

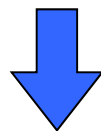
分析からセミ分取スケールまでできる！
超臨界流体クロマトグラフィー
～天然物中成分の分取・精製～

分析展・2011

はじめに

分離分析、分取精製に対する要望

- ◆ 短時間で分析、分取精製
- ◆ ランニングコストが低い
- ◆ 環境に配慮した分離精製技術



超臨界流体クロマトグラフィー

- ◆ 高速・高分離
- ◆ 省溶媒
- ◆ 分取後の溶媒の処理が簡便
- ◆ 環境にやさしい

超臨界流体クロマトグラフィー (SFC)とは

移動相に**超臨界CO₂**を用いた、**高速高分離**を実現できる分離分析法 シリカゲルカラムを使用した場合、順相クロマトグラフィーに似た保持挙動を示します。

SFCの特長

①ハイスループット

HPLCと比べて、**分析時間1/2～1/10へ短縮可能**

②低コスト

HPLCと比較すると、**有機溶媒使用コストが1/2～1/10に削減可能**

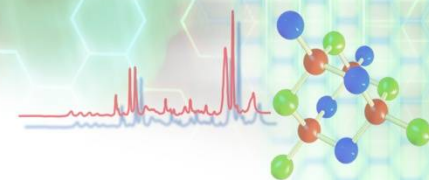
③安全かつ環境にやさしい

CO₂は引火性が無いため安全です。また、CO₂はリサイクル品を使用

④モディファイア(補助溶媒)

CO₂に少量のアルコール等を加えることで分離をコントロールできる。近年では高い割合で使用することにより、**亜臨界状態での分離分析も多く行われています。**

SFCシステム



分析用SFC

流量: 1~8 mL/min
カラム: 2~4.6 mmI.D.



セミ分取用SFC

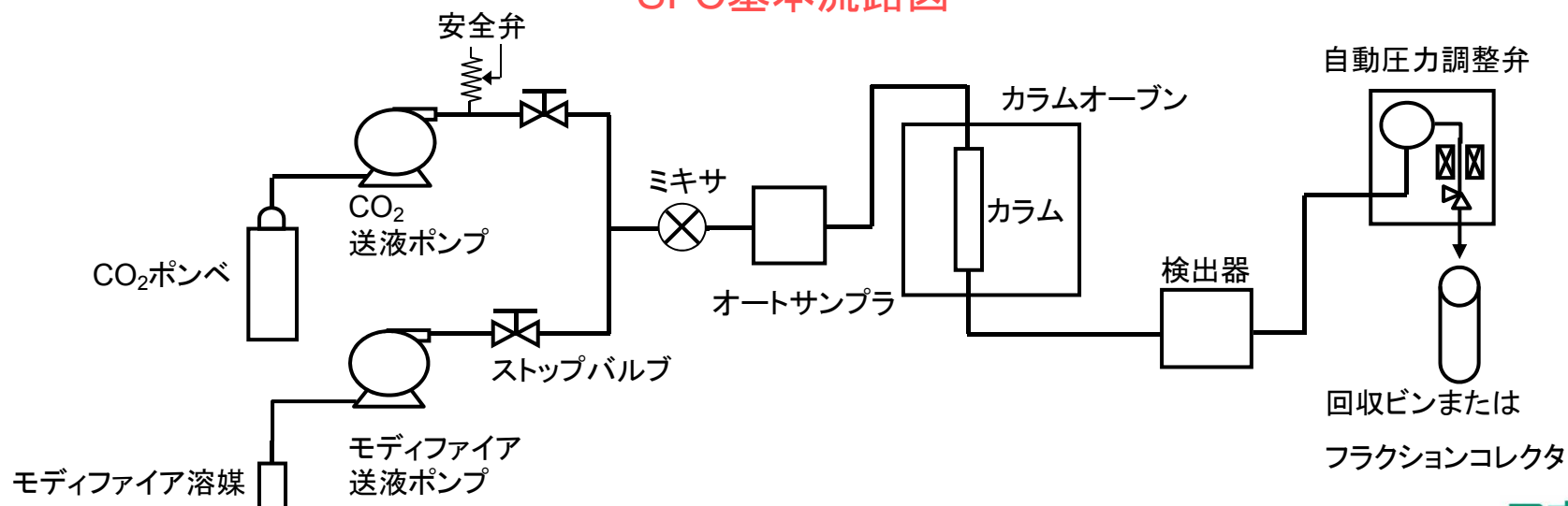
流量: ~20 mL/min
カラム: 4.6~10.0 mmI.D.



