

図1 pHによる GTX1~GTX4 の抽出効率の比較

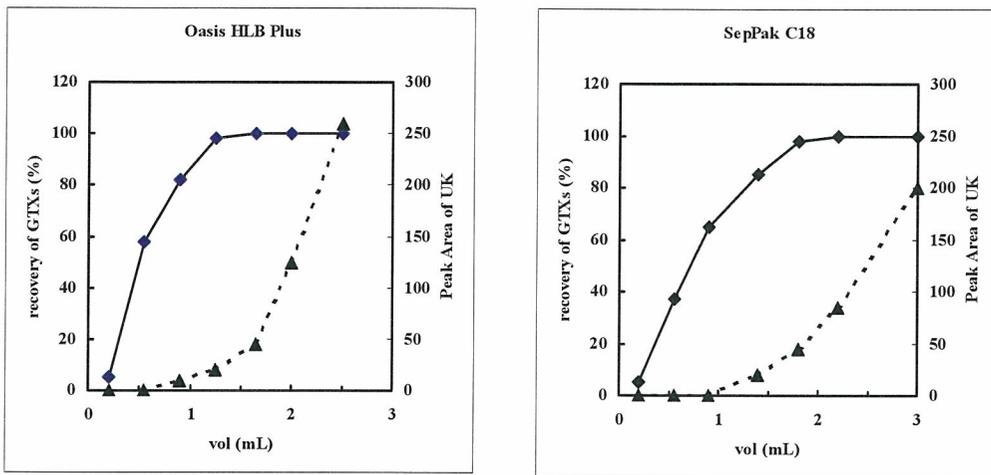


図2 カートリッジカラムによる妨害物質除去効率の比較

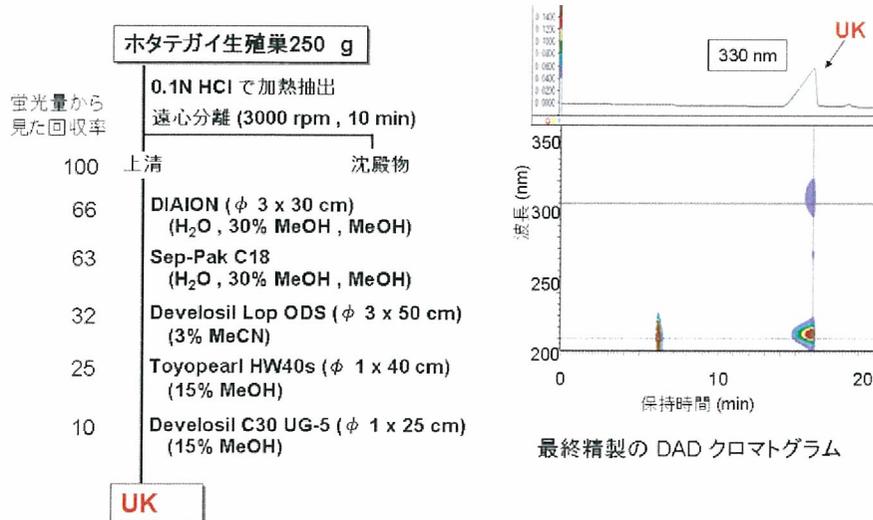


図3 蛍光妨害物質 (UK) の精製スキームと Develosil C30 カラムにおける DAD クロマトグラム

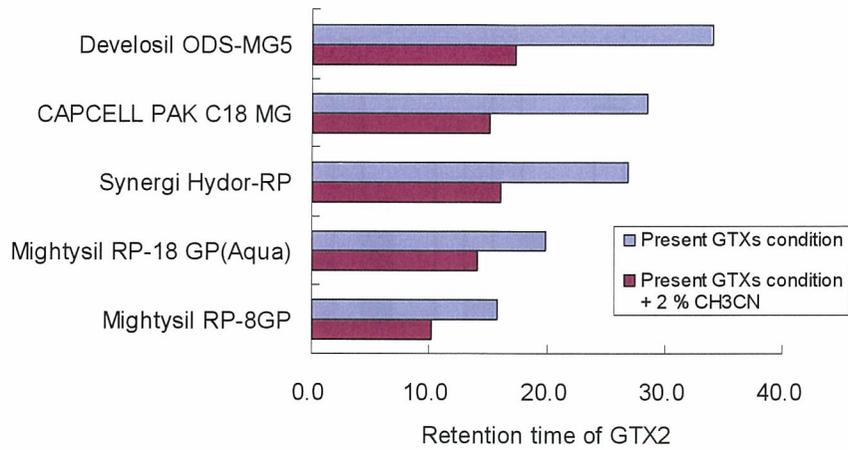


図4 ODS系各種カラムの GTX2 に対する保持力の比較

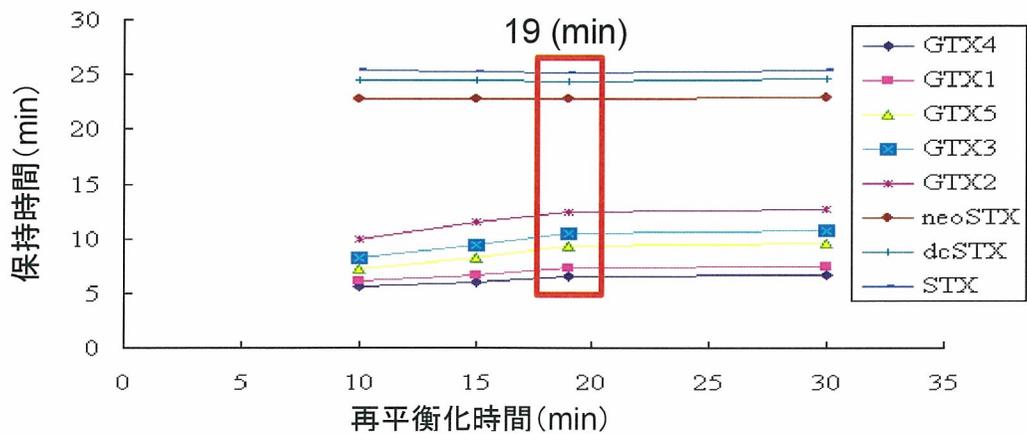


図5 Synergi Hydor-RP の再平衡化時間に伴う GTX1~GTX4 の保持時間と分離



図6 IC-Pak Anion HC カラムによる C1/C2 の分離
(4mM ヘプタンスルホン酸、2%アセトニトリルを含むリン酸緩衝液を移動相とした)

