

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25日、11月15日、11月29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 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/sci%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

実習での測定結果・レポート作成、提出用資料を  
下記のURLから適宜ダウンロードしてください。

[https://yokohamacu-my.sharepoint.com/personal/nonose\\_yokohama-cu\\_ac\\_jp/\\_layouts/15/onedrive.aspx?id=%2Fpersonal%2Fnonose%5Fyokohama%2Dcu%5Fac%5Fjp%2FDocuments%2F%E5%85%A8%E5%93%A1%E3%81%A8%E5%85%B1%E6%9C%89%2F2021%E8%87%AA%E7%84%B6%E7%A7%91%E5%AD%A6%E5%AE%9F%E9%A8%931a%E3%83%BB%E8%AC%9B%E7%BE%A9%E8%B3%87%E6%96%99](https://yokohamacu-my.sharepoint.com/personal/nonose_yokohama-cu_ac_jp/_layouts/15/onedrive.aspx?id=%2Fpersonal%2Fnonose%5Fyokohama%2Dcu%5Fac%5Fjp%2FDocuments%2F%E5%85%A8%E5%93%A1%E3%81%A8%E5%85%B1%E6%9C%89%2F2021%E8%87%AA%E7%84%B6%E7%A7%91%E5%AD%A6%E5%AE%9F%E9%A8%931a%E3%83%BB%E8%AC%9B%E7%BE%A9%E8%B3%87%E6%96%99)

- 2021自然科学実験1a・講義資料1
- 2021自然科学実験1a・講義資料2
- 2021自然科学実験1a測定結果  
※ この資料をレポート作成にお使いください。

あるいは

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

# エレクトロスプレーイオン化法の原理

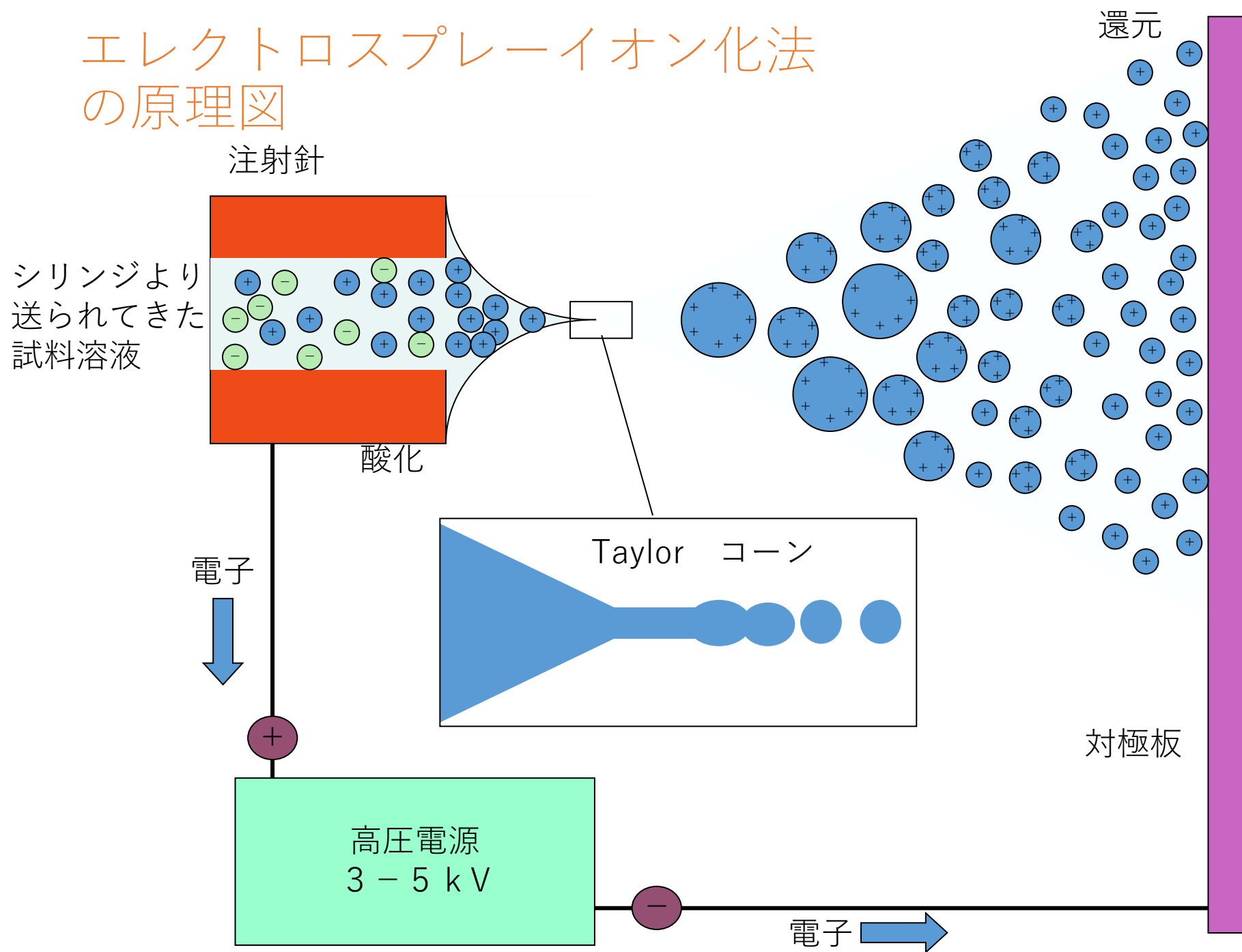
エレクトロスプレーイオン化法（ESI）とは、生体分子・有機分子を非破壊的に、溶液中から真空中へ導入するソフトなイオン化法である。大きな分子量を持ち、不揮発性で電荷を帯びる分子の質量分析にはきわめて有用である。

- 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。

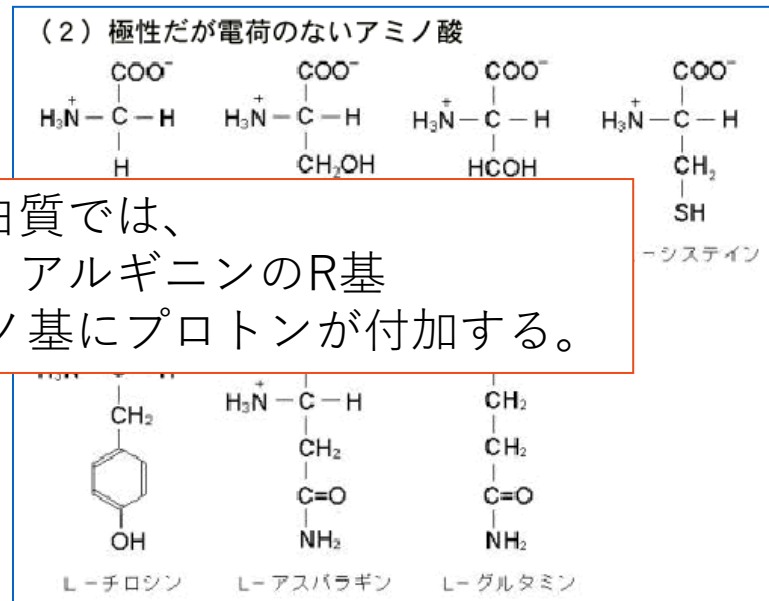
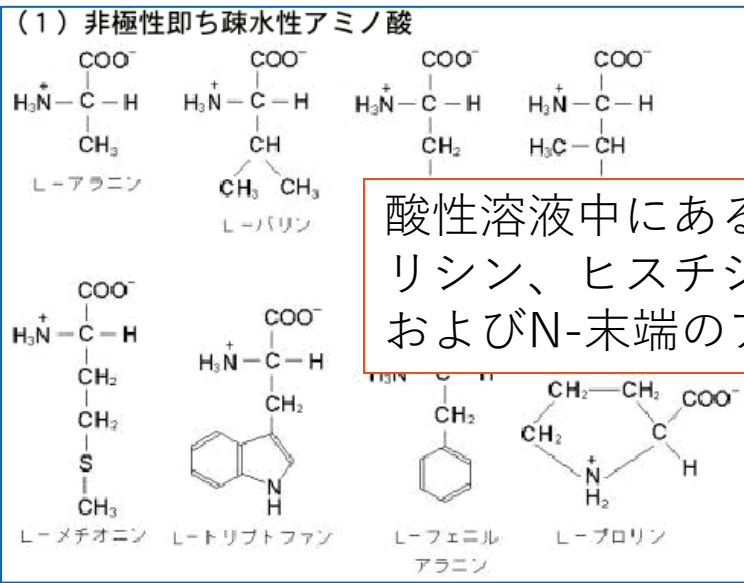
- 注射針には周囲の電極に対して $3\sim 5\ \text{kV}$ の電位が印加される。

- 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。

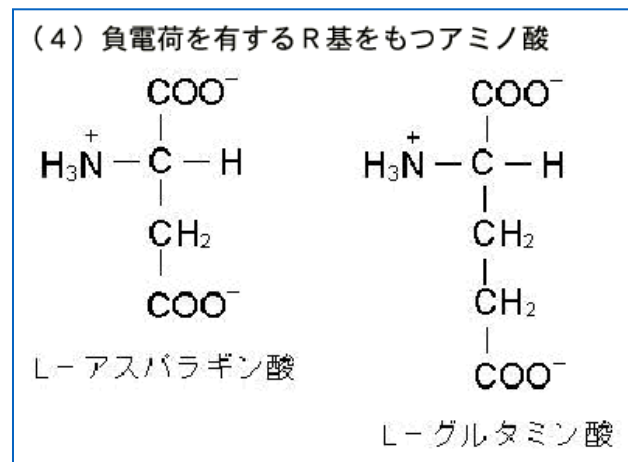
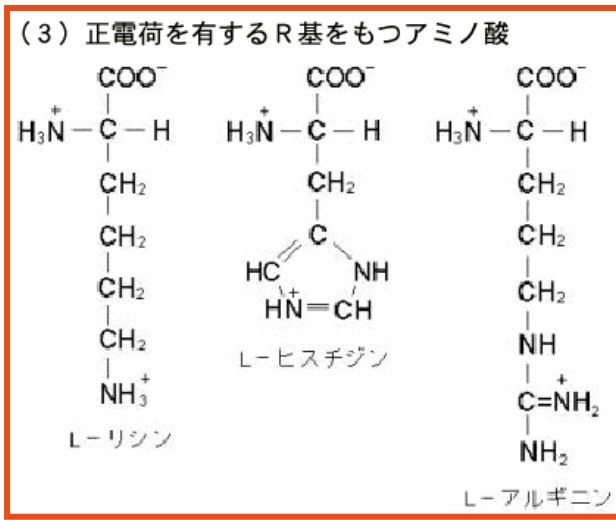
# エレクトロスプレーイオン化法の原理図



# 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

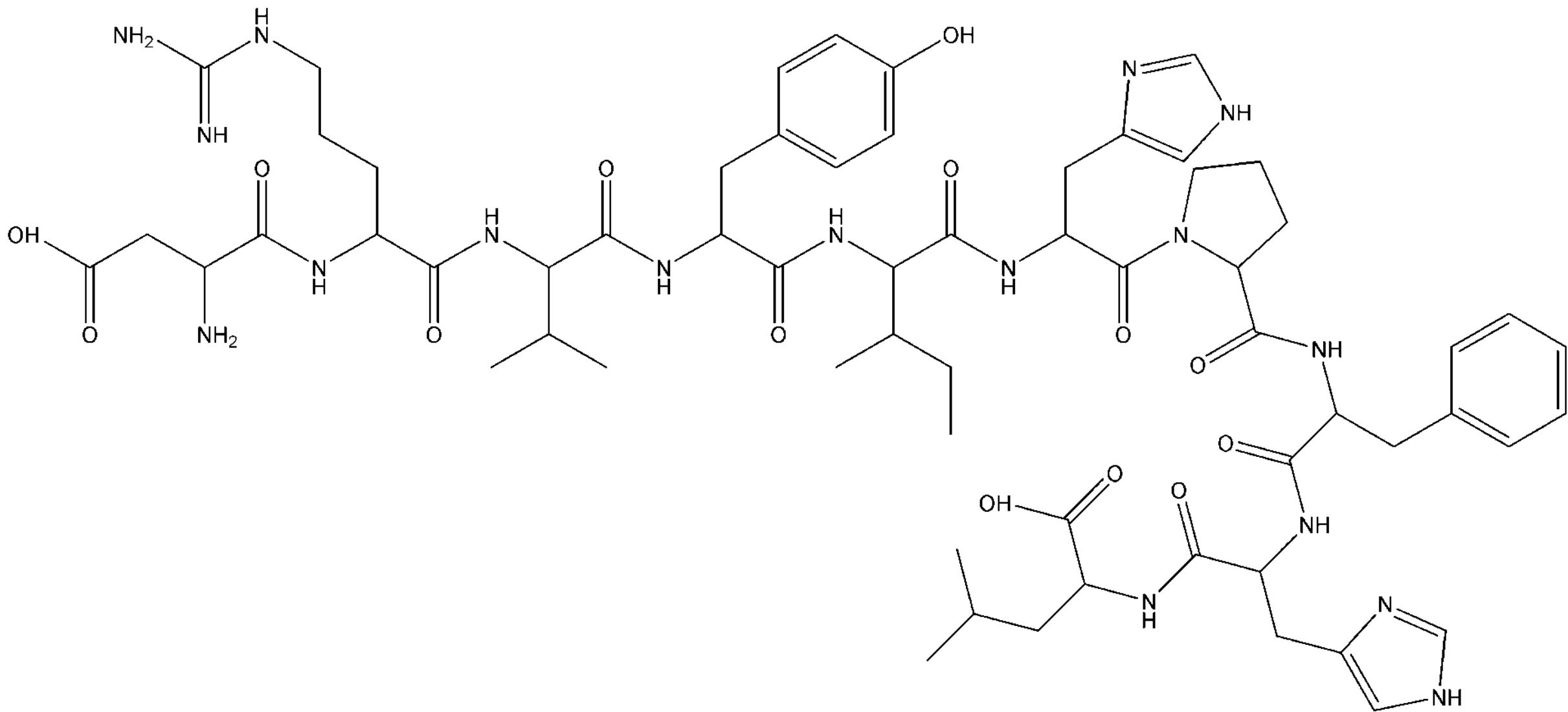
3文字表記； Asp-Arg-Val-Tyr-Ile-His-Pro-Phe-His-Leu-OH

