

30D-am13

天然由来有効成分の効率的単離精製を目指した高速向流クロマトグラフィー質量分析法の開発

○服部 靖子¹, 井之上 浩一², 日野 知証^{1,2}, 岡 尚男^{1,2} (¹金城学院大院, ²金城学院大薬)

【目的】近年、天然物由来の機能性物質が注目されている。その一方で、その有効成分を効率的に単離精製する技術は液体クロマトグラフィーのような固体固定相を用いる分離が主となっている。高速向流クロマトグラフィー (HSCCC) は、移動相・固定相共に液体が用いられ、分取スケールで混合試料からの不可逆的吸着のない単離精製ができる分離法である。本研究では、様々な成分の効率的な単離精製法の開発を目指して、HSCCC/質量分析法 (MS) を検討することとした。また、天然物由来の抗生物質ゲンタマイシン、エンラマイシン、アバメクチンなど様々な試料に本方法を応用したので報告する。

【方法】HSCCC 分析条件 装置: HSCCC model CCC-1000 (Pharma-Tech Research Co.) 二相溶媒系: Hexane/Ethyl acetate/*n*-Butanol/Methanol/Water System, tert.-Butyl methyl ether/*n*-Butanol/Acetonitrile/Water System 流速: 1.0~2.0 mL/min 注入量: 10~30mg 回転数: 950 rpm MS 分析条件 装置: 島津社製 LCMS-2020EV、イオン化法: エレクトロスプレーイオン化法

【結果・考察】GL サイエンス社製 Micro Splitter Valve (低圧用スプリット比 1: 10 ~ 1: 20) を介して、HSCCC と質量分析計を結合することにより、分取と同時にマススペクトルの測定が可能となった。その結果、ゲンタマイシン C1a (*m/z* 450)、C2/C2a (*m/z* 464)、C1 (*m/z* 478)、エンラマイシン A (*m/z* 786)、B (*m/z* 791)、アバメクチン B1a (*m/z* 891)、B1b (*m/z* 877) などの高純度の単離精製物を得ることができると同時に成分の同定に有用なイオンをモニタリングすることもできた。以上の結果より、HSCCC/MS は様々な天然機能性物質の効率的単離精製に応用できると考えられる。