

第5回北部キャンパス機器分析拠点セミナー

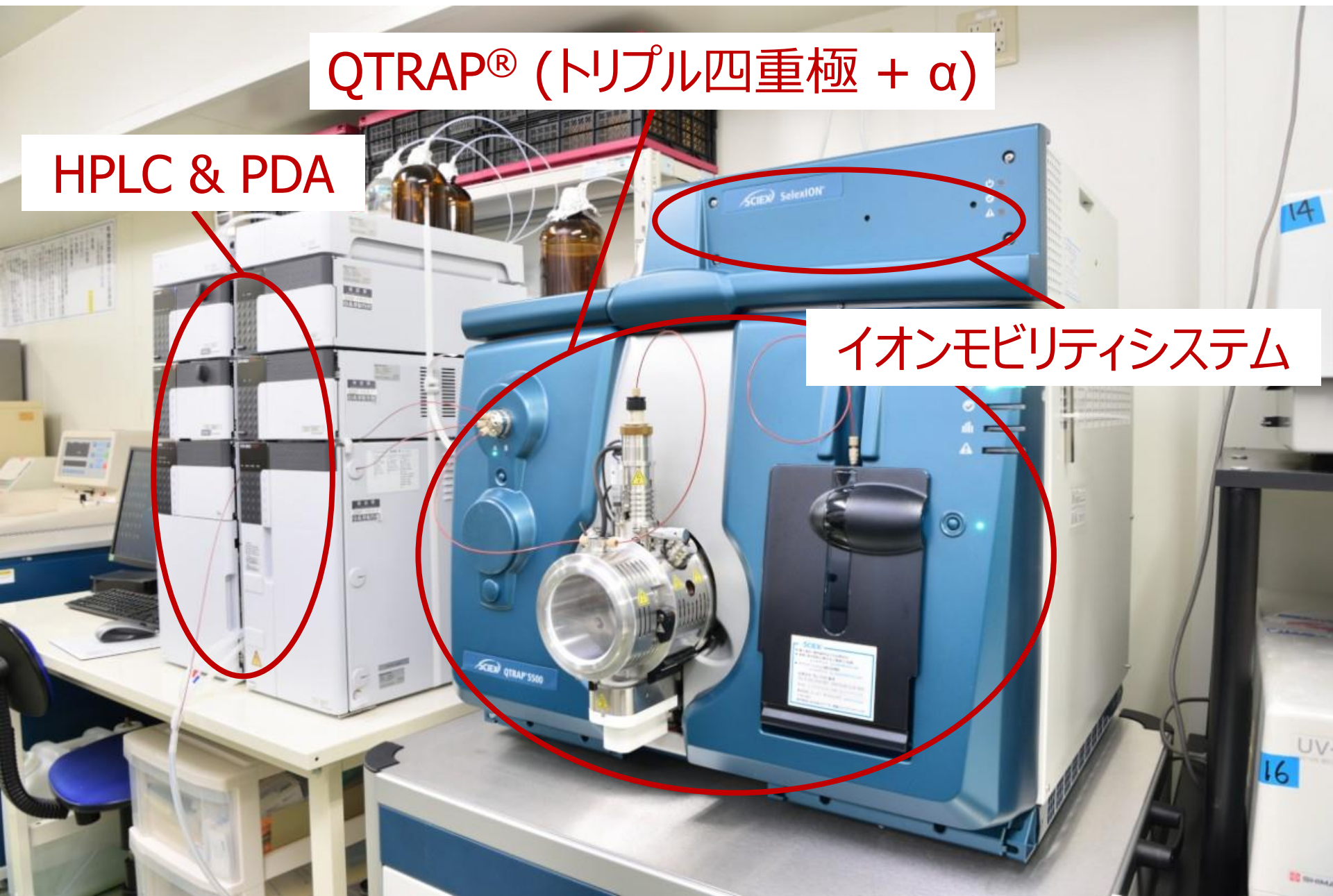
QTRAP[®] LC-MS/MSシステム

システム概要

QTRAP[®] (トリプル四重極 + α)

