

Application News

No. B102

探針エレクトロスプレーイオン化質量分析計

DPiMS™ -8060 を用いたフグに含まれるテトロドトキシンの直接迅速分析

高級食用魚として長く親しまれているフグは近年、海外でも食されるようになってきていますが、フグが特定の部位や種によって猛毒のテトロドトキシシン (TTX) を含んでいることは広く知られているにもかかわらず、度々さまざまな管理によりフグ毒による中毒事案が発生しています。

食品衛生や品質管理の現場のみならず、食の安全への意識が高まっている一般消費者にとっても、フグに由来するテトロドトキシシンの迅速かつ簡便な検出法の確立は強く望まれています。

本稿では、新規イオン化法である探針エレクトロスプレーイオン化法 (Probe Electro Spray Ionization ; PESI) とタンデム型質量分析計を組み合わせた、新規質量分析計 DPiMS-8060 (図1) による迅速なテトロドトキシシン分析法について紹介します。また、テトロドトキシシンを含んでいるとして広く知られている有毒フグの肝臓や卵巣のみならず、種によってはテトロドトキシシンを含む皮や筋肉を対象として、前処理不要なフグに含まれるテトロドトキシシンの直接迅速分析方法についてご紹介します。

T. Murata

■ テトロドトキシシン標準試料の測定

標準試料としてテトロドトキシシン、フグ由来 (富士フィルム和光純薬 (株)) を 50% エタノール水溶液で調製しました。DPiMS-8060 専用の液体用サンプルプレートに試料溶液を 10 μL 注入し、測定を行いました。

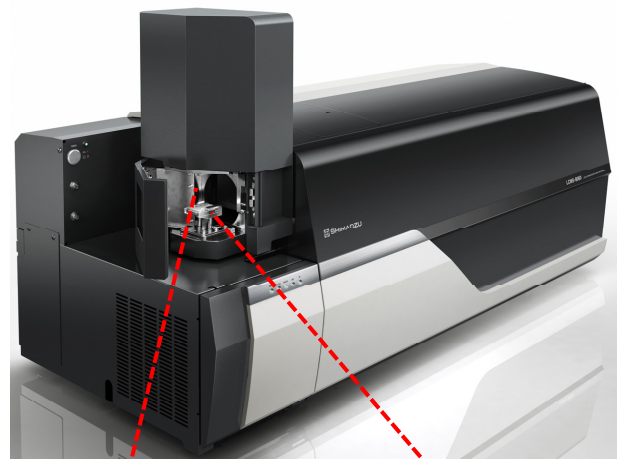
プロダクトイオンスキャンを行い、テトロドトキシシンの特徴的なフラグメントイオン m/z 162.1 (図2) を確認できる条件を検討し、表1に示す条件を設定しました。プロダクトイオンスキャンにより得られた結果を図3に示しました。

テトロドトキシシン標準試料 1、5、25、50、100、300 ng/mL を調製し、MRM 条件による測定を行い、検量線を作成しました。

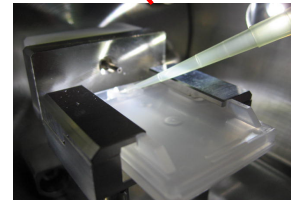
結果より、DPiMS-8060 分析によるテトロドトキシシンの検出限界ならびに定量下限を算出しました。検量線およびそれらの値を図4に示しました。

表1 DPiMS-8060 TTX 分析条件

Collision Energy	: -30V
MRM Transition	: m/z : 320.2 > 162.1 (プリカーサイオンはプロトン付加体をモニター)
Survey Event : Product	: m/z : 100-370
Ion Scan MS Range	
Scan Speed	: 5,000 u/sec
Event Time	: 0.06 sec
Desolvation Line	: 250 °C
Heat Block	: 50 °C
Polarity	: Positive
Acquisition time	: 0.5 min



探針 (先端直径 700 nm)



