

自然科学実験Ia
エレクトロスプレーイオン化法
(ESI - Ion Trap)
講義資料・第一部

機器実験2,4,6

10月26日、11月16日、11月30日

担当:野々瀬真司

野々瀬担当分のオンライン講義資料
(講義スライド、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%20koki%20lecture.html>

◆「自然科学実験Ia」

理学部・学部2年生後期・実習科目

◆ 「エネルギー変換」

国際総合科学部・物質科学コース・学部3年生後期・専門教養科目

◆ 「ナノバイオ物質科学概説」

大学院博士前期課程・物質システム科学専攻・選択必修科目

.....ナノバイオ物質科学概説・日程表

◆ 「物質計測科学特論II」

大学院博士前期課程・物質システム科学専攻・選択必修科目

エレクトロスプレーイオン化法の原理

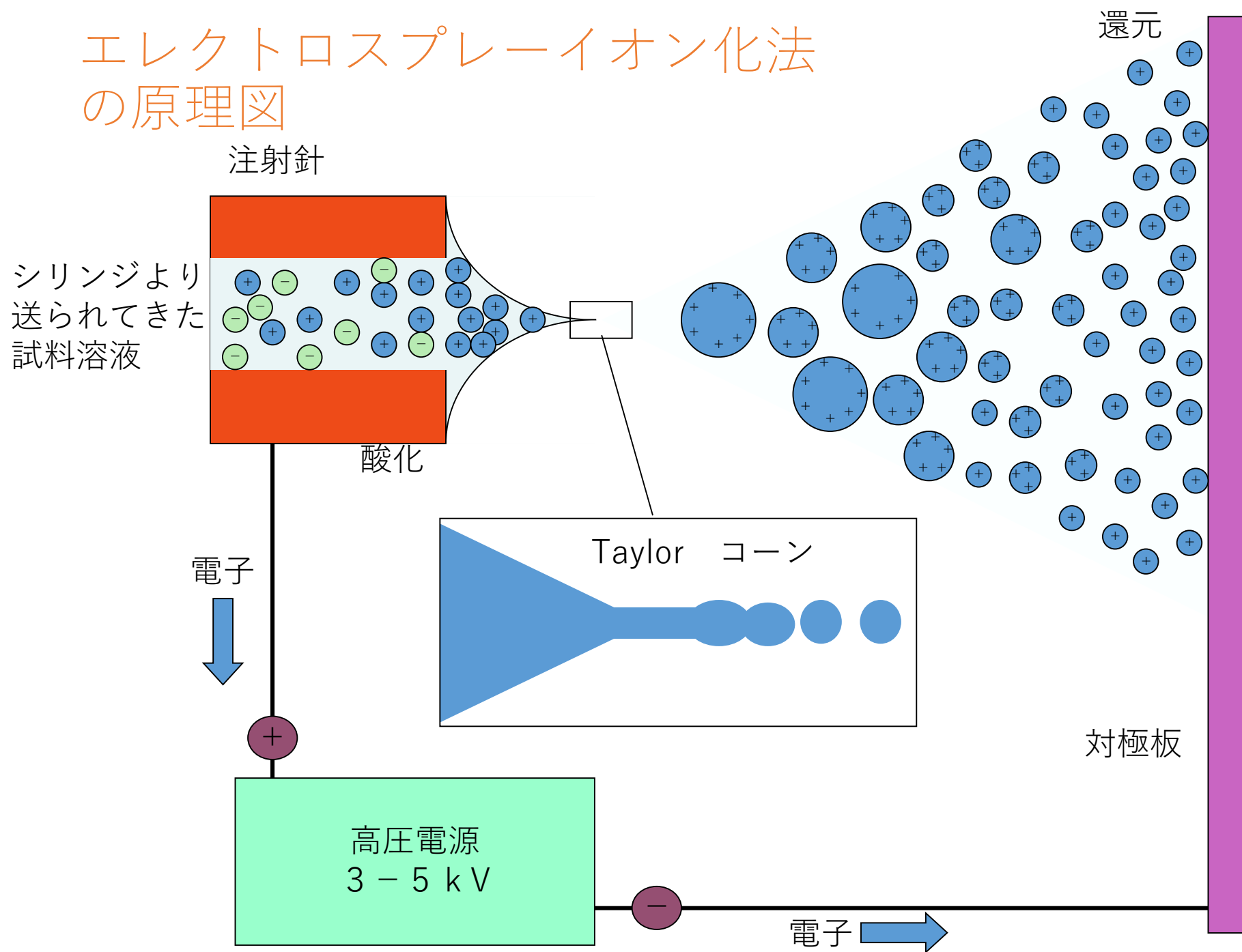
エレクトロスプレーイオン化法（ESI）とは、生体分子・有機分子を非破壊的に、溶液中から真空中へ導入するソフトなイオン化法である。大きな分子量を持ち、不揮発性で電荷を帯びる分子の質量分析にはきわめて有用である。

- シリンジポンプによって、流量 $5\sim 20\ \mu\text{l}/\text{min}$ で希薄溶液が注射針に送られる。

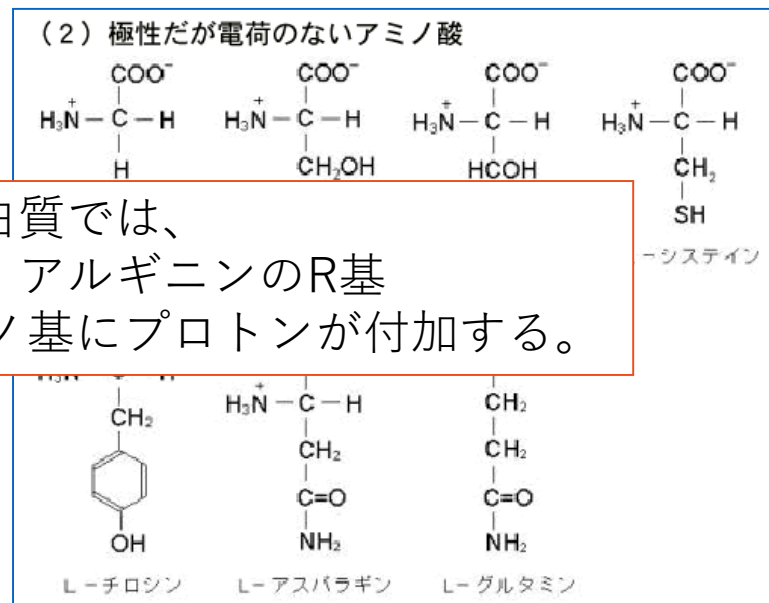
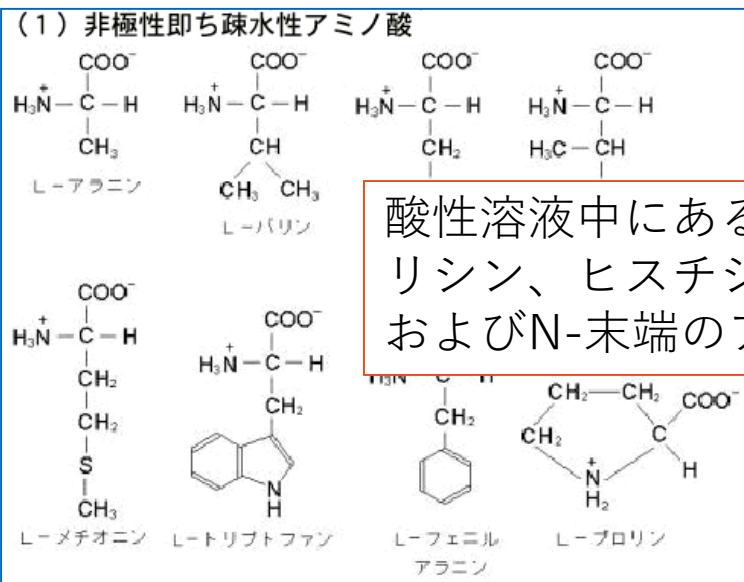
- 注射針には周囲の電極に対して $3\sim 5\ \text{kV}$ の電位が印加される。

- 注射針先端に大きな電場勾配が生じ、静電気力が表面張力に打ち勝って、溶液が荷電液滴となって大気中に放出される。

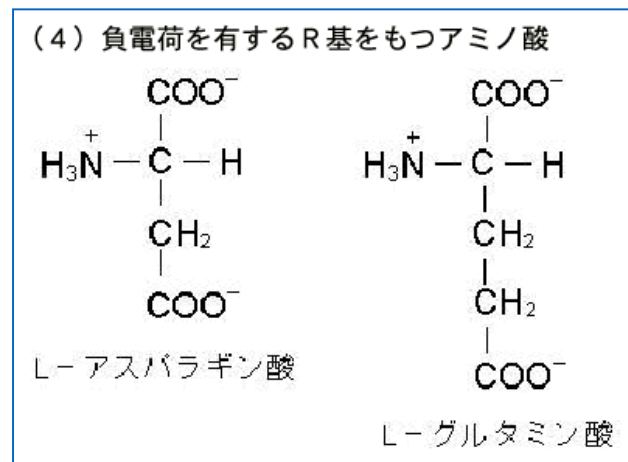
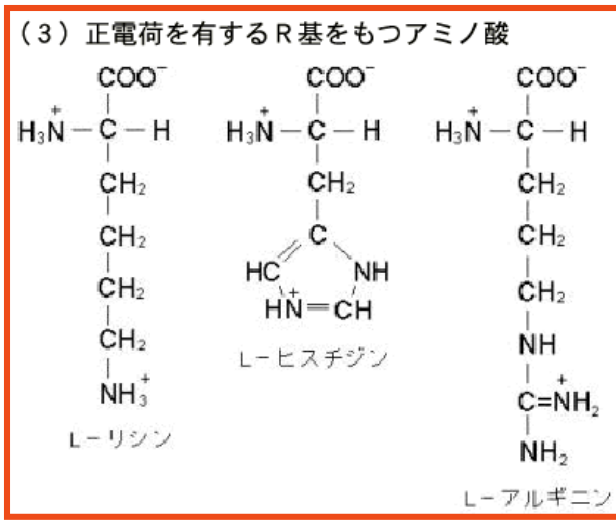
エレクトロスプレーイオン化法の原理図



蛋白質は20種類のアミノ酸から構成される



酸性溶液中にある蛋白質では、
 リシン、ヒスチジン、アルギニンのR基
 およびN-末端のアミノ基にプロトンが付加する。



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

実習に用いる試料

アンジオテンシン I (angiotensin I)

試料濃度 1~10 $\mu\text{g/ml}$ 溶媒 メタノール + 純水 (1%) + 酢酸 (0.1~1%)

