

LC-MS によるマイクロシスチンの分析

Analysis of microcystins using LC-MS

マイクロシスチンは、湖沼の富栄養化により発生するアオコによって産生される肝臓毒で、発ガンプロモーターとしても作用します。その為、湖沼水でのモニタリングの必要性が高く、2003 年上水試験法改定では、多種のアオコから産生されるマイクロシスチン LR が要検討項目に指定されています。1998 年に設定された、飲料水中のマイクロシスチンの WHO ガイドライン値は、1000ng/L とされています。

マイクロシスチンは、環状構造をもつペプチドであることから、従来、誘導体化を行った後での GC-MS 法や、LC-UV 検出法により測定されていました。しかし、操作の煩雑さや検出感度等の理由により、2001 年上水試験法改定により、LC-MS 法が採用され、その定量下限値は、10ng/L とされています。

今回、LC-MS によるマイクロシスチン LR、RR、YR の測定を行った例を紹介します。上水試験法では、固相抽出による前処理工程で、500 倍濃縮される為、10ng/L の試料は、5 μ g/L に濃縮されることになります。定量下限付近の濃度でのクロマトグラムを図 2 に示しましたが、数 μ g/L の濃度でも十分に検出されています。検量線を作成した結果、LR 及び RR で 2~50 μ g/L、YR で 0.8~20 μ g/L の濃度範囲において良好な直線性が認められました。

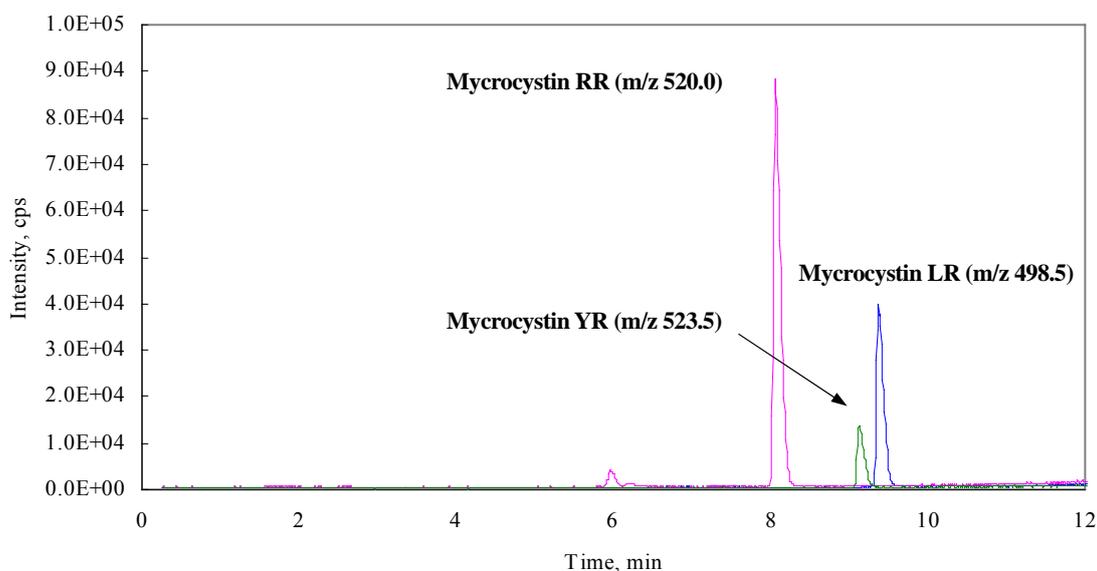


図 1 各マイクロシスチンのクロマトグラム

(LR, RR ; 25 μ g/L YR ; 10 μ g/L)