HPLC & PDA

イオンモビリティシステム



はじめに

- 主に脂溶性物質を分析するためにコンディショニングしているシステム
 - ✓ 有機溶媒比率の高い条件で使用することを想定しているため、塩濃度が高い条件や水比率が高い条件での使用は基本的には避ける。
 - ✓ イオンペア試薬は使用できない。
 - ✓ 一部の界面活性剤（Triton X-100等）や可塑剤のサンプルへの混入を避けるため、樹脂製チューブ等を使用してのサンプル調製は避ける。
 - ✓ 移動相用の有機溶媒、塩、サンプル用バイアル、カラム等、サンプル以外の消耗品は備え付けの物を使用する。
- ⇒ 事前にご相談ください。
- （ご利用いただきやすくなるように）利用料金の見直し中です（2022/12/23現在）。

HPLC & PDA



① 移動相

- ✓ ミリQ 水、メタノール、アセトニトリル、2-プロパノールが使用可能
- ✓ ギ酸、酢酸、ギ酸アンモニウム、酢酸アンモニウムが使用可能（濃度はご相談ください）

② オンラインデガッサー

③ ポンプおよび配管

- ✓ LC-20AD（島津製作所）×2台（水用と有機溶媒用）
- ✓ 高圧グラジエントシステム
- ✓ 耐圧20 MPaで使用
- ✓ PEEK樹脂配管

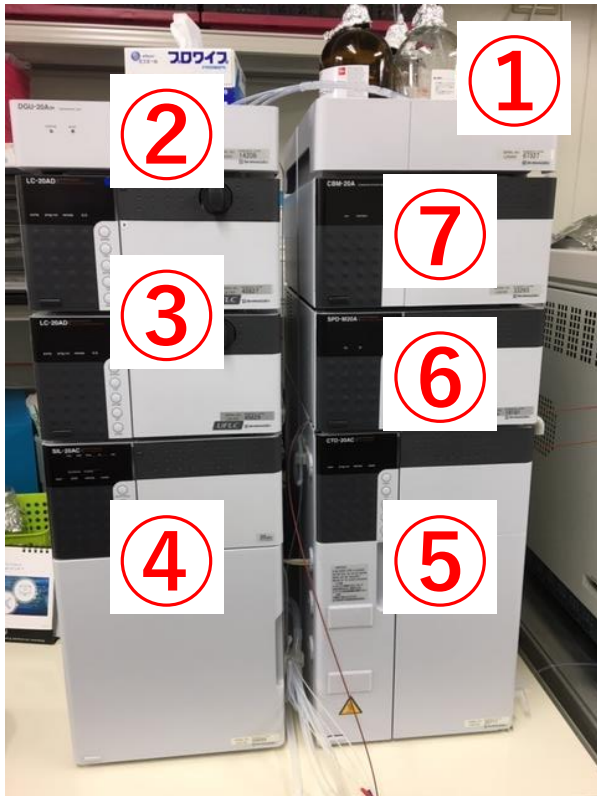
HPLC & PDA



- ④ オートサンプラーおよびバイアル瓶
 - ✓ SIL-20AC (島津製作所)
 - ✓ 試料注入量可変、全量注入方式
 - ✓ ニードル洗浄可能 (1液、通常はメタノールを使用)
 - ✓ サンプルクーラー (4~40°C、室温にも依存する)
 - ✓ ガラス製 2 mLスクリューストックバイアル (0.8 mL程度のサンプルが必要)
 - ✓ 105本まで収載可

- ⑤ カラムオーブンおよびカラム
 - ✓ CTO-20AC (島津製作所)
 - ✓ 室温+10~85°C (室温は25°C程度で制御)
 - ✓ マニュアルインジェクターなし
 - ✓ ODS、HILIC用シリカカラム等を常備 (応相談)

