

使用超临界流体色谱对芳香成分的制备纯化

01-00436-CN

增田佑亮

特点描述

- ◆ SFC 能够对挥发性成分如芳香化合物进行制备纯化。
- ◆ 分析型制备系统能够从分析到制备纯化的无缝切换。
- ◆ 独创的气液分离器能够使目标物质的高纯度和高回收率。

简介

食品、饮料、个人护理用品和精油中所含芳香成分多为小分子的挥发性化合物。这些芳香成分是一些差向异构的手性化合物。正如在药品中不同的手性化合物之间具有不同的药理作用一样，芳香成分中不同手性异构体的香气不同，其存在比例也会影响香气的质量和强度。因此，对香料原料的开发而言，掌握异构体之间的特性差异非常重要，在开发过程中需要进行异构体的分离和分馏纯化。

在过去，诸如芳香成分的挥发性化合物一般通过气相色谱法 (GC) 进行分离和制备。虽然 GC 具有较高的分辨率，但每次分析的样品负载量小，分析时间也较长。使用超临界流体色谱法 (SFC) 进行制备纯化时，与液相色谱法 (LC) 相比分析和负载同等量的样品能够更快速完成。此外，在 SFC 中用作洗脱液的液化二氧化碳会在常温常压下气化，分馏后的组分中仅含少量有机溶剂。因此，可以轻松浓缩目标组分。

本文介绍了 Nexera UC 分析型制备系统对薰衣草精油中芳香成分芳樟醇进行制备纯化的示例。

关于芳樟醇的分离

在已经发布的应用报告 01-00435 中，介绍了使用 Nexera UC 手性筛选系统，建立芳樟醇分析条件的工作流程。最佳的手性分离的分析条件如表 1 所示，色谱图如图 2 所示。

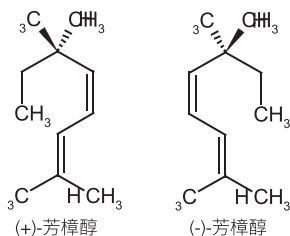


图 1 芳樟醇的结构式

表 1 改性剂和色谱柱的色谱条件

色谱柱	: CHIRALPAK® IG-3 (100 mm × 3.0 mm I.D., 3 μm)
流动相	: CO ₂ /甲醇 = 95:5
流速	: 1.5 mL/min
柱温	: 40°C
进样量	: 5 μL 甲醇溶液
小瓶	: 岛津 LabTotal, LC 1.5 mL, 玻璃
BPR 压力	: 15 MPa
检测	: UV 220 nm (带耐高压流通池的 PDA)

* 1 P/N :227-34001-01

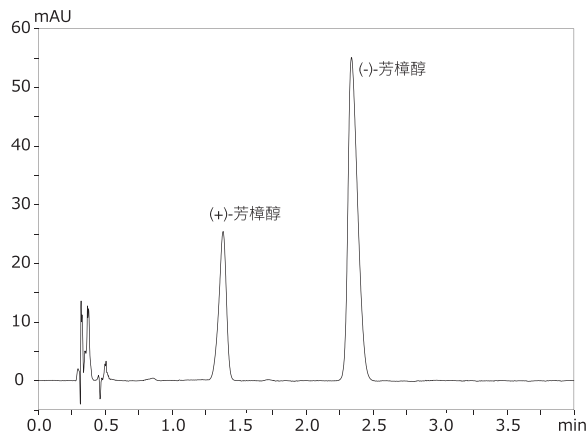


图 2 芳樟醇的色谱图

Nexera UC 分析分馏系统

Nexera UC 超临界流体色谱分析仪可通过连接馏分收集器 FRC-40SF 来进行制备纯化 (图 3)。Nexera UC 手性筛选系统同样也可升级为分析型制备系统，能够从分析到制备的无缝切换。



■ 气液分离器 “LotusStream separator”

使用 SFC 进行制备时，CO₂ 从超临界状态变为气体状态，会突然膨胀到约 500 倍的体积，使得流动相从色谱柱开始扩散，这是造成回收率降低的一大原因。独有的气液分离器，能够减少样品扩散和降低污染。样品能够收集到诸如 1.5 mL 小瓶和 96 孔板等小容器中。



图 4 气液分离器“LotusStream separator”的外观

■ 市售品芳樟醇的分馏和回收率确认

使用分析型制备系统，对市售的 20 g/L 芳樟醇样品溶液进行制备纯化（图 5）。制备条件如表 1 所示。

根据获得的 (+)- 芳樟醇和 (-)- 芳樟醇组分，评估各成分的回收率。回收率的结果如表 2 所示。在使用分析型制备系统进行的制备纯化时，所有目标组分均得到了 97% 以上的高回收率。在本分析例中，每次分析进样约 100 μg 的芳樟醇，并成功回收 97 μg 以上的馏分。

