

平成14年 9月26日

物質工学専攻	
申請者氏名	中村 貞夫

紹介教官氏名	神野 清勝 教授
--------	----------

論文要旨(博士)

論文題目	Study on Highly Sensitive Determination Methods for Micropollutants in Aqueous Samples by Gas Chromatography-Mass Spectrometry (ガスクロマトグラフィー/質量分析法による水試料中の微量汚染物質の高感度分析法に関する研究)
------	-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

(要旨 1,200字程度)

ガスクロマトグラフィー/質量分析法 (GC/MS) は、GC のもつ優れた分離能と、MS のもつ定性能力及び高感度、高選択検出能を併せ持つため、現在、様々な分野で用いられている。通常の試料は、対象成分が微量で共存成分が多いため、GC/MS 分析には対象成分の抽出、濃縮、分離、誘導体化などの前処理が必要になる場合が多く、これらの試料前処理は、非常に重要な過程であり、分析結果に対して定性、定量的に大きな影響を与える。

近年、極低濃度で内分泌攪乱作用が疑われる化学物質 (環境ホルモン) 等が社会的な関心を集め、微量成分分析の重要性が再びクローズアップされている。これらの分析においては、対象成分の検出感度を上げることがまず第一に要求され、主に(a)抽出効率、濃縮倍率を高める(b)注入量 (分析装置の試量負荷) の増加(c)検出器の感度、選択性の向上などのアプローチが考えられる。(a)については Baltussen らによって開発された Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) 法が、新しい抽出法として注目されている。原理は Solid Phase Microextraction (SPME) 法と同様であるが、ポリジメチルシロキサン液相量を多くし対象成分の回収率を高めており、更に全量注入のため高感度分析が可能である。(b)として GC への注入量を増加するには、近年注目されている大容量注入 (LVI) があり 100 μ l 以上の注入が可能で、容易に高感度化が図れる。(c)では GC/MS の検出器の感度及び選択性を向上させる一つの手法として、負イオン化学イオン化質量分析法 (NICI-MS) の利用が上げられる。電子捕獲型のイオン化反応を使用する NICI 法は電子親和性の高い化合物に対して、高感度、高選択的検出が期待できる。また、電子親和性の低い化合物であってもフェノール性水酸基のような活性基を有する化合物の場合は、誘導体化により電子親和性を高めてから NICI 法で分析することが可能となる。

本研究では、環境水試料中の微量～超微量対象成分の前処理として、(1)NICI-MS の検出感度を上げるための誘導体化、(2)容易に高感度検出を可能にする LVI 及び(3)簡便で高回収率の SBSE 法を取り上げ、GC/MS と組み合わせた高感度分析法の開発について述べる。さらに、その他の GC/MS のアプリケーションとして、近年開発された熱分解装置を用いた高分子材料の熱分析について述べる。

第 1 章で GC/MS、試料前処理の概略及び本研究の目的を記述する。第 2 章では、本研究で取り上げた高感度分析のための試料前処理について述べる。第 3 章から第 5 章では、フェノール類、エストロゲンについて、ペンタフルオロベンジルブロミドにより誘導体化を行い電子親和性を高めてから、NICI 法を適用した。第 6 章では、有機塩素系農薬について、LVI と NICI 法を組み合わせた超高感度化について記述する。第 7 章では、SBSE 法を水試料からカビ臭原因物質抽出に応用したことを述べる。第 8 章では、GC/MS のその他のアプリケーションとして、昇温熱分解法を高分子材料に適用した結果を記述する。最後に第 9 章では、本論文の結論を述べる。