

サンシシ末(分取・精製) Powdered Gardenia Fruit (Preparative, purification)

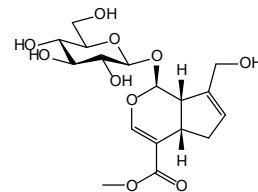
サンシシ(山梔子)はアカネ科クチナシの果実を乾燥したもので、消炎排膿、皮膚疾患を対象とした処方薬に配合されています。サンシシの有効成分の一つとしてイリドイド配糖体であるゲニポシドが挙げられます。

今回はサンシシ末から有効成分であるゲニポシドを分取することを目的として、分析メソッド開発支援ソフトウェアを用いてHPLCによる分取LC用のメソッド作成を行いました。作成したメソッドをもとに分取スケールへ移行しゲニポシドの分取を行いました。

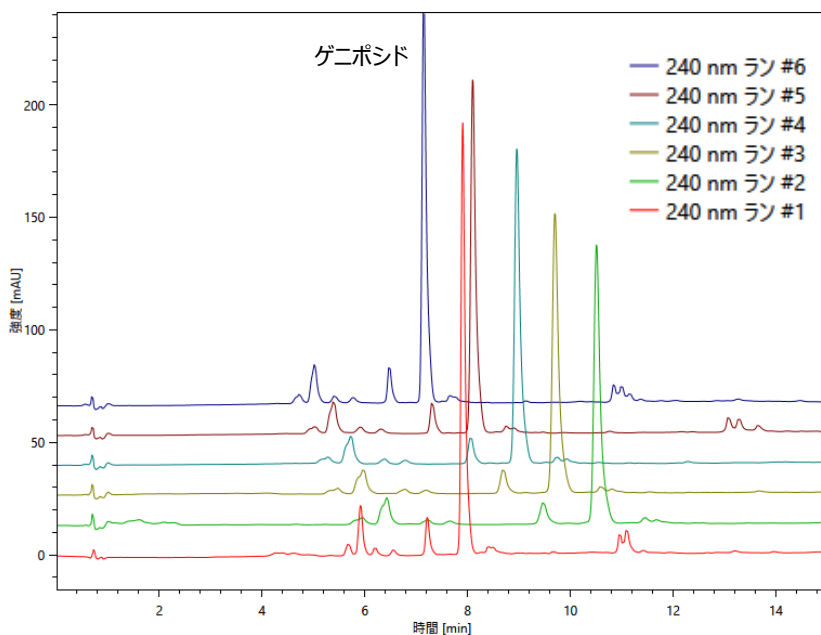
Key words : サンシシ ゲニポシド 生薬 分取 分取精製
Column : USP category: L1

[Analytical conditions]

Column : L-column3 C18 (C18, 3 μ m, 12 nm); 3.0 mm I.D. $\times$ 50 mm L.; Cat. No. 821490
Eluent : A: H₂O, B: CH₃CN; A/B, 98/2-68/32-68/32 (0 min-11.9 min-17.6 min) #6
Flow rate : 0.4 mL/min
Temperature : 25°C
Detection : UV 240 nm
Injection volume : 5 μ L
System : Agilent 1260 Infinity II Prime LC
Sample : サンシシ末抽出液 (第十八改正日本薬局方準拠)