液体用サンプルプレート

図1 DPiMS™-8060

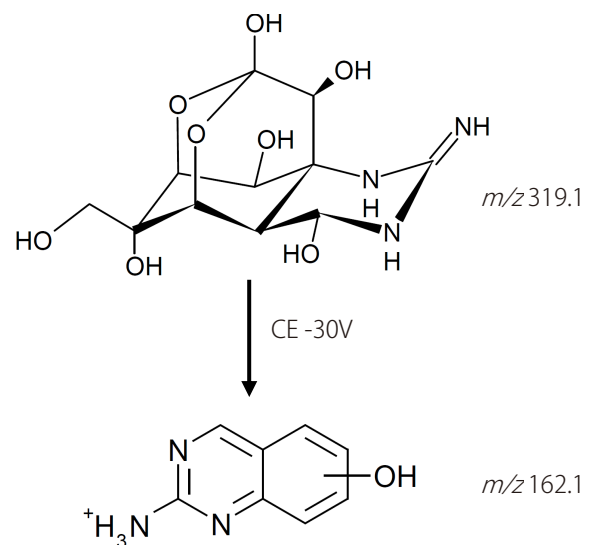


図2 テトロドトキシシンとフラグメントイオン

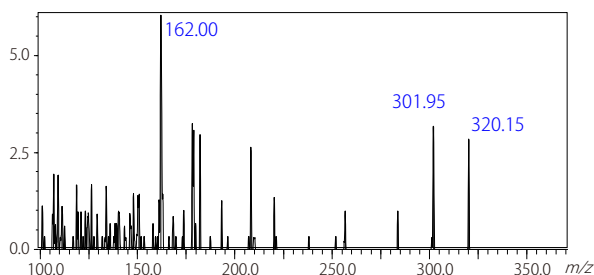


図3 テトロドトキシン標準試料のプロダクトイオンスキャン

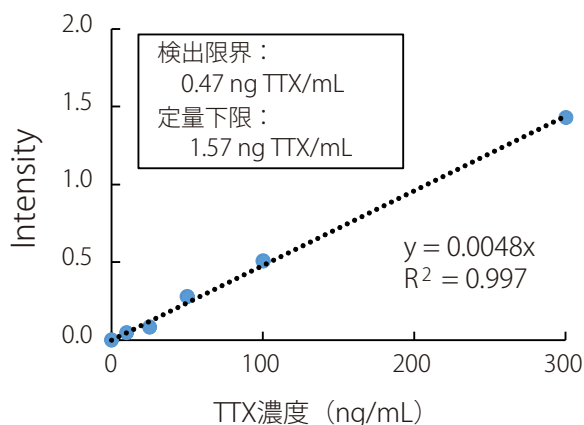


図4 テトロドトキシン標準試料の検量線

* ここでの値は参考値であり保証値ではありません

■ フグに含まれるテトロドトキシンの検出

実試料として、有毒フグの1種であるコモフグ(図5)の筋肉、皮、肝臓、卵巣を約3mm角に切り出し、DPiMS-8060 専用の生体用サンプルプレートに挟み込み、上部にイオン化促進剤として50%エタノール水溶液を35μL滴下し、プロダクトイオンスキャンを行いました。結果を図6に示します。全ての組織からテトロドトキシンのフラグメントイオンを検出できました。また、部位によって検出感度が異なることも見て取れることから、DPiMS-8060を用いることで有毒フグの各部位に含まれるテトロドトキシン濃度の大小を前処理なく簡便に測定できることが示唆されました。



図5 コモフグ

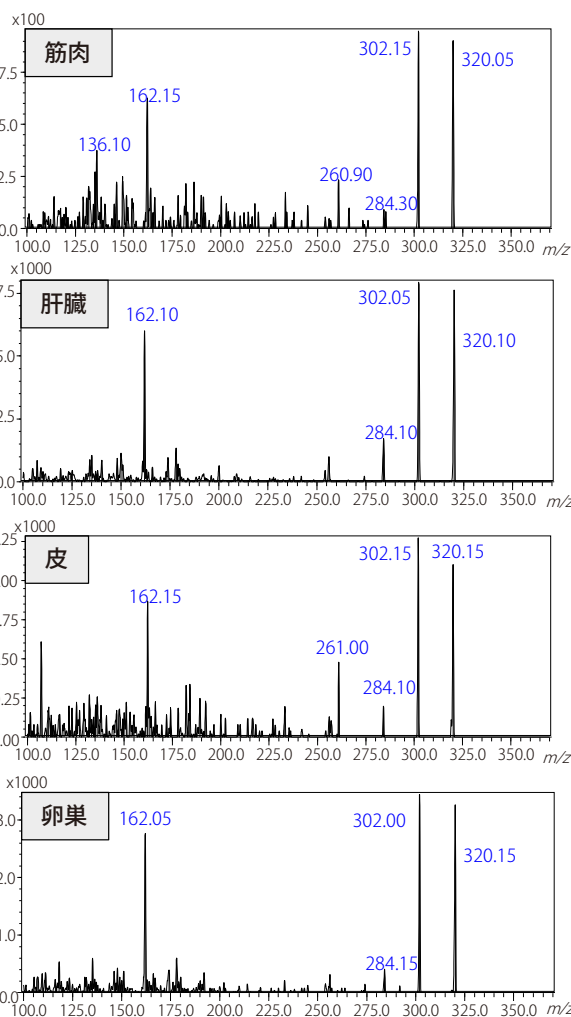


図6 有毒フグ(コモフグ)各部位のプロダクトイオンスキャン

■ 結論

フグ組織に含まれる猛毒成分であるテトロドトキシンの標準試料の分析結果より、DPiMS-8060を使用することで、高極性成分として従来のLCMS法では前処理など分析が煩雑となりがちなたテトロドトキシン分析を簡便かつ高感度に質量分析できることを示すことができました。

また、前処理することなくフグ組織中のテトロドトキシンを迅速簡便に検出することができました。これにより、DPiMS-8060が食の安全を守るための検査分野において、有用な分析法となる可能性を示唆することが出来ました。

<謝辞>

用いた試料は新潟食料農業大学の長島裕二教授に提供頂いたものです。ご協力をいただいたことに深く謝意を表します。