

ガスクロマトグラフィー用珪藻土担体の動向



植 田 郁 生

1 はじめに

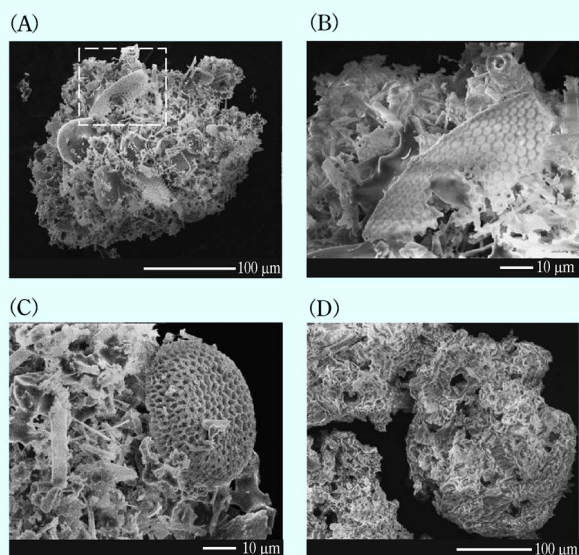
ガスクロマトグラフィー (GC) 分析に用いる充填材として、珪藻土^{けいそう}の担体の表面にポリジメチルシロキサン等の高分子液相を被覆した粒子が頻繁に用いられている。担体としての名称としては、Chromosorb (クロモソルブ) という名前が有名である。これは Celite Corporation 社が製造販売する珪藻土担体の商品名であり、“Celite” は同社の登録商標である。長年にわたって GC において使用されてきている珪藻土担体であるが、近年、GC 用の高純度珪藻土が入手しにくくなってきている。

2 珪藻土とは

最初に、そもそも珪藻土とはどのような物なのかを紹介したい。珪藻土とは珪藻という単細胞の藻類の殻の化石により形成されている。この殻はケイ酸質でできているため、珪藻土の主成分も二酸化ケイ素である。珪藻の大きさは数十 μm から百 μm 程度であり、川や海などに生息している。図 1 に、市販されている珪藻土担体を著者が走査型電子顕微鏡で観察した画像を示す。図 1 (A)~(C) は A 社が市販している GC 用珪藻土担体である。様々な珪藻類の殻などが寄せ集まって粒子を形成している。特に、図 1 (B) および (C) に見られるように、蜂の巣のような形をした珪藻の殻は印象的である。また、写真にはないが、焼成温度を高くした珪藻土担体では、ガラス化が進んでおり、全体的につるつるした感じであることが確認できた。一方で、図 1 (D) は B 社が市販している白色珪藻土の写真であるが、珪藻の殻の形は確認することができず、粒子の所々に穴が開いている石の塊のような形状であった。

GC は 1952 年に James と Martin によって初めて報告がなされた¹⁾。この報告では、気-液ガスクロマトグラフィーによって低級脂肪酸を分離しており、カラムに

Recent Tendency of Diatomite Supports for Gas Chromatography.



(A) A 社の白色珪藻土, (B) 図 1 (A) の破線部の拡大, (C) A 社の褐色珪藻土, (D) B 社の白色珪藻土

図 1 GC 用珪藻土担体の SEM 写真

は珪藻土を充填したガラスカラムを用いている。すわなち、珪藻土は今日まで 60 年近く使われてきている担体であり、GC 用担体の代表の一つである。

3 GC 用珪藻土

珪藻土は世界中の沿岸部で採掘されており、日本でも採掘は行われている。採掘された珪藻土は、焼成や分級が行われた後に、ろ過材や建材として使用される場合が多い。GC に用いるためには、酸処理や不活性化等を経て、純度を高めたり、テーリングを抑えるための処理を行う必要がある。「Chromosorb W AW-DMCS」と書かれていれば、Chromosorb W という担体を酸洗浄 (acid washed) して、ジメチルジクロロシランでキャッピング処理を行っているということを表している。焼成温度や酸処理の度合い、表面積の違い等によって、数種の珪藻土担体が市販されている。

しかし、昨年から今年にかけて、国内外のカラムメーカーの多くが、担体だけの珪藻土の販売を取り止めており、一部はカラムとしての販売を中止している。これは、Celite 社からの供給量が著しく減少しているためである。カラムメーカーの方の話では、生産が止まってしまったわけではないものの、供給量が少なく、今後、すぐに生産量が増えるという話もないそうである。また、日本でも GC 用珪藻土担体を製造しているメーカーがあるが、生産能力はそれほど高くなく、担体として大量に供給することはできないとのことである。

GC 用カラムは、珪藻土等を充填したパックドカラムから、液相を溶融シリカチューブの内面にコーティングしたキャピラリーカラムに移り変わり、現在では後者を用いて分析する方法が主流である。一方で、パックドカ

