（MS学内202404）

岡山大学 自然生命科学研究支援センター 分析計測分野

**質量分析 依頼書（学内用）**

下記試料の分析を岡山大学自然生命科学研究支援センター分析計測分野へ依頼します。

 **申込日**\***年　　月　　日**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **依頼者**\* |  | **依頼者TEL**\* |  |
| **所属**\* |  | **依頼者E-mail**\* |  |
| **支払責任者**＊ |  | **支払経費** | お支払時にご指定ください。（第4四半期は原則運営費でのお支払いとなります） |
| 研究室フォルダ名 | 半角英数字20字以内 | 別紙資料 | □　無 □　有（　　枚） |
| 試料番号 | サンプル名\*（半角英数字15字以内） | 試料持込量（μL） | 推定濃度\*(fmo l/μL) or (ng/μL) | 前処理法，濃度推定根拠など |
| 1 |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |
| BG | 試料調製溶媒（　　　　　　　　　　　　　） |  |  | 必須 |
| 試料カテゴリ＊ | A 由来： □合成品、　□天然物　　　　 B 純度:　 □＞80％、 □20〜80％程度、□　　　　％程度、　□不明 |
| 不溶物を生じた場合\* | □測定を中止する　□遠心上清を測定する　　□フィルターを通して測定する（消耗品実費請求） |
| 測定項目該当項目に■ | ・測定目的： □A標準プロテオーム解析（試料情報連絡票添付）　　　　　　　　　　 　 □B質量決定（構造式、組成式を添付）　□C定量測定 　□Dその他（別紙添付）・測定条件： □検討済 — □標準メソッド　□指定メソッド名：　　　　　　　　　　 　　　　　　　　　　　　　　　　　　 　 □要検討 — 予算上限　　　 　 　　円まで・バイアル： □必要な場合は分野のバイアルを使用する（1個110円(税込)）　（GC-MSのみ。MS, LC/MSは利用料に含まれる。）　　 □バイアル入り試料を提出する**測定条件の検討が必要な場合：**・イオン化法： □ESI （希望装置：　　　　　　　　）、　追加を希望 □APCI　 □その他（　　 　）・測定モード： □MS □MS/MS □MSn □LC/MS　□LC/MS/MS　□ＧC/MS・イオンモード：□positive測定　□negative測定　□両方　□お任せ（□片方のみ　□出なければ両方）・測定希望範囲：　*m/z* ～　　　　　　　　　 　　　　＊GC-MSの場合EI，positiveのみ |
| 試料保存＊ | ・保存温度：　□ 室温　□　4℃　□　-20℃　□　-80℃　　　その他： |
| 解析データ | □測定時立会を希望　　　□全データ（貸USB・持込み記憶メディア・DVD 実費）　　□概略（メール添付）・引き渡し方法：□来訪引渡　 □学内便 □メール添付 |
| **要確認****事項**を確認しました\*：　□　 | ・感染性・放射性のサンプル、危険性有害性のため特別な取り扱いが必要なサンプルではないこと。・倫理的・法的に問題のあるサンプルではないこと。・「分析計測分野利用要項」の内容を確認すること。・測定後に残った試料は、原則すぐに依頼者へ返却します。・サンプルが原因で詰まり・汚染が発生し、洗浄操作や部品交換が必要になった場合は、実費負担して頂きます。・LC/MS時のinjection volumeは0.1-35μLまで。　Injection 量目安： 50 fmol〜10 pmole/Run  |

