SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

超臨界流体クロマトグラフ　Nexera™ UC

超臨界流体クロマトグラフを用いた揮発性香気成分の分取精製

増田　佑亮

ユーザーベネフィット

- ◆ 超臨界流体クロマトグラフィー（SFC）により香気成分のような揮発性化合物の分取精製が可能です。
- ◆ 分析フラクションシステムを用いることで分析条件の検討から目的成分の分取精製へスムーズに移行できます。
- ◆ 独自の気液セパレータ“LotusStream”により目的成分を高純度かつ高収率で回収できます。

■はじめに

食品、飲料、パーソナルケア用品やエッセンシャルオイル（精油）などに含まれる香気成分の多くは分子量の小さな揮発性の化合物です。これらの香気成分中には、構造中に不斉中心を有するキラル化合物が数多く存在します。キラル化合物の医薬品がエナンチオマー間で異なる薬理効果を示すことと同様に、香気成分のエナンチオマー間で香りが異なり、それらの存在比が香りの質や強さにも影響します。そのため、エナンチオマー間の性質の違いを把握する事は香料原料の開発において重要であり、開発過程でエナンチオマーの分離および分取精製が必要とされています。

従来、香気成分のような揮発性化合物は、ガスクロマトグラフィー（GC）を用いた分取が行われています。GCによる分取は高い分解能を示しますが、1回の分析あたりの試料負荷量が小さいこと、分析時間が長くなることが課題となっています。超臨界流体クロマトグラフィー（SFC）を用いた分取では、液体クロマトグラフィー（LC）と同等量の試料負荷が可能であり、短時間での分析が可能です。また、SFCの溶離液に用いる液化炭酸ガスは常温常圧下で気化し、分取後の画分には少量の有機溶媒のみが含まれます。そのため、目的成分を容易に濃縮することが可能です。

本稿では、ラベンダー精油中に含まれる香気成分であるリナロールを目的成分として、超臨界流体クロマトグラフ“Nexera UC”分析フラクションシステムを用いた分取精製の例を紹介します。

■リナロールの分析について

既報のアプリケーションニュース01-00435では、超臨界流体クロマトグラフ Nexera UC キラルスクリーニングシステムを用い、リナロールの分析条件確立のワークフローを紹介しました。エナンチオマー間の分離に適した分析条件を表1に、分析クロマトグラムを図2に示します。

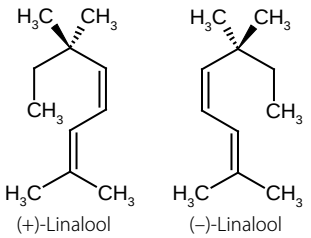

図1　リナロールの構造式

表1　分析条件

System	: Nexera UC
Column	: CHIRALPAK® IG-3（100 mm x 3.0 mmI.D., 3 µm）
Mobile Phase	: CO_2 / Methanol = 95:5
Flow Rate	: 1.5 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 5 µL in methanol
Vial	: SHIMADZU LabTotal for LC 1.5 mL, Glass＊1
BPR Pressure	: 15 MPa
Detection	: UV 220 nm (PDA with a high pressure flow cell)

＊1 P/N :227-34001-01

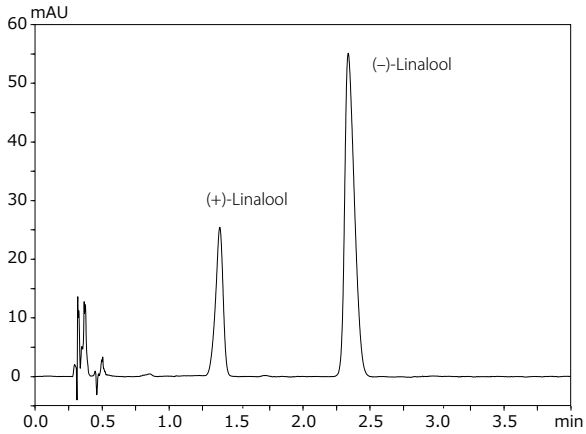

図2　リナロールの分析クロマトグラム

■Nexera UC 分析フラクションシステム

超臨界流体クロマトグラフ Nexera UCは、フラクションコレクター FRC-40SFを接続することで分取精製を行うことが可能です（図3）。Nexera UC キラルスクリーニングシステムもまた、分析フラクションシステムへのアップグレードに対応しているため、分析条件の検討から、分析条件の確定、目的成分の精製へ、スムーズに移行することが可能です。

図3　Nexera™ UC 分析フラクションシステム

■気液セパレーター“LotusStream”

SFCを用いた分取時は、CO_2が超臨界状態から気体状態（約500倍の体積）に一気に膨張することで起こるカラムからの溶出液の飛散が回収率低下の一因となっていました。独創的な気液分離セパレーターによりサンプルの飛散やコンタミネーションを抑制しながら高い回収率を得ることができます。1.5 mLバイアルや96穴型マイクロプレートのような少量容器へも分取が可能です。

図4　気液セパレータ“LotusStream”の外観

■市販品リナロールの分取と回収率確認

分析フラクションシステムを用い、市販品リナロールの分取精製を実施しました（図5）。分取条件は表1に示したものと同様で、精製対象として約20 g/Lの試料溶液を使用しました。

