

(P-8)

# 四重極 LCMS の共用管理・運用について ～装置初心者への気配りや装置のリカバリー～

山口 信雄（広島大学 技術センター）

YAMAGUCHI Nobuo :

Management of Shared Quadrupole LCMS.

~support for beginners and recovery from troubles~

In starting the management of shared quadrupole LCMS, I attempted to provide various care for users. Especially, extensive one-day beginner training was particularly effective in confirming their knowledge and skills and preventing problems. I also showed the troubles that occurred in the process and their solutions in this poster.

## 1. 目的

Waters 社製タンデム四重極 UPLC/MS(Acquity TQD) (図 1) は 2010 年頃から本学生物生産学部所有装置として学部教員が装置の管理をされていたが、多忙なため装置管理に十分な時間は割けず、トラブル発生後の後手にまわる対応が主となっていた。装置やカラムの洗浄もユーザーごとに異なっていたため洗浄が不十分な場合もあり、使用が好ましくない試薬や前処理が不十分なサンプルを適切でないメソッドで測定している様子も散見された。設置学部は質量分析の講義が十分ではなく、学生側も基本原理を十分に理解しているとは言いがたい状況もあった。さらに学部外利用者対応も担当教員が行わざるを得なかった。

現在は全学共用装置として自然科学研究支援開発センター (N-BARD) 機器共用・分析部門に移管され、発表者が管理と運用を行っている。装置も生物生産学部棟の改修工事に合わせて管理者のいる建物 (遺伝子実験棟) に移設して頂いた。本発表は移管後から現在に至る四重極 LCMS 装置のメンテナンス及び利用者へのサポート体制構築、共用装置としての利用拡大に関するものである。

## 2. 方法

装置の移管および管理者変更の際して、既存の LCMS スペシャリスト (化学系) は既に別建屋で別装置を担当していて手一杯であり、諸事情により別部署から移籍してきた発表者 (生物系) が担当することになった。LC と HPLC、MALDI ToF MS の経験が少しある程度で、それらとの違いに戸惑うことも多かったが、

逆に同じようなバックグラウンドを持つ生物系研究者が LCMS を使う上で陥りがちな問題が理解できた。それらの経験をもとに装置運用・管理や測定支援について様々な改善を行った。

まず、予約は Google カレンダーから多くの構成員が見ることができる大学連携研究設備ネットワークに移行した。次に新規利用者講習を充実させることにした。講習は要望に応じて随時行い、午前中に質量分析の基礎とインフュージョン測定、午後にカラム脱着と LCMS 測定を講習することとした。新しく測定メソッドを構築する場合には新規利用者講習と合わせて実施・サポートした。立ち合い測定やメソッド構築に関しては別料金を取らず、通常的直接測定 (相互利用) の範囲内とした。講習に際しては装置の正式説明書から簡略化して施設などの利用ルールなどを含めたマニュアルを和英両方で新たに作成した。

装置管理に関しては、利用前後のカラム・装置洗浄を利用者に任せず装置担当者が行うこととした。汚れによるバックグラウンドがない状態を確認してから利用してもらい、利用後も汚れが残らないよう十分に洗浄・確認することとした。

## 3. 結果

学部管理から全学共用管理として移管して予約方法をよりオープンな形にして新規利用の敷居を下げた結果、利用するラボ及びユーザーも 3 倍近くに増加した。利用実績も N-BARD 年報に記載されることになり透明性が増した。また装置更新の順位も全学共用装置となることで優先的なものとなり、学部内選抜をスキップ

ブして早期更新を目指すことができる。

実際の運用に関しては、まず新規利用者講習を充実させることによりユーザーに一定の知識を普及させることができるようになった。その上で幾度かの試行錯誤を経て「故障しない使い方」「正しいデータの出し方・見方」を伝えることで装置の故障が減少し、実験結果をどう見るべきかの理解がお互いに深まった。メソッド構築のサポートをすることにより、初心者が安心して問題なくデータを収集できるようになり、必要な試薬も適切なグレードのものを原価で分譲したことで、迅速かつスムーズな実験系の立ち上げが可能となった。マニュアルを英語化することで留学生が安心して質量分析を学んで装置を利用できるだけでなく、英語が極めて不得意な管理者自身の勉強にもなり、留学生への対応について必要な単語やフレーズを持つことはコミュニケーションの大きな助けとなった。現在では留学生には終日の講習を、下手ではあるが英語だけでなんとか行えるようになっている。