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。

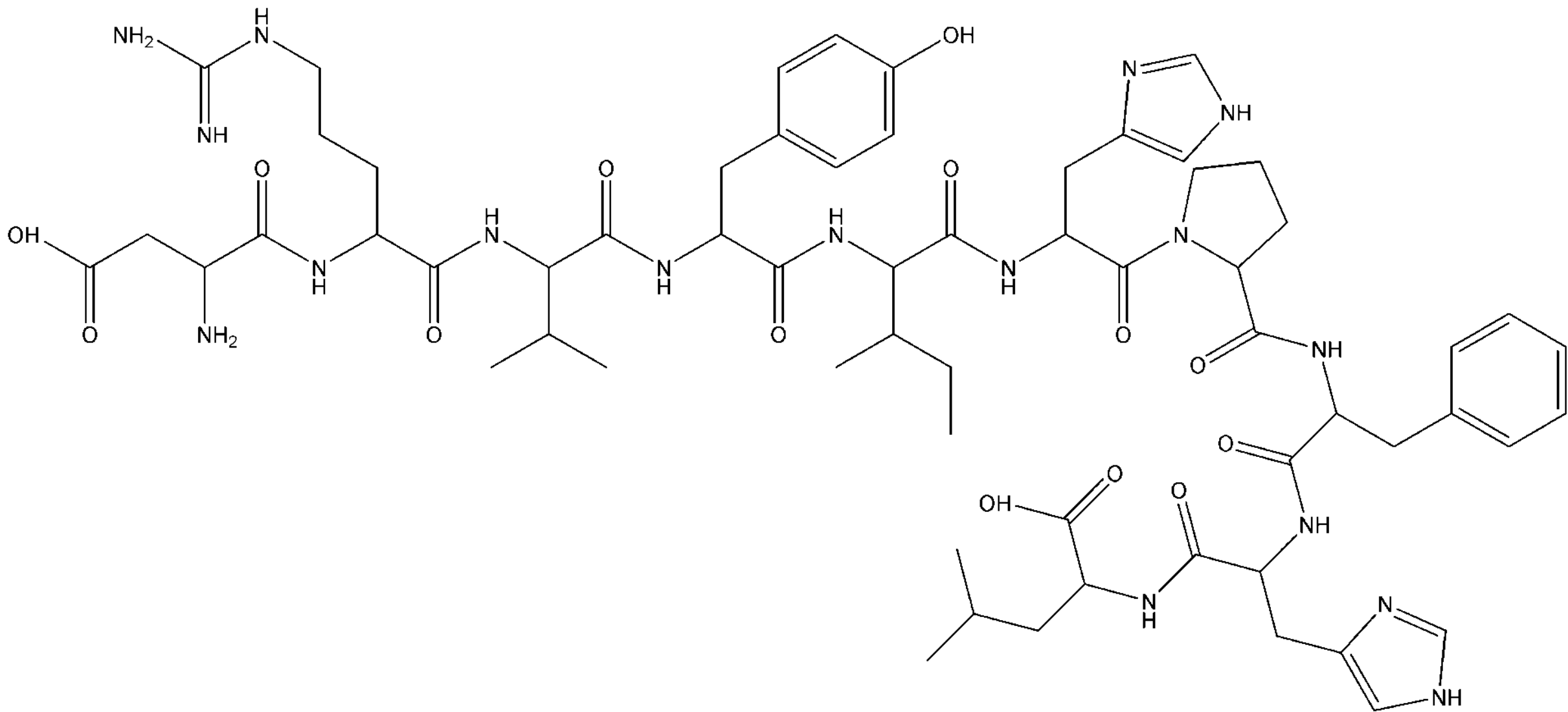
Angiotensin Iのアミノ酸配列

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

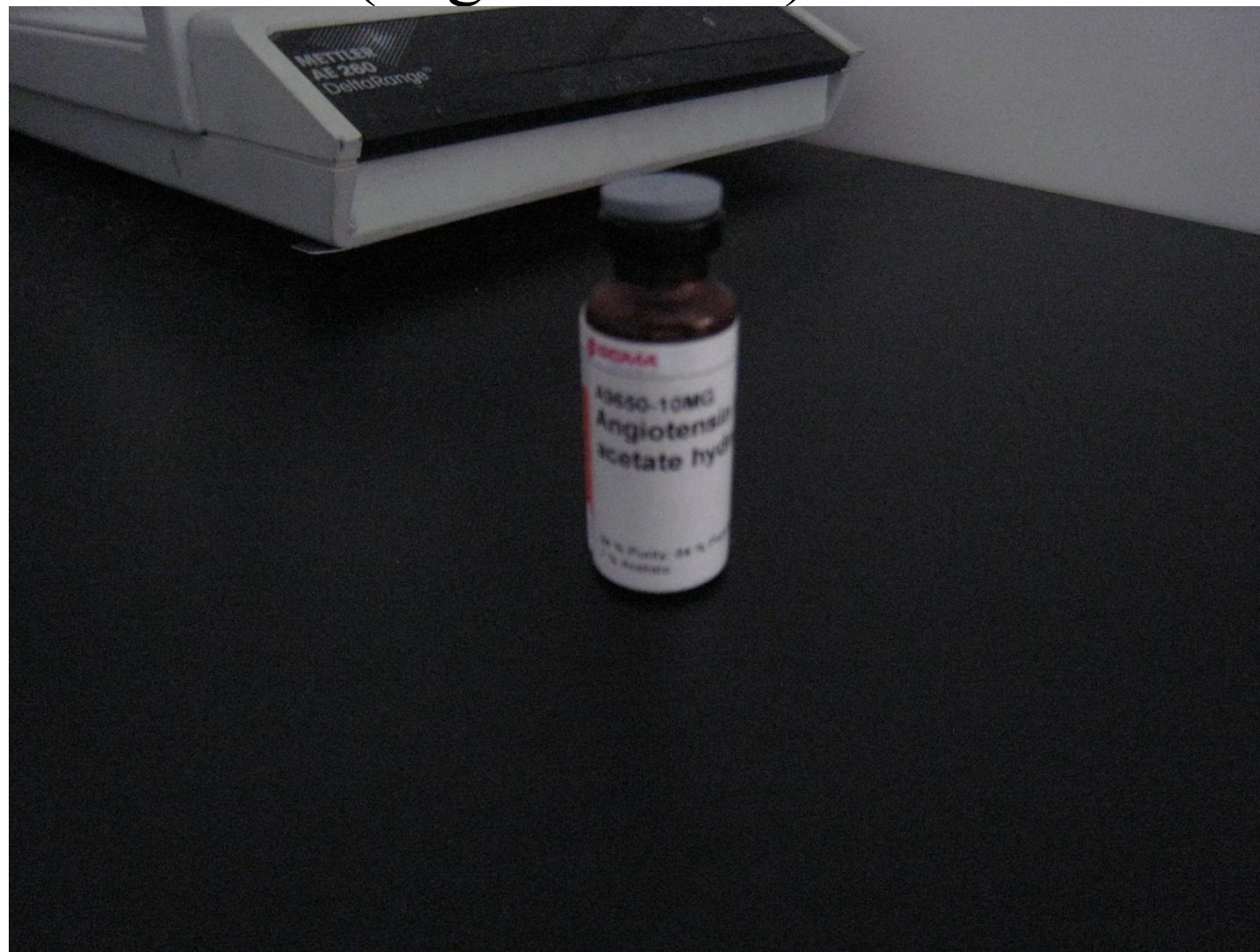
1文字表記； DRVYIHPFHL

分子量； 1296.48 Da

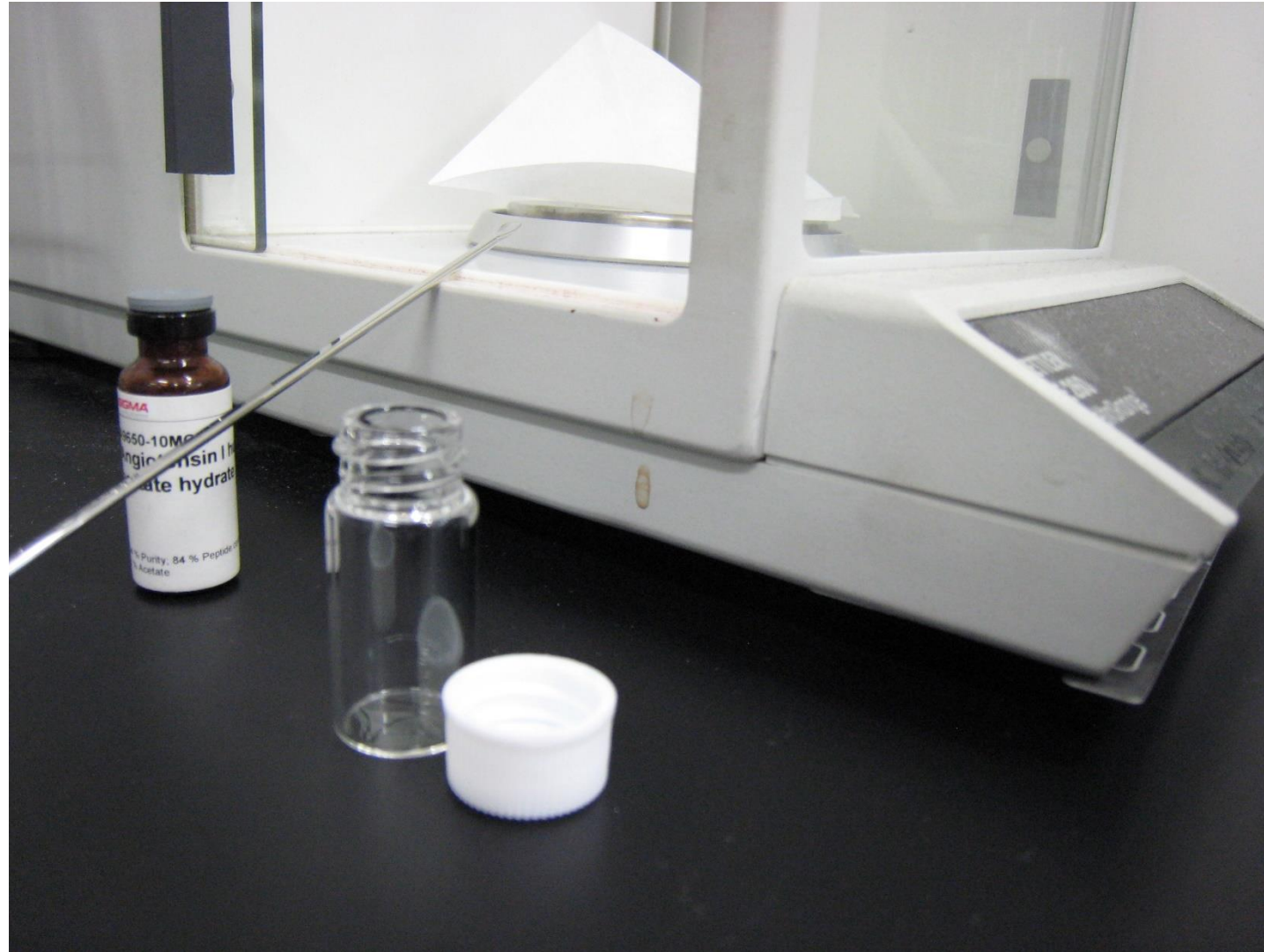
Angiotensin I の分子構造



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%)



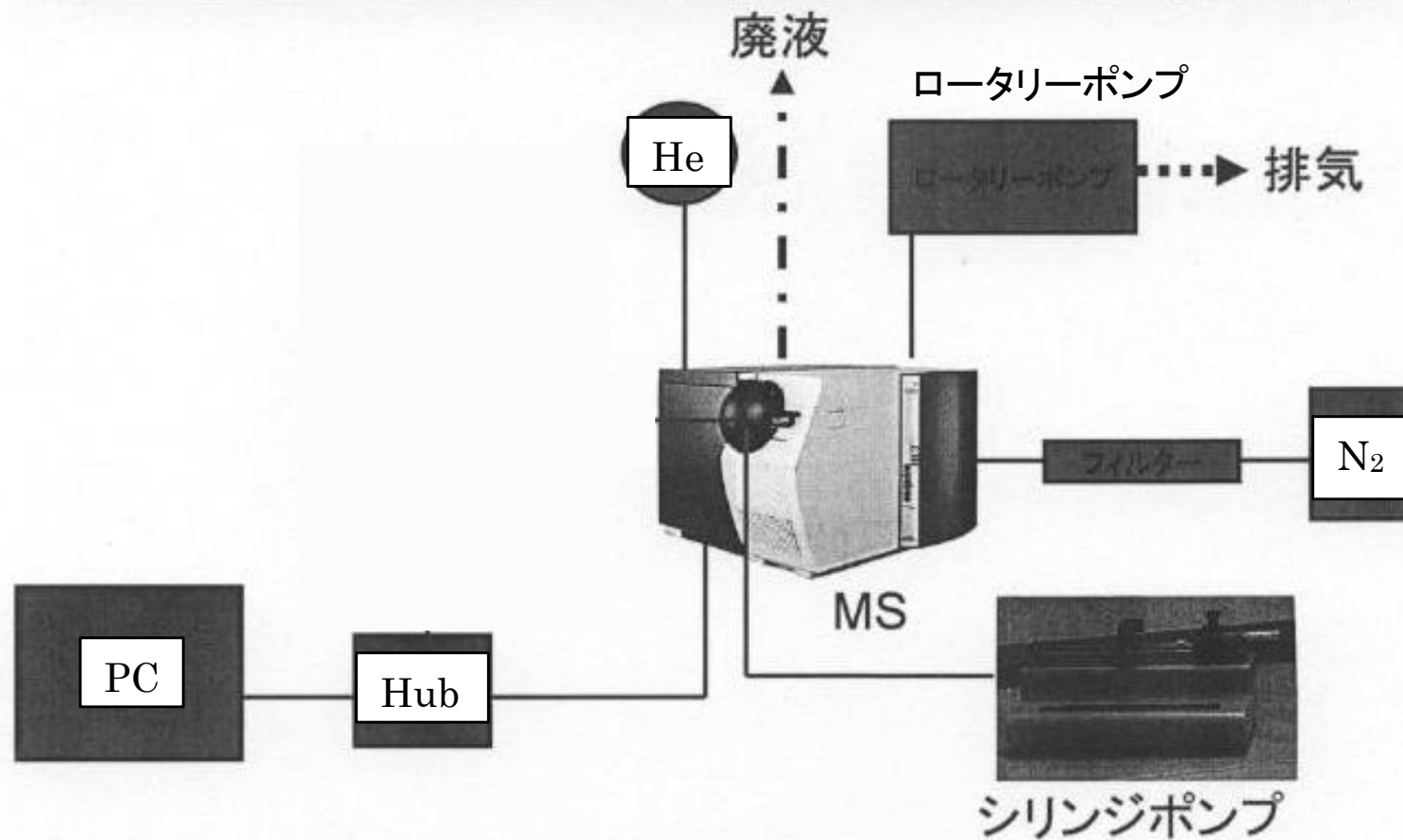
エレクトロスプレーイオントラップ型質量分析装置
Bruker-Daltonics, HCT-ETD II

