

蒸留を利用するサイクリックFIA

山梨大学工学部 川久保 進

分析化学は、廃棄物を出さない低環境負荷を目指した分析へと転換しつつある。FIAは、分析装置の超小型化(μ -FIA)と廃液の再利用(サイクリックFIA)によって、廃液量を効果的に低減させる可能性を持ち、低環境負荷指向の有力な手法と言える。しかし、 μ -FIAでは、流路のミニチュア化は可能になってきたが^{1,2)}、送液ポンプや検出器などの周辺部品の on-chip化が進まないと十分な感度や精度が得られないであろう。一方、 μ -FIAに比べ、サイクリックFIAは、従来のFIA装置の部品で低環境負荷化が達成できる利点を持つ。サイクリックFIAにおいて、廃液をフローシステム内で循環させ、キャリアー或いは反応試薬溶液として再利用するためには、廃液中の目的成分や反応生成物による妨害の除くことが必要となる。これまで、

酵素反応や電極による酸化還元反応などを巧みに利用し、幾つかのサイクリックFIAが可能となっているが、分析に用いる特定の反応系や検出法に合わせて廃液を再生しているため、汎用性に乏しかった。本稿では、汎用性のある廃液再生法として、蒸留操作を組み込んだサイクリックFIAについて研究を紹介する。

非ステロイド系抗炎症剤であるケトプロフェンの簡便な定量法としてフーリエ変換赤外分光法に基づくFIA (FTIR-FIA)が開発され、透光性よいキャリアーとして四塩化炭素が用いられている。³⁾ このFTIR-FIAでは、毒性の高い溶媒を閉鎖系で循環使用するため、小型の蒸留ユニットが考案されFIAシステムに組み込まれている (Fig. 1)。四塩化炭素に溶かした試料をFIAシステムに注入した後、試料と四塩化炭素キャ

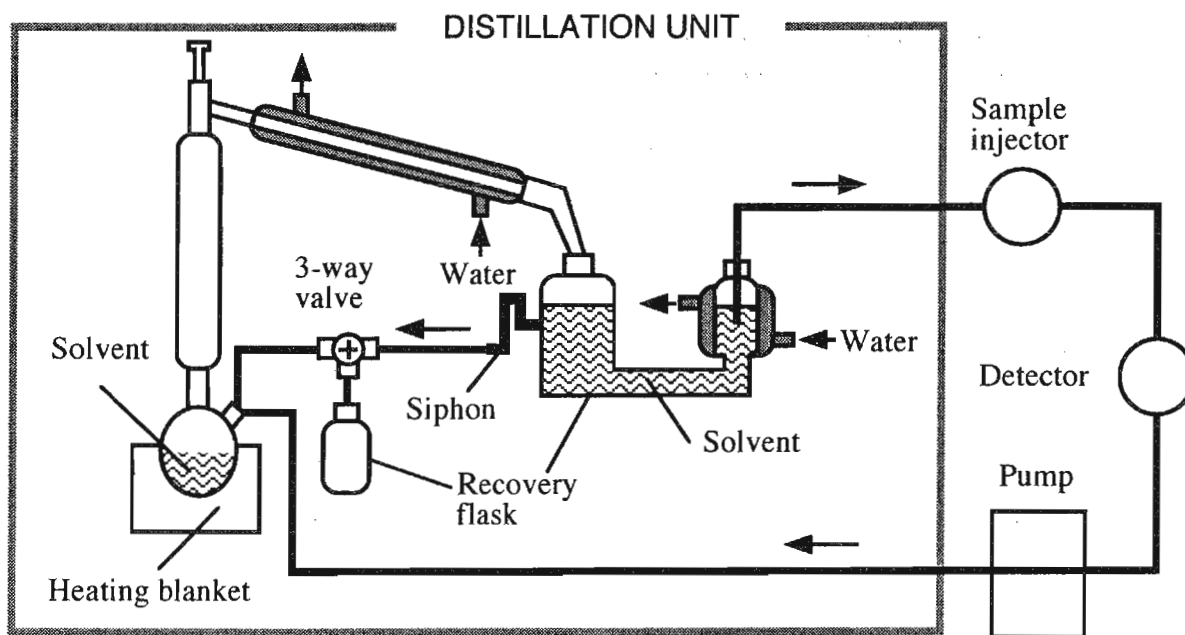


Fig. 1 On-line solvent recycling for FTIR-FIA

リヤーは、検出部を通過し、長さ26 cmのビグリュー精留管と長さ14 cmのリービッヒ冷却器を接続した容積100mlの丸底フラスコに導かれ連続的に蒸留される。蒸留された溶媒は、二つの容器を連結した溶媒溜めに回収され、キャリアーとして再利用される。溶媒溜めはサイフォンを介して蒸留部と連結され、これにより溶媒溜め内の溶媒量が一定に保たれる。また、低流速でキャリアーを流す場合は、溶媒溜めにガラスビーズを入れて溶媒溜めの容量を小さくしている。キャリアー流速 0.92 ml min^{-1} で試料量 $500 \mu\text{l}$ を注入した場合、1時間当たり少なくとも42試料が分析でき、 0.04 mg ml^{-1} の検出限界が得られている。ストップフロー・モードでは、 0.02 mg ml^{-1} の検出限界が得られている。クロロホルムをキャリアーとし、類似のサイクリックFTIR-FIAシステムを使って、薬剤中のプロピフェナゾン(4-イソプロピル-1,5-ジメチル-2-フェニル-4-ピラゾリン-3-オン)とカフェインが同時定量されている。⁴⁾ この場合、試料量 $300 \mu\text{l}$ で1時間当たり120試料が分析ができ、プロピフェナゾンで 0.03 mg ml^{-1} 、カフェインで 1.5 mg ml^{-1} の検出が可能である。

赤外吸収を利用するFIAに限らず、毒性の高い有機溶媒を用いることから敬遠されるようになった溶媒抽出分離FIAも、有機溶媒キャリアーを蒸留再生すれば、有効に用いられるのではないかと思われ、蒸留を利用するサイクリックFIAの積極的な利用が期待できる。

- 1) S.J. Haswell, *Analyst*, **122**, 1R (1997).
- 2) M. McEnery, A. Tan, J. Alderman, J. Patterson, S. C. O'Mathuna and J. D. Glennon, *Analyst*, **125**, 25 (2000).
- 3) M.J. Sánchez-Dasi, S. Garrigues, M.L. Cervera and M. de la Guardia, *Anal. Chim. Acta*, **361**, 253 (1998).
- 4) Z. Bouhsain, S. Garrigues and M. de la Guardia, *Analyst*, **122**, 441 (1997).