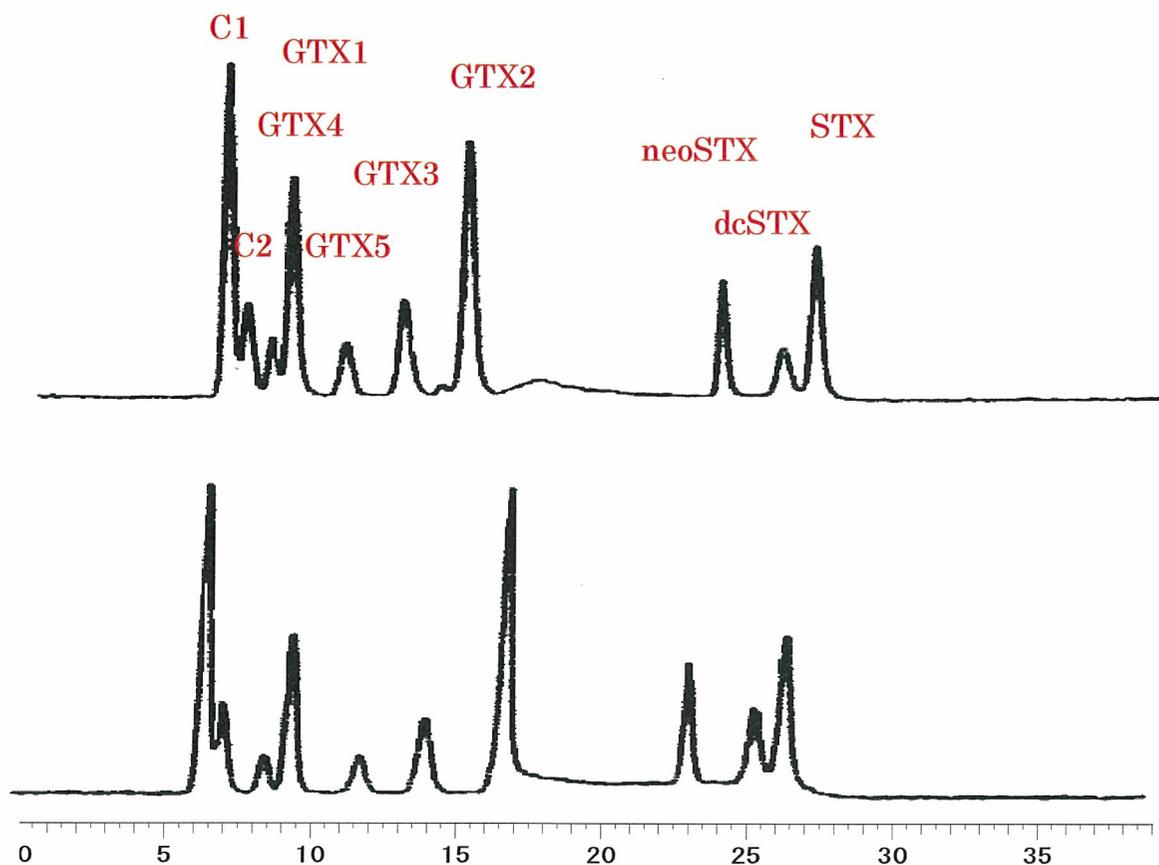


図7 IC-Pak Anion HC+Synergi Hydor-RP カラムによる標準毒混合溶液のクロマトグラム (上: A液アセトニトリル濃度2%、下: 同1%)。