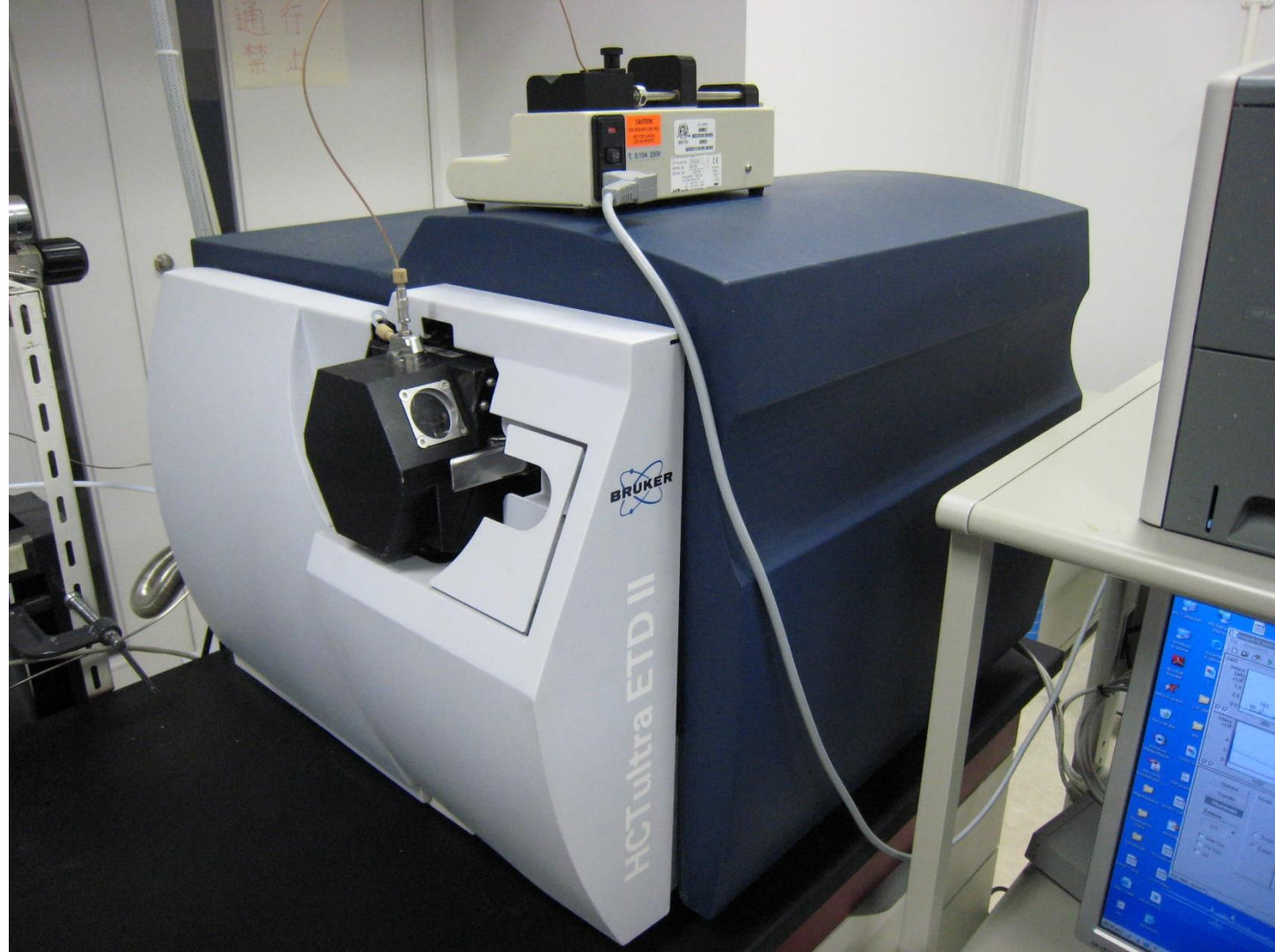


MS構成関係図

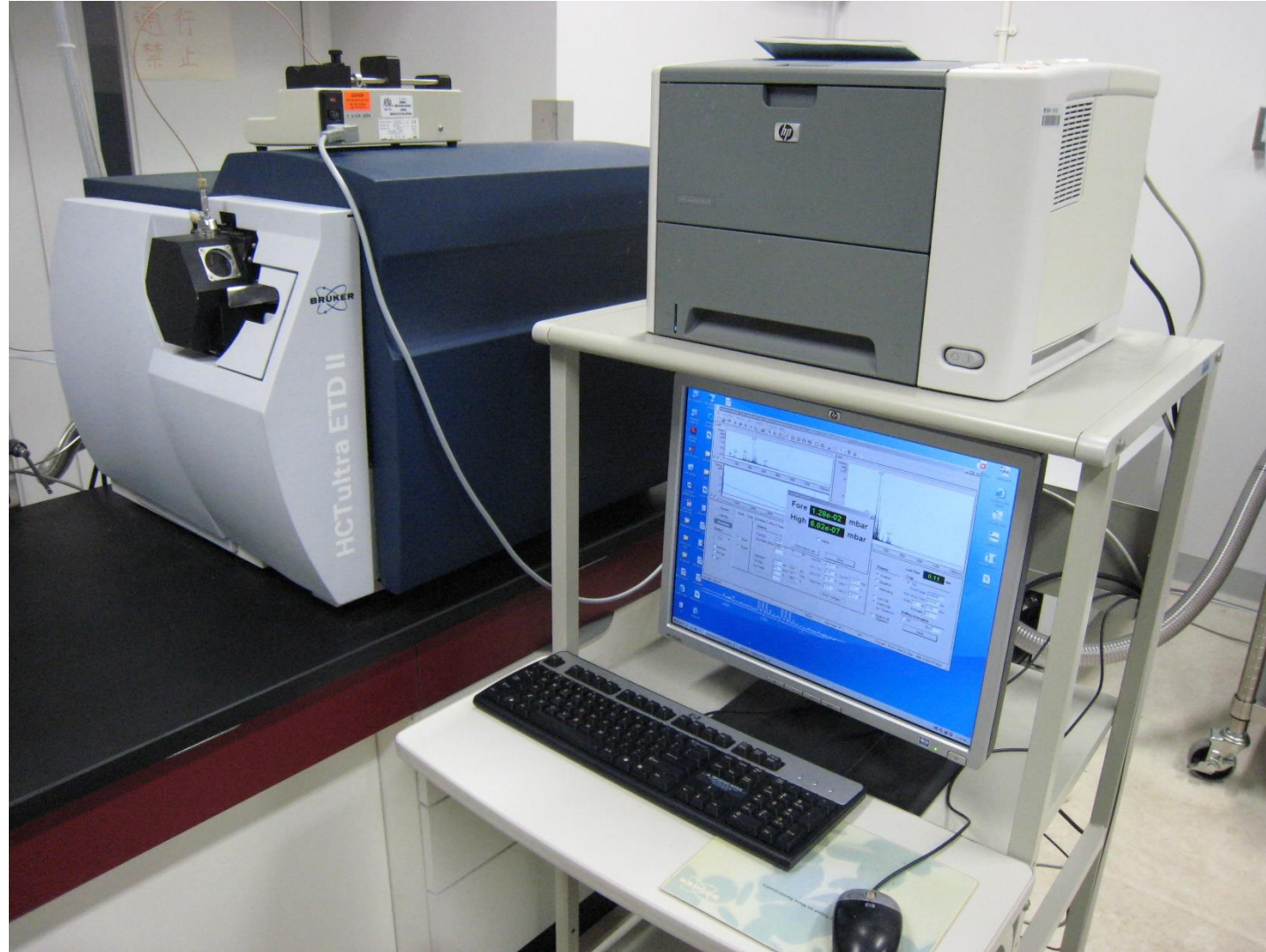
**BRUKER
DALTONICS**

HCT Training : Ion Trap MS





装置は全自動 PC画面上で制御



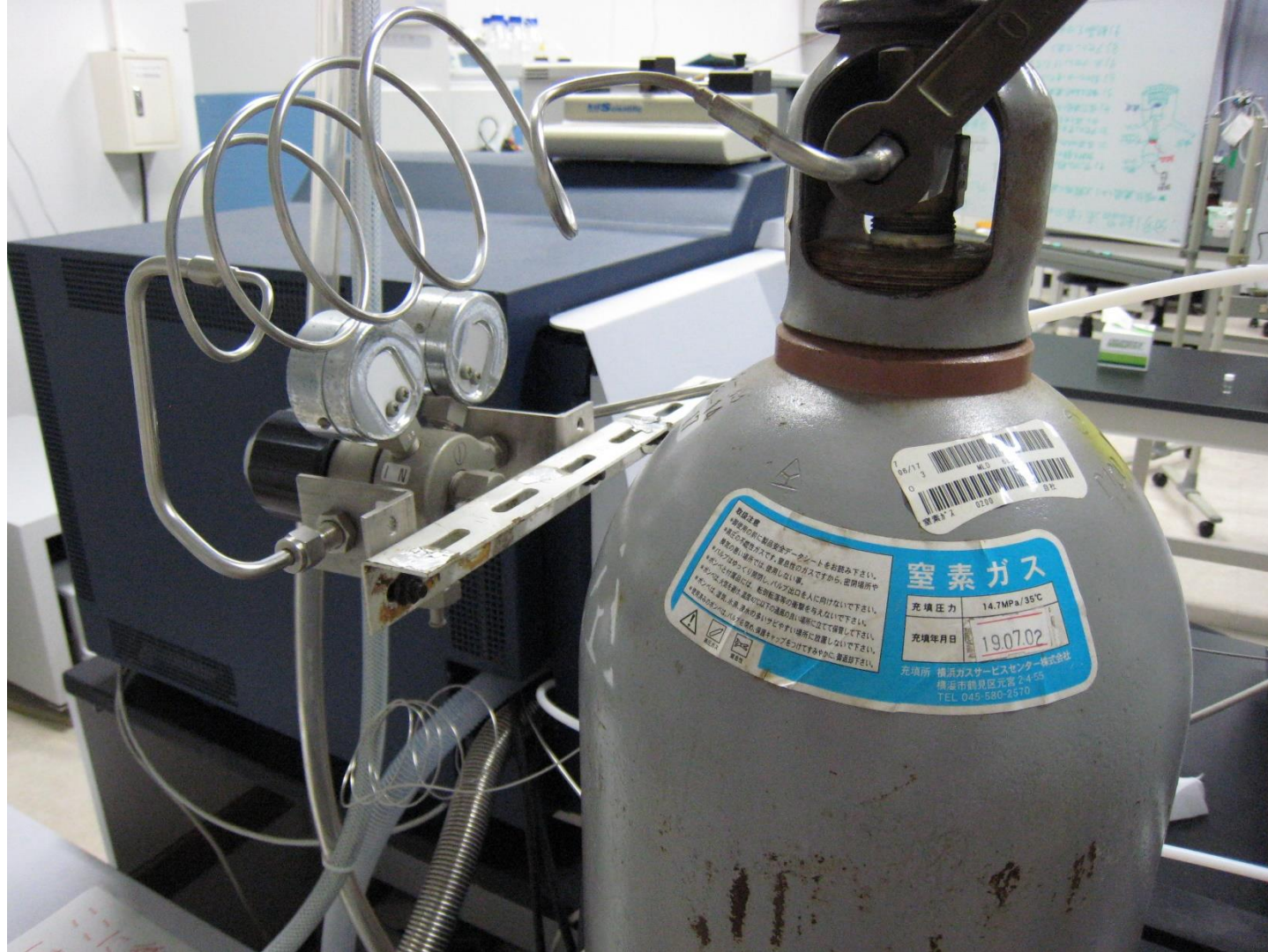
装置の背面

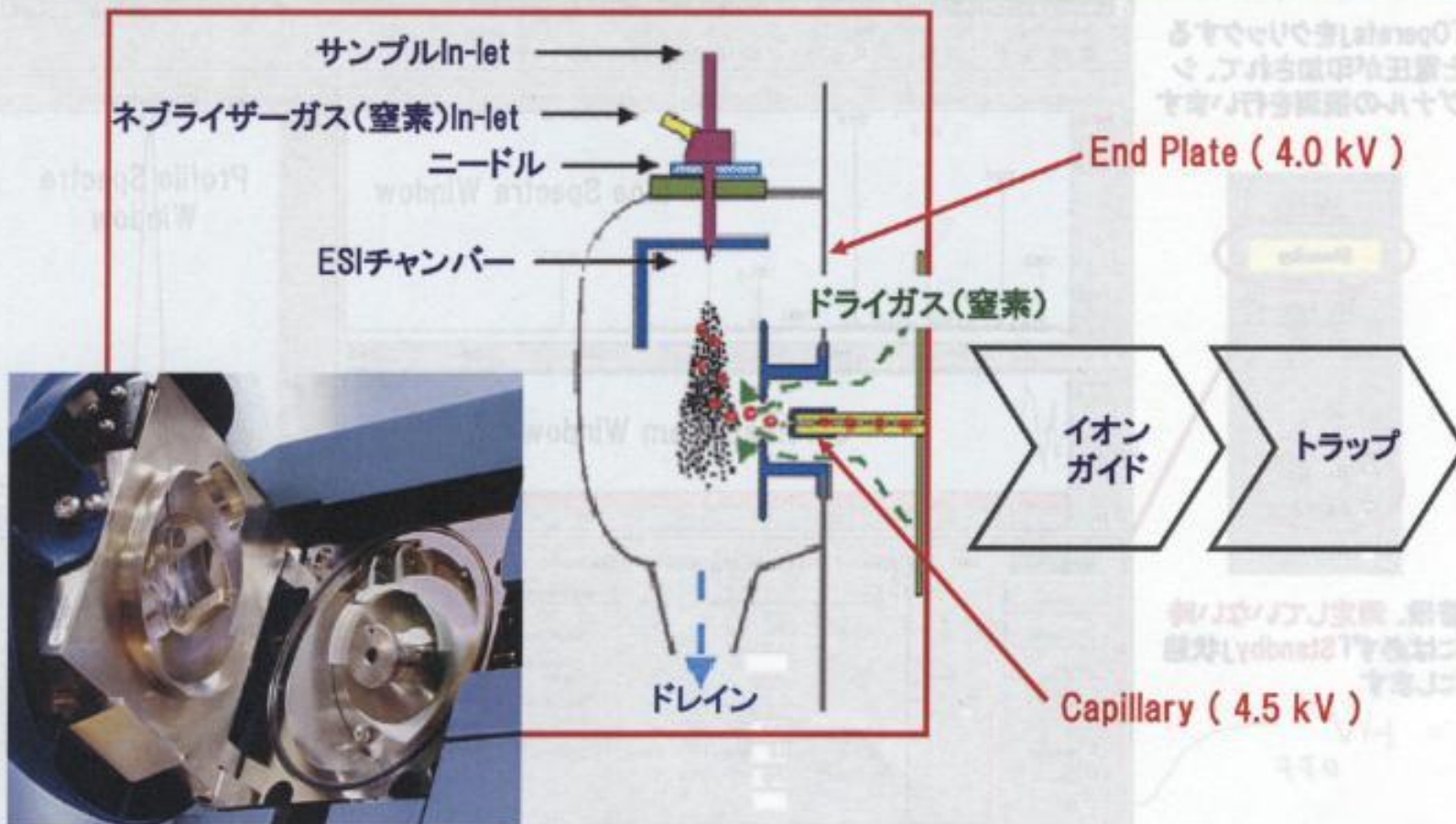


装置を真空排気するロータリーポンプ



ESIイオン源へ窒素ガスを流入させる

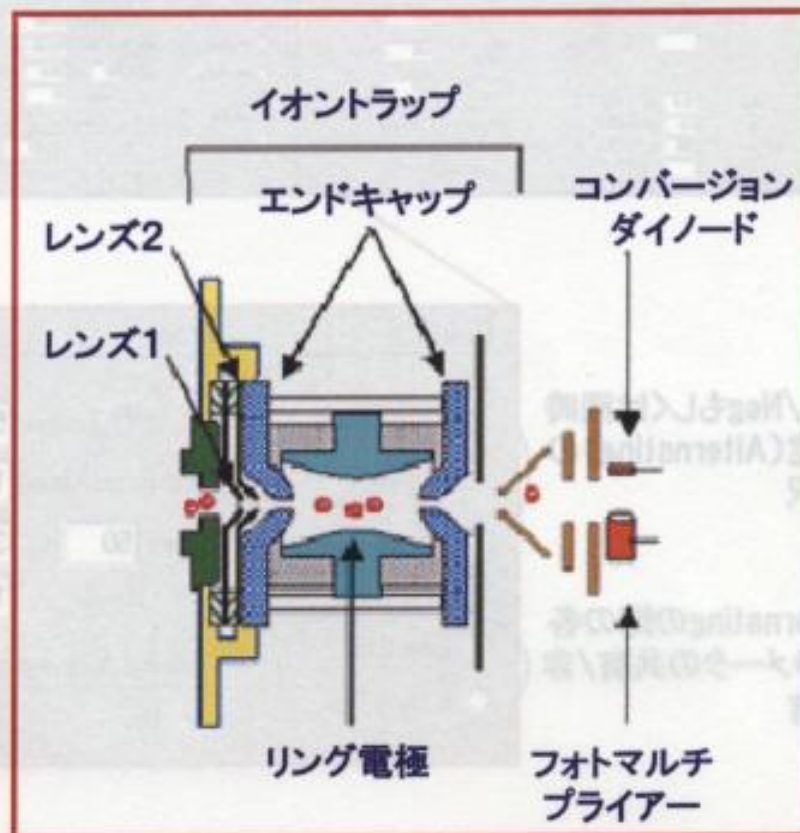




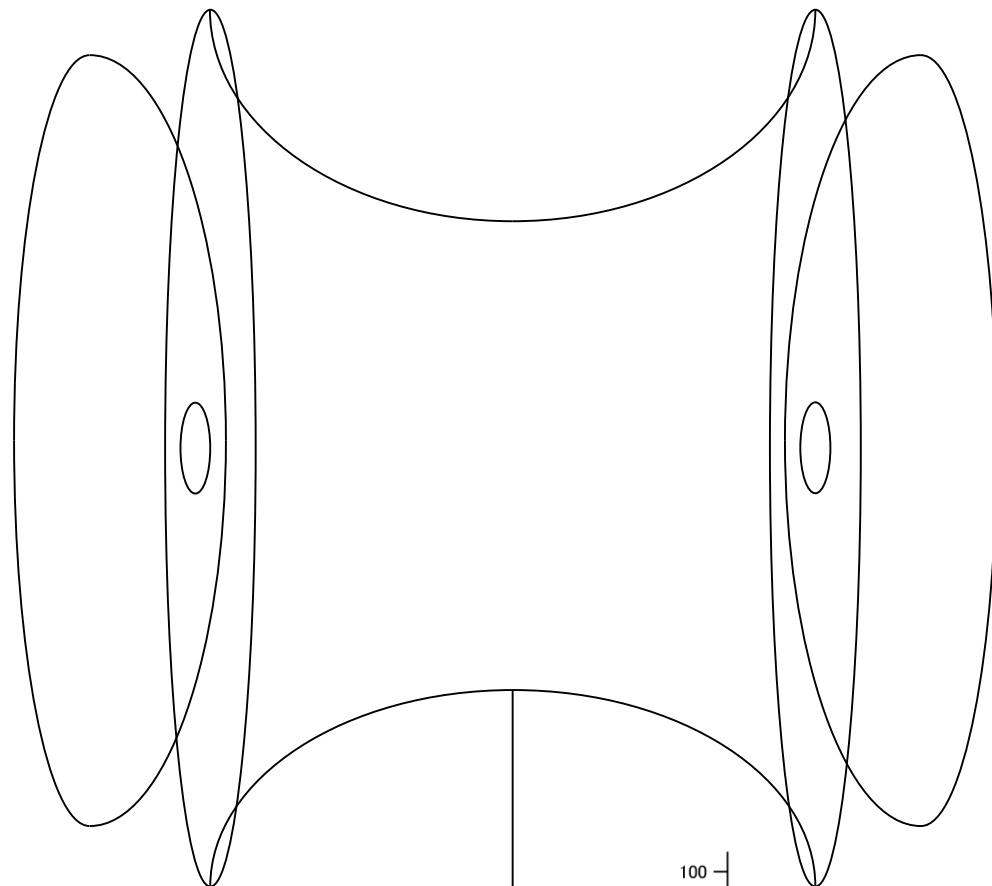
四重極イオントラップへHeガスを流入させる