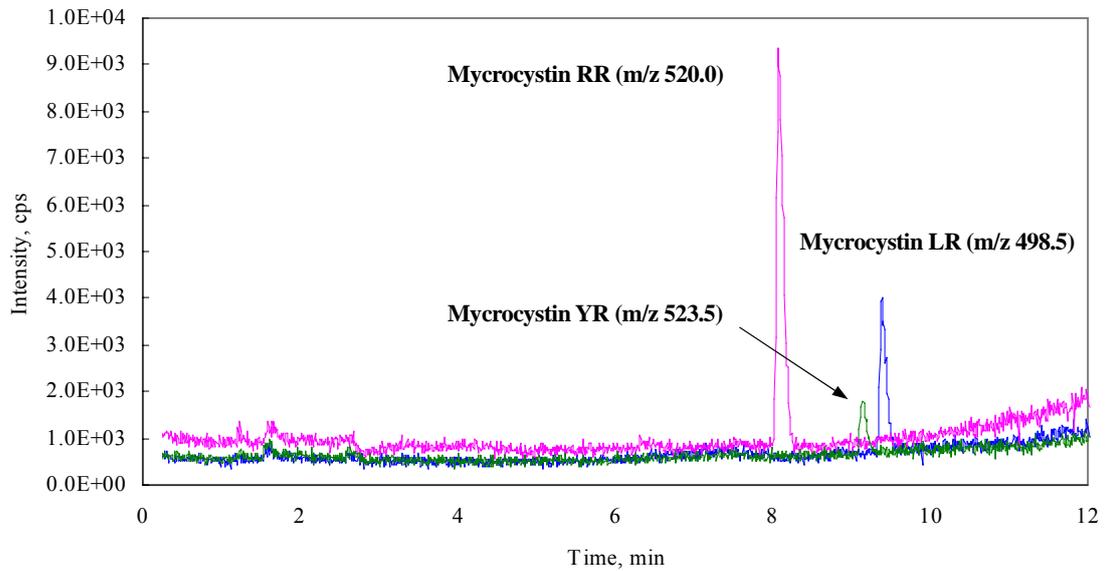


図2 各マイクロシスチンのクロマトグラム
(LR, RR ; 2 μ g/L YR ; 0.8 μ g/L)

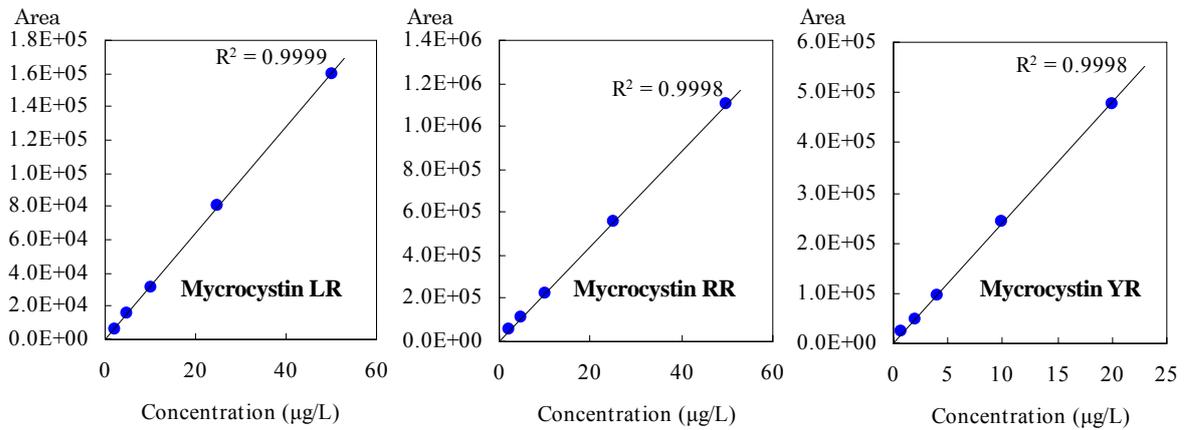


図3 各マイクロシスチンの検量線

表1 分析条件

Column:	TSKgel ODS-100V (2.0mmI.D. x 15cmL, 3 μ m)
Eluent:	A; 0.1% formic acid in water B; 0.1% formic acid in acetonitrile
Gradient:	0min(B; 10%) \rightarrow 10min(B; 60%) \rightarrow 15min(B; 60%)
Flow rate:	0.2mL/min
Injection vol.:	5 μ L
Column temp.:	40 $^{\circ}$ C
Instrument:	QTRAP (Applied Biosystems)
Ion source:	ESI
Polarity:	Positive