

# Application News

## No.L496A

超臨界流体クロマトグラフィー  
Supercritical Fluid Extraction / Chromatography

### オンライン SFE-SFC の不安定な化合物の分析への応用

Analysis of Unstable Compounds Using Online-SFE-SFC

超臨界流体は低粘性で高い拡散係数と溶解力を有する気体と液体の特徴を兼ね合わせた流体であり、二酸化炭素は比較的温和な臨界点 (31.1°C, 7.38 MPa) で超臨界状態に達します。毒性が低く不活性で、入手が容易で安価であることから様々な分野で広く使用されており、分析分野においては超臨界流体抽出 (Supercritical Fluid Extraction: SFE) や超臨界流体クロマトグラフィー (Supercritical Fluid Chromatography: SFC) に応用されています。

これまでの SFE と SFC はオフラインで使用され、前処理方法としての SFE と分析手法としての SFC は、それぞれ全く別のワークフローとして考えられ、使用されてきました。

“Nexera UC” では、SFE と SFC をオンラインで接続することができ、前処理から分析までワークフローを統合することができます。ここでは “Nexera UC” を用いたオンライン SFE-SFC 分析例をご紹介します。

Y. Watabe H. Terada

#### ■オンライン -SFE-SFC

Online-SFE-SFC

オンライン SFE-SFC 分析の流路図を Fig. 1 に示します。オンライン SFE-SFC では、抽出容器から超臨界流体を用いて抽出されたものを SFC 用の分析カラムにオンラインで導入し、そのまま分離を行い検出する手法です。抽出から分析までは Fig. 1 に示すように、SFE ユニット内のバルブを用いて流路を切り替えることにより実施されます。抽出操作には、抽出容器に超臨界流体を導入後に通液をせず静置状態で抽出を行う静的抽出 (Static extraction) と、抽出容器に通液を行い容器から抽出物を取り出す動的抽出 (Dynamic extraction) があります。オンライン SFE-SFC では、動的抽出時に分析カラムへ試料が導入されることになります。

このようにオンライン SFE-SFC は抽出から分離検出までの流れを装置内で完結させることができるため、煩雑な前処理操作を行う必要がなく、かつ自動化が可能であり、分析に関する種々の操作を大幅に軽減することができます。

また、抽出から分離・検出までを無光・非酸化・無水環境下において実施することができるため、光分解し易い成分、酸化されやすい成分や加水分解しやすい成分など不安定な化合物分析に非常に有効です。またオフライン SFE の場合のように試料を溶液で調製する必要がなく試料溶媒によって目的成分が希釈されることがないため、容易に高感度化することが可能です。

