

先端物性測定実習I

質量分析2

エレクトロスプレーイオン化法 (ESI - Ion Trap)

- 前期 (月曜4限～6限)
- 担当: 高山・野々瀬・高橋

前回の小テスト

問1.

Angiotensin Iのアミノ酸配列は、3文字表記では Asp-Arg-Val-Tyr-Ile-His-Pro-Phe-His-Leu-OH となる。アミノ酸配列の1文字表記を示しなさい。

ヒント

アミノ酸略号

和名	英名	略号		和名	英名	略号	
		3文字	1文字			3文字	1文字
アラニン	Alanine	Ala	A	ロイシン	Leucine	Leu	L
アルギニン (B)	Arginine	Arg	R	リシン (B)	Lysine	Lys	K
アスパラギン	Asparagine	Asn	N	メチオニン	Methionine	Met	M
アスパラギン酸 (A)	Aspartic Acid	Asp	D	フェニルアラニン	Phenylalanine	Phe	F
システイン	Cysteine	Cys	C	プロリン	Proline	Pro	P
グルタミン	Glutamine	Gln	Q	セリン	Serine	Ser	S
グルタミン酸 (A)	Glutamic Acid	Glu	E	トレオニン	Threonine	Thr	T
グリシン	Glycine	Gly	G	トリプトファン	Tryptophan	Trp	W
ヒスチジン (B)	Histidine	His	H	チロシン	Tyrosine	Tyr	Y
イソロイシン	Isoleucine	Ile	I	バリン	Valine	Val	V

注：表中 (A) : 酸性アミノ酸、(B) : 塩基性アミノ酸

<https://www.nacalai.co.jp/information/trivia2/10.html>

前回の小テスト

問1. 解答

Angiotensin Iのアミノ酸配列は、3文字表記では Asp-Arg-Val-Tyr-Ile-His-Pro-Phe-His-Leu-OH となる。アミノ酸配列の1文字表記を下記に示す。
DRVYIHPFHL

国際総合科学部・物質科学コース3年生専門教養科目・前期のうち、野々瀬担当分のオンライン講義資料(日程表、レジメ、講義スライド、講義ビデオ録画 等)を下記のURLから適宜ダウンロードしてください。

<http://cluster.sci.yokohama-cu.ac.jp/online%20lecture.html>

- ◆ 「先端物性測定実習I・質量分析2・エレクトロスプレーイオン化法」
- ◆ 「先端物性測定講義I」
 - ◇「質量分析1・質量分析概論」 担当教員:高山光男 先生
 - ◇「質量分析2・真空と質量分析装置」担当教員:野々瀬真司
- ◆ 「分子構造化学」

成績

1. オンライン出席
2. オンラインレポート

まず、下記のURLにアクセスして、本日分の
「先端物性測定実習I・出席確認 2020.05.25」

https://forms.office.com/Pages/ResponsePage.aspx?id=Zm1jvv7LuEGJXO5cvYvHVcLAfBAjfaxKi5qQjcv_qfZUNzRLV0ZHNVUzWjNZVERTUFZUNVpRQ0RIRS4u

に学籍番号・氏名を入力してください。

実習に用いる試料

アンジオテンシン I (angiotensin I)

試料濃度 ~10 μ g/ml 溶媒 メタノール + 純水(1%) + 酢酸(0.1%)

アンジオテンシン (angiotensin) はポリペプチドの一種で、昇圧作用を持つ生理活性物質である。アンジオテンシンにはI~IVの4種がある。心臓収縮力を高め、細動脈を収縮させることで血圧を上昇させる。

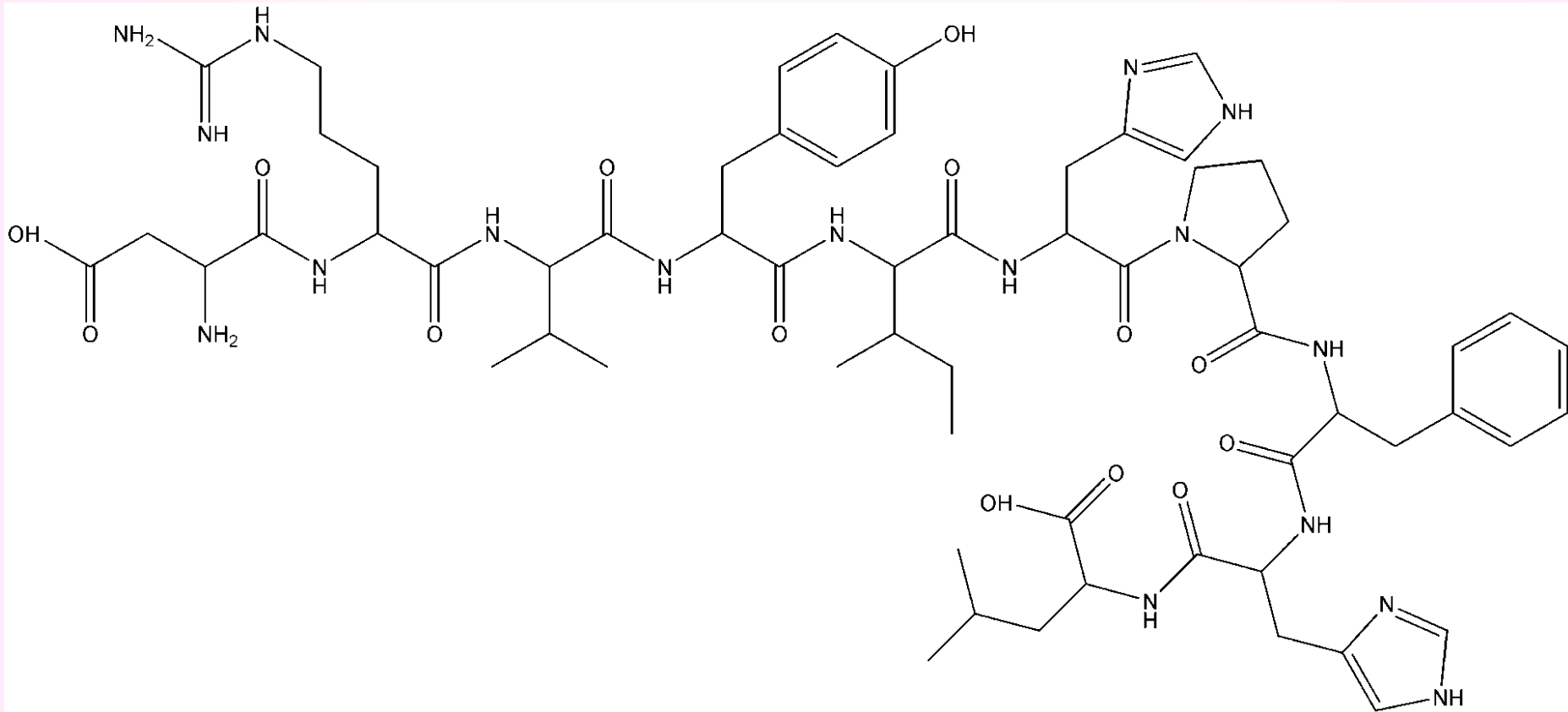
Angiotensin Iのアミノ酸配列

3文字表記; Asp-Arg-Val-Tyr-Ile-His-Pro-Phe-His-Leu-OH

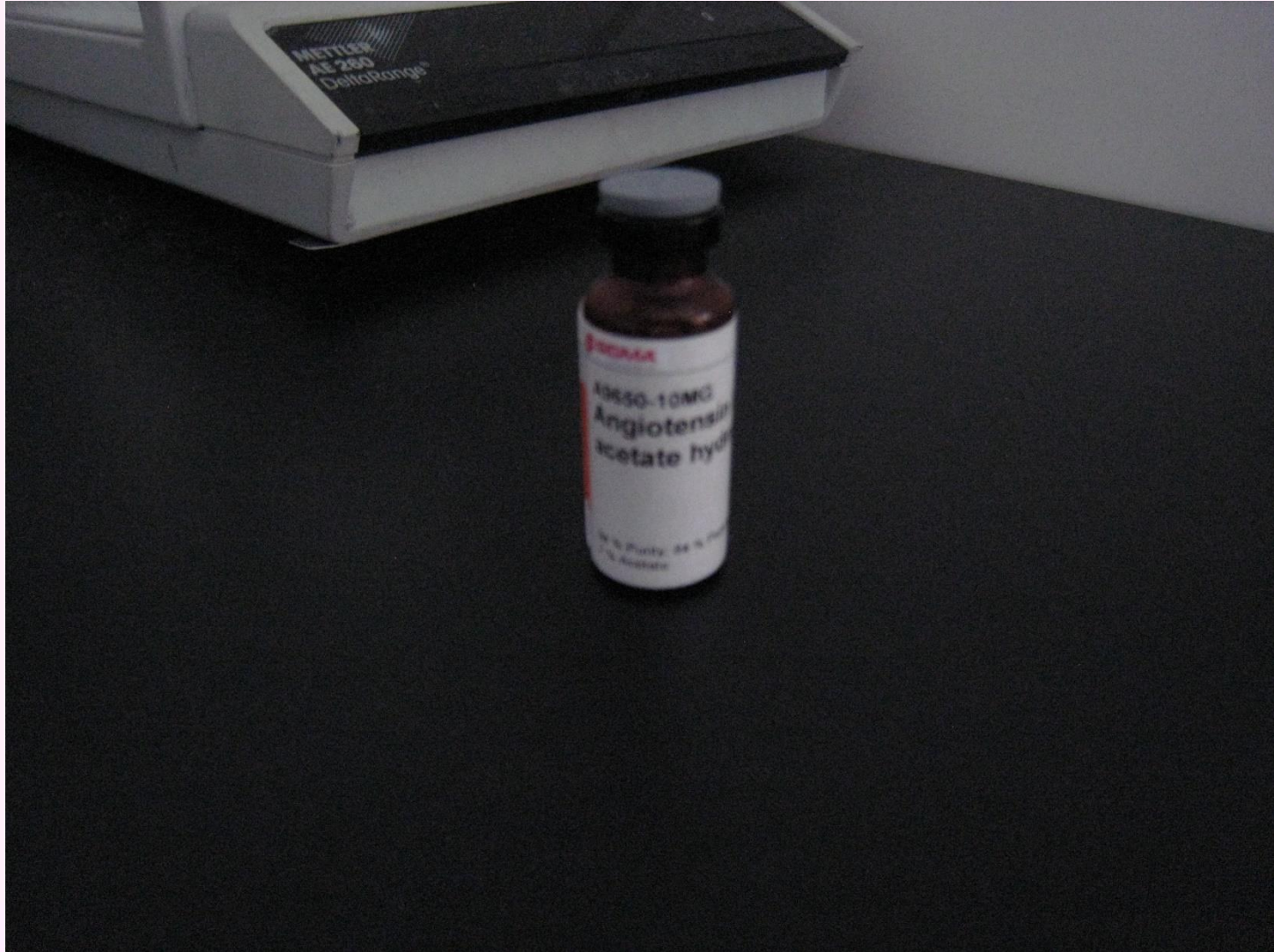
1文字表記; DRVYIHPFHL

分子量; 1296.48 Da

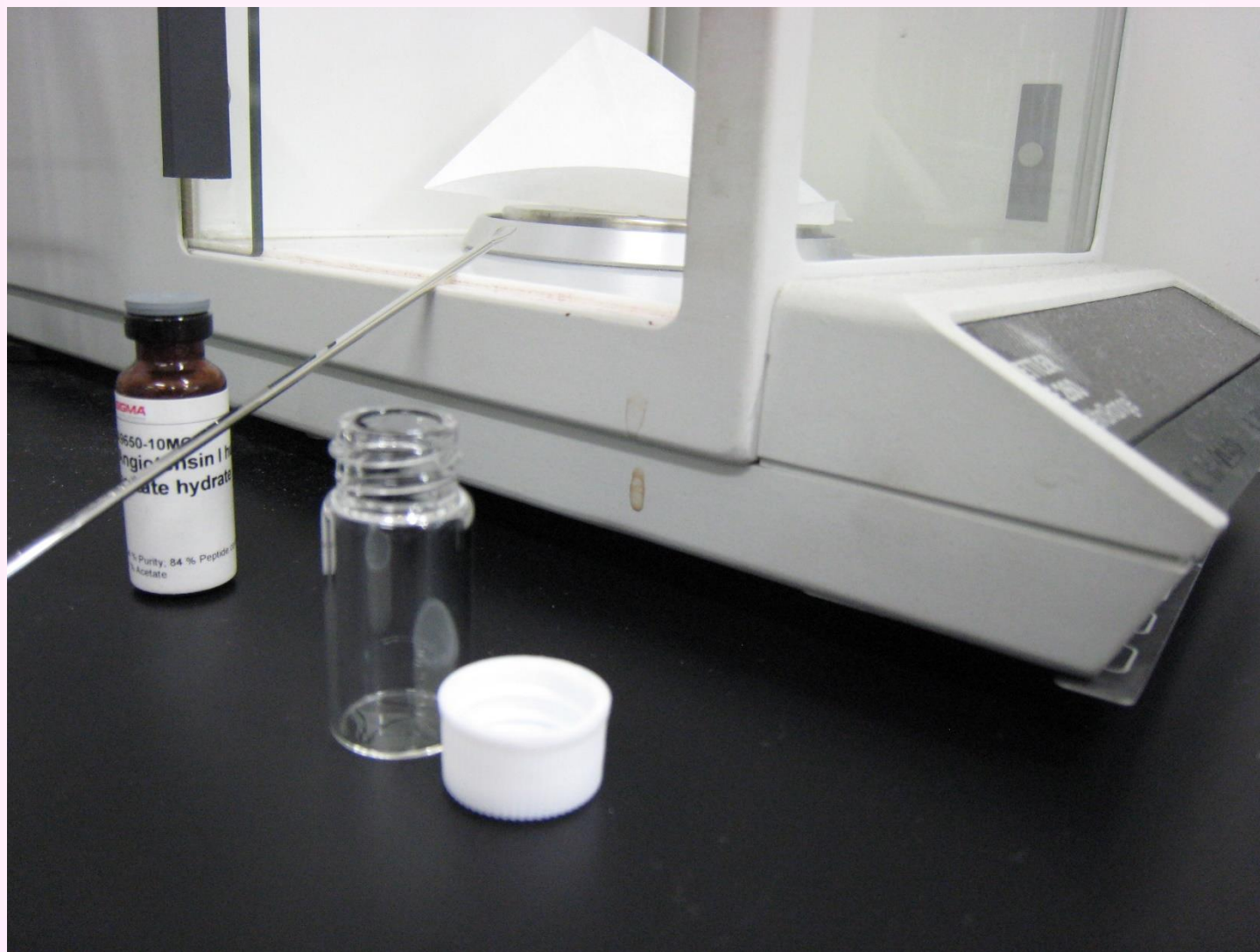
Angiotensin I の分子構造



アンジオテンシン I (angiotensin I) 粉末試料



粉末試料 0.1~1mg 電子天秤で秤量



試料溶液の調製

濃度: $\sim 10\mu\text{g/ml}$

溶媒: メタノール + 純水(1%) + 酢酸(0.1%)



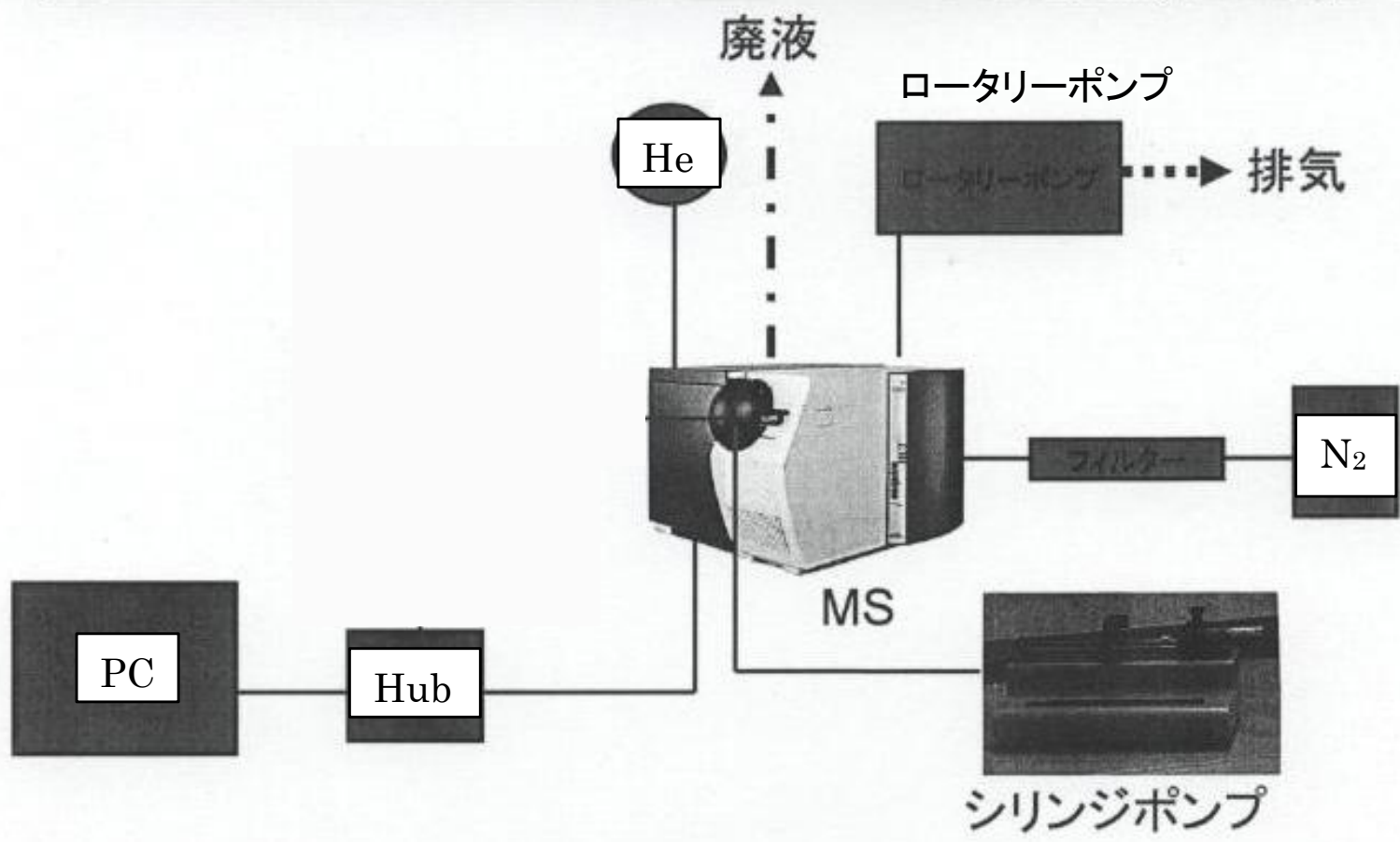
エレクトロスプレーイオントラップ型質量分析装置 Bruker-Daltonics, HCT-ETD II