1文字表記； DRVYIHPFHL

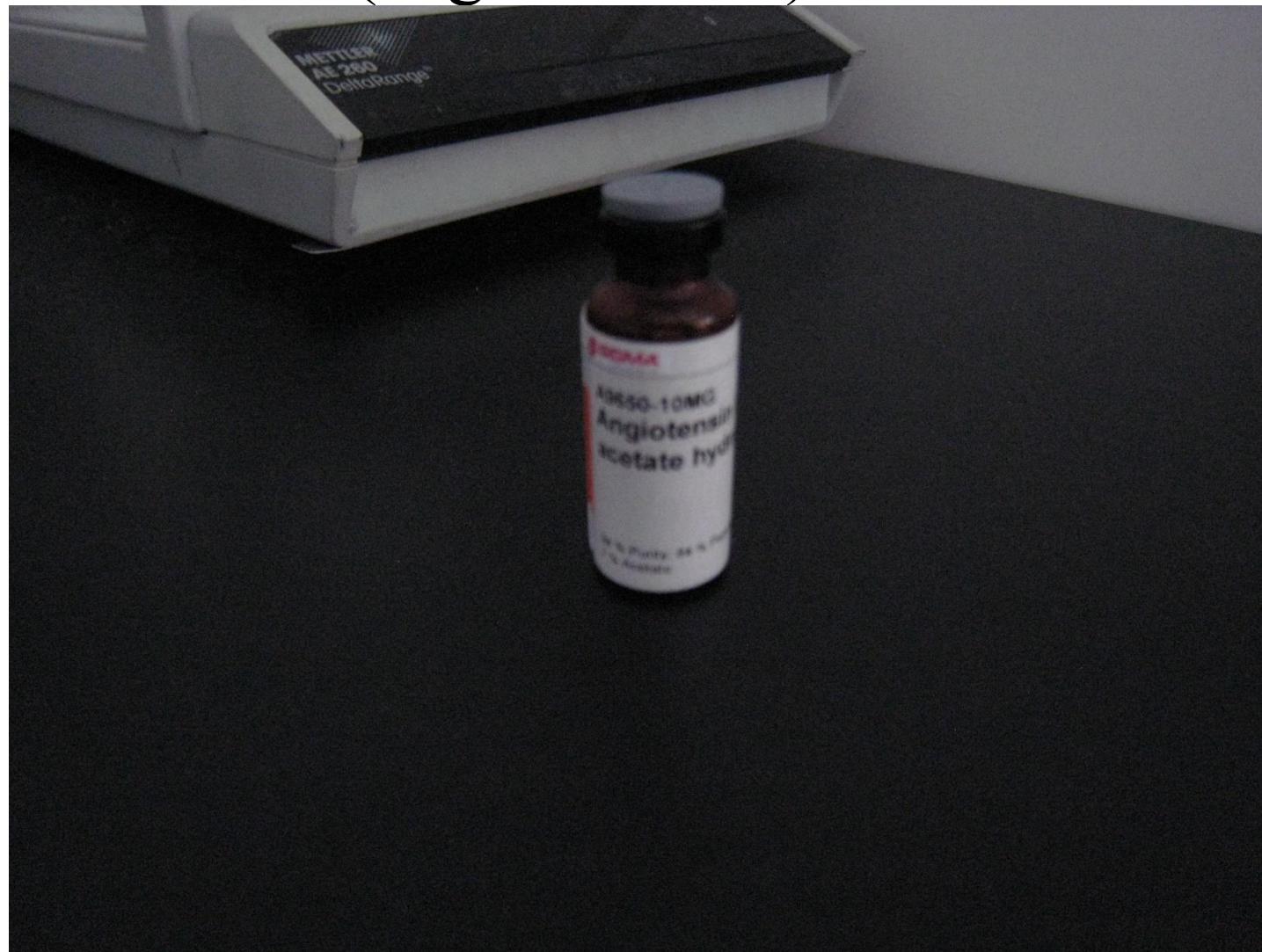
分子量； 1296.48 Da



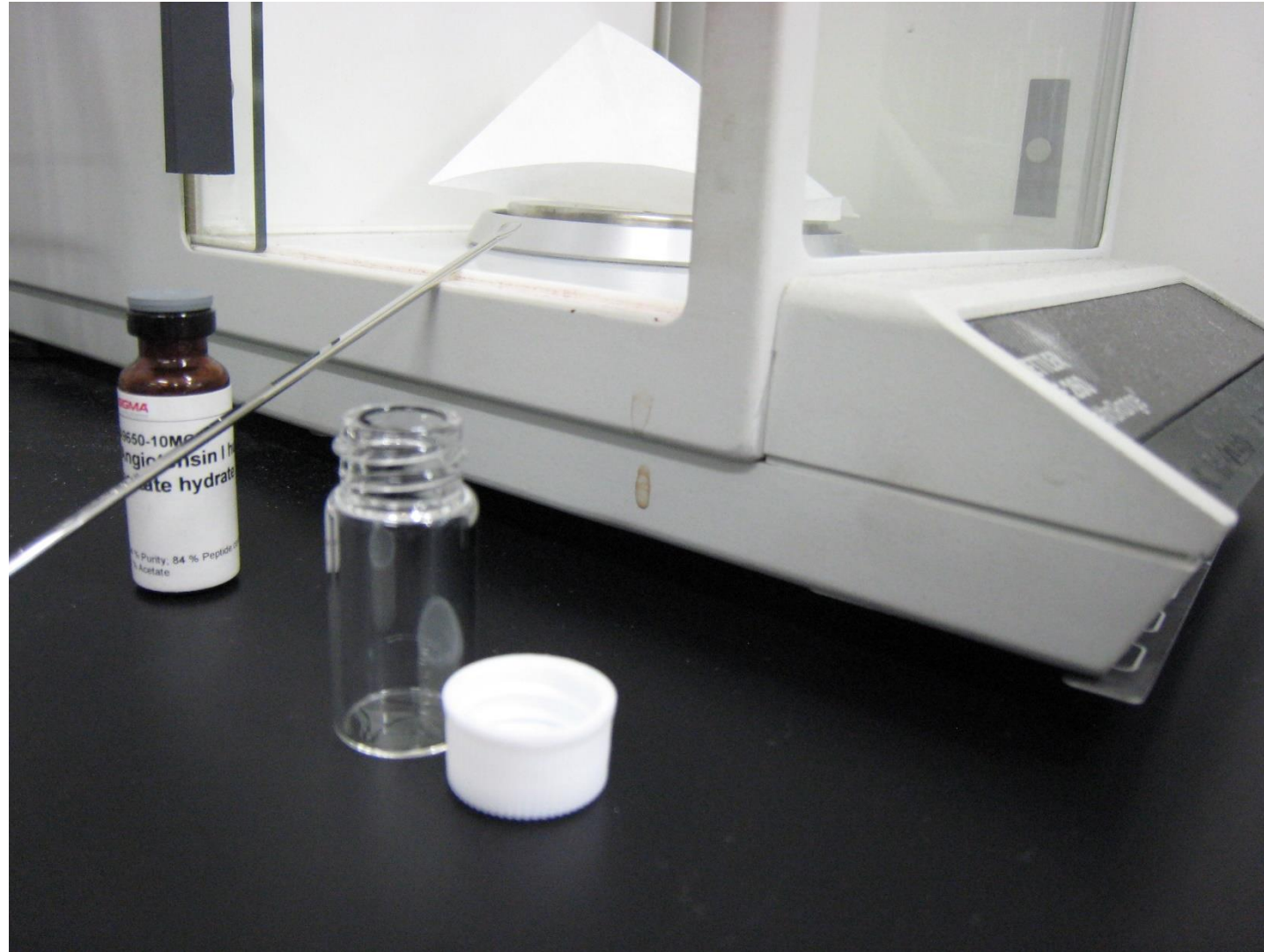
# Angiotensin I の分子構造



# 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%)



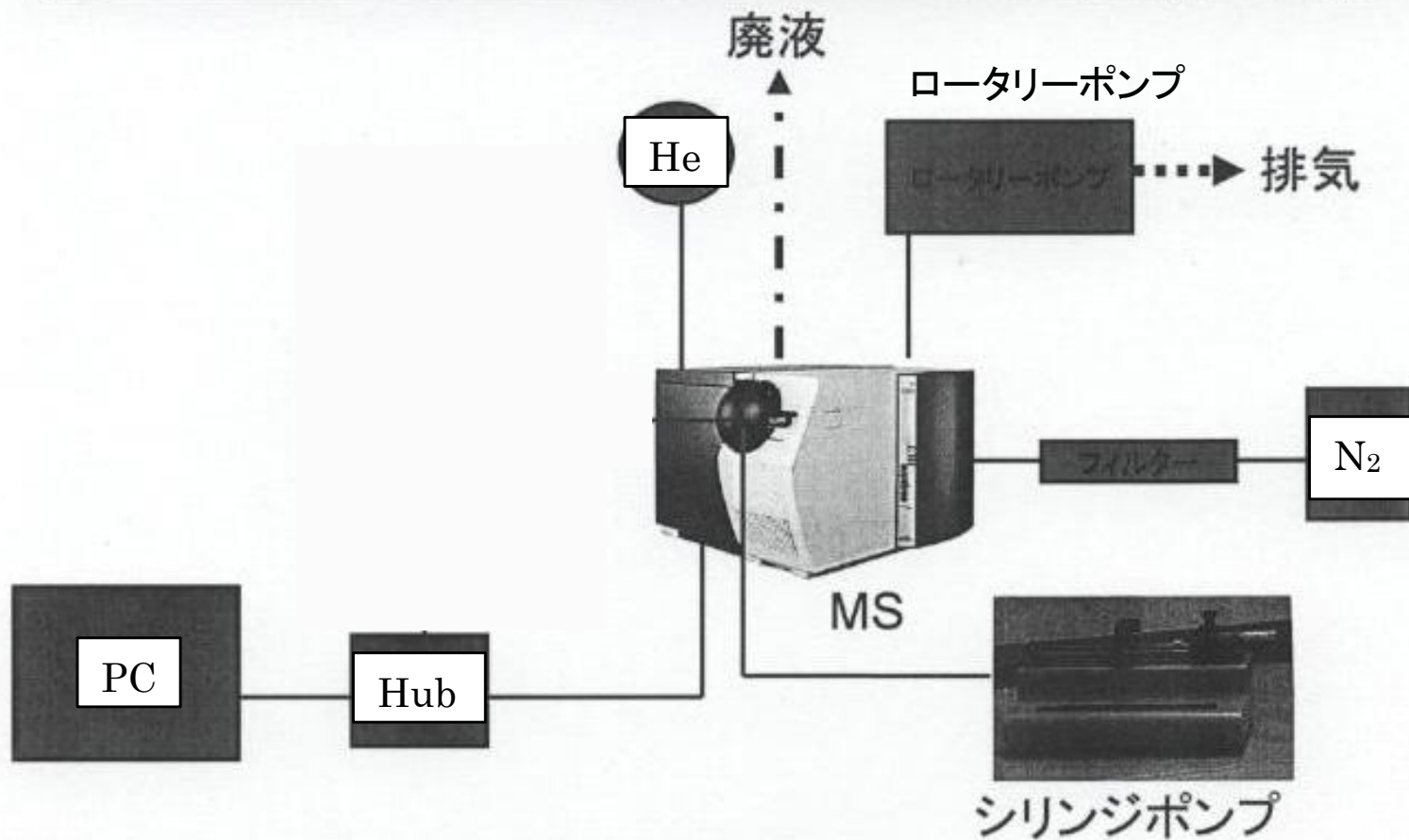
エレクトロスプレーイオントラップ型質量分析装置  
Bruker-Daltonics, HCT-ETD II