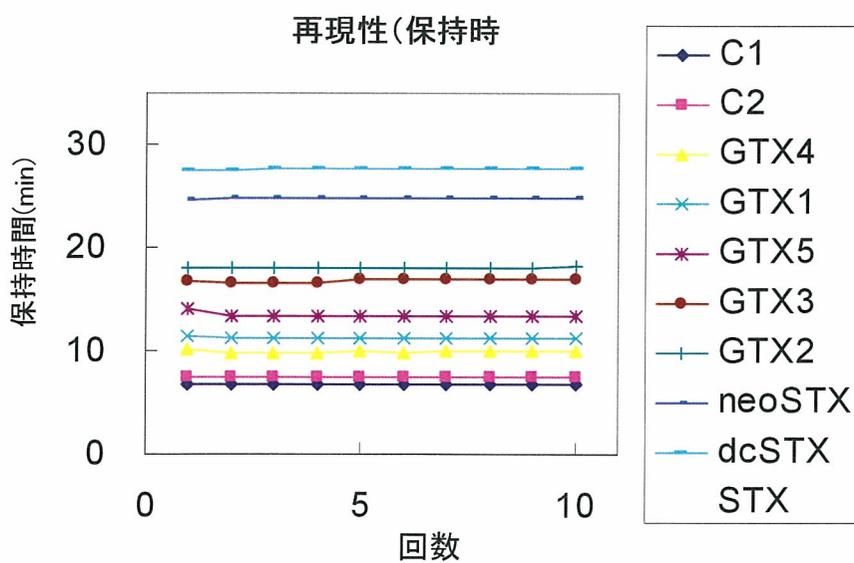


図8 繰り返し分析における各毒の保持時間の変化

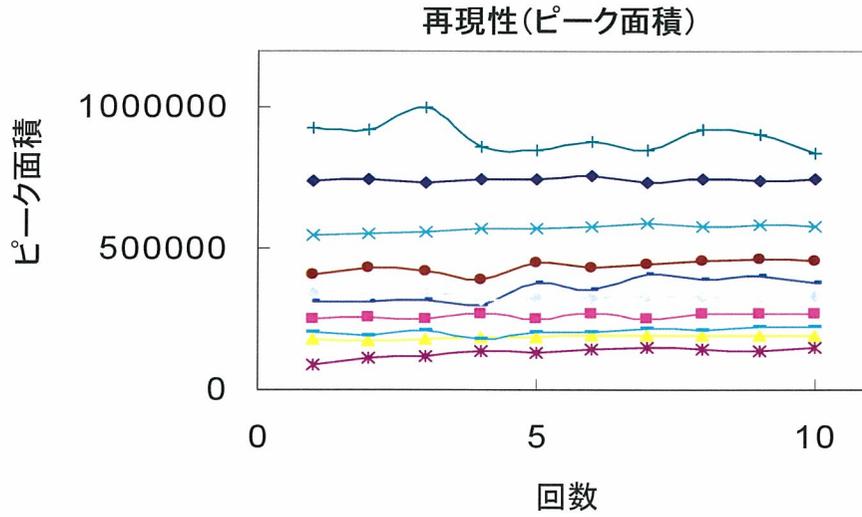


図9 繰り返し分析における各毒のピーク面積の変化

表1 各成分の検出限界 (nM, S/N=2)

