

分取LC技術を活用した天然成分の分取

甘草成分グリチルリチンの分取例

分取精製装置とカラムの組み合わせで、前処理から精密精製までの実施例を紹介致します。

今回は、甘草の成分分取を分取例としてご紹介致します。

マメ科の多年草である甘草は、有効成分のグリチルリチンが含まれ、食品や医薬品に利用されています。今回は、甘草粉末からグリチルリチンの精製を行いました。

工程



関連商材



▶簡易精製キット

▶中圧カートリッジカラム
Purif-Pack®



▶高中圧分取精製装置
Purif®-Rp2

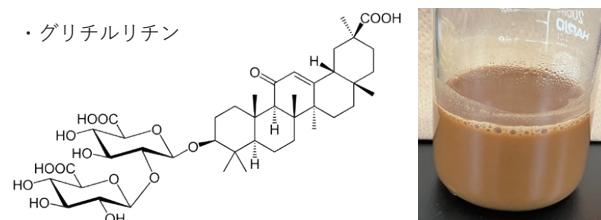


▶HPLC 分取カラム
SCI-PACK、Shodex

①サンプル調整

天然物の成分分取では、ターゲットの含有率が低いものも多く大量のサンプル調整を必要とする場合があります。材料によっては、粘性の高いものや着色成分が多いなど、HPLC 分取カラムへ注入するのに憚れる場合もあります。その場合は前処理工程を挟むことでカラムの損傷リスクを回避し、効率も改善します。

・グリチルリチン



HPLC 分取

前処理後分取カラムへ

中圧カラムで分取を繰り返す

②前処理

夾雑物の多いサンプルには合成吸着剤を充填したカラムでの前処理が有効です。

【PS】 低分子からペプチド、タンパクまで幅広い用途に対応

【PSBr】 PS より吸着力が高い。回収率を上げたい、低極性溶媒で溶出に有効

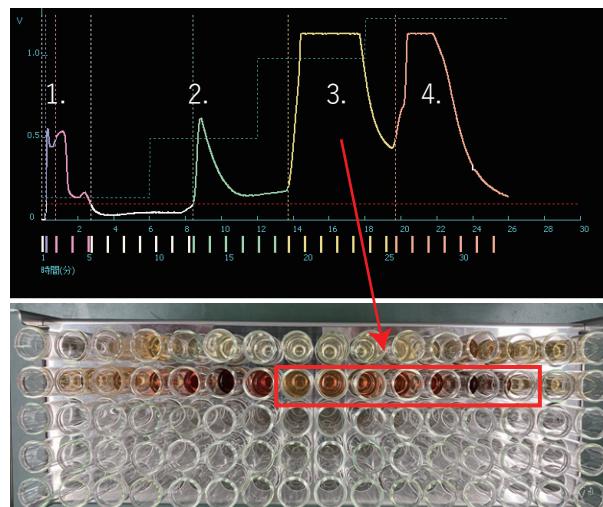
【MA】 水素結合 / 疎水性結合の差を利用した分離に有効

→ Step1
今回は
PS を使って
前処理をします。

→ Step2
サンプルチャージは
a. 自然落下
b. シリンジを使い押し込む
c. 希釀溶液は簡易精製キット
など利用できます。

→ Step3
サンプルチャージ後
ステップワイズ条件で
分取しました。
※Purif®-Rp2 使用

▶分取結果



装 置 : Purif®-Rp2 (中圧)
カラム : PS60
検出器 : UV254 nm
条件 : A 水, B メタノール
0-6min(B10%), 6-12min(B40%),
12-18min(B80%), 18-26min(B100%)

各溶離液条件で検出していることがわかります。
PS は単糖類などは素通りします。

1 ~ 4 のピークの一部を HPLC で確認
3 のフラクションに含まれていることがわかりました。



ここで 2 つの分取方法が選べます。(両方の手法で分取した例を紹介します。)

③中圧精製

低コスト、濃縮が少なく分取

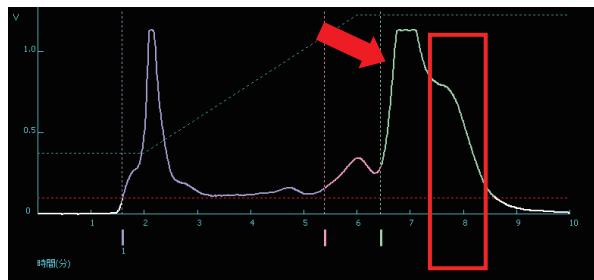
④高圧精製 (HPLC 分取)