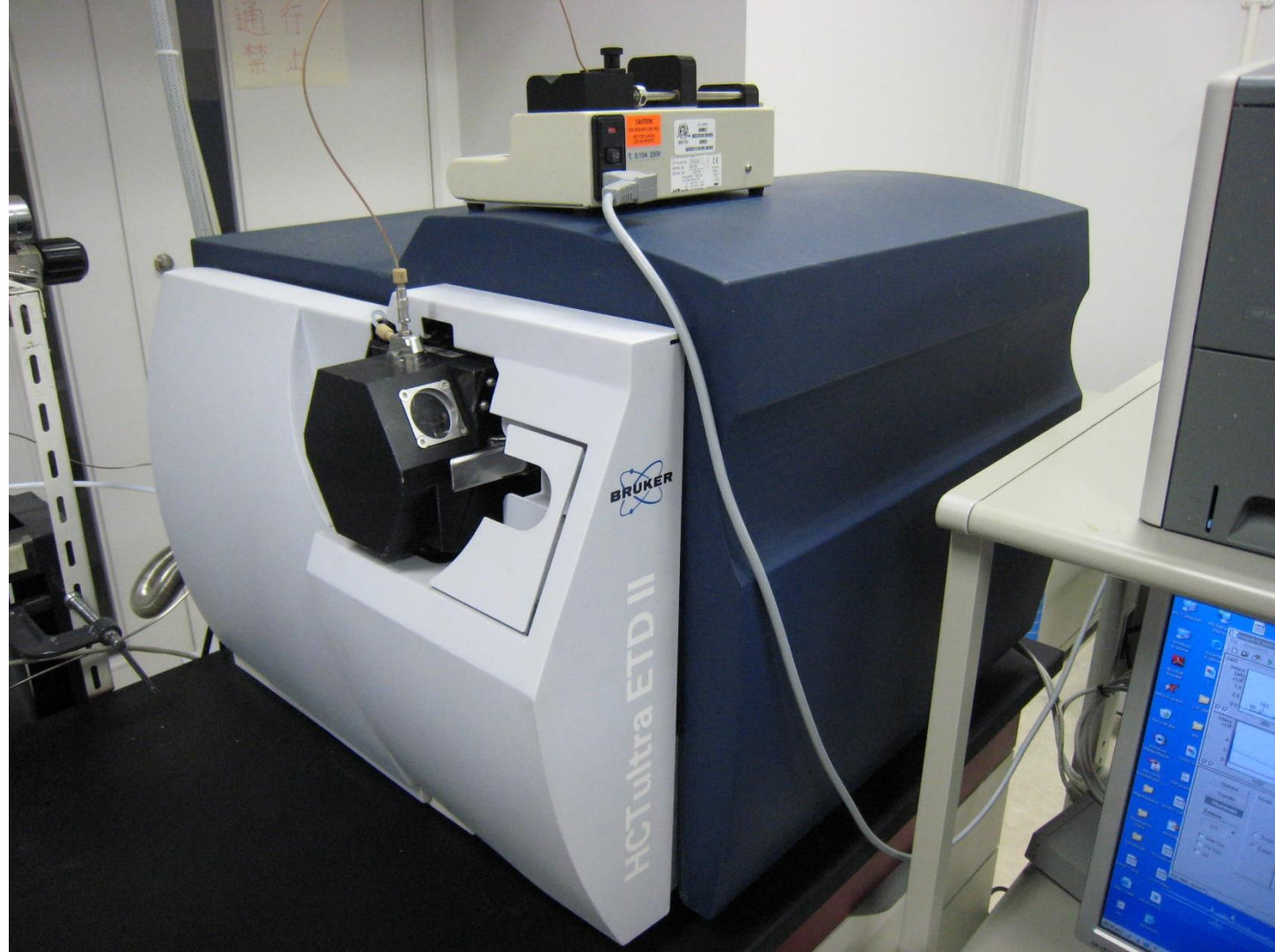


# MS構成関係図

**BRUKER  
DALTONICS**

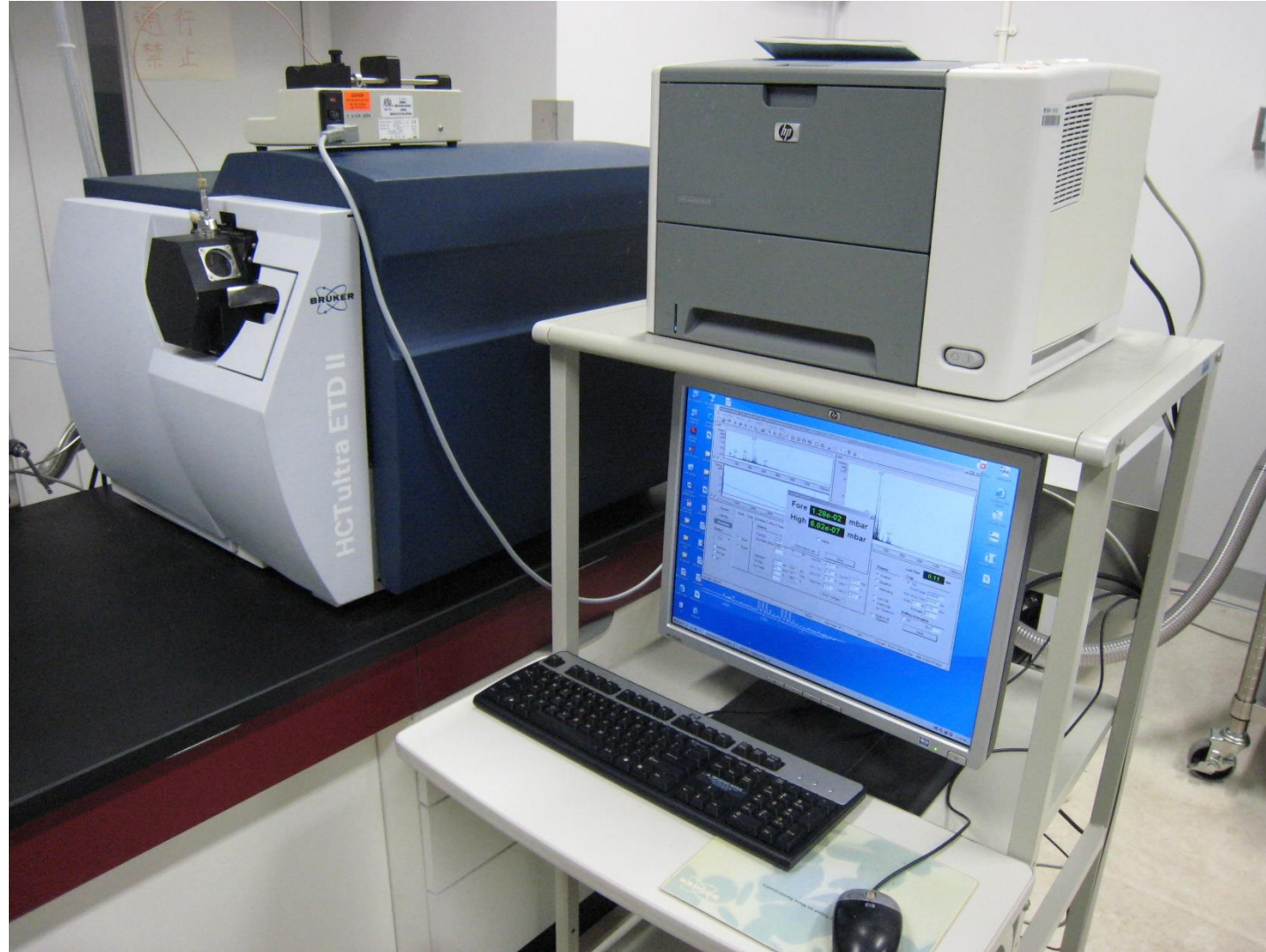
HCT Training : Ion Trap MS







装置は全自動 PC画面上で制御





# 装置の背面



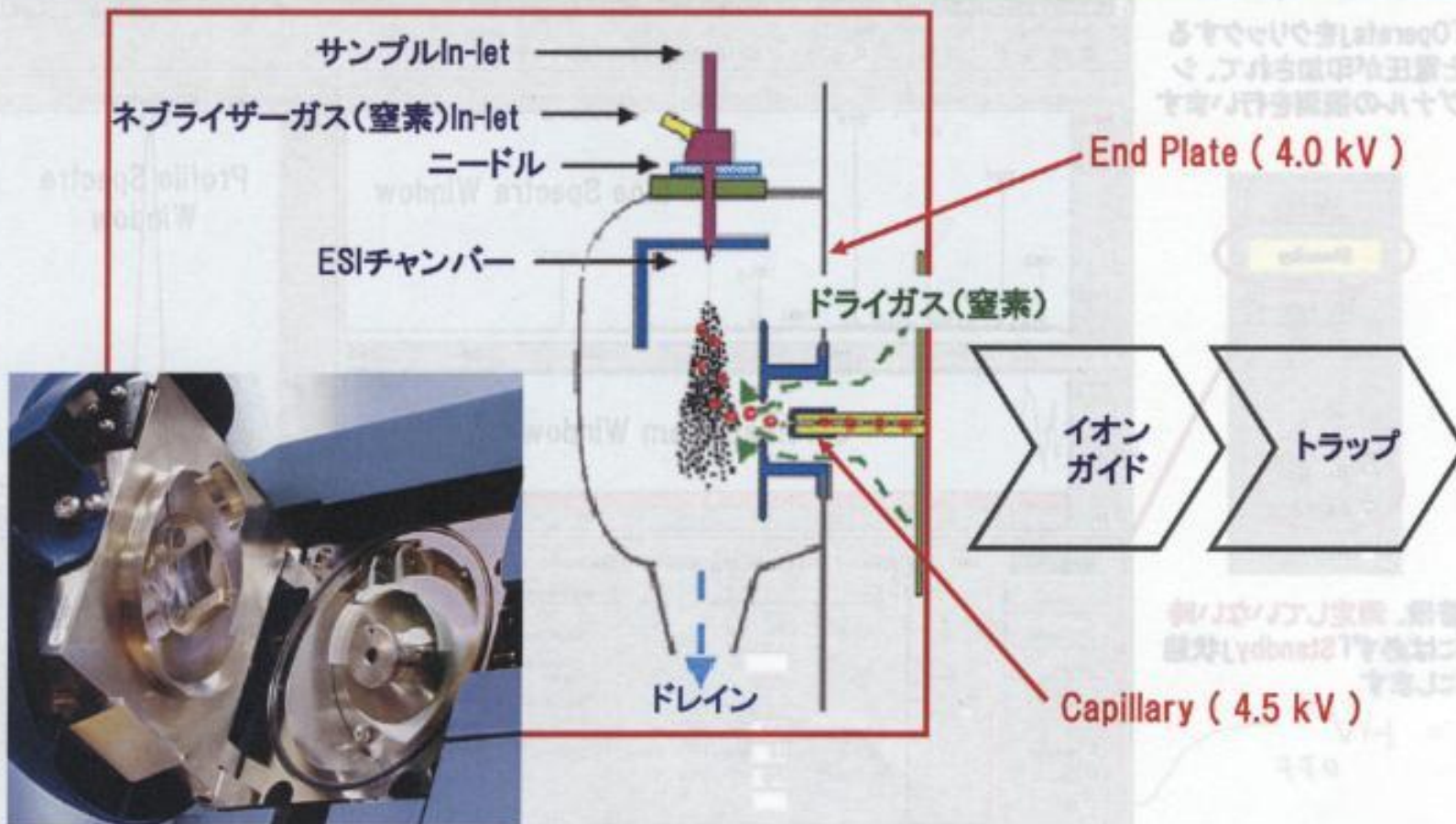
# 装置を真空排気するロータリーポンプ





# ESIイオン源へ窒素ガスを流入させる



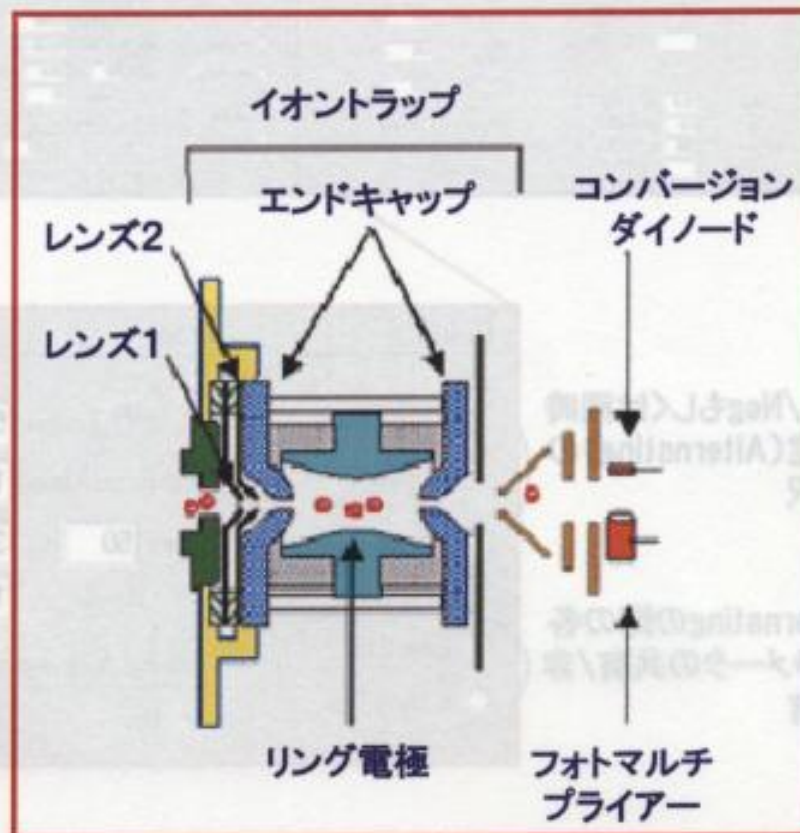




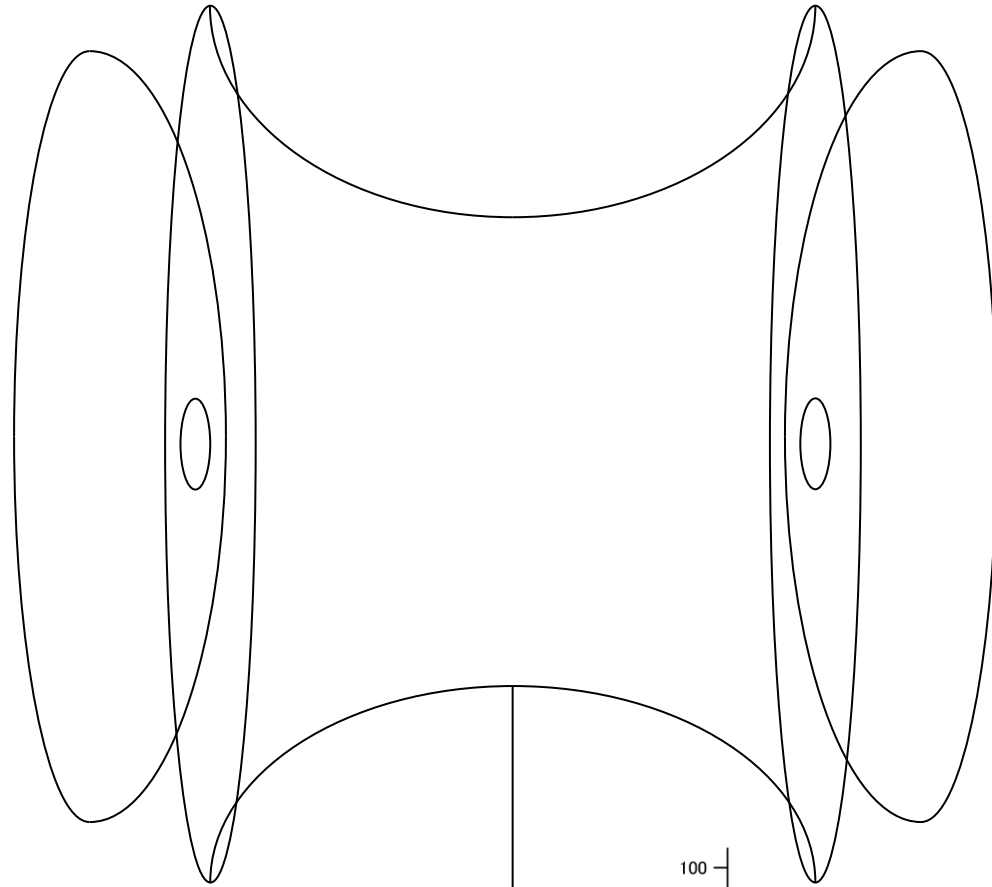
