



Title	高速液体クロマトグラフィーに関する研究
Author(s)	藤田, 一紀
Citation	大阪大学, 1976, 博士論文
Version Type	
URL	https://hdl.handle.net/11094/31436
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 ＜a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed >大阪大学の博士論文について をご参照ください。

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

氏 名・(本籍)	藤 田 一 紀
学 位 の 種 類	工 学 博 士
学 位 記 番 号	第 3 5 2 2 号
学位授与の日付	昭和 51 年 2 月 27 日
学位授与の要件	学位規則第 5 条第 2 項該当
学 位 論 文 題 目	高速液体クロマトグラフィーに関する研究
論 文 審 査 委 員	(主査) 教 授 品川 睦明 (副査) 教 授 塩川 二郎 教 授 庄野 利之

論 文 内 容 の 要 旨

本論文は、液体クロマトグラフィーの高速化を目的として研究を行ったものであって7章からなっている。

第1章は緒論であり、高速液体クロマトグラフィーの基本的条件を平衡論および速度論から考察し、装置の耐圧化、カラム技術の改善、検出器の高感度化が必要であることを説明している。

第2章では、装置の基礎的検討について述べている。すなわち、試料注入器、カラム、連結チューブおよび検出器でのピークの拡がりをカラム長さとかラムと検出器間の連結チューブの長さを変えて個々に求める方法を見出し、それによって連結チューブで分離能が低下する現象を指摘している。また UV モニターの流動セルと溶離液の温度差による光の乱反射に起因するノイズを認め、溶離液や流動セルを室温と平衡化させる対策を立て高感度検出を可能にしている。

第3章では、新しい高速液体クロマトグラフ用カラム充填剤の開発を目的として、スチレンージビニルベンゼン系ポラスポリマーおよびポリメタクリル酸メチル系ポラスポリマーの応用について研究している。両者のポラスポリマーはメタノールをベースとした移動相を適用すれば種々の化合物の分離が可能であることを見出し、充填剤に対し親和性の強い化合物に対しては移動相に n -ヘキサンを添加することにより分析時間の短縮をはかっている。また近接ピークに対しては水を添加することにより分離の改善が可能であり、その水の添加量が増大するに従い、保持時間は対数的に長くなり、オクタデシルシランを固定相とする逆相分配クロマトグラフィーの分離挙動と似ていることを指摘している。

第4章では、球形の強酸性陽イオン交換樹脂をカラム充填剤に使用するカラム技術について検討し、

溶離液の pH, 競争対イオン濃度, 有機溶媒の添加の効果, 樹脂の架橋度, 樹脂粒子径およびカラム温度について検討を行っている。それらの条件のうち後の二者はカラム効率の改善に, またカラム温度は選択性の改善に有効であり, これらの最適条件を選ぶことにより高速分離が可能であることを示している。また本カラム充填剤を用いる分離では移動相の高速分離につながらず, 必らずしも高压を必要としないことを明らかにしている。

第5章では, イオン交換樹脂を用いてタンパク質構成アミノ酸 20 成分の高速分離を目的として, 分離に及ぼす諸因子について検討を行っている。すなわちトレオニンとセリンおよびグリシンとアラニンの分離率を示す二つのピークの谷の深さが 70 % になる有効理論段数を求め, これを得るための溶離液の流速, カラムサイズ, 反応チューブ長さ, カラム充填剤の樹脂粒子径を求めている。またニンヒドリン反応チューブでの分離の低下を定量的に求め, その影響の大きいことを示している。以上の結果に基き最適分離条件を選び, 一本のカラムで中性, 酸性および塩基性アミノ酸 20 成分を 43 分間で分離することを可能にしている。

第6章では, 高速分離法の一環として, 移動相を臨界温度並びに臨界圧力以上に保ち分離を行う超臨界流体クロマトグラフィーについて検討している。定流量方式の装置ではガス, 液および超臨界流体クロマトグラフィーの三つの分離法が使えることを示している。固定相にシリカ, 移動相に *n*-ヘキサンを用いる多環芳香族炭化水素の分離では, 臨界点付近になると保持時間が短くなり, しかもよい分離能が得られることを見出している。

第7章は総括であり, 本論文の概要と結論とを述べている。

論文の審査結果の要旨

本論文は, 液体クロマトグラフィーに関して, 装置の開発を行い高速分離分析法の進歩をもたらしたものである。その主な点は次の如くである。

- (1) 高速分離の基本的条件を平衡論的並びに速度論的に明かにした。
- (2) カラム外における温度むらによって起るノイズの消滅のための種々の改良を行い高感度検出を可能にした。
- (3) ポーラスポリマーを充填剤とする場合メタノールをベースとする移動相を用いることにより, 多くの化合物の分離能をよくした。
- (4) 球形強酸性イオン交換樹脂を充填剤とし核酸塩基, アミノフェノール異性及び重金属類の高速分離に成功した。
- (5) 1 本のカラムでアミノ酸 20 成分を 43 分で高速分離できる装置を開発した。
- (6) 超臨界流体クロマトグラフィーを研究し, 多環芳香族炭化水素の分離に適しているガス, 液体も取扱える装置を開発した。

以上のように, 本論文は液体クロマトグラフ装置の性能の向上に著しい成果を収めた研究をまとめ

たものであり、その業績は各種工業材料の分離分析法の発展に多大の貢献をもたらすものである。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。