HPLC & PDA



⑥ PDA検出器

- ✓ SPD-M20A（島津製作所）
- ✓ 190～800 nm
- ✓ セル温調機能あり
- ✓ 使用時のみ接続する。

⑦ システムコントローラー

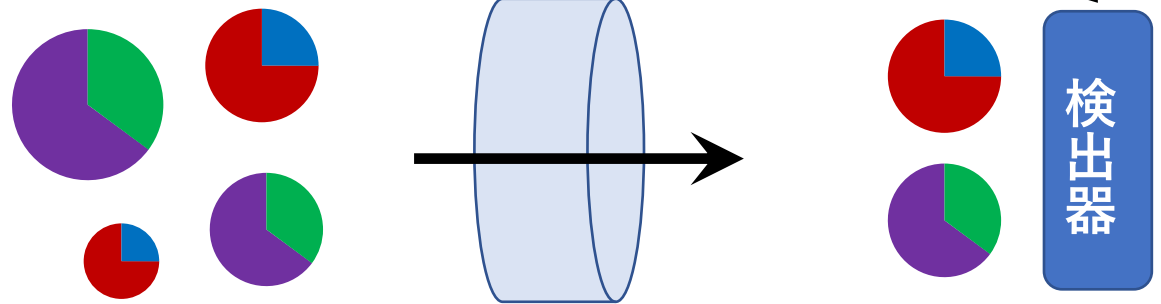
QTRAP®



- 基本構造はトリプル四重極型質量分析計
⇒ トリプル四重極型質量分析計と同様に使用可

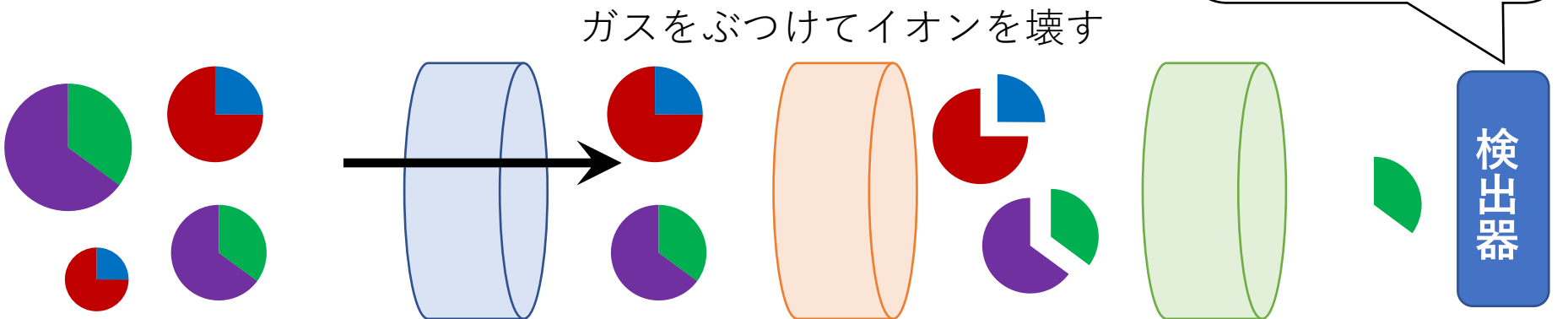
QTRAP[®]

四重極 (シングル)