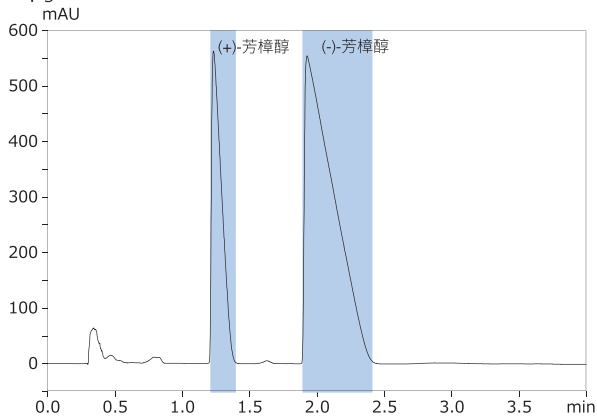


图 5 市售品芳樟醇的制备色谱图

表 2 馏分中所含目标组分的回收率

	回收率 (%)
(+)- 芳樟醇	97.6
(-)- 芳樟醇	99.3

■ 薰衣草精油中芳樟醇的制备

使用分析型制备系统，对薰衣草精油中所含芳樟醇进行制备纯化。市售薰衣草精油在用甲醇稀释 10 倍后，用 0.2 μm 的膜过滤器过滤后使用。制备条件如表 1 所示，色谱图如图 6 所示。

对收集的 (+)- 芳樟醇和 (-)- 芳樟醇馏分进行重新分析，确认纯度。得到的重新分析色谱图如图 7 所示，纯度确认结果如表 3 所示。利用分析型制备系统进行制备时，实现了 99% 以上的高纯度分馏纯化。

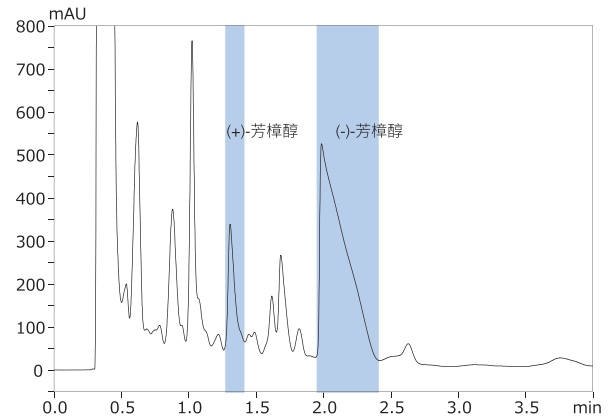


图 6 薰衣草精油的制备色谱图

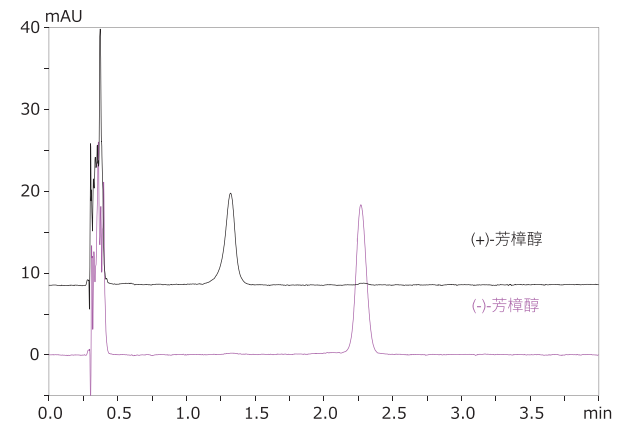


图 7 回收液的重新分析色谱图

表 3 馏分中所含目标组分的纯度（面积百分比，峰值检测范围 0.5 -4.0 min）

	面积 (%)
(+)- 芳樟醇	100%
(-)- 芳樟醇	99.4%

■ 结论

本文介绍了使用超临界流体色谱分析仪对薰衣草精油中所含芳香成分进行制备纯化的示例。实现了芳香成分制备的高回收率和高纯度。

在香料原料的开发过程中，手性化合物的分离和分馏纯化十分重要。Nexera UC 分析型制备系统从分析到制备的无缝切换，有望提高香料原料开发的整体效率。

岛津应用云



Nexera、Shim-pack 和 Shimadzu LabTotal 是岛津制作所株式会社或其相关公司在日本及其他国家 / 地区的商标。CHIRALPAK 是株式会社 Daicel 的注册商标。



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2023 年 03 月