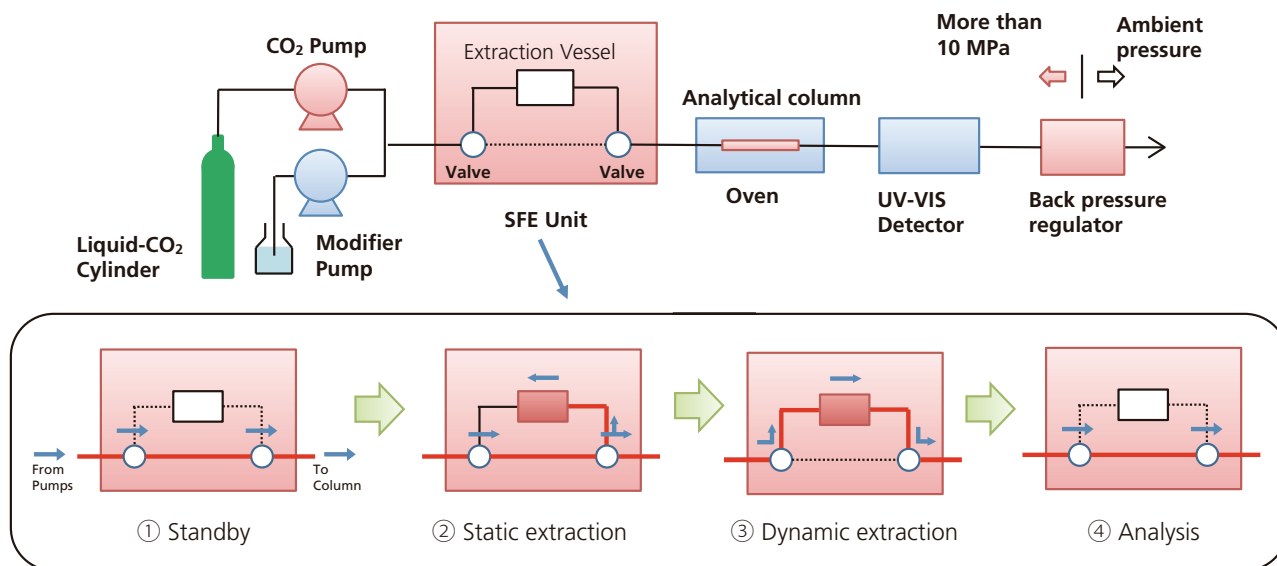


Fig. 1 オンライン SFE-SFC システム流路図  
Flow Diagram of Online-SFE-SFC

## 還元型コエンザイム Q10 のオンライン-SFE-SFC 分析

### Online-SFE-SFC Analysis of Reduced Coenzyme Q10

還元型コエンザイム Q10 (ユビキノール) は Fig. 2 に示す構造を持ち、容易に酸化され酸化型コエンザイム Q10 (ユビキノン) に変化します。ここでは、サプリメント中に含まれる還元型コエンザイム Q10 の分析を溶媒抽出-SFC 分析とオンライン-SFE-SFC 分析の両方で行いました。

溶媒抽出-SFC 分析の前処理操作と分析条件を Fig. 3 と Table 1 に示します。

サプリメントと酸化型コエンザイム Q10 標準試料を分析したクロマトグラムを Fig. 4 に示します。

Table 1 溶媒抽出-SFC 分析条件  
Analytical Conditions for SFC

System	: Nexera UC SFC-UV System
Column	: Shim-pack UC-RP (150 mm L. x 4.6 mm I.D., 3 μm)
Column Temp.	: 40 °C
Modifier	: MeOH
Flow Rate	: 3 mL/min
Time Program	: 5 % (0 min) → 50 % (5-8 min)
BPR	: 10 MPa
Detector	: UV-VIS (220 nm)
Inj. Vol.	: 1 μL

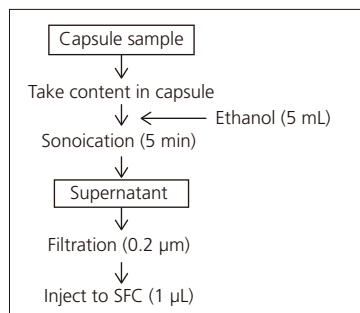


Fig. 3 前処理  
Sample Preparation

オンライン SFE-SFC 分析の分析条件を Table 2 に示します。サプリメントに内封されている溶液と酸化型コエンザイム Q10 標準試料それぞれをろ紙に約 5 μL 滴下し、パンチングしたものを抽出容器に入れ、オンライン SFE-SFC 分析を行いました。サプリメントと酸化型コエンザイム Q10 標準試料を分析したクロマトグラムを Fig. 5 に示します。