分取用SFC

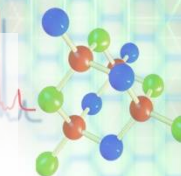
流量: ~120 mL/min
カラム: 10.0~30.0 mmI.D.

SFC基本流路図

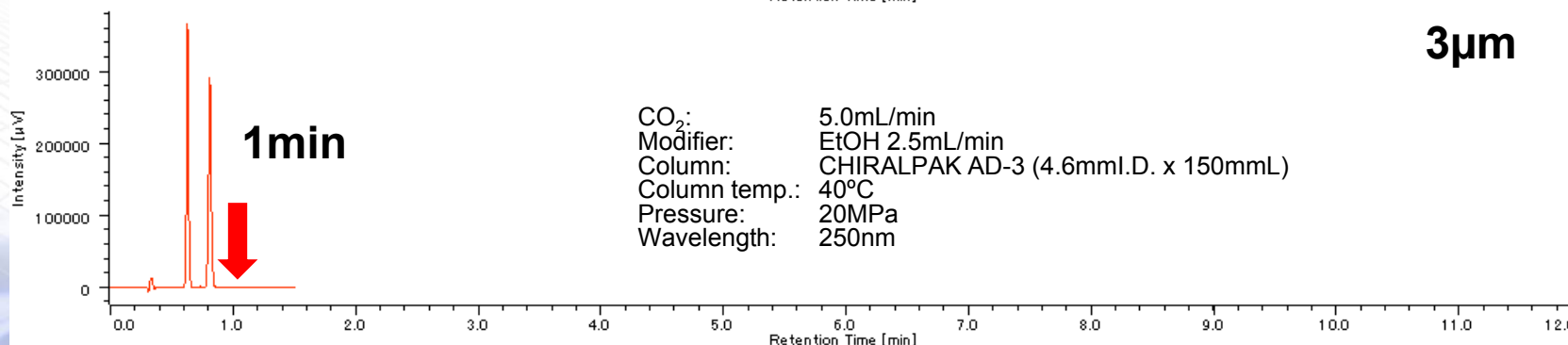
