

みどりの食料システム戦略実現技術開発・実証事業のうち
農林水産研究の推進（委託プロジェクト研究）

現場ニーズ対応型研究

ホタテガイ等の麻痺性貝毒検査における
機器分析導入に向けた標準物質製造技術の開発

令和６年度 研究実績報告書

課題番号	24018263
研究実施期間	令和６年度～令和８年度（３年間）
代表機関	国立研究開発法人 水産研究・教育機構 水産技術研究所
研究開発責任者	松嶋 良次
研究開発責任者 連絡先	TEL : 045-788-7669
	FAX : 045-788-5001
共同研究機関	国立大学法人 東京農工大学
	国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター
	国立大学法人 東北大学
普及・実用化 支援組織	岩手県環境保健研究センター
	一般財団法人 日本食品検査

＜別紙様式2＞研究実績報告書

令和6年度 みどりの食料システム戦略実現技術開発・実証事業のうち
農林水産研究の推進（委託プロジェクト研究）
「ホタテガイ等の麻痺性貝毒検査における機器分析導入に向けた標準物質製造技術の開発」
研究実績報告書

I. 研究の進捗状況等

サキシトキシン鏡像異性体（ent-STX）・デカルバモイルサキシトキシン鏡像異性体（ent-dcSTX）の多量合成技術を開発し、ent-STXとent-dcSTXの多量合成を行った。ent-STXの純度や構造を液体クロマトグラフィー質量分析法（LC/MS）や核磁気共鳴（NMR）装置で確認し、電位依存性ナトリウムチャンネル（Nav）阻害活性についても明らかにした。毒化ホタテガイから共同分析試料を調製し、不確かさを指標とした各共同研究機関の分析法の評価ができる共同試験を実施した。ゴニオトキシン（GTX）1/4を主要毒とするプランクトンの拡大培養を繰り返し、GTX1/4を計10 mg程度得た。

合成した、ent-STX及びent-dcSTXの原料についてイムノクロマトキットを用いて天然型の混入がないことを確認した。ent-STXの品質評価を行い、LC/MS及びNMRからは数種類の不純物が検出された。取得したLC/MS及びNMRデータから不純物の構造推定を行い、NMRで定量する際に影響するかを評価している。ent-STXの標準原液の濃度評価のための安定性評価を行った。不純物の構造推定とNMRスペクトルに及ぼす影響評価を検討している。プロトタイプ標準液について、均質性試験及び安定性試験の分析法等の開発に向けた検討を進めている。

1. STX鏡像異性体等の標準物質製造及び利用技術の開発

ent-STX・ent-dcSTXの多量合成技術を開発し、ent-STXを多量合成し、ent-dcSTXについては前倒しで多量合成を行った。ent-STXの純度や構造をLC/MSやNMRで確認し、Nav阻害試験を実施して阻害活性について明らかにした。毒化ホタテガイから共同分析試料を調製し、不確かさを指標とした各共同研究機関の分析法の評価ができるプロトコールに沿って共同試験を実施した。ネオサキシトキシン（neoSTX）の原料毒であるGTX1/4を主要毒とするプランクトンの拡大10Lスケール培養を繰り返し、GTX1/4を計10 mg程度得ることに成功した。

2. STX鏡像異性体等の正確な濃度決定法の技術開発及びプロトタイプ標準液の開発

合成したent-STX及びent-dcSTXの原料についてイムノクロマトキットを用いて天然型の混入がないことを確認した。ent-STXの品質評価を行い、LC/MS及びNMRからは数種類の不純物が検出された。取得したLC/MS及びNMRデータから不純物の構造推定を行い、NMRで定量する際に影響するかを評価している。また、不純物含量の補正での評価の検討とともに、ent-STXの標準原液の濃度評価のための測定試料の調製方法の検討を行い、測定中の安定性の評価を行った。プロトタイプ標準液について、協力機関との実施内容の整理とともに均質性試験及び安定性試験の分析法の開発に向けた検討を進めている。