得られた(+)-Linaloolおよび(–)-Linaloolの画分から各成分の回収率を評価しました。回収率の結果を表2に示します。分析フラクションシステムによる分取において、いずれの目的成分も97%以上の高い収率で回収することができました。本分析例では、1回の分析あたり約100 µgのリナロールを注入し、97 µg以上をフラクションとして回収することに成功しました。

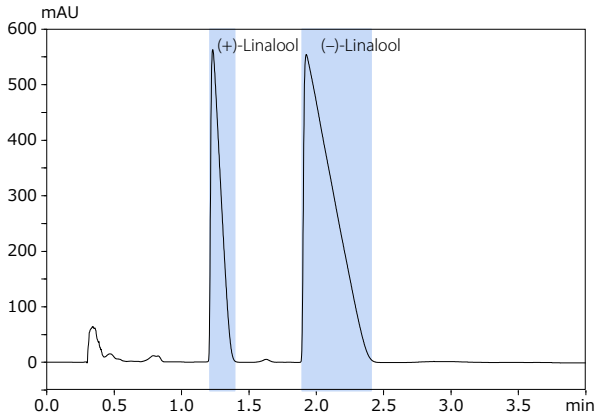

図5　市販品リナロールの分取クロマトグラム

表2　画分に含まれる目的成分の回収率

	Recovery rate (%)
(+)-Linalool	97.6
(–)-Linalool	99.3

■ラベンダー精油中リナロールの分取

分析フラクションシステムを用い、ラベンダー精油中に含まれるリナロールの分取精製を実施しました（図6）。市販のラベンダー精油は、メタノールで10倍に希釈した後、0.2 µm メンブレンフィルターでろ過したものを使用しました。分取条件は表1に示したものと同様です。

得られた(+)-Linaloolおよび(–)-Linaloolの画分を分析フラクションシステムにより再分析し、純度確認を行いました。得られた再分析クロマトグラムを図7に、純度確認の結果を表3に示します。分析フラクションシステムによる分取において、99%を超える高純度な分取精製ができました。

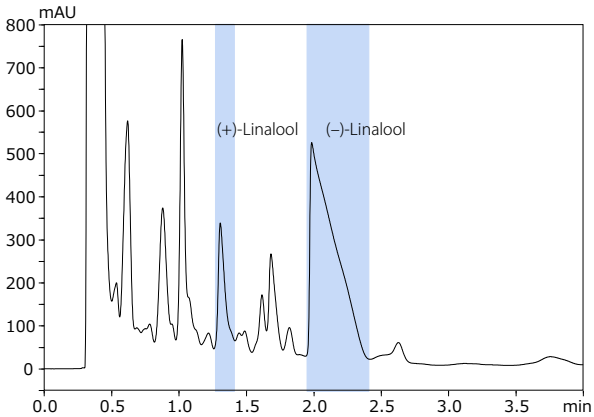

図6　ラベンダー精油の分取クロマトグラム

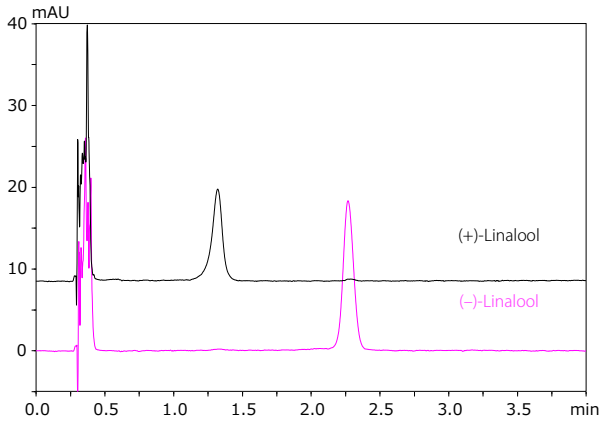

図7　回収液の再分析クロマトグラム

表3　画分に含まれる目的成分の純度
（面積百分率, ピーク検出範囲 0.5 -4.0 min）

	Area (%)
(+)-Linalool	100%
(–)-Linalool	99.4%

■まとめ

本稿では超臨界流体クロマトグラフを用い、ラベンダー精油中に含まれる香気成分の分取精製例を紹介しました。揮発性成分をコンタミネーションを抑制し高純度かつ高収率で回収することができました。

香料原料の開発過程において、キラル化合物の分離および分取精製が重要となります。分析条件検討から少量試料の分取精製に対応したNexera UC 分析フラクションシステムを用いることで、香料原料の開発に関わる業務の効率化が期待されます。

Nexera、Shim-pack、および Shimadzu LabTotalは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。
CHIRALPAKは、株式会社ダイセルの登録商標です。

株式会社 島津製作所　分析計測事業部
https://www.an.shimadzu.co.jp/
01-00436-JP　初版発行：2023年 3月
島津コールセンター　0120-131691

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。
本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

© Shimadzu Corporation, 2023

アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。

Nexera UC
超臨界流体抽出／超臨界流体クロマトグラフシステム

Nexera UC Prep
セミ分取　超臨界流体クロマトグラフ

関連分野

- 食品・飲料
- 石油・化学工業
- 核酸・mRNA医薬品
- 低分子医薬品
- バイオ医薬品

- 価格お問い合わせ
- 製品お問い合わせ
- 技術お問い合わせ
- その他お問い合わせ