



リサイクル分取HPLC
LaboACE LC-5060 plus II

GPCカラムによるリサイクル分離例

MALDI-MS測定用試薬の精製

緒言

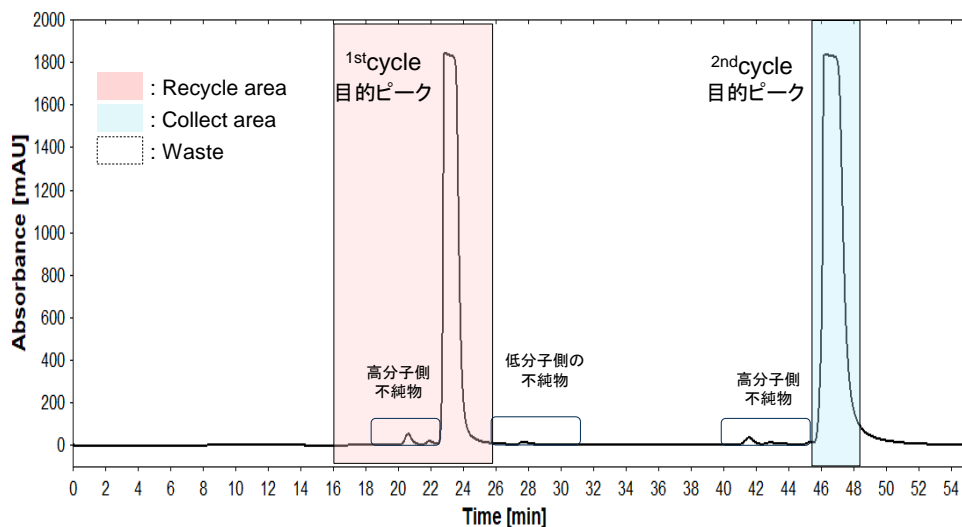
リサイクル分取HPLCでは、短いカラムでもリサイクルすることで擬似的に長いカラムを通したのと同じ分離を得られることが特徴のひとつであり、リサイクルにより分離不十分な目的化合物を単離させて分取するというニーズが多い。

一方で、今回はリサイクルを用いて不純物を上手に除去して目的成分の純度を上げていくという使い方を紹介する。不純物を除去して目的物の高純度化を図る目的でもリサイクル分取 HPLC は有効に使用することができる。

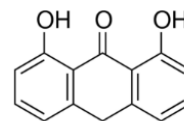
実験・結果

試料はMALDI-MS測定でマトリックスとして良く使用されるジスラノール（1,8-Dihydroxy-9[10H]-anthracenone）（ $\geq 90\%$ ）の市販品¹⁾を用いた。

有機溶媒系 GPC カラムを用いたりサイクル分離でジスラノールの精製を試みた。



得られたりサイクルクロマトグラム



目的物(分取物)の構造式

Column : JAIGEL-1HR+2HR
Mobile phase : Chloroform
Flow rate : 10.0 mL/min
Instrument : LaboACE LC-5060
Detector : UV 254 nm

- 1) 目的化合物と高分子側不純物を含んだ保持時間 16 分から 26 分までをリサイクルした。
- 2) リサイクルを OFF にした後の保持時間 26 分以降の低分子側の不純物を Waste して除去した。
- 3) 2nd cycle 目の溶出で高分子側の不純物を Waste して除去し、45 分から溶出する目的物を分取した。

POINT!!

不純物を除去して目的物の高純度化を図ることが可能である。また高分子側に溶出の不純物は多量化した化合物と推察された。

MALDI-MS 測定では、マトリックスに不純物を含むものを使用すると、妨害ピークが検出され、データ解析の妨げとなると言われる²⁾。市販品として販売されているこの試料を GPC カラムとリサイクル分離で分離精製し、マトリックス試薬として良好に使用できるものと推定される。

- 参考文献 1) 小林 恒夫, DIC Technical Review No8/2002
2) 佐藤 浩昭 J. Mass Spectrom. Soc. Jpn Vol. 64, No. 5, 2016