高純度精製

③中圧精製

中圧カラムの場合、大容量の試料が注入できるため濃縮作業を避けたい場合やコストを下げたい場合はお勧めです。

▶前処理前（希釈原液：注入量 1.5 mL）

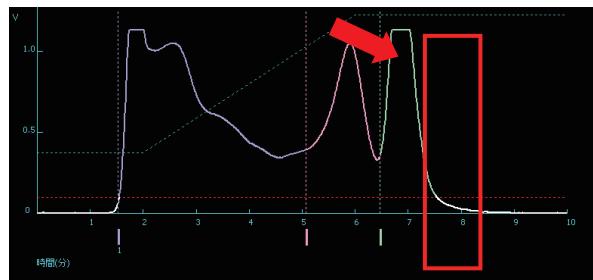


前処理なしの場合ターゲットの後ろに夾雑物が検出されます。
(メタノール 100% 溶出各分)

装置：Purif®-Rp2（中圧）
カラム：ODS25-SIZE60
検出器：UV254 nm

流速：20 mL/min
条件：A 水 in 2% 酢酸, B メタノール
0-2min(B10%), 2-6min(B10-100%), 6-10min(B100%)

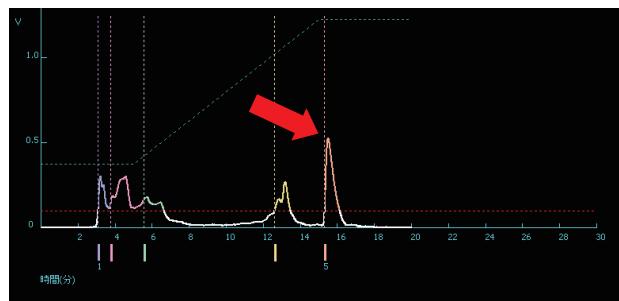
▶前処理後（frc.No.20 注入量 6mL）



前処理によってメタノール 100% 溶出画分が除去できました。

④HPLC 分取

HPLC 分取することにより、高純度のターゲットを得ることができました。
Purif®-Rp2 では中圧も高圧も同一ソフト、同様な取り回しなので分取作業が簡便になります。



装置：Purif®-Rp2（高圧）
カラム：SCI-PACK 5 μm 250×10
検出器：UV254 nm
流速：5 mL/min
条件：A 水 in 2% 酢酸, B メタノール
0-5min(B10%), 5-15min(B10-100%),
15-20min(B100%)

本分取試験では、フラクション20~22の3本から約200mgのグリチルリチンを回収できました。
このように、夾雑物が多いサンプルからの微量成分を精製するには、前処理をはさむことで効率的に分取が可能になります。
また、高中圧分取装置の組み合わせで、さらに効率よい分取作業を実現します。

その他天然物成分の分取例の紹介

Purif®-Rp2「効率的な分取精製を行うための新提案」

芍薬の成分分取におけるスケールアップをPurif®-Rp2のソフトウェアの画像と合わせて紹介しています。



高麗人参に含まれるサポニン（ジンセノシド）の分取

含有率1%以下の微量成分分取の例を紹介しています。



SCI-PACK ODSシリーズ「オメガ3脂肪酸とアミノ酸の分取例」

HPLCカラムと中圧カラムの違いを紹介しています。



使用したカラム

ゲル種	商品コード	品名(カラムサイズ: mm) 長さ × 内径	入数	希望小売価格 (税別)
-----	-------	---------------------------	----	----------------

◆Purif-Pack® (ポリマー)

ポリスチレン系 (大粒径) 250 μm 以上 90%以上	CAP04064	PS20	5	¥9,000
	CAP04065	PS60	4	¥14,000
	CAP04066	PS120	3	¥16,000
	CAP04159	PS200	2	¥15,500

◆Purif-Pack® (シリカ)

ODS 25 μm	CAP04153	ODS-25 SIZE20	5	¥60,000
	CAP04154	ODS-25 SIZE60	5	¥98,000

◆SCI-PACKシリーズ^{※2・3}

ODS 5 μm	LCC-11731-179	ODS 5um 250 × 4.6	1	¥59,000
	LCC-11731-216	ODS 5um 250 × 10.0	1	¥160,000
	LCC-11731-230	ODS 5um 250 × 20.0	1	¥298,000

※2 SCI-PACKは、信和化工株式会社との共同開発品となります。

※3 ODSのバルクゲルについては、お問い合わせください。

※仕様およびデザインは、改良のため予告なく変更される場合がございます。

分取総合カタログは
こちらから▶▶▶▶▶



HPLC分取

- ・精密分離させたい
- ・純度を上げたい

Purif®-Rp2 なら

同ソフトで運用

検出器をカスタマイズ

同時に別作業

**カスタマイズ可能
(ex. 両高圧)**

リーズナブル

フランク

今回利用した製品

Purif®-Rp2

寸 法 : W634 X D480 X H660

ポンプ : 50 mL/min(高圧 20MPa)
100 mL/min(中圧 2MPa)

～ カスタマーサポートセンターのご案内 ～

製品のお問合せ、技術的なご質問など、分析のお悩み相談をお受けしております。お気軽にご連絡ください。

TEL : 045-913-6689

E-mail : info@shoko-sc.co.jp

受付時間 : 10時～17時 (時間外 : 12時～13時)

※土日、祝祭日、年末年始を除く