ゲニポシド
Geniposide



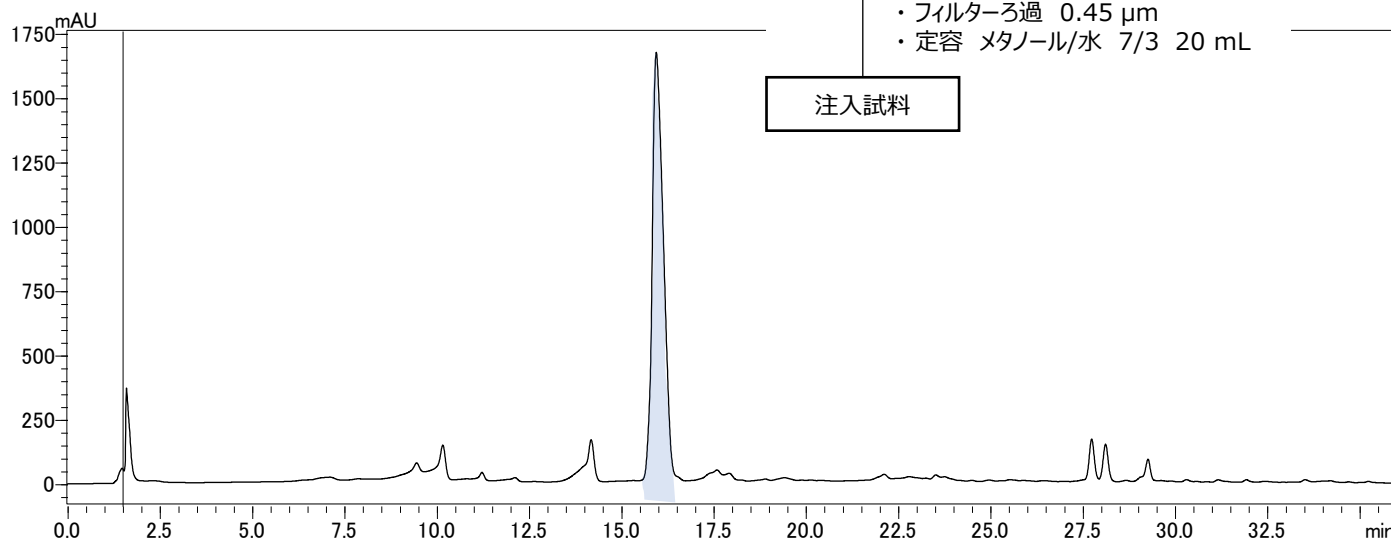
分析メソッド開発支援ソフトウェアの最適化プログラムにより6回の自動分析を実施したところ、夾雑物との分離が良好かつ短時間で溶出可能な # 6 の分析条件を採用しました。

2024.06 OGT

作成した分析条件をもとに、分取LC条件を作成しました。試料は以下のフローに従い調製しました。今回はゲニポシドの抽出効率を上げるため抽出溶媒の組成を変更しました。

[Analytical conditions]

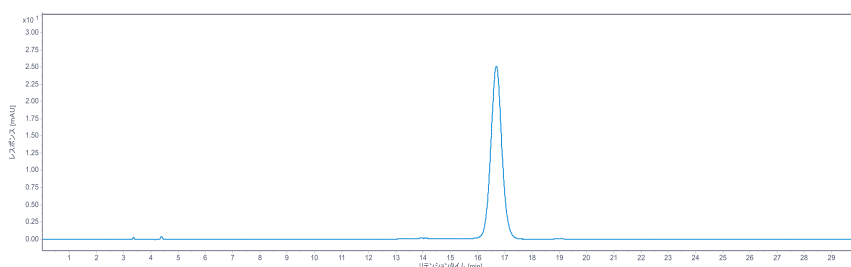
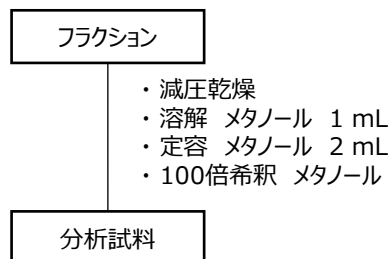
Column : L-column3 C18 (C18, 5 μ m, 12 nm); 20 mm I.D. $\times$ 150 mm L.; Cat. No. 842520
 Eluent : A: H₂O, B: CH₃CN; A/B, 98/2-68/32 (0 min-36 min)
 Flow rate : 20 mL/min
 Temperature : Room temperature
 Detection : UV 240 nm
 Injection volume : 2000 μ L
 System : Shimadzu Nexera Prep
 Sample : 注入試料



フラクションを以下のフローに従い処理し分析試料としました。これをゲニポシド標準溶液のピーク面積と比較し、得られたゲニポシドの量を算出しました。また、分析試料のクロマトグラムのピーク面積割合により純度を算出しました。分析条件は第十八改正日本薬局方に準拠しました。(アプリケーションNo.L3054参照)

[Analytical conditions]

Column : L-column3 C18 (C18, 5 μ m, 12 nm); 6.0 mm I.D. $\times$ 150 mm L.; Cat. No. 822090
 Eluent : 水/アセトニトリル混液 (22:3)
 Flow rate : 0.8 mL/min
 Temperature : 30°C
 Detection : UV 240 nm
 Injection volume : 10 μ L
 System : Agilent 1260 Infinity II Prime LC
 Sample : 分析試料, 標準溶液 定量用ゲニポシド(50 μ g/mL)



本アプリケーションでは1回の注入で純度99%以上のゲニポシドを8.46 mg取得することができました。L-column3 は高負荷量でもピーク形状が崩れにくく、効率よく分取・精製を行うことが可能です。

2024.06 OGT