

フーリエ変換イオンサイクロトロン共鳴質量分析計

FT-ICRMS, BURUKER / solariX

【仕様】 マグネット: 7.0T / イオン源: ESI, APCI, MALDI
 適応質量範囲: 100-10,000 m/z / MS/MS方式: CID, ECD, ETD

質量分析計の中で最も分解能が高い装置です。微量の未知資料、脂質や油脂のような低極性化合物、イオン化しにくい生体由来の高分子化合物まで対応しています。



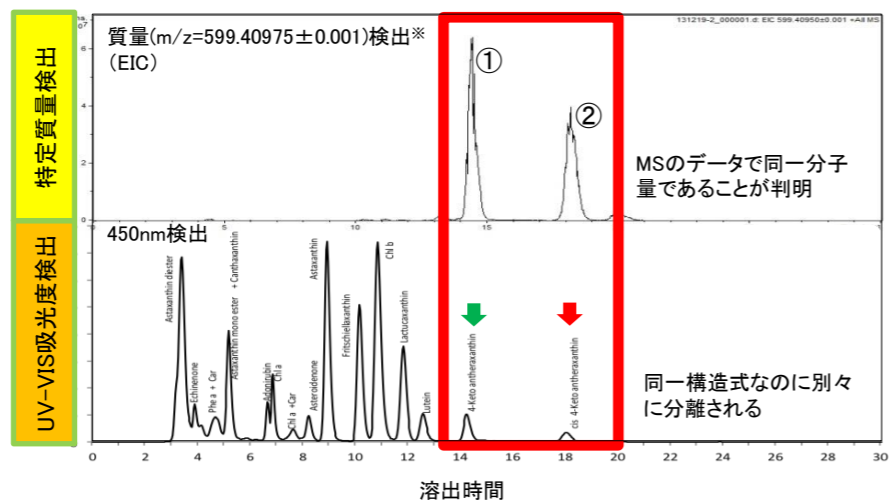
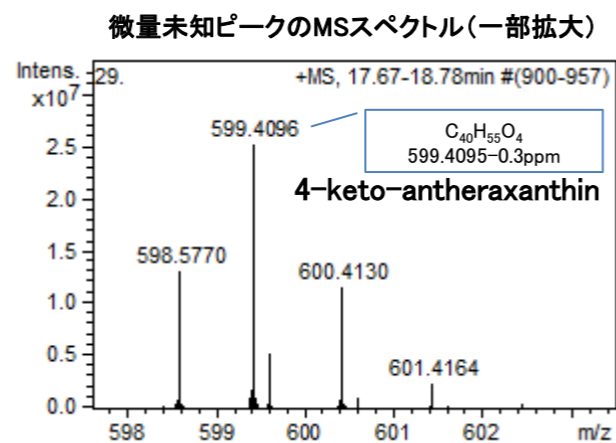
活用事例紹介

FT-ICR MS と NMR を組み合わせた

HPLCで全葉に含まれる色素を分離し、LC-MSでそれぞれのピークの化学式を決定して、物質の特定を行いました。

未知成分(赤矢印)の質量($m/z=599.40975 \pm 0.001$)を縦軸にした図(TIC)より、既知成分(緑矢印)と化学式が一致しましたが、溶出時間が異なることに疑問が残りました。

紫外-可視吸収スペクトルとHPLCの溶出順序より、4-ケトアントラザンチンのどこかが折れ曲がったシス体であることが予想されました。未知の微量ピーク②を分取しNMRで詳細な構造解析を行いました。



※プロトン付加イオン(MH+)として検出しているため分子量は+1になっています

適応分野

- 微量の未知物質の分析・同定(由来の推定・混入経路や不良原因の推定など)
- タンパク質の同定(アミノ酸配列の決定とデータベース検索によるタンパク質の決定)
- 複雑な化合物、生体試料、合成高分子などの構造式決定(精密質量分析による元素組成分析)

600MHz 核磁気共鳴分光計(液体用)

