

図9. M-8000 による PSP-TTX 混合標準品のマスクロマトグラム

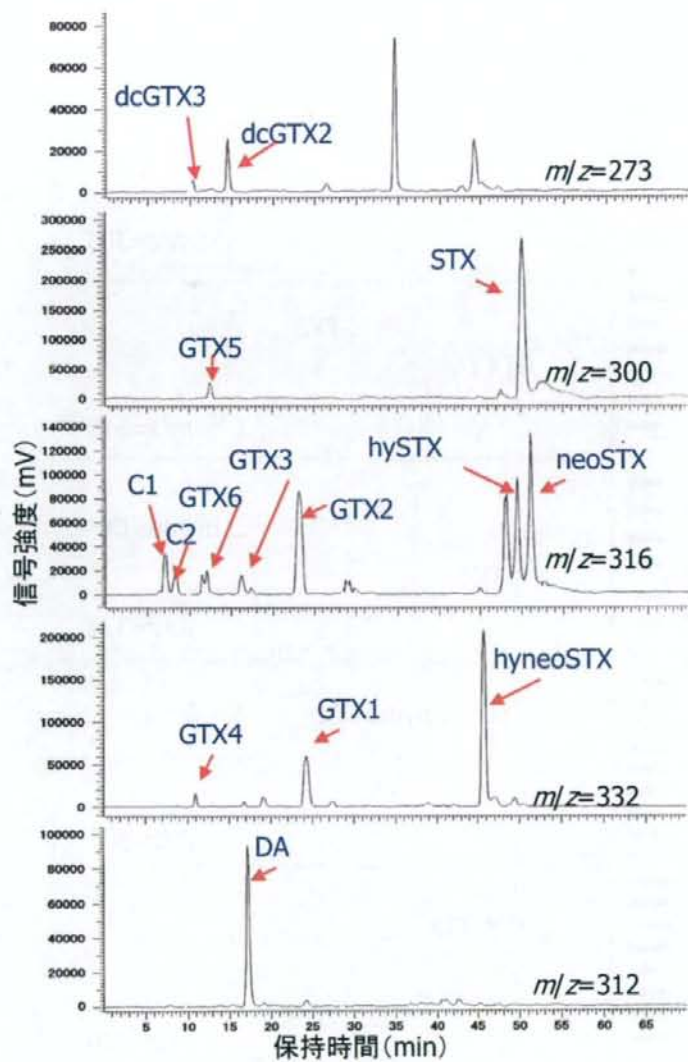


図 10. M-8000 による PSP-DA 混合標準品のマスクロマトグラム

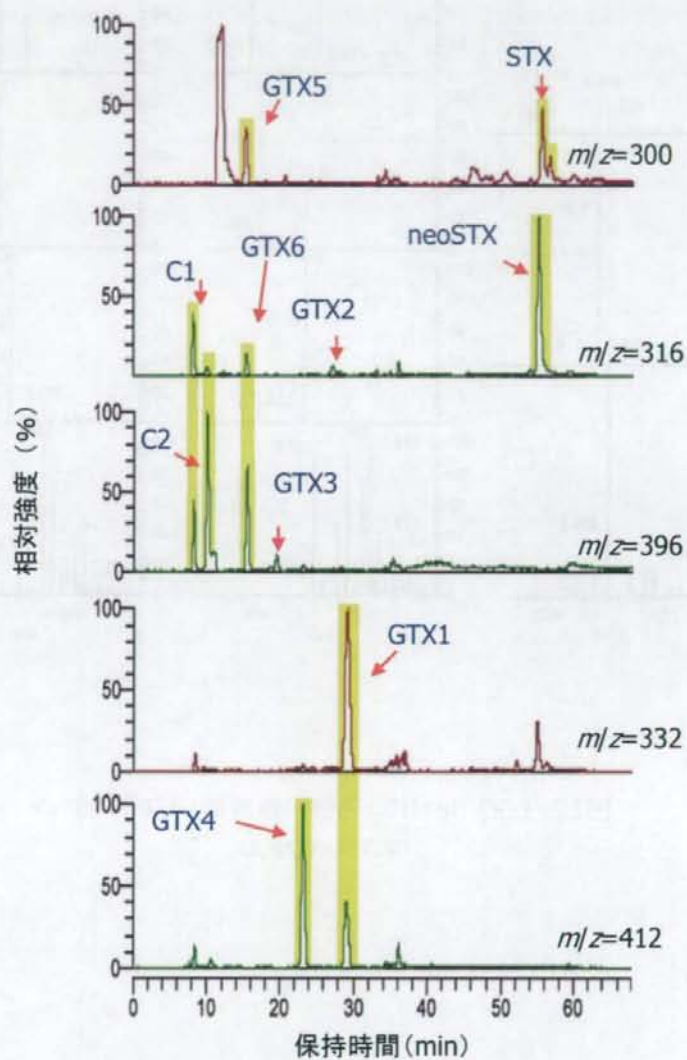


図11. LCQ fleetによる部分精製毒(PSP-S15)のマスクロマトグラム

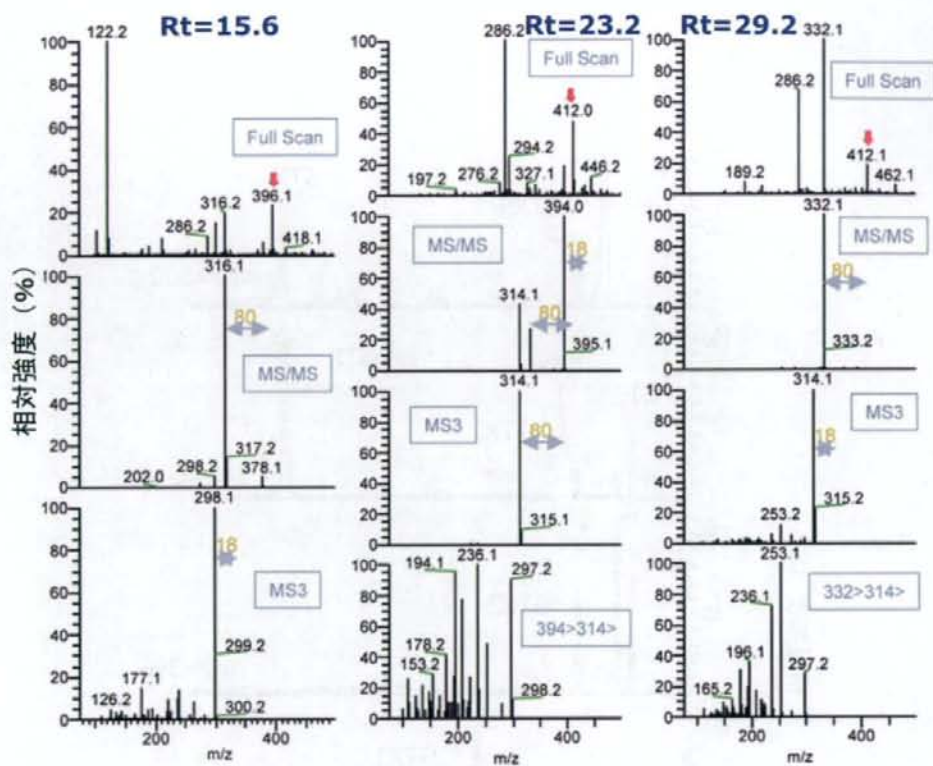