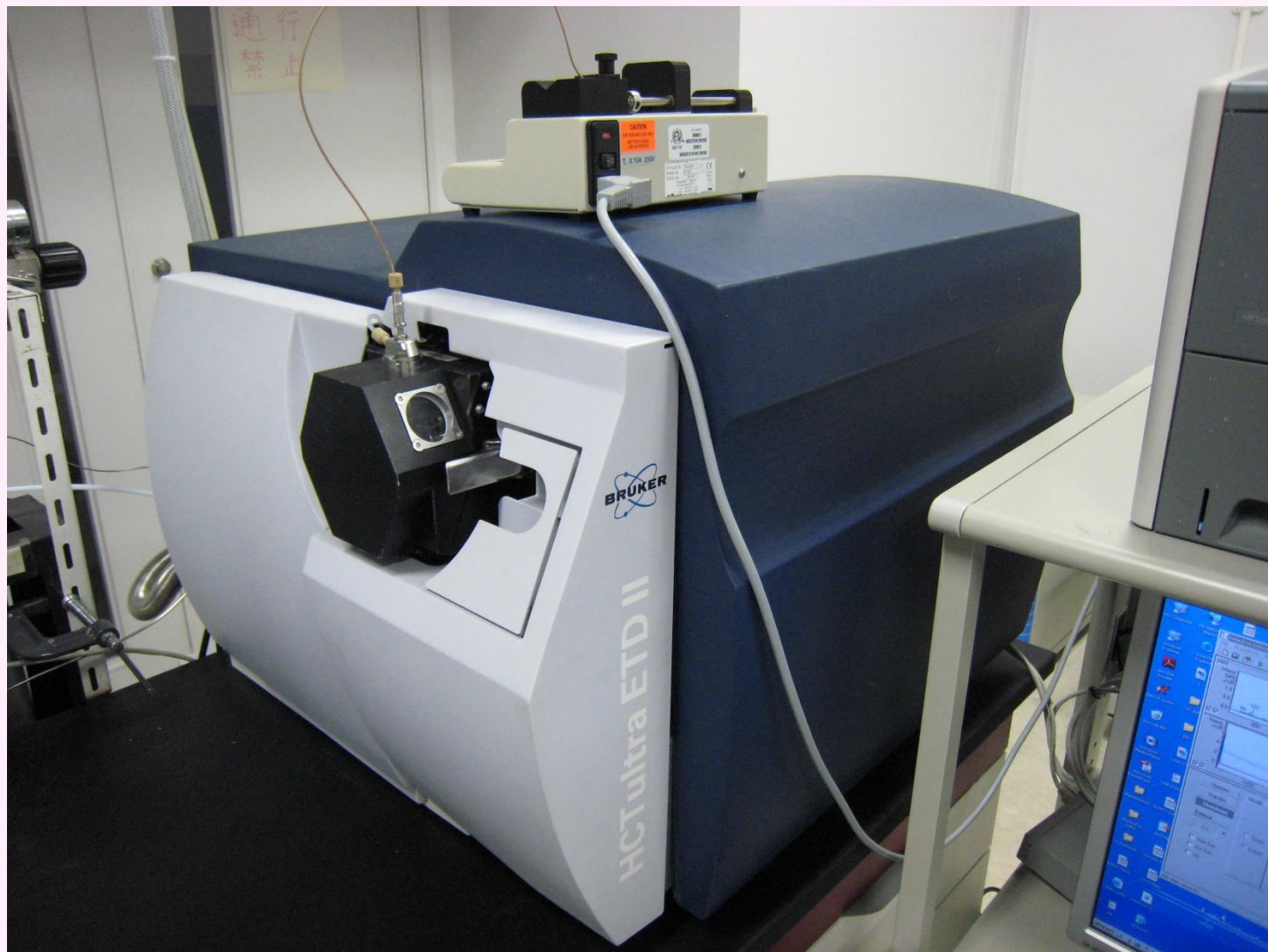


MS構成関係図

**BRUKER
DALTONICS**

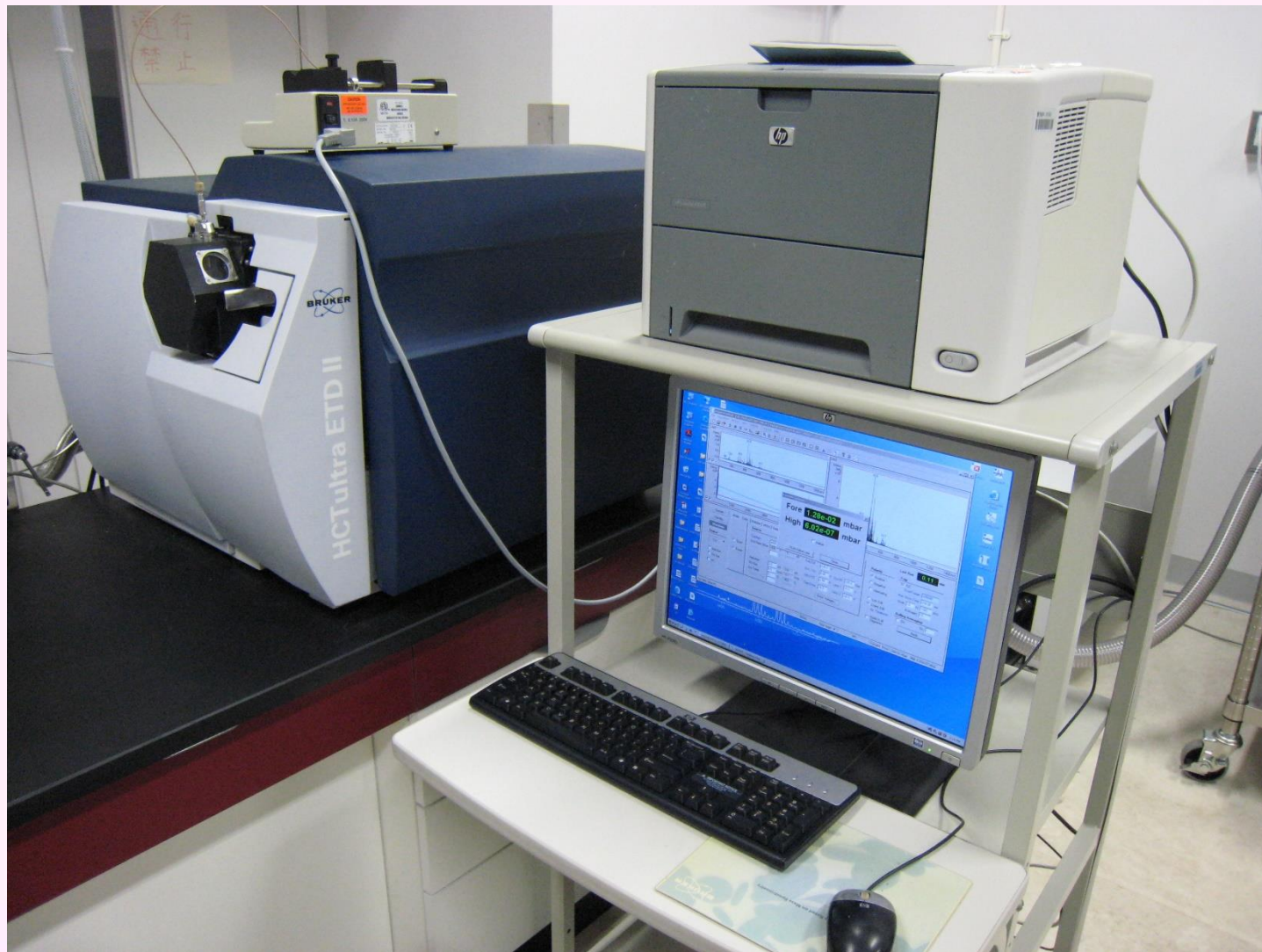
HCT Training : Ion Trap MS





先端物性測定実習・質量分析・エレクトロスプレーイオン化法

装置は全自動 PC画面上で制御



先端物性測定実習・質量分析・エレクトロスプレーイオン化法

装置の背面



先端物性測定実習・質量分析・エレクトロスプレーイオン化法

装置を真空排気するロータリーポンプ



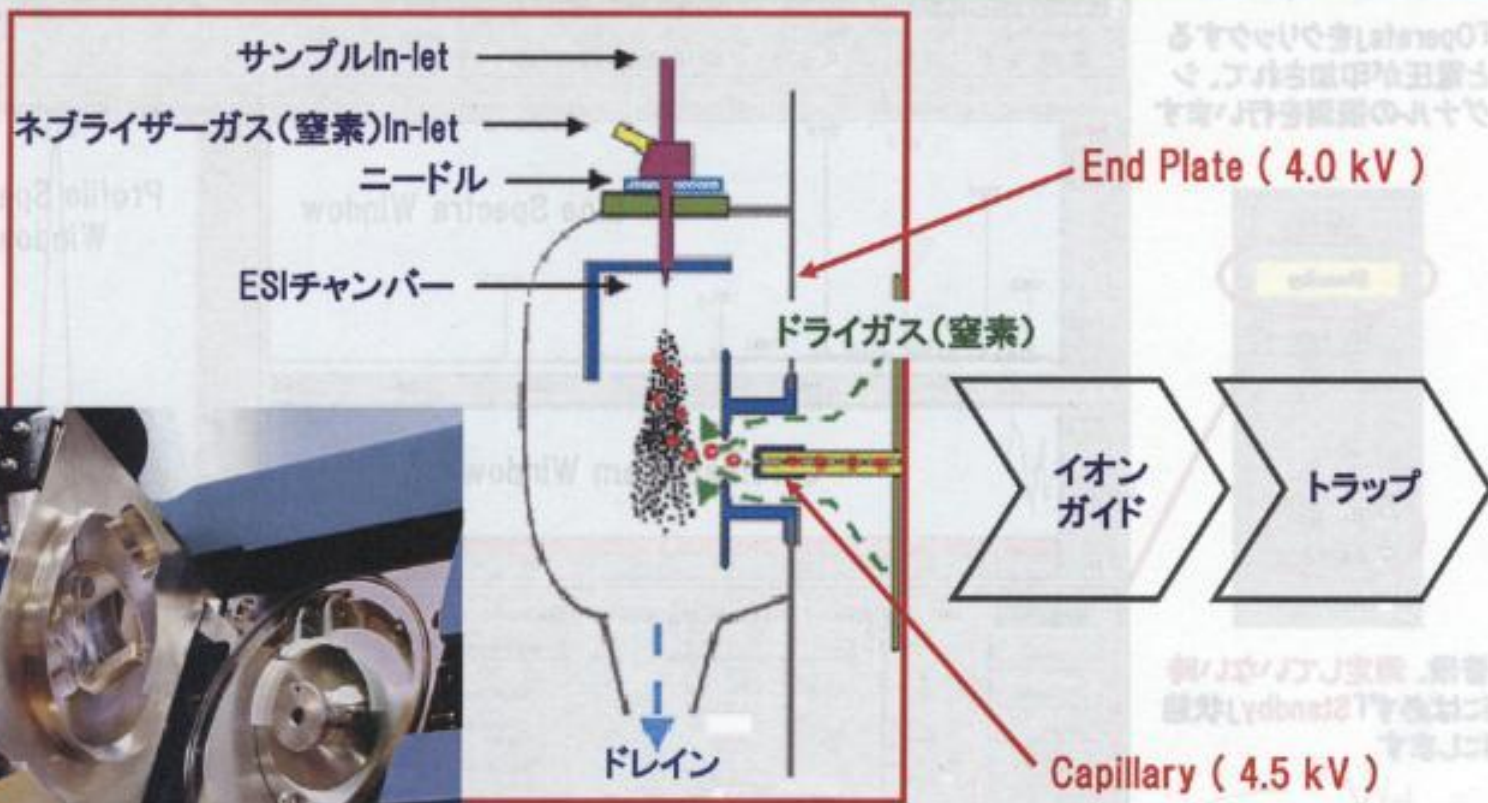
ESIイオン源へ窒素ガスを流入させる



標準 ESI イオン源

**BRUKER
DALTONICS**

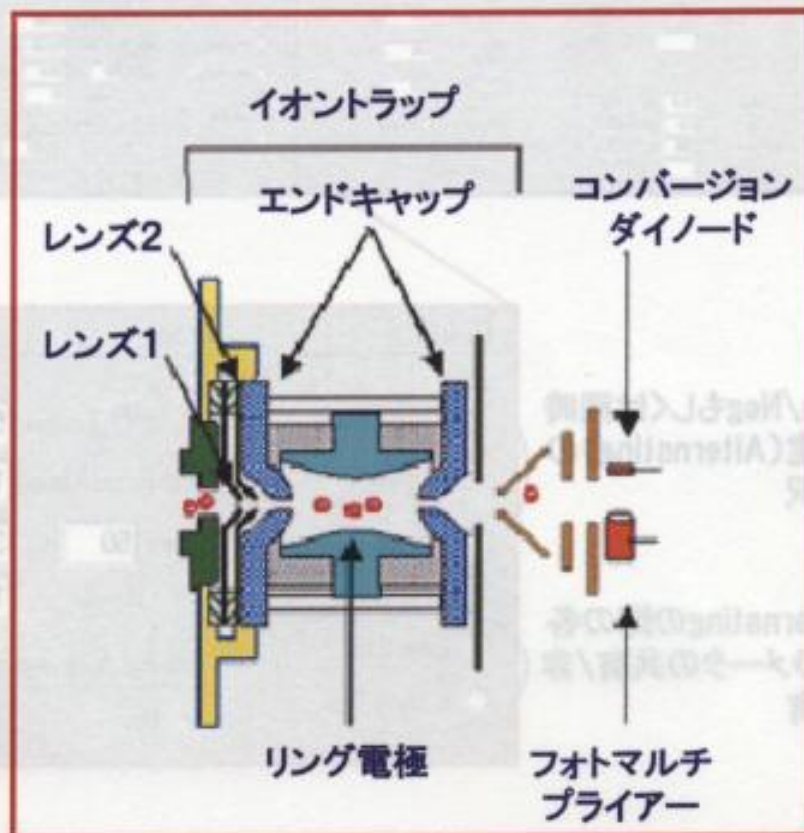
HCT Training : Ion Trap MS



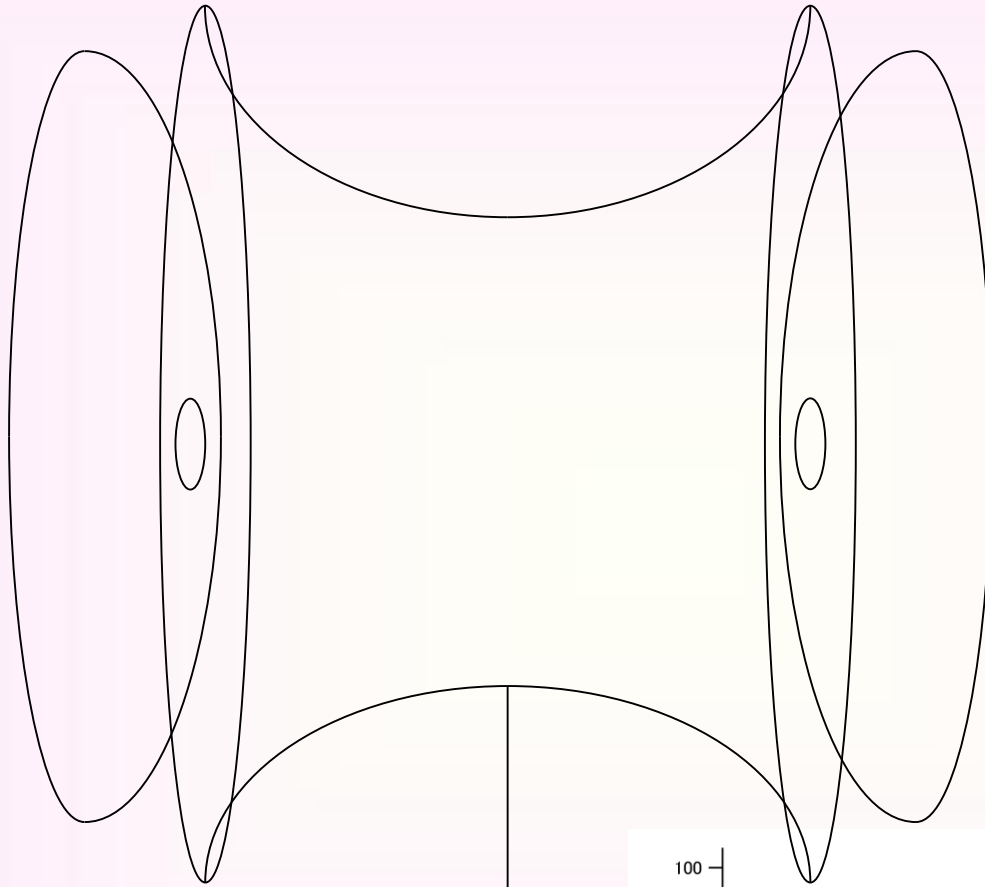
四重極イオントラップへHeガスを流入させる



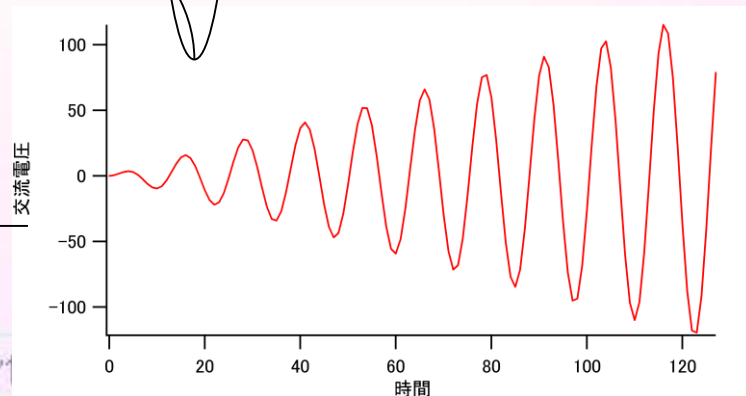
イオンラップ



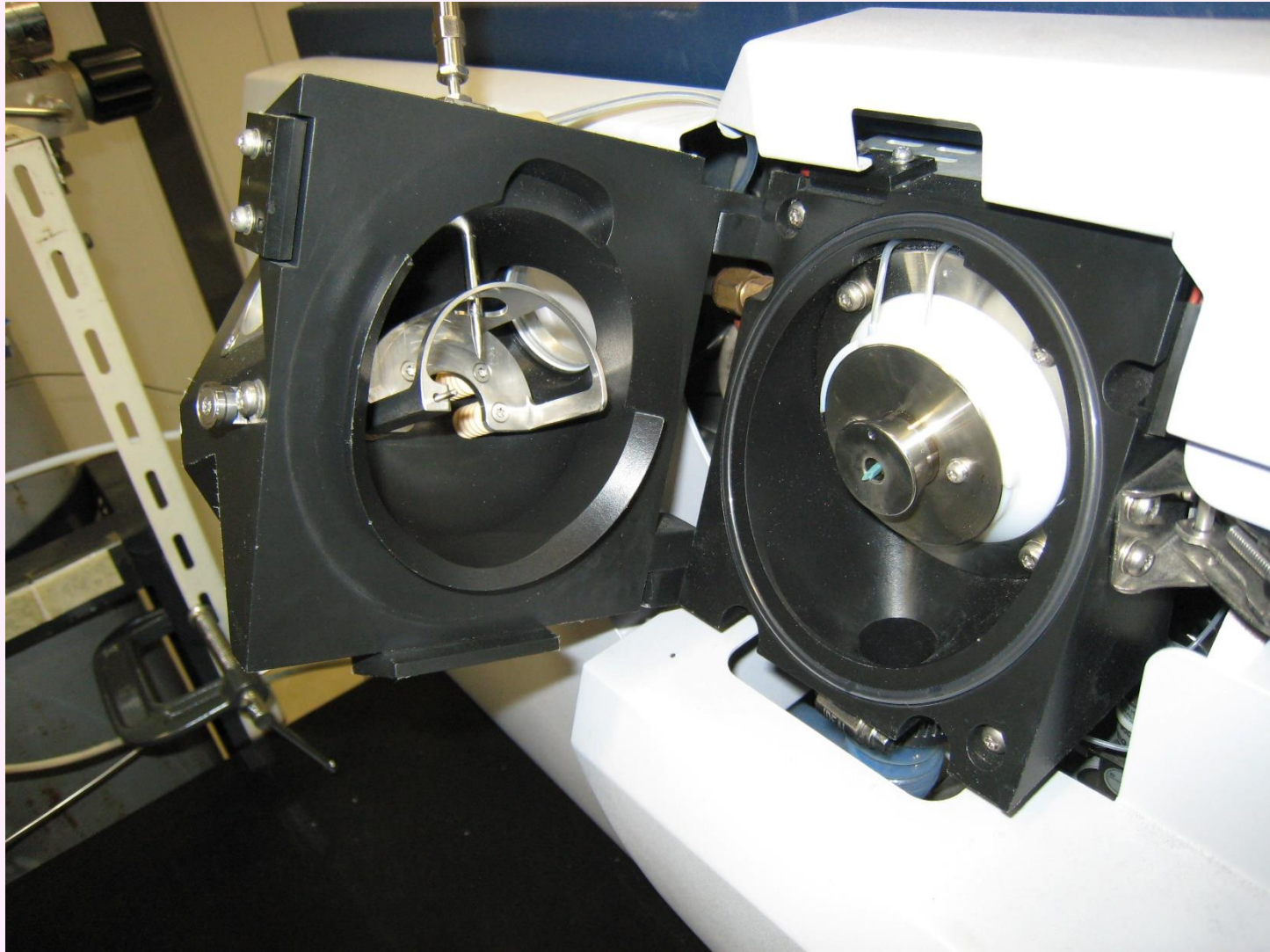
Quadrupole Ion Trap



検出器



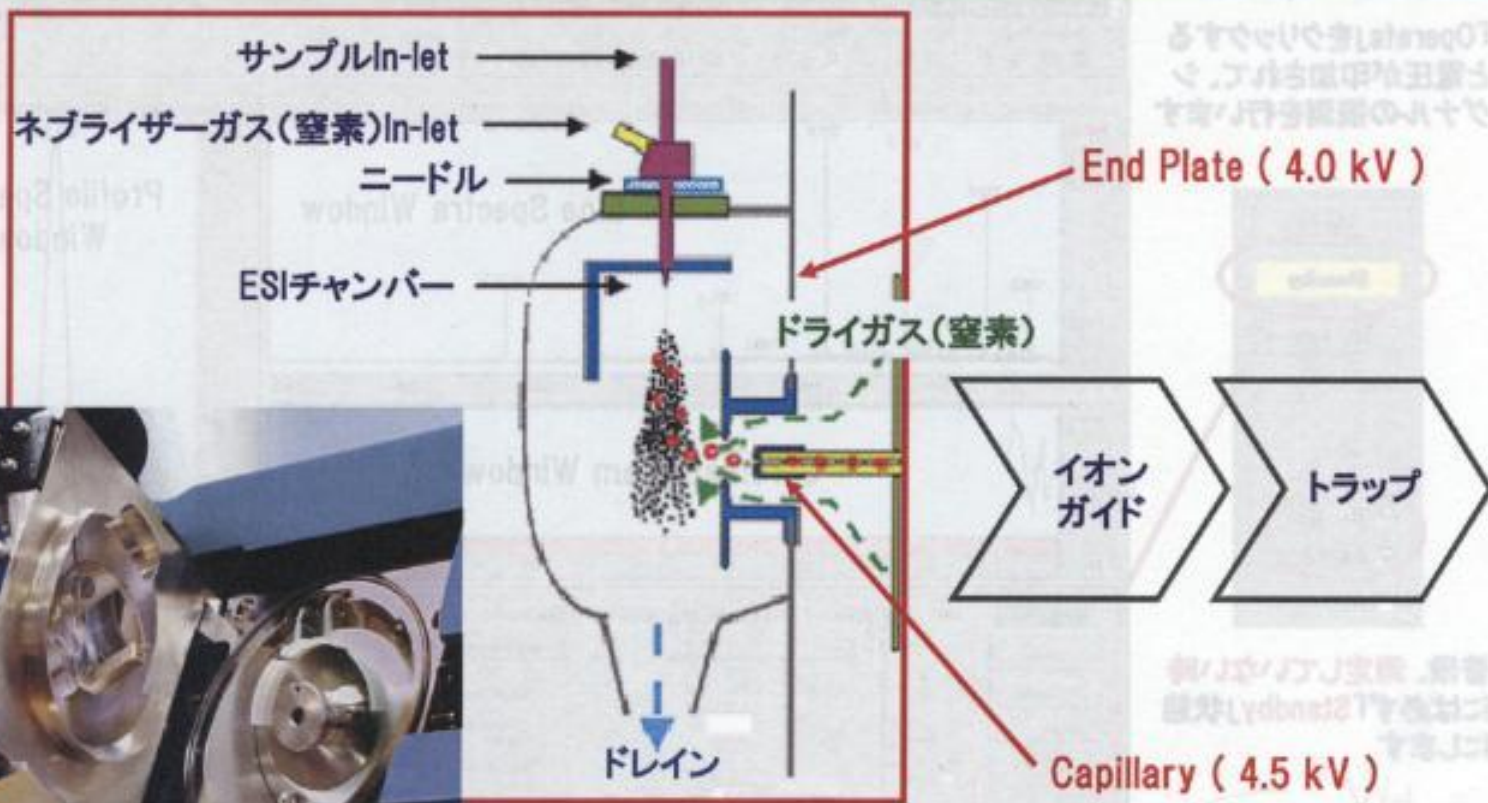