Table 2 オンライン SFE-SFC 分析条件  
Analytical Conditions of Online-SFE-SFC

System	: Nexera UC Online SFE-SFC-UV System
SFE	
Extraction Vessel	: 0.2 mL
Static Extraction	: Time ; 0 ~ 2 min, : B.Conc. ; 5 % : BPR ; 10 MPa
Dynamic Extraction	: Flow rate ; 3 mL/min
Dynamic Extraction	: Time ; 2 ~ 4 min, : B.Conc. ; 5 % : BPR ; 10 MPa : Flow rate ; 3 mL/min
SFC	
Column	: Shim-pack UC-RP (150 mm L. x 4.6 mm I.D., 3 μm)
Column Temp.	: 40 °C
Mobile Phase	: A; CO <sub>2</sub> : B; MeOH
Flow Rate	: 3 mL/min
Time Program	: 5 % (4 min) → 50 % (9-13 min)
BPR	: 10 MPa
Detector	: UV-VIS (220 nm)

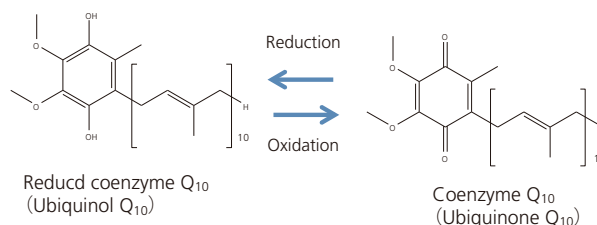


Fig. 2 構造式  
Structural Formula of Coenzyme Q10

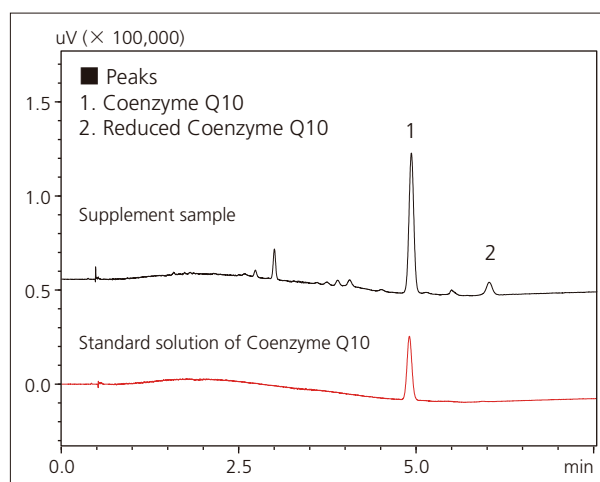


Fig. 4 溶媒抽出-SFC 分析で得られたクロマトグラム  
Chromatograms Obtained by Liquid Extraction-SFC

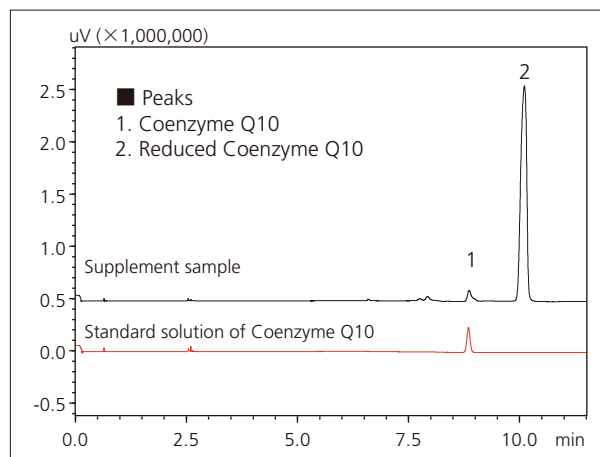


Fig. 5 オンライン SFE-SFC 分析で得られたクロマトグラム  
Chromatograms Obtained by Online-SFE-SFC

溶媒抽出-SFC では、抽出時に酸化され、酸化型コエンザイム Q10 に変化していますが、オンライン SFE-SFC 分析で還元型コエンザイム Q10 のまま抽出・分離・検出されることがわかります。オンライン SFE-SFC 分析は不安定な化合物をもとの形態のまま分析することが可能な非常にユニークな分析手法です。

A改訂版発行：2015年10月

初版発行：2015年8月

株式会社 島津製作所

分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

島津コールセンター ☎ 0120-131691  
(075)813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。

3100-07502-470IK  
2015.8