太枠内を依頼者がご記入下さい。　\*印の項目は，必ずご記入下さい。　前処理操作は、事前にご相談ください。

選択項目は、該当する選択肢の□を■へ塗りつぶしてください。

分析計測分野記入欄： 受付No.　＿＿＿

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 測定者 |  | 測定日時 |  |
| 測定モード | □MS □MS/MS □MSn □LC/MS　□LC/MS/MS　□ＧC/MS　、　□positive測定　□negative測定 |
| 測定装置 |  | イオン化法 |  |
| 追記事項 | □通常有機廃液 | 測定結果 |  |
| 結果等返却日 |  |
| 学内利用料金請求額(全て税込) | □aプロテオーム測定　　　　　14,300円/検体, 　 □b 直接導入-質量決定測定　　2,200円/検体□c特殊測定・条件検討測定　1,760円/15分, □d連続5時間超　　　　　　 1,430円/15分□e連続10時間超　　　　　　　 990円/15分,　　 □f GC-MS測定　　　　　　　　 2,200円/検体 □g測定技術サービス　(A: 550円/30分、B: 1,100円/30分、C: 2,200円/30分、D: 3,300円/30分) |
| 検体数 | a , b , f 　　検体 | 測定時間 | c　　　　 　　　　　　　　　　　分d　　　 　　　　　　　　　　　　分e　　　　 　　　　　　　　　　　分 |
| 測定技術サービスｇ |   | 分 |
| 追加消耗品等 | 円 | **合計請求額** | **円** |

（HPLC-CHIP/QTOF学内）

**試料の調製について**

**受け渡し**：　オペレーターと依頼内容と引渡日の打ち合わせを行ってから、試料をお送りください。

**試料の形状**： 原則として、そのまま測定できる濃度（1～10μM程度）に調製済の「**溶液**」での提出をお願いします。

 粉末あるいは凍結乾燥品をご希望の場合には、試料溶解溶液と溶解方法をご提供ください。

 あきらかな沈殿を生じた場合に測定を続行するか、測定を中止するかについて、あらかじめご指定ください。

**試料調製溶媒**： Background 減算および洗浄用に、試料の溶解・調製に用いた溶媒（緩衝液）を同時にお送りください。

　　　　　　　　　・ESIおよびキャピラリーLC使用時は、揮発性溶媒しか使用できません。

　　　　　　　　　　（μMオーダー以上の塩を含む緩衝液は測定できません。）

　　　　　　　　　・ナノLC使用時は、通常濃度の塩を含んでも濃縮カラムで除去できますが、濃縮カラムに試料が結合するような溶媒組成が必要となります。

 ・いずれの場合も、溶媒に界面活性剤を含む試料は、測定致しません。

・GC-MS測定は，疎水性の低沸点溶媒に限ります。

**試料希釈液**：　当分野で以下の溶媒を準備していますので、ご希望をお知らせください。

・LC試料用：　　Miｌli-Qグレード水、　0.1％ギ酸、　0.1％ギ酸アンモニウム

・ESI試料用：　 0.1％ギ酸-50％アセトニトリル

・疎水性試料：　メタノール、アセトニトリル

その他の希釈液をご希望の場合は、あらかじめご相談ください。

 なお、ESIは高疎水性分子のイオン化には適しませんので、あらかじめご了承ください。

**注　　意**：　 **試料調製に用いる器具から溶出した不純物イオンや試薬グレードに由来する不純物イオンが、目的分子の測定を阻害する場合があります。特に濃度の低い試料を調製する際は、専用の器具や試薬を用いる必要がありますので、特にご注意ください。**

**使用する質量分析装置について**

**以下の４台より、適切な機種を選んでいただくことが可能です。**

　　HPLC-Chip/QTOFシステム： プロテオーム解析、定量測定、高感度測定に適する

　　飛行時間型質量分析装置（micrOTOF）: 質量決定専用機、APCIが可能なため低極性分子に適する

　　イオントラップ型質量分析装置（HCT）： MSn解析を用いた構造解析、定量測定（ダイナミックレンジ狭）

　　ガスクロマトグラフ質量分析装置（GC-MS）：疎水性の低極性分子に適する

・ ESI測定をデフォルトとします。プロテオーム測定、LC/MSによる定量測定、微量測定は、極性分子用HPLC−Chip/QTOFで測定します。合成化合物の質量決定では低極性分子用のmicrOTOFを用いる場合があります。

・ 質量決定測定において、ESI法ではイオン化しない低極性低分子の測定に, micrOTOF を用いたAPCI測定を追加することができます。その他、試験的なEI,FAB測定については、別途ご相談ください。