ESIイオン源



標準 ESI イオン源

**BRUKER
DALTONICS**

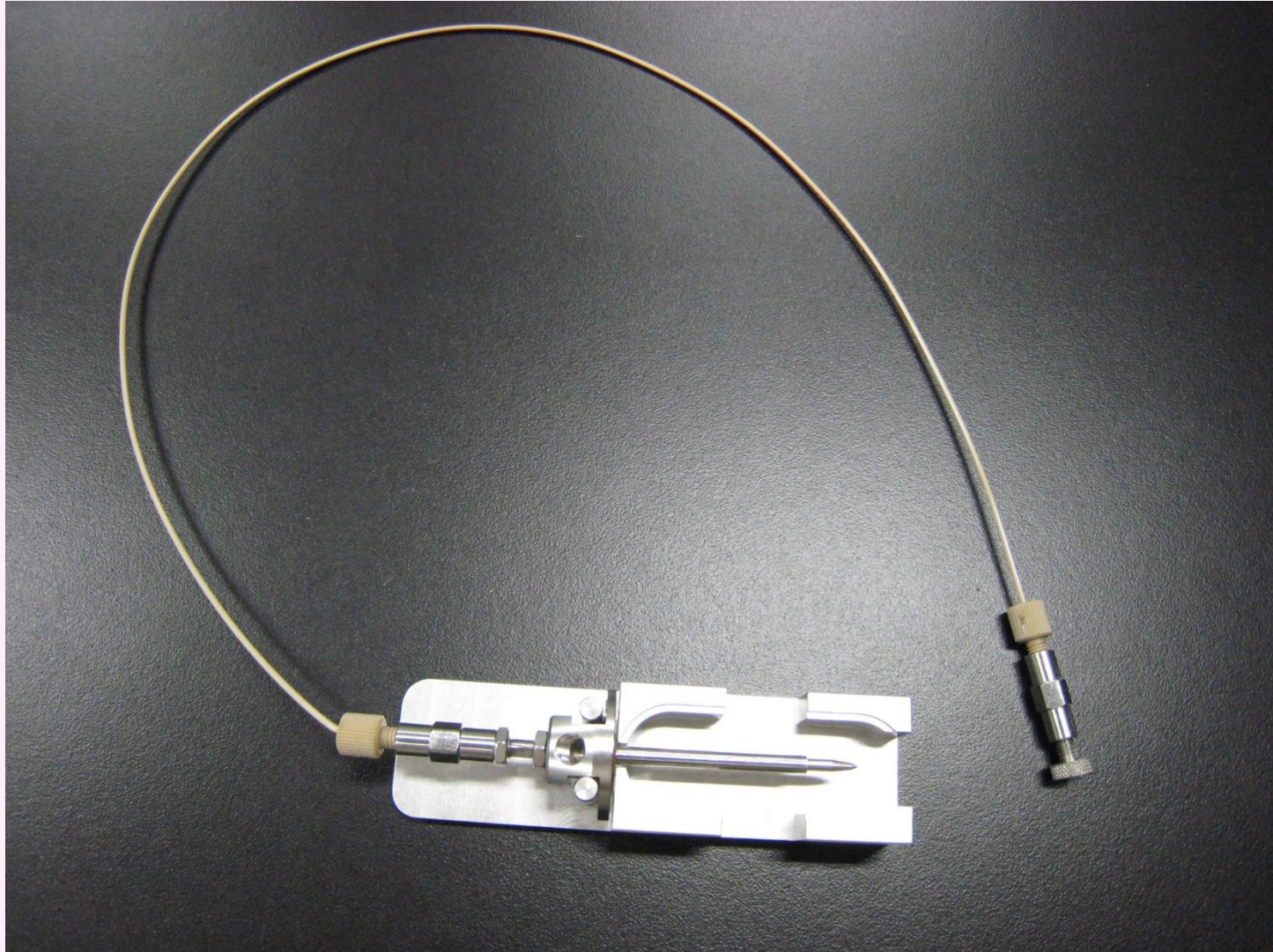
HCT Training : Ion Trap MS



エレクトロスプレー導入部



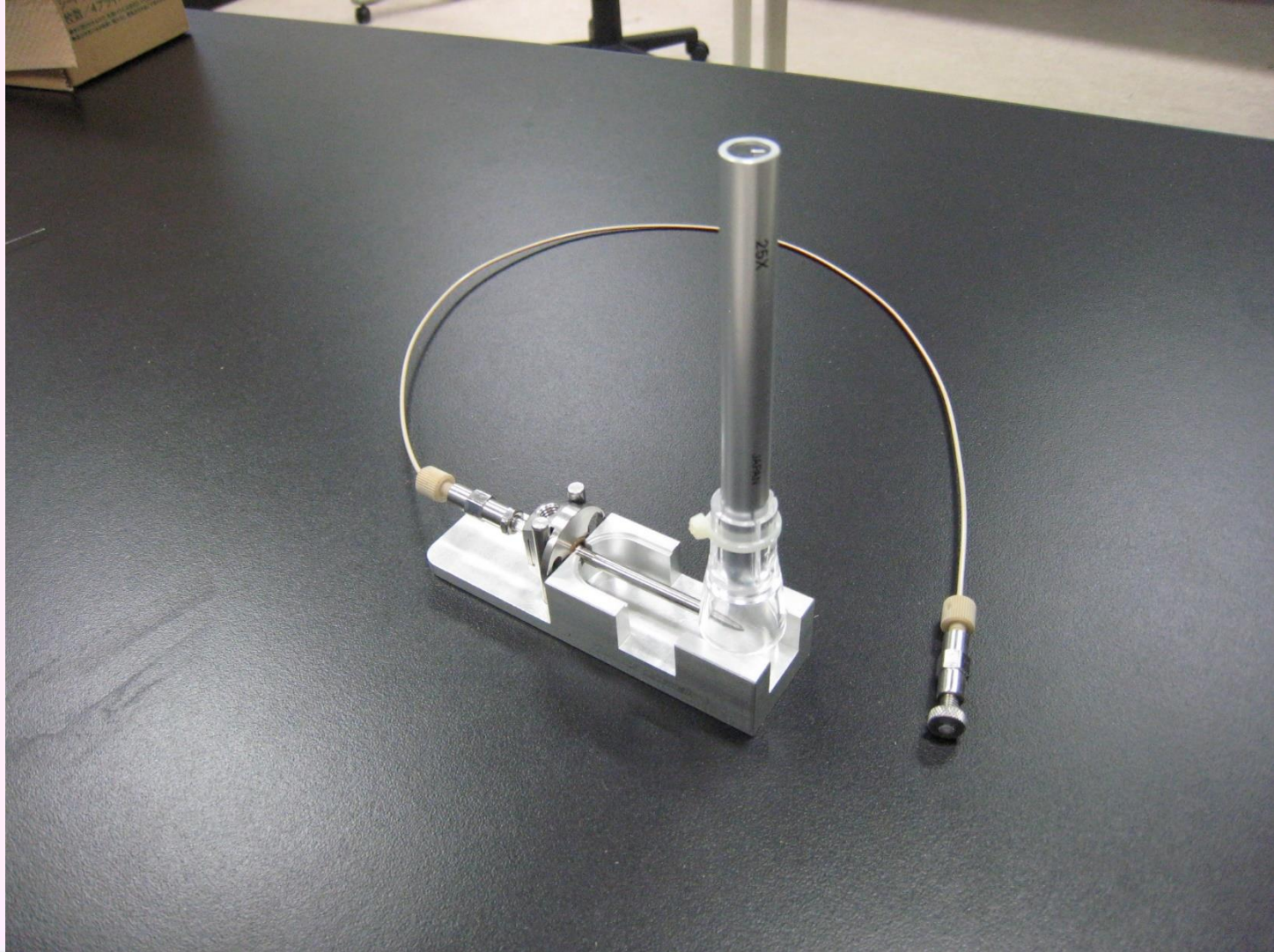
エレクトロスプレー

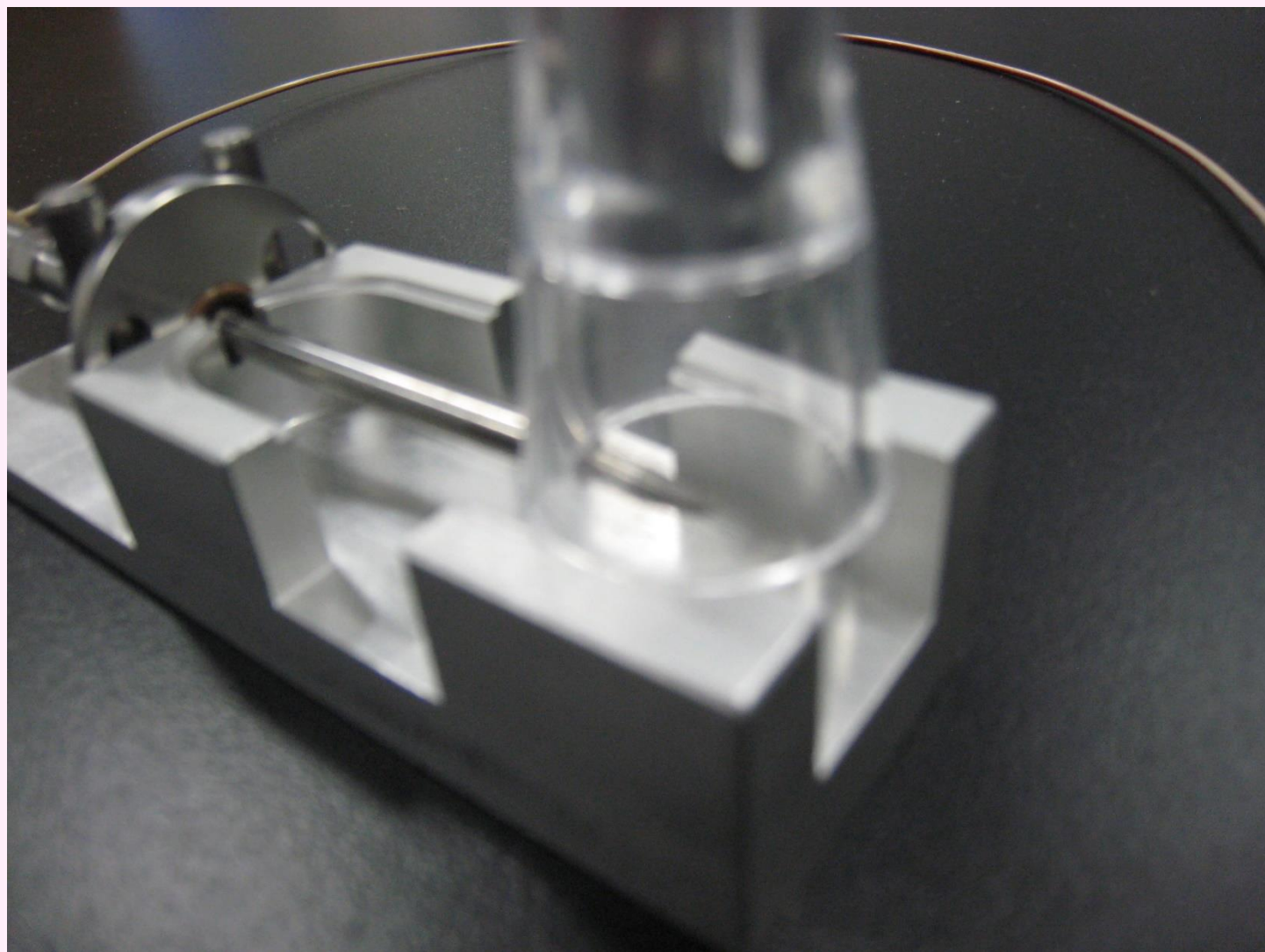




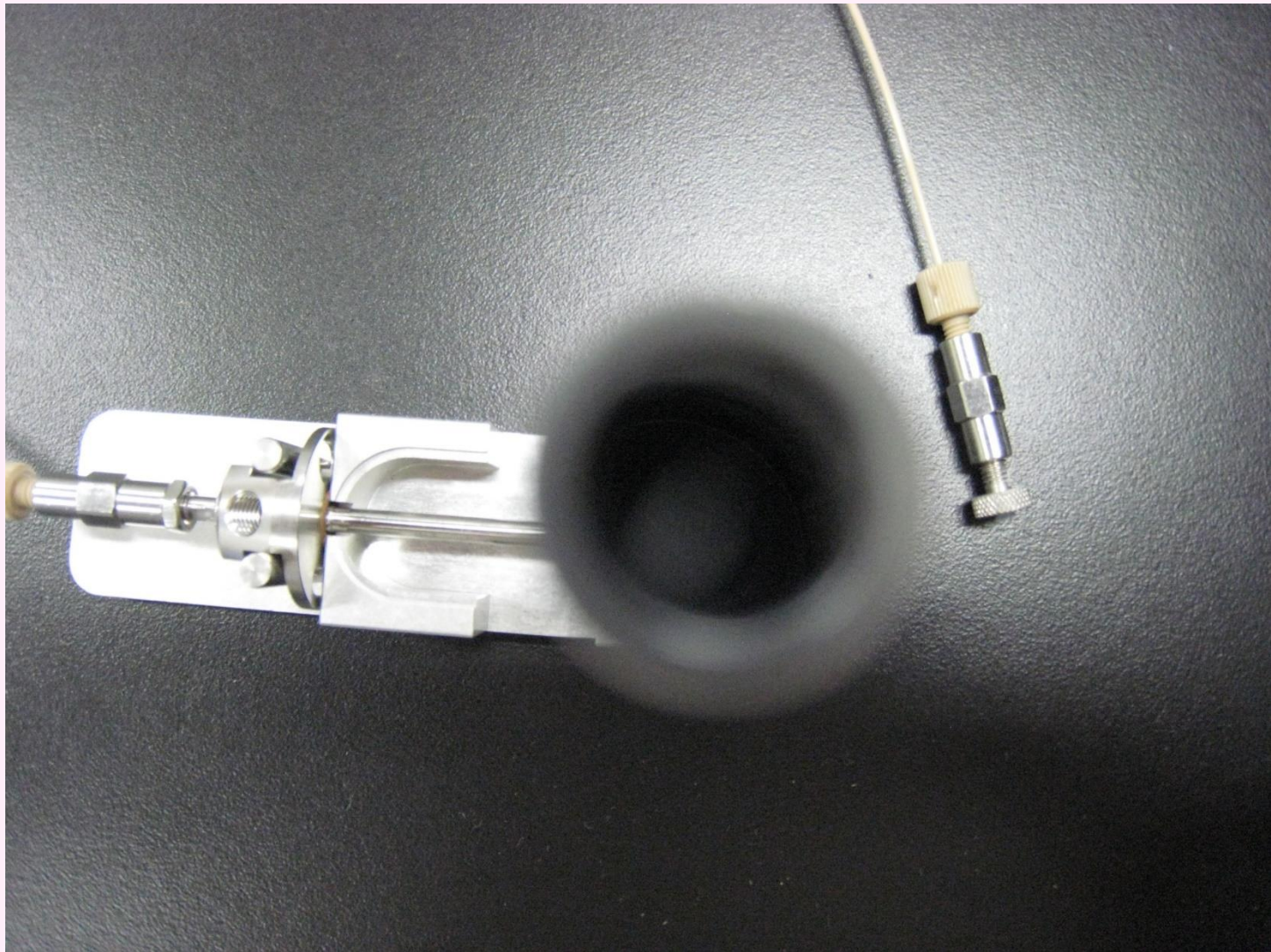
先端物性測定実習・質量分析・エレクトロスプレーイオン化法

エレクトロスプレー先端の形状

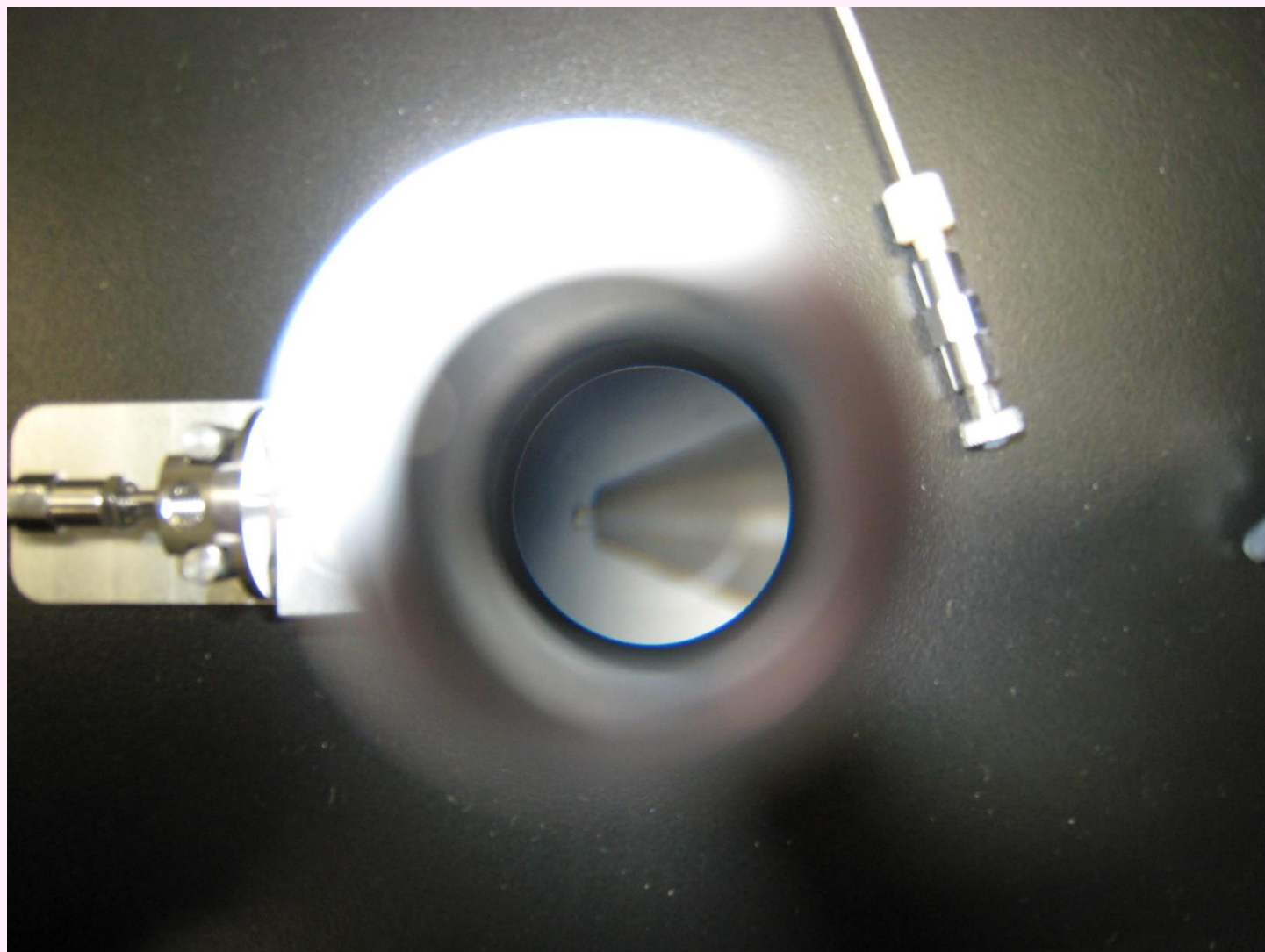




先端物性測定実習・質量分析・エレクトロスプレーイオン化法

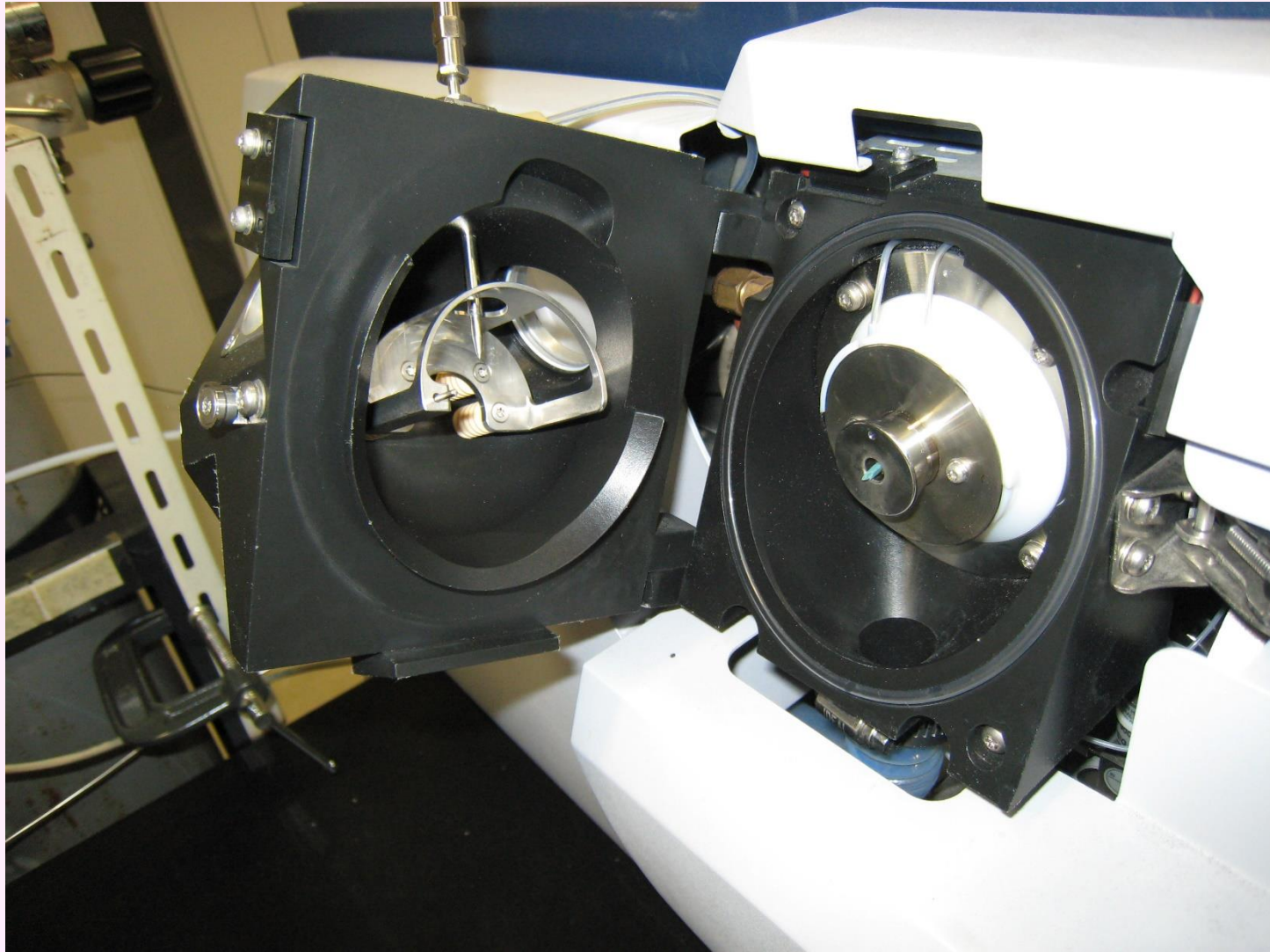


先端物性測定実習・質量分析・エレクトロスプレーイオン化法



先端物性測定実習・質量分析・エレクトロスプレーイオン化法

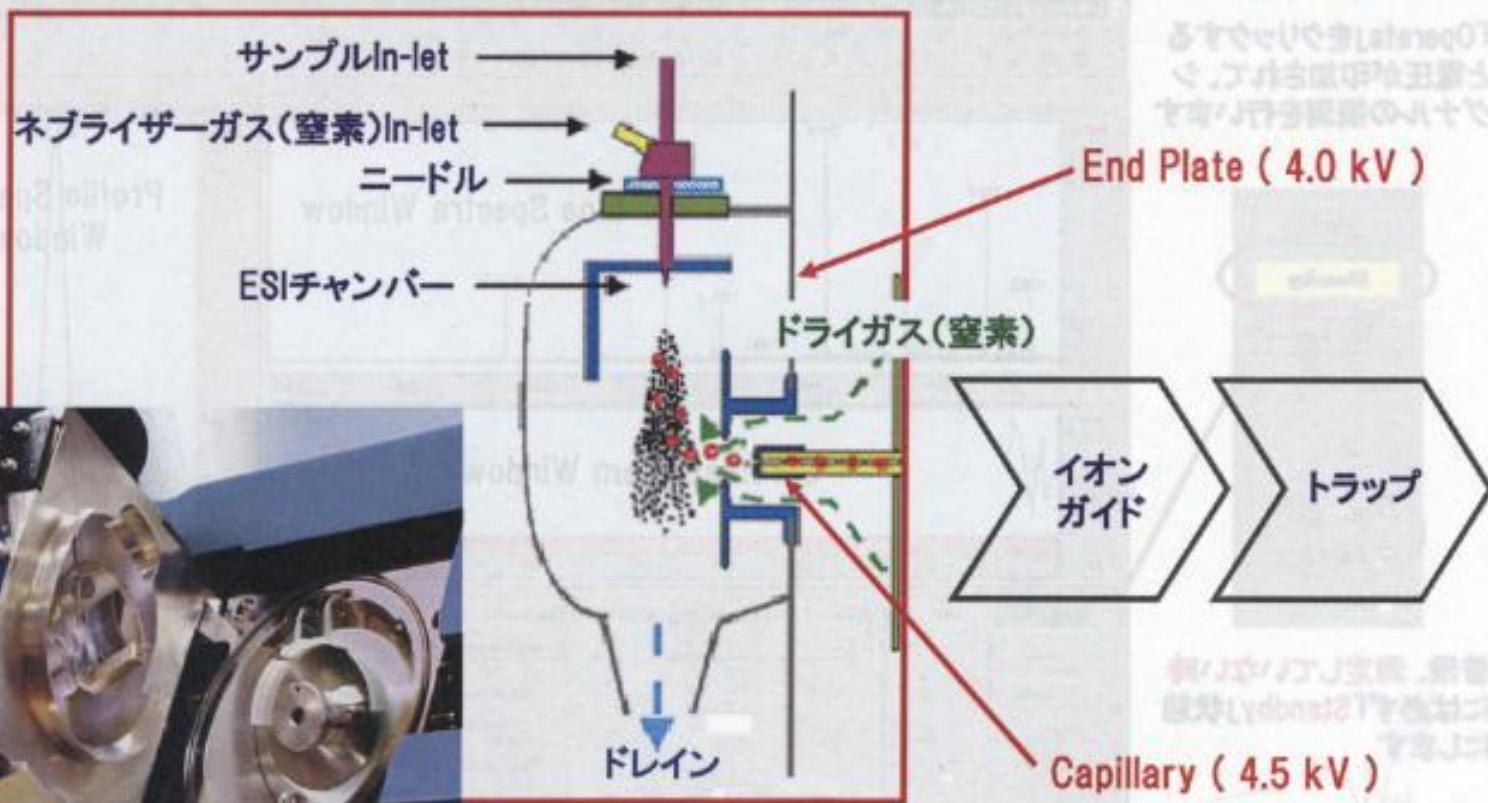
ESIイオン源



標準 ESI イオン源

**BRUKER
DALTONICS**

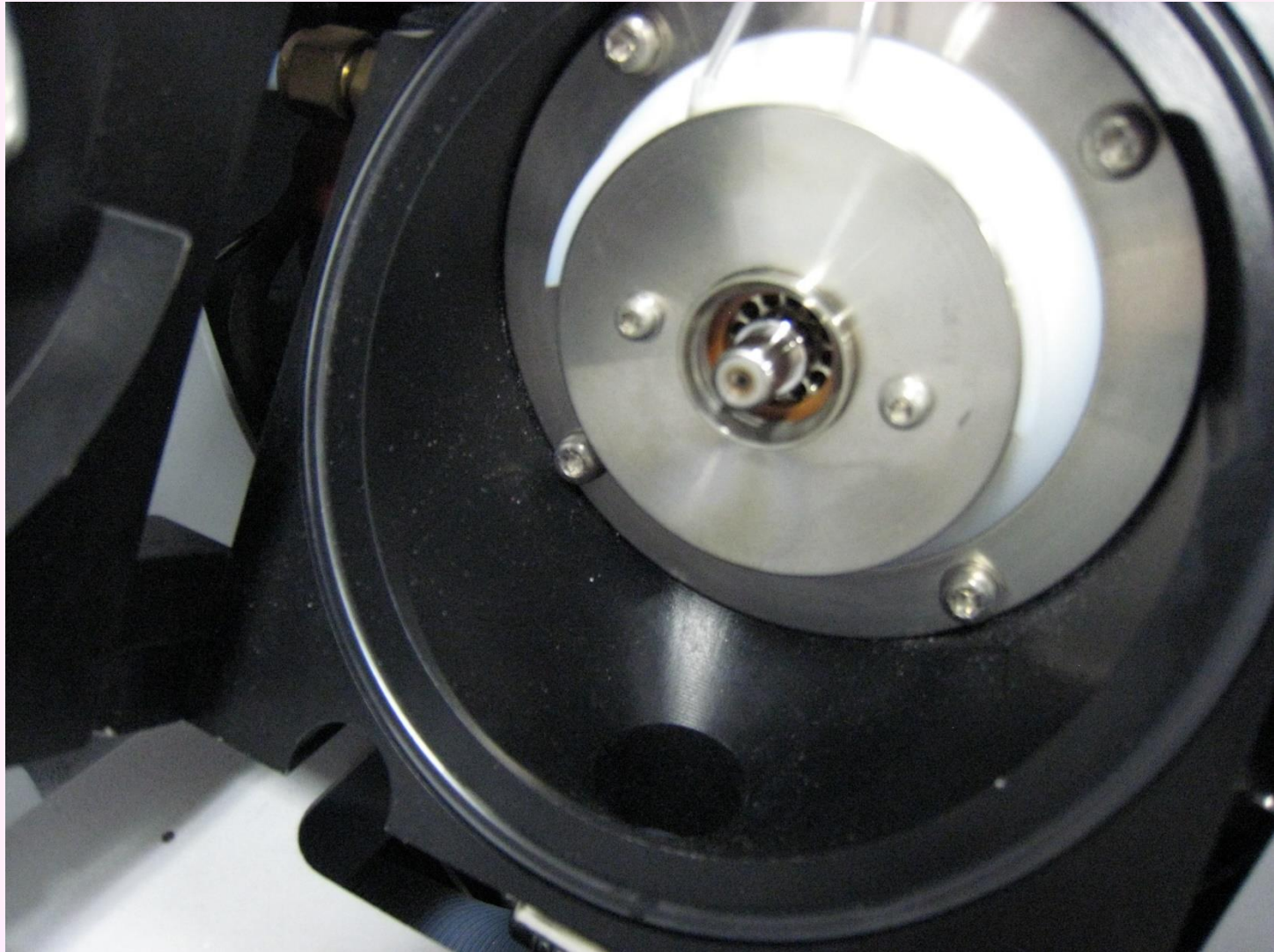
HCT Training : Ion Trap MS

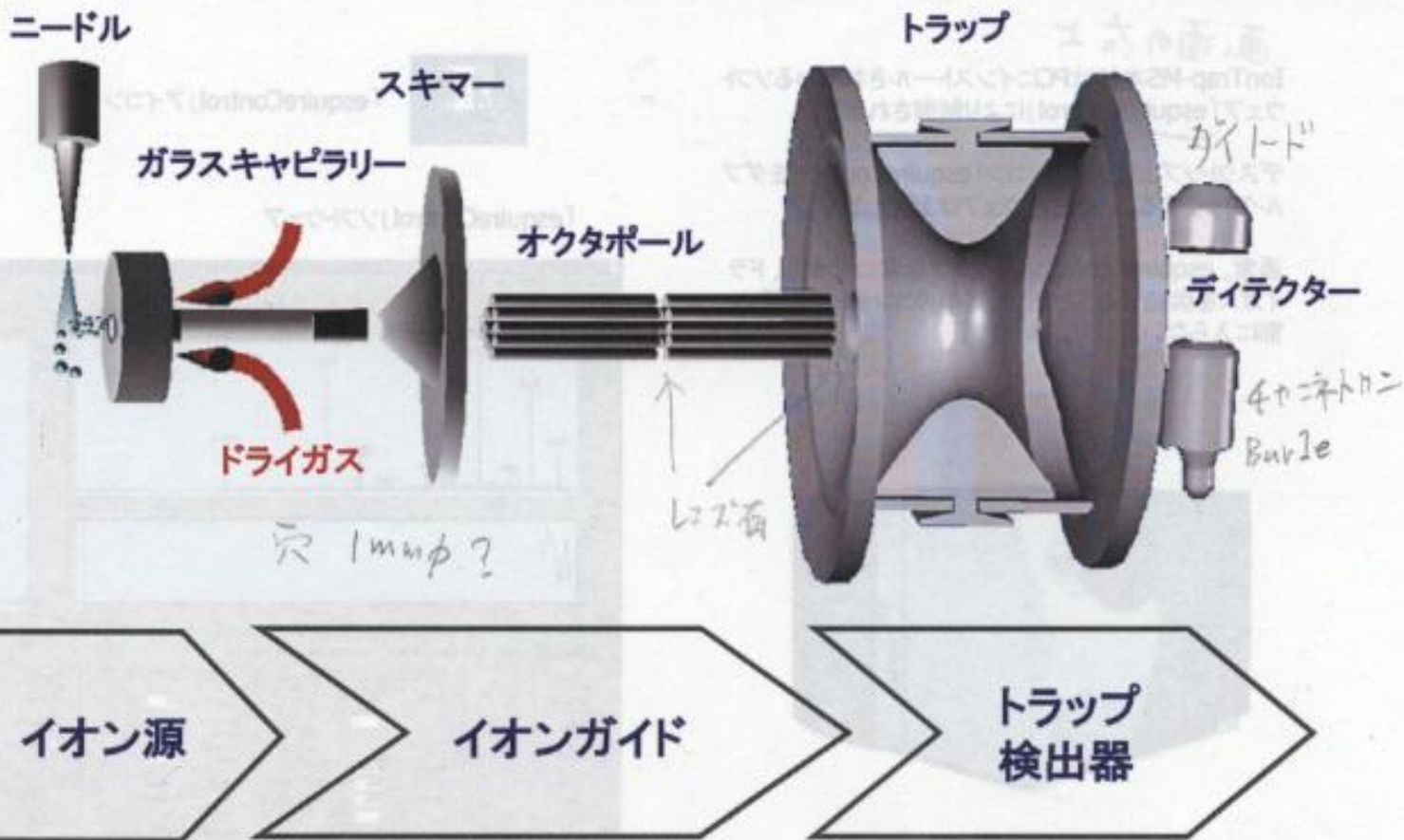


ネブライザーガス導入部

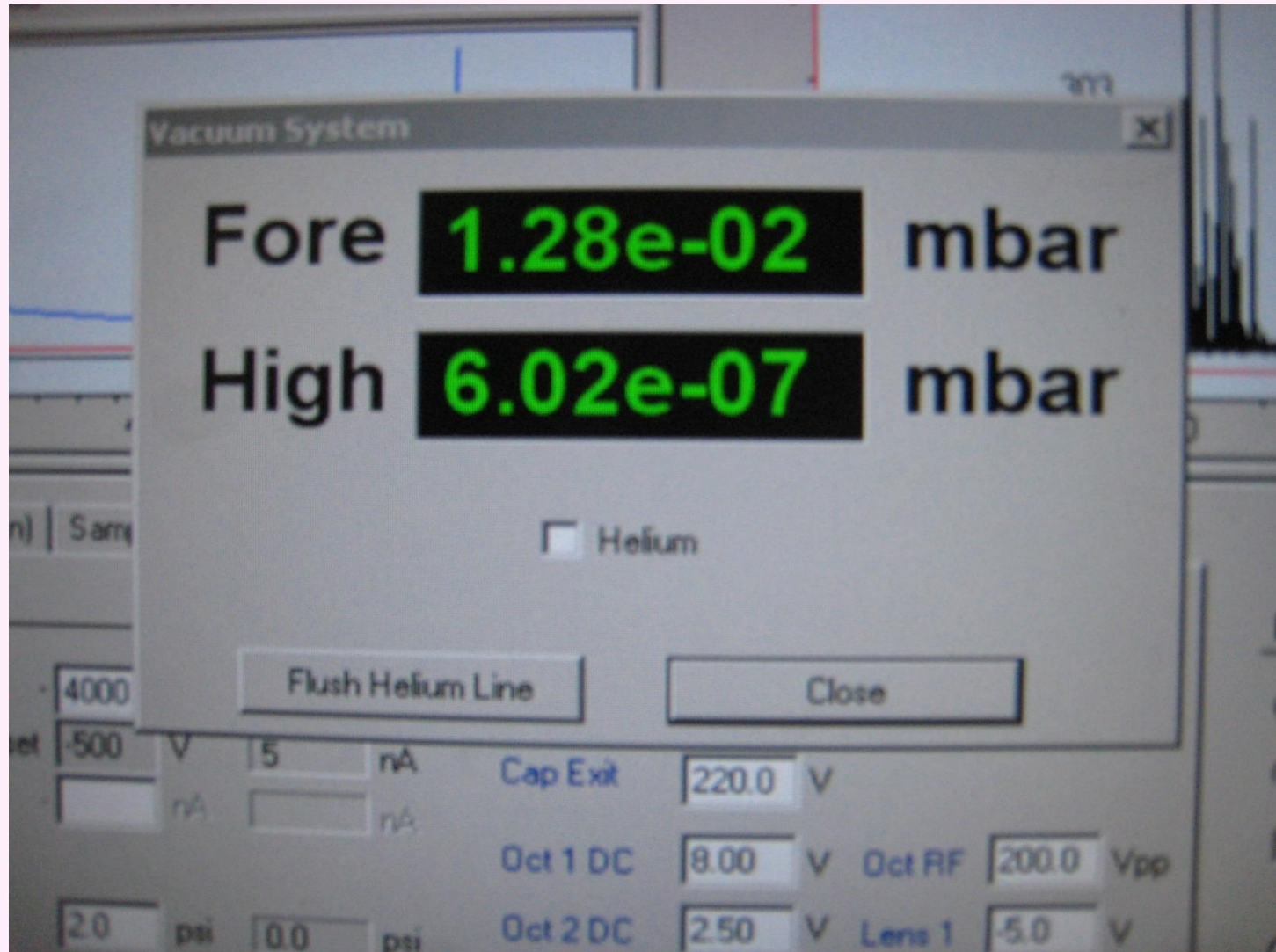


ドライガス導入部

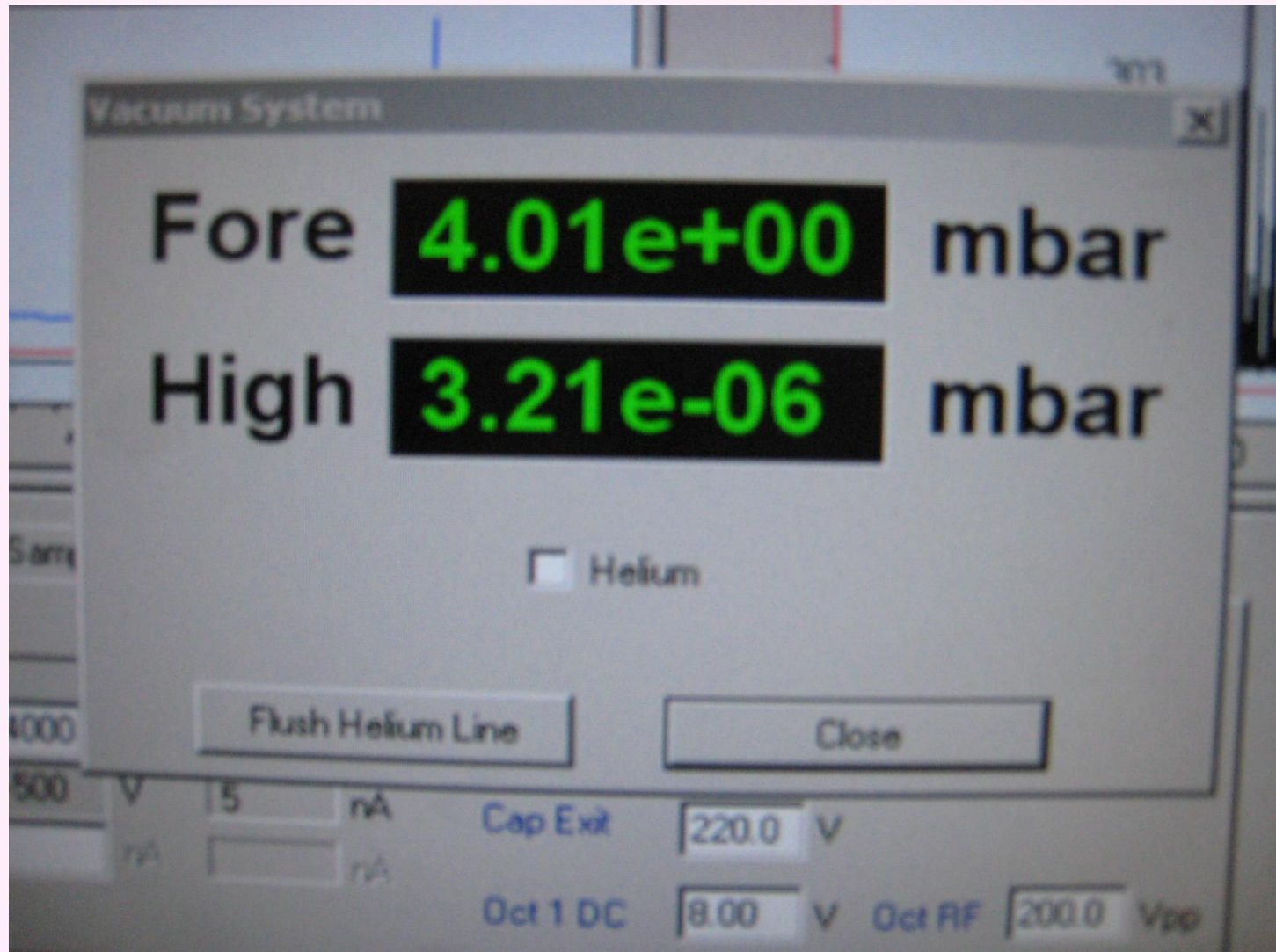




真空導入キャピラリーが閉じた状態



真空導入キャピラリーが開いた状態



四重極イオントラップへHeガスを流入させる



シリンジに試料溶液を入れる



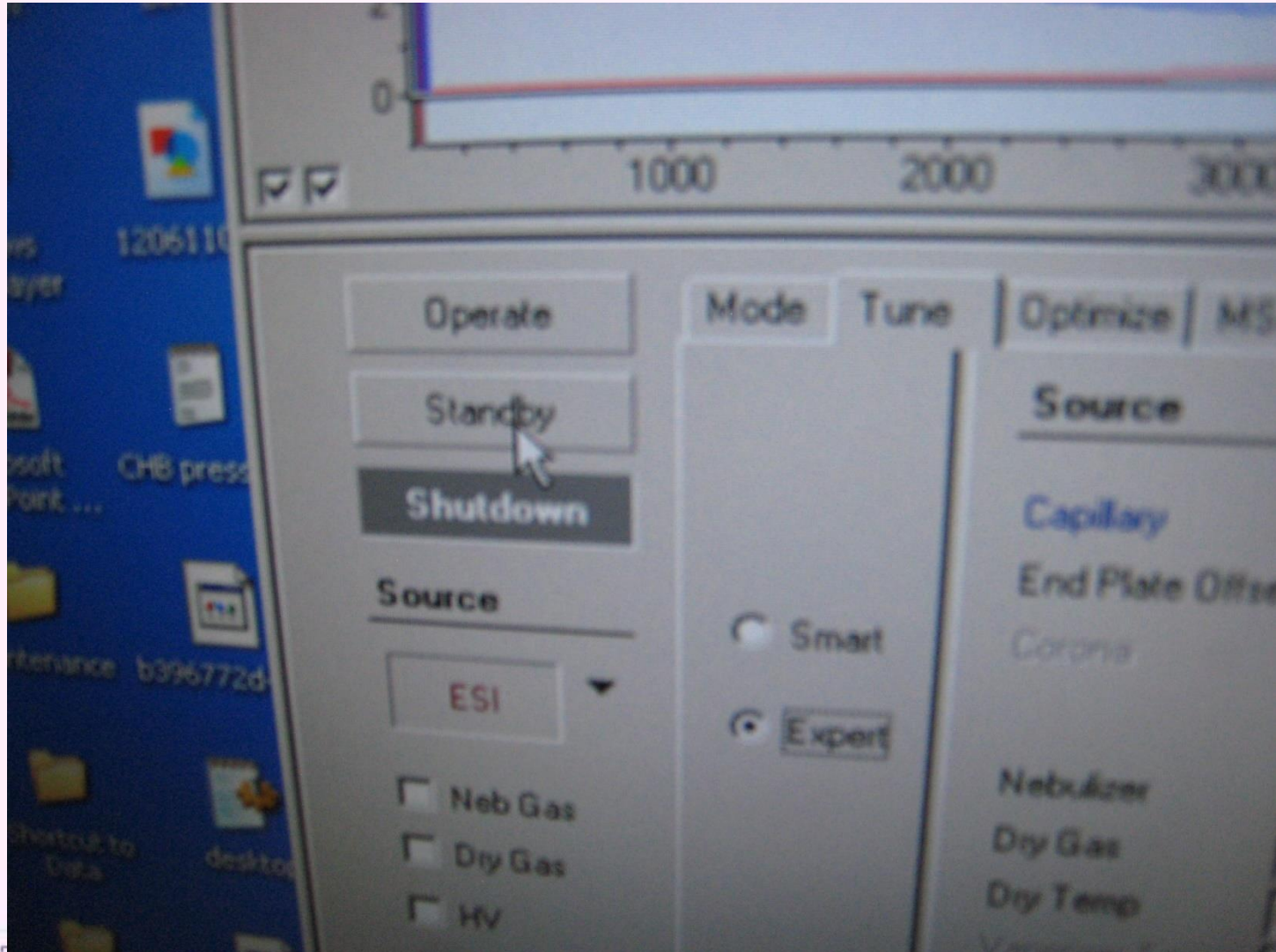
シリンジをシリンジポンプに装着する



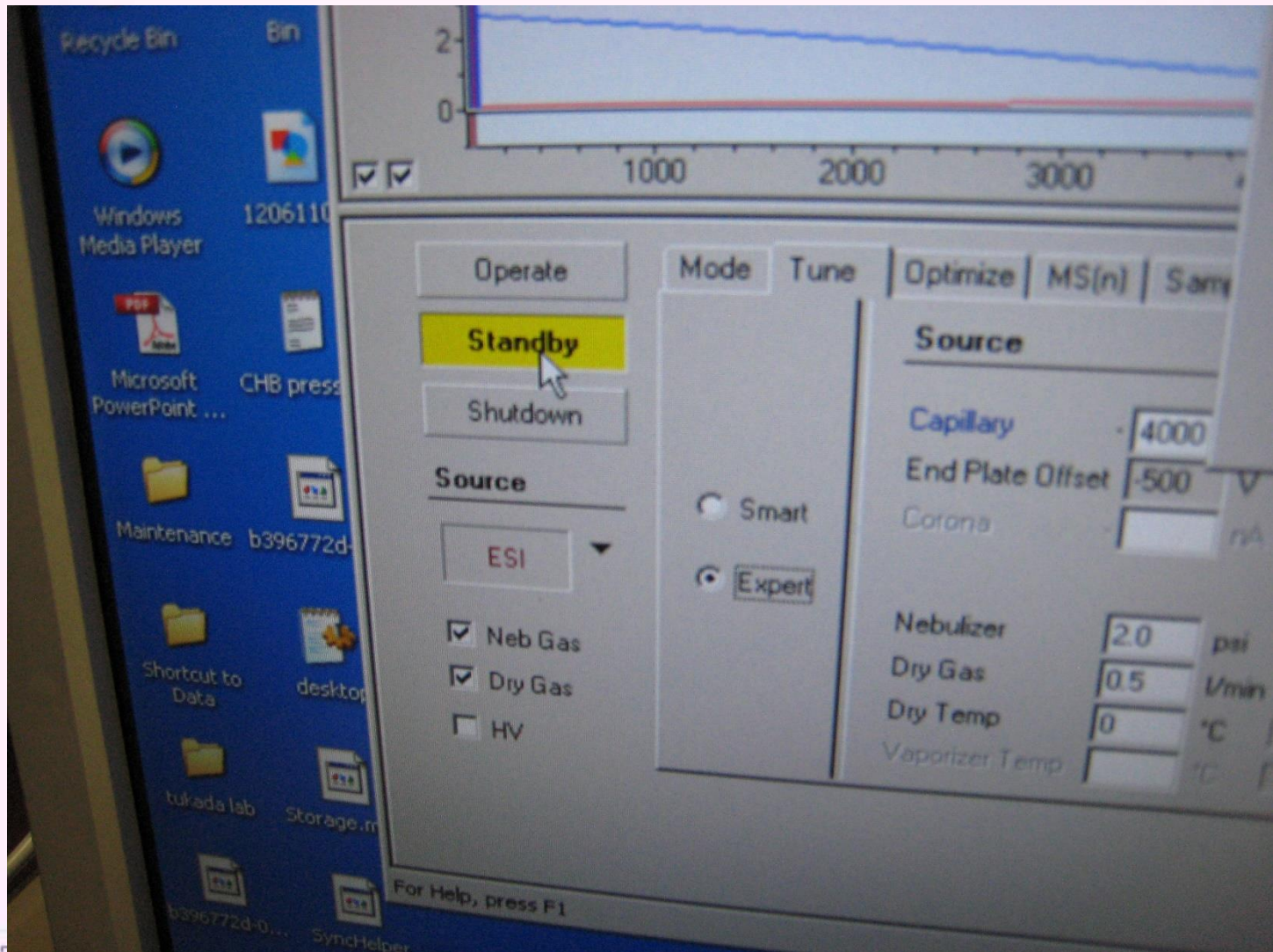
シリンジポンプを作動させる



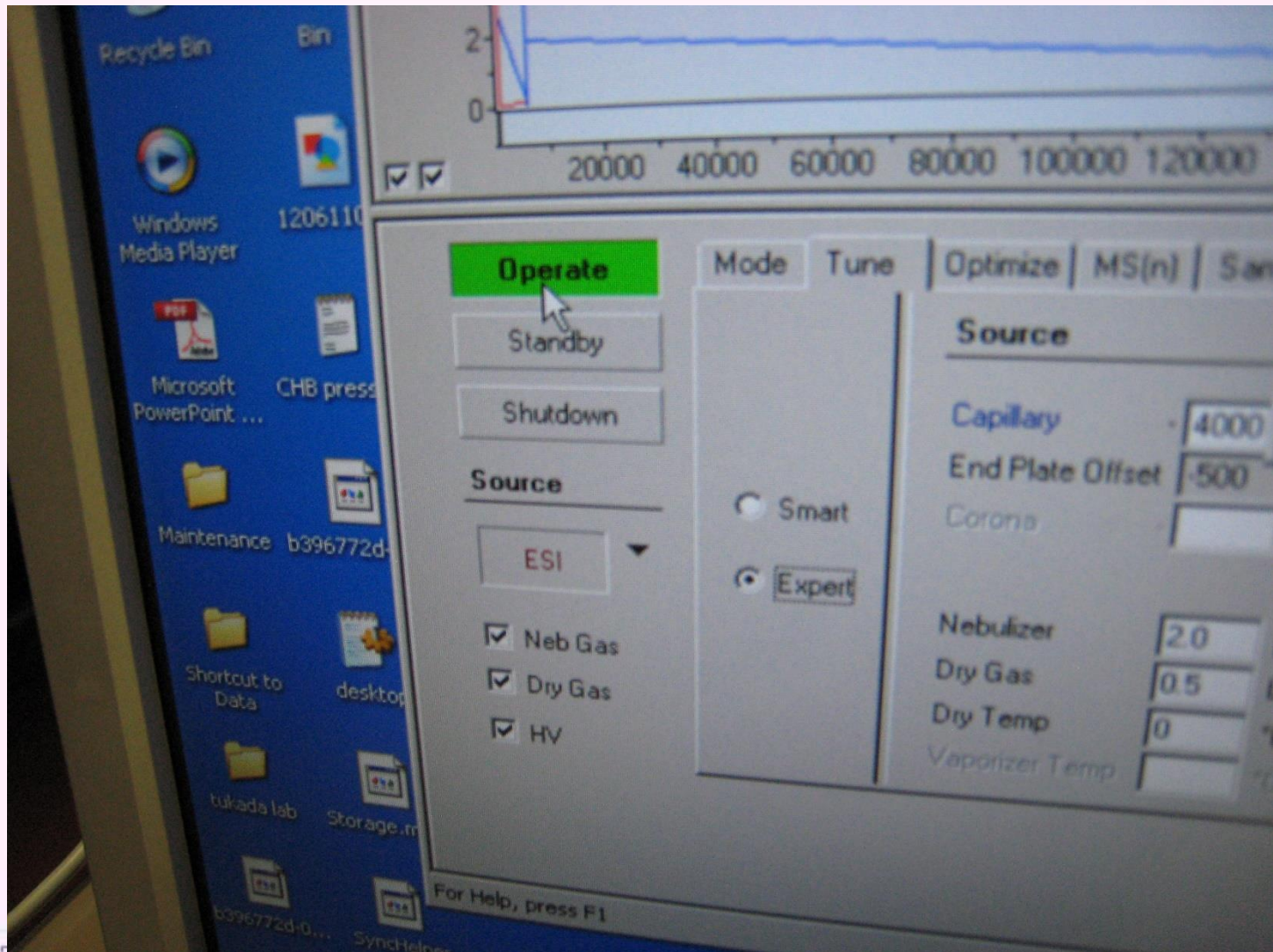
Shutdownから



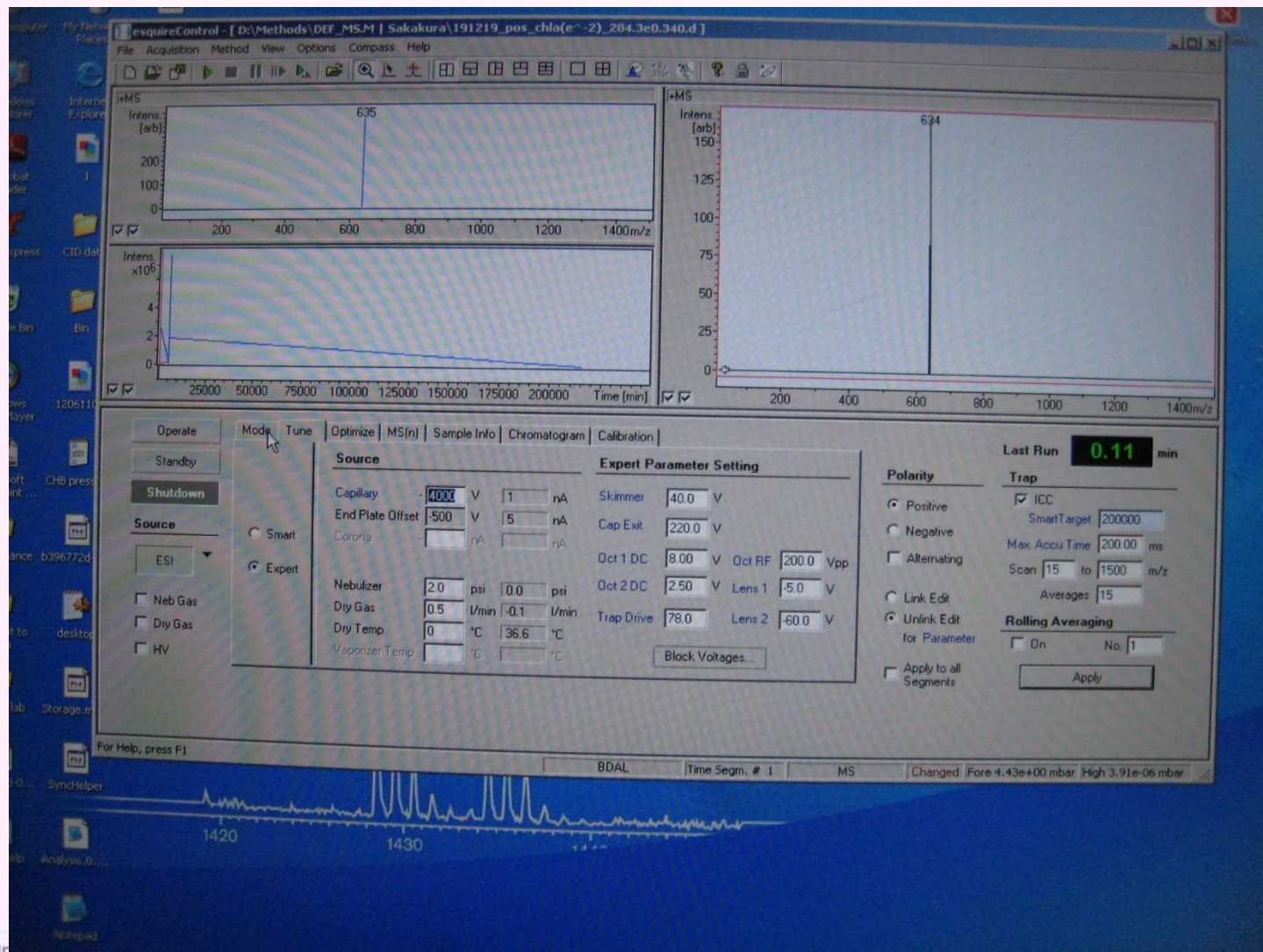
Standby^



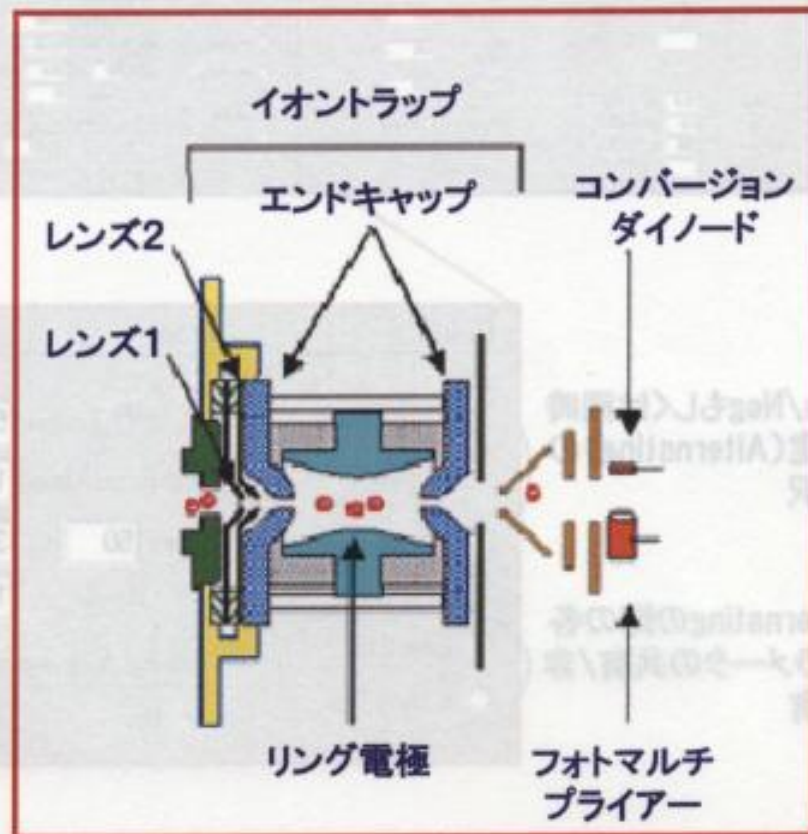
さらにOperateへ



マススペクトルが測定される

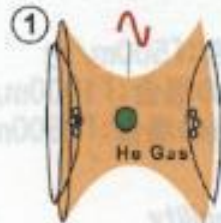


イオンラップ

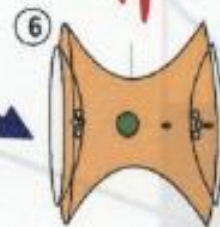


イオントラップから検出 (MS測定)

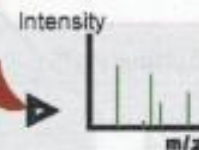
