

# 『機器分析受託サービス利用説明会 2016春』実施報告

2016/4/21(木) 15:30~17:00 , 薬学部 臨床薬学講義室において

『機器分析受託サービス利用説明会 2016春』を開催いたしました。

当部門をこれからご利用になる初心者の方を対象とした内容で、【分析受付システム】の利用方法のほか、元素分析室と質量分析室の担当者より各分析項目の依頼時の注意点や測定の際のヒントなどをご紹介しました。 21名の方々にお越しいただきました。



【説明会 参加者人数と所属】

所属	2016春	2015秋	2015春	2014年秋	2014年春
工	8	7	20	2	18
薬	5	22	3	18	1
農	0	9	0	0	9
理	5	0	5	0	9
触	0	0	0	0	0
他(保健、水産、獣医、創成、地環)	2	7	9	0	11
資料のみ持ち帰り	0	0	1	0	0
学外	1				
参加者 合計	21	45	37	20	48

### 元素分析

◆測定方法及び注意点 CHN分析

CHN分析の測定方法

- 1) 試料を白金ボートに精確に量り取る(2mg前後)
- 2) 分析装置の燃焼炉(950℃)で約4分間燃焼し、H<sub>2</sub>O、CO<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>酸化物の混合ガスを捕集
- 3) N酸化物はN<sub>2</sub>に還元され、H<sub>2</sub>O、CO<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>を順次吸収・除去され、その前後の質量増減量を検出することで測定値を算出する

【CHN分析原理】

燃焼試料 → 燃焼炉 → 冷却管 → 吸収管 → 検出器

注意: 燃焼試料は、試料そのものや添加剤の燃焼熱等によって燃焼炉温度(950℃)が安定に保たれない場合があります。無機化合物や電解質試料は、この原理では完全に燃焼分解しない場合があります。燃焼分解しない場合は、燃焼炉に反応可能な試料を使用します。

### 質量分析

精密質量測定

精密質量測定は、質量分析機で検出されたピークに対して、測定を行うことができます。対象ピークのm/z値に対して、小数点以下4~5桁までの精密な値を求めます。

分析例: 試料中のPBD-N<sub>2</sub>の検出

質量分析機による検出結果: 909.27954

### NMR

⑥ 試料液量 : 試料液量は試料管の底から4 cm

試料管ゲージ

- パルス照射位置に対し、溶液が上下対称な状態になると、磁場の調整がしやすい
- パルス照射位置での試料濃度が、信号の強度を決める

パルス照射位置

※5mmφ試料管の場合、0.5ml程度の溶液に溶かした試料を試料管に入れ、溶液を少し足すと4 cmになることが多いです。

### アミノ酸組成分析

分析操作 : 標準分析、高精度分析

AAAGPSQ

分析の流れ: 試料投入 → 試料溶解 → パルス照射 → 検出 → データ解析

標準分析: 試料投入 → 試料溶解 → パルス照射 → 検出 → データ解析

高精度分析: 試料投入 → 試料溶解 → パルス照射 → 検出 → データ解析

### タンパク質配列分析

配列判読可能なデータ

AAAGPSQ

判読可能なデータ = 前のサイクルと比較して、増加しているピークがある

判読可能なデータ: Residual 1, Residual 2, Residual 3, Residual 4, Residual 5, Residual 6