図12. LCQ fleetによる部分精製毒(PSP-S15)のマススペクトル

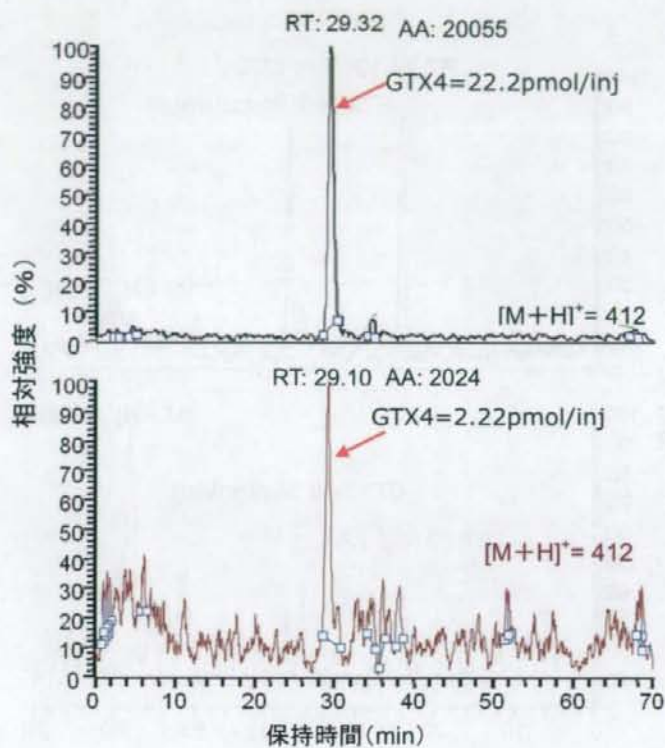


図13. PSP標準品(FASTD1)の  
マスクロマトグラムによるGTX4の定量

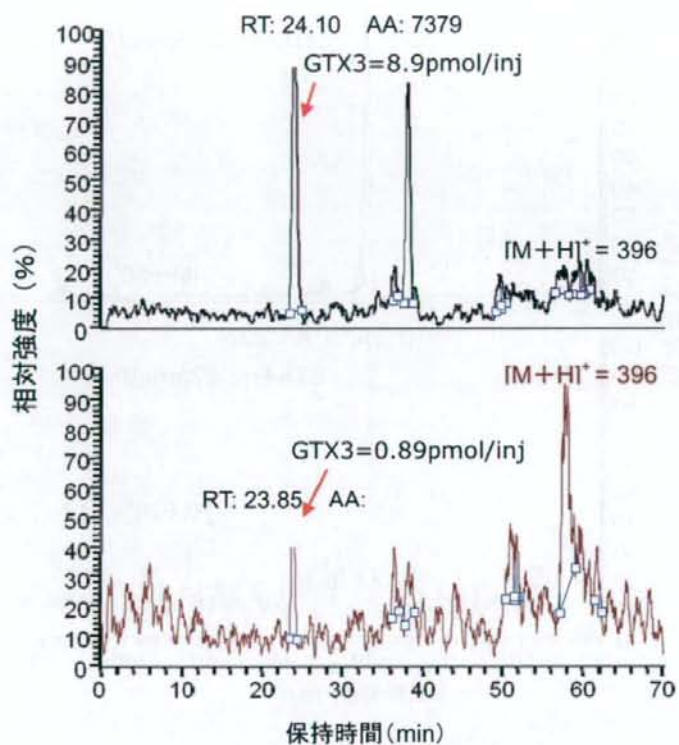


図14. PSP標準品 (FASTD1) の  
マスクロマトグラムによるGTX3の定量

