

## JMS-S3000 Application Data

## JMS-S3000“SpiralTOF” TOF-TOF オプションを用いた 卵黄中のリン脂質の構造解析例

リン脂質は卵黄の主成分の 1 つであり、豊富に含まれている。今回は、卵黄中からリン脂質を抽出し、JMS-S3000 SpiralTOF の TOF-TOF オプションで構造解析を試みた。最初に卵黄を脂質とタンパク質等の水溶性成分と分離するためにクロロホルムとメタノール、水の混合溶液に溶かした。遠心分離後、クロロホルムとメタノールの層のみを取り出し、メタノールで希釈後、マトリックスと 1:1 で混合し、プレートに滴下した。

Fig.1 に Spiral モードで測定して得られた Positive モードと Negative モードのマススペクトルを示す。マススペクトルの  $m/z$  値から判断すると、Positive モードでは Phosphatidylcholine (PC), Negative モードでは Phosphatidylinositol (PI) が主に観測されていると考えられる。次にそれを確認するために、TOF-TOF モードでのプロダクトイオンスペクトルの測定を行った。なお、MS Tips No.186 [1]では、PC (34:1) の組成を有する 1-palmitoyl-2-oleoyl-sn-glycero-3-phosphocholine (PC(16:0, 18:1)) の標準試料の  $[M+H]^+$  のプロダクトイオンスペクトルを測定している。そのため、試料のマススペクトルで確認された同じ組成の PC(34:1) の  $[M+H]^+$  をプリカーサーイオンとして選択しプロダクトイオンスペクトルの測定を行い、スペクトルの比較することにより構造の類似性を検討した (Fig.2)。Negative モードでは強度の強い PI (38:4)  $[M-H]^-$  をプリカーサーイオンとして選択し、それぞれプロダクトイオンスペクトルを測定した (Fig. 3)。Fig.2 のスペクトルパターンを確認すると、多少の強度比の違いはあるものの標準品の測定結果と同じ結果が得られており、このピークは、PC(16:0,18:1) 由来であることがわかる。次に Fig. 3 のスペクトルパターンを確認すると、Fig.4 のように各ピークをアサインすることができ、PI(18:0,20:4) であると考えられる。

以上のように、TOF-TOF オプションを用いた高エネルギーCID 測定を行うことで、CRF 由来のピークが明確に観測され、リン脂質の構造解析を行うことが可能となる。

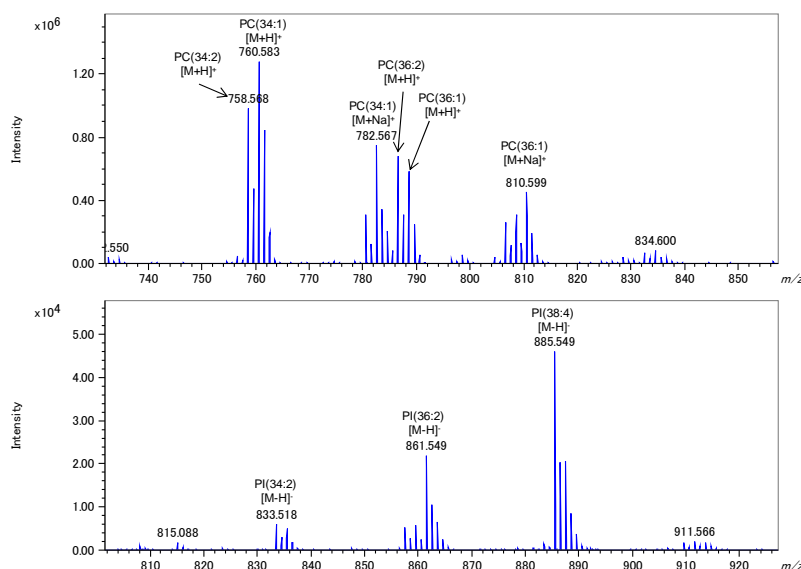


Fig.1 Mass spectra of phospholipids from egg yolk (top:positive ion mode, bottom negative ion mode).