m/z 300のイオンのみを通す条件

トリプル四重極



m/z 300のイオンのみを通す条件

m/z 120のイオンのみを通す条件

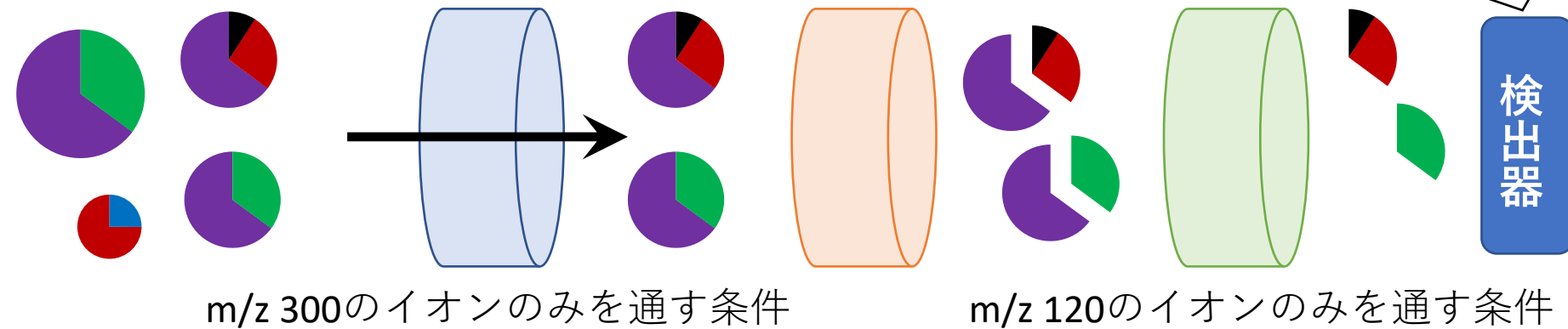
QTRAP®

トリプル四重極

$$m/z\ 300 > m/z\ 120$$

ガスをぶつけてイオンを壊す

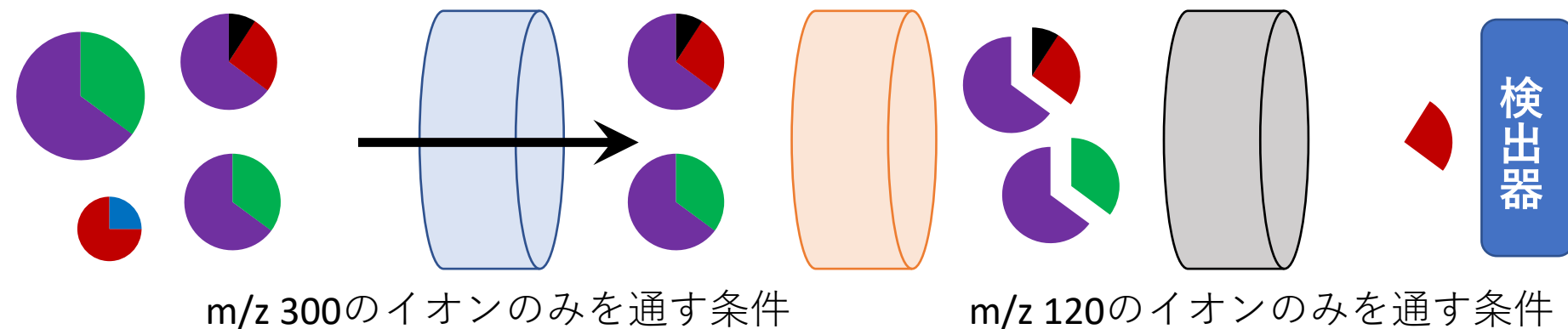
m/z 300で、壊れたときにm/z 120のイオンになるのは2つあった！



QTRAP (MRM3モード)

$$m/z\ 300 > m/z\ 120 > m/z\ 90$$

m/z 120のイオンをトラップして壊し、m/z 90のイオンを検出器に送る



QTRAP®



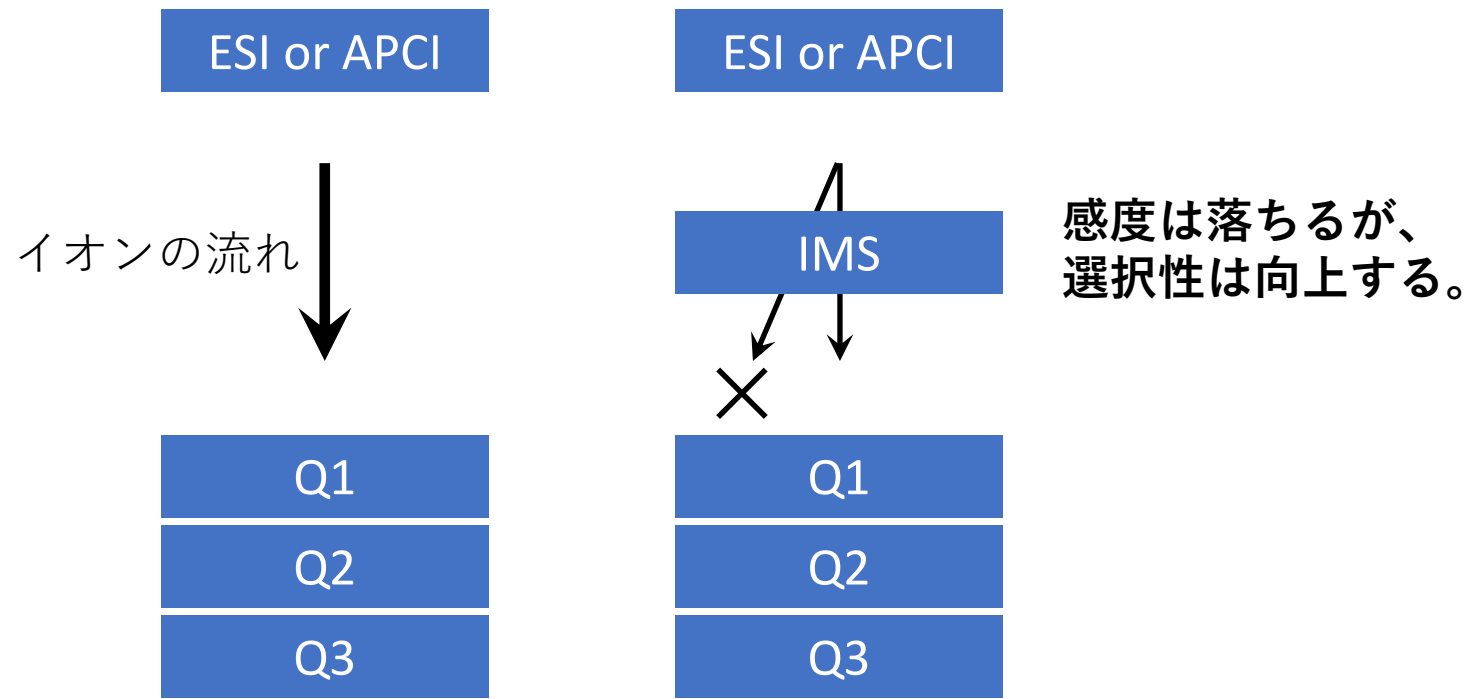
- QTRAP 5500 (AB Sciex)
- イオン源：ESI (Heated ESI), APCI
- m/z レンジ：5~1250
- スキャンスピード：1000 Da/s
チューニングを実施すれば12,000 Da/sまで可
- トリプル四重極型と同様の分析モード
MRM, precursor ion scan, product ion scan etc.
- MRM3モード