# 四重極イオントラップへHeガスを流入させる



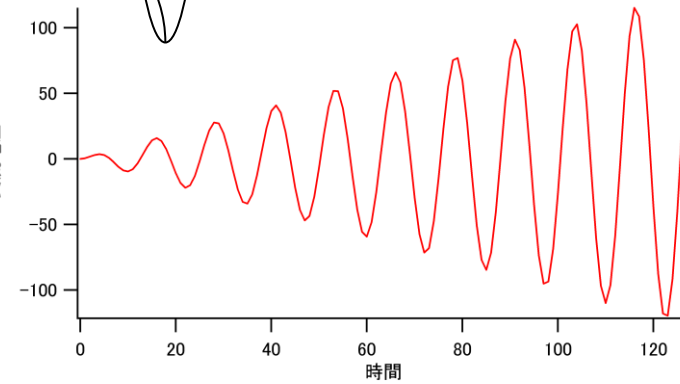
# イオンラップ



# Quadrupole Ion Trap

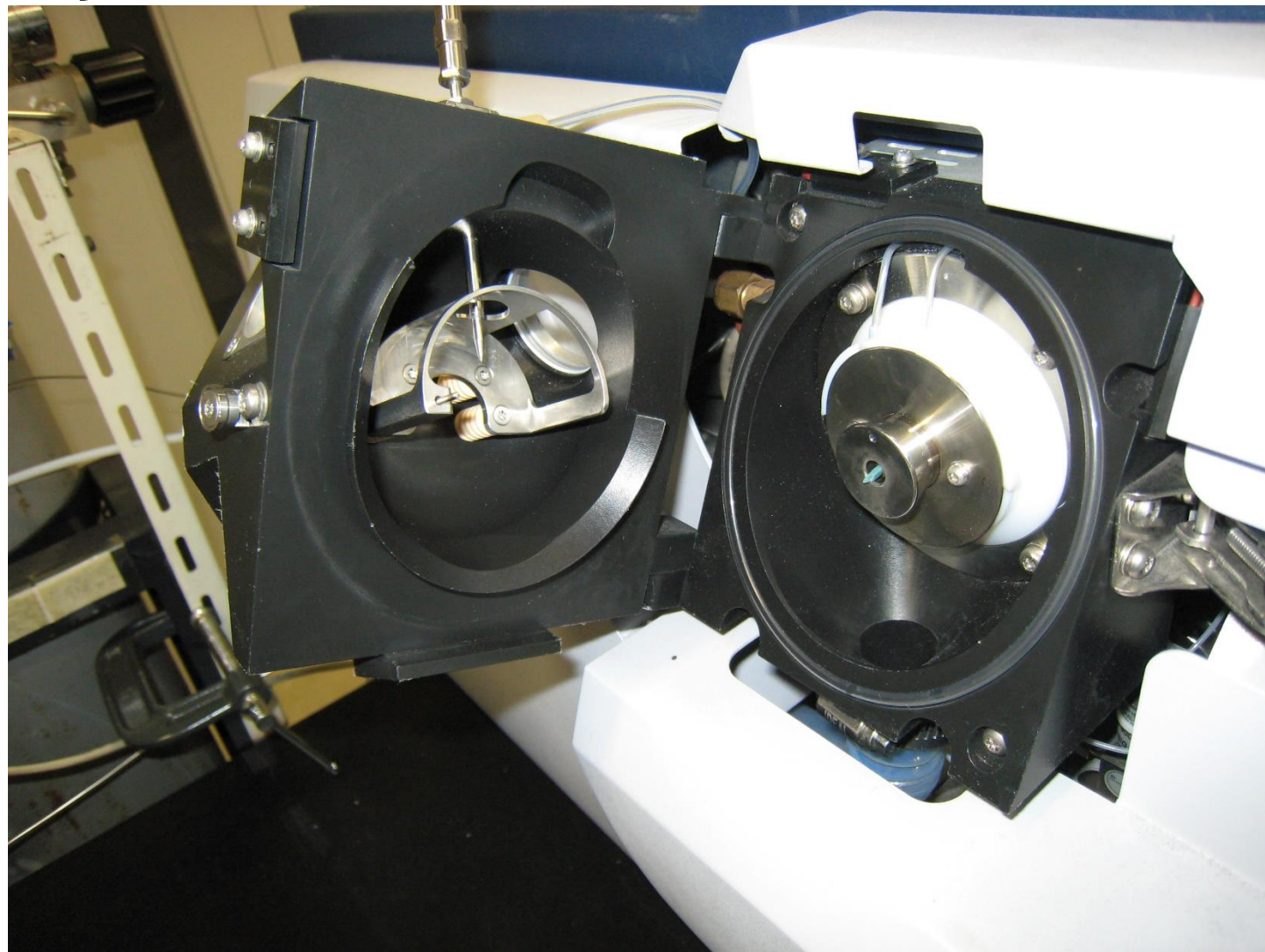


検出器

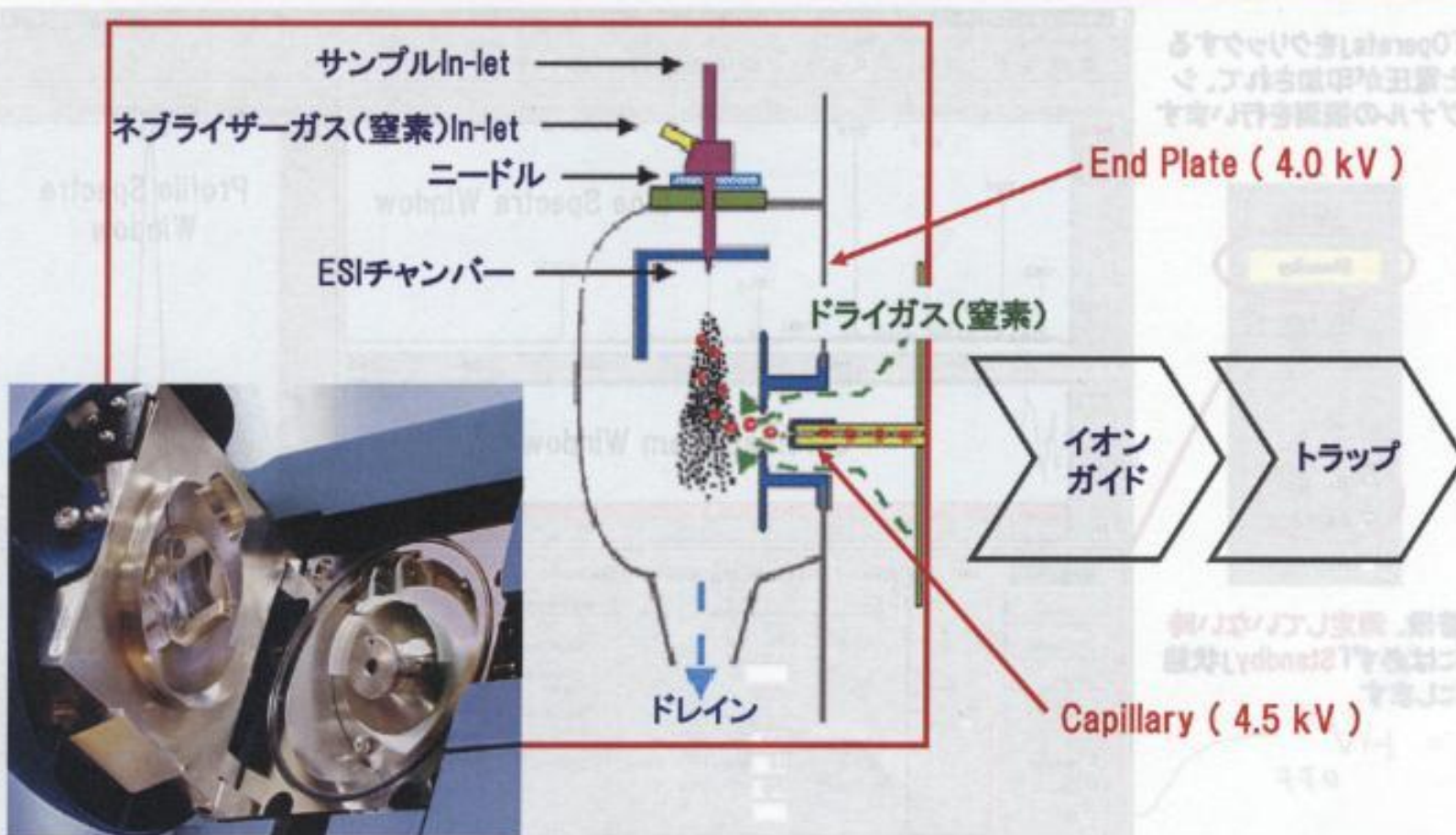




# ESIイオン源





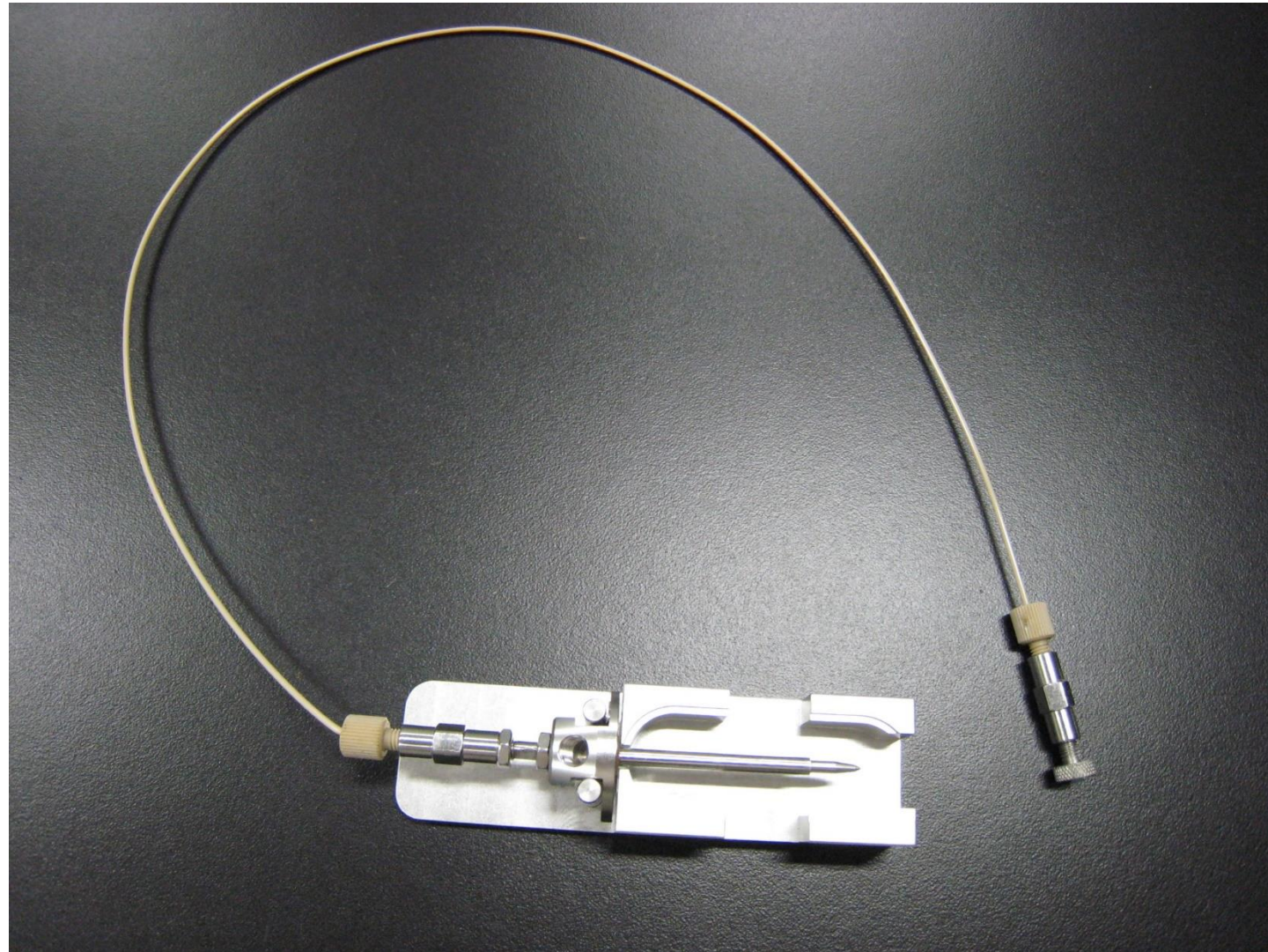


# エレクトロスプレー導入部





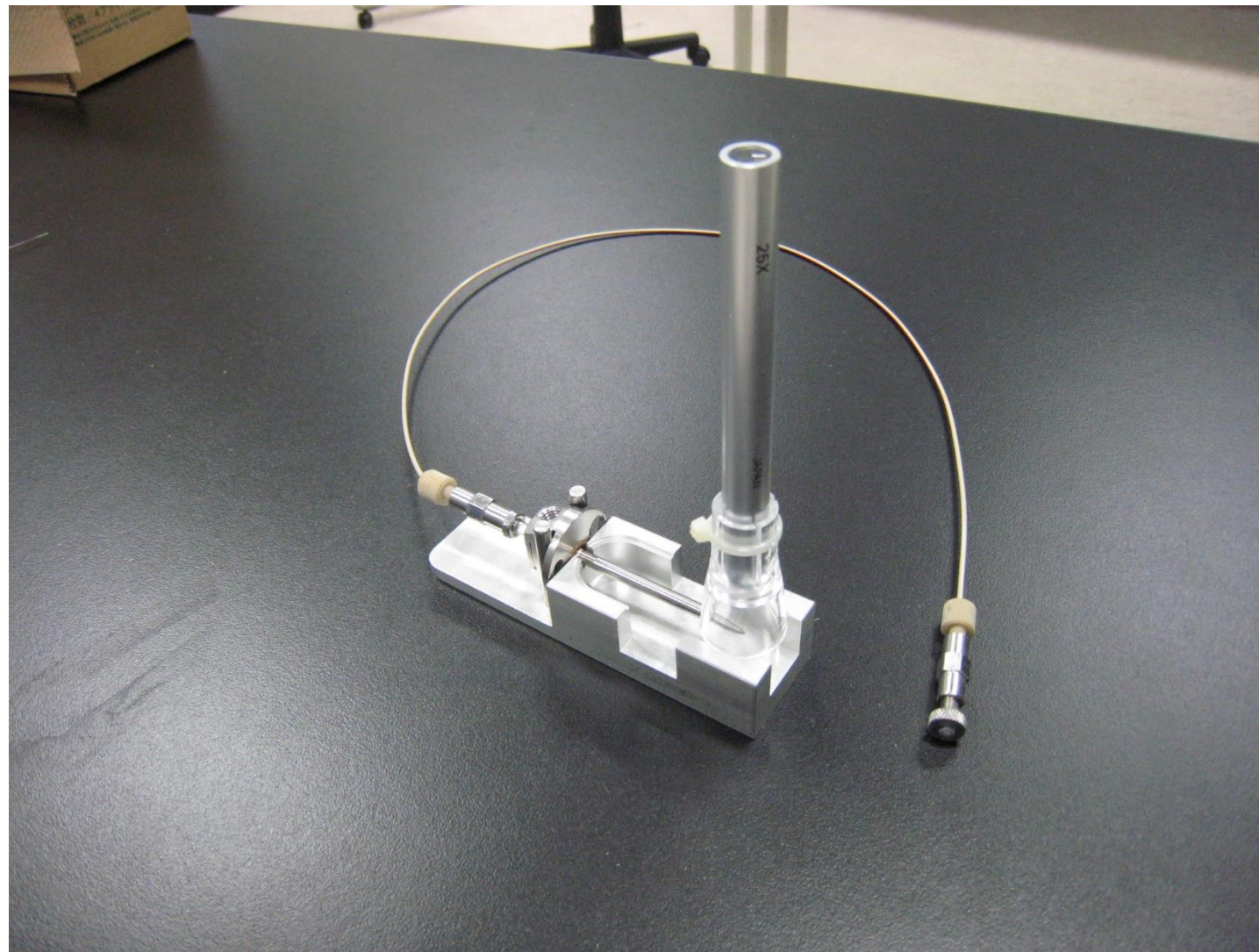
# エレクトロスプレー

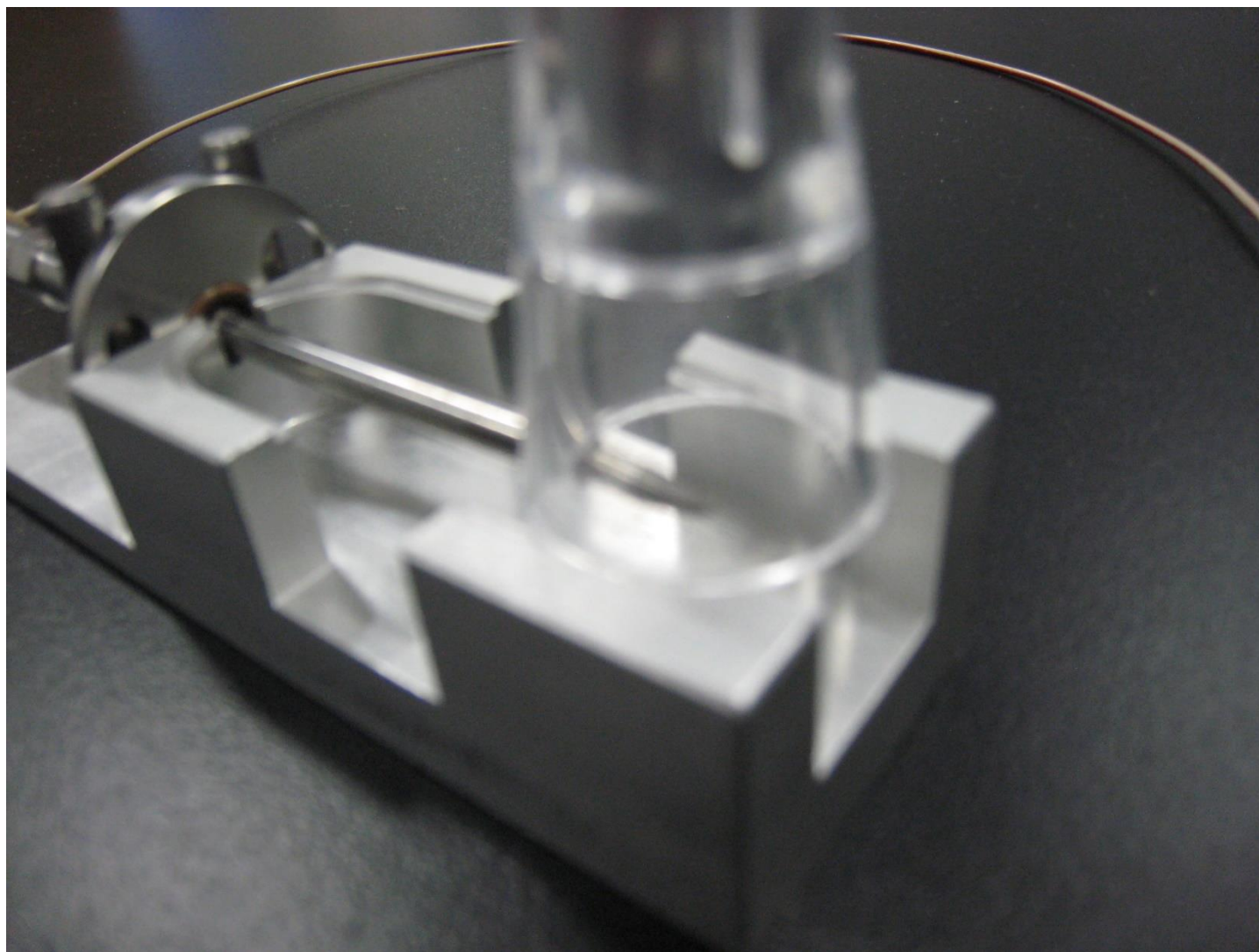




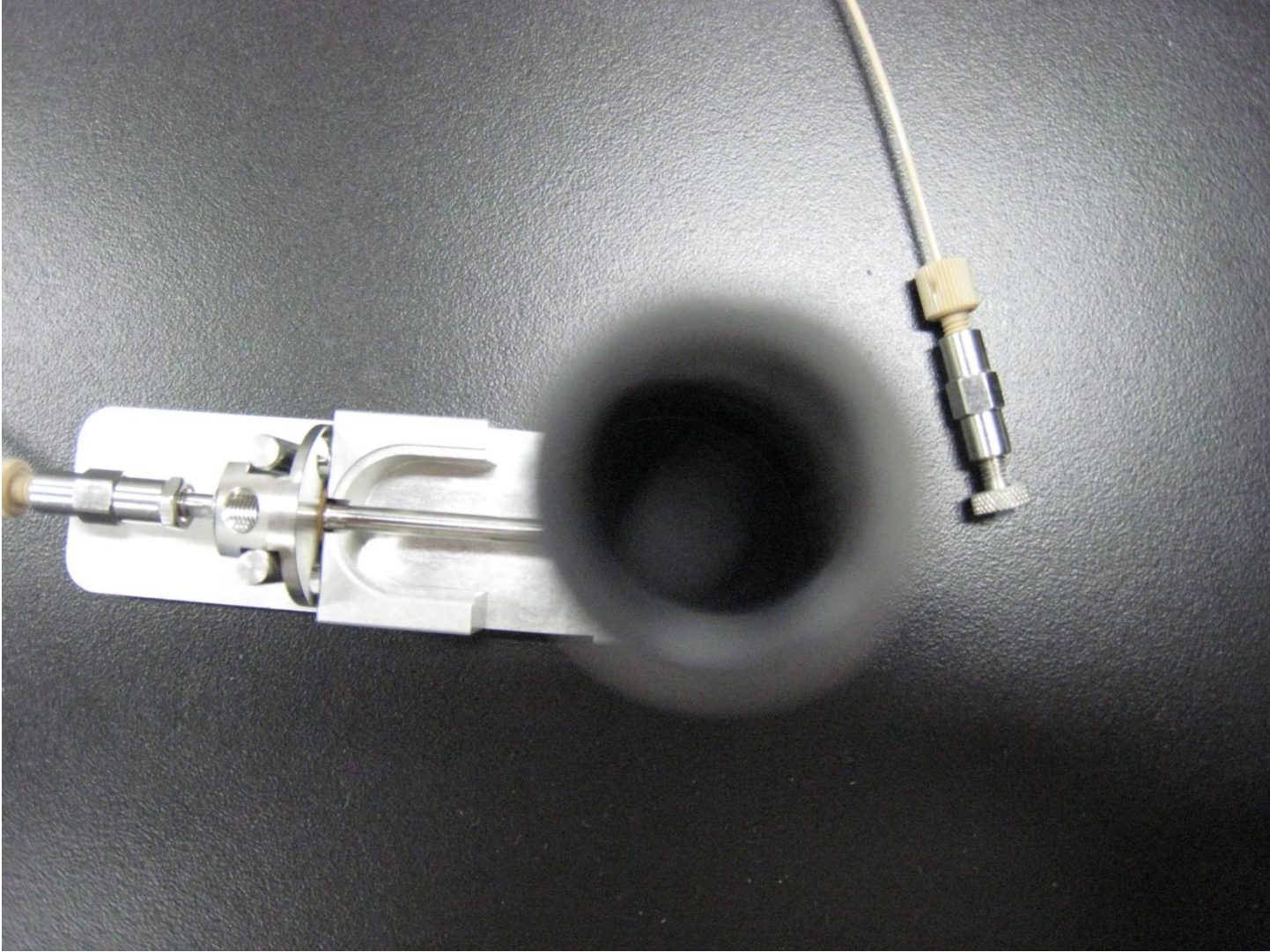