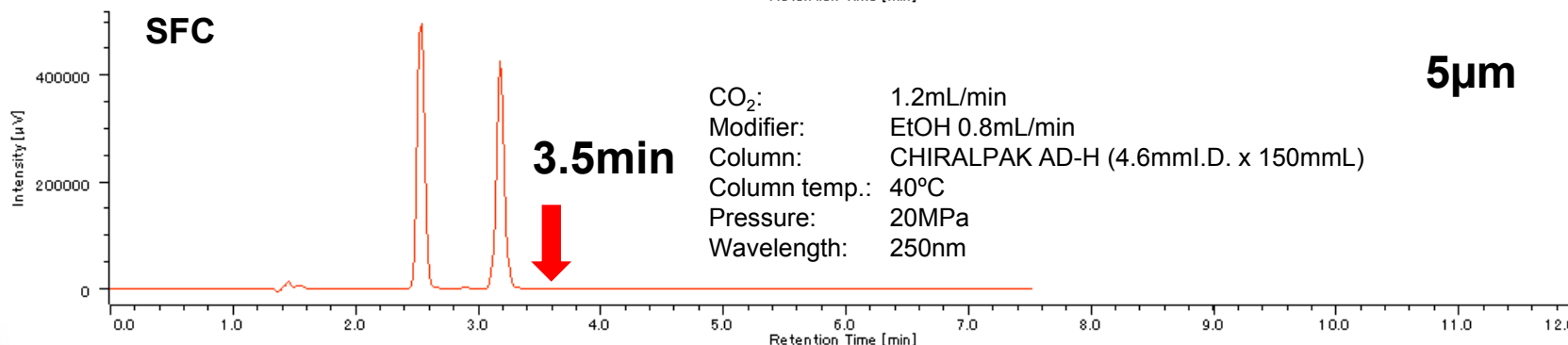
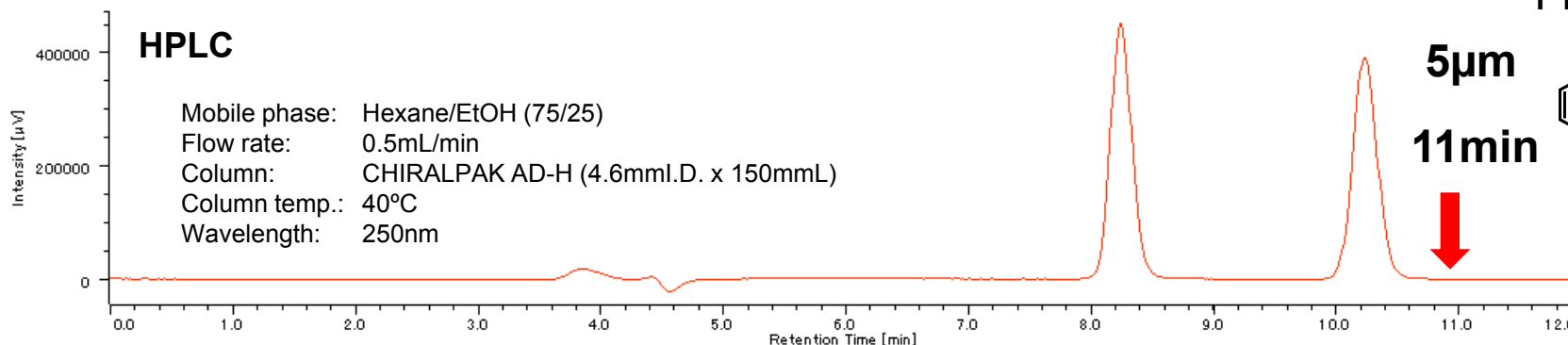
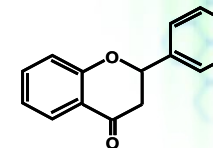