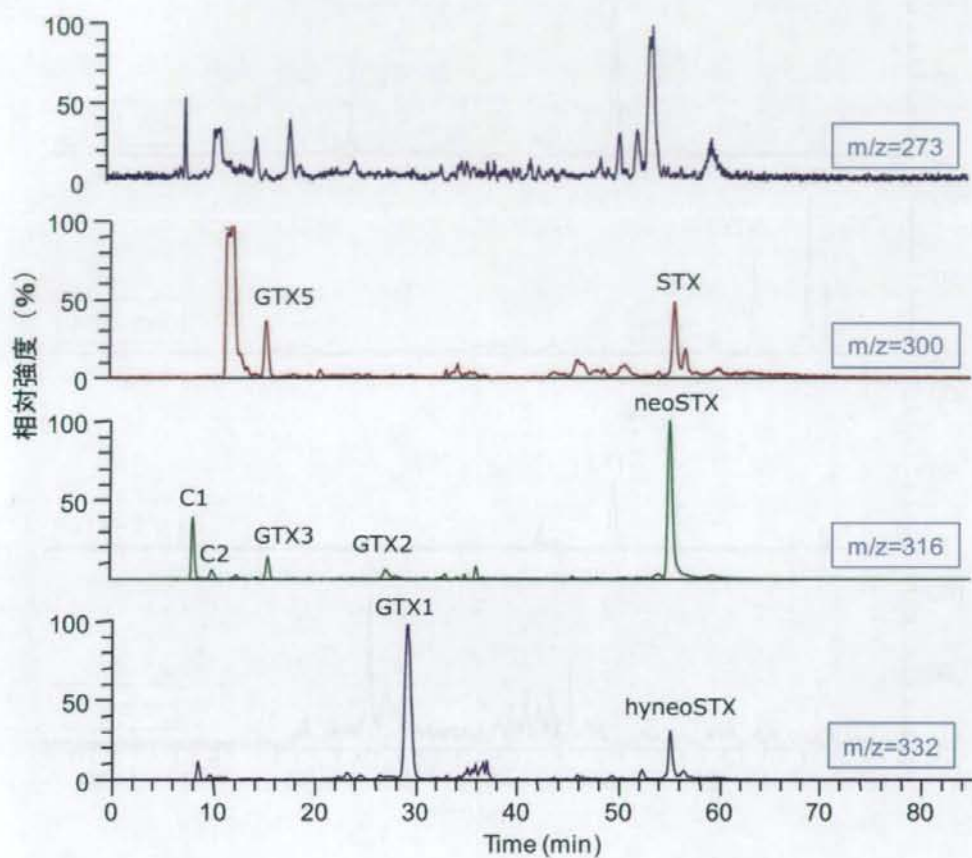


図15. *A. catenella*培養株(AcWU-01株)抽出液の  
LCQ fleetによるマスクロマトグラム  
 $m/z$  273,300,316,332

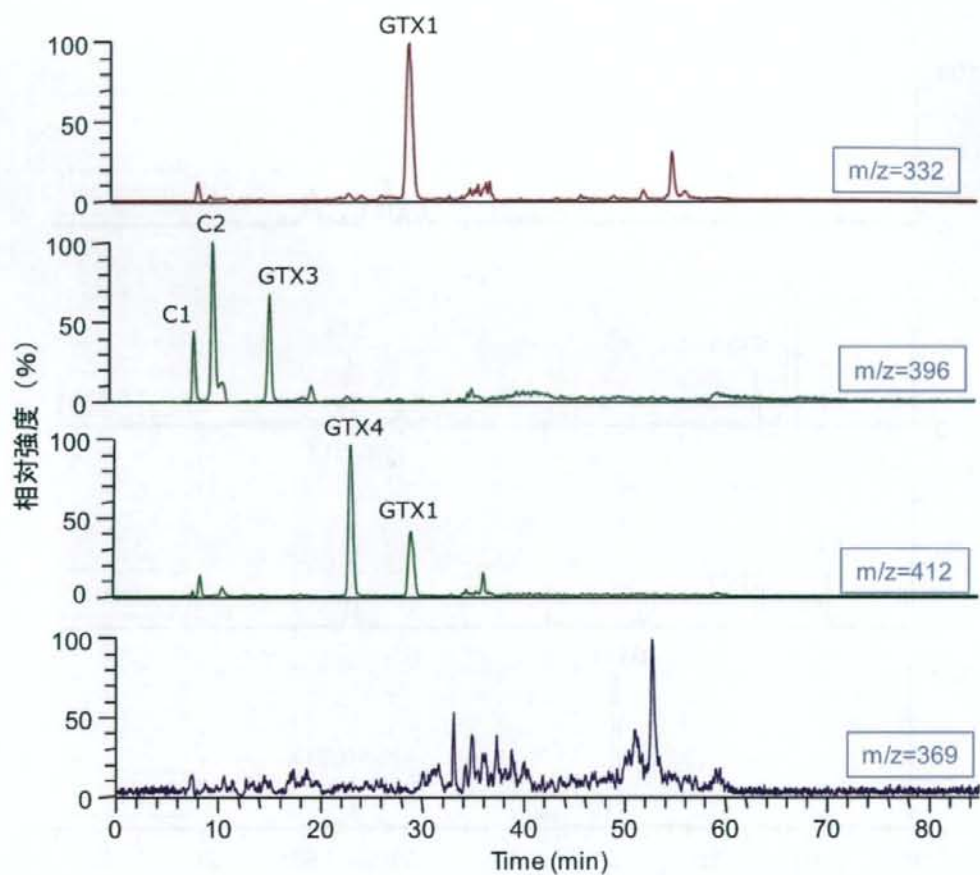


図16. *A. catenella*培養株(AcWU-01株)抽出液の  
 LCQ fleetによるマスクロマトグラム  
 $m/z$  332,396,412,369



