

6年9月21日

専攻 材料工学	学籍番号 863522	指導教官氏名 平田 幸夫 神野 清勝 鈴木 慈郎
申請者氏名 石川 裕之		

論文要旨

論文題目	<i>Directly Coupled Supercritical Fluid Extraction / Capillary Supercritical Fluid Chromatography</i>
------	---

(要旨 和文 1,200 字程度)

(1)

抽出溶媒として、超臨界流体を用いる超臨界流体抽出 (SFE) は、従来のソックスレー抽出法と比べて抽出時間の短縮や選択的抽出ができ、大量の有機溶媒を使用しないなどの特徴を有する。移動相として、超臨界流体を用いる超臨界流体クロマトグラフィー (SFC) は、GCと比べて不揮発性物質や熱不安定性物質を取り扱えることができLCと比べると高分離能での分析が迅速に行え、万能検出器の使用が容易となる。以上の両者を直接結合することにより、抽出と分離が連続的に行え、短時間で微量分析が可能となる。本研究では、オンラインSFE/SFCシステムにおけるインターフェースを開発しその基礎条件と応用を三つの項目に分けて検討する。1) 固定相を有するトラッピングチューブの研究 オンラインシステムのインターフェースは、主にリストリクタとトラップからできている。従来のトラッピングチューブには固定相を有さず、揮発性抽出物を回収する際、チューブを低い温度まで冷却する必要があった。本研究では、開発したリストリクタ部と固定相を有する比較的長いトラッピングチューブをインターフェースとして用いた。その結果、トラップを冷却する必要なしに揮発性抽出物を回収することが可能となった。さらに、固定相の膜厚が増すにつれて揮発性抽出物に対する回収率が向上することがわかった。本システムの応用として各種ポリプロピレンから添加剤の抽出と選択的抽出が行われた。2) 改良型インターフェースの研究 リニアリストリクタとトラッピングチューブを直接つないだ改良型インターフェースを開発した。このインターフェースでは、速い抽出流速を安定に制御することができ、以前のインターフェース内の体積と比べそのデッドボリュームを小さくすることができた。この方法では、抽出流体の減圧による自己冷却効果により抽出物の回収率が向上することがわかった。トラッピングチューブを冷却した際、速い抽出流速により生じるチューブ内のバックプレッシャーのために抽出流体である二酸化炭素が、気体ではなく液体状態でチューブを通過し、その結果、回収率が悪化した。このため抽出流速とトラッピングチューブの温度の関係が重

申請者氏名

石川 裕之

(2)

要であることがわかった。また、トラッピングチューブに回収された抽出物を分離カラムの入口へフォーカシングする際、移動相の密度よりその温度が揮発性溶質に対して重要な因子となることを示した。3) 改良型インターフェースのモデファイアを用いるSFEへの応用
従来より内径が太いトラッピングチューブをモデファイアを用いるSFEに用いた場合、二酸化炭素に対するモデファイア溶媒の飽和蒸気量に達する濃度まで抽出物を定量的に回収することが可能となった。さらに改良を加え溶媒を完全に除去するとともに抽出物の前濃縮を行った。その結果、モデファイアを用いて抽出された抽出物を、純二酸化炭素によりキャピラリーカラムで分離し、FIDで検出することが可能となった。このシステムにより、各種モデファイアが土からの農薬の抽出に与える影響が調べられた。

5

10

15

20

26

5

10

15

20

25