Accumulation



Trap内部にイオンを獲得し、イオンを電場(RF)にてトラップします



Detection



質量の増加に伴いRFを増加させることで、イオンをトラップから追い出し、これが検出されることで、マススペクトル(MS)を描きます。

ICL イオンカレントコントロール

イオンがなすまじないようは

TRAP中の

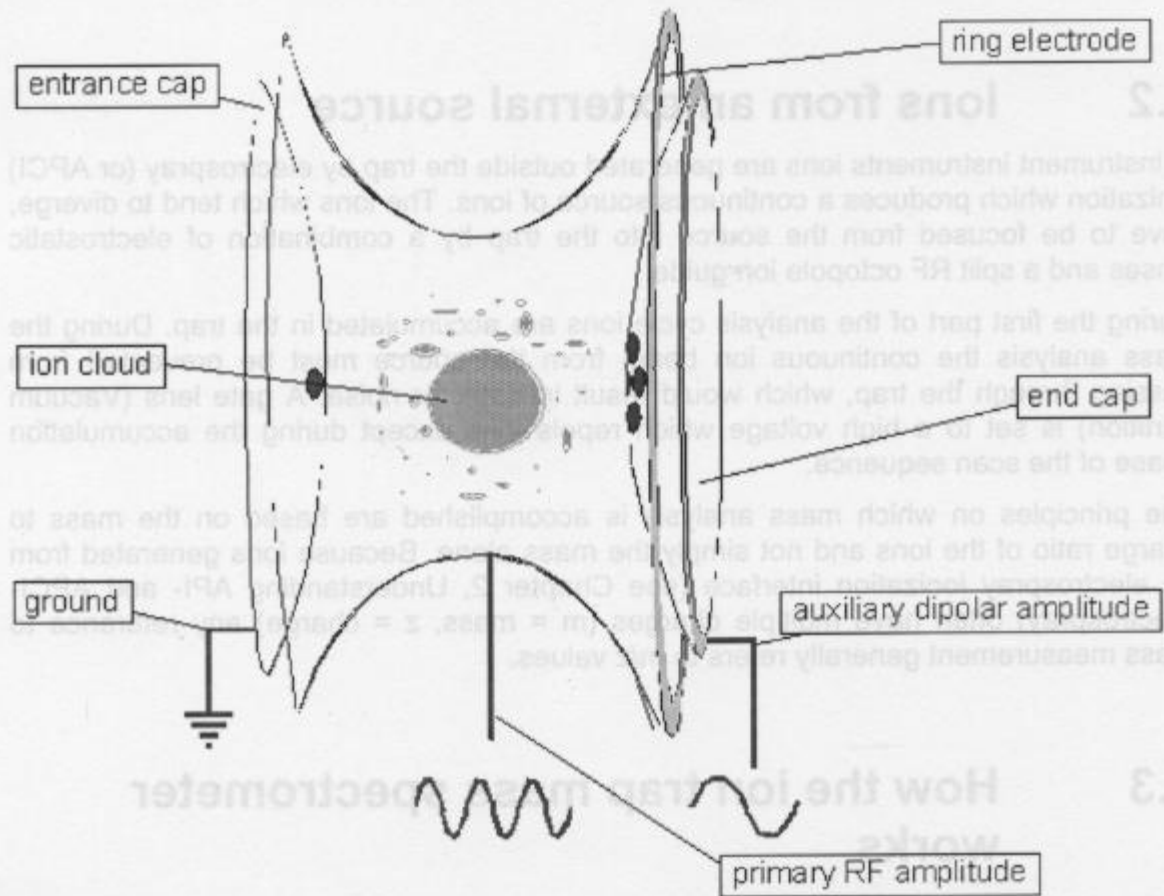
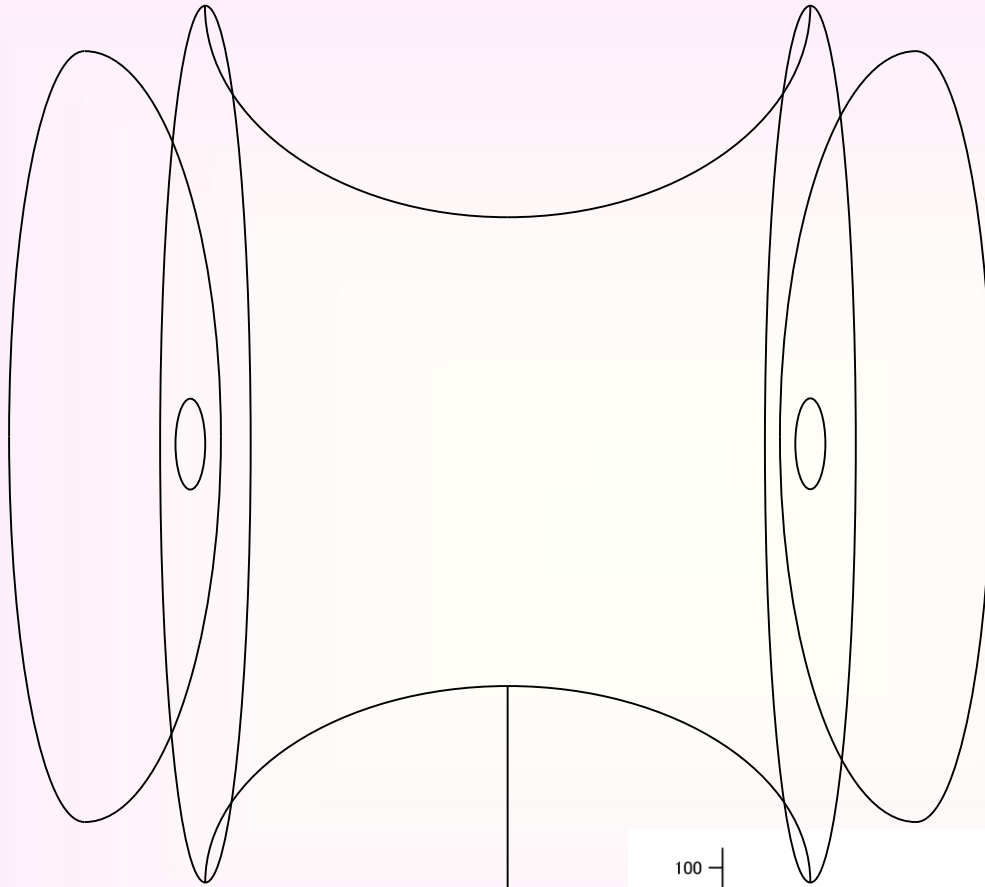
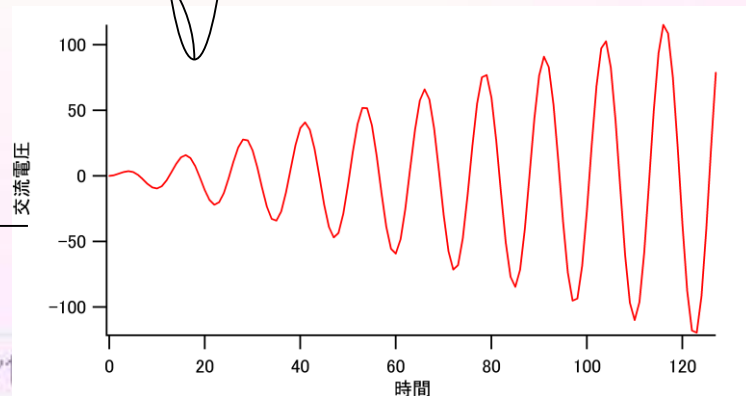


Figure 3-2 The ion trap geometry

Quadrupole Ion Trap



検出器



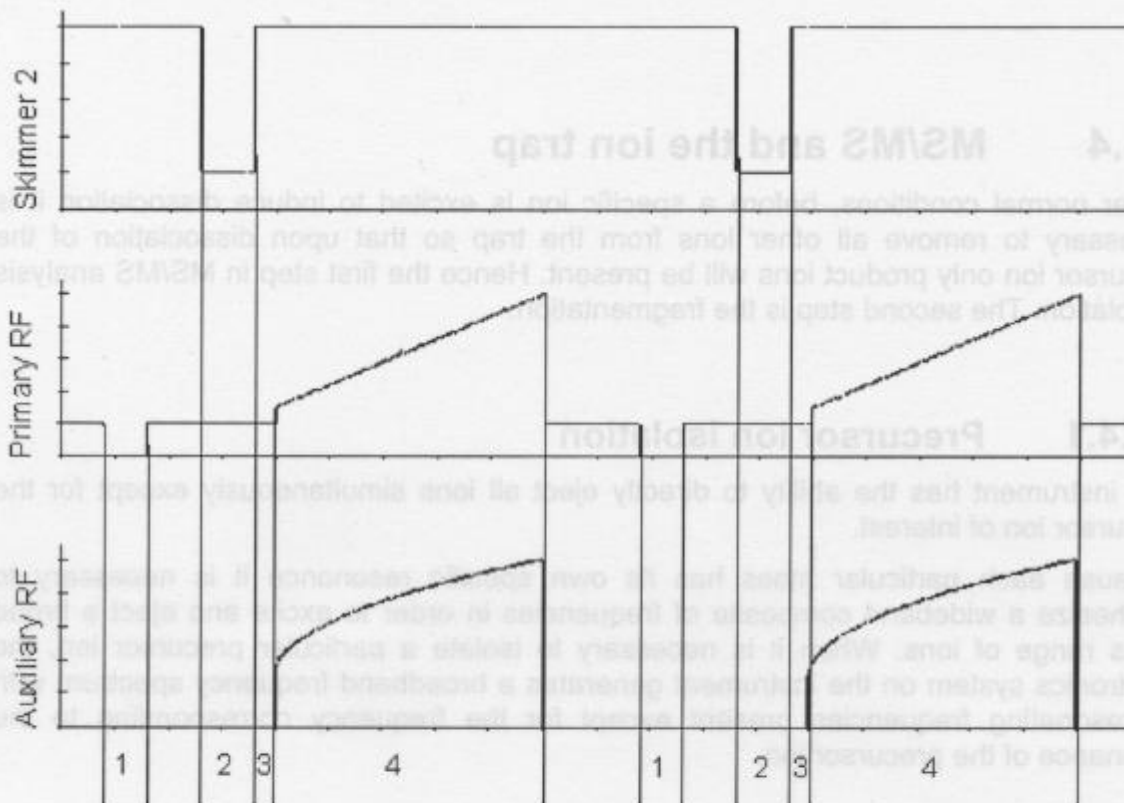
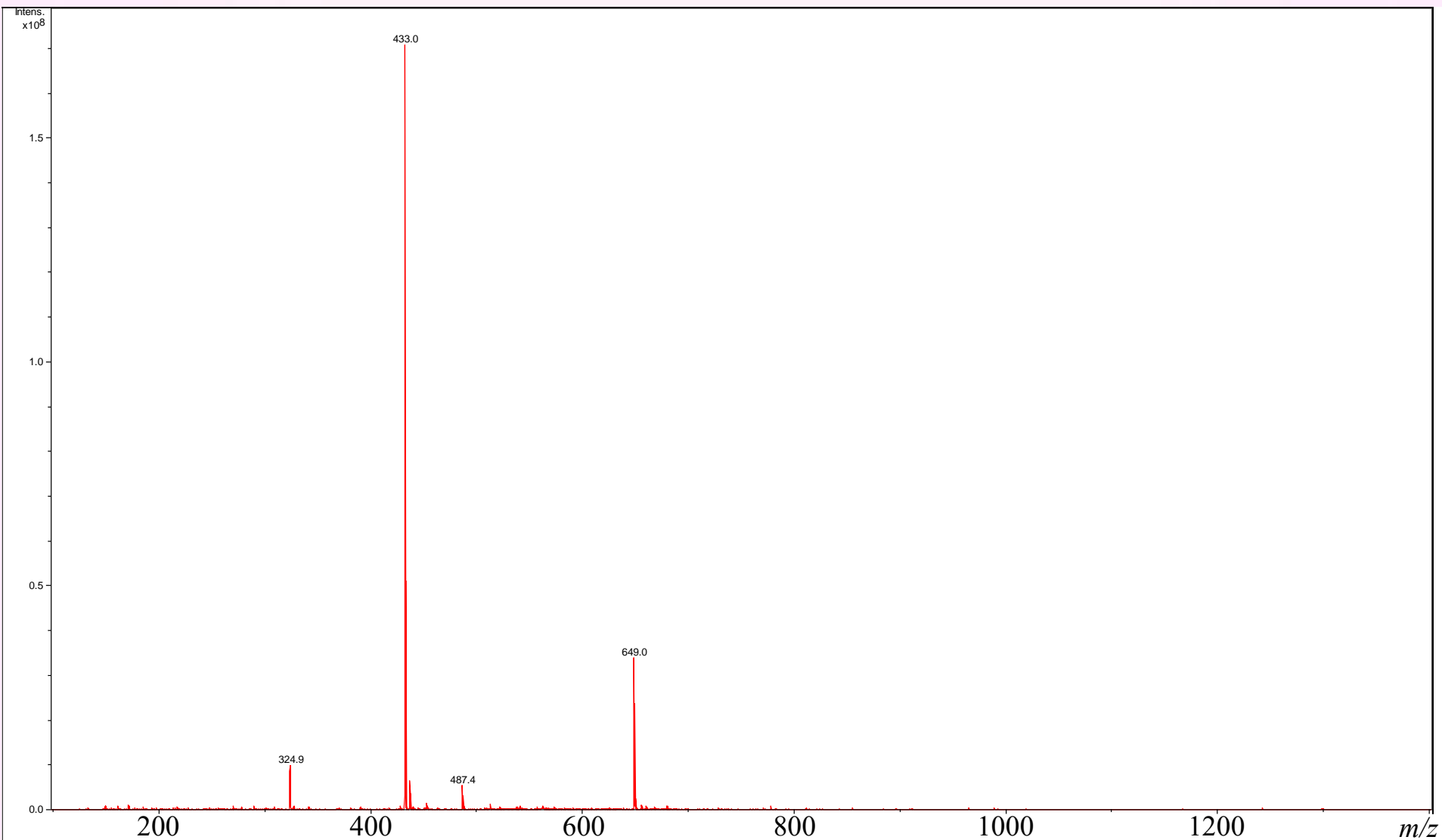


Figure 3-5 The important scan segments for an MS scan

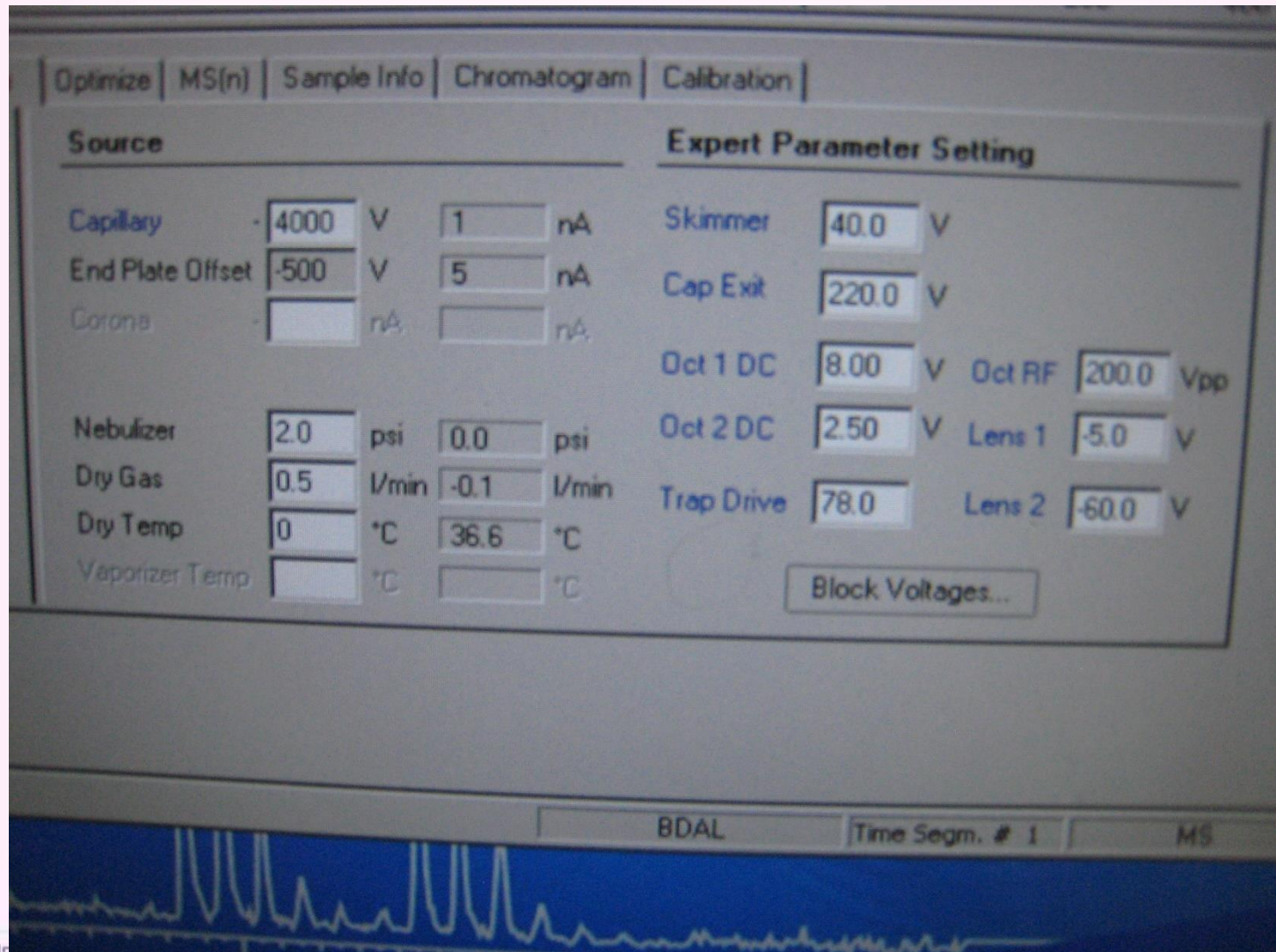
- | | | | |
|---|------------|---|-------------------|
| 1 | Clear Trap | 2 | Accumulation Time |
| 3 | Scan Delay | 4 | Mass Analysis |