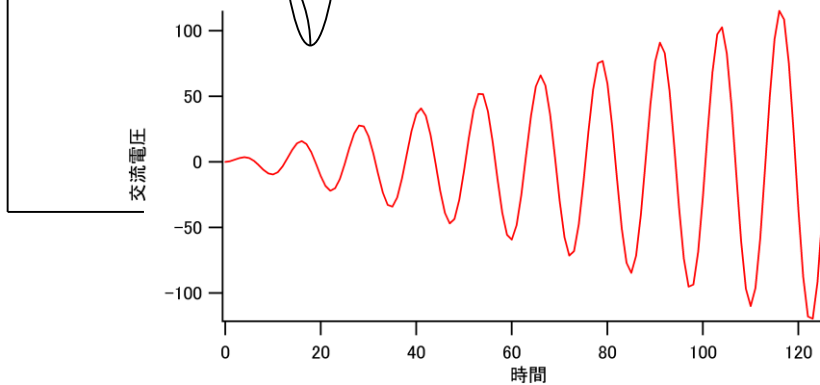
イオンラップ



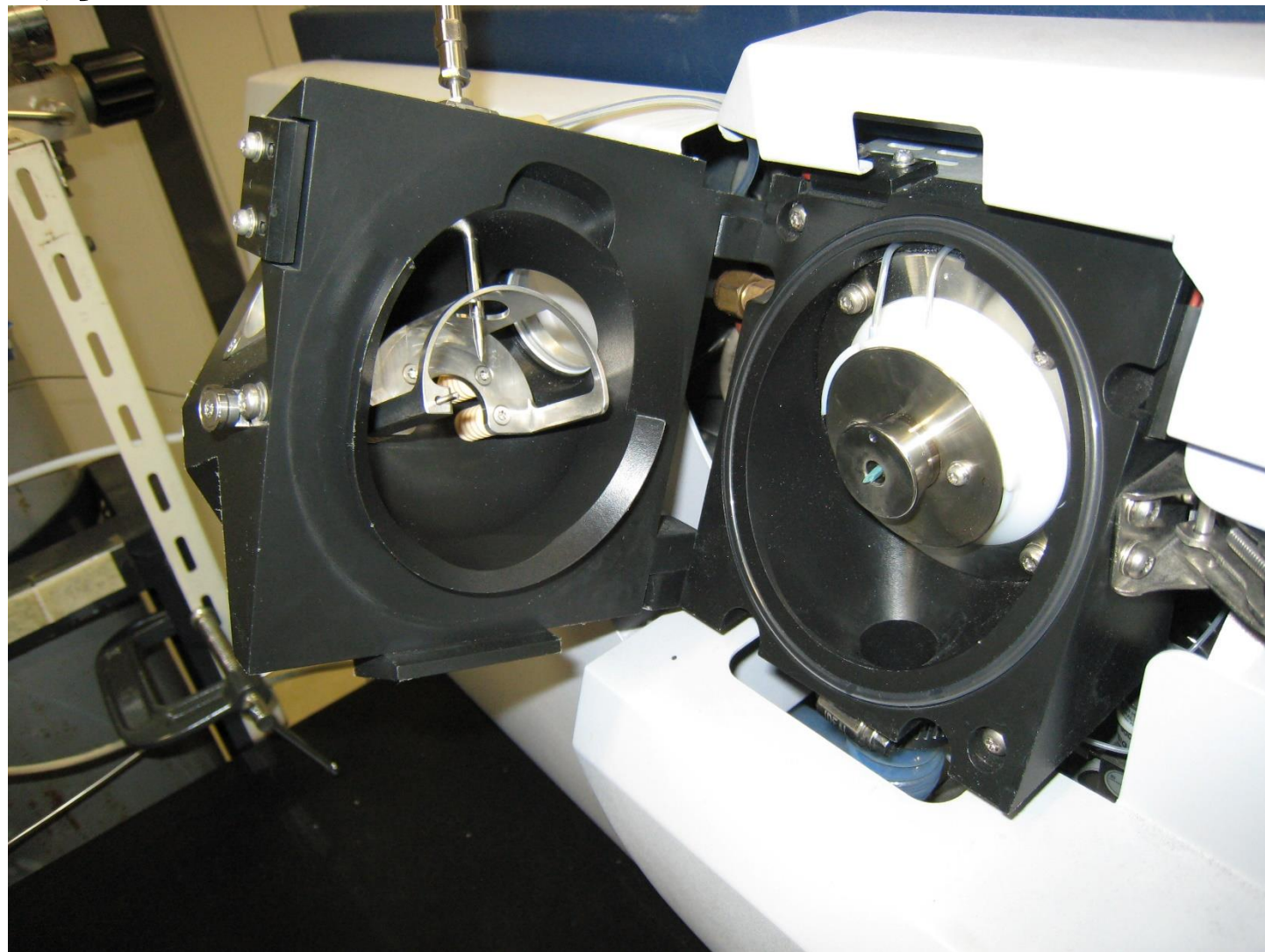
Quadrupole Ion Trap

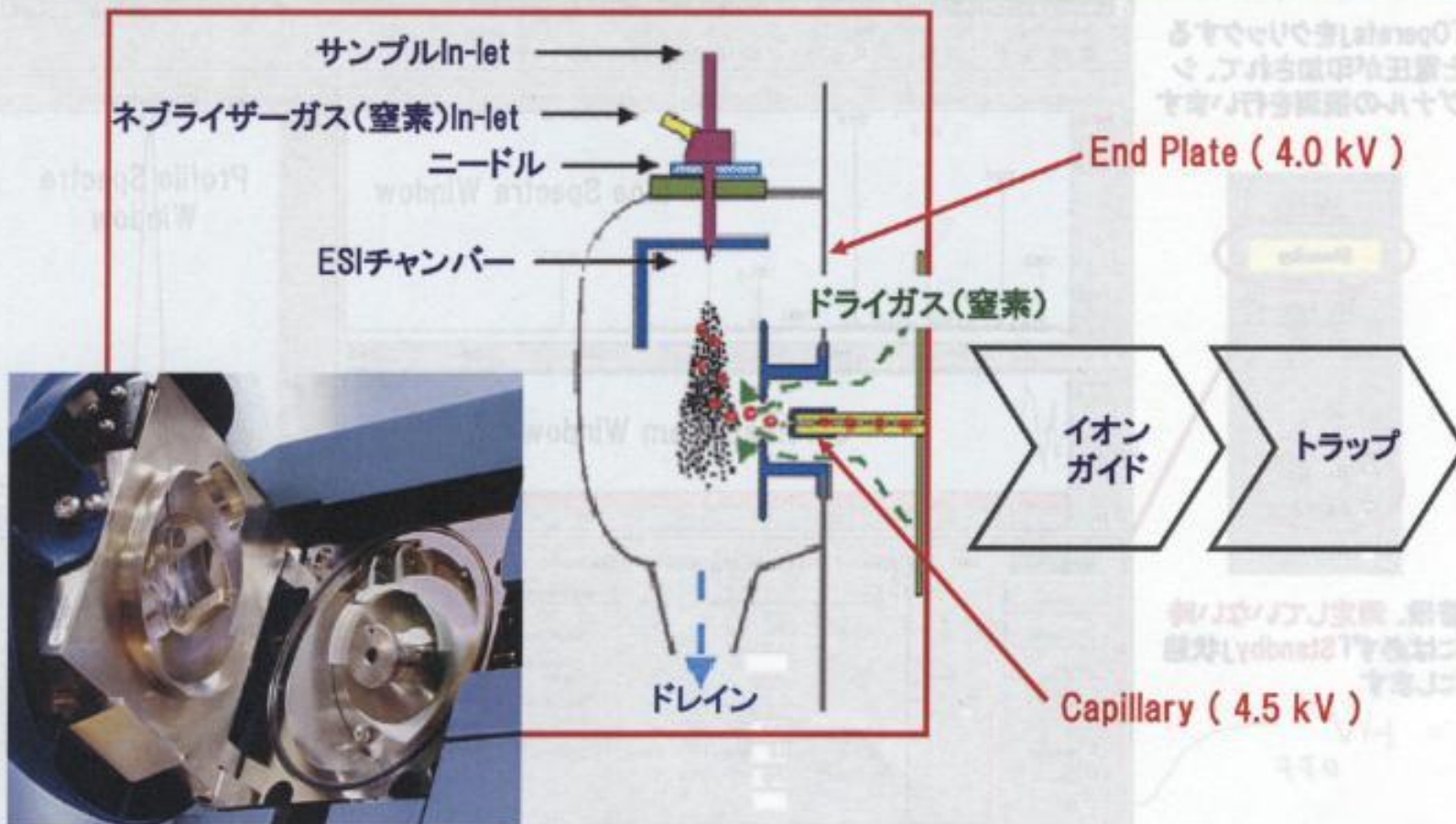


検出器



ESIイオン源

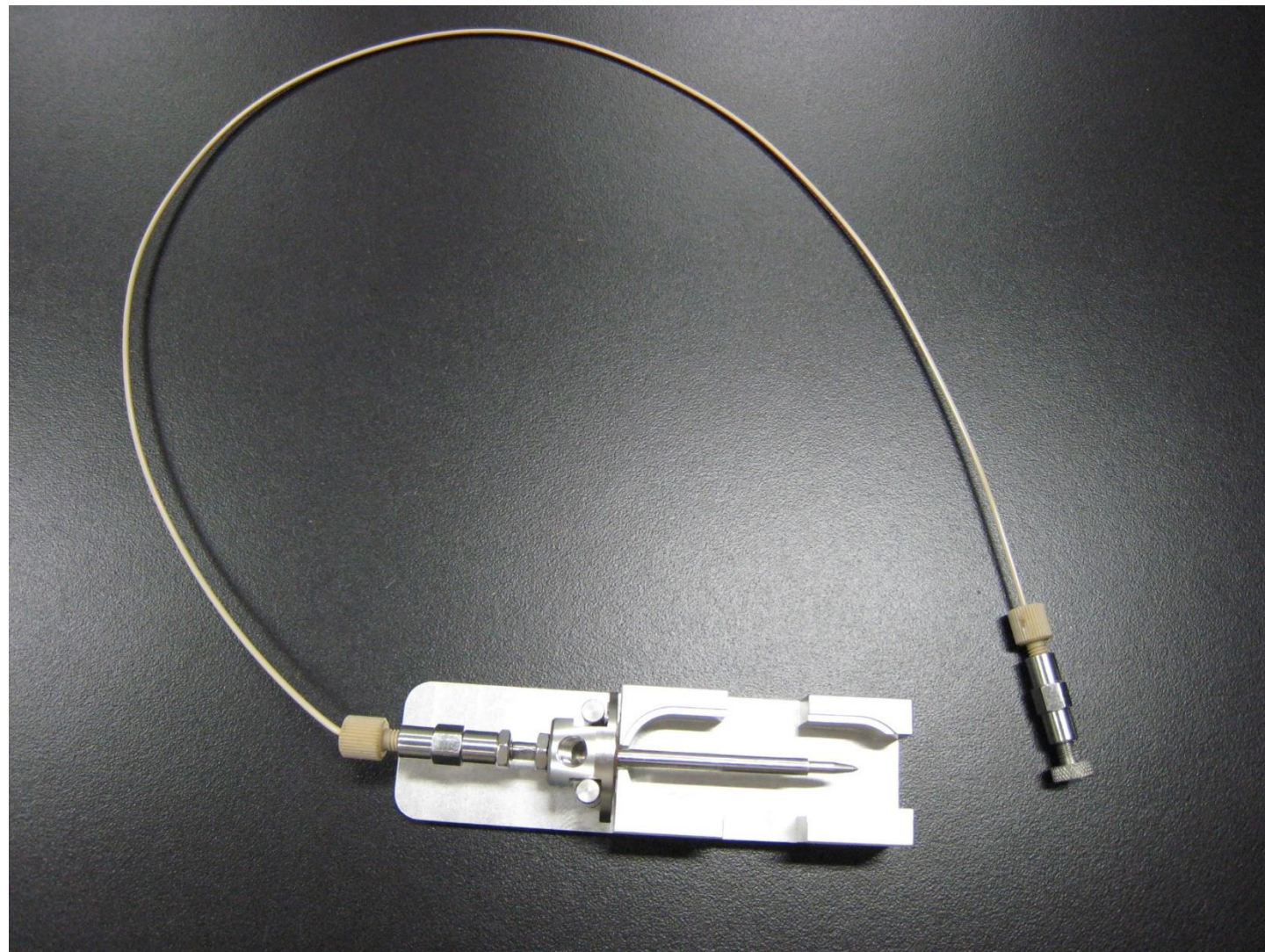




エレクトロスプレー導入部

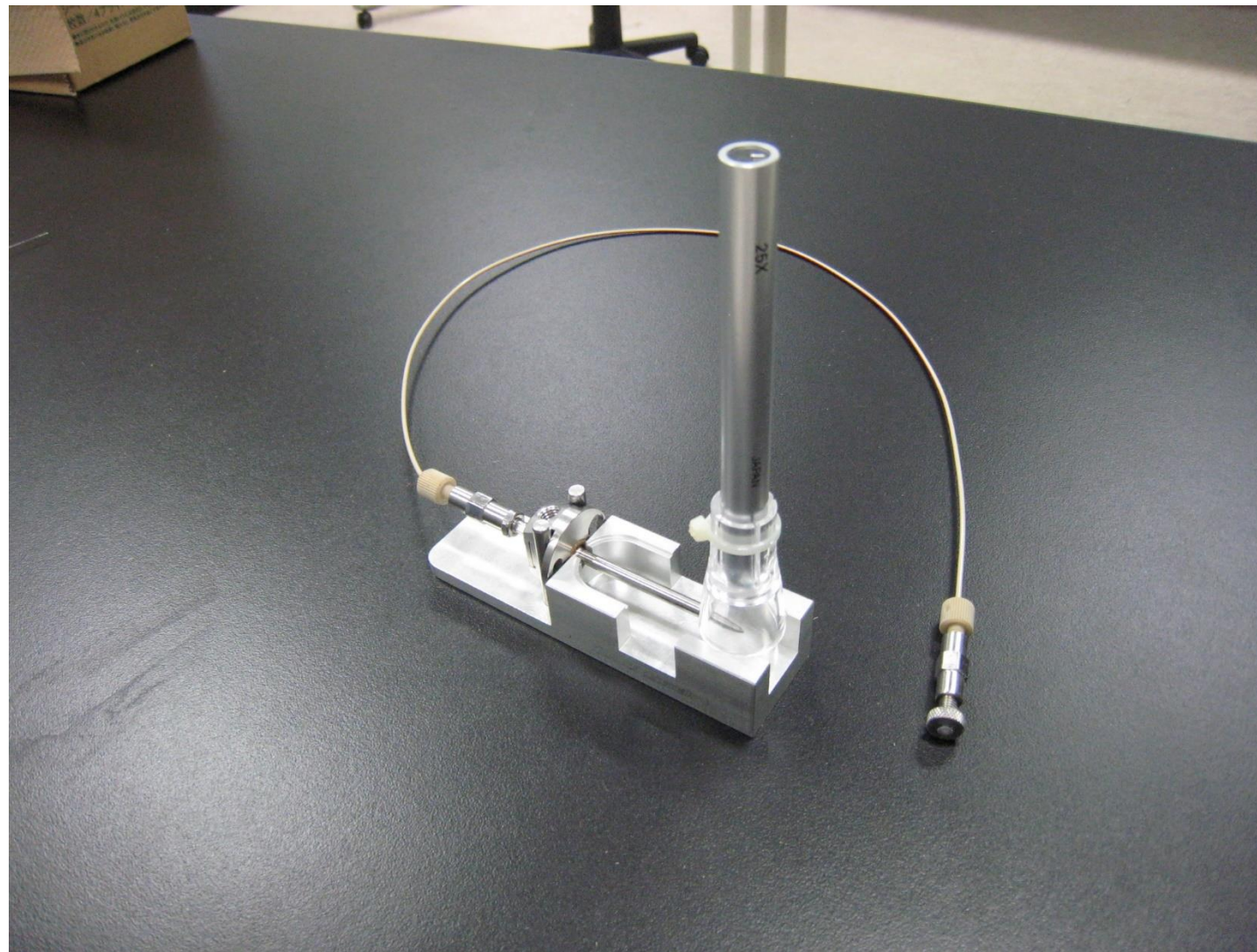


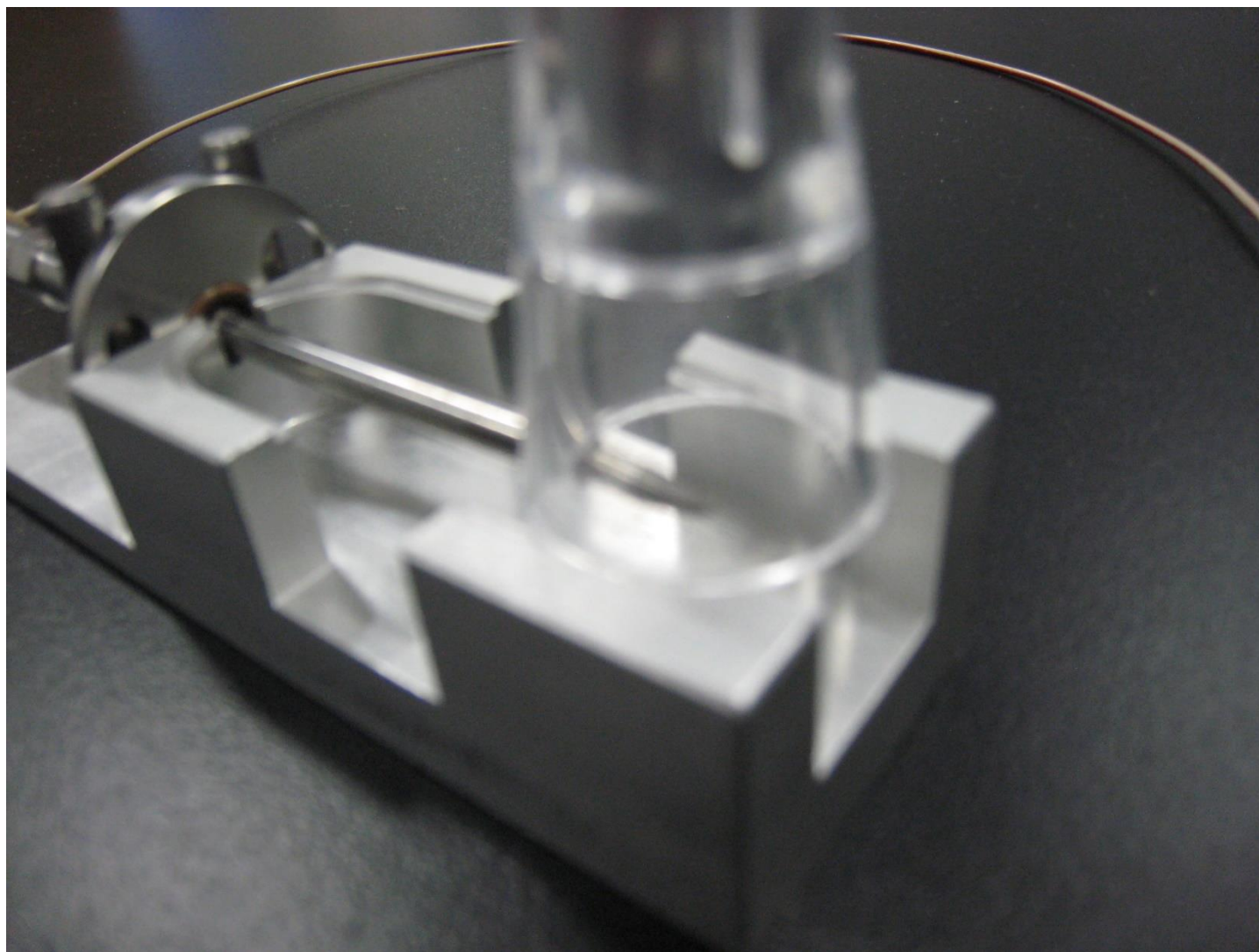
エレクトロスプレー

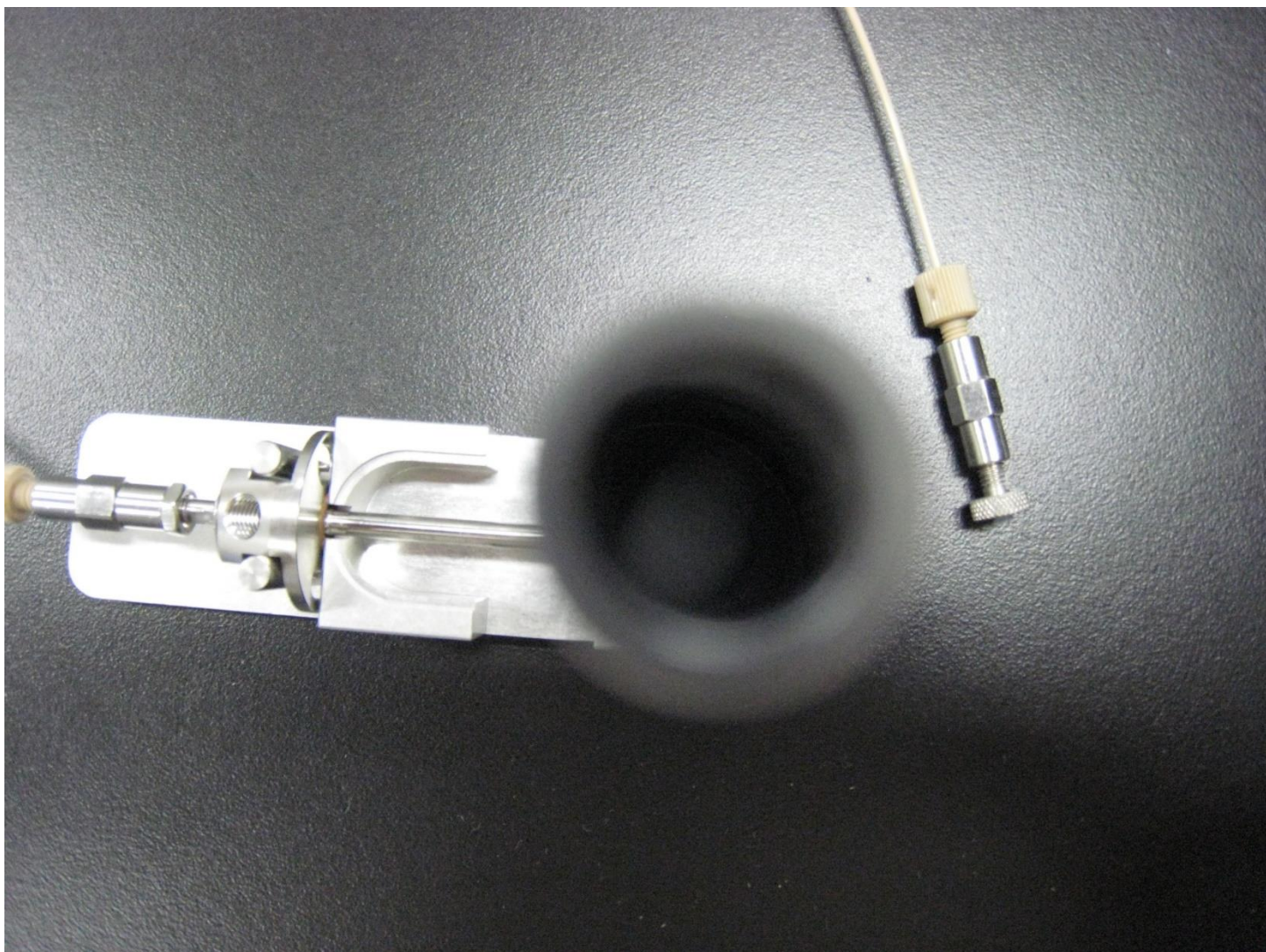


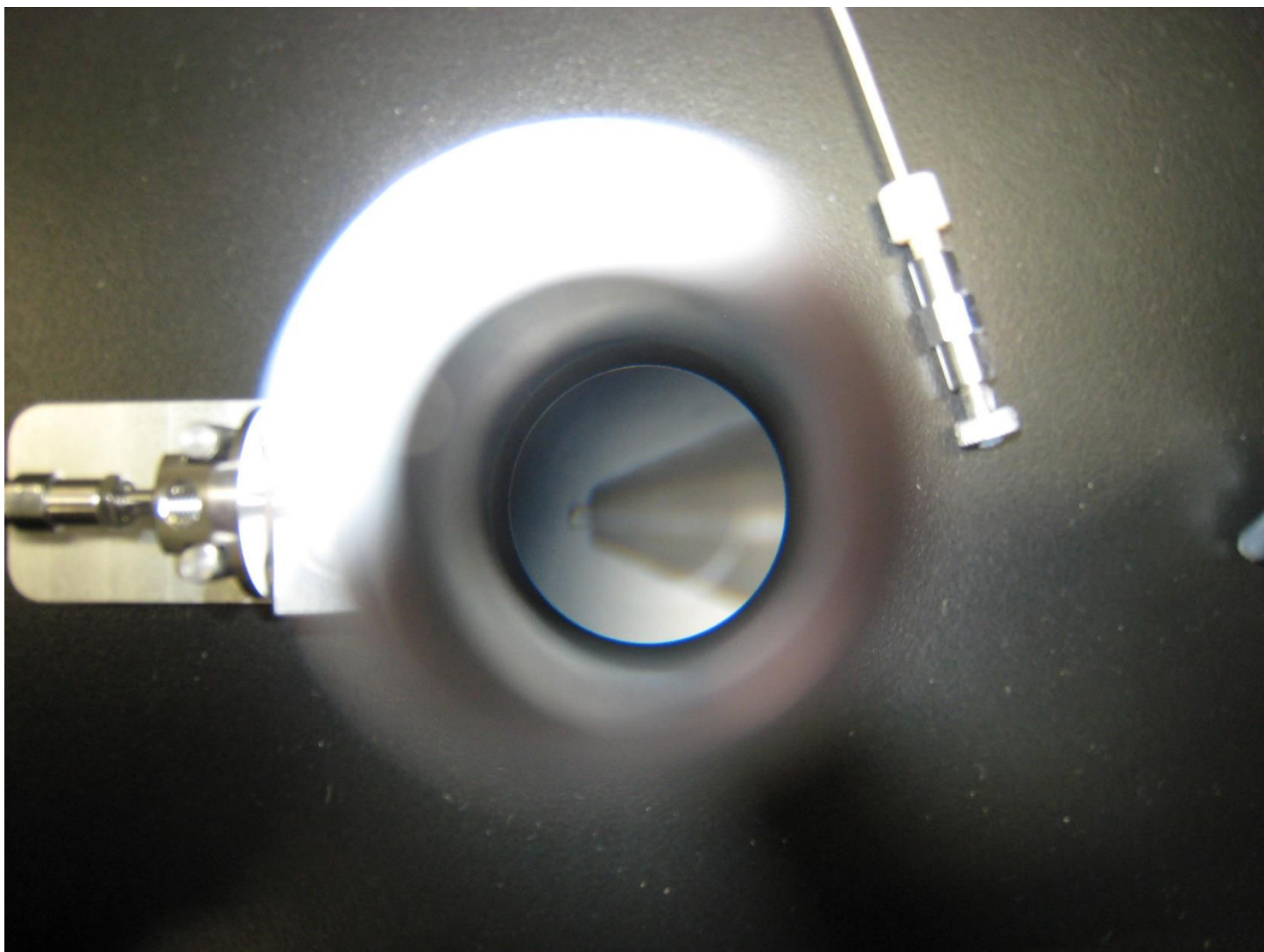