イオンモビリティシステム



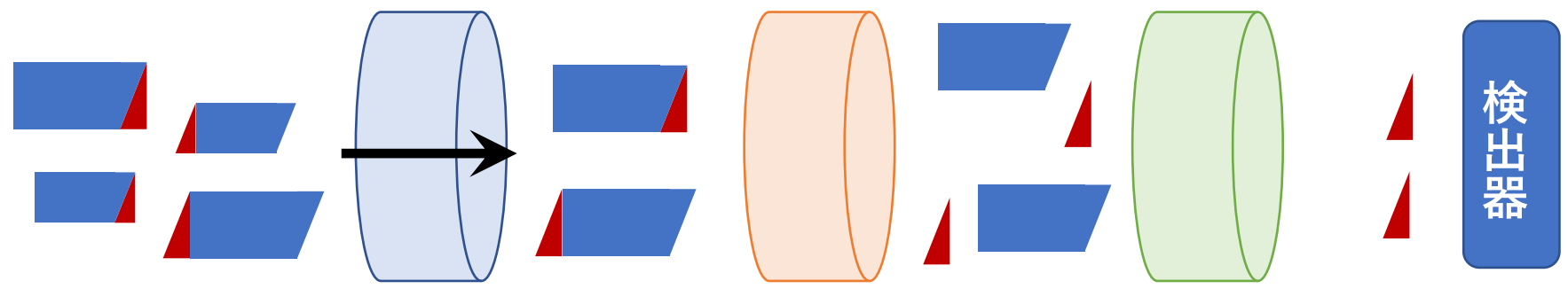
イオンモビリティスペクトロメトリー (IMS)
電場によってイオンを大気圧下でドリフトさせ、イオンの大きさや構造によって分離する技術

