

図 39. YT-2 株の Bio Gel GTX 画分のマスペクトル

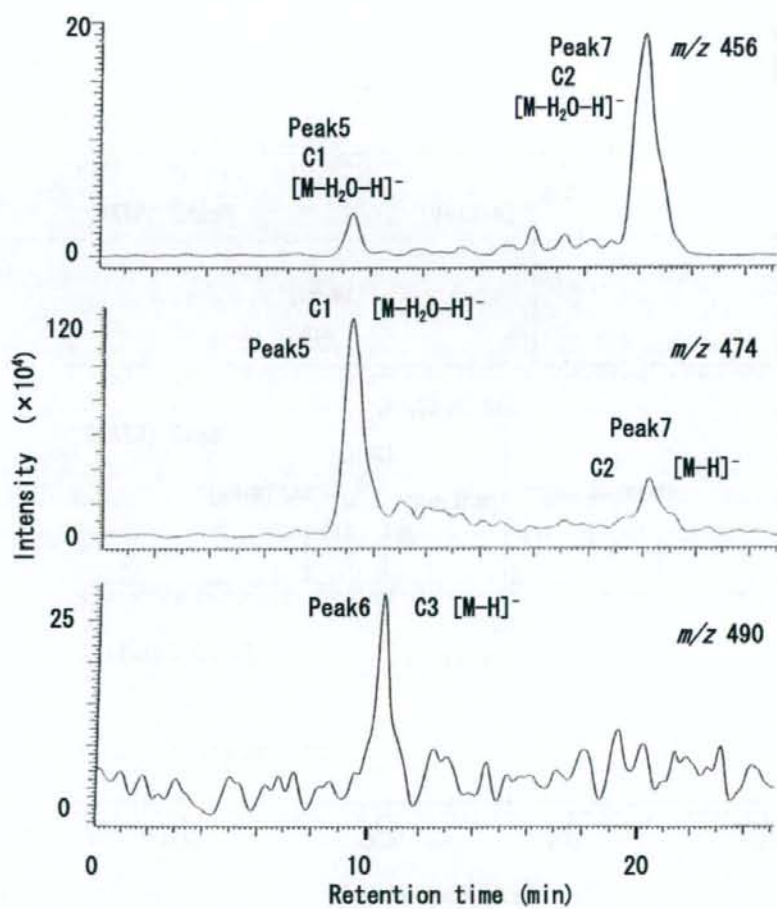


図 40. YT-2 株の Bio Gel C 画分のマスクロマトグラム

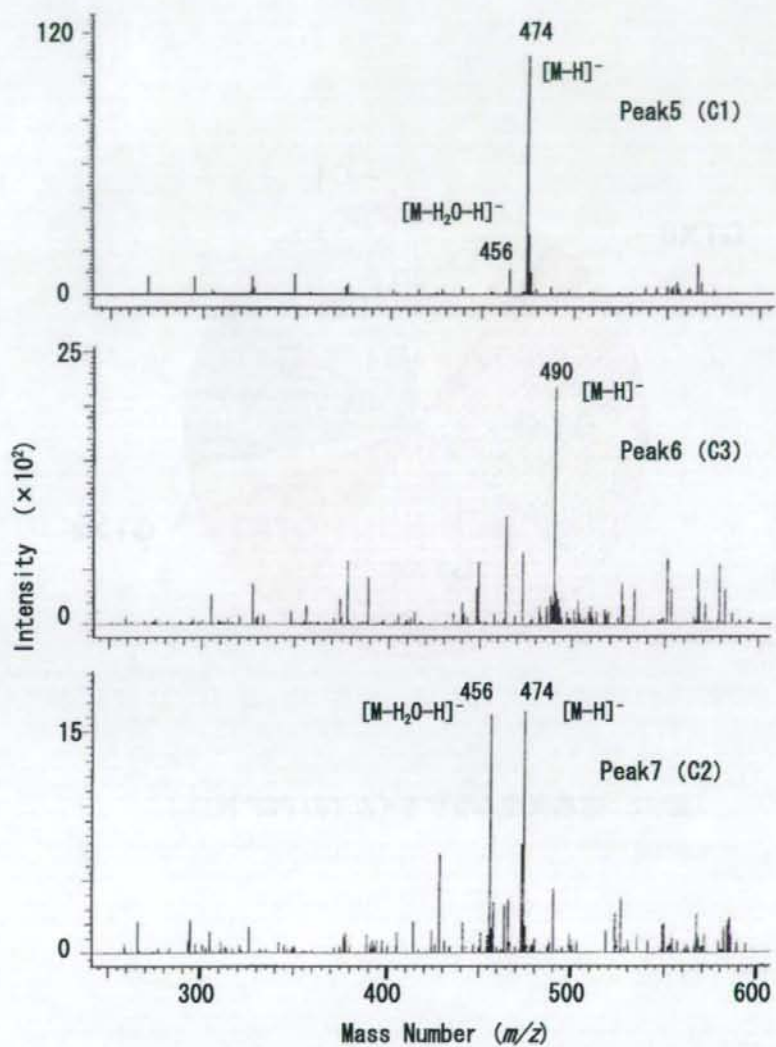


図 41. YT-2 株の Bio Gel C 画分のマスペクトル

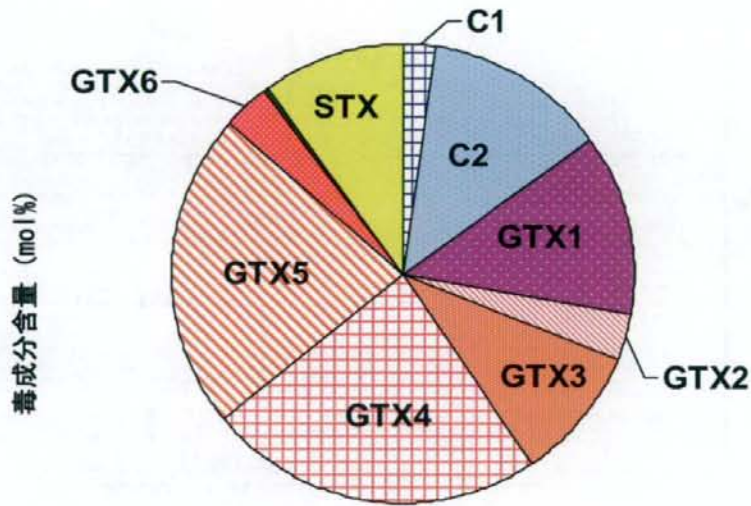


図 42. 徳島県産ムラサキイガイの PSP 組成

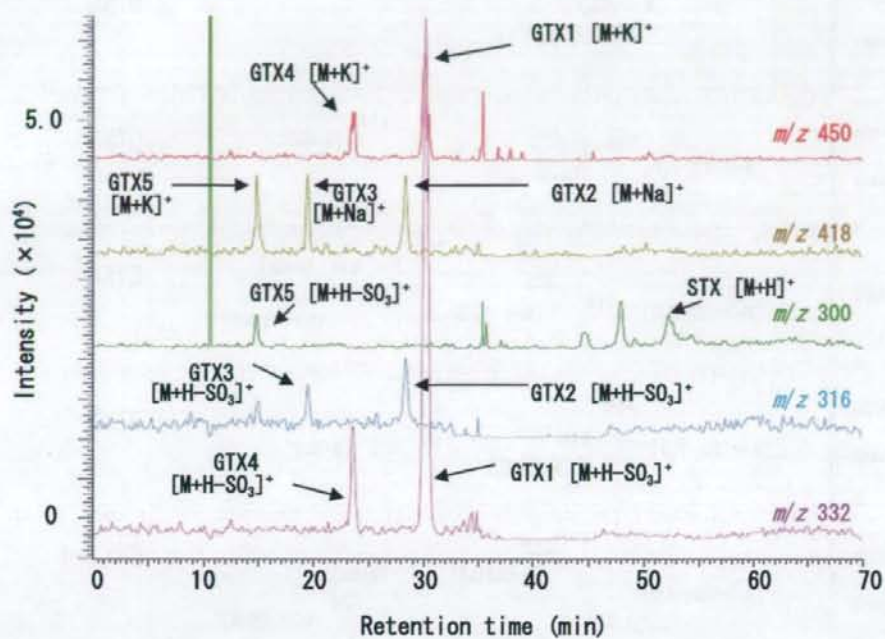


図 43. 徳島県産ムラサキイガイ GTX・STX 画分の
マスキロマトグラム

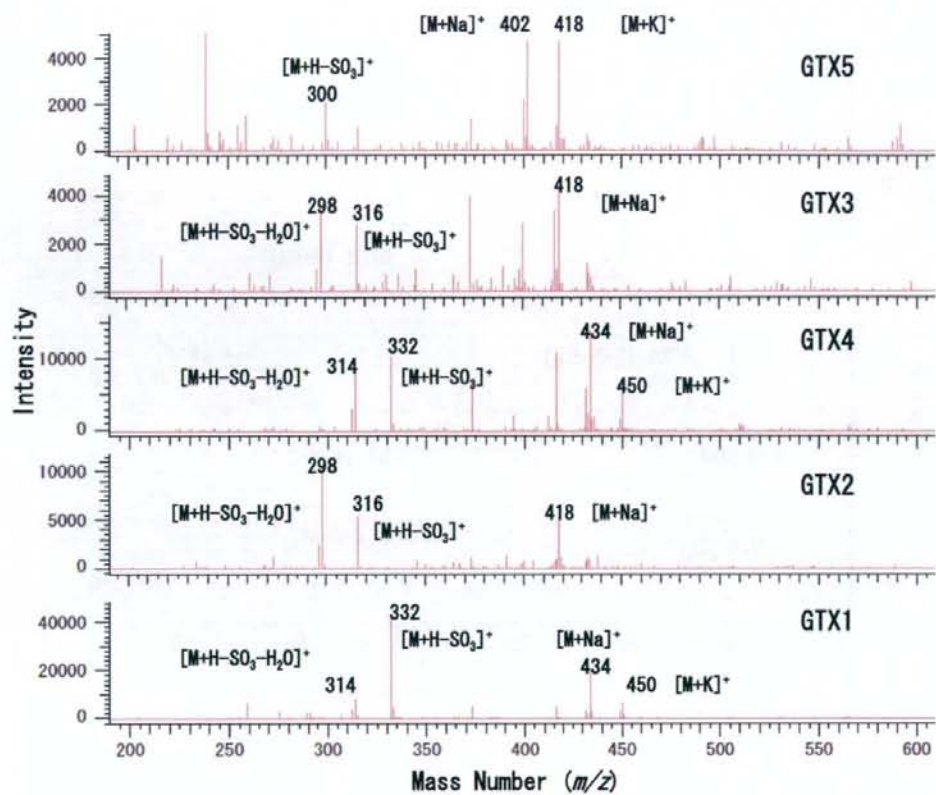


図 44. 徳島県産ムラサキイガイ GTX・STX 画分の