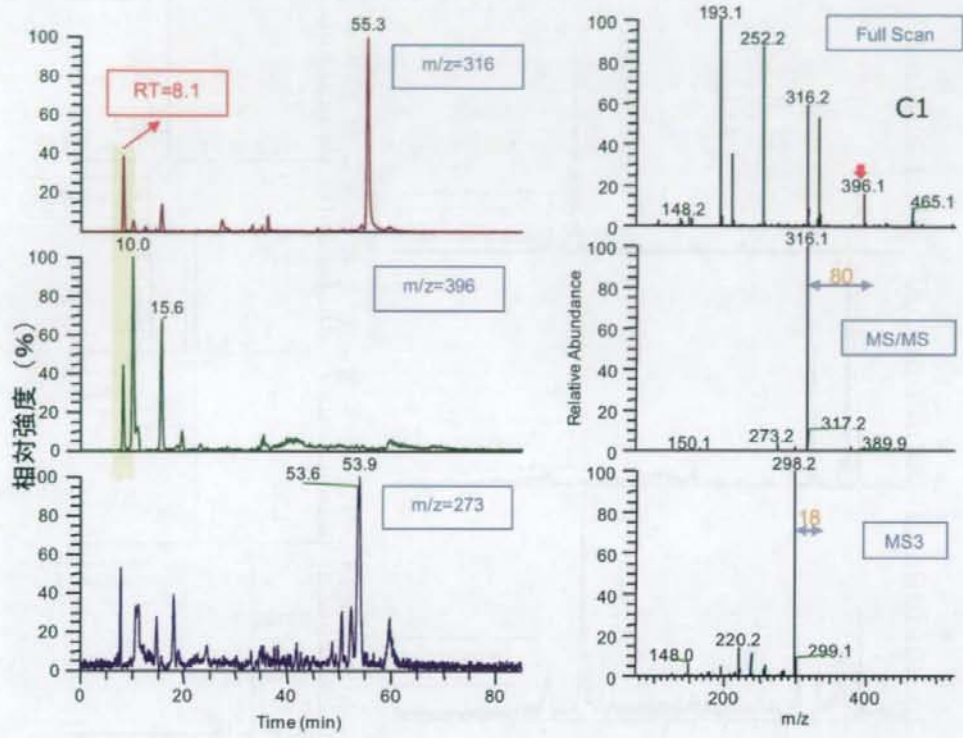


図17. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる  
保持時間8.1分のイオン開裂

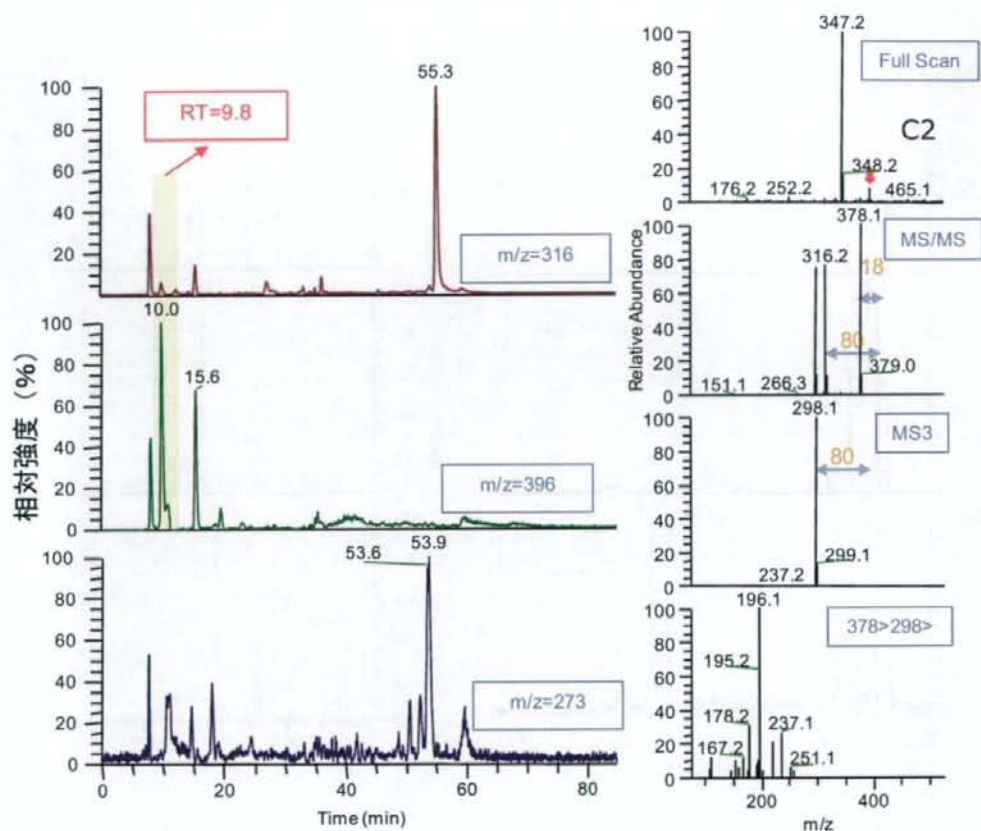


図18. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる  
保持時間9.8分のイオン開裂

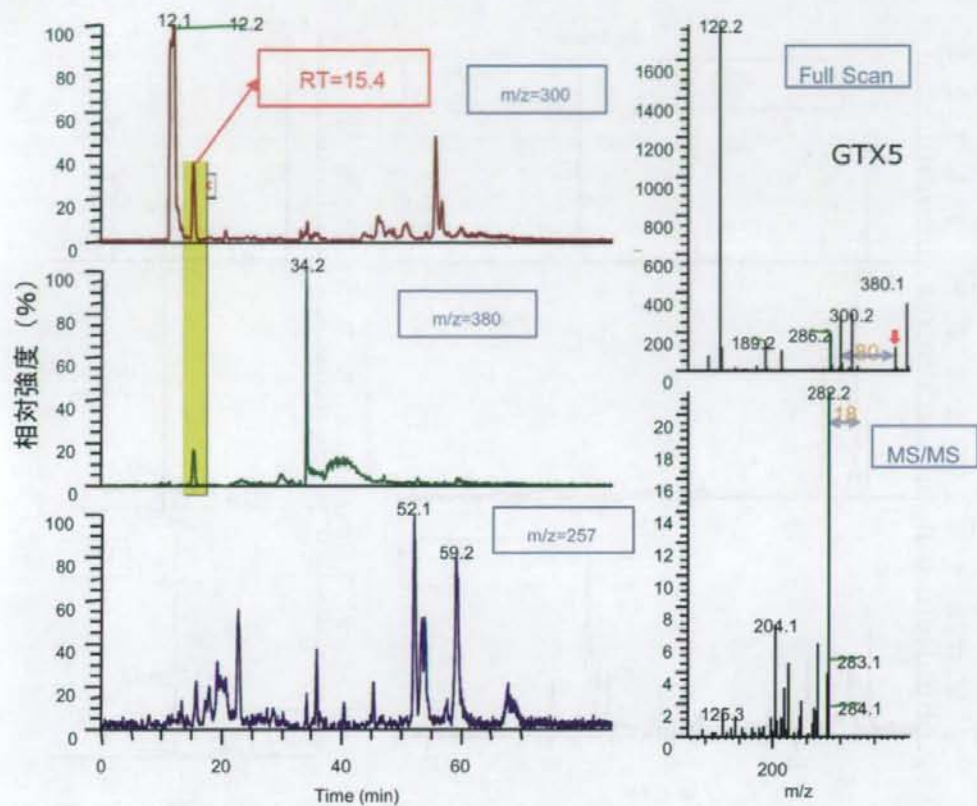


図19. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる  
保持時間15.4分のイオン開裂

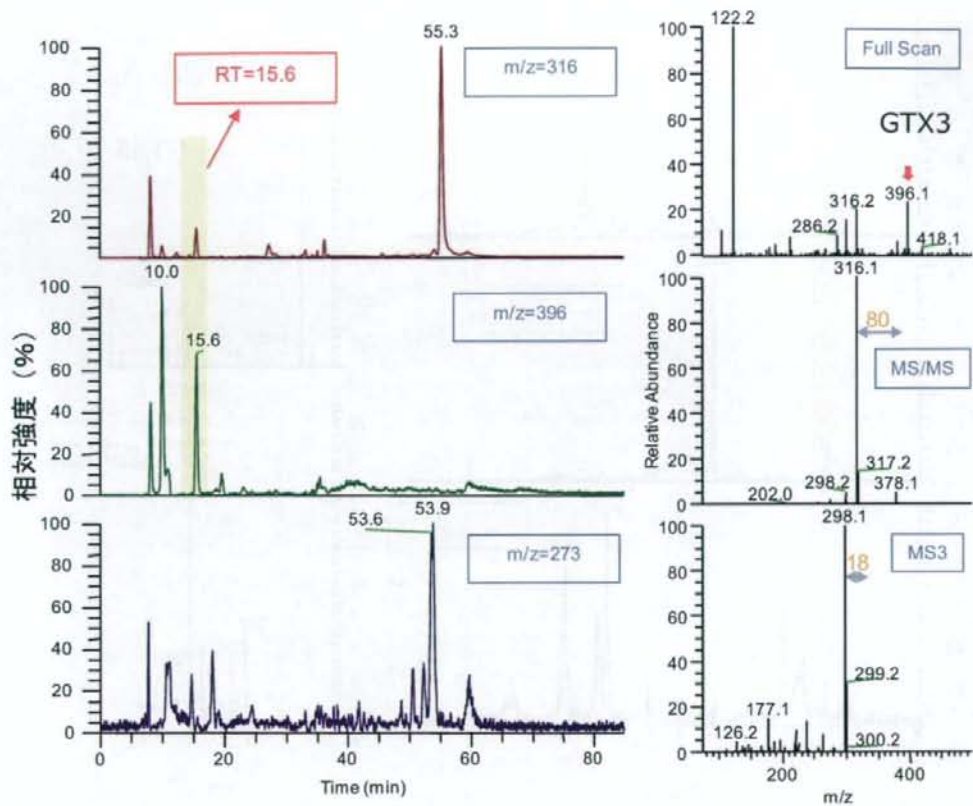


図20. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる  
保持時間15.6分のイオン開裂

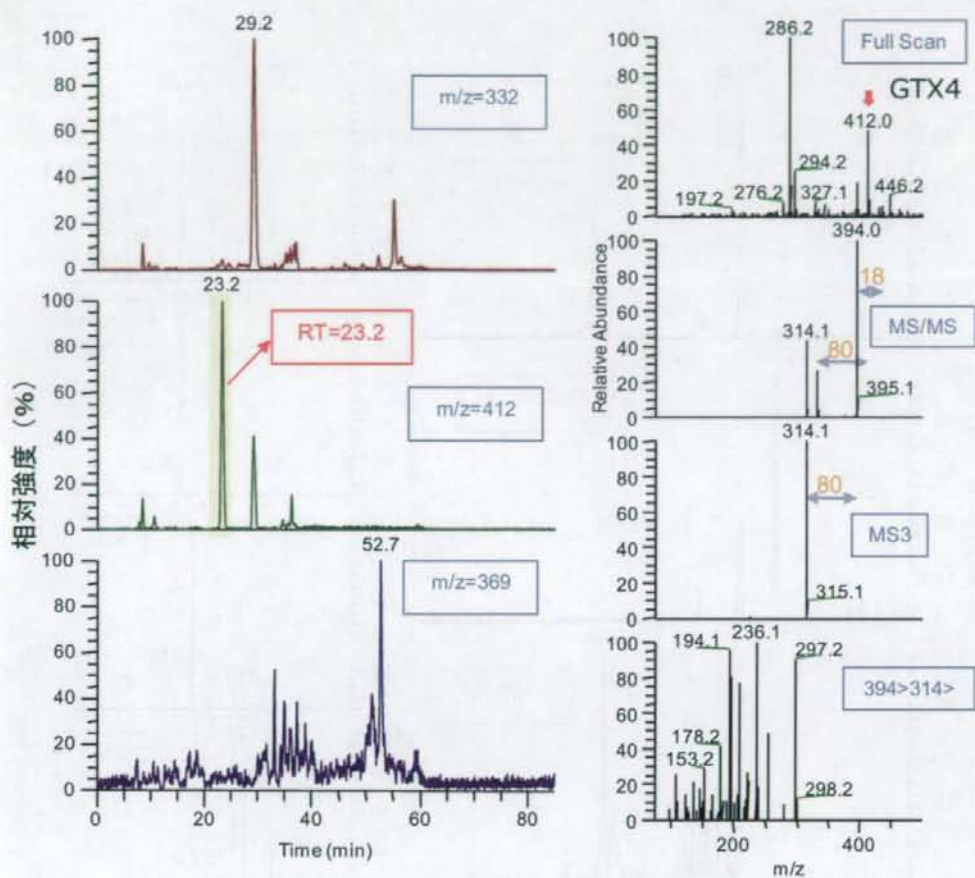


図21. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる  
保持時間23.2分のイオン開裂