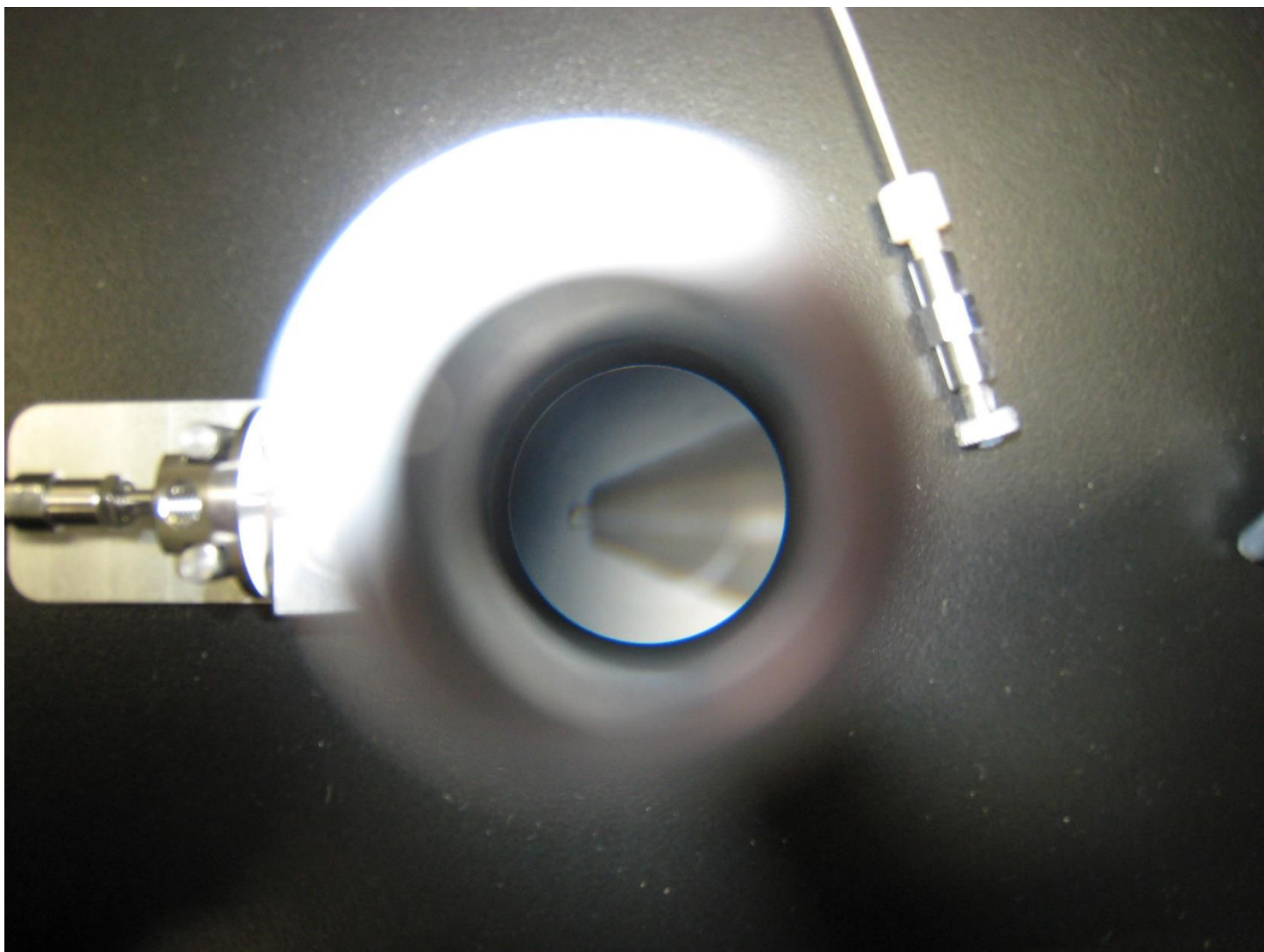
# エレクトロスプレー先端の形状





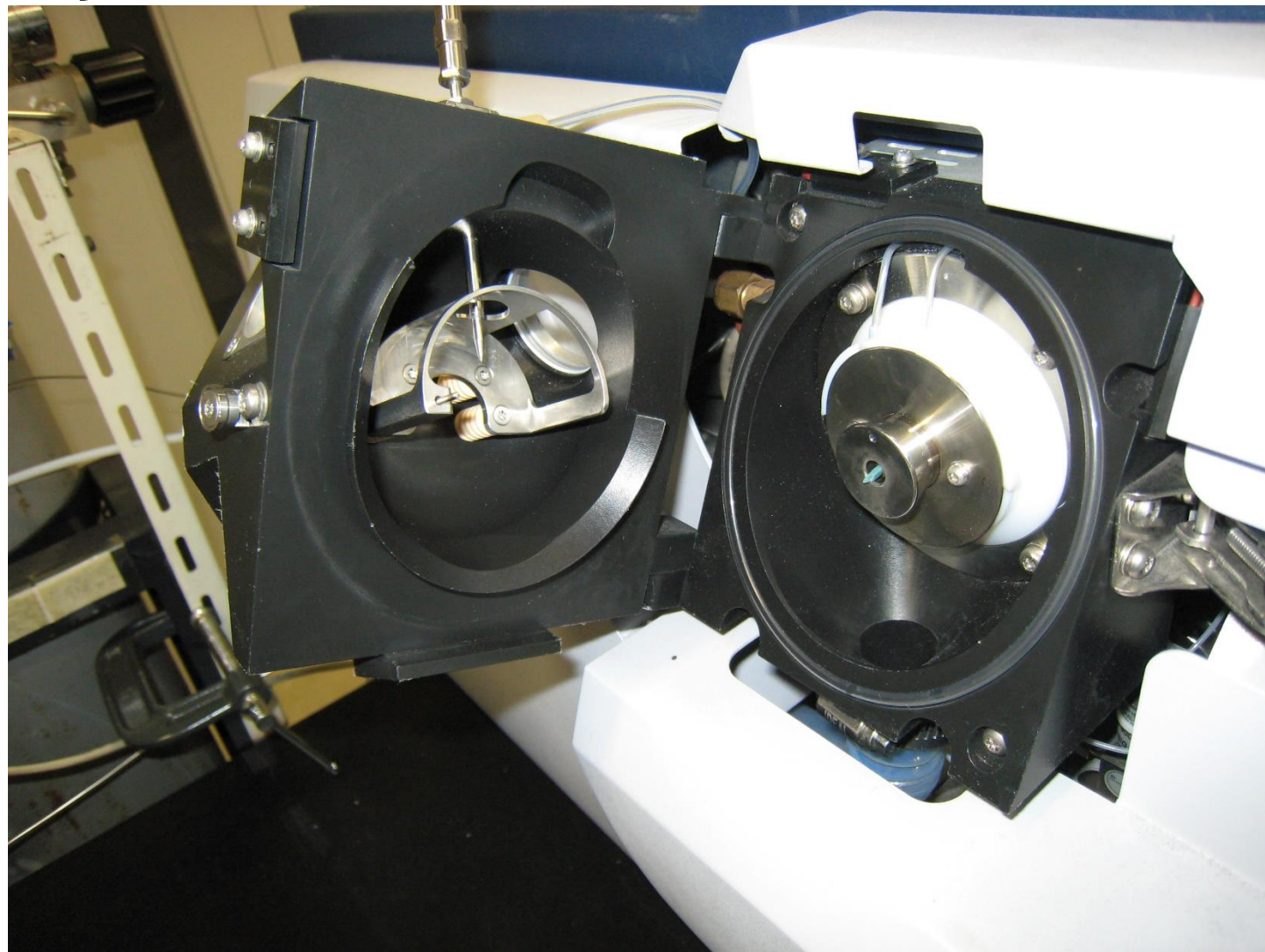


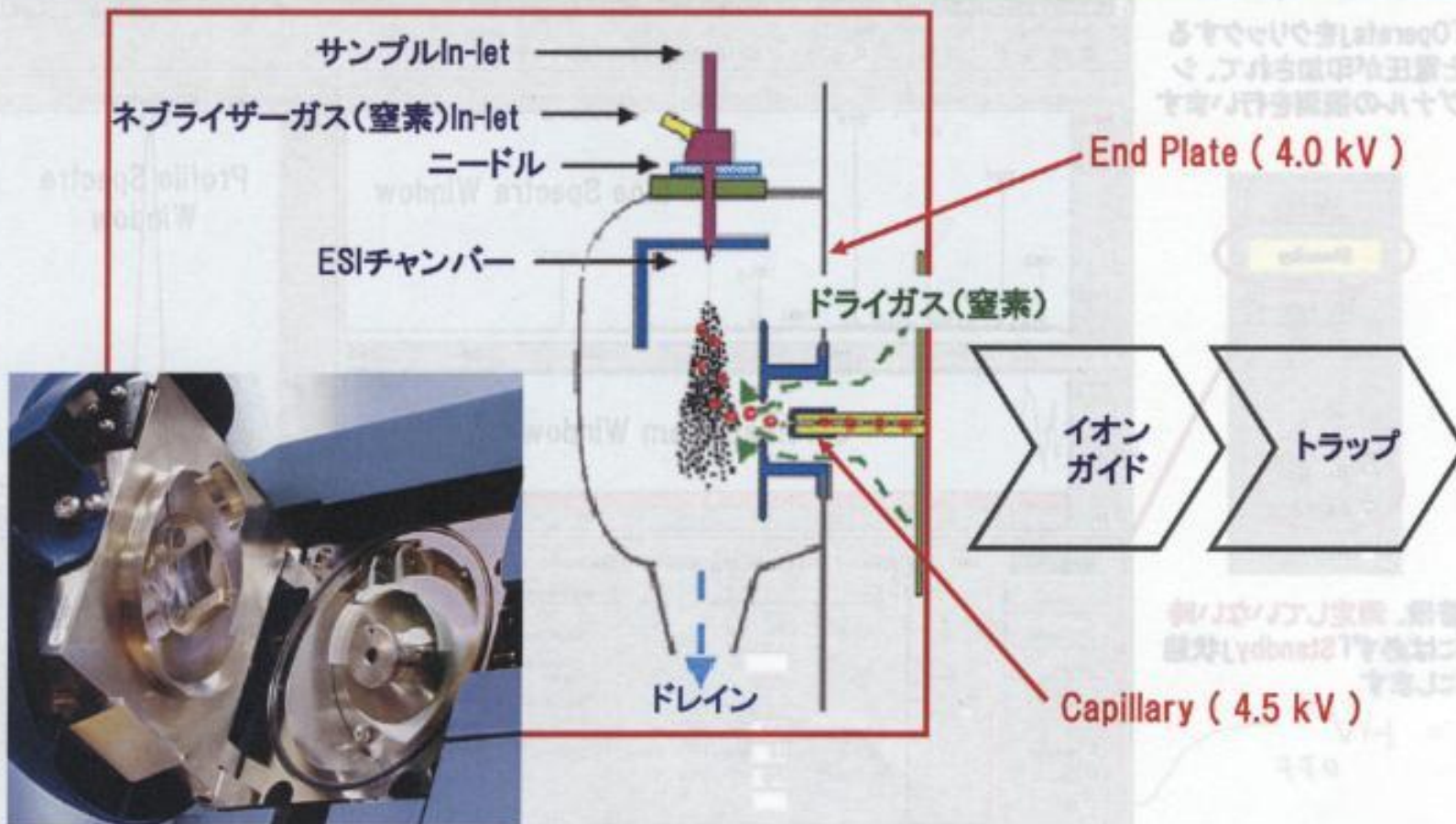






# ESIイオン源



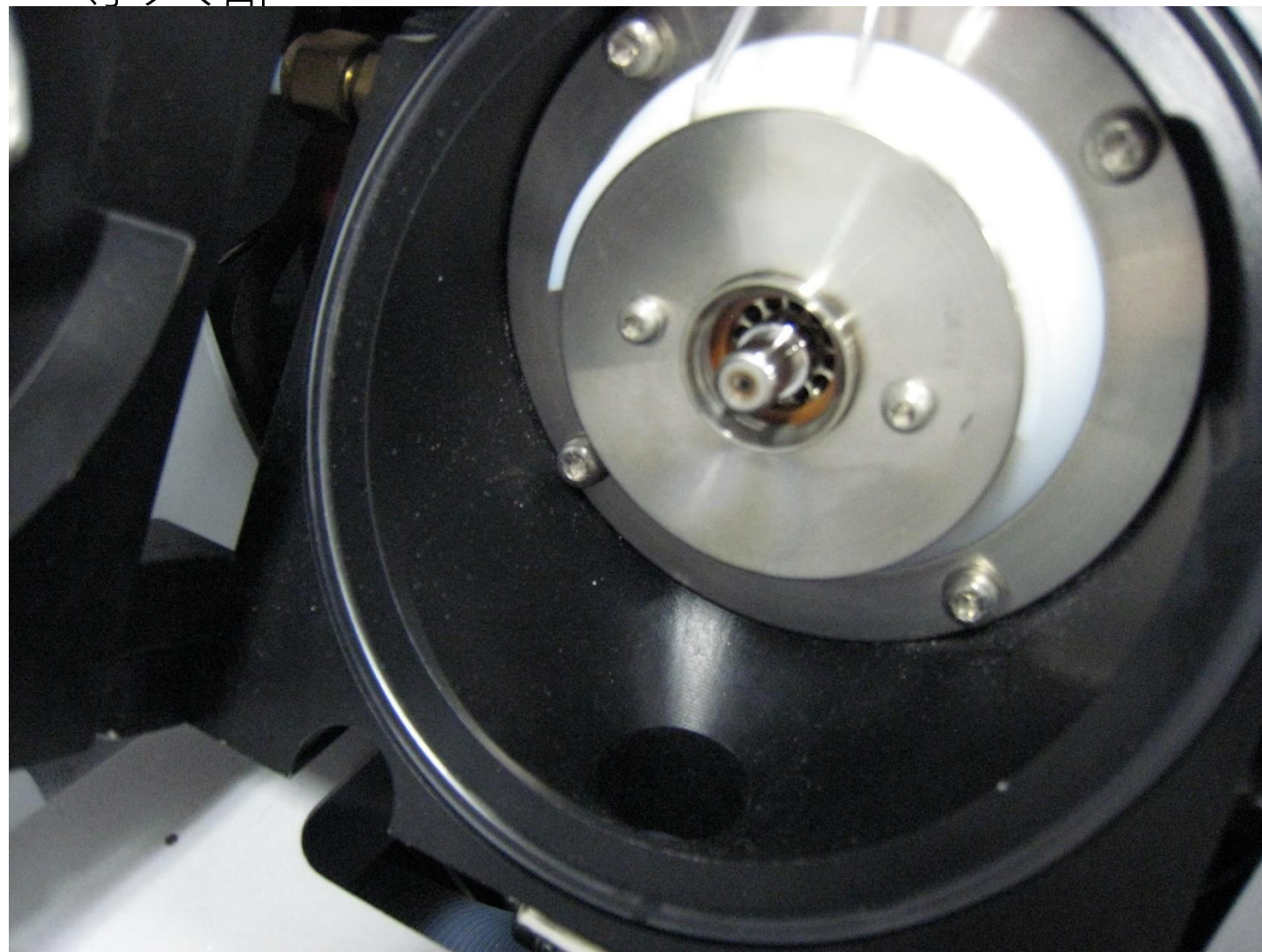




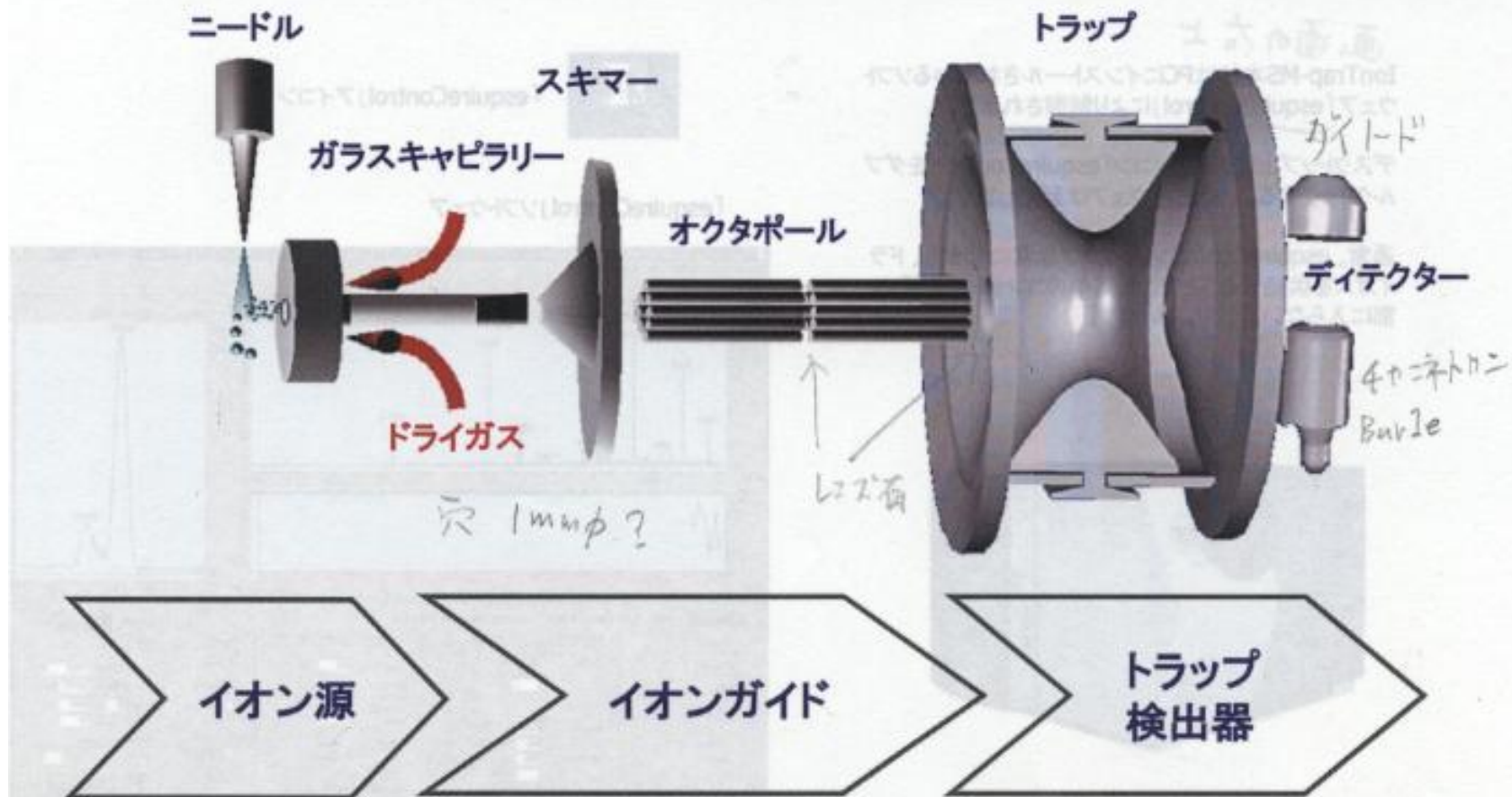
# ネブライザーガス導入部



# 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

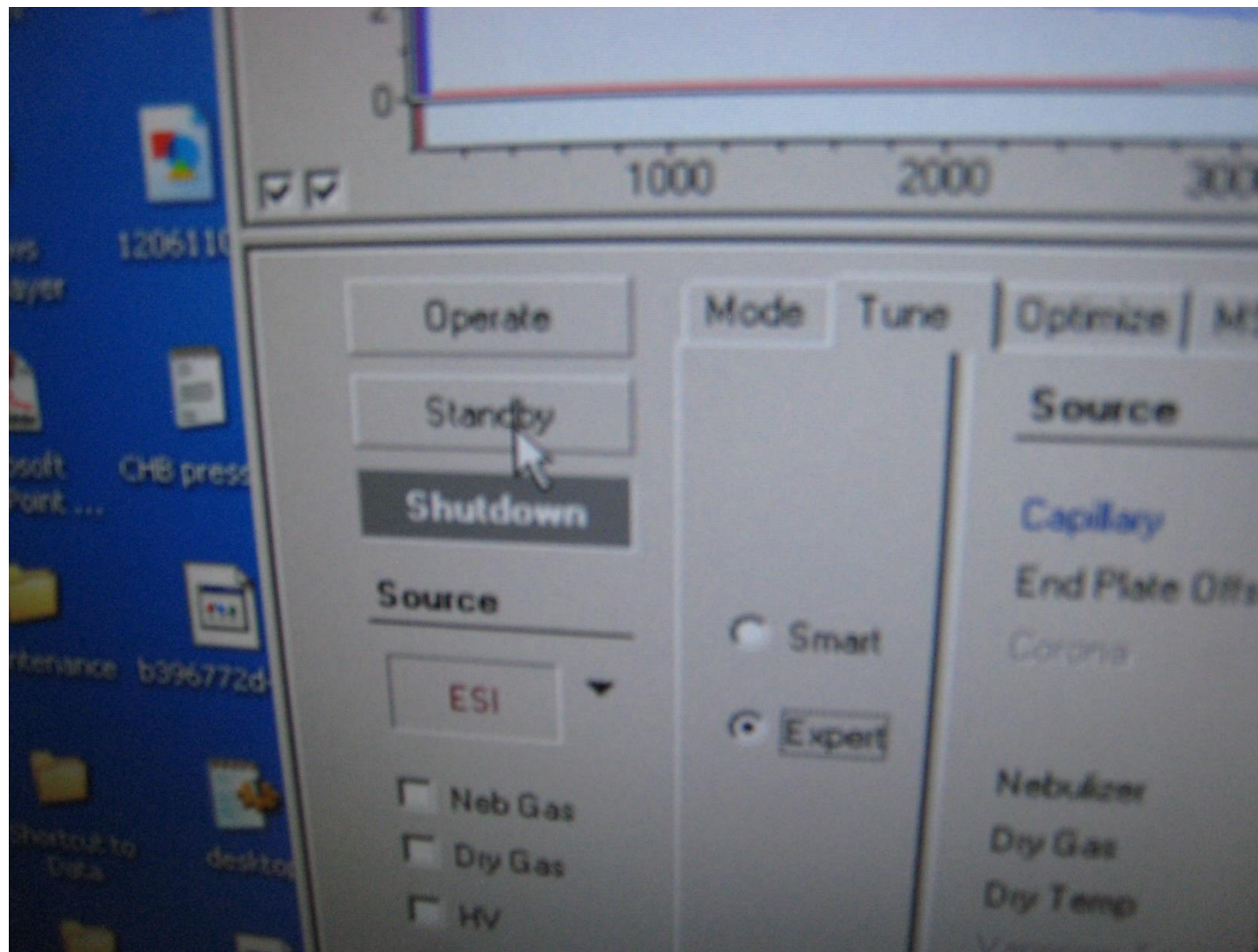




シリンジポンプを作動させる