Sciex社の場合、イオン源とQ1の間に設置する。



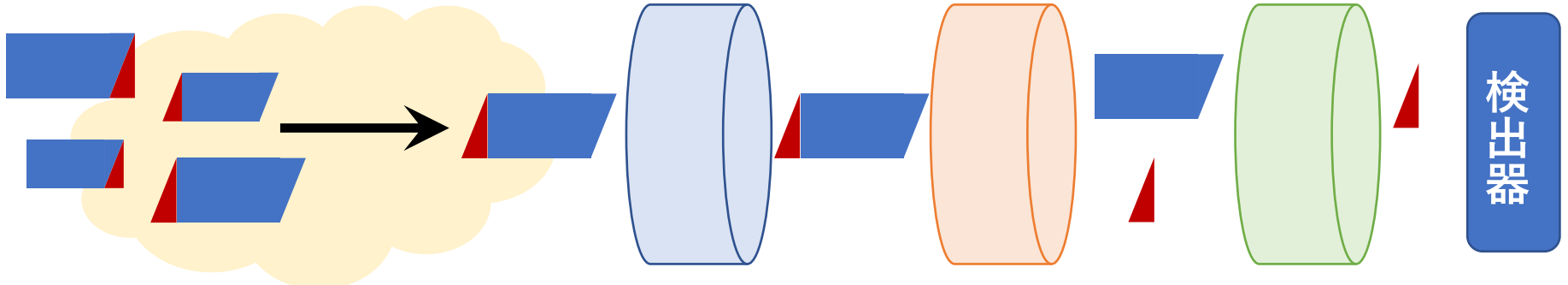
イオンモビリティシステム

トリプル四重極



イオンモビリティシステム + トリプル四重極 (MRM3モードも可)