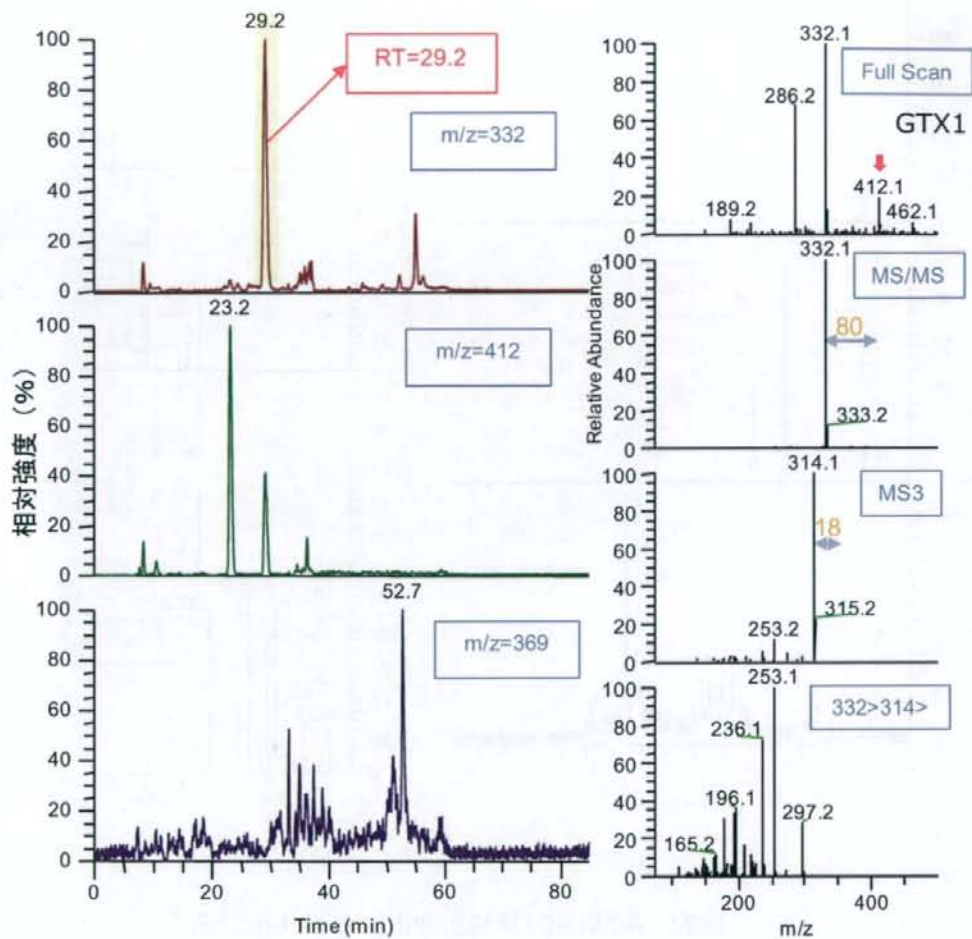


図22. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる  
保持時間29.2分のイオン開裂

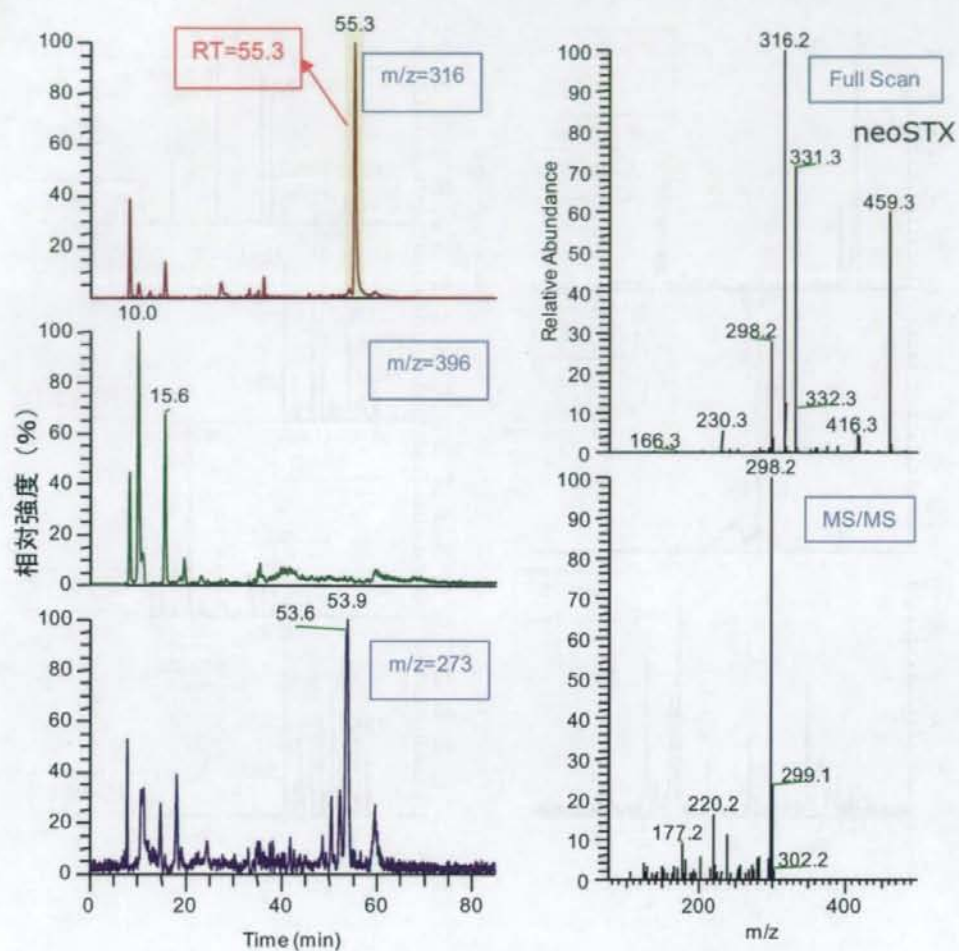


図23. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる  
保持時間55.3分のイオン開裂

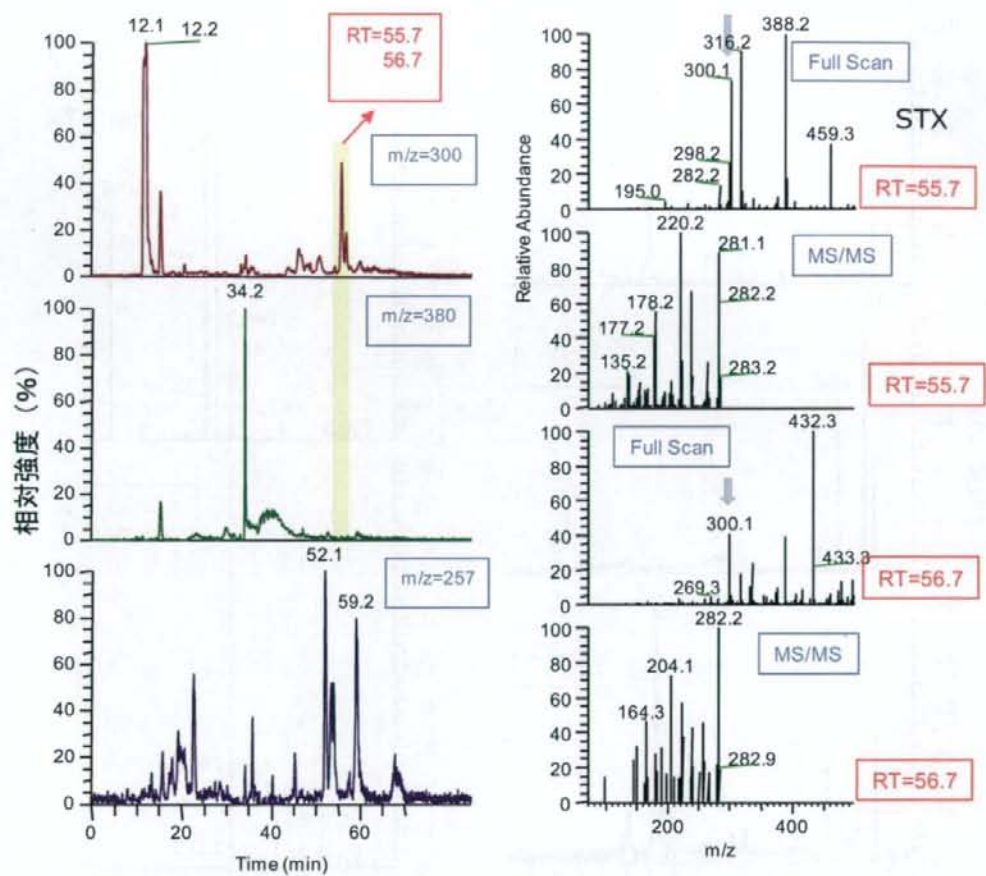


図24. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる  
保持時間55.6分と55.7分のイオン開裂



表1 培養条件

培 地 : ESM培地	
ろ過海水	1000 ml
土壌抽出液	30 ml
トリアミノメタン	1 g
硝酸ナトリウム	120 mg
リン酸水素二カリウム	5 $\mu$ g
EDTA-Mn	330 $\mu$ g
EDTA-Fe	260 $\mu$ g
ビタミンB <sub>1</sub>	100 $\mu$ g
ビタミンB <sub>12</sub>	10 $\mu$ g
ビオチン	1 $\mu$ g
pH	7.8~8.0
