

機能材料工学専攻	学籍番号	005035
申請者氏名	森 島 賀 子	

指導教員氏名	神 野 清 勝 竹 市 力 平 田 幸 夫
--------	-----------------------------

論 文 要 旨 (博士)

論文題目	Development of Micro Scale Solid-Phase Extraction Device for High-Performance Liquid Chromatography (液体クロマトグラフィーのためのマイクロ固相抽出デバイスの開発)
------	---

(要旨 1, 200字程度)

試料前処理とは、複雑な成分で構成された試料や希薄な試料などそのままの状態では測定できない試料を、分析装置へ導入できる状態にするための処理である。試料中の妨害物質の除去、分析対象成分の前濃縮のために、ろ過や抽出などが行われている。この試料前処理においては、有害な有機溶媒使用量の削減や、省力化や再現性の向上のために、操作の簡略化が求められている。これまでの前濃縮では、主に液液抽出や固相抽出が用いられてきたが、有機溶媒の使用量が多く複雑な操作が必要となる。この問題を解決するために、Pawliszyn らによって solid-phase micro extraction (SPME) 法が開発され、今日幅広い分野で用いられている。しかし、この SPME 法では、ガスクロマトグラフへは分析対象成分を熱脱着により容易に導入することが可能だが、液体クロマトグラフ (LC) へ導入するには、溶媒で脱着を行うため、専用のインターフェースが必要となる上に、溶媒脱着時に抽出デバイスが壊れやすいという欠点がある。

そこで本研究では、LC で容易に用いることができ、また抽出操作の簡略化が行え、溶媒使用量を削減出来る新たなマイクロ固相抽出デバイスを開発し、マイクロ LC との結合の検討を行った。抽出媒体として polyetheretherketone (PEEK)、微細高分子繊維、C30 結合型シリカゲルを用いて評価を行った。

PEEK を用いた固相抽出では、テフロンチューブ内に PEEK ロッドを挿入し、PEEK 表面を利用して抽出を行うデバイスを作製した。PEEK 表面に化学処理を施し、水試料中のフタル酸ジ-n-ブチル (DBP) の抽出能力の比較を行った。作製した抽出デバイスをマイクロ LC とオンラインで結合して、試料前処理とマイクロ LC による測定を同時に行った。この研究では表面に化学処理を行わなくても PEEK そのものに高い抽出能力があることが明らかとなった。

高分子繊維を用いた固相抽出では、PEEK チューブ内に高分子繊維を充填し、充填した高分子繊維の表面とチューブ内壁表面により抽出を行うデバイスを作製した。充填する繊維として Zylon および Kevlar の 2 種類の繊維を用い、水試料中のフタル酸エステル抽出能力の比較を行った。作製した抽出デバイスをセミマイクロ LC とオンラインで結合し、試料前処理と測定を行った。ここで検討した 2 種類の繊維はいずれも高い抽出能力を示した。

C30 結合型シリカゲルを用いた固相抽出では、脱着をサンプルインジェクター上で行うことが可能な抽出デバイスを作製した。フタル酸エステルおよびエストロゲンの抽出を行い、セミマイクロ LC で分析を行った結果、高い濃縮率が得られた。

本研究で作製した抽出デバイスは、いずれも安価で簡単に作製することが可能であり、抽出媒体のマイクロ化により、少ない試料体積で高い濃縮効果が得られた。また、マイクロ LC との結合により、高い検出感度を得ることができた。