

リテンション スペクトロメトリー

明治大学理工学部 石井 幹太

FIAの発展と普及はめざましく、新しい分析装置の開発や分析方法の創案およびそれらの各分野への応用の多さは周知のことである。最近では装置の開発(分析法の開発も含む)などハード面での進歩は、初期の頃と比べてやや緩やかになってきている。一方、FIAの概念が反映されているにも拘らず、FIAと言う用語のない新しいFIA技術が登場する傾向も見受けられる。FIAのソフト面(概念)の進歩も今後のFIAの発展に重要と考え、本稿ではRetention Spectrometry(RS法)と言う珍奇な名称のFIAについて紹介する。

RS法は化学兵器防止条約(CWC)に関連した監視対象物質の1分析法として提唱¹⁾され、監視対象物質の迅速及び簡易スクリーニング法として利用されている。監視対象物質の精密鑑定にはGC法やLC法と組み合わせられ、GC/RS法やLC/RS法として利用される。測定原理は数本の反応カラムに分析対象物質と反応時間の異なる反応試薬(例えば、種類の異なった酵素など)を充填あるいは固定化し、反応による保持時間(反応時間に相当)の違いに基づいて溶出した成分を光学的に検出する。結果は保持時間プロフィール(リテンションスペクトルと呼ぶ)として記録され、同定は標準物質のスペクトルと比較して行う。RS法はGCやLCの保持時間に基づく分離同定を、分離を行わず、性能の違った数種の分離カラムを並列装備しただけのGC法あるいはLC法とも言える。監視対象物質の選択的鑑別に役立つのであれば、カラムの種類と使用本数にはこだわらなくてよい。しかし、RS法は実際は分離を行わず、連続した流れの中に必要とする監視対象物質を含んだ試料を導入し、検出および同定するので紛れもなくFIAと言える。当然のことながら、今後は数種の検出器が連続して組み合わせられた検出器FIA(仮称)が登場してもおかしくはないであろう。この場合の名称がいかなるものになるかは定かでないが、リテンションと言う用語がなくなる可能性は大きい。RS法の装置および解析はGCや酵素反応など極めて一般的なものであるので、詳解は不要と考え、以下にGC/RS法によるゴム中のMustardおよびBis(2-chloroethyl)disulfideの分析実例を示し、装置の構成(Fig. 1)とリテンションスペクトル(Fig. 2)を紹介するにとどめる。

GC/RS

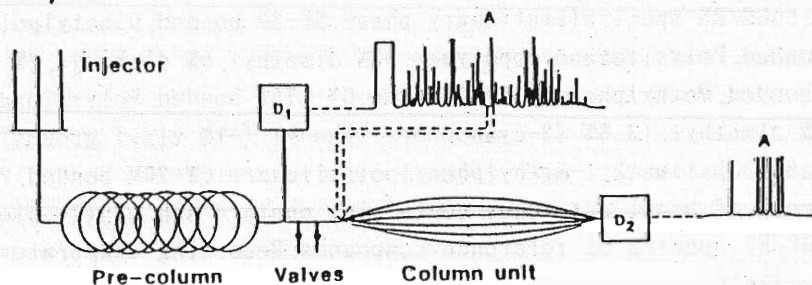


Fig. 1 Operating principle of the GC/RS system(cited from ref. i)

D₁: FID, D₂: spectrometer detector, A: monitoring compound.

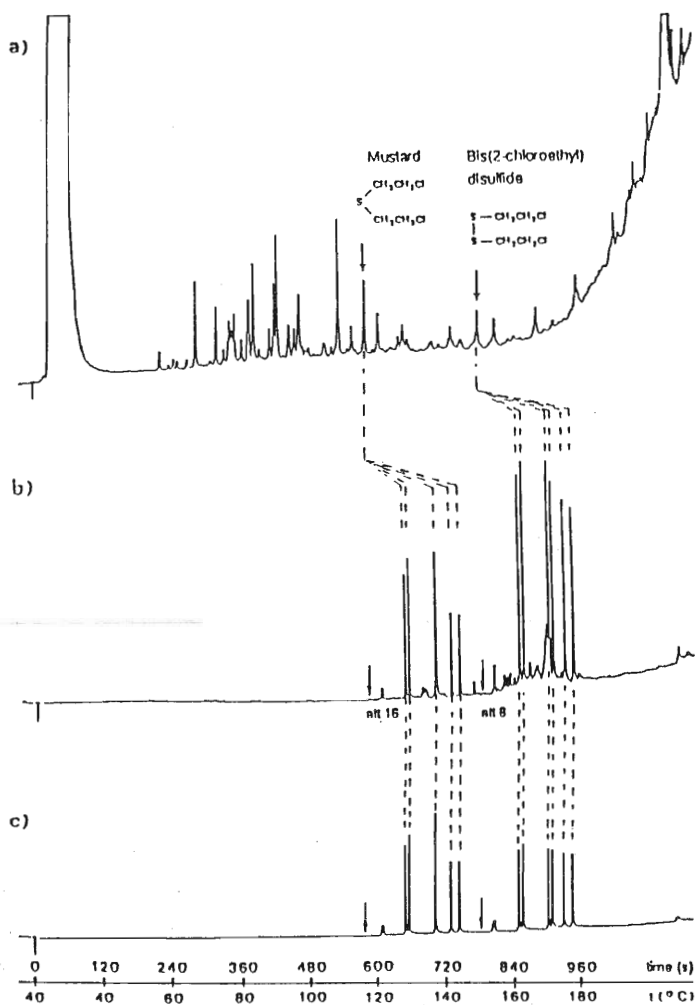


Fig.2 GC/RS analysis of a rubber sample(acetone extract;cited from ref.1) a)chromatogram (OV-1701 column;15 m long,0.32 mm i.d. and 0.25 μ m film) given by FID. b)GC/RS spectra(stationary phase:SE-30 bonded,Dimethylpolysiloxane;SE-54 bonded,Polysiloxane copolymer,93% dimethyl,5% diphenyl,2% methylvinyl;OV-17 bonded,Methylphenylpolysiloxane;OV-1701 bonded,Polysiloxane copolymer,86.4% dimethyl,13.6% (3-cyanopropyl)phenyl,(+1% vinyl groups);OV-225 bonded,(3-Cyanopropyl)methyl-methylphenylpolysiloxane;CW-20M bonded,Polyethylene glycol) of heart-cut zones containing mustard and bis(2-chloroethyl) disulfide. c)GC/RS spectra of reference compounds.Recording temperature:40°(2 min)-10°C/min-220°C.

1)THE MINISTRY FOR FOREIGN AFFAIRS OF FINLAND, INTERNATIONAL INTERLABORATORY COMPARISON(ROUND-ROBIN) TEST FOR THE VERIFICATION OF CHEMICAL DISARMAMENT, HELSINKI, pp.187-206(1989); pp.54-57(1992).