光 強 度 : 40 $\mu$ mol m <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup>	
明暗周期 : L:D=12 h:12 h	
培養温度 : 20°C	

表2 HITACHI M-8000を用いたPSP-TTX-DA一斉分析条件 (分析条件 I)

---

LC装置	: HITACHI L-2100
カラム	: HG3013N ( $\phi$ 4.0× 50 mm, HITACHI) Develosil RP-AQUEOUS AR ( $\phi$ 4.6× 250 mm, Nomura)
移動相	: A 0.1% HFBA-5mM酢酸アンモニウム B 0.2% HFBA-10%アセトニトリル -10mM酢酸アンモニウム 0~25分: 移動相A 25~45分: 移動相B 46~70分: 移動相A
流速	: 0.6ml/min

---

MS装置	: HITACHI M-8000
イオン化法	: SSI
フォーカス	: 30V
電 圧	: 30V
シールド	: 300°C
温 度	: 300°C
測定モード	: ポジティブ

---

表3 Thermo Fisher LCQ fleetを用いたPSP一斉分析条件（分析条件）

---

<b>LC装置</b>	: <b>Waters Alliance2690</b>
<b>カラム</b>	: <b>HG3013N</b> ( $\phi$ 2.6× 50 mm, HITACHI) <b>Develosil RP-AQUEOUS</b> ( $\phi$ 3.0× 250 mm, Nomura)
<b>移動相</b>	: <b>A 0.1% HFBA-1%アセトニトリル</b> -10mM酢酸アンモニウム <b>B 0.1% PFBA-8%アセトニトリル</b> -10mM酢酸アンモニウム 0~20分: 移動相A 21~45分: 移動相B 46~70分: 移動相A
<b>流速</b>	: <b>0.25ml/min</b>

---

<b>MS装置</b>	: <b>Thermo Fisher LCQ fleet</b>
<b>イオン化法</b>	: <b>ESI</b>
<b>スプレー電圧</b>	: <b>3 kV</b>
<b>キャピラリー温</b>	: <b>330°C</b>
<b>測定モード</b>	: <b>ポジティブ</b>

---

表4 固相抽出によるPSPの回収率(CE処理)

SPEカラム		回収率(%)				
		非吸着画分	水洗画分	溶出画分1	溶出画分2	溶出画分3
GL-Pak CARBOGRAPH	MBA	—	—	47	—	—
	HPLC分析	—	—	32	—	—
Envi Carb	MBA	—	—	—	—	—
	HPLC分析	—	—	—	—	—
HyperSep Hypercarb	MBA	—	—	124	—	—
