

補助事業番号 2020M-079
補助事業名 2020年度公設工業試験研究所等における機械設備拡充補助事業
補助事業者名 地方独立行政法人大阪産業技術研究所

1 補助事業の概要

本申請事業では、企業では導入が困難な高額な分析評価機器を整備し、域内の企業が当研究所の研究者による支援の下でこれを有効に活用し、高付加価値製品の開発、高品質製品の製造、ならびに不良品対策に関する技術を確立することを目標とし、「固体・液体試料測定用核磁気共鳴 (NMR) システム」及び「キャピラリー電気泳動 (CE) 質量分析システム」を導入し、企業支援力を強化した。

2 予想される事業実施効果

「固体・液体試料測定用核磁気共鳴 (NMR) システム」及び「キャピラリー電気泳動 (CE) 質量分析システム」を導入し、技術支援力を強化することで、中小企業における高付加価値製品の製造や品質管理技術の高度化に貢献し、大阪地域の中小企業におけるものづくりの高度化に向けた支援を行う。この結果、中小のものづくり企業の技術革新が進展し、新たな技術シーズや多くの技術ノウハウが蓄積されることが期待できる。

3 本事業により導入した設備

- ① 固体・液体試料測定用核磁気共鳴 (NMR) システム (URL : <https://orist.jp/jka.html>)

設置場所：地方独立行政法人大阪産業技術研究所 森之宮センター

超電導磁石による強力な磁場中での核スピンの共鳴現象を利用し、試料の分子構造などを解析する装置です。分子構造に加えて、分子間や分子内相互作用、分子の運動性など有用な情報が得られるだけでなく、フッ素、ケイ素、リン、ホウ素やアルミニウムなども測定対象であり、化学、材料科学、高分子材料や、医薬品・生命科学など幅広い分野で利用できます。溶液試料だけでなく、固体試料の測定も可能であり、樹脂や無機物、難溶性有機物などの分子構造情報を得ることも可能です。



② キャピラリー電気泳動(CE)質量分析システム (URL : <https://orist.jp/jka.html>)

設置場所：地方独立行政法人大阪産業技術研究所 森之宮センター

イオン性物質の分離に優れたキャピラリー電気泳動装置、微量成分の同時測定が可能な質量分析装置により、サンプルの成分情報を高い精度で取得します。化合物ライブラリ・多変量解析を備えたソフトウェアを用いて取得データを解析できるため、未知化合物の構造推定やサンプル間の「差」の抽出に有用です。なお、質量分析装置は各種イオン化法に対応しており、通常 m/z 3,000までの多彩な化合物の構造情報を取得可能です。



③ 本事業に係る印刷物等

テクニカルシート

固体・液体試料測定用核磁気共鳴 (NMR) システム 2021年3月号 (No. 20-16)



Technical Sheet

No. 20-16

固体・液体試料測定用核磁気共鳴 (NMR) システム —400 MHz NMR—

キーワード：液体NMR、固体NMR、有機化合物、高分子材料、構造解析

はじめに

核磁気共鳴 (NMR: Nuclear Magnetic Resonance) 装置は、超電導磁石などの強い磁場中に置かれた核スピンを有する原子核が起す共振現象を利用し、試料の分子構造などを解析する装置です。有機・高分子・無機化合物の構造・物性解析を目的に広分野で利用されています。大阪産業技術研究所・森之宮センターでは、公益財団法人 JKA の機械設備認定補助金により、令和 2 年度に固体・液体試料測定用核磁気共鳴 (NMR) システムを導入しました。

仕様および機能

本 NMR システムの外観を図 1 に、本装置の仕様と特徴を表 1 に示します。本システムでは測定用のプローブとして、三重共鳴測定にも使用可能な高性能 5 mm 汎用型プローブ、10 mm 汎用型ユーロプロブプローブ、および汎用型 AUTOMAS プローブの 3 種類を導入しました。これまで固体 NMR 測定では試料交換時にプローブの着脱が必要でしたが、今回導入した AUTOMAS プローブは固体 NMR 測定においてもオートサンプラーを用いた試料交換、オートチューニングができることから自動連続測定が可能となっており、より迅速に多数の試料の測定を行うことができます。

また、前述 NMR 測定においても、高分子材料などの ¹³C NMR による定量測定や溶解度の低い試料の測定に適した 10 mm 試料管を用いた測定が可能であるなど、森之宮センターに既設の NMR 装置 ECA600 (水素核共鳴周波数 600 MHz、磁場強度 14.1 T) と相補的に利用することで多様な測定法、分析試料への対応が可能となります。

本装置は令和 3 年度より一般利用を開始いたします。ご興味のある方はお問い合わせください。



図 1 導入した固体・液体試料測定用核磁気共鳴システム (JNM-ECZ400R)