毒	検出限界	毒	検出限界
C1	8	GTX3	12
C2	9	GTX2	2
GTX4	80	neoSTX	2
GTX1	38	dcSTX	1
GTX5	58	STX	1

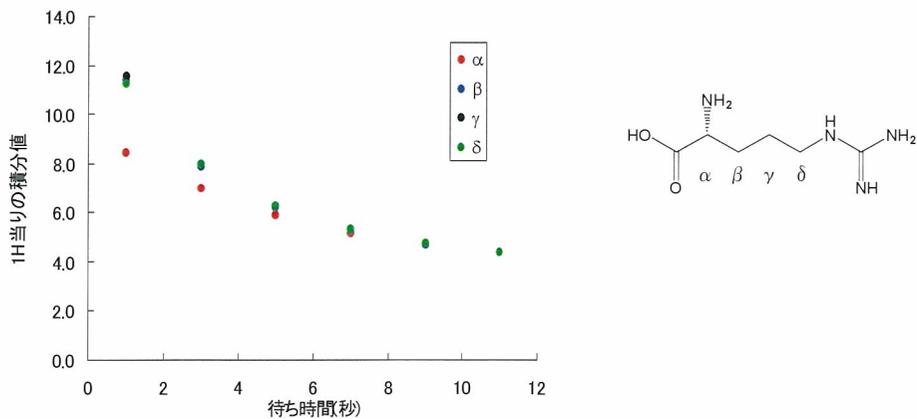


図10 アルギニンを用いた定量 NMR 測定条件 (待ち時間) の検討

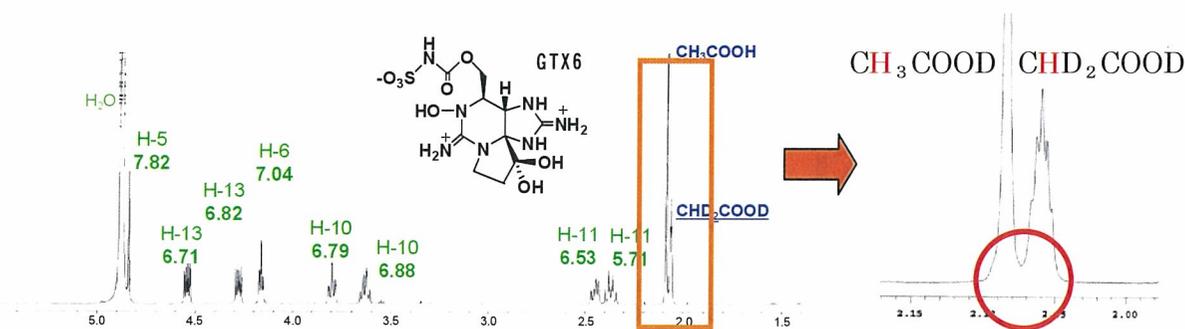


図 1 1 GTX6 の ^1H NMR スペクトルと内部標準の重酢酸シグナル周辺の拡大図

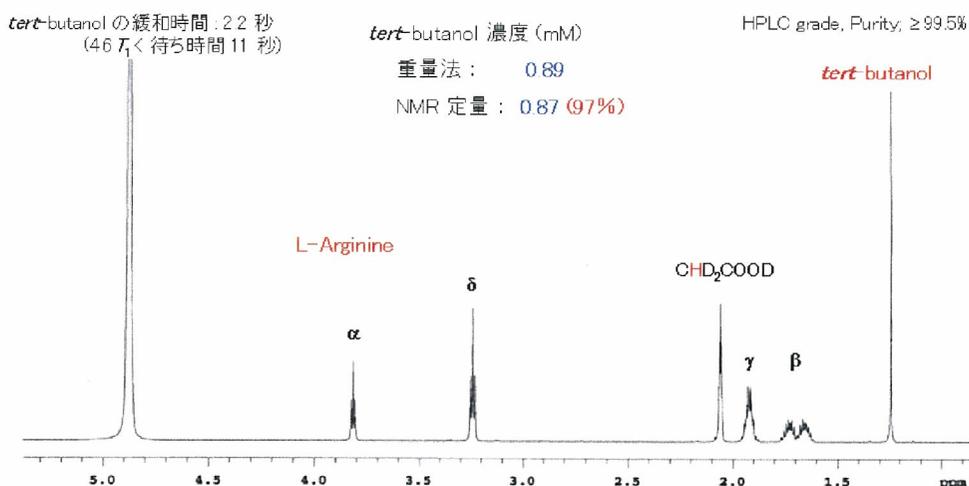


図 1 2 *tert*-ブタノールを内部標準とするアルギニンの定量 NMR 測定

GTX5

GTX6

部位	内部標準物質		部位	内部標準物質	
	<i>tert</i> -butanol	CHD_2COOD		<i>tert</i> -butanol	CHD_2COOD
13 (1H, δ 4.41)	3.62	3.67	13 (1H, δ 4.53)	3.35	3.35
13 (1H, δ 4.13)	3.60	3.64	13 (1H, δ 4.27)	3.38	3.38
6 (1H, δ 3.89)	3.62	3.66	6 (1H, δ 4.16)	3.49	3.49
10 (1H, δ 3.81)	3.57	3.60	10 (1H, δ 3.79)	3.40	3.40
10 (1H, δ 3.62)	3.61	3.64	10 (1H, δ 3.63)	3.45	3.45
Av. Integral/H	3.60	3.64	Av. Integral/H	3.41	3.35
Stdev	0.02	0.03	Stdev	0.06	0.06