マススペクトル

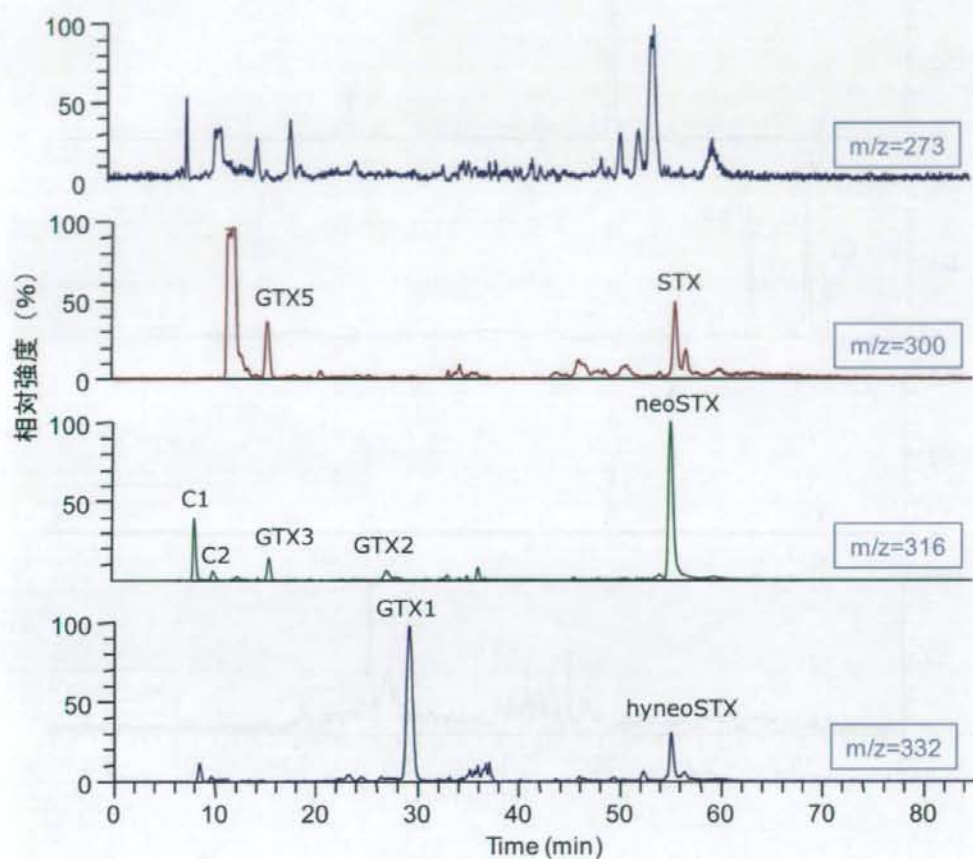


図45. *A. catenella*培養株 (AcWU-01株)抽出液の
LCQ fleetによるマスクロマトグラム
 m/z 273,300,316,332

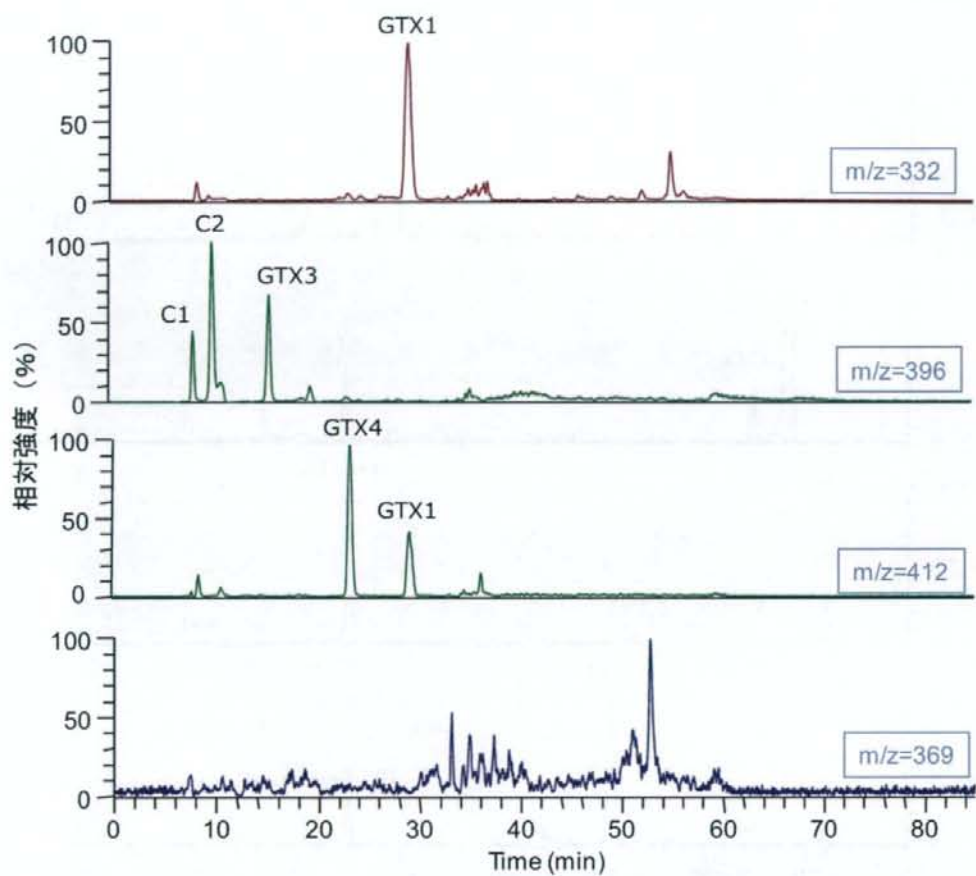


図46. *A. catenella*培養株(AcWU-01株)抽出液の
 LCQ fleetによるマスクロマトグラム
m/z 332,396,412,369

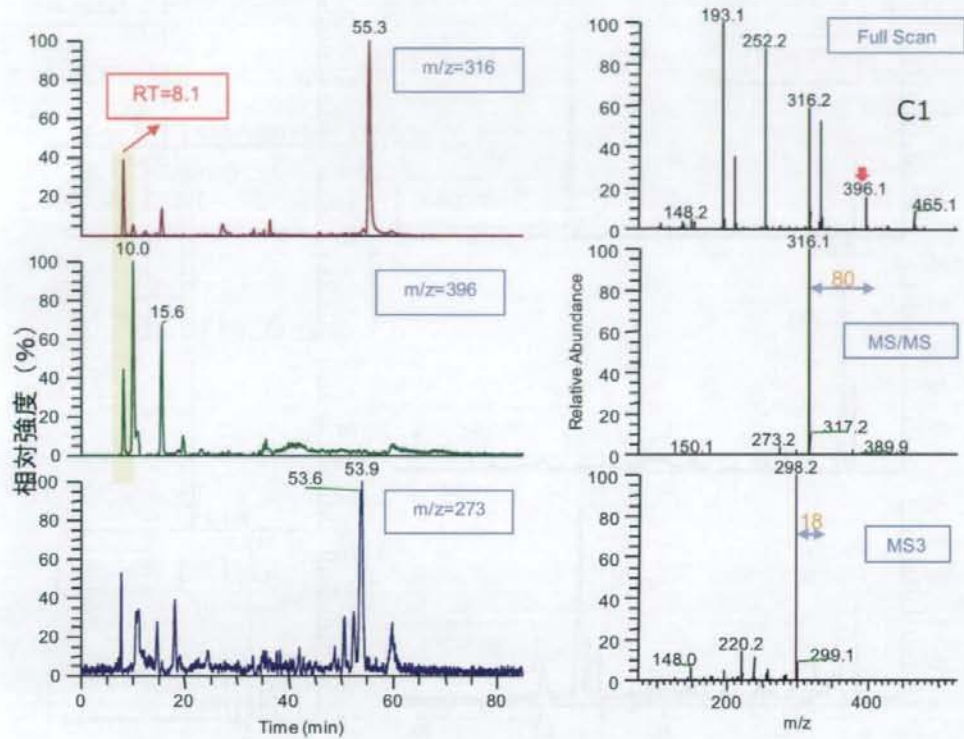


図47. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる
保持時間8.1分のイオン開裂

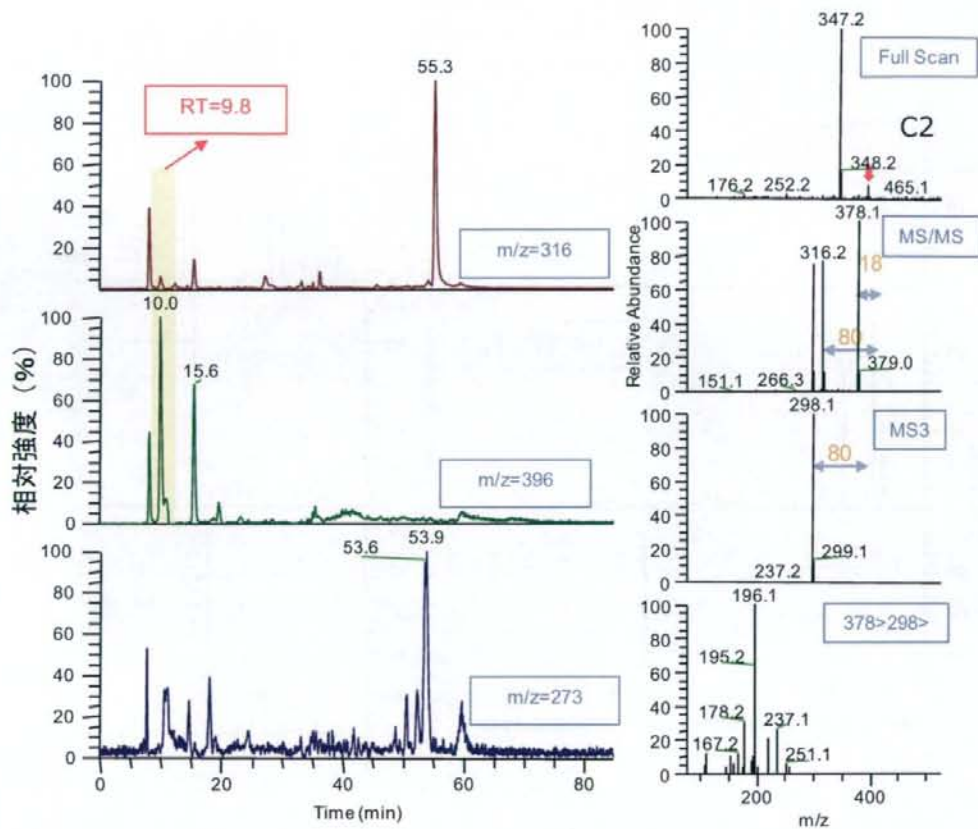