名称	日本電子株式会社 JNM-ECZ400R
超電導磁石	3.4 T (水素核共鳴周波数 400 MHz)
送受信機	縦断型 1H、13C、15N、31P
5 mm ROYAL プローブ/HFX	標準的な液体 NMR 測定機能に加え、 ¹ H、 ¹³ C などの多重共鳴用プローブとして使用可能
10 mm ユロプロブ	縦断型 ¹³ C、 ¹⁵ N、 ³¹ P
5 mm 汎用型プローブ	5 mm 汎用型プローブに対して超絶縁型、高感度型 (QNP) などにも対応しており、高分子材料や低溶解性試料の測定に適している
送受信機	縦断型 ¹³ C、 ³¹ P、 ¹⁵ N、 ⁷ Be など
オートサンプラー	オートサンプラー機能を生じ、試料交換時にオートサンプラーを用いた試料交換が可能

機械設備認定機関
大阪産業技術研究所 森之宮センター
https://orist.jp/
〒536-8533 大阪府堺区森之宮 1 丁目 6 番 5 号
Phone: 06-6963-8181 (装置取扱専任電話)

発行日 2021 年 3 月 1 日
作成者 有機材料研究室 北島成典研究室 荻野 和之、磯野 雄平
機械工学研究室 三浦 正徳
生物・生活材料研究室 機械設備研究室 梶原 博博
Phone: 06-6963-8065 E-mail: kawai@orist.or.jp

キャピラリー電気泳動 (CE) 質量分析システム 2021年3月号 (No. 20-17)



Technical Sheet

No. 20-17

網羅的分析を可能にする質量分析システム

キーワード：質量分析、構造解析、一斉分析

はじめに

令和 2 年度に公益財団法人 JKA の機械設備認定補助事業により当研究所森之宮センターに設置された、アジレント・テクノロジー製の質量分析システムについて紹介します。

装置の特徴

質量分析を用いた分析は、製品開発や品質保証、環境・食品分析など幅広い分野で使用されています。この度、森之宮センターに設置したキャピラリー電気泳動-質量分析 (CE-MS/MS) システムは、測定試料に含まれる成分を分離し、化合物の質量・構造情報を網羅的に取得することが可能なシステムです。

キャピラリー電気泳動装置 (CE) は、電気泳動により物質に加える力と、高電圧下で発生するキャピラリー内の溶媒の流れを組み合わせ、測定成分を分離し得ます (図 1)。イオン性物質の分離に有効であり、通常の HPLC では分析が困難なさまざまな酸塩基の有機酸、金属イオンの測定などに活用されています。

えとあり、混合物の定性分析を得意とします (図 2)。測定試料に含まれる成分情報が正しい場合でも、優れた分離測定能力とデータベース構築を基に、たとえば、混入物質の特定やサンプル間の差異の解析に活用できます。



図 1 CE の物質分離の概要



図 2 質量分析システムとその概要

本システムは質量分析装置として、MS/MS 測定が可能な高感度飛行時間型質量分析装置 (Q-TOF MS) を備えています。MS/MS 測定ではイオンの m/z の値から得られる質量情報に加え、測定成分に構造を発生させることで構造情報を得ることができます。特に Q-TOF MS は高精度の高い情報を高速に取得でき、構造決定や未知成分の解析に有効です。

CE の高精度な分離能力と、Q-TOF MS の測定能力を組み合わせると本システムは、多様な化合物の MS データベースと解析ソフトウェアも備

えとあり、混合物の定性分析を得意とします (図 2)。測定試料に含まれる成分情報が正しい場合でも、優れた分離測定能力とデータベース構築を基に、たとえば、混入物質の特定やサンプル間の差異の解析に活用できます。

質量分析による試料成分の分析技術は、生化学や環境関係の分野で目ざましい発展を遂げてきました。近年、分離測定能、インターフェース、解析ソフトウェアの進歩により超微量の分野での利用も増加しています。本システムは CE のみならず、分離装置として一般的に用いられている HPLC や、感度・迅速分析が可能な大気圧固体試料イオン化 (ASAP) を併設でき、多様な試料を分析可能です。

おわりに

本システムは受託開発で利用可能ですがご活用ください。なお、カスタム等の消耗品は担当者にご相談ください。

機械設備認定機関
大阪産業技術研究所 森之宮センター
https://orist.jp/
〒536-8533 大阪府堺区森之宮 1 丁目 6 番 5 号
Phone: 06-6963-8181 (装置取扱専任電話)

発行日 2021 年 3 月 1 日
作成者 環境材料研究室 有機材料・生物工学研究室 大橋 博之
生物・生活材料研究室 有機材料研究室 梶原 博博
有機材料研究室 北島成典研究室 荻野 和之
Phone: 06-6963-8065 E-mail: hohashi@orist.or.jp

4 事業内容についての問い合わせ先

団 体 名 : 地方独立行政法人大阪産業技術研究所
(オオサカサンギョウギジュツケンキュウシヨ)

住 所 : 〒594-1157
大阪府和泉市あゆみ野二丁目7番1号

代 表 者 : 理事長 中許 昌美 (ナカモト マサミ)

担当部署 : 企画部 (キカクブ)

担当者名 : 部長 島田 雅之 (シマダ マサユキ)

電話番号 : 06-6963-8013

F A X : 06-6963-8015

E-mail : mail@omtri.or.jp

U R L : <https://orist.jp/>