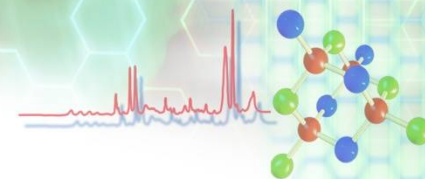
Green and Clean Separation

HPLC, SFCによる分析データの比較



Flavanone





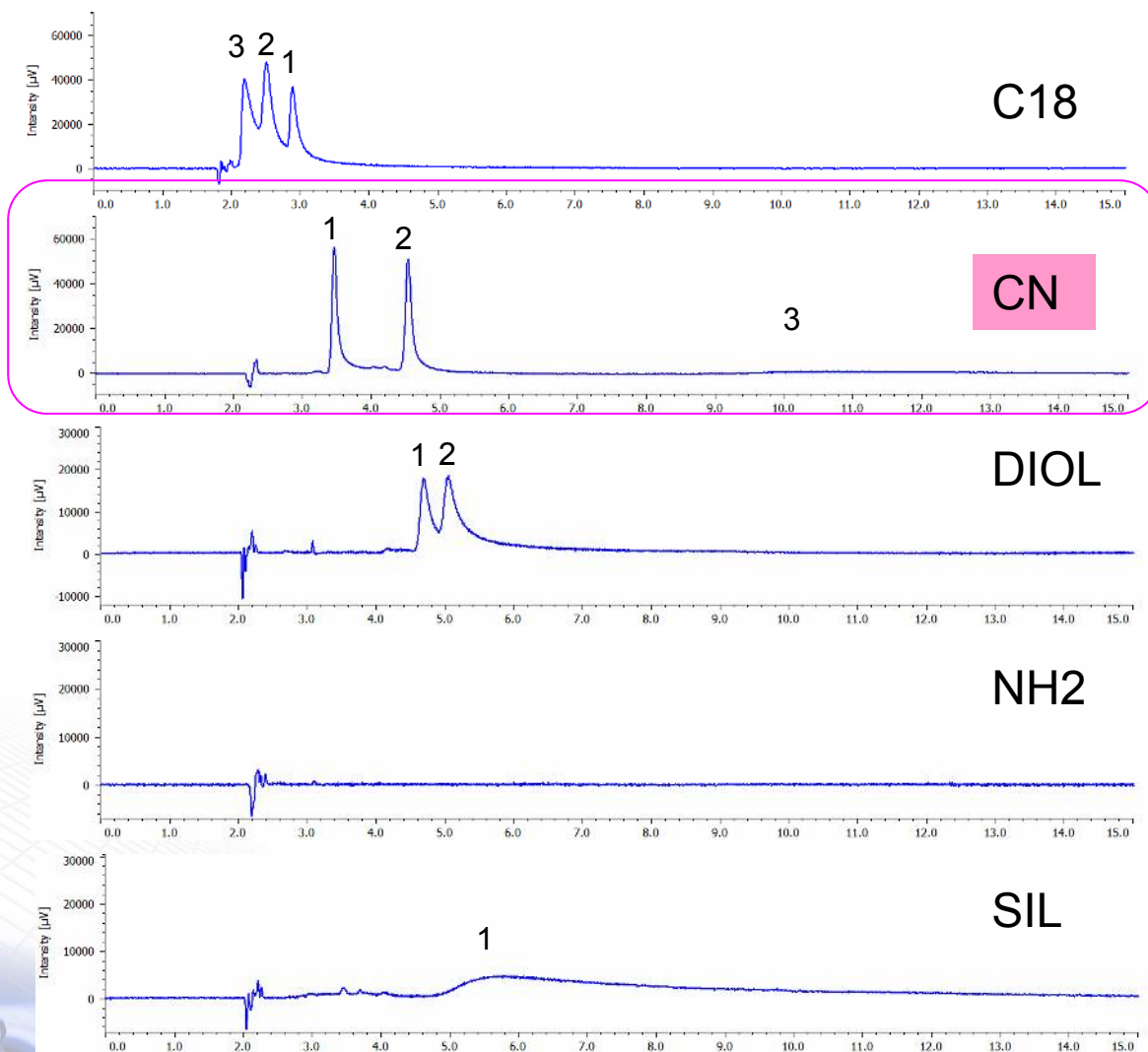
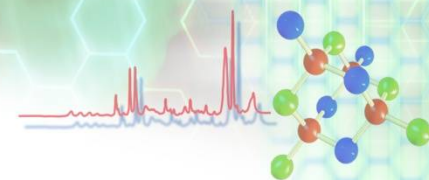
天然物中成分の分離