ESI mass spectra of Angiotensin I

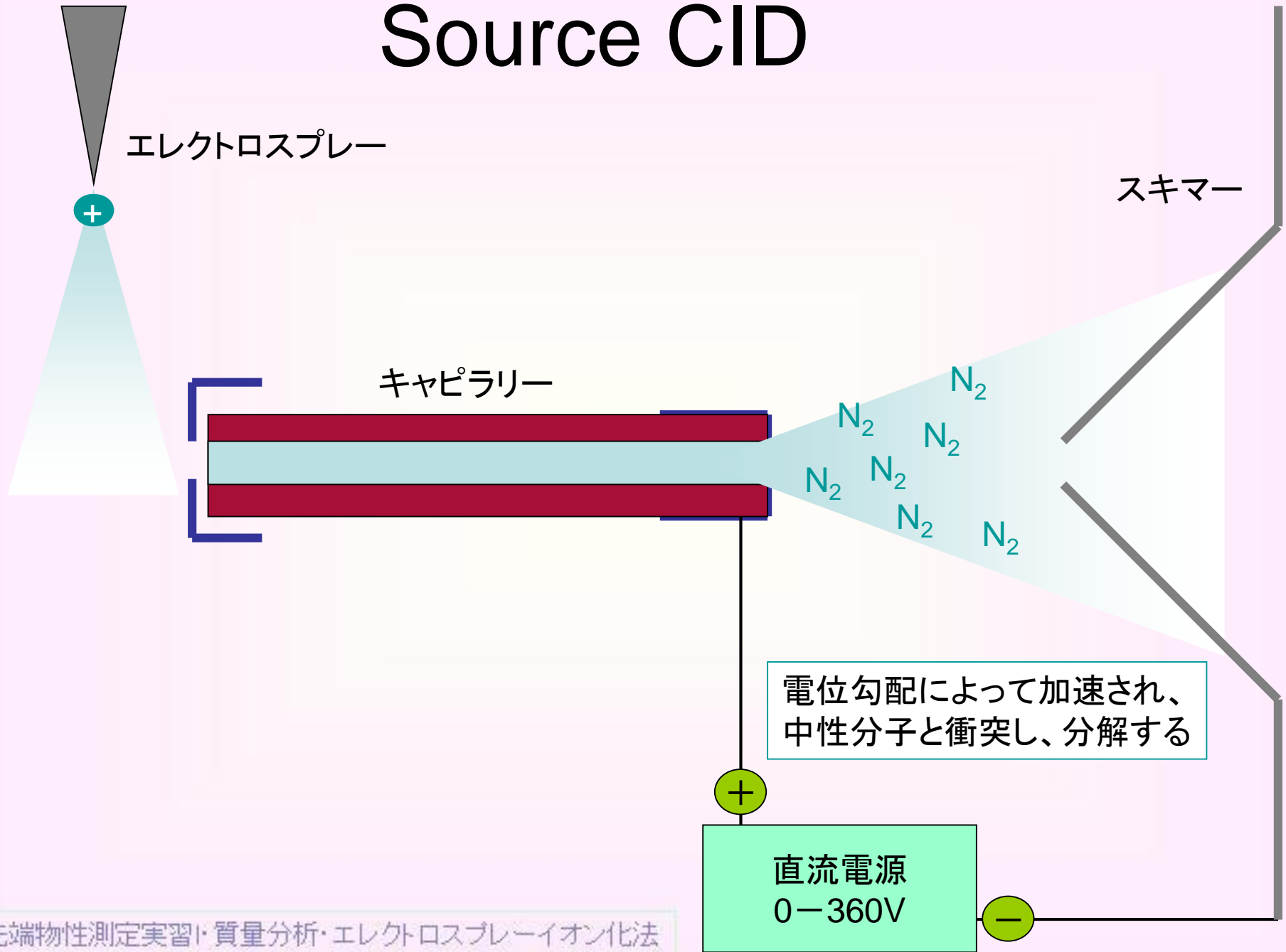
Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 115 (V)



真空導入キャピラリー出口 (Cap Exit)の電圧を変化させる



Source CID



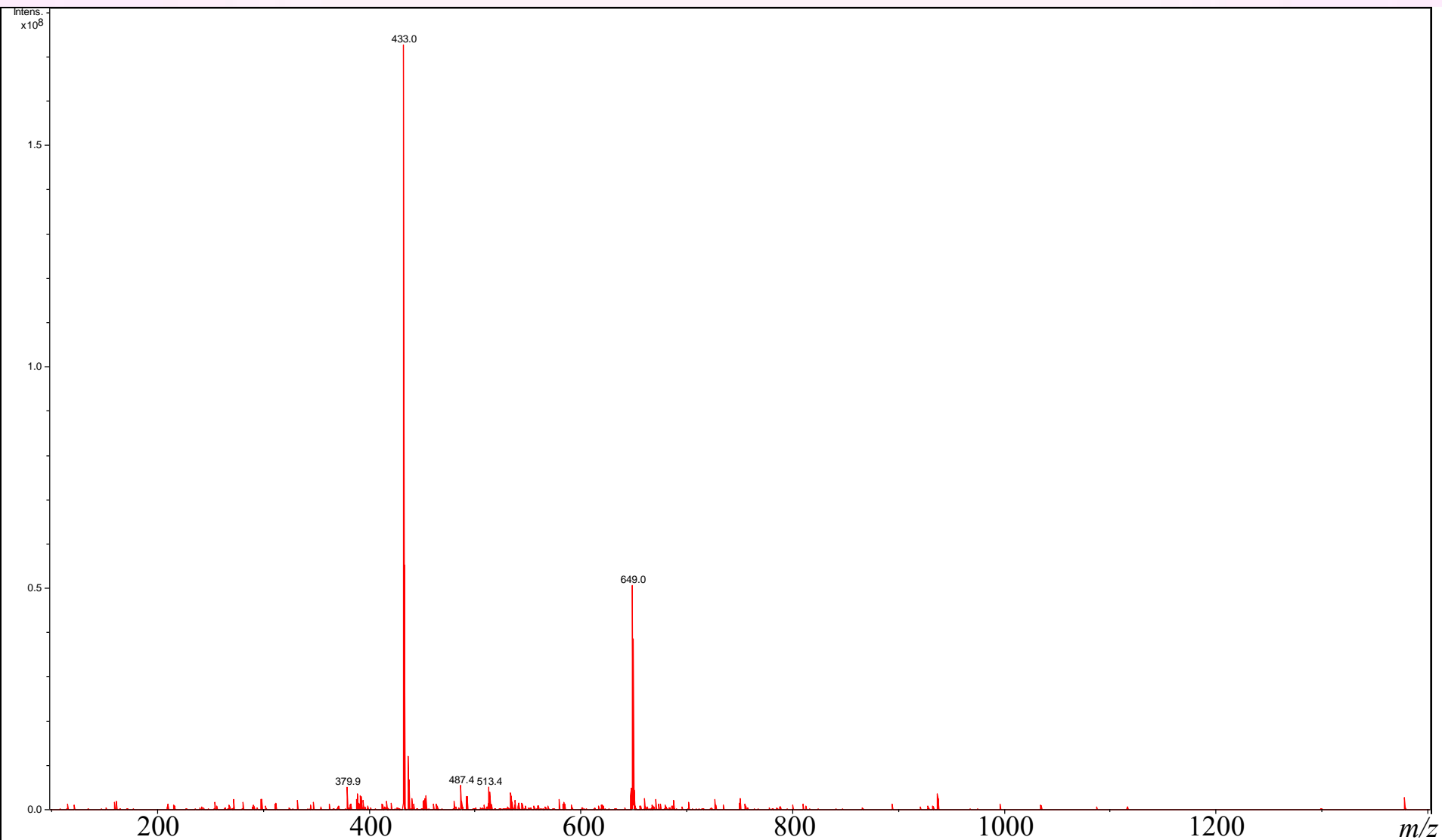
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 115 (V)



ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 180 (V)



ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 190 (V)



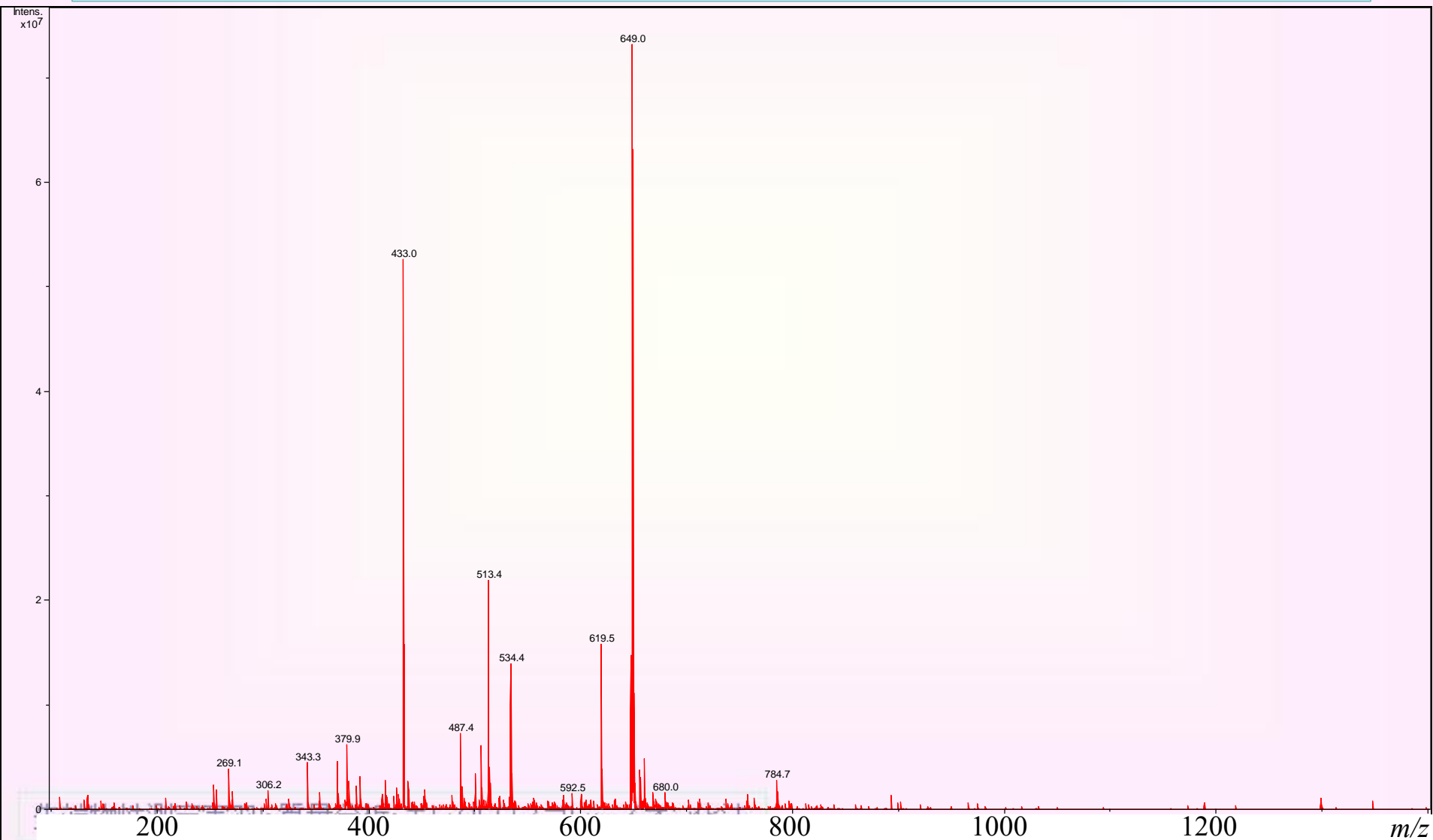
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 200 (V)



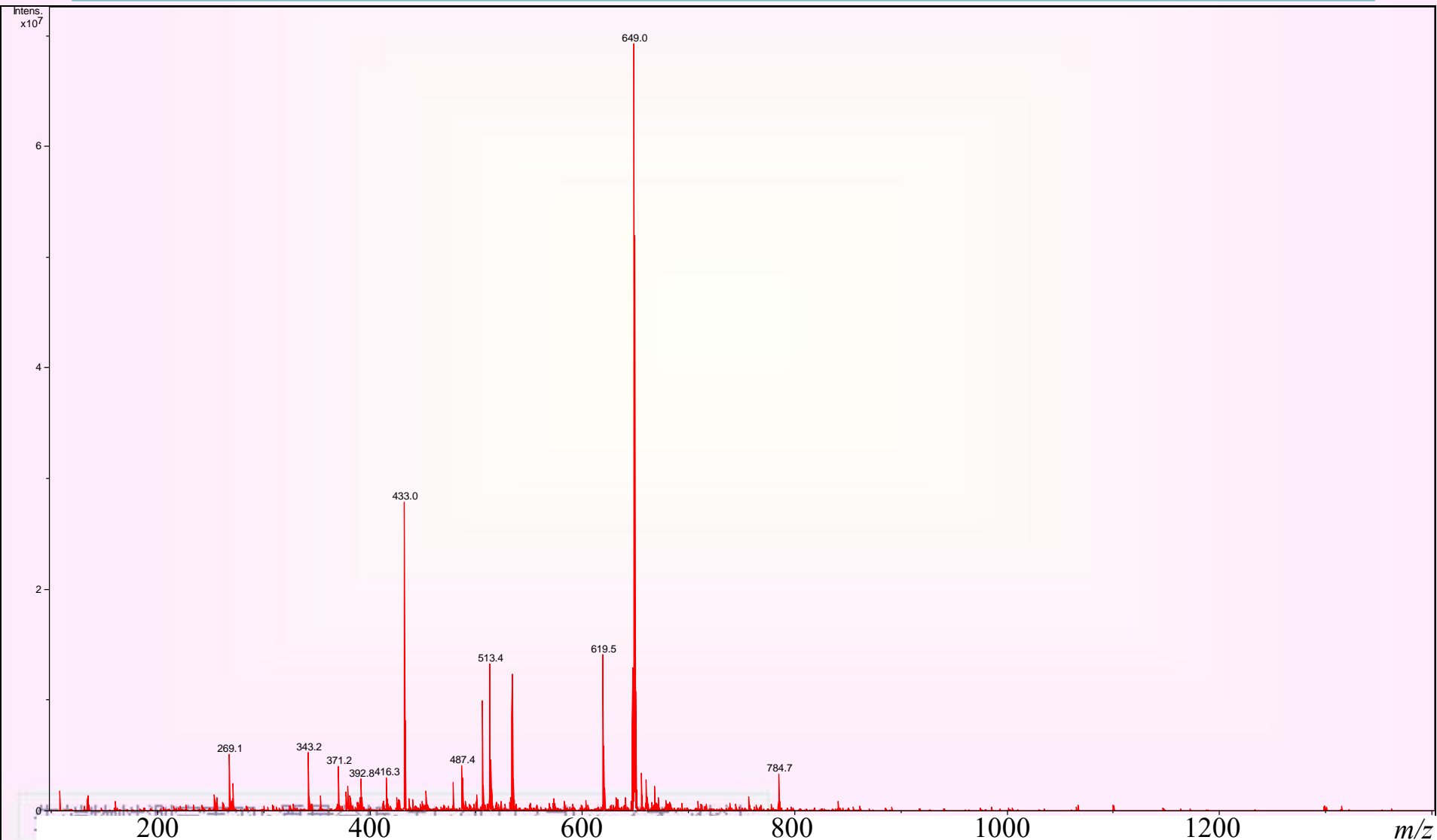
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 210 (V)



ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 220 (V)



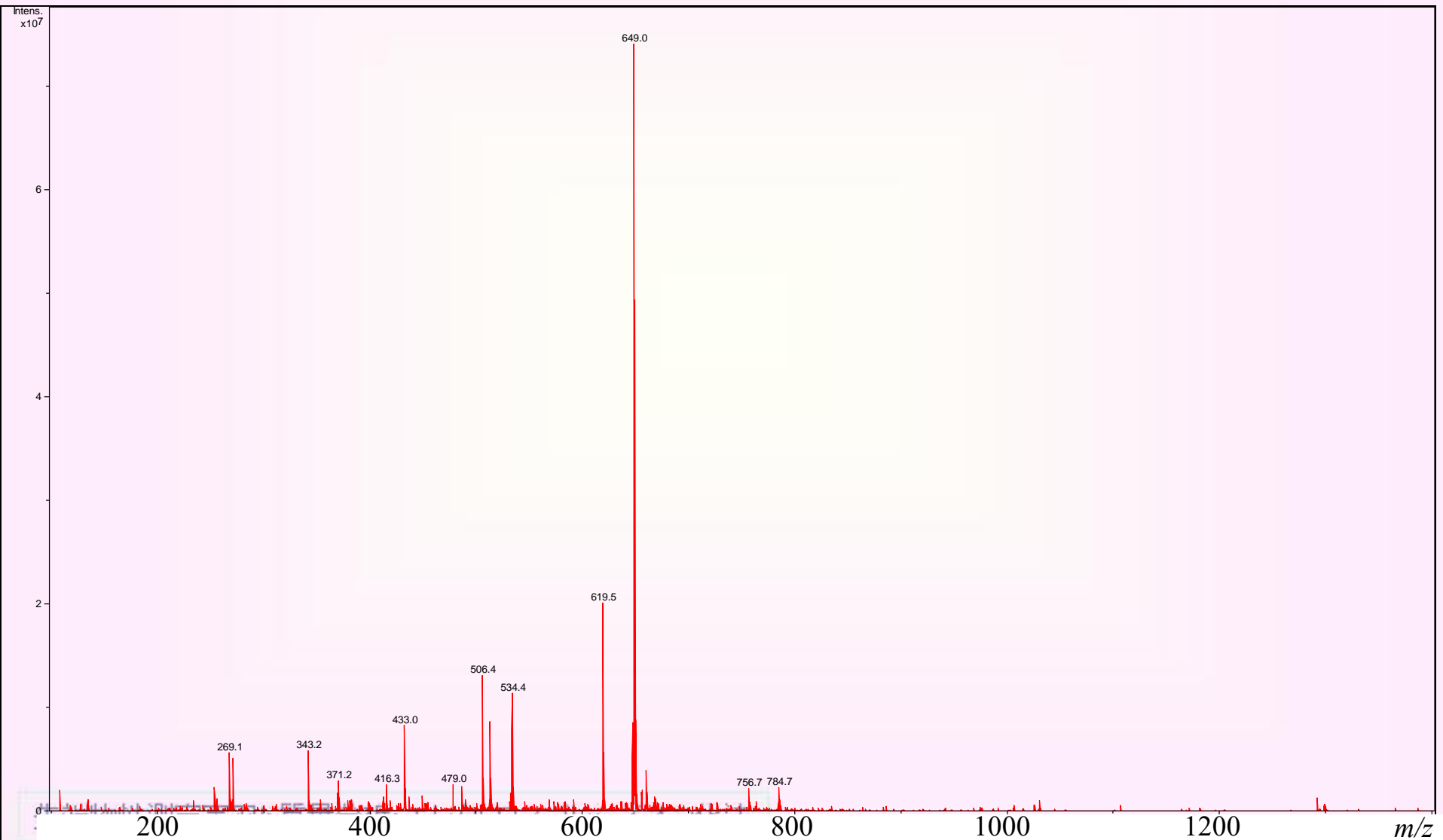
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 230 (V)



ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 240 (V)



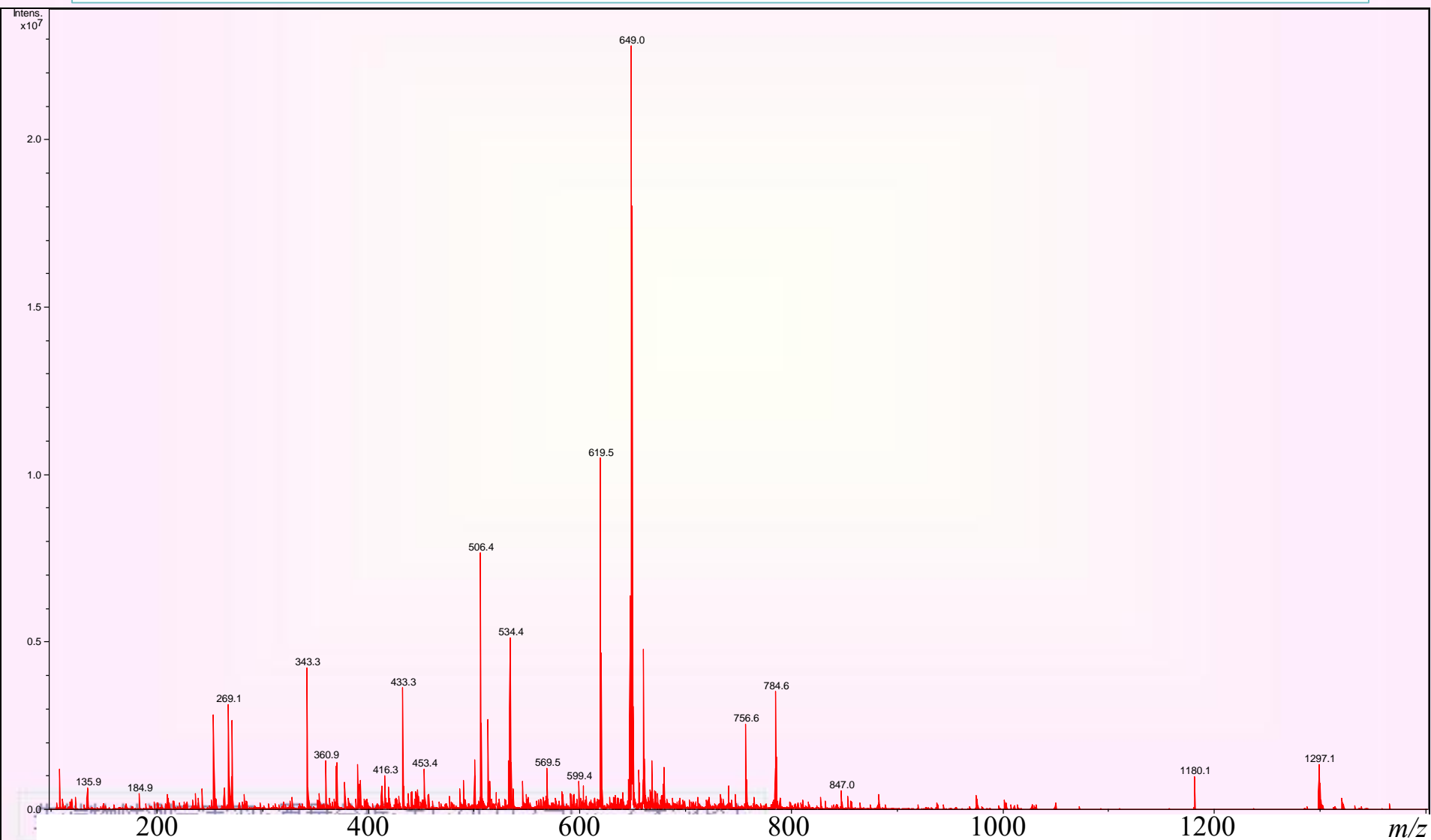
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 250 (V)