図48. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる
保持時間9.8分のイオン開裂

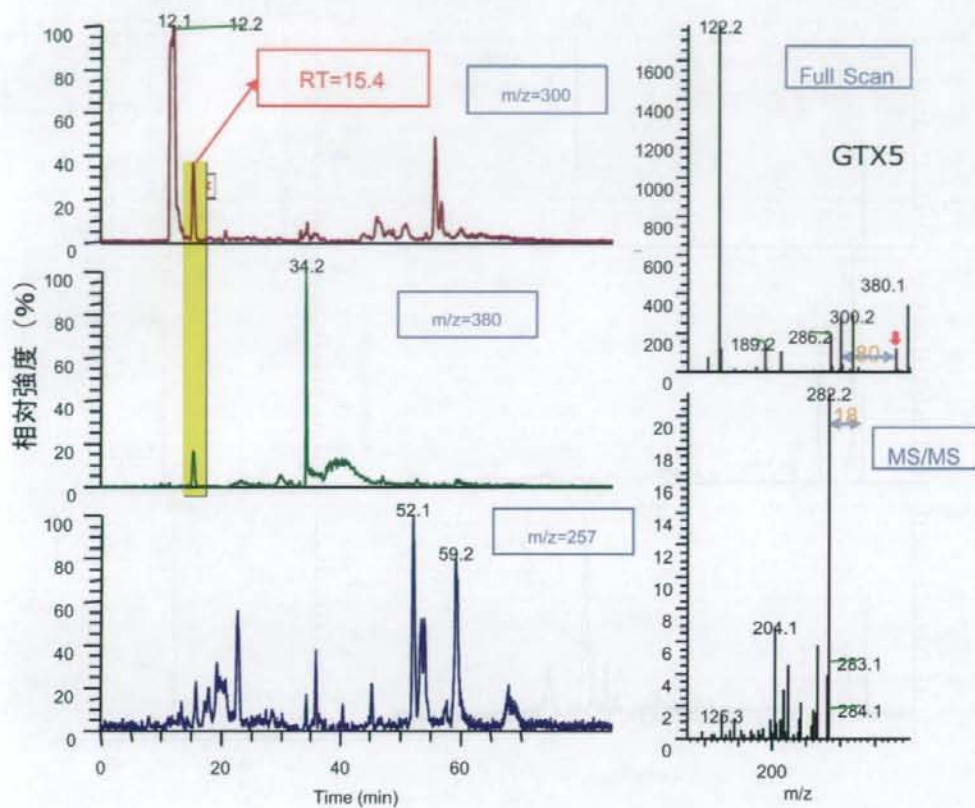


図49. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる
保持時間15.4分のイオン開裂

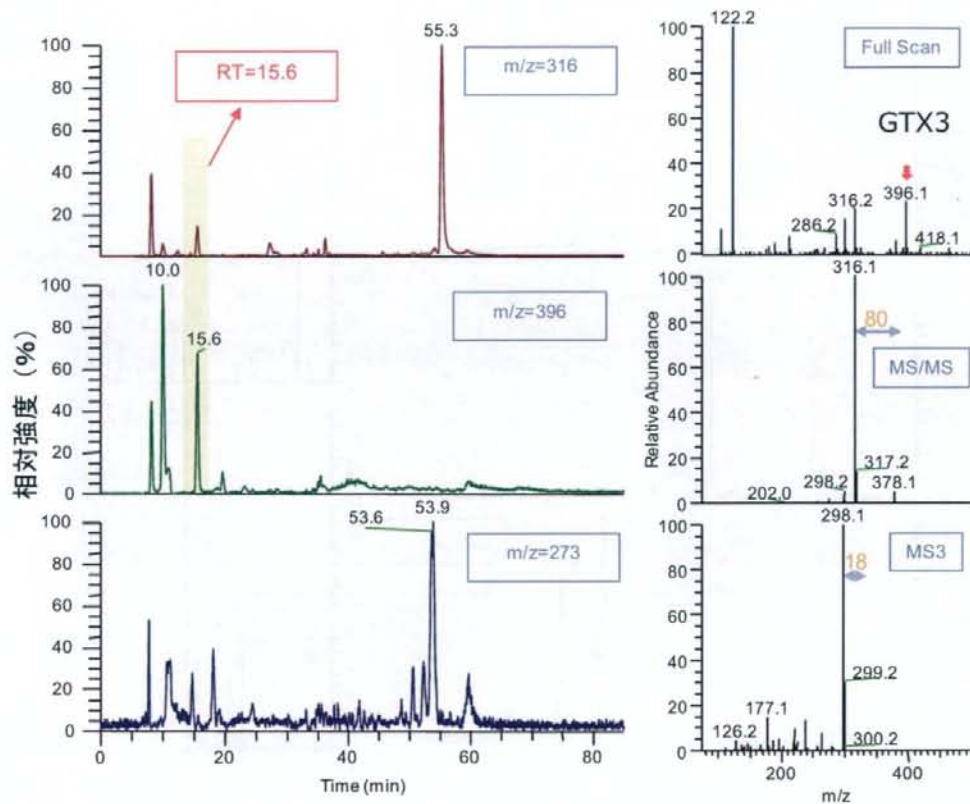


図50. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる
保持時間15.6分のイオン開裂

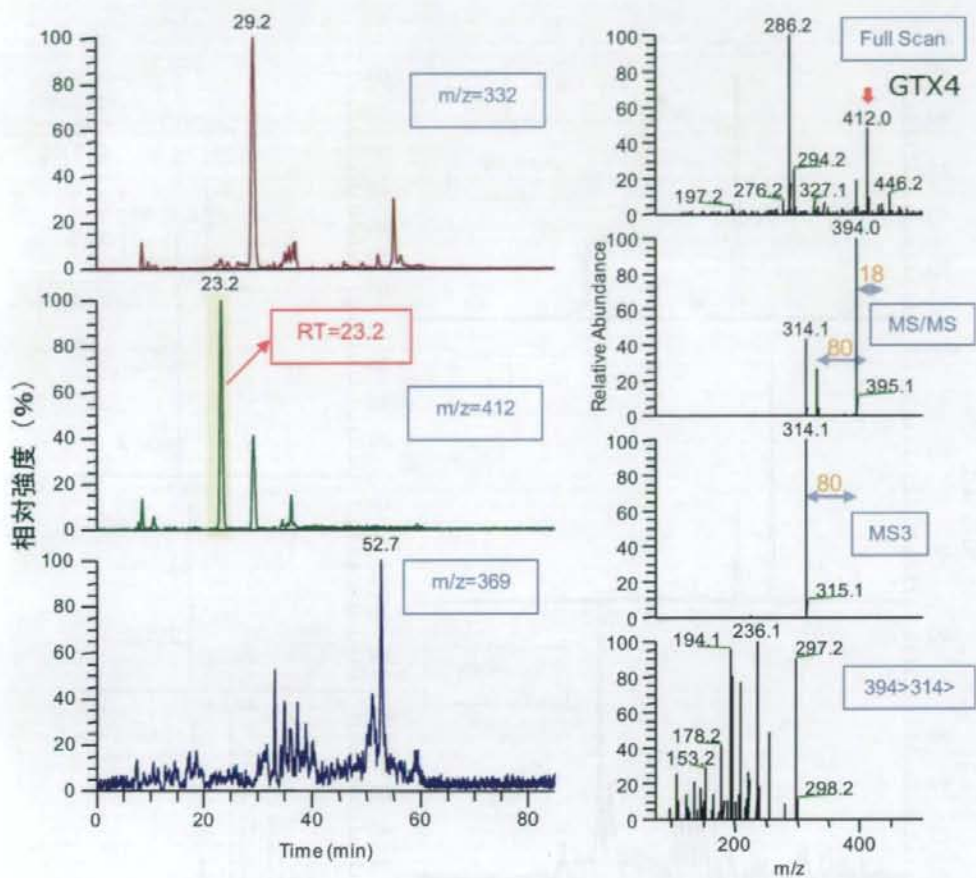


図51. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる
保持時間23.2分のイオン開裂

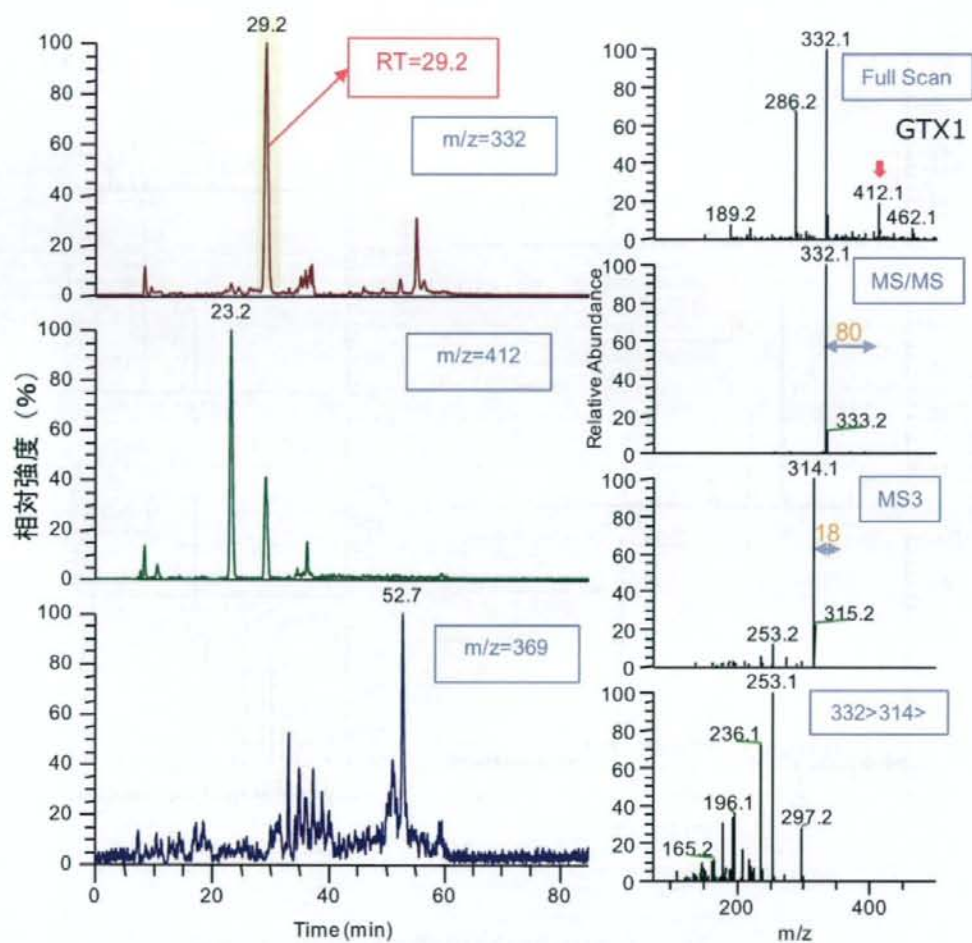


図52. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる
保持時間29.2分のイオン開裂

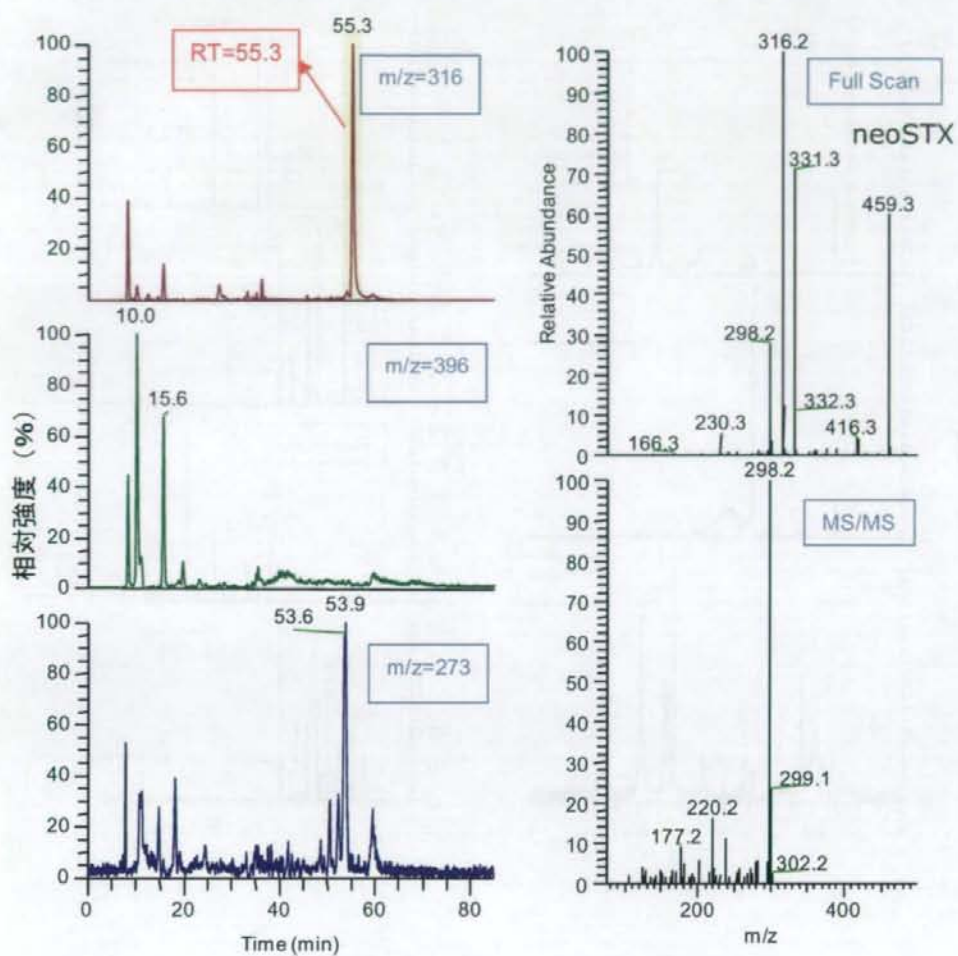


図53. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる
保持時間55.3分のイオン開裂

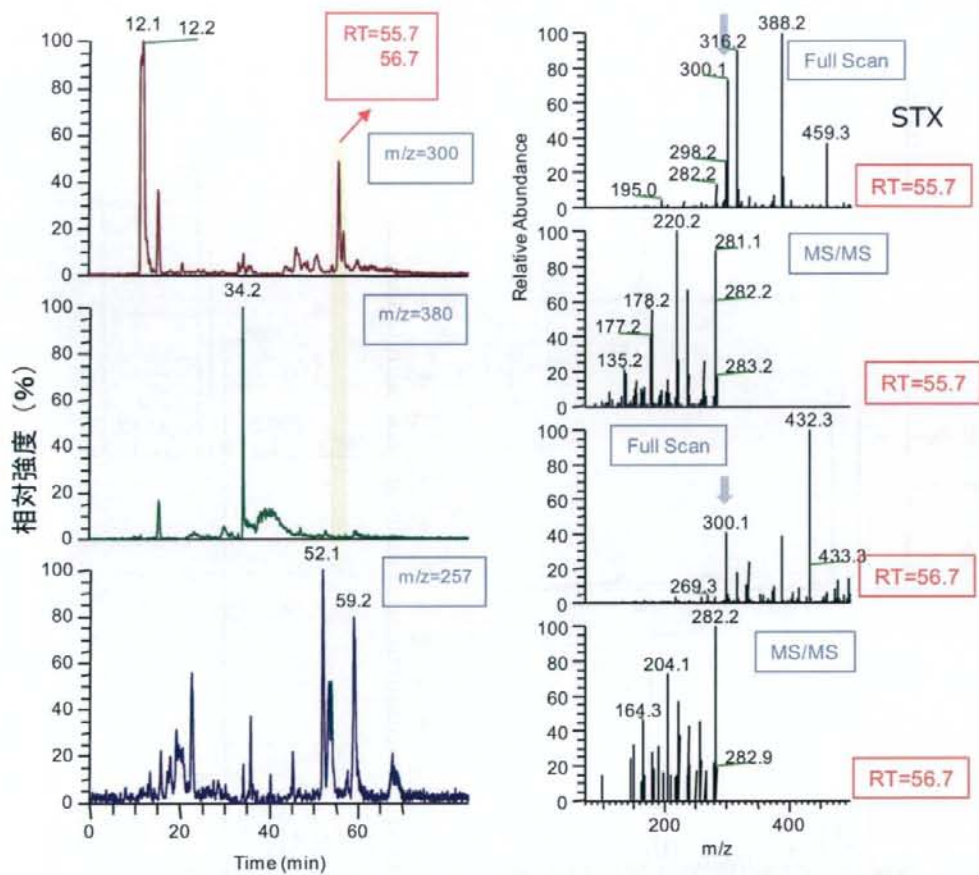


図54. AcWU-01株抽出液のLCQ fleetによる
保持時間55.6分と55.7分のイオン開裂

表1 LC/MS 分析条件 (DA 分析条件)

LC	HPLC	: Waters alliance 2690