エレクトロスプレー先端の形状

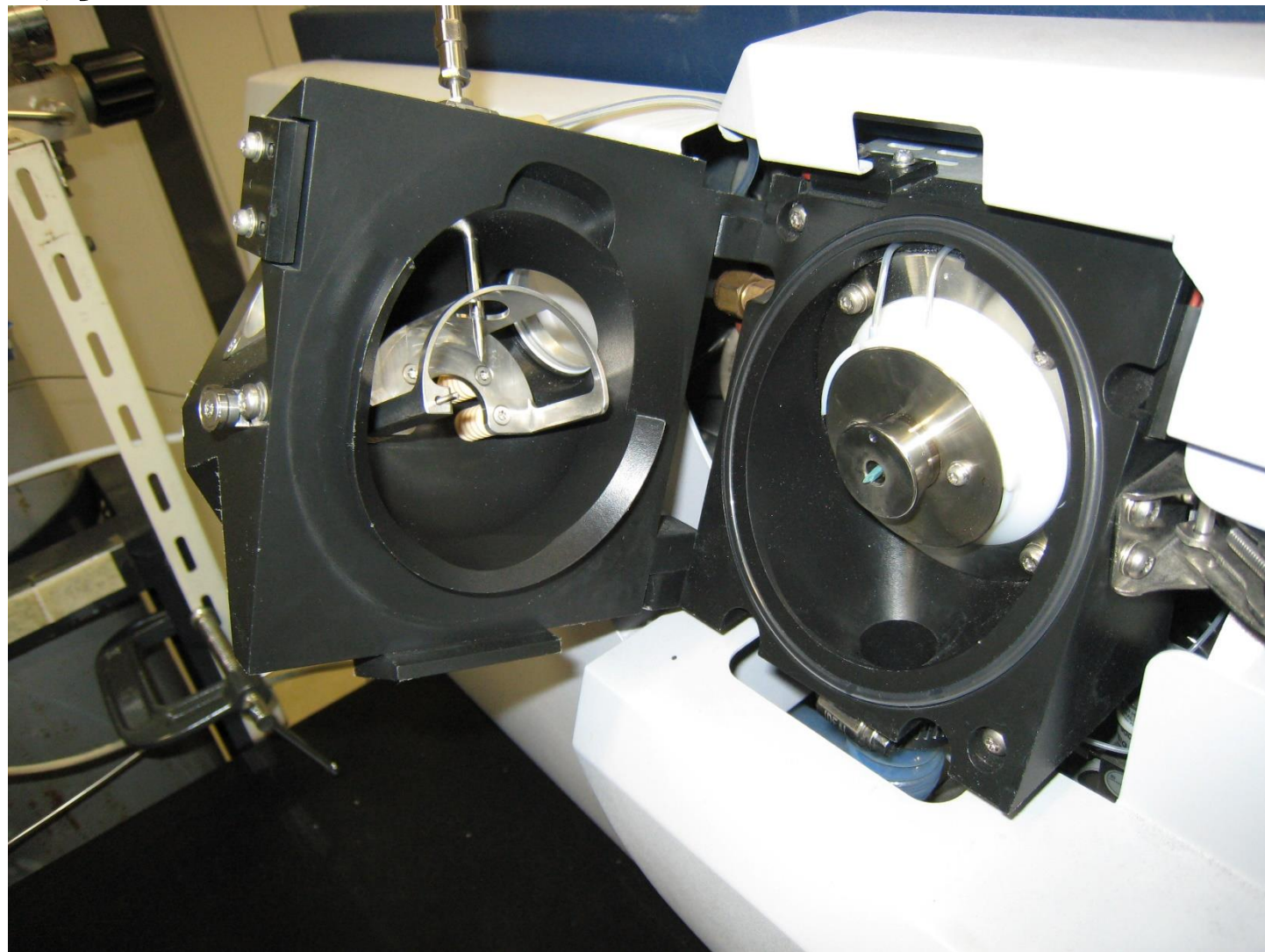


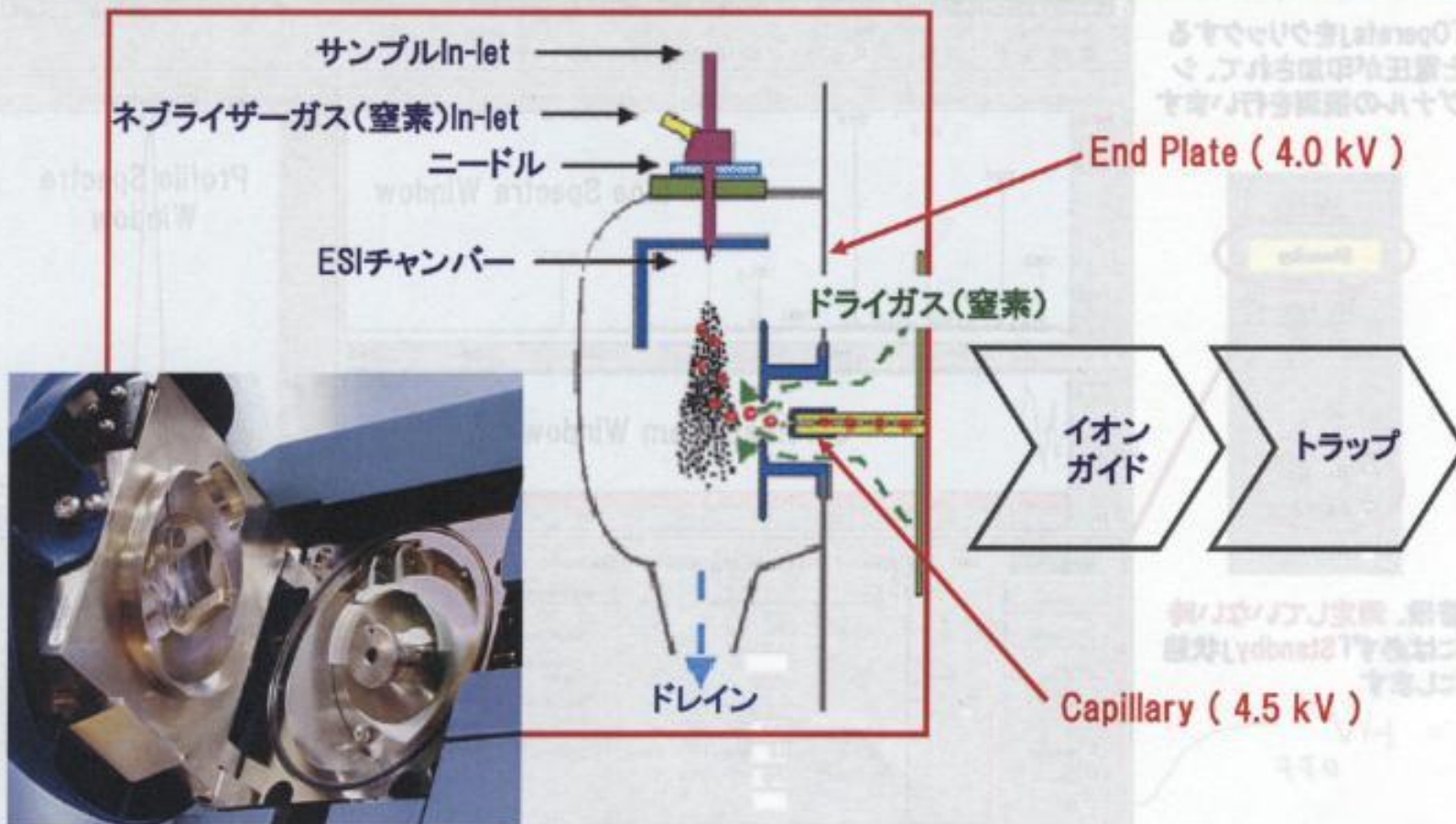






ESIイオン源

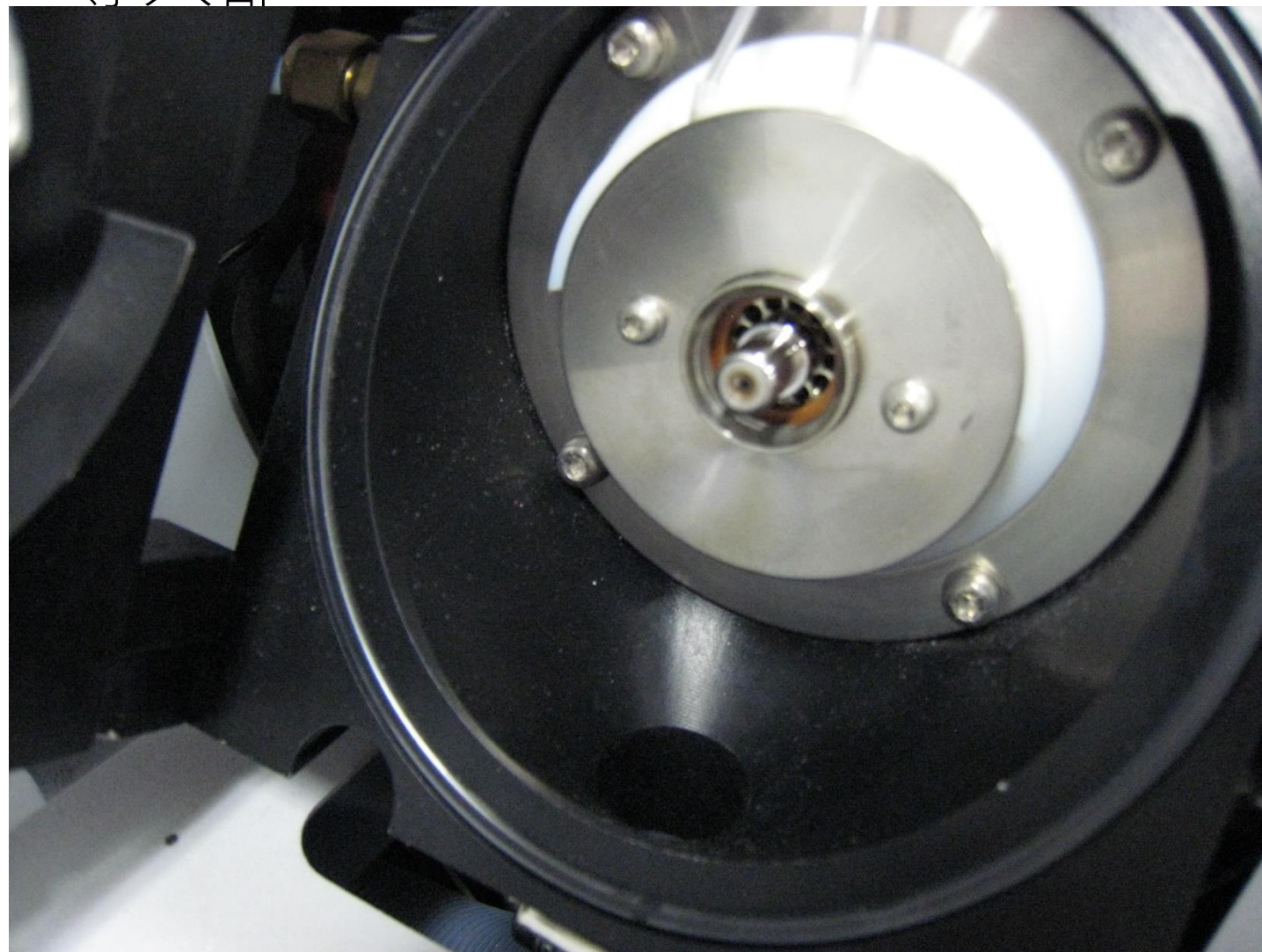


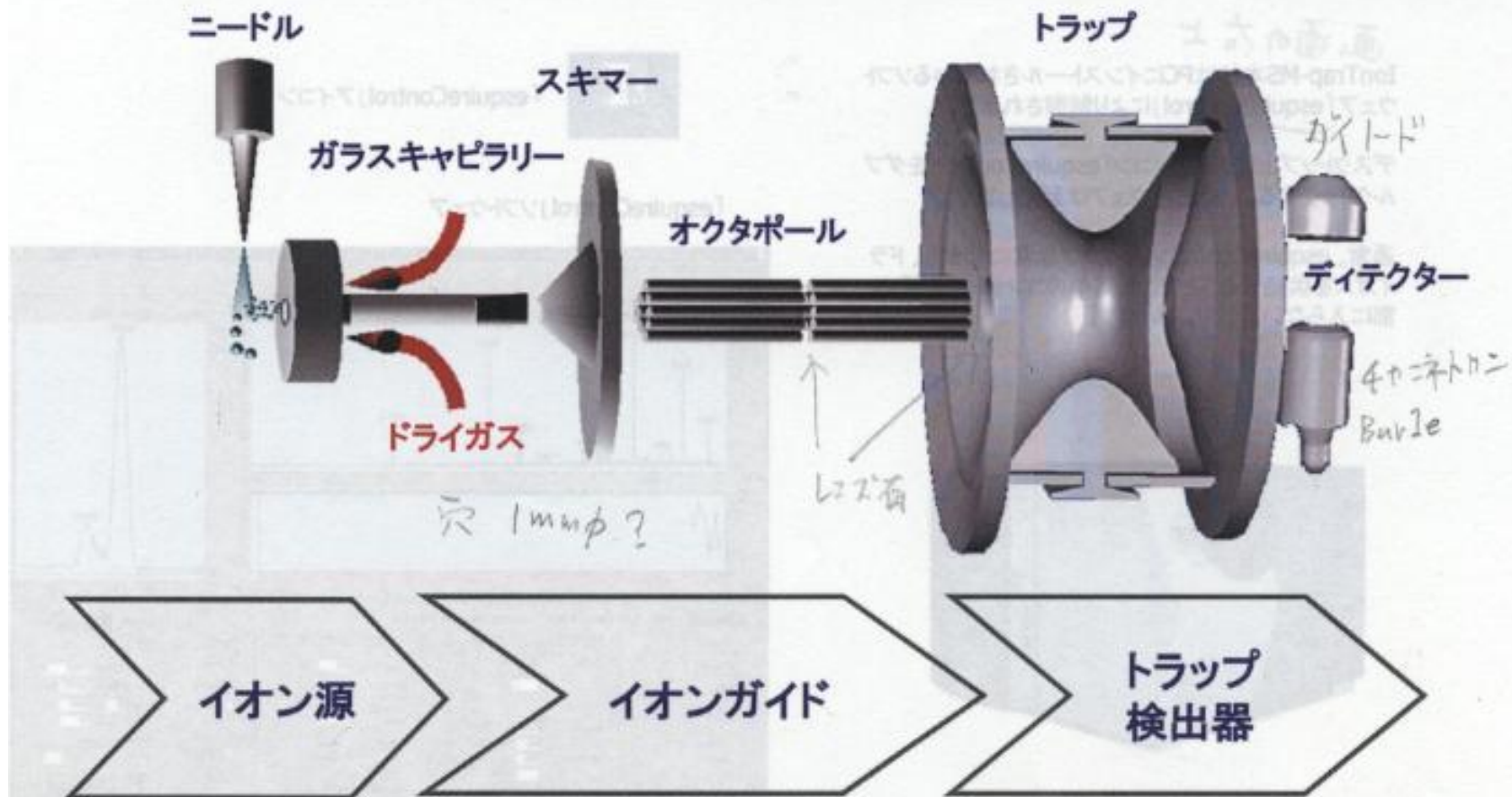


ネブライザーガス導入部



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



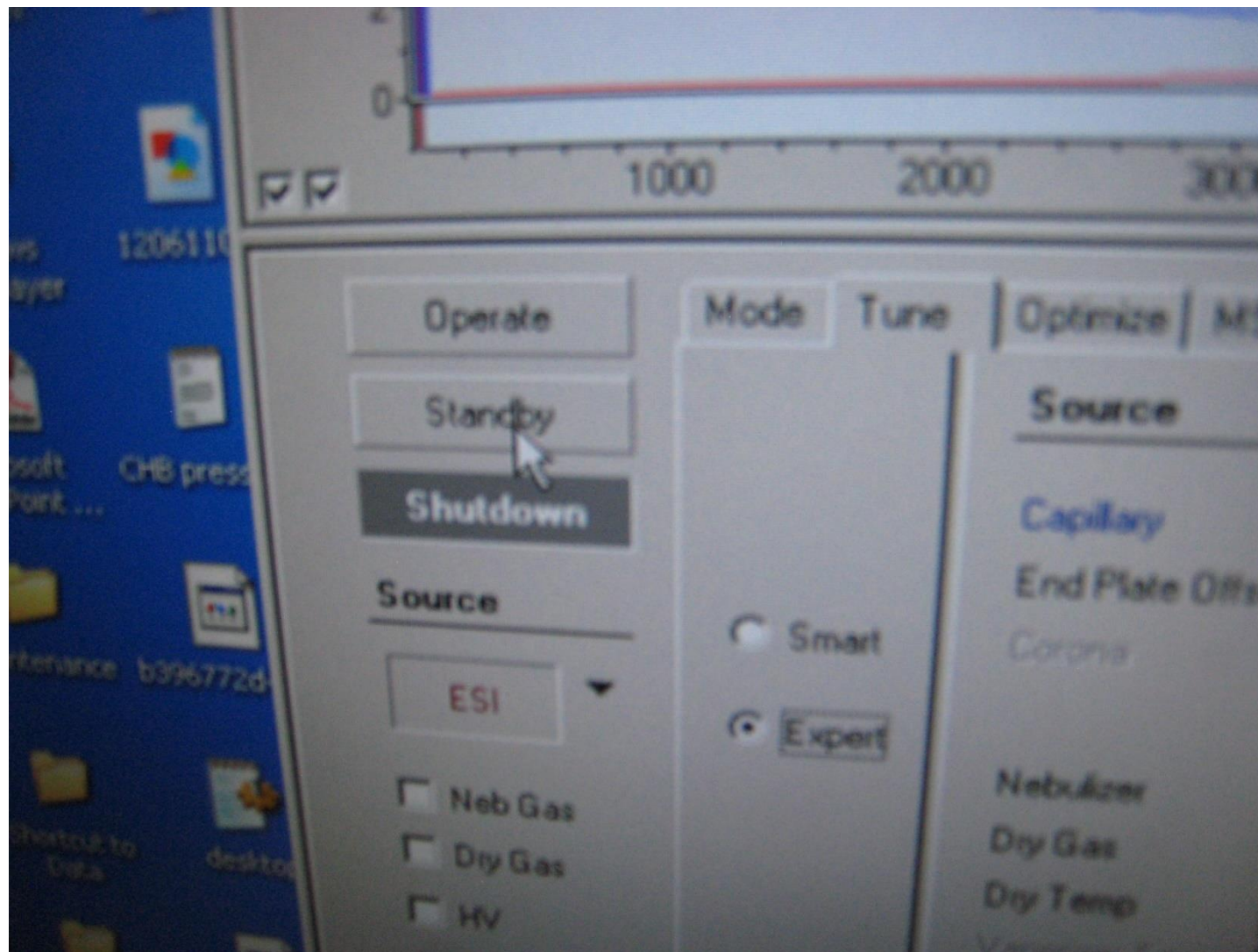
シリンジをシリンジポンプに装着する



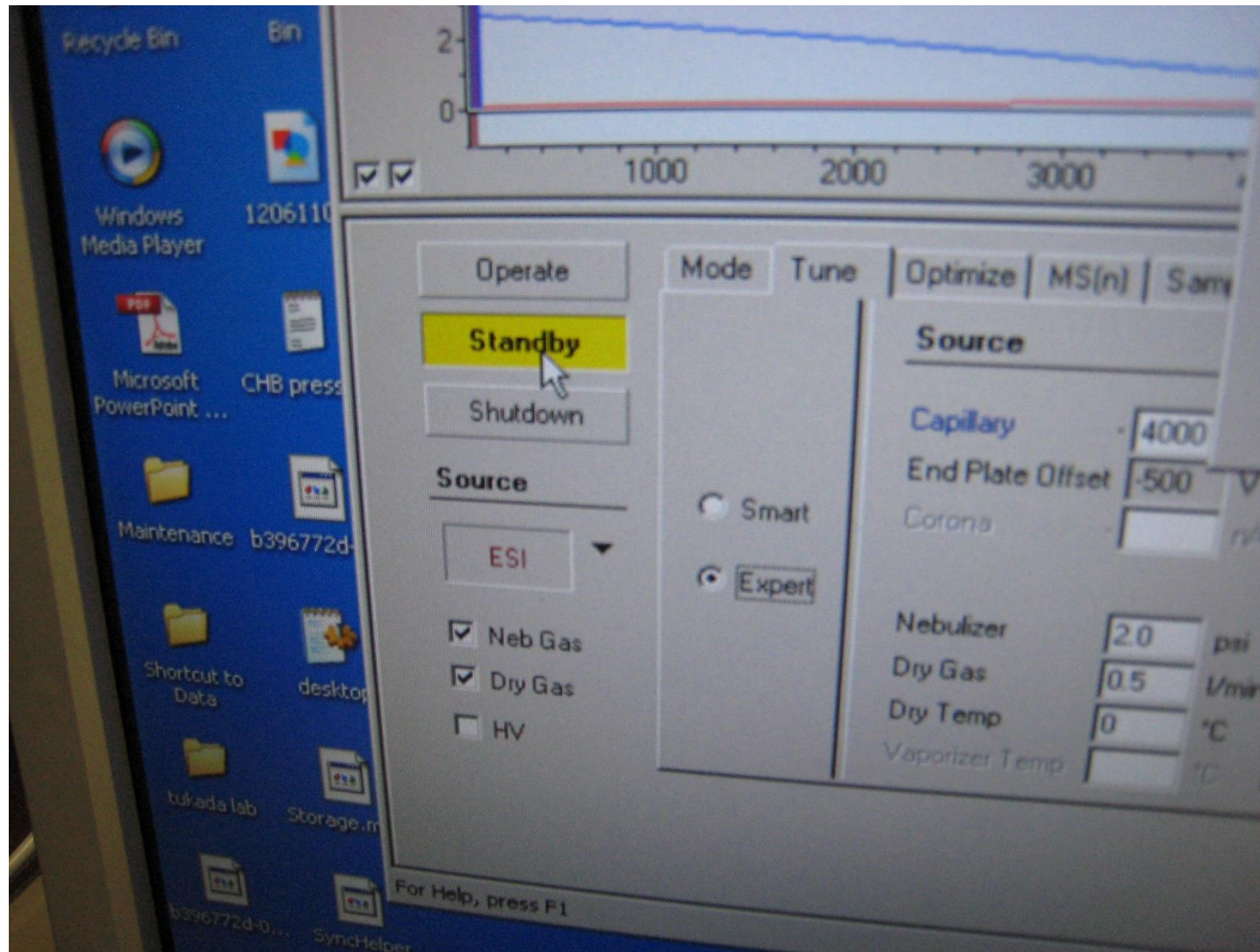