	HPLC分析	—	—	100	—	—
GL-Pak 活性炭Jr	MBA	56	—	—	—	—
	HPLC分析	73	—	—	—	—
SEPPAK Ac2	MBA	35	—	—	—	—
	HPLC分析	38	—	—	—	—
GL GCP	MBA	29	35	—	—	—
	HPLC分析	10	6	—	—	—
WAKO Ac	MBA	—	—	—	—	—
	HPLC分析	—	—	—	—	—

表5 固相抽出によるPSPの回収率(FD処理)

SPEカラム		回収率(%)				
		非吸着画分	水洗画分	溶出画分1	溶出画分2	溶出画分3
GL-Pak CARBOGRAPH	MBA	—	8	66	—	—
	HPLC分析	—	69	112	—	—
Envi Carb	MBA	—	9	67	4	—
	HPLC分析	—	12	206	7	—
HyperSep Hypercarb	MBA	—	—	71	—	—
	HPLC分析	—	—	141	—	—
GL-Pak 活性炭Jr	MBA	45	—	6	—	—
	HPLC分析	164	—	4	—	—
SEPPAK Ac2	MBA	25	7	13	—	—
	HPLC分析	83	8	5	—	—
GL GCP	MBA	51	36	—	—	—
	HPLC分析	56	22	—	—	—
WAKO Ac	MBA	—	—	15	46	17
	HPLC分析	—	—	13	19	9