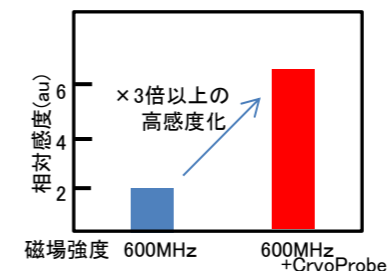
NMR, BRUKER / AVANCE TM III

【仕様】 1H周波数600MHz + 超高感度TCI CryoProbe

原子核のスピンを利用して、非破壊的に物質の構造・状態を知ることができる装置です。有機化合物の構造決定、さらにはタンパク分子の水溶液中での立体構造解析も可能です。強磁場コイルを採用し、さらに超高感度TCI CryoProbeを組み合わせた高感度システムです。

【CryoProbeとは?】

コイル部およびプリアンプ部を低温Heガスで冷却し、熱雑音を除去することで高感度化したプローブ。微量成分検出・短時間測定が可能。

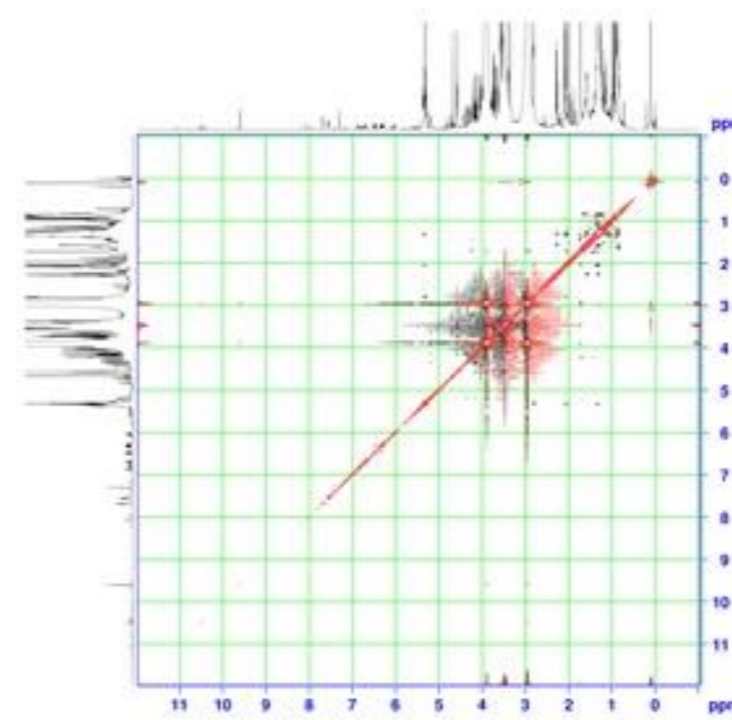


活用事例紹介

微量成分の構造決定

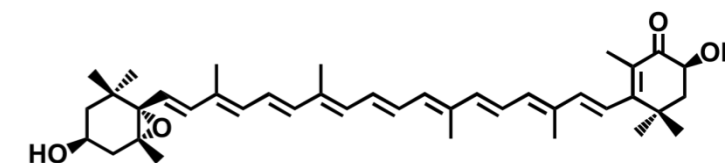
測定試料が非常に微量(0.21mg)で不純物もある程度含まれていましたが、高感度測定により赤矢印で示した距離情報が特定され、幾何異性体構造である事が決定できました。光合成集光タンパク質にこの特定のシス体が結合している事が初めて明らかになりました。

未知微量ピークの二次元プロトン-NMR

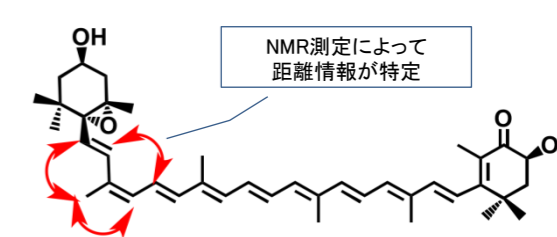


$C_{40}H_{54}O_4$ (分子量=598)

①全トランス体 4-keto-antheraxanthin



②シス体 9'-cis 4-keto-antheraxanthin



(資料提供 大阪市立大学複合先端研究機構 藤井律子准教授)

適応分野

- 化学式、元素組成の分かっている物質の構造決定
- 未知化合物の構造決定
- 不純物の確認
- 貴重な試料の非破壊分析