Application No. L1038

ミクロシスチン
Microcystins

ミクロシスチンは、らん藻類の一種であるアオコから生産される肝臓毒と発がん性作用を併せ持つ毒性物質の一つで、環境水や湖沼水でのモニタリングが必要とされています。世界保健機構(WHO)は飲料水中のミクロシスチンの暫定ガイドライン値を1000 pptと設定しています。日本国内においても諏訪湖や霞ヶ浦などの湖沼で有害アオコが発生し、ミクロシスチンの存在が確認されています。ミクロシスチンは従来、GC-MS法やLC-UV法で分析されていました。しかし操作性、感度などの問題から上水試験方法2001年改訂版ではLC-MS法が採用され、その定量下限値は10 pptとなっています。

Key words : ミクロシスチン ミクロキスチン
Column : USP category: L1

[Analytical conditions]
Column : *L-column ODS* (C18, 5 µm, 12 nm), 2.1 mm I.D. × 150 mm L.; Cat. No. 612020
Eluent : A: CH_3CN; B: 0.05% TFA in H_2O
A/B, 25/75-25/75-70/30-70/30 (0-5-25-35 min)
Flow rate : 0.2 mL/min
Temperature : 40℃
Detection : ESI-MS(+)
Injection volume : 100 µL
System : LC: LC-10A series (Shimadzu Co.); MS: LCMS2010 (Shimadzu Co.)

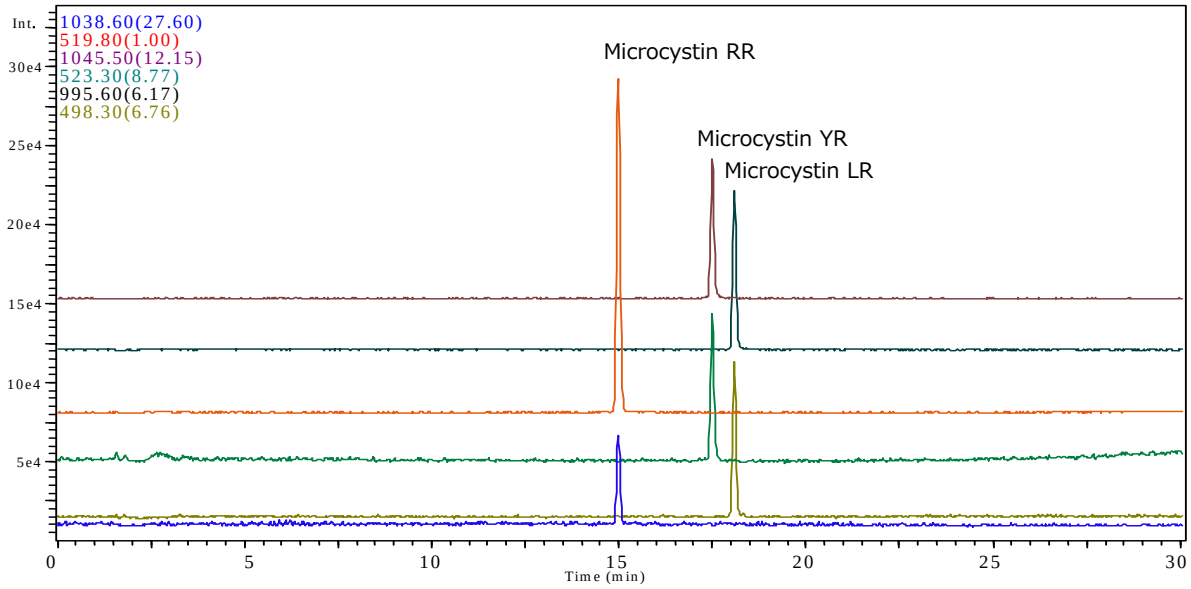


Fig.1 ミクロシスチン (100 ppb, 100 µL)

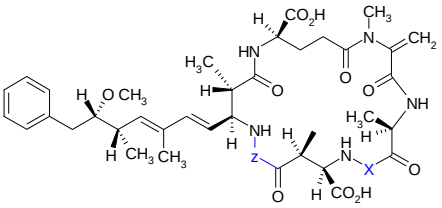
L-column ODS を使用し、上水試験方法におけるLC-MS法の定量下限値10 ppt(Fig.2)及びその20倍濃度付近(Fig.1)でのミクロシスチン(RR,LR,YR)分析を行いました。上水試験方法では試料を500倍に濃縮するとされていますので、定量下限値10 pptの試料を前処理するとLC-MSに注入する試料濃度は5 ppbとなります。定量下限値濃度で行った微量分析においても *L-column ODS* では吸着は見られず、極めてシャープなクロマトグラムを得ることができ、高感度な分析が可能です。

2002 Oku

一般財団法人 化学物質評価研究機構
Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan
東京事業所 クロマト技術部
Chromatography Department, CERI Tokyo
〒345-0043 埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野1600番地 TEL: 0480-37-2601 FAX: 0480-37-2521 E-mail: chromato@ceri.jp

Copyright © 2020 Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan. All rights reserved.

