

# 30D-am14

向流クロマトグラフィーと分取液体クロマトグラフィーの組み合わせによる植物ポリフェノール成分の網羅的な分離精製と解析

○古目谷 聡<sup>1</sup>, 柳田 顕郎<sup>1</sup>, 川名 美帆<sup>1</sup>, 田中 善久<sup>2</sup>, 本間 大樹<sup>4</sup>, 田頭 素行<sup>3</sup>, 舩田 晋<sup>2</sup>, 神田 智正<sup>2</sup>, 渋沢 庸一<sup>1</sup>(<sup>1</sup>東京薬大薬, <sup>2</sup>アサヒビール食の基盤研, <sup>3</sup>アサヒビール研開戦, <sup>4</sup>アサヒ飲料商開研)

【目的】植物抽出物中の二次代謝産物の網羅的な単離精製と構造解析を行なうことを目的として, 今回, ホップ苞中のポリフェノール成分について, 高速向流クロマトグラフィー(HSCCC)と分取 HPLC の組み合わせによる分離工程の大幅な効率化を図った。

【方法】ホップ苞抽出物(HBP)25 g を原料として, 1)HSCCC, 2)親水性相互作用クロマトグラフィー(HILIC), 3)逆相 HPLC, の三段階で含有ポリフェノール成分を精製した。各段階の分離条件は以下の通り。1)Type-J coil-planet centrifuge: EasyPREPccc (クツワ産業), PTFE tubing:1.6 mmI.D. (capacity:330 ml), 二相溶媒系: *t*-butylmethylether - CH<sub>3</sub>CN - water(2:2:3), 固定相:下相(順相分配モード), 移動相流速:4 ml/min, 2)カラム:TSKgel Amide-80(21.5 mmI.D. ×300 mm, 東ソー), 移動相: 100% CH<sub>3</sub>CN & 50% CH<sub>3</sub>CN (グラジエント溶出), 流速:13 ml/min, 3)カラム:Mightysil RP-18GP(20 mmI.D. ×250 mm, 関東化学), 移動相:10% CH<sub>3</sub>CN & 50% CH<sub>3</sub>CN (グラジエント溶出), 流速:13 ml/min. なお, 全ての LC 操作は, 同一の日立製分取 HPLC システム(低圧グラジエントポンプ&ダイオードアレイ検出器)で行った。

【結果と考察】精製の第一段階に HSCCC を適用し, HBP 成分を疎水成分から極性成分まで 10 画分に粗分離した。さらに, 各画分を HILIC と逆相 HPLC で連続分離することで, 80 種類以上の成分が mg スケールで単離精製できた。各成分の構造については MS と NMR で解析中である。今回, 分離工程に HSCCC を適用したことで, 溶媒抽出等の前処理を一切省略し, 回収率を低下させずに, 最少量の原料から最少回数の LC 操作で多数のポリフェノール成分を単離・構造解析できた。