ローズマリー中の生理活性物質の分離・精製



分析条件検討

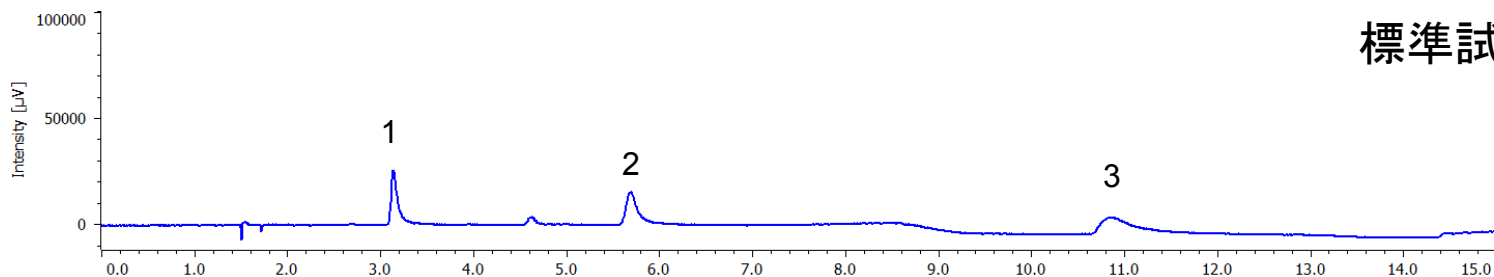
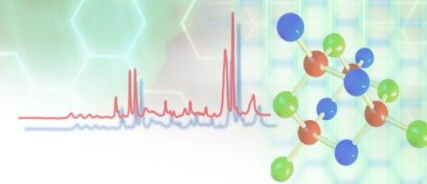
充填剤種類別による保持挙動の比較



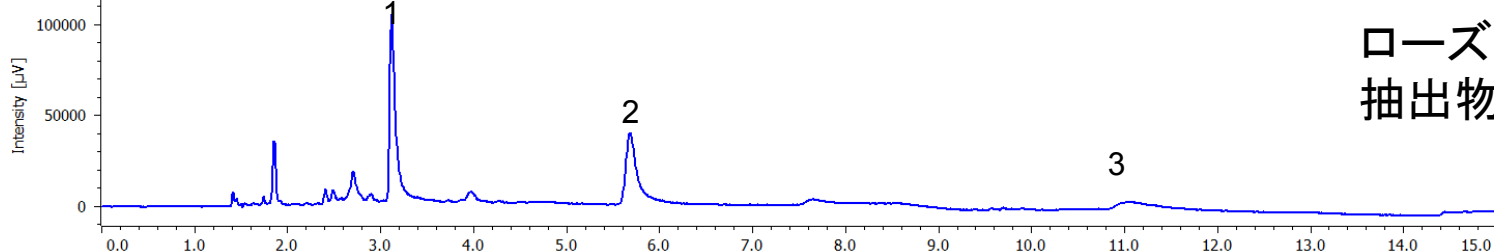
1. Carnosic acid
2. Carnosol
3. Rosmarinic acid

Column size: 4.6mmI.D. x 250mmL
CO₂: 1.0mL/min
Modifier: EtOH 0.3mL/min
Column temp.:40°C
Pressure: 15MPa
Wavelength: 230nm

分析条件の最適化



標準試料



ローズマリー
抽出物

1. Carnosic acid, 2. Carnosol, 3. Rosmarinic acid

Column: SFCpak CN-5 (4.6mmI.D. x 250mmL)

CO₂: 2.0mL/min

EtOH : 0.2 0.2 0.8 0.8 0.2 mL/min

0 7.0 8.0 13.0 13.05 min

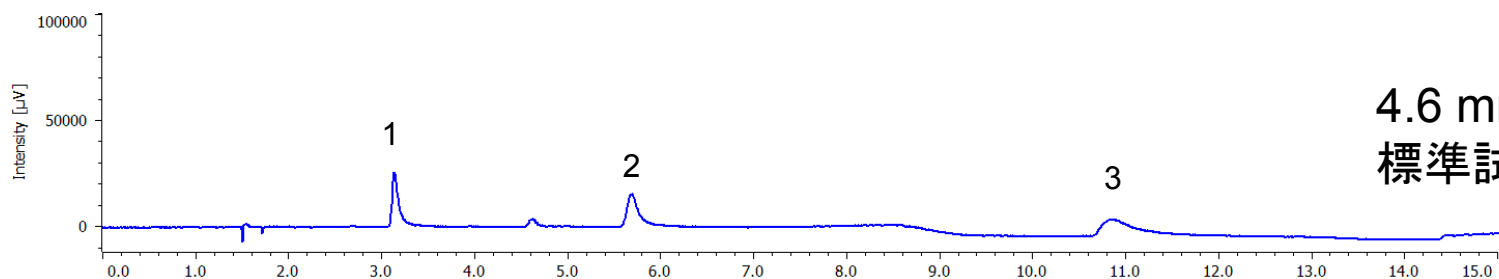
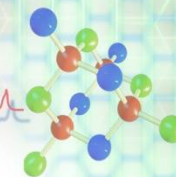
Column temp.: 40°C