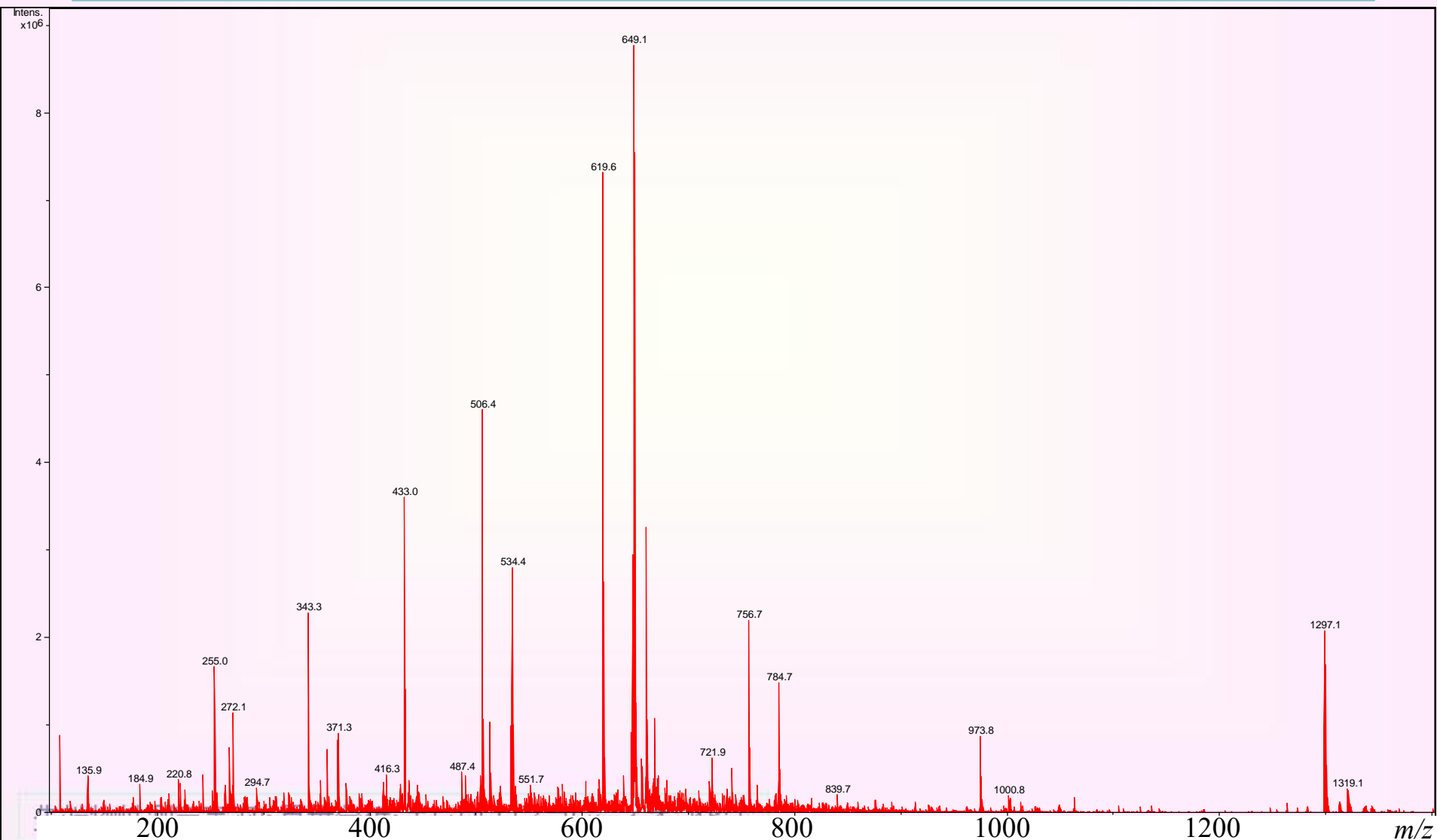
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 300 (V)



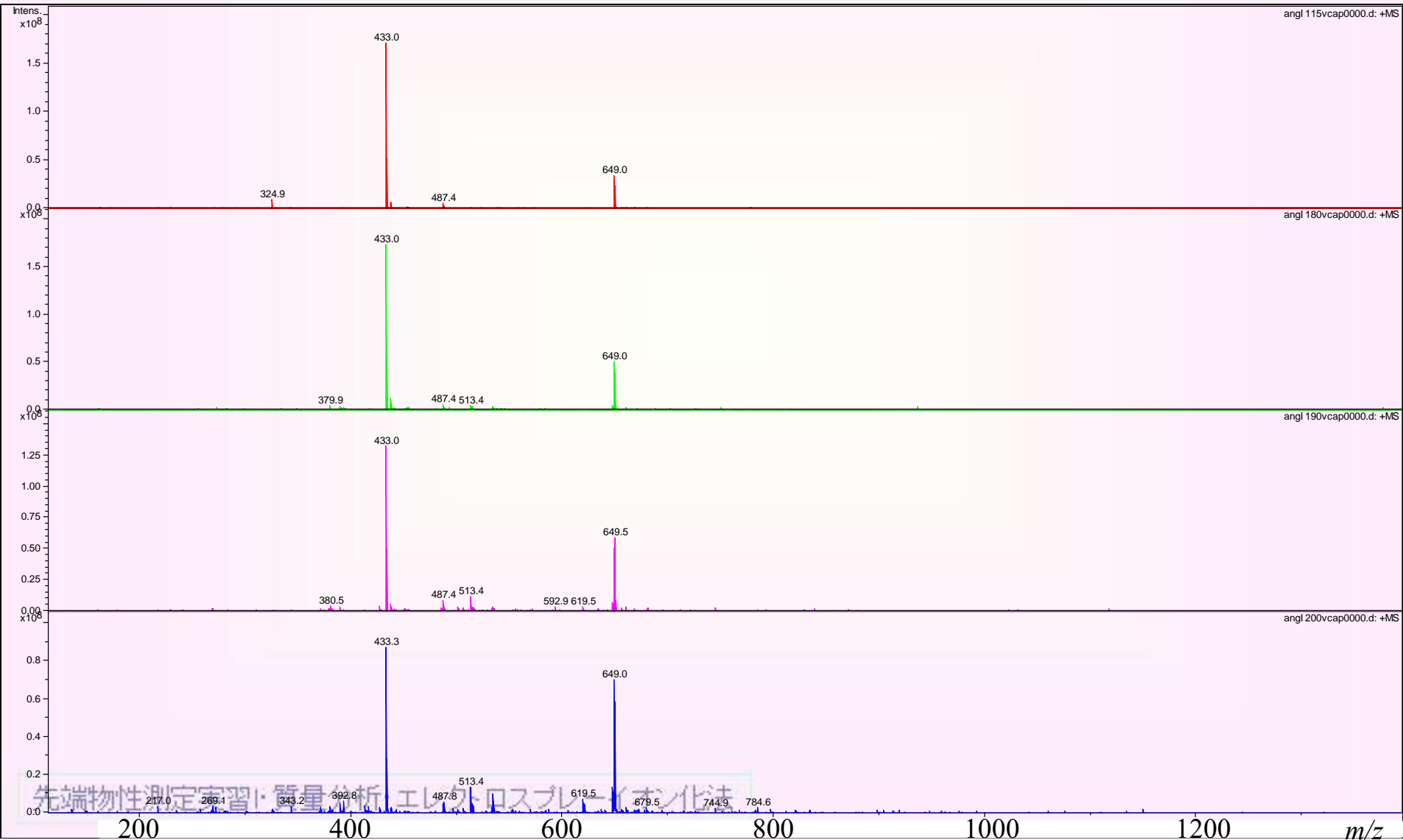
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 360 (V)



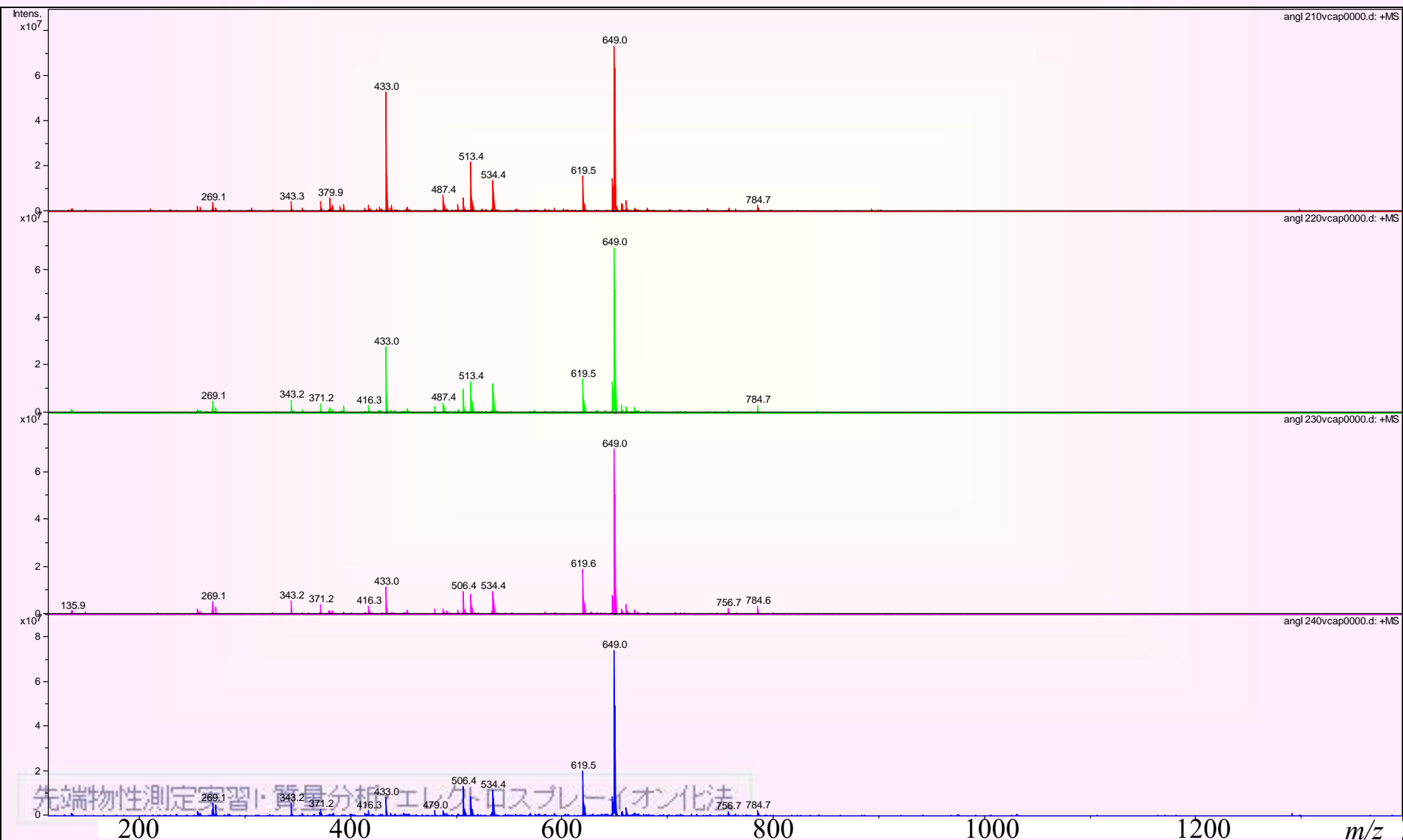
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 115 – 200 (V)



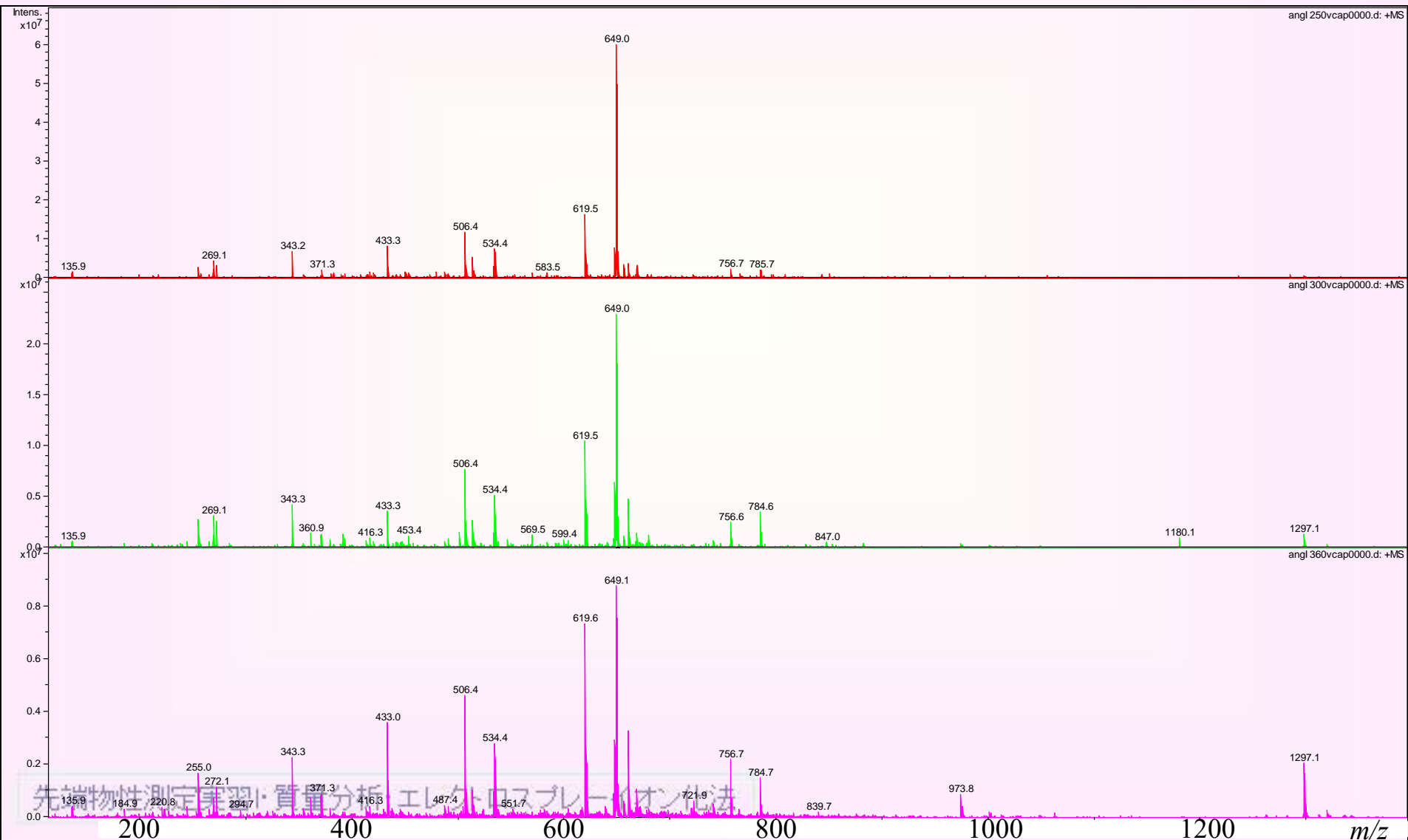
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 210 – 240 (V)



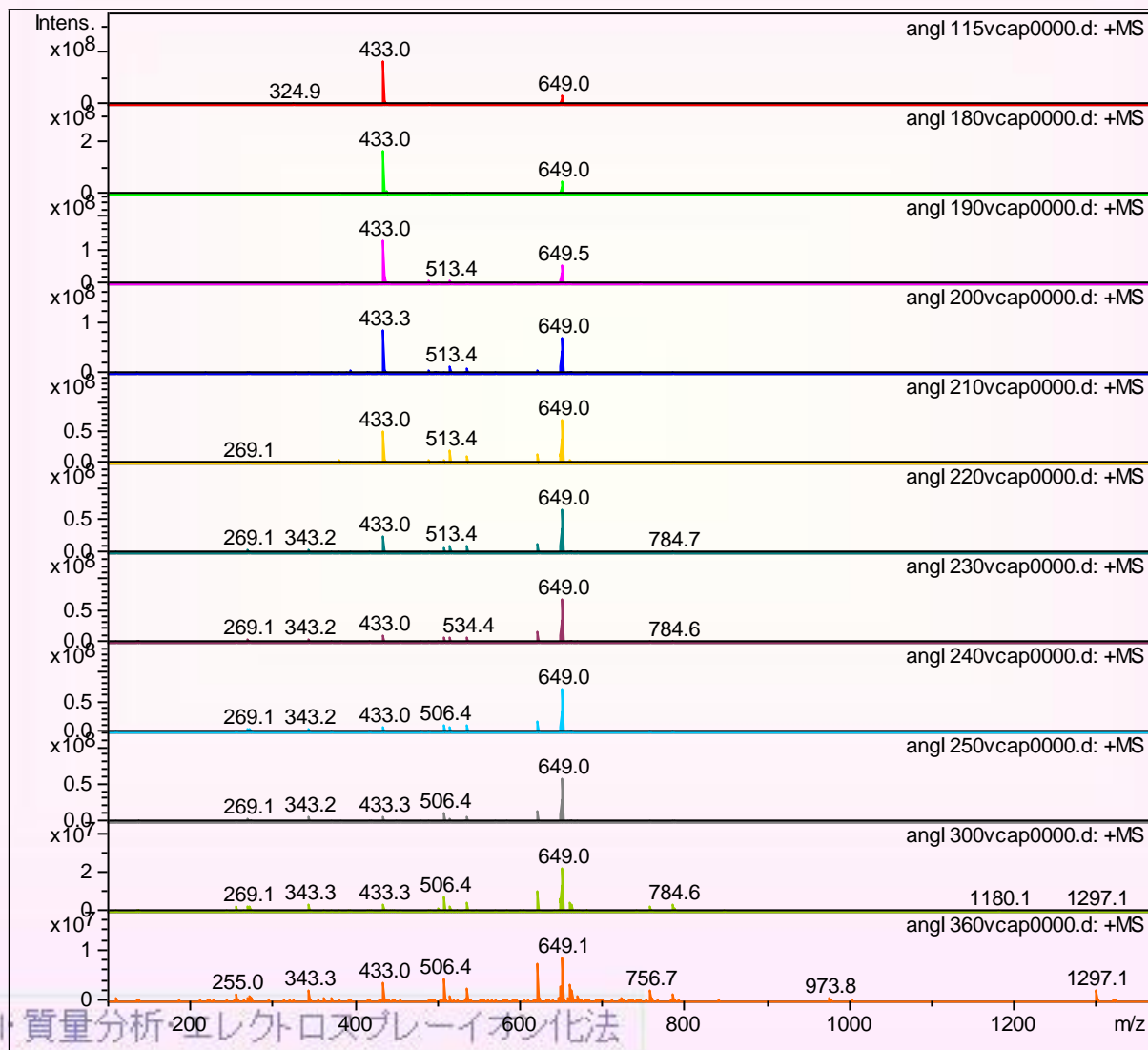
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 250 – 360 (V)



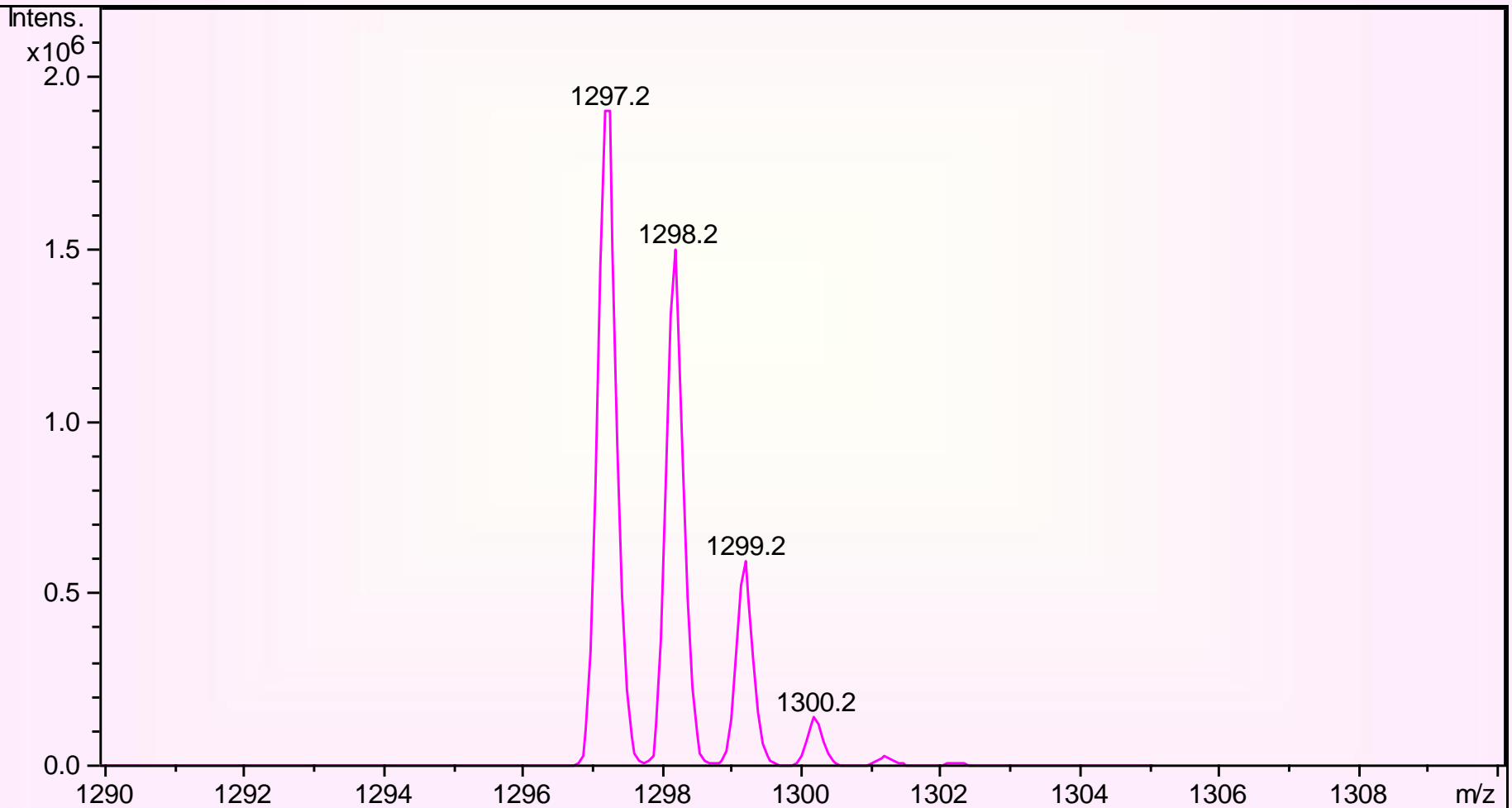
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 100 – 1400 (Da), Vcap 115 – 360 (V)



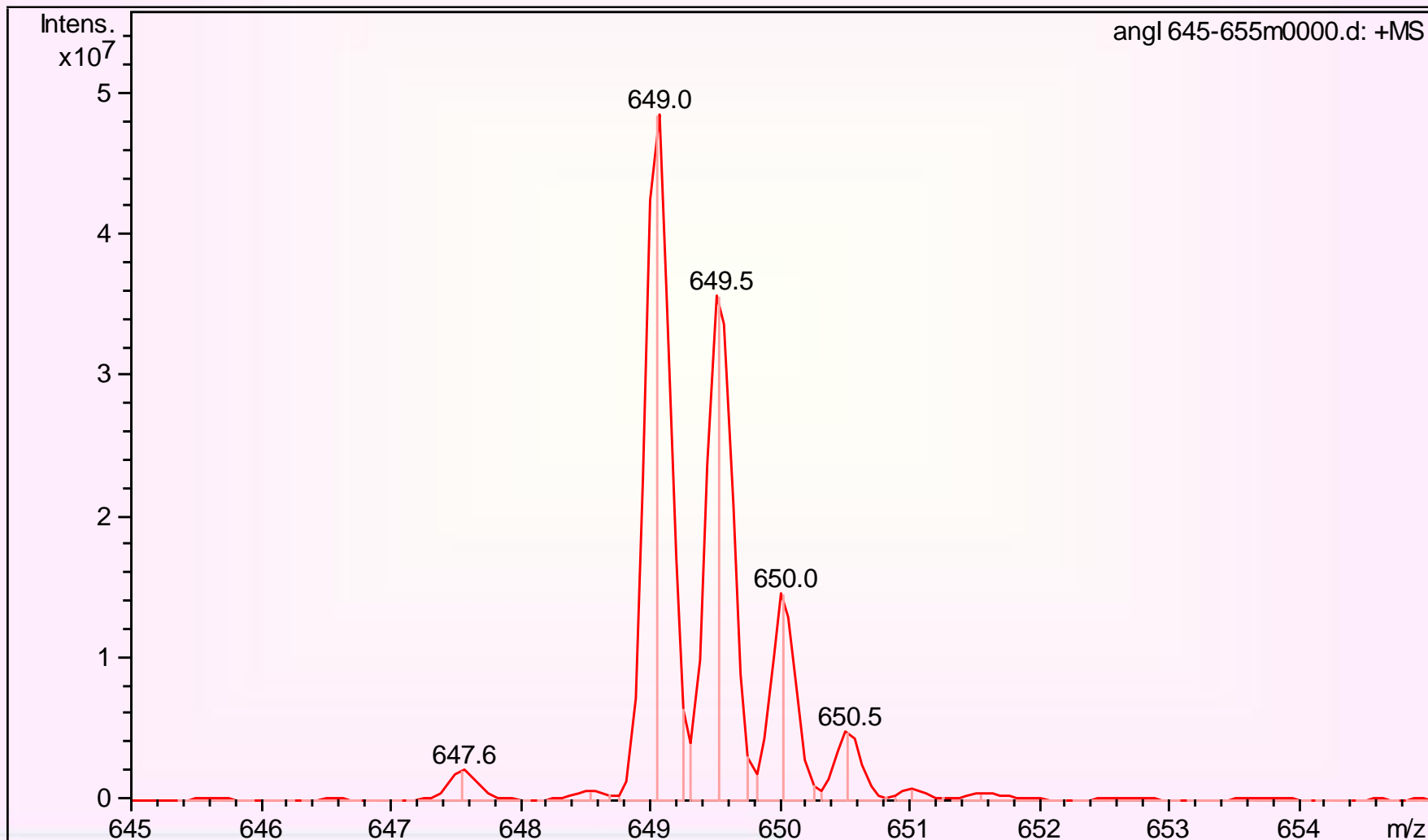
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 1290 – 1305 (Da), Vcap 115 (V)