	カラム	: Mightysil RP-18 GP (250×2.0 mm)
	移動相	: 1%酢酸-12%アセトニトリル
	流速	: 0.2 mL/min
	カラム温度	: 35°C
	注入量	: 4 µL
MS	MS	: Waters micromass ZMD
	イオン化	: ESI (positive)
	デゾルベーション温度	: 350°C
	ソースブロック温度	: 120°C
	コーン電圧	: 30V

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 (ϕ 4.0×50 mm, HITACHI) Develosil RP-AQUEOUS AR (ϕ 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 電 圧	: 30V
シールド 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）

LC装置	: Waters Alliance2690
カラム	: HG3013N (ϕ 2.6× 50 mm, HITACHI) Develosil RP-AQUEOUS (ϕ 3.0× 250 mm, Nomura)
移動相	: A 0.1% HFBA-1%アセトニトリル -10mM酢酸アンモニウム B 0.1% PFBA-8%アセトニトリル -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
流速	: 0.25ml/min

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

表4 各フラクションの¹H-NMRにおけるChemical shift値の比較

(a) T-II

Proton (Carbon No.)	Chemical shift (ppm)	
	TTX (hemilactal)*	T-II
4	5.50	5.50
4a	2.35	2.35
5	4.25	4.25
7	4.08	4.07
8	4.30	4.29
9	3.96	3.95
11	4.02	4.01
11	4.04	4.03

*Yotsu-Yamashita, 2001

(b) T-III

Proton (Carbon No.)	Chemical shift (ppm)			
	6- <i>epi</i> TTX*		T-III	
	hemilactal	lactone	hemilactal	lactone
4	5.55	5.55	5.55	5.55
4a	2.01	2.13	2.01	2.13
5	4.30	4.03	4.29	4.02
7	4.08	4.62	4.08	4.62
8	4.17	4.26	4.16	4.26
9	4.00	4.59	4.00	4.58
11	3.74	3.68	3.74	3.68
11		3.69		3.69

*Yotsu-Yamashita, 2001

(c) T-V

Proton (Carbon No.)	Chemical shift (ppm)	
	4- <i>epi</i> TTX*	T-V
4	5.04	5.04
4a	2.73	2.74
5	3.85	3.87
7	3.98	3.97
8	4.07	4.17
9	4.17	4.20
11	3.91	3.91

*Nakamura and Yasumoto, 1985

(d) T-VI

Proton (Carbon No.)	Chemical shift (ppm)	
	T-VI	
4	5.31 (9.5)*	
4a	2.31 (9.5)	
6	1.88 (6.75)	
7	3.99 (4.5)	
8	4.30 (4.5)	
11	1.16 (7.0)	

*Coupling constant (Hz)