Pressure: 15MPa

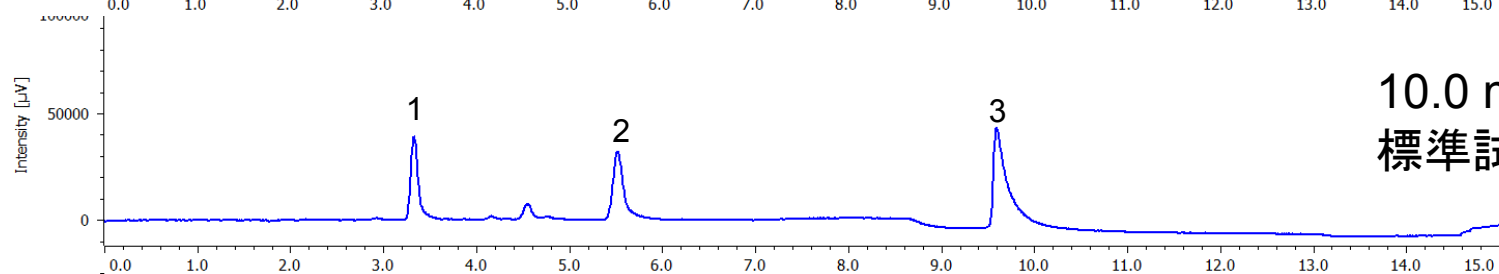
Wavelength: 230nm

Injection vol.: 5μL

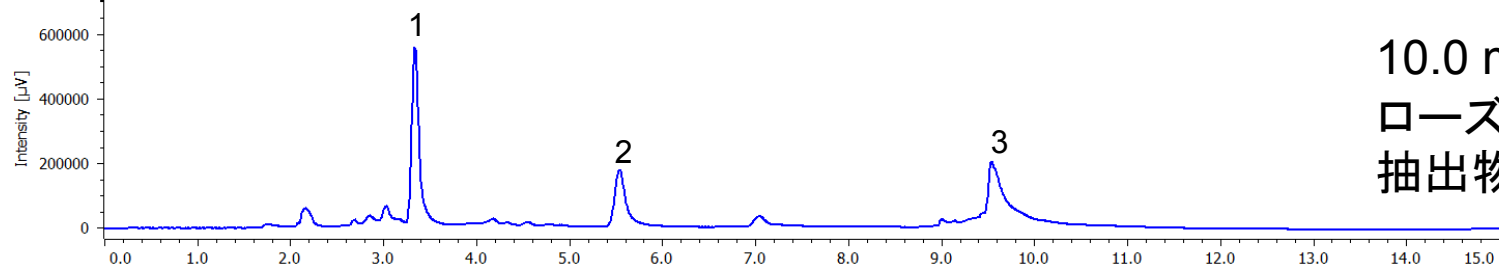
セミ分取サイズへのスケールアップ



4.6 mm i.d.
標準試料



10.0 mm i.d.
標準試料



10.0 mm i.d.
ローズマリー
抽出物

Column: SFCpak CN-5SP (10.0 mm i.d. x 250 mmL)

