

ハイブリッドフローインジェクション法

テキサス大学アーリントン校 大平 慎一

シーケンシャルインジェクション分析法(SIA)が、フローインジェクション分析法(FIA)の第2世代として提唱されて久しい。FIAでは、連続して流れる溶液中に試料を注入するため、安定した試薬ベースラインの上に“ピーク”が現れ、高い検出感度が迅速に得られる。また、流れの中で効率よく溶液の混合が行われる。その反面、たえず連続して送液するため、試薬の消費量が多くなる。一方、SIAでは、溶液を流し続けるのではなく、必要量の試薬を試料と混合して反応器や検出器に送り込むため、試薬消費量を大きく減少することができる。しかし、安定したベースラインが得にくいことや混合に工夫を要すること、ホールディングコイルやシリンジを試料ごとに洗浄する必要があることなどのデメリットもある。

Amornthammarongらは、FIAとSIAの長所をうまく融合したハイブリッドフローインジェクション法(HFA)によるガス状アンモニアの測定を試みたⁱ。アンモニアは、悪臭防止・監視のみならず、半導体プロセスにおいてもパターンの形成に影響することからサブppbvレベルにも対応しうるガス測定器が望まれている。

Fig.にHFAシステムを示す。このシステムは、アンモニアがガス拡散スクラバーで純水中に取り込まれ、*o*-phthalaldehyde/sodium hydroxymethanesulfonateの混合溶液と反応して1-sulfonatoisoindoleを生じ、紫外線LEDとホトダイオードの組み合わせによる小型蛍光検出器で定量している。フロー系は2つのセレクションバルブ内蔵シリンジポンプから構成されている。そのうちの1つはガス拡散スクラバ

ーからの捕集溶液吸引と反応・検出系への送液、もう一方は、反応試薬の予備混合および反応・検出系への送液に用いられる。ポンプにより送出された捕集溶液と反応試薬溶液は、従来のFIAと同様に溶液の流れの中で混合・反応し、検出器へと導かれる。1回の測定に要する時間(8分)のうちのほとんどが反応・検出系への送液に当てられ、応答は安定したベースライン上にピークとして得られる。これにより、サブppbレベル(検出限界135 pptv)のガス状アンモニアの検出が実現されている。また、反応生成物がホールディングコイルやシリンジ内に保持されないため、試料ごとの洗浄プロセスを行う必要がない。1回の測定に要する試薬量もわずか100 μLであり、ここではSIAのメリットが活かされている。

さらに、ガス捕集溶液およびキャリアーとして用いられる純水は、混合イオン交換樹脂によりオンラインで精製され、溶液劣化の影響なく、長期にわたる連続測定においても安定した応答が得られている。また、コンピュータ制御のシステム全体は、ミニタワー型デスクトップパソコンのケースに収められており、容易に移動可能である。(写真参照)

本稿で紹介したハイブリッドシステムは、FIAとSIAの短所をお互いにカバーしあうことで優れた特性を示すことができ、他のフロー分析にも応用可能であることから今後の応用が期待される。

ⁱ N. Amornthammarong, J. Jakmunee, J. Li, P. K. Dasgupta, *Anal. Chem.*, **78**, 1890 – 1896 (2006).

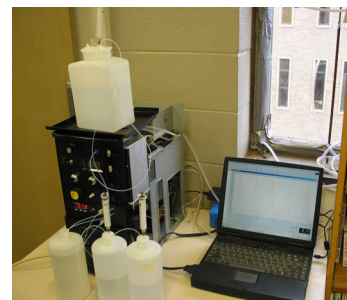
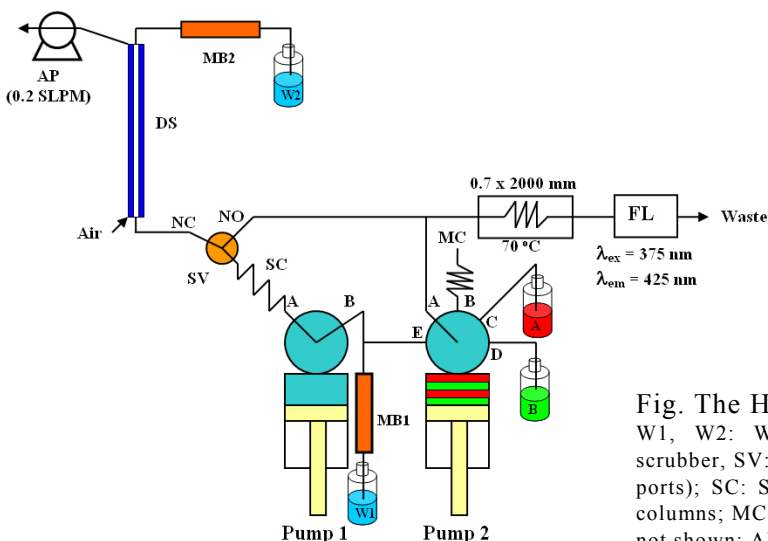


Fig. The Hybrid Flow Analyzer (HFA)
W1, W2: Water, FL: Fluorescence detector, DS: Diffusion scrubber, SV: Solenoid valve (NC, NO: Normally closed and open ports); SC: Sample holding coil, MB1, MB2 = Mixed-bed resin columns; MC: open ended mixing coil (acid silica vent trap at end not shown); AP: Air pump; Bottles A, B: Reagents A, B.