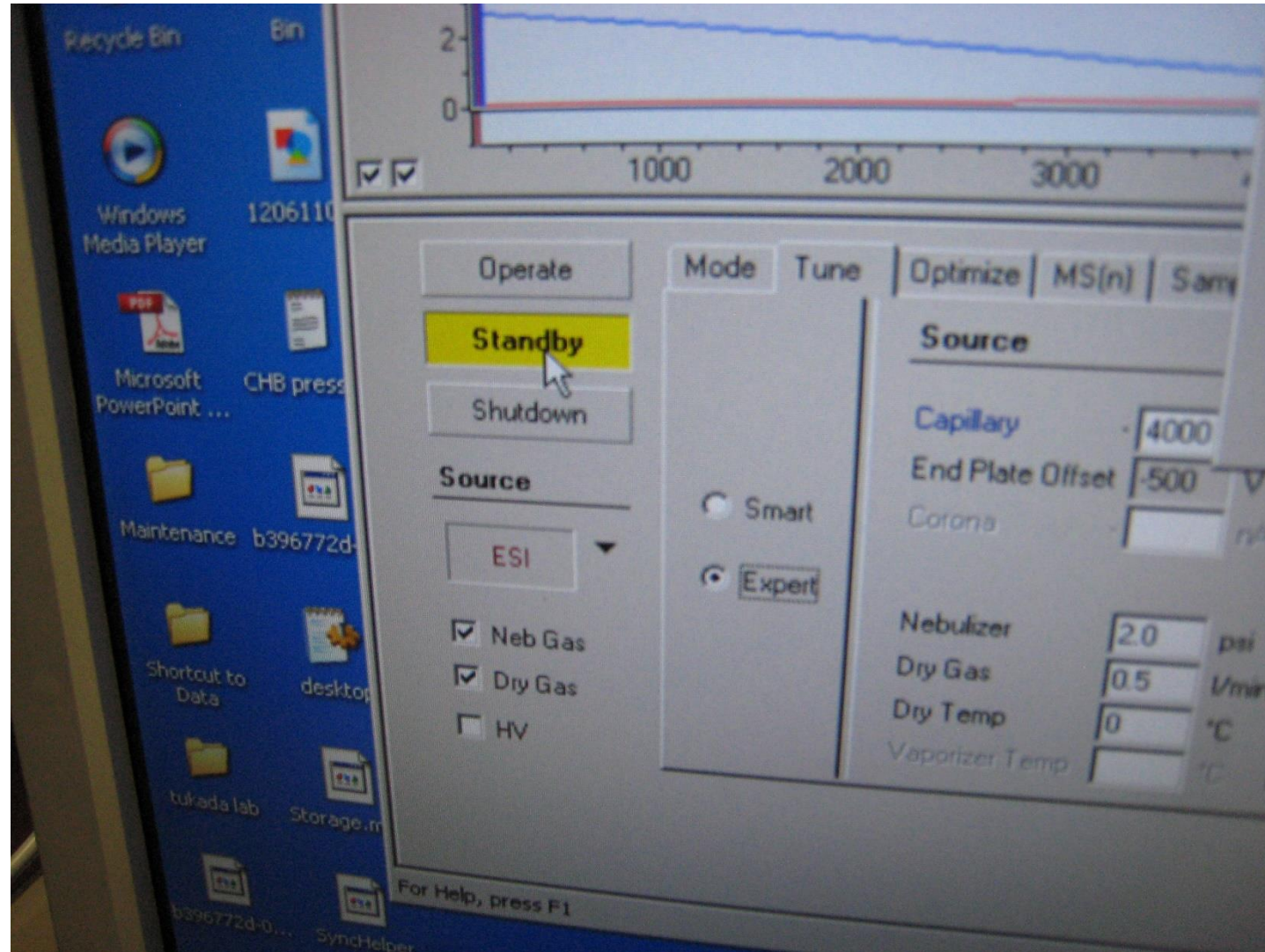


# Shutdownから



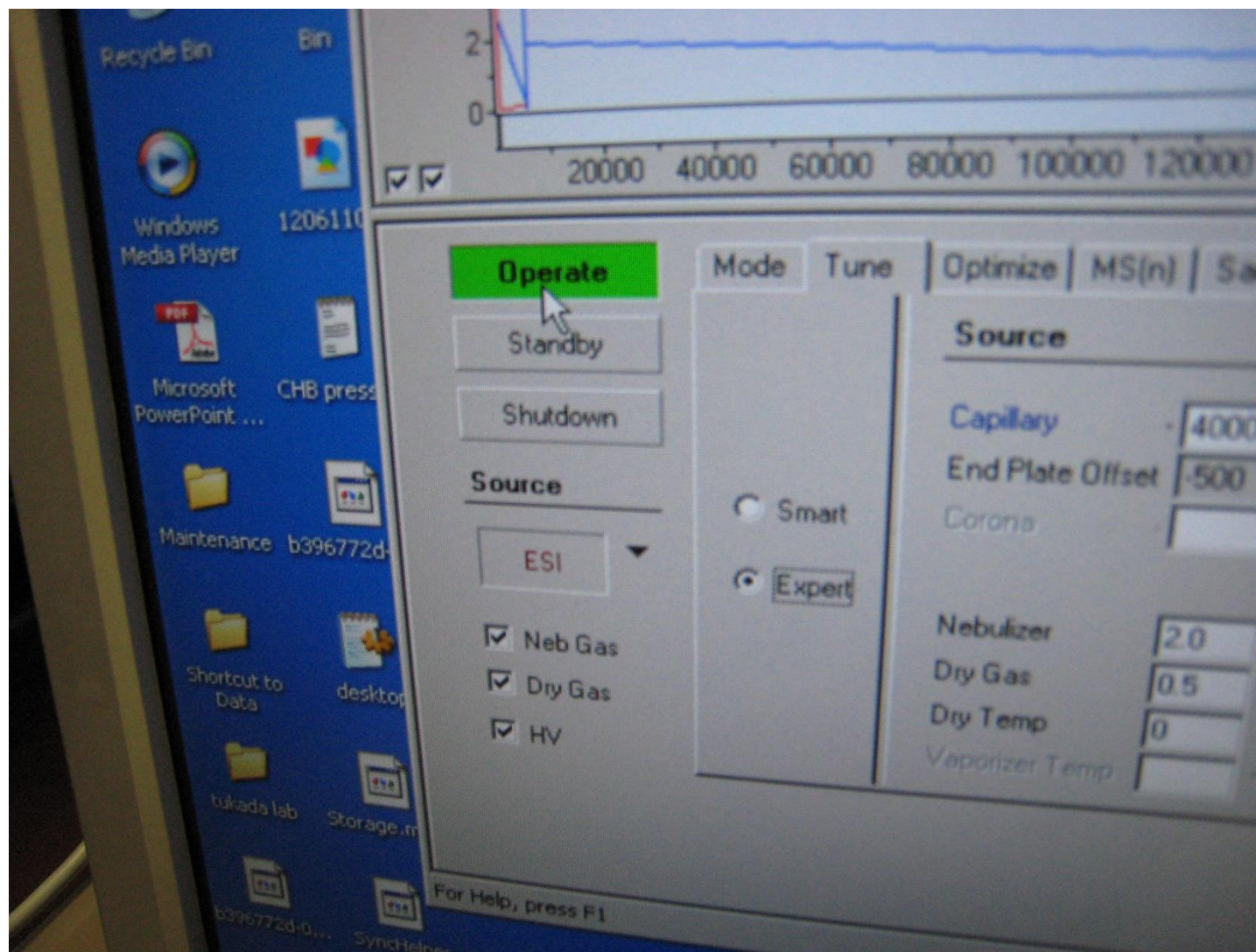


Standby^

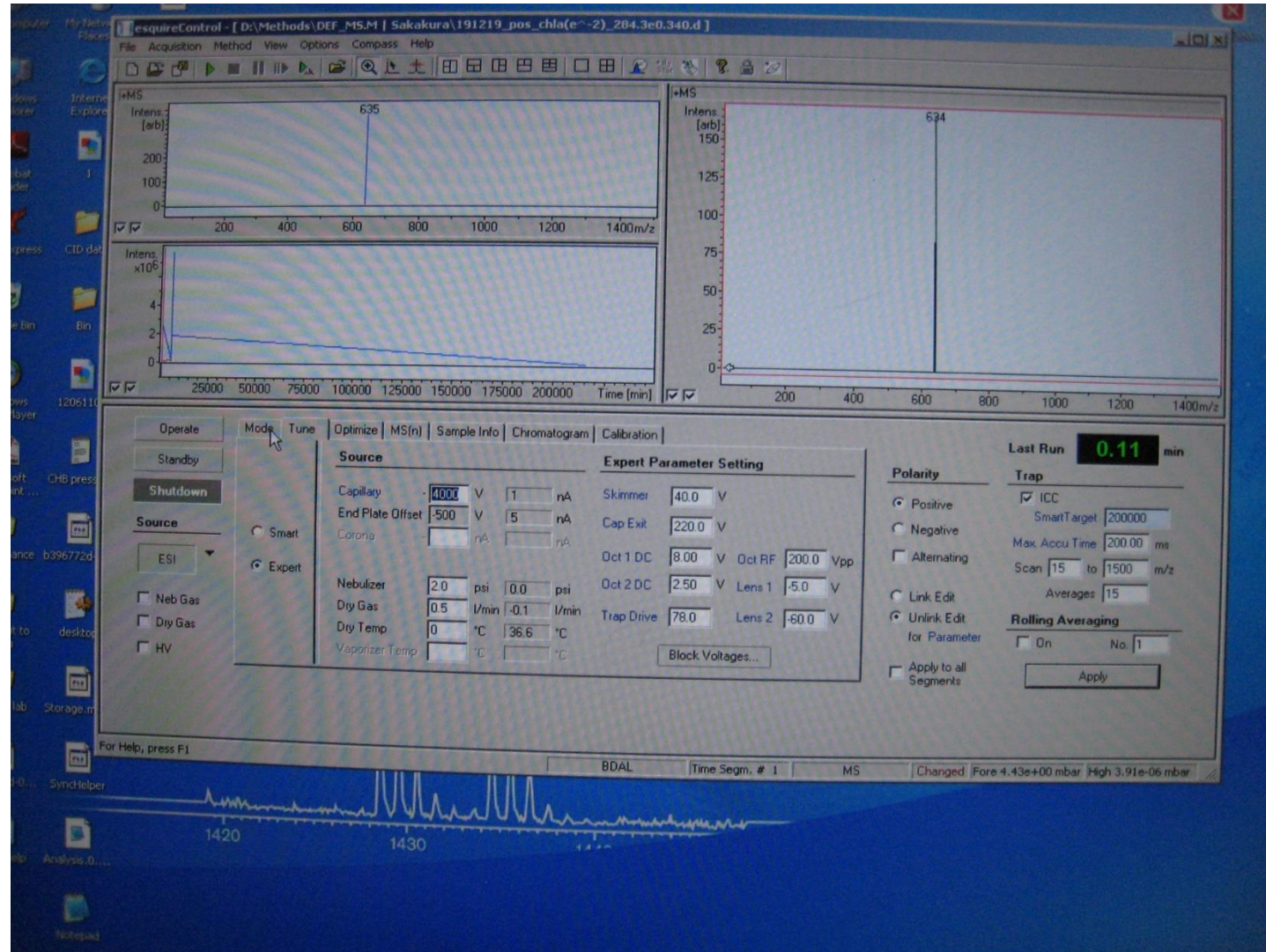




さらにOperateへ

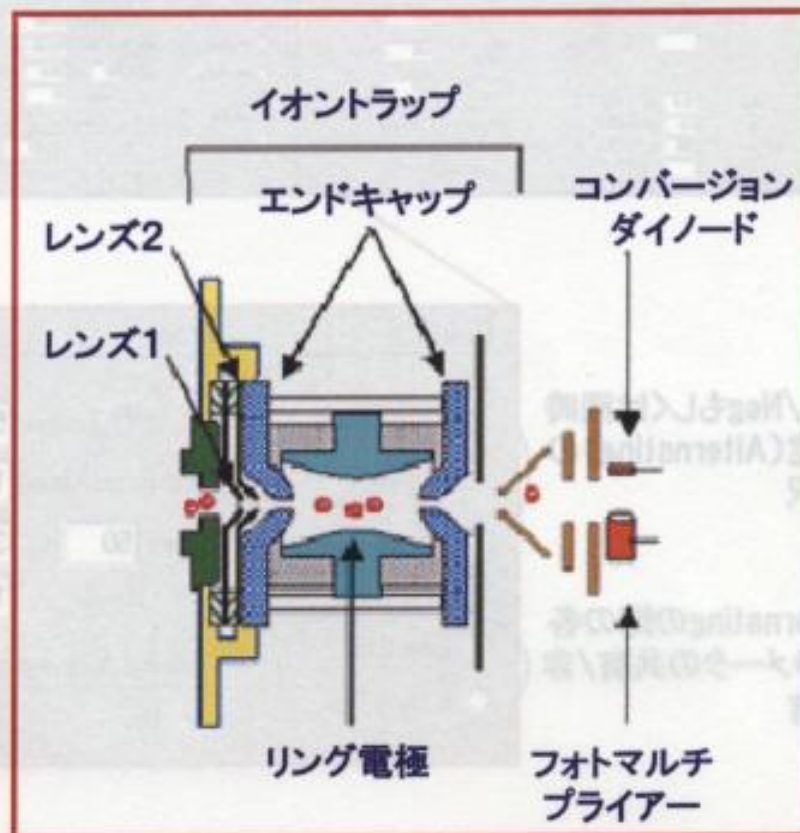


# マススペクトルが測定される



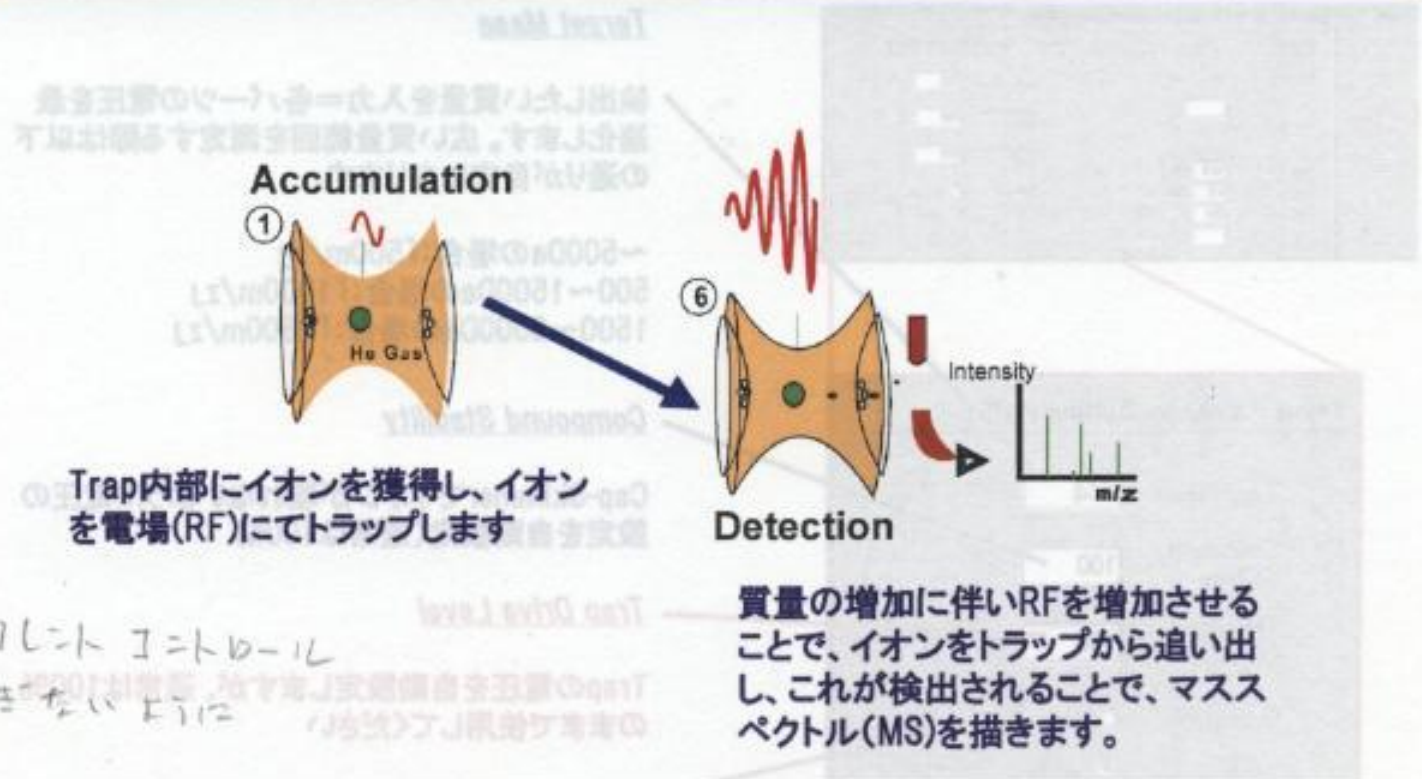


# イオンラップ





# イオンラップから検出 (MS測定)



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

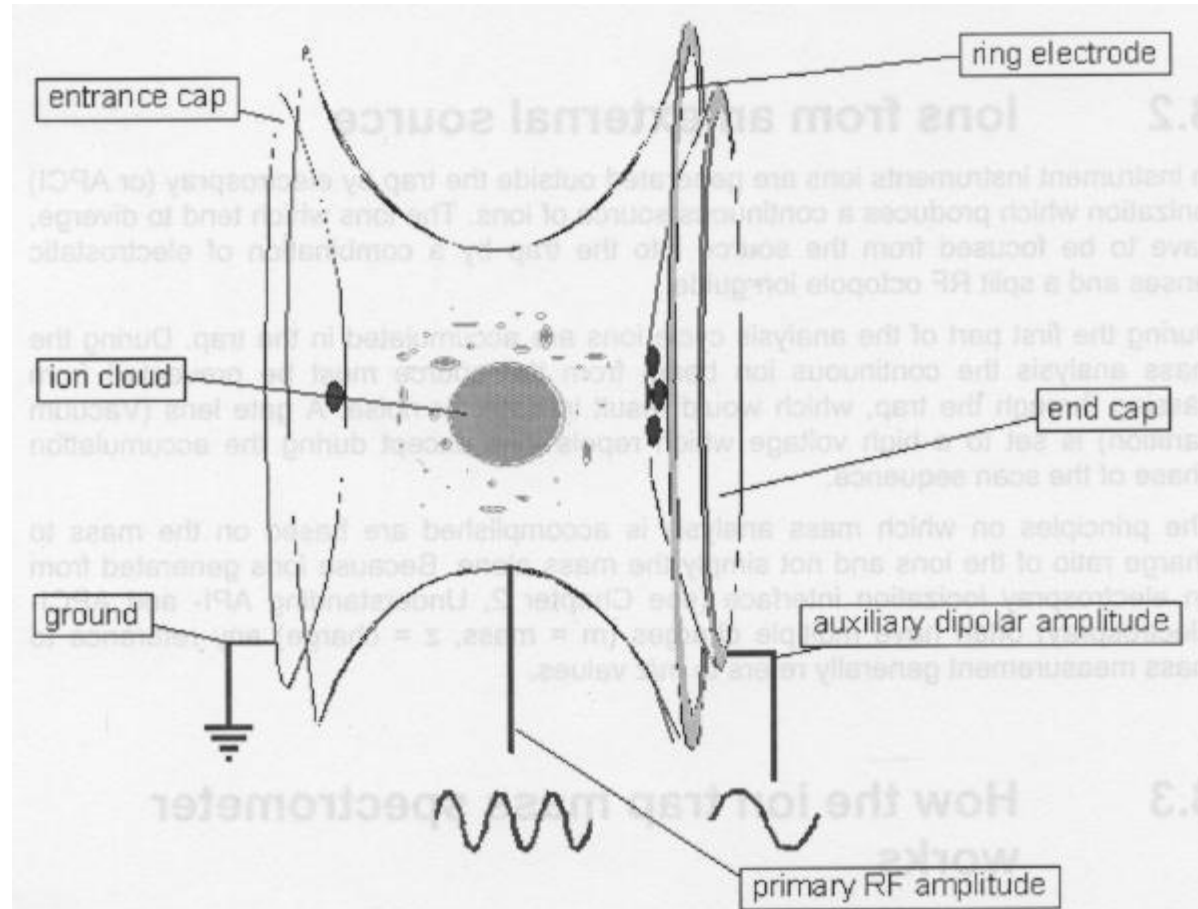