CO₂: 10.0 mL/min

EtOH : 1.0 1.0 4.0 4.0 1.0 mL/min

0 7.0 8.0 13.0 13.05 min

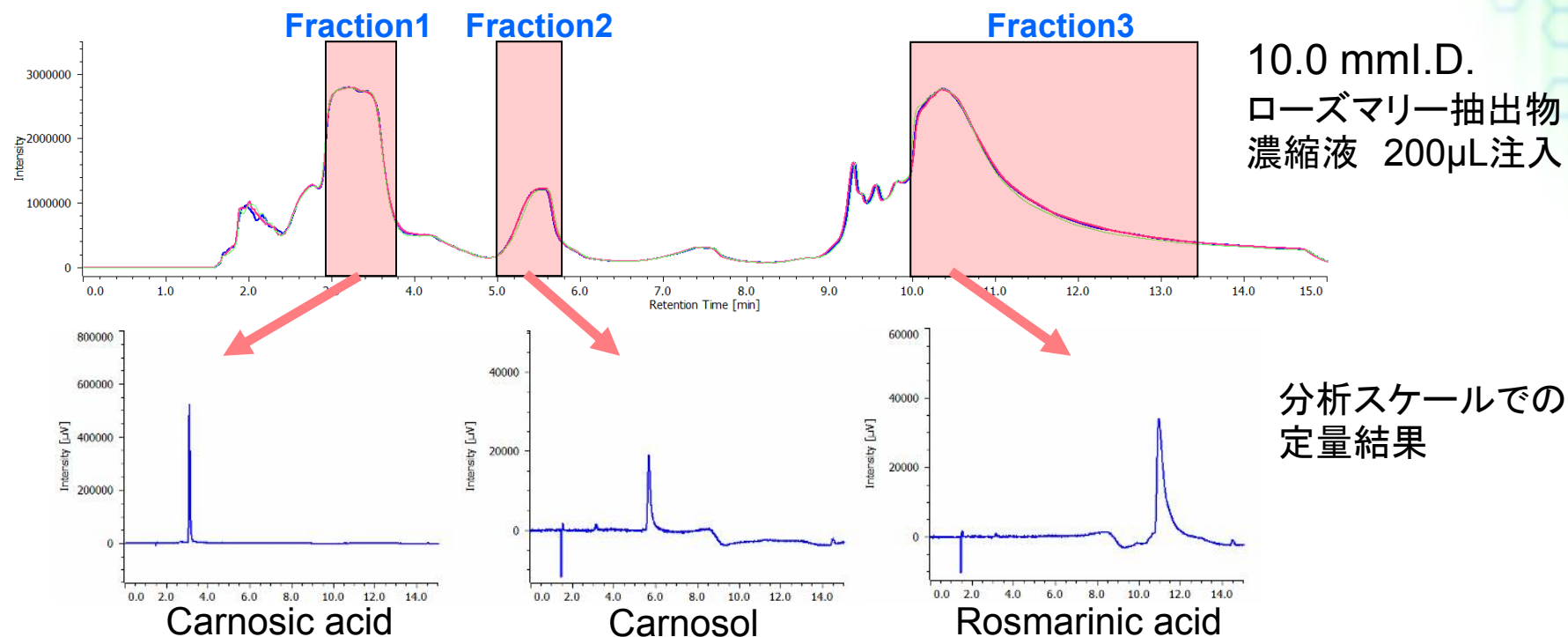
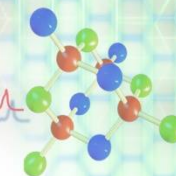
Column temp.: 40°C

Pressure: 15 MPa

Wavelength: 230 nm

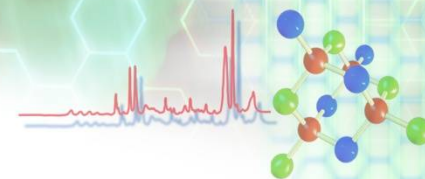
Injection vol.: 50 μL

セミ分取スケールでの分取結果



ローズマリー2gからの精製結果

	200 μ L注入 5回の回収量	7.5時間稼動 (200 μ Lx20回分)	標準試料として 購入した時の金額
カルノシン酸	6.98mg	27.9mg	約3万円
カルノソール	1.35mg	5.4mg	約15万円
ロズマリン酸	4.7mg	18.8mg	約8万円



