の条件が決まるので 2～3 個程度のサンプルを作成しイオン化の条件を決める必要がある。しかしながら、DNA のように量があまり取れないサンプルに対しては、サンプル調整が 1 回しかできないので試料調整に非常に気を使う。

現在、DNA の測定に関しては、測定回数が多いこともありイオン化の条件等、ある程度ノウハウが蓄積されてきた。今後は、より一層信頼性のあるデータを返却できるよう技術の向上を行っていきたいと考えている。

#### ○まとめ

本活動記録では、MALDI-TOF/TOF のイオン源洗浄及び依頼測定について紹介した。MALDI-TOF/TOF のイオン源洗浄作業に関しては、イオンソースを分解して洗浄することがまだ出来ていないのでブルカーのエンジニアから習得したいと考えている。また、学内の依頼測定に関しては、サンプル調整及び測定技術を今以上に向上し、信頼性があるデータの返却をより一層心がけていきたいと思う。