・ MSnを用いた構造解析測定では、HCTを用いることもできます。ご相談ください。

・　MALDI測定には対応していません。

・ GC-MS測定においては、イオン化法；EI、イオンモード；positive測定に限ります。

**測定結果の報告様式について**

**プロテオーム測定**：

　概　略： 測定条件リスト

 予め指定された条件 または 標準条件でのマスコット解析結果

　全データ： RAW DATA (解析にはMass Hunter ソフトウエアが必要)

 要望が有れば Mgf　ファイル　（マスコット解析の為の，TEXT ファイル）

　上記以外は，解析時立ち会いか，ご自身での解析をお願いします。

　解析方法については，別途ご相談下さい。

**質量決定：**

　概　略：　　 操作条件リスト

　　　　　　　　 MSスペクトル図（全体図、拡大図）

 目的分子イオンの測定*m/z*値と、予想*m/z*との誤差(ppm)

　全データ： 　RAW DATA (解析には専用解析ソフトのインストールが必要)

**特殊測定・条件検討測定**：

・定量解析（条件決定後）

　概　略：　操作条件リスト

　　　　　　　検量線グラフ、サンプル濃度の計算表

・その他

報告様式については、内容に応じてご相談させていただきます。

解析時立会いか、ご自身での解析をお願いする場合もございます。

**試料情報連絡票**

標準プロテオーム解析の場合は依頼書と併せてご提出ください。

受付No.　＿＿＿

|  |  |
| --- | --- |
| 所属： | 依頼者氏名： |

**◇サンプルについて**

（1）分離：□２次元電気泳動　□SDS-PAGE　□HPLC精製　□その他の場合は要説明a)

（2）サンプル染色（ゲルの場合のみ）：□CBB染色 □銀染色（MS用）□蛍光染色

□その他

（3）試料調製に用いたキット名等：

（標準プロテオーム解析の場合）

解析の種類　□Mascot解析（ペプチド同定）→　次の（4）（5）（6）にご記入下さい

　　　　　　　　 □それ以外（ペプチド同定以外）

（4）生物種（**別表１より選択**）：

（5）消化酵素： □トリプシン　 □別表２より選択（　　　　　　　　　　　　　　　）

（6）還元アルキル化等：□処理済み (□Iodoacetamide □Iodoacetic acid　□その他)

　　　　　　 　 　 □未処理

　　　　 　　　　　　 □その他の修飾（別表３より選択）：

**◇データ解析について**

 　□　質量分析室にて自分で解析する。（□　解析時に立ち合いを希望する）

 　□　Mass Hunter 測定データを受取り、自研究室で解析する。

（外部Mascotは解析容量に上限があります）

□取りに来る　□CDまたはDVDで送付

 　□　Mgfファイル（デフォルト設定解析）を受取り、自研究室で検索する。

 □取りに来る　□メールで送付　□CDまたはDVDで送付

　 □　In hause Mascot検索結果を受取る。（□　MGFファイルの受取りも希望する）

**◇注意事項**

a)　その他　の場合は，「実験プロトコル」と、「試料組成と解析目的がわかる資料」をあわせて提出して下さい。

　　特に初めての試料の場合は、事前に試料内容の詳しい説明を御願いしますので、ご了承下さい。

他)　有機溶媒濃度が高い試料はそのままだと分析できないため、0.1％ギ酸で10倍程度希釈してinjectionします。

 　試料濃度が薄い場合や、水に対する溶解度の低いペプチドがターゲットの場合は、あらかじめご連絡ください。

他)　ディスポーザブルの遠沈管に長期間保存するとプラスチック成分が溶出します。

**◇試料説明**

　総タンパク質量（モル濃度）：　　　　　　　　　　　　　目的タンパク質推定量：

目的物の組成式：

**ゲルの写真やHPLCパターンなど上記の推定を助ける情報があれば、添付して下さい。**

|  |
| --- |
| ◇指定メソッド　□登録名：　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　□gradient: ◇希望カラム　（　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　） |