%rsd	0.58	0.74	%rsd	1.64	1.67
濃度 (mM)	3.06	2.89 (94%)	濃度 (mM)	2.90	2.71 (93%)
比毒性 (MU/ μmol)	148		比毒性 (MU/ μmol)	133	

図 1 3 定量 NMR を利用した GTX5, GTX6 の比毒性の測定

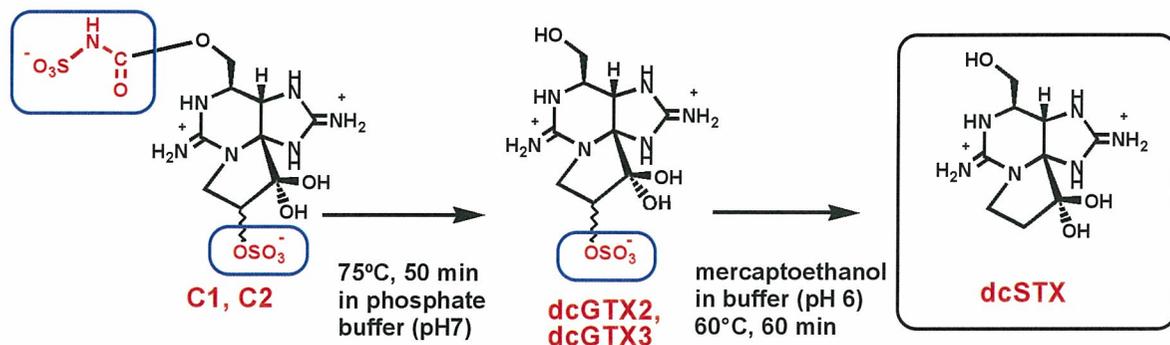


図 1 4 C1/C2 から dcSTX の調整法

表 2 dcSTX 標準液の毒力測定結果

希釈様式		希釈度	致死時間 (分:秒)	希釈液毒力 (MU/mL)	原液毒力 (MU/mL)	平均 (MU/mL)	標準 偏差	CV (%)
原液 mL	純水 mL							
7	6	0.538	4:42	2.03	3.77	3.67	0.09	2.51
7	7	0.500	5:02	1.82	3.65			
7	8	0.467	5:20	1.67	3.59			

原液 サキシトキシン相当量濃度 (MU/mL x Cf 値) = 3.67 x 0.24 = 0.88 μg

表 3 使用したマウス(ddY系 雄 ~20g)の変換係数 Cf 値

希釈液 濃度 $\mu\text{g/mL}$	毒力 中央値 MU/mL	Cf 値 MU/ μg	平均 (MU/ μg)	標準偏差	CV (%)
0.40	1.71	0.23	0.24	0.02	7.10
0.38	1.49	0.26			
0.42	1.84	0.23			

別紙 4

研究成果の刊行に関する一覧表

書籍

著者氏名	論文タイトル名	書籍全体の 編集者名	書 籍 名	出版社名	出版地	出版年	ページ
該当事項なし。							

雑誌

発表者氏名	論文タイトル名	発表誌名	巻号	ページ	出版年
該当事項なし。					