分取SFCの回収テクニック

高性能気液分離器

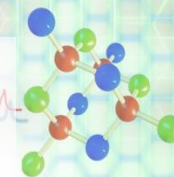
マイクロサイクロンセパレータ

Micro Cyclone Separator

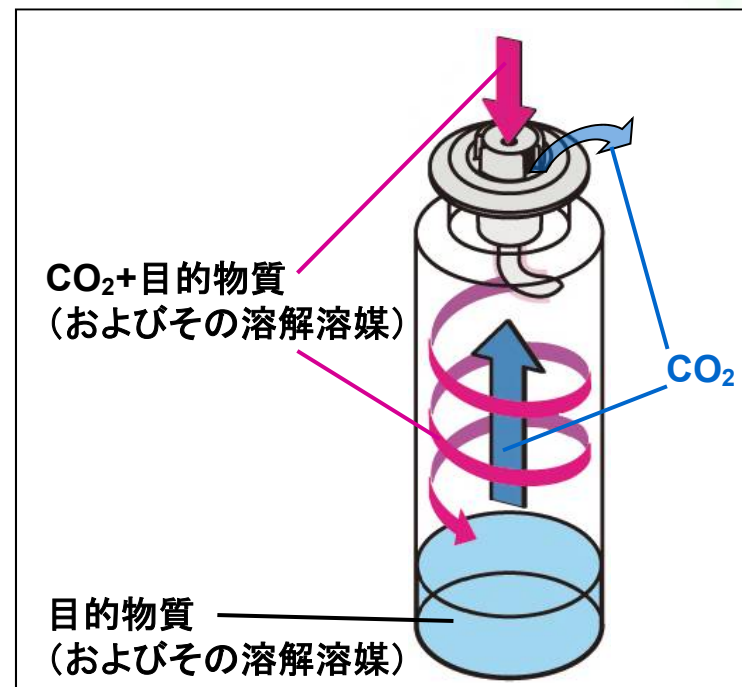


マイクロサイクロンセパレータ (MCS)

特許出願中 (JP2008-249460, EP09171172, US12567743)



気液分離機能による回収液の飛散防止により回収率の向上、他の回収瓶へのコンタミネーション防止が可能

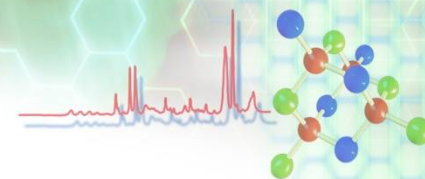


MCSの回収の模式図

	フラクション1 回収率	フラクション2 回収率
MCS未使用	32.2%	31.5%
MCS使用	100.7%	99.0%

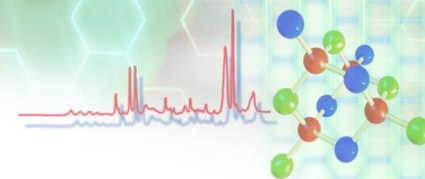
* MCSを使用しない場合の回収率は
使用した場合の**3分の1**程度(回収液の飛散を確認)

まとめ



- 分析、セミ分取、分取SFCシステムは、ハイスループット、省溶媒である環境にやさしい分離精製技術です。
- ローズマリー中成分の場合、7.5時間の稼動で5.4～27.9mg精製することができます。
(標準試料として購入した場合26万円相当)
- マイクロサイクロンセパレータは、回収液の飛散を防ぎ、回収率を向上させることができます。

おわりに



- 日本分光では分析から分取スケールまでカバーするSFCラインナップはもとより、幅広い超臨界流体技術をサポートします。
- これからも地球環境に配慮した、新たな科学技術に向けて、日本分光は超臨界流体技術の発展を目指します。

▶ 資料請求