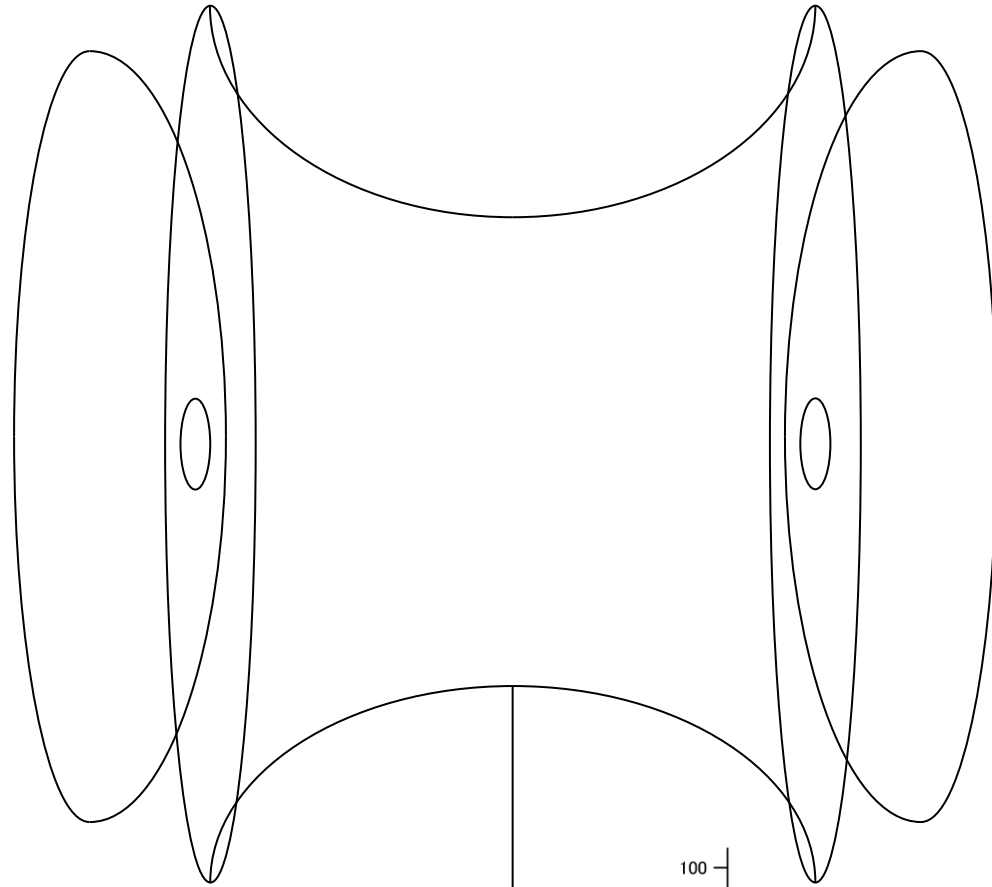
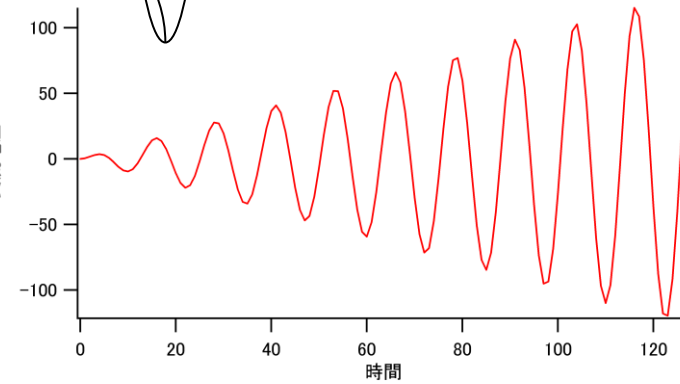


Figure 3-2 The ion trap geometry

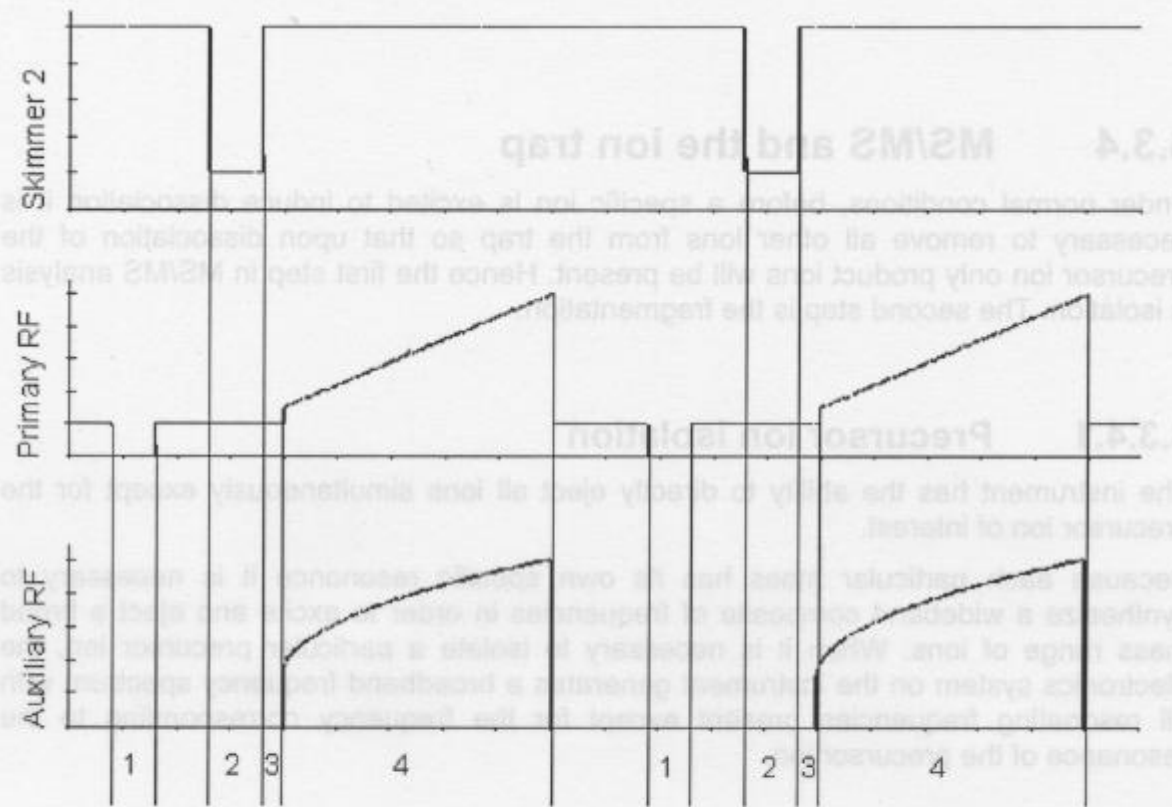
# Quadrupole Ion Trap



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     |

講義資料・第二部へ続く・・・

## 2021年度 自然科学実験1a スケジュール (月曜日 4～6 限)

日程		内容	実施方法
9月27日	第1回	ガイダンス・IR概論	Zoom
10月4日	第2回	NMR概論	Zoom
10月11日	第3回	MS概論	Zoom
10月18日	第4回	機器実験 1	対面
10月25日	第5回	機器実験 2	対面
11月1日	-	-	
11月8日	第6回	機器実験 3	対面
11月15日	第7回	機器実験 4	対面
11月22日	第8回	機器実験 5	対面
11月29日	第9回	機器実験 6	対面
12月6日	第10回	シミュレーション実験 1	対面 or Zoom
12月13日	第11回	シミュレーション実験 2	対面 or Zoom
12月20日	第12回	シミュレーション実験 3	対面 or Zoom
12月27日	第13回	シミュレーション実験 4	対面 or Zoom
1月3日	-	-	
1月10日	-	-	
1月17日	第14回	シミュレーション実験 5	対面 or Zoom
1月24日	第15回	シミュレーション実験 6	対面 or Zoom
1月31日	第16回	補講	