シリンジポンプを作動させる



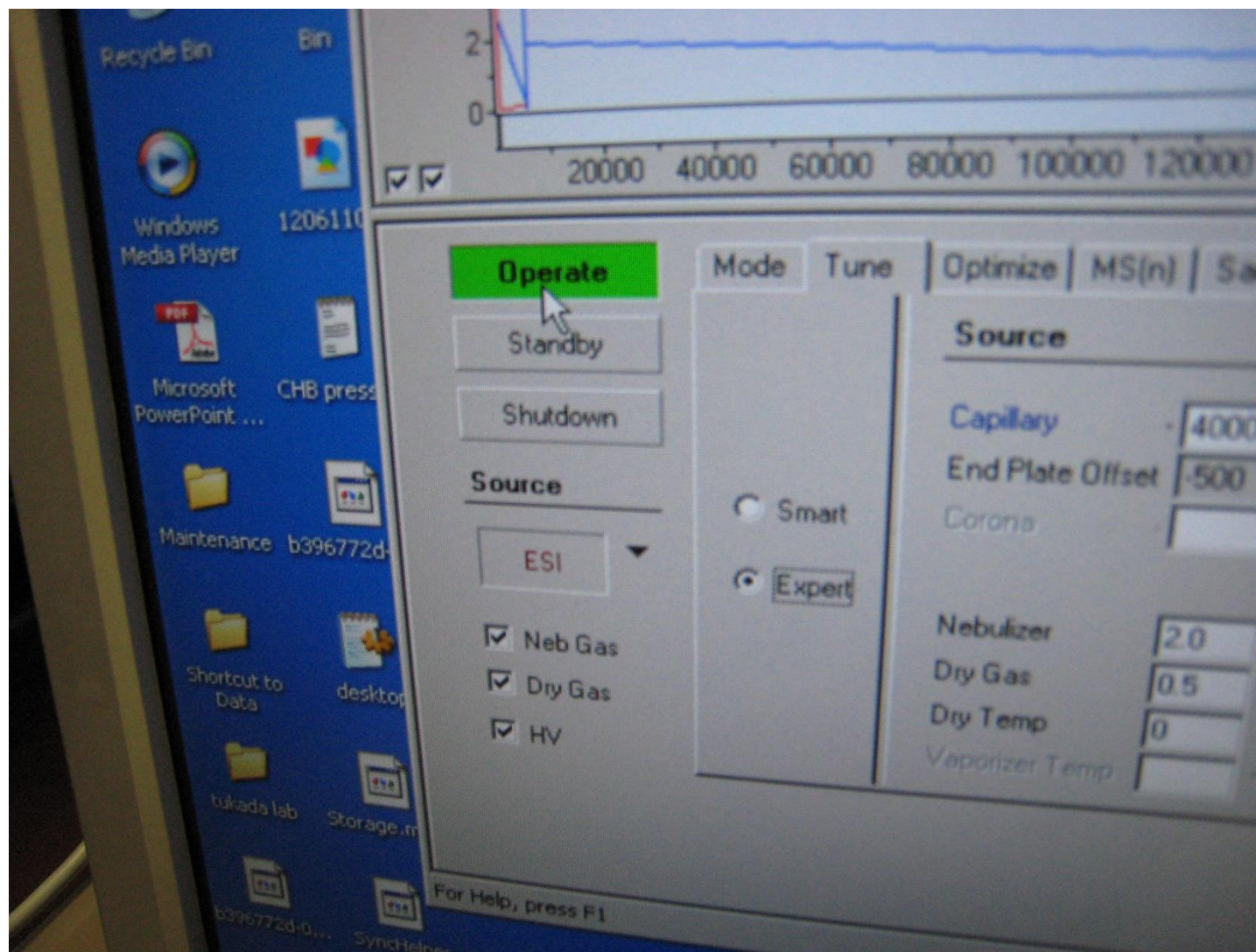
Shutdownから



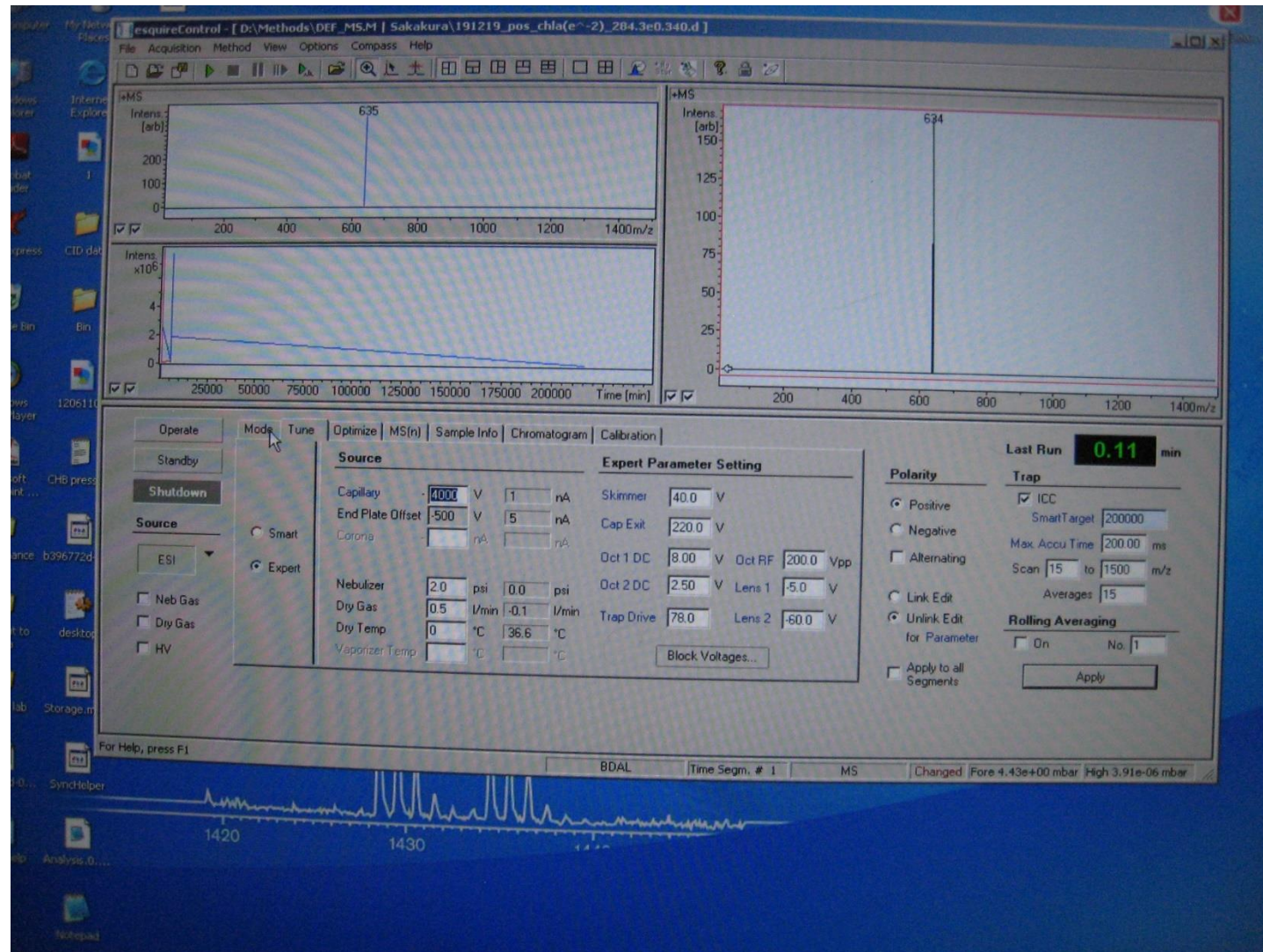
Standby^



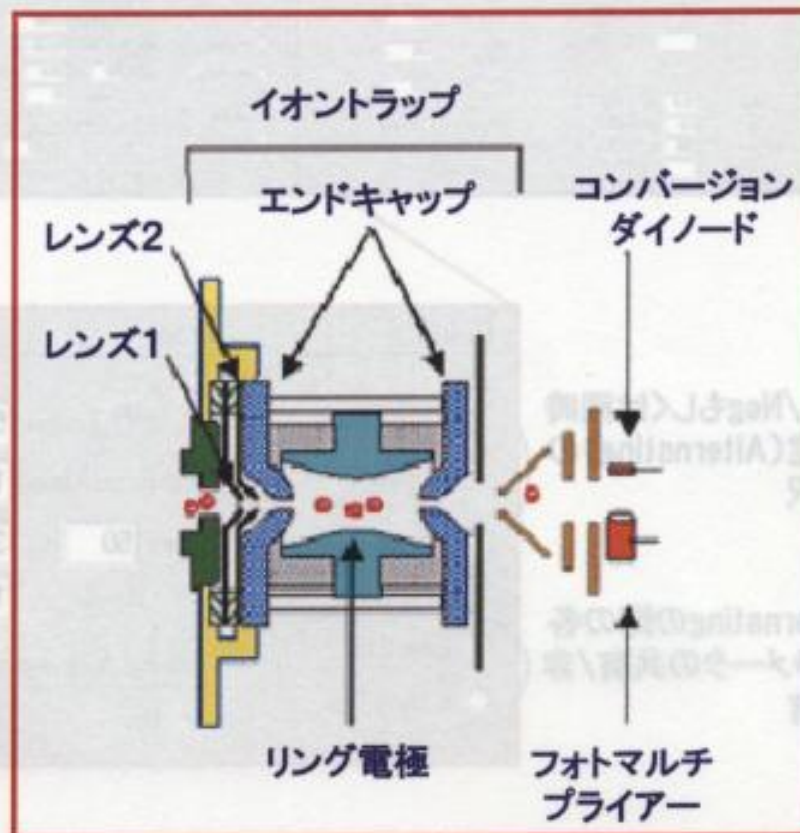
さらにOperateへ



マススペクトルが測定される



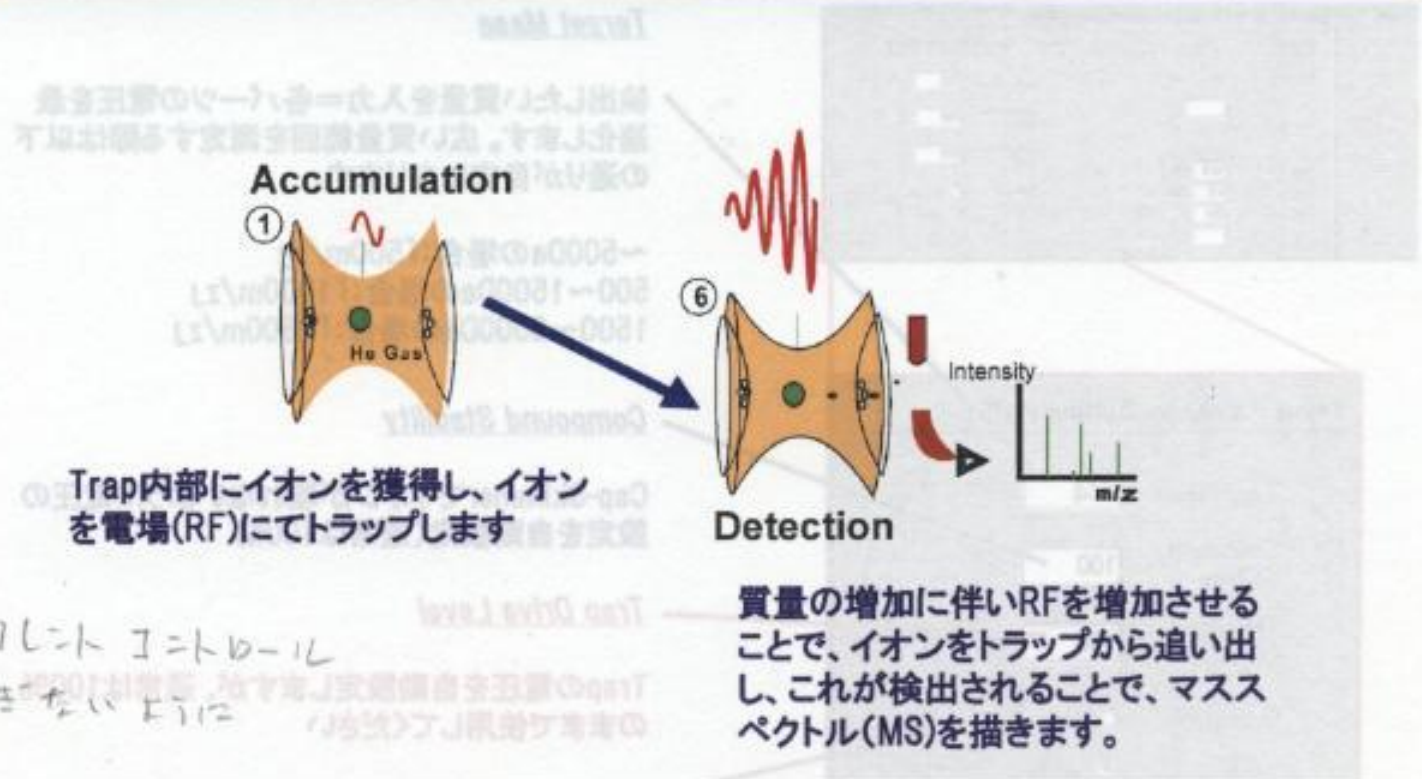
イオンラップ



イオンラップから検出 (MS測定)



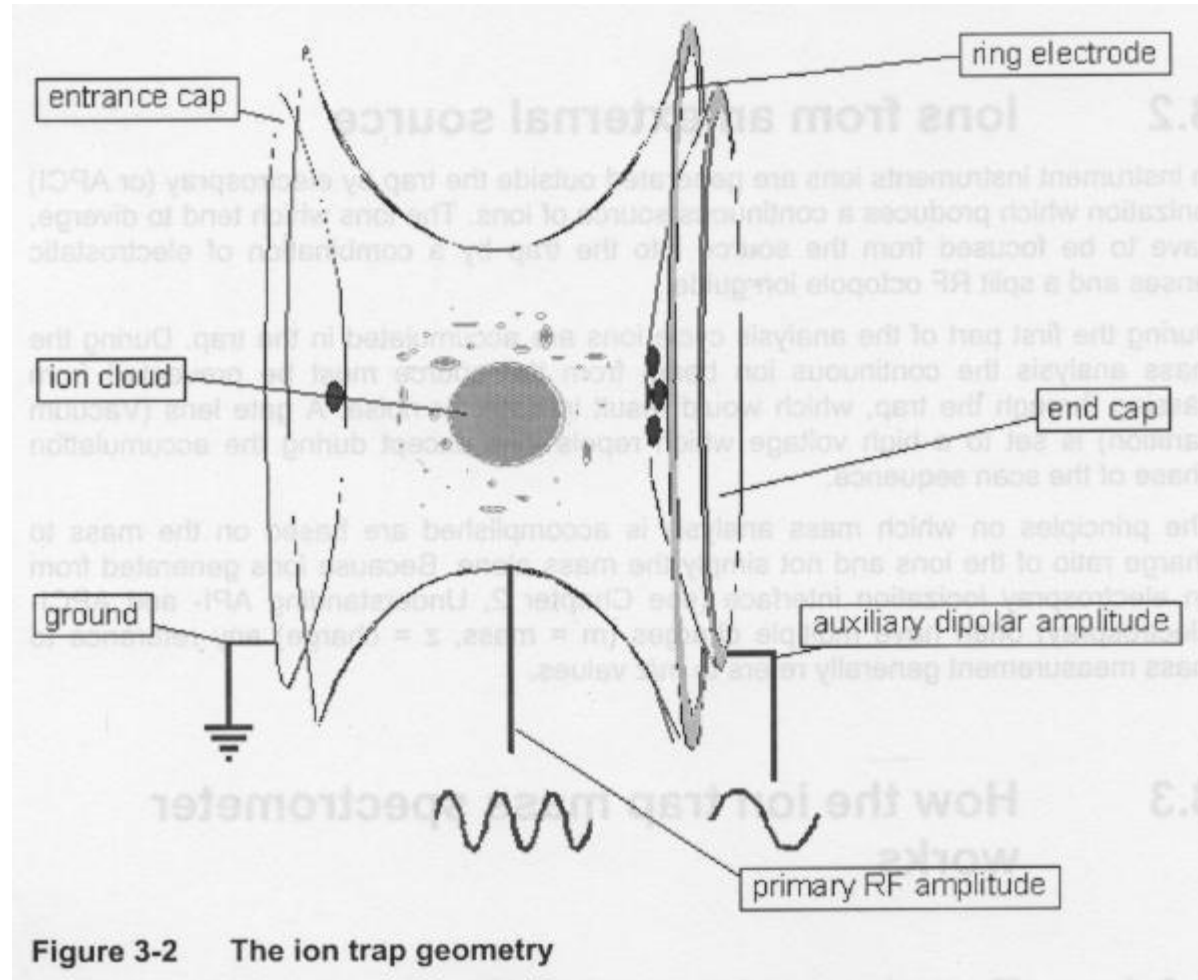
HCT Training : Ion Trap MS



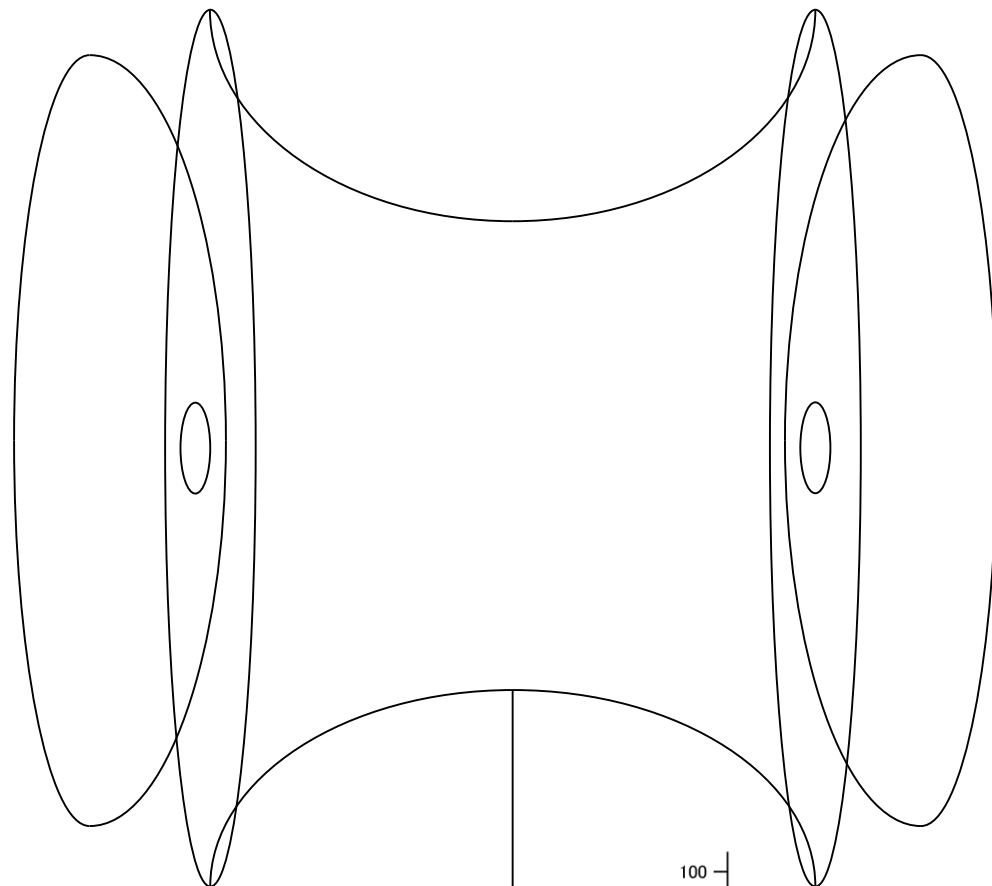
Trap内部にイオンを獲得し、イオンを電場(RF)にてトラップします