Sample:
Microcystin (5 ppb, 100 ppb)
ミクロシスチン



Microcystin LR: X=Leu, Z=Arg, (M.W. 994)
Microcystin YR: X=Tyr, Z=Arg, (M.W. 1044)
Microcystin RR: X=Arg, Z=Arg, (M.W. 1037)

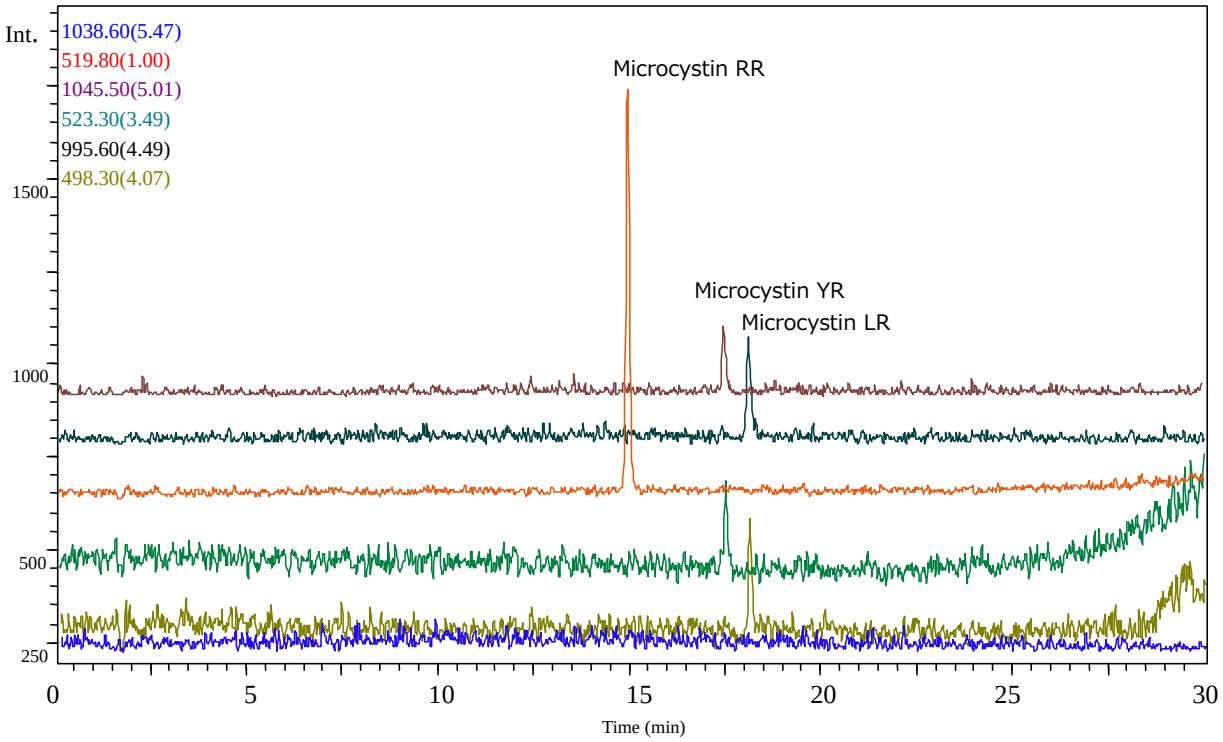


Fig.2 ミクロシスチン (5 ppb, 100 μL)

(MS conditions)

Nebulizing gas flow	:	N_2 4.5 L/min
CDL voltage	:	+25 V
CDL temperature	:	200℃
BH temperature	:	200℃
Probe voltage	:	+4.5 kV (ESI-Positive mode)

SIM monitoring ions :

m/z	$(M+H)^+$	$(M+H)^{2+}$
RR	1038.6	519.8
YR	1045.5	523.3
LR	995.6	498.3

2002 Oku

一般財団法人 化学物質評価研究機構
Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan
東京事業所 クロマト技術部
Chromatography Department, CERI Tokyo
〒345-0043 埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野1600番地　TEL: 0480-37-2601　FAX: 0480-37-2521　E-mail: chromato@ceri.jp

Copyright © 2020 Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan. All rights reserved.