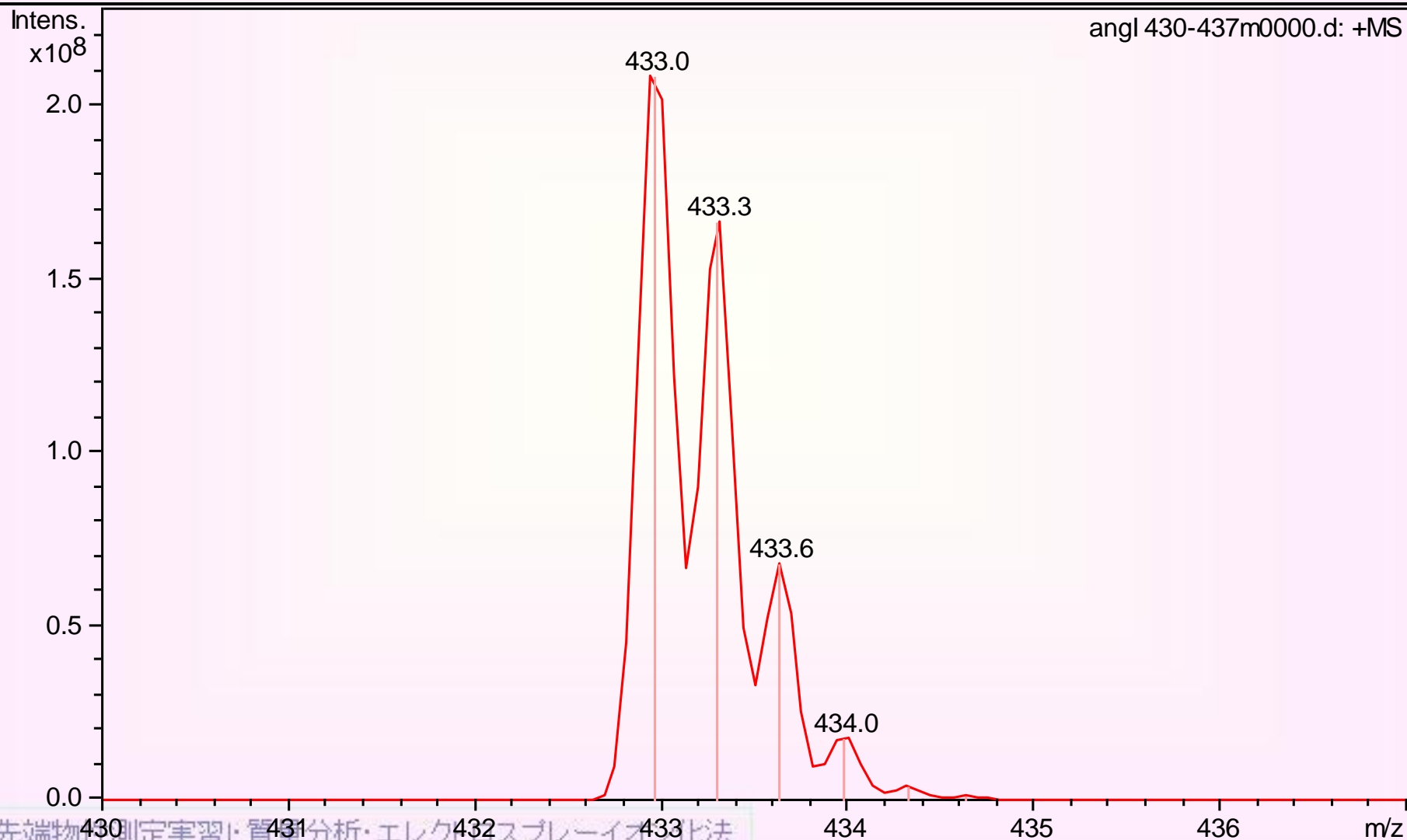
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 645 – 655 (Da), Vcap 115 (V)

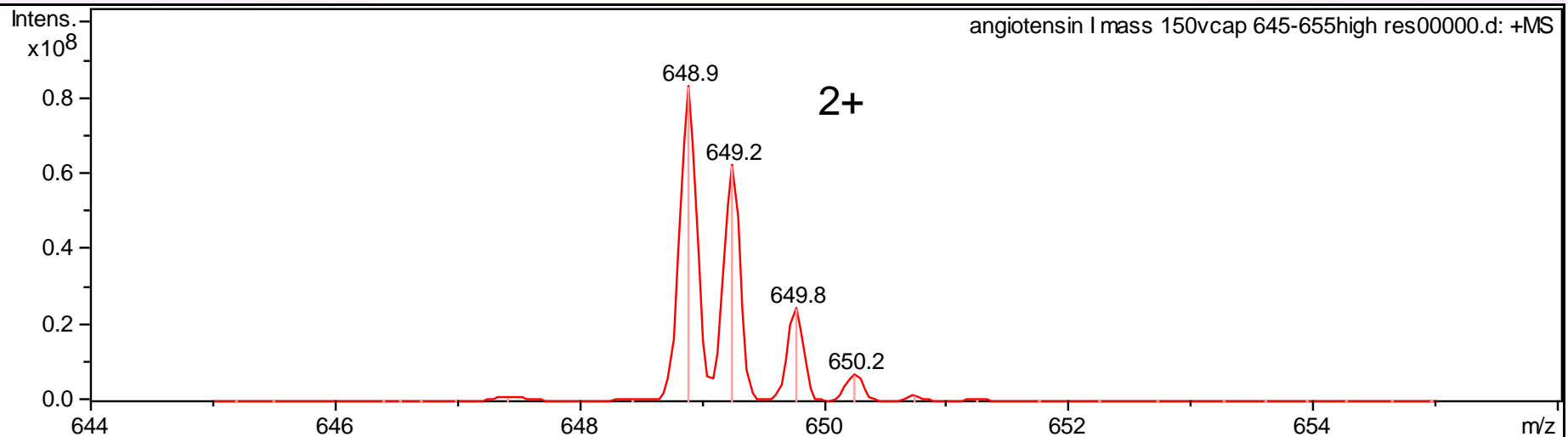
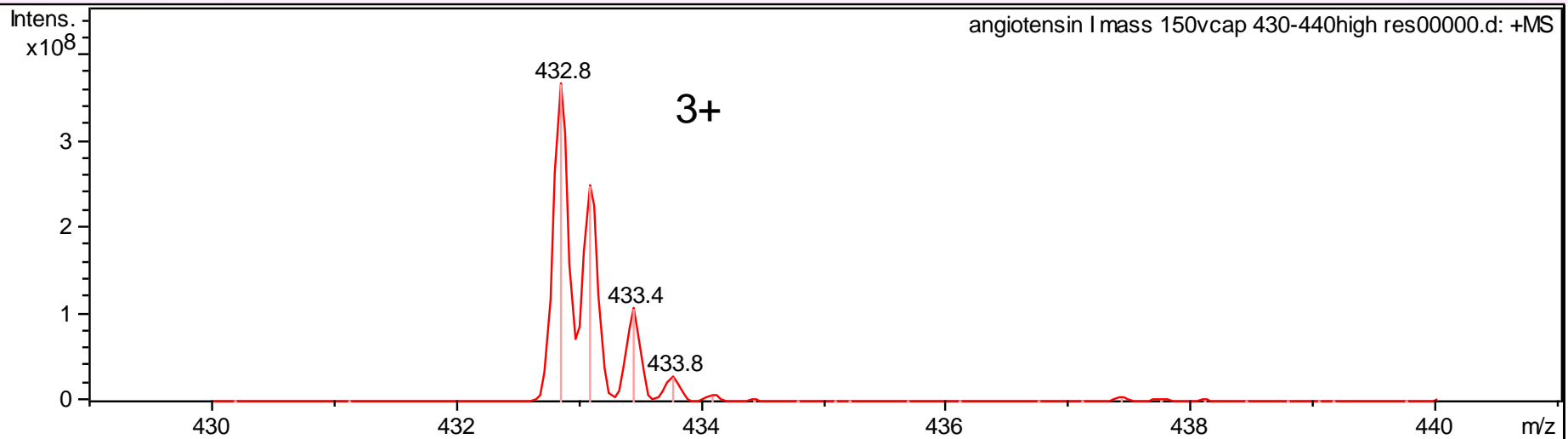


ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 430 – 437 (Da), Vcap 115 (V)

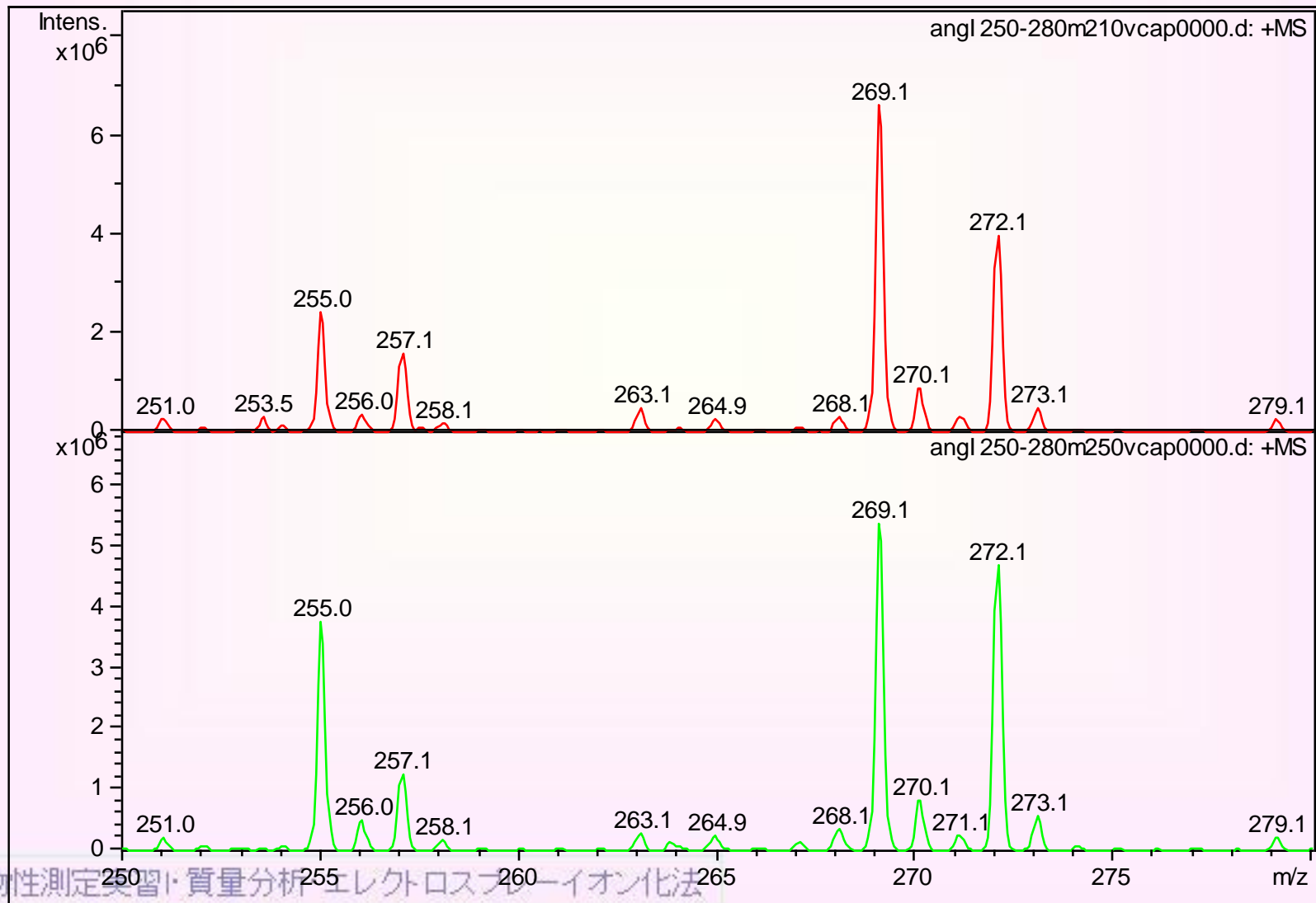


Angiotensin I ($z=2,3$) ^{13}C 同位体分布



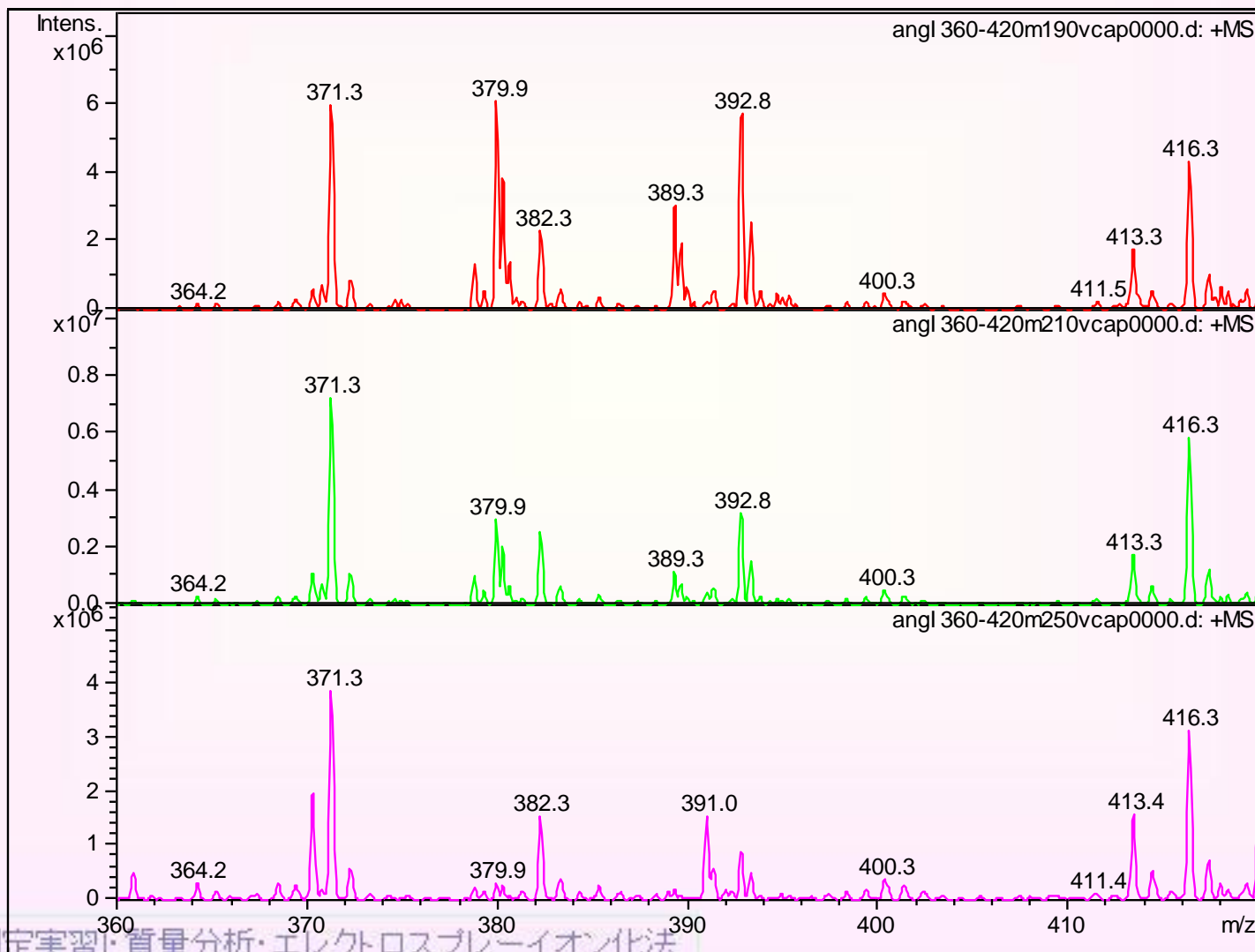
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 250 – 280 (Da), Vcap 210, 250 (V)



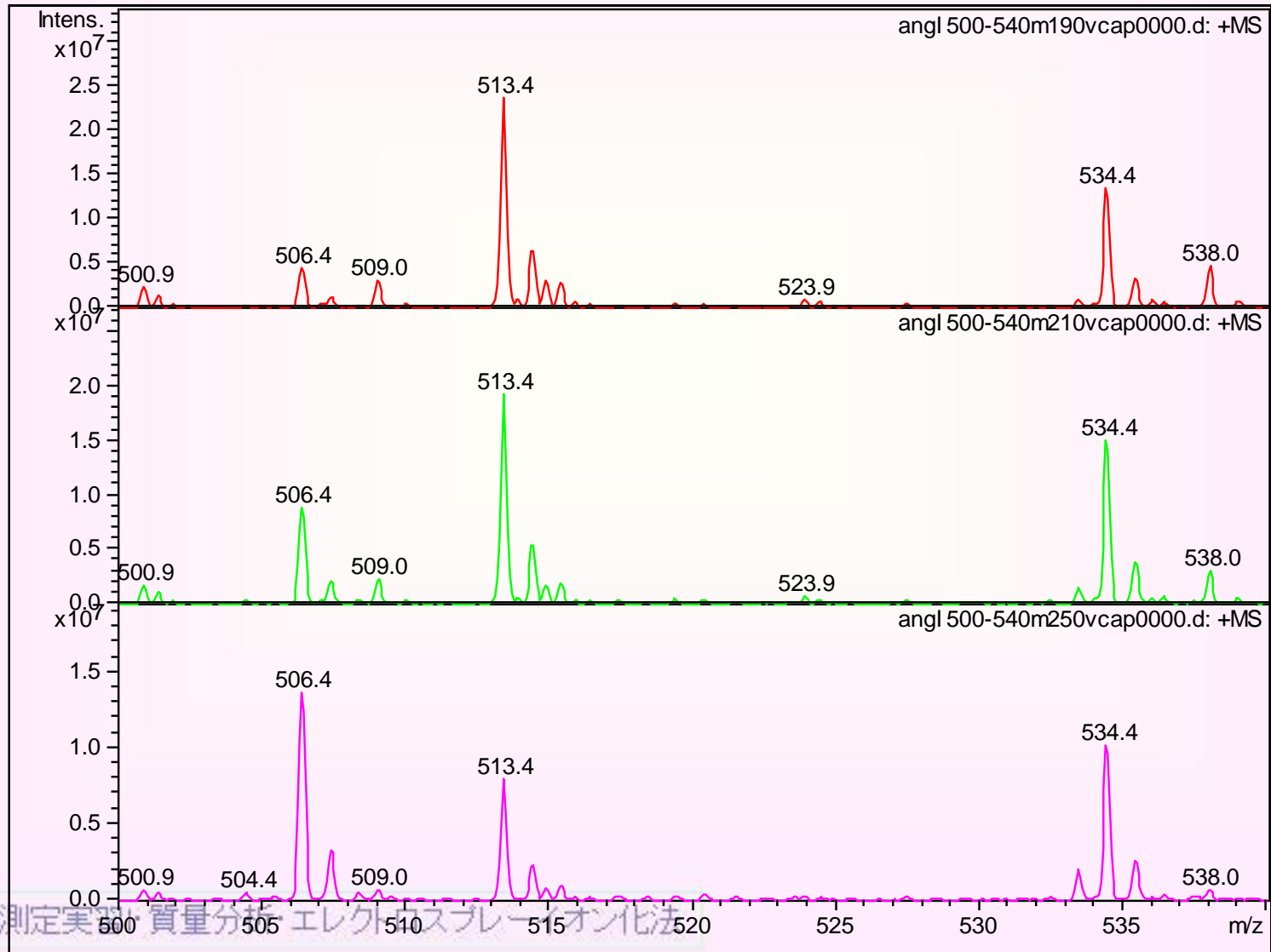
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 360 – 420 (Da), Vcap 190, 210, 250 (V)



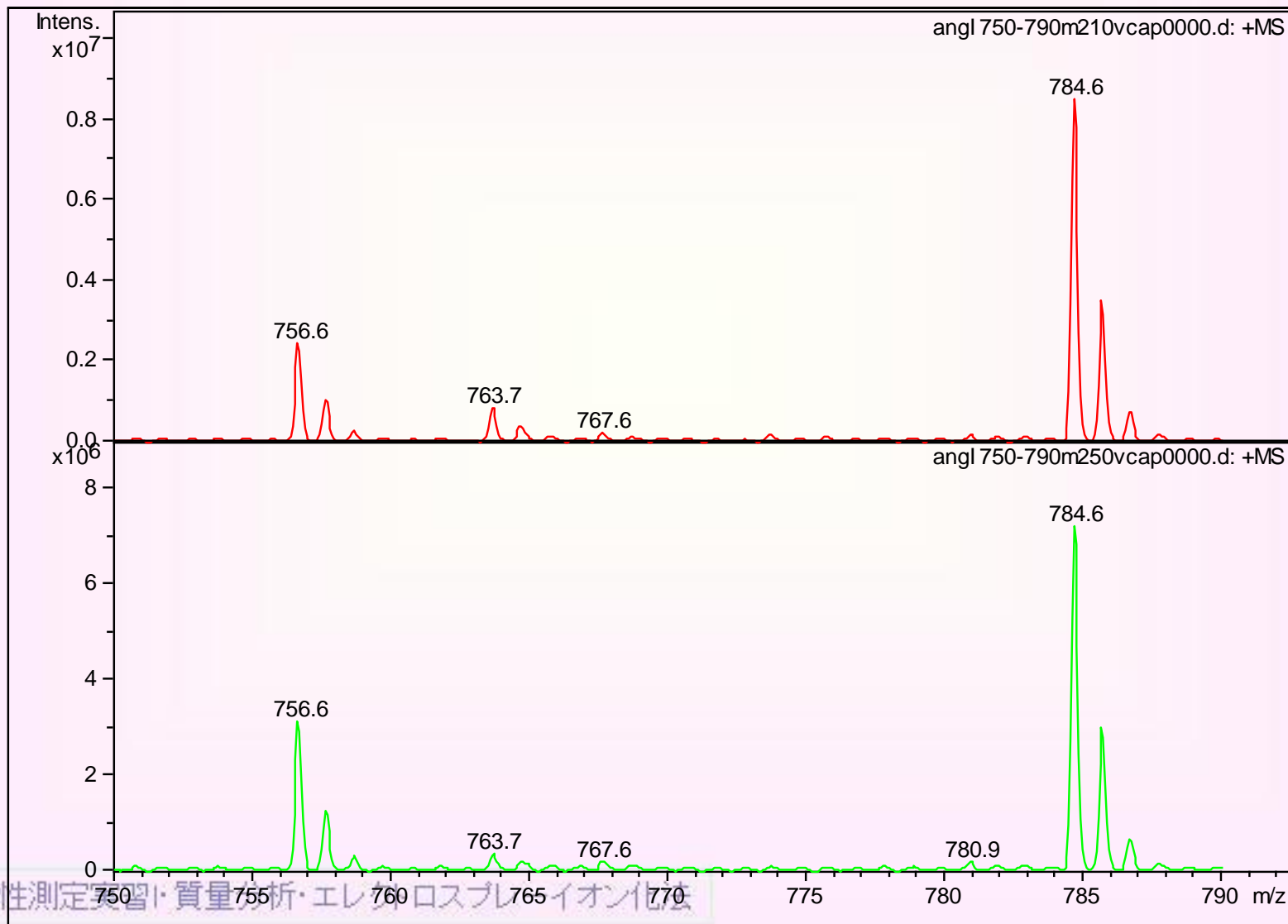
ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 500 – 540 (Da), Vcap 190, 210, 250 (V)



ESI mass spectra of Angiotensin I

Mass Range 750 – 790 (Da), Vcap 210, 250 (V)



終わり

御静聴を
どうも有り難うございました。

来週のオンライン実習・解析を
楽しみしていて下さい。