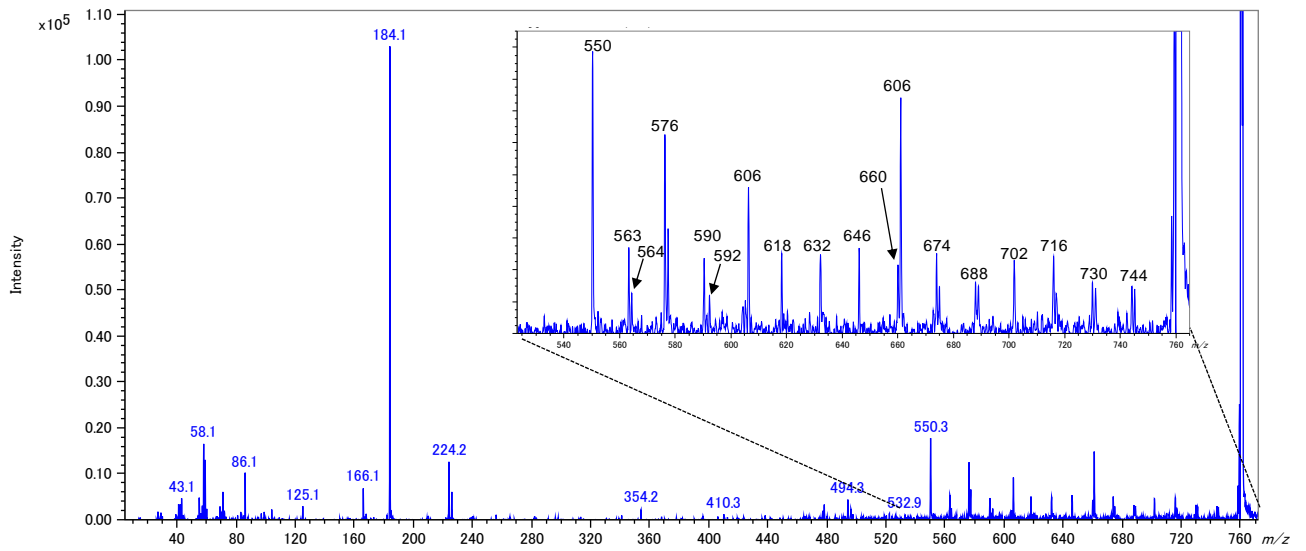


Fig.2 Product ion spectrum of PC(34:1) [M+H]<sup>+</sup>

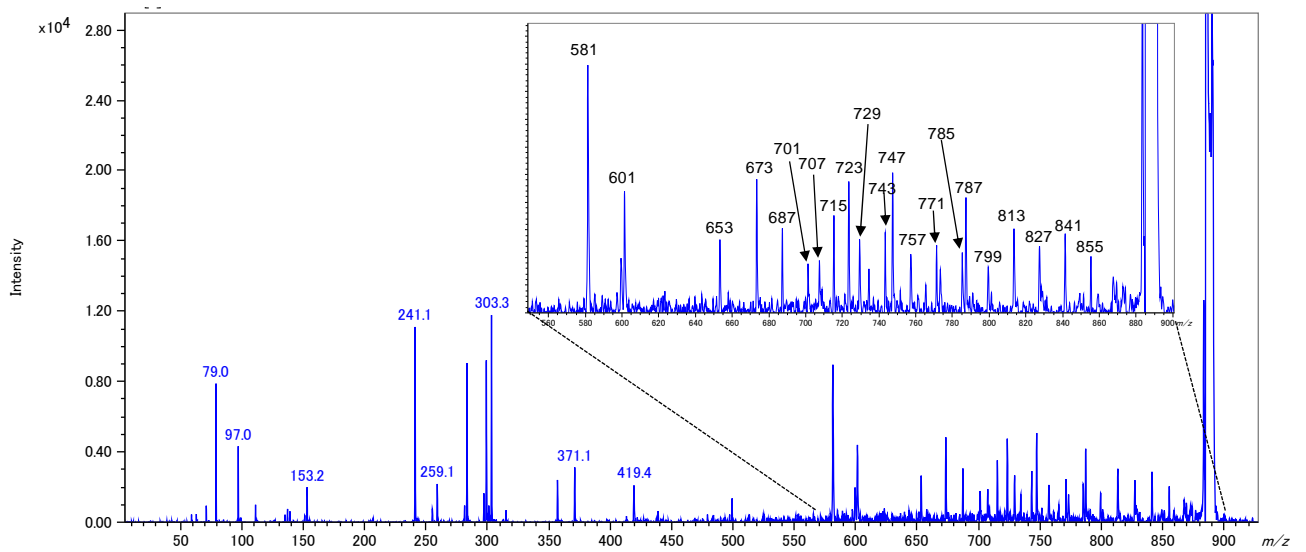


Fig.3 Product ion spectrum of PI(38:4) [M-H]<sup>-</sup>

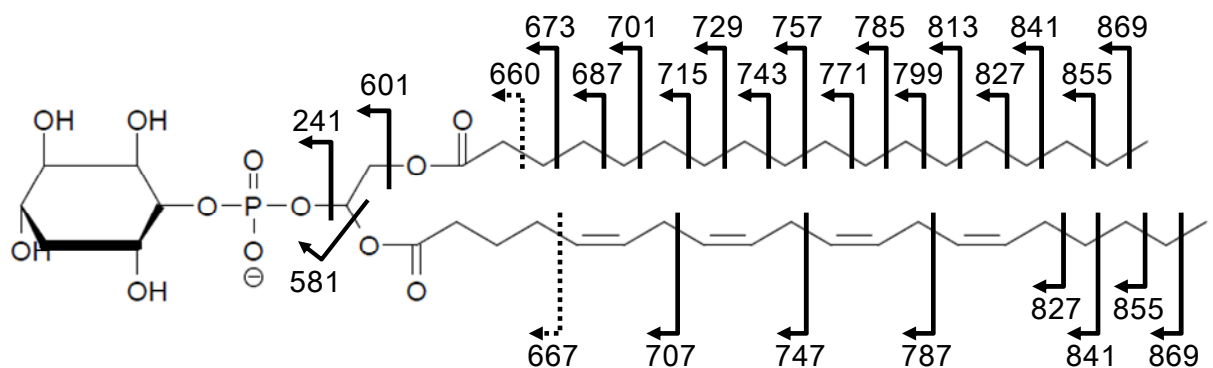


Fig.4 Peak assignment of product ion spectrum of PI(38:4) [M-H]<sup>-</sup>

[1] MS Tips No.186 "SpiralTOF" TOF-TOF オプションを用いたフォスファチジルコリンの解析例