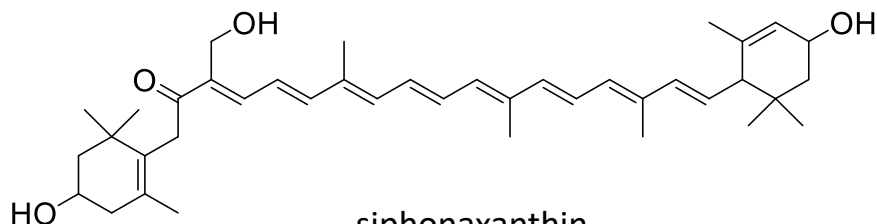
イオンモビリティシステム



特定の大きさや構造を有する
イオンのみがQ1に到達する

解析例 1

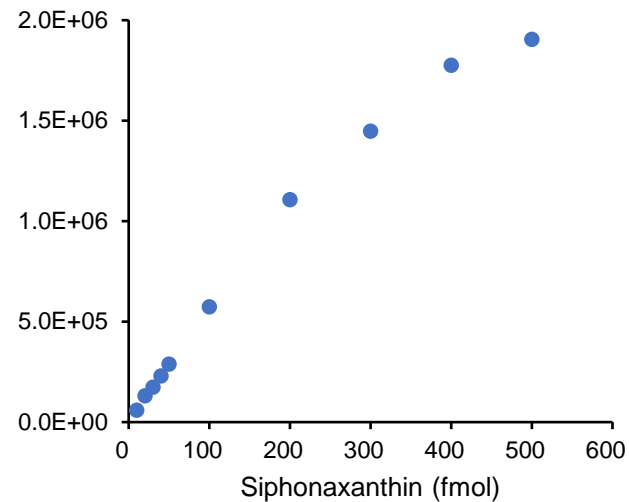
カロテノイドの高感度分析



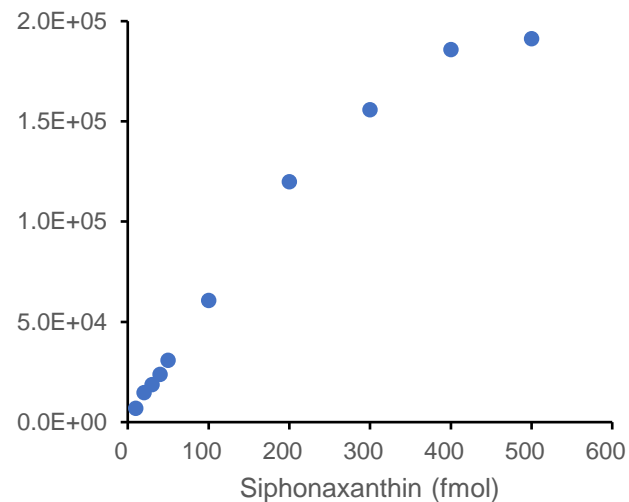
siphonaxanthin
Exact mass: 600.42

fmol	m/z 601.4 >					
	583.5	121.2	119.2	105.1	91.2	79.2
500	1904046	228964.7	114087.8	138449.4	191193.6	96303.24
400	1774664	216278.6	108843.9	131383.5	185740.9	92056.22
300	1447345	181903.6	93221.63	113660.6	155734.3	75248.63
200	1106308	135671	70360.99	84091.22	119895.3	57843.16
100	573393.8	68974.24	34550.69	42493.84	60694.39	30200.59
50	288273.9	35040.53	17605.56	21190.18	30748.65	14430.45
40	229365.3	27526.2	13721.85	16578.1	23811.02	11753.97
30	173317.1	21320.75	11184.78	13247.7	18681.76	9792.926
20	129351.8	15776.51	8296.329	10180.73	14641.09	6968.275
10	58382.64	7044.933	3737.607	4797.551	6818.326	3039.392

MRM (m/z 601.4 > 583.5)



MRM (m/z 601.4 > 91.2)

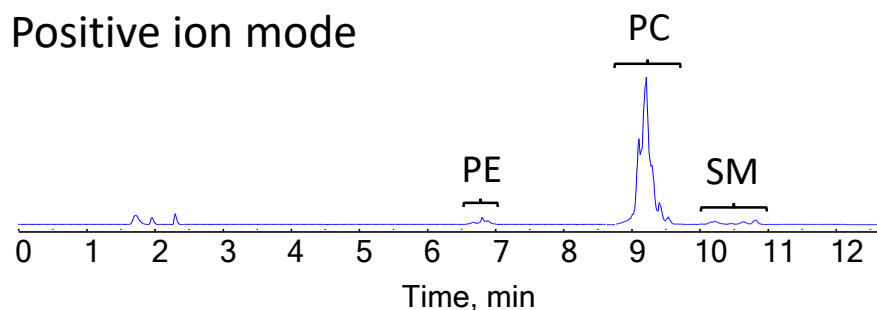


解析例 4

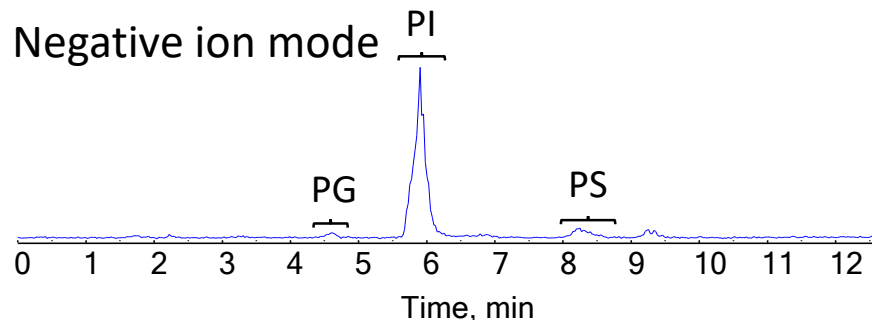
リン脂質の網羅的解析

HILICカラムによるリン脂質の分離

Positive ion mode

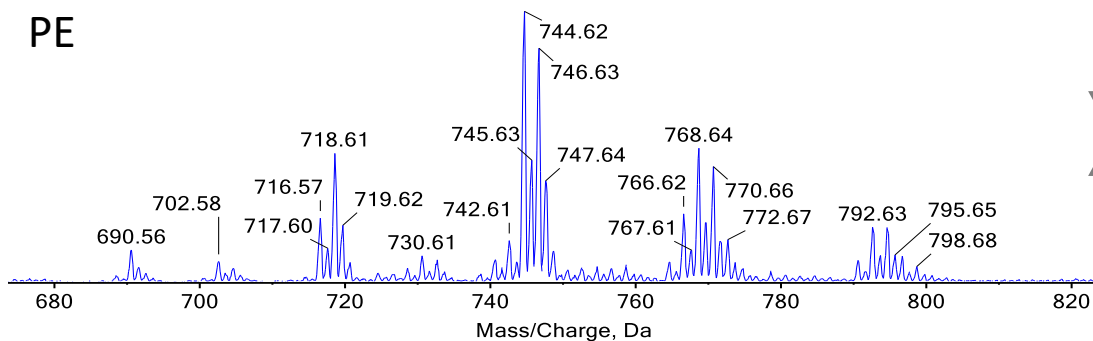


Negative ion mode



各種スキャン分析によるリン脂質分子種の解析

PE



各分子種定量用のMRMの作成