

8

ガスクロマトグラフィー講演会

—キャピラリーカラムの上手な使い方—

テキスト

1985年11月26日(火)

(こまばエミナース)

主催 日本分析化学会ガスクロマトグラフィー研究懇談会

ガスクロマトグラフィー講演会

—キャピラリーカラムの上手な使い方—

主催 …… ガスクロマトグラフィー研究懇談会

日時 …… 11月26日(火)9時50分～18時

会場 …… こまばエミナースダイヤモンドルーム (東京都目黒区大橋2-19-5, 交通: 渋谷駅より京王帝都線の頭線駒場東大前駅下車, 西口より徒歩3分, または東急新玉川線池尻大橋駅下車, 徒歩12分, 電話: 03-485-1411)

プログラム

午 前 の 部

1. 主催者あいさつ(9:50～10:00) (国衛試) 叶多謙蔵
座長 叶多謙蔵(10:00～12:00)
2. キャピラリーガスクロマトグラフィーの理論(10:00～10:50)
(名工大) 津田孝雄 …… 3
3. キャピラリーカラムの上手な使い方(11:00～12:00)
(ダウ・ケミカル日本) 渡辺忠一 …… 27

午 後 の 部

- 座長 竹田一郎(13:00～14:40)
- 4-1 FS キャピラリーカラムを用いての脂肪酸メチルエステルの高感度分析
(日立那珂・日立那珂精器)・秋森伯美・色摩信義 …… 57
 - 4-2 コールドオンキャピラリーガスクロマトグラフMODEL-103C
(大倉理研) 宮崎博夫 …… 59

4-3	キャピラリーガスクロマトグラフHP 5890 Aについて （横河北辰）菅野隆二	61
4-4	温度プログラムオンカラムキャピラリーインジェクタの自動化とキャピラリーGC （バリアン）。佐久間菊雄・Patricia A. Pattermann	63
4-5	ヤナコ・キャピラリーカラム特徴品及びスプリット・スプリットレス 試料導入装置GGC-108（柳本）野村富雄	65
	座長 富田 弘（15:00~16:20）	
5-1	マルチディメンジョナルガスクロマトグラフィー — 分析時間の短縮と分析精度の向上 — （ガスクロ工業）谷 弘幸	67
5-2	キャピラリーGC用の応用流路 — キャピラリーカラムの保護, マルチ ディメンショナルキャピラリーGCへの応用 — （島津）塩見紘一	69
5-3	SUPELCO社キャピラリーカラムについて （スペルコジャパン）野口政明	71
5-4	QUADREX(カドレックス)社製フューズドシリカキャピラリーカラム （東京化成）長谷川光夫	73
6.	総合討論（16:20~16:40） 司会 渡辺忠一	

備 考

1. 会場は18時までオープンしています。
2. 巻末に化学結合型フューズドシリカキャピラリーカラム一覧表が記載されています。

序にかえて

(国立衛試) 叶多 謙蔵

”まぜもの“から1つのものを純粹にして取り出すという行為は、自然科学に限らず凡ての科学に共通して最も基本的で不可欠な所作である。構成成分が互いに相互作用をはたしながら全体は存在しており、特定の構成成分にのみ囚われることなく個体の全体像を捉えるのが科学の究極の目的であろうが、その為の第一のステップはものを分けるという操作であると考えられる。

ガスクロマトグラフィーは30年前に市場に現れるや、直ちに他の分離技法と比較して、複数の成分を1回の操作で迅速容易に分離がはたされること、定量もあわせて行い得るという当時としては画期的な分析機器として急速に普及し、いずれもの研究室の一隅に必ずといってよい程みかけられる存在となっているが、その取り扱いには問題なしとはいえないのが実情のようである。逆に、学校でも適当に過ごし、出て実験室に勤務するようになって、先住者としてそこにGCがあるからと何となく使っている人の方が多いのではなからうか。

新しい分析機器が出現し、ごく小数の専門家がその仕事に携わっている段階では、理論と実験の両者の相関がきびしく論議されるが、その手法がポピュラーになると大量生産による値段の低下が更に需要を喚起して、誰彼なく安易に使われるようになる。

そのようになれば分析技法も1人前になったともいえようが、いやしくも専門家を自負したければ理論の裏付けに基いた実験を行いたいものである。

マニュアル通りの操作で済ませてしまうのではなく、新しい問題にあたっては改めてHETPをはかったり、オーバー・キル分析を避け、効率よい実験プランを設定するなど工夫を凝らした実験とそうでないものの間では得られるデータの質にも違いがあり、それにも増して優れた技術者に成長できるわけではない。

ガスクロマトグラフィーの歴史は大小とりまぜた新考案の積算であった。アイデアの申し子ともGCはいえるように、新しい検出器とカラム、注入法が年々報告されているが、私は発展の大きな節目は、つぎの2つに要約できると考えている。

その1は Hyphenated Analysis の代表ということのできるGC/MS法が出現したことで、これによって何種類ものカラムでリテンション・データが一致するとしても標品と同じかと問われた時、確信をもって返答する事が出来なかった事態が大きく改善されたのである。そのみならず、このMS関連学会への刺激は、ひと頃のGCの検出器考案ブームのように数多くの新種のイオン源の考案を促し、それがまた新たな情報を得るためのGC/MS技法を生むきっかけにもなっている。

その2は今回の講演会の主題であるキャピラリー・カラムである。

固定層を担体にコーティングしないカラムによるGCは、初期に既に試みられたことはあったが、本格的なキャピラリーカラムGCは1956年M. J. E. Golayによって創り出された。ステンレス製カラムをホルダーに取り付けたもので、パツクト・カラムより高分解能が得られるとの理論的考察の結論として生まれたものである。

これは、A. T. James と A. J. P. Martin がGCによる初の実験成功を報告したBiochem. J. (1952)で既にかんがりの理論式が提出されているのを考えあわせて興味深い。

Golayの装置には試料注入部でのスプリッター、検出器へのスカベンジャー・ガスの添加によるピークのプロードニングの防止など種々の工夫が凝らされているが、特許に関わる使用法の制約、ステンレスの後継としてのガラスキャピラリーの不安定な性質などの問題から伸び悩んでいた時期も永かった。

逆に、HPLCが出現し分析適用化合物種が気化可能か否かで分ければ圧倒的にこの方が多いから主流はLCのような風潮になっているが、本来両者は相補的關係にありGCの理論が液体に準用され、LCの新技法がGCにも利用できないか考えて成功した例など密接に関連しているのである。

1979年には通信材料として研究されている熔融石英(フューズド・シリカ)がキャピラリーに利用されて成功をおさめ、カラムの不活性化、柔軟性と強度の向上、安定した化学結合型カラムの製作、リテンション・データの再現性、分解能の向上、分析時間の短縮など数多くの改良がはたされるようになった。

高分解能GCの新技法は光ファイバー技術、電子計算機の利用等、意外と思われるような分野との交流など他の学会との関連から生まれたもので、今後の技術革新は1つ穴に閉じ籠ってはいられないと思われる。