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。

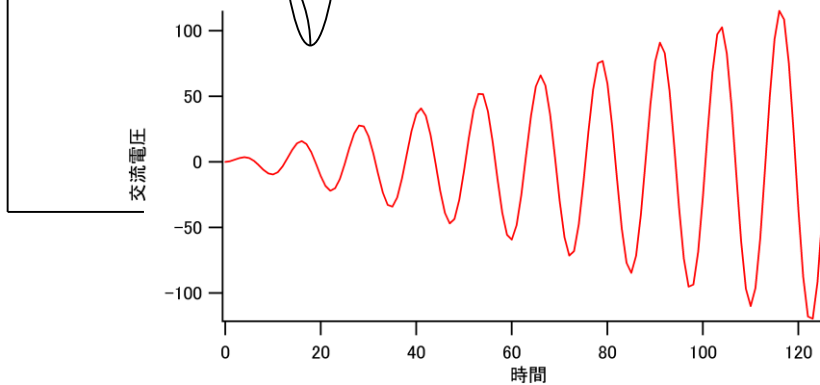
ICL イオンカレントコントロール
イオンが蓄積しないように
TRAP中の



Quadrupole Ion Trap



検出器



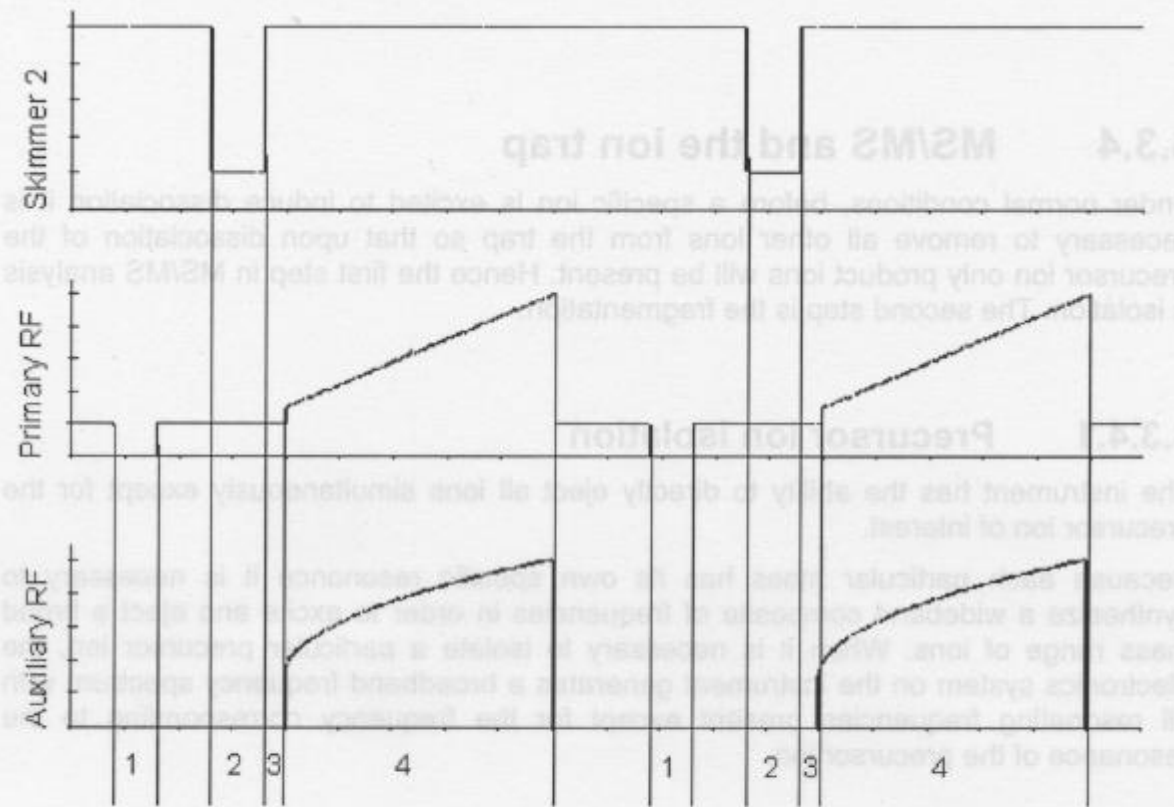


Figure 3-5 The important scan segments for an MS scan

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

講義資料・第二部へ続く・・・

※備考 自然科学実験1a・スケジュール

スケジュール			実施方法
9月28日	第1回	IR概論	Zoom
10月5日	第2回	NMR概論	Zoom
10月12日	第3回	MS概論	Zoom
10月19日	第4回	ガイダンス, 機器実験1	対面 or Zoom
10月26日	第5回	機器実験2	対面 or Zoom
11月2日	-	-	-
11月9日	第6回	機器実験3	対面 or Zoom
11月16日	第7回	機器実験4	対面 or Zoom
11月23日	第8回	機器実験5	対面 or Zoom
11月30日	第9回	機器実験6	対面 or Zoom
12月7日	第10回	シミュレーション実験1	Zoom
12月14日	第11回	シミュレーション実験2	Zoom
12月21日	第12回	シミュレーション実験3	Zoom
1月4日	第13回	シミュレーション実験4	Zoom
1月18日	第14回	シミュレーション実験5	Zoom
1月25日	第15回	シミュレーション実験6	Zoom