装置洗浄を管理者に一本化することにより、装置が清浄化したが、その過程で何が問題であるかが徐々に分かってきて、どの状態が「正常・清浄」であるかも判明した。正しいベースラインが判明することで、それに近い状態に洗浄してユーザーに利用してもらうことができ、その後の洗浄で汚染が激しい利用者を特定し、適切な洗浄と指導ができるようになったことは大きな前進であった。特に問題になっていたのはイオンペア試薬の利用と移動相の調製、サンプル調製の3項目である。イオンペア試薬は原則使用禁止とし、カラムの変更により対応することとした。移動相の調製ではLCMSグレード試薬の利用を徹底し、水はオートクレーブせずフレッシュな超純水を使用すること、有機溶媒100%では溶けない塩があること、pHメーターは極力使用しないことなどを指導することで問題が解消した。サンプル調製については主に除タンパク等の前処理が適切に行われているかどうか、標準試薬溶解時に確実に溶ける溶媒を使っているかどうか、前処理時や保管時に測定対象物が安定化しているかどうかなど、ユーザーと測定結果を確認しながら丁寧にヒアリングすることで問題を炙り出し、解決に向かうようサポートをすることになっている。これらの相談事について特別に料金を徴収しないことで、気軽に相談してもらえる体制となっている。ポスターではこの辺りの細かな問題と解決について例示した。

#### 4. 考察

装置移管と運用の変更によって、新規利用者講習を充実させ、利用者と一緒に様々な問題点を解決することで研究の迅速化や質の向上に寄与できたように思う。さらに、これまで装置を管理していた教員の労力を大幅に削減することができ、信頼関係が構築できたことから利用料金徴収に関しても理解を得ることができるようになった。かけた労力は確かに大きなものではあったが、それに見合う成果が出ていると信じている。

運用は相互利用（直接測定）に重きを置き、必ず研究者・学生自身がサンプルを処理して装置をある程度動かすことを前提としている。全てを引き受けて依頼測定することも可能ではあるが、その場合は大学における「教育」という面を著しく損なうと考えている。経験がなければ、将来研究者あるいは技術者となった時に何もできない、問題が解決できない、あるいは間違ったデータが出ても気が付かないといった質の低い人材になりかねない。研究と教育をバランスよく支援するため、この体制で運用していきたいと考えている。

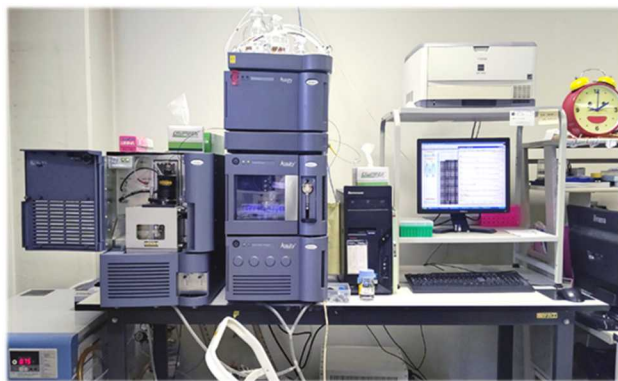


図1. UPLC/四重極 MSMS (Acquity TQD, Waters)

#### 謝辞

広島大学技術センター、N-BARD、装置ユーザーの皆様、並びに質量分析技術者研究会の皆様のご指導・ご協力に感謝申し上げます。

#### 参考文献

- 1) 質量分析化学 基礎編 (2016) 豊田岐聡 編著  
日本質量分析学会 監修、国際文献社
- 2) マススペクトロメトリー関係用語集第3版 (2009)  
吉野健一 (日本質量分析学会)、国際文献社
- 3) LC/MS、LC/MS/MSの基礎と応用 (2014)  
中村 洋 監修、日本分析化学会、オーム社
- 4) LC/MS、LC/MS/MS Q&A100 虎の巻 (2016)  
中村 洋 監修、日本分析化学会、オーム社