ラムは高揮発性の試料の分離や石油化学の分野等で現在も根強く使用されている。液相の担持能力、表面積や耐熱性等のパラメーターを考慮して、今日、珪藻土以外にも様々な担体がカラムメーカーから発売されており、珪藻土を用いないと分離が達成されないような例はないように思う。しかし、米国薬局方、日本薬局方や JIS において、充填カラムの使用が明記されている分析法の中には、珪藻土担体を用いることが記載されている方法もある。これらのことから、今後も珪藻土担体の需要はあると考えられる。

4 最後に

現在のところ、以前に製造された珪藻土担体の在庫を各社が有しているため、すぐに珪藻土担体のカラムが枯

渇することはないようである。今後、珪藻土担体を充填したカラムの取り扱いがどのようになるのか、注目していきたい。

文 献

- 1) A. T. James, A. J. P. Martin: *Biochem. J.*, **50**, 679 (1952).



植田郁生 (Ikuo UETA)

山梨大学大学院医学工学総合研究部物質工学系 (〒400-8511 山梨県甲府市武田 4-3-11)。豊橋技術科学大学大学院博士後期課程機能材料工学専攻修了。博士(工学)。<現在の研究テーマ>針型濃縮デバイスを用いる揮発性有機化合物のガスクロマトグラフィー分析。<趣味>模索中。
E-mail: iueta@yamanashi.ac.jp

日本分析化学会研究懇談会の御案内

日本分析化学会の研究懇談会に入会御希望の方は下記に照会ください。

- | | |
|--------------------------|--|
| ① ガスクロマトグラフィー研究懇談会 | 078-803-5682, E-mail: osakai@kobe-u.ac.jp] |
| ② 高分子分析研究懇談会 | ⑧: 〒223-8522 横浜市港北区日吉 3-14-1 慶應義塾大学理工学部応用化学科分析化学研究室 鈴木孝治 [電話: 045-566-1568] |
| ③ X線分析研究懇談会 | ⑨: 〒960-1295 福島市光が丘 1 番地 福島県立医科大学医学部自然科学講座化学教室 志村清仁 [電話: 024-547-1367] |
| ④ 液体クロマトグラフィー研究懇談会 | ⑩: 〒739-2116 広島県東広島市高屋うめの辺 1 近畿大学工学部 伊藤一明 [電話: 082-434-7000 (内線) 328, FAX: 082-434-7011, E-mail: itok@hiro.kindai.ac.jp] |
| ⑤ 分析試薬研究懇談会 (旧有機試薬研究懇談会) | ⑪: 〒819-0395 福岡市西区元岡 744 番地 九州大学大学院工学研究院応用化学部門 石松亮一 [電話: 092-802-2891, FAX: 092-802-2889] |
| ⑥ 有機微量分析研究懇談会 | ⑫: 〒376-8515 桐生市天神町 1-5-1 群馬大学大学院工学研究科 角田欣一 [電話: 0277-30-1254] |
| ⑦ 溶液界面研究懇談会 (旧非水溶媒研究懇談会) | ⑬: 〒120-8551 東京都足立区千住旭町 5 東京電機大学工学部環境化学科内 保倉明子 [電話: 03-5284-5445] |
| ⑧ 化学センサー研究懇談会 | ⑭: 〒305-8563 つくば市梅園 1-1-1 中央第 3 (産) 産業技術総合研究所内 津越敬寿 [電話: 029-861-4997, E-mail: tsugoshi.takahisa@aist.go.jp] |
| ⑨ 電気泳動分析研究懇談会 | ⑮: 〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304 (公社) 日本分析化学会事務局 [E-mail: rare_metals@jsac.or.jp] |
| ⑩ イオンクロマトグラフィー研究懇談会 | ⑯: 〒814-0180 福岡市城南区七隈 8-19-1 福岡大学理学部化学科内 山口敏男 [E-mail: yamaguch@fukuoka-u.ac.jp] |
| ⑪ フローインジェクション分析研究懇談会 | |
| ⑫ 環境分析研究懇談会 | |
| ⑬ 表示・起源分析技術研究懇談会 | |
| ⑭ 熱分析研究懇談会 | |
| ⑮ レアメタル分析研究懇談会 | |
| ⑯ 溶液反応化学研究懇談会 | |
- ◇照会先
①～④: 〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304 号 (公社) 日本分析化学会 [電話: 03-3490-3351]
⑤: 〒102-8554 東京都千代田区紀尾井町 7-1 上智大学理工学部化学科分析化学研究室 橋本 剛 [電話: 03-3238-3371]
⑥: 〒501-1193 岐阜市柳戸 1-1 岐阜大学工学部応用化学科内 竹内豊英 [電話: 058-293-2806, E-mail: take-t@gifu-u.ac.jp]
⑦: 〒657-8501 神戸市灘区六甲台町 1-1 神戸大学大学院理学研究科化学専攻内 大塚利行 [電話: