

オンライン固相抽出ーマルチシリンジフローインジェクション分析法による ニトロフェノール異性体の同時定量

愛知工業大学大学院 工学研究科 材料化学専攻 山下真以

我々分析化学者は、試料中に含まれる目的物質の、より高感度な微量分析に挑戦し続けている。高感度な分析のために、近年ではより良い試料の前処理、中でもオンライン化された前処理法が求められており、フローインジェクション分析 (FIA) 法はこれまでに数多くのオンラインサンプル前処理法を生み出してきた。

Manera [1]らは、マルチシリンジフローインジェクション (MSFI) 法を用いるオンライン固相抽出法についての検討を行った。固相抽出法は前処理法としてよく使用されるが、マニュアル操作では、操作中の目的物質のロスや、試薬を多量に使用するなどの欠点がある。そこで MSFI を利用することにより、それらの欠点を克服することができた。使用したシステムと固相抽出のための抽出ユニットを Fig. 1 に示す。

MSFI 法は多流路の FIA 及び分析に必要な試料溶液と試薬溶液の正確な体積を選択できるシーケンシャルインジェクション分析 (SIA) 法の利点とを結合させた分析技術である。複数のシリンジビュレットを利用し、パソコン制御によって単一のモーターで作動させる。シリンジはキャリア溶液 (0.7 M NaCl 溶液)、溶離液 (0.7 M NaOH 溶液)、そしてコンディショニング溶液 (80%(v/v)メタノール/0.1 M HCl) の送液に使用する。固相抽出のための 3 つの抽出ユニットは各ポートと検出器の間に並列に接続された。抽出ユニットは Empore 3M というメンブレンを直径 8 mm のメンブレンディスク内に切って入れ、Perspex 製のメンブレンホルダーに取り付け、作成した。

抽出ユニットのコンディショニングを行った後、オートサンプラーからサンプルを吸引し、抽出ユニット内に捕集する。カラム内を洗浄した後、吸着したニトロフェノールを 0.7 M の NaOH 溶液を用いて溶離し、波長範囲 320–575 nm において吸収スペクトルを測定する。得られたスペクトルは複数のスペクトルが重なっているが、多変数回帰モデルを用いて解析することにより、3 種類のニトロフェノール異性体 (2-, 3-, 4-ニトロフェノール) の同時定量が可能

になった。2-, 3-, 4-ニトロフェノールの LOD (3σ) はそれぞれ 1.2, 3.2, 0.3 μM , 定量範囲はそれぞれ 4.5–70, 11–126, 1.0–10 μM , サンプル処理数は 1 時間にそれぞれ 11 サンプルであった。ニトロフェノールの定量において大きな干渉を示すものは、吸着・溶離を共にする他のフェノール類である。しかし、他のフェノール類は可視域に吸収スペクトルが見られないため、測定する波長域を選択することで干渉を防ぐことができた。また天然水、水道水、海水サンプルの分析に応用が可能であった。このことから、塩による影響も受けないことが分かる。

このように、MSFI 法と多変数回帰モデルを組み合わせることにより環境水中に含まれる 2-, 3-, 4-ニトロフェノールの迅速かつ高感度なオンライン固相抽出/同時吸光光度定量が可能になった。また、1 回の測定に使用する試料が 1.5 mL である点、有機溶媒を使用しない点から環境負荷低減にも考慮されている手法であると言える。

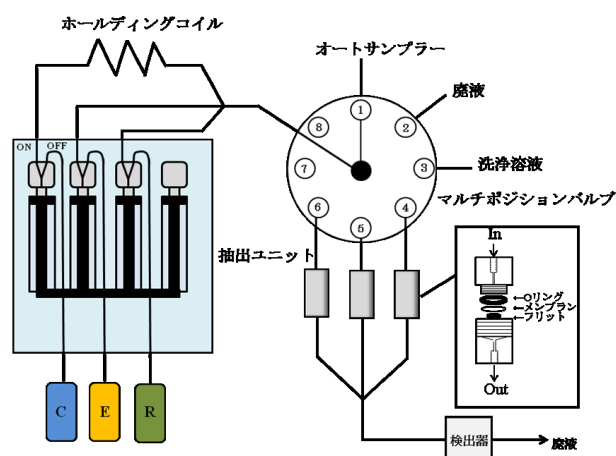


Fig. 1 オンライン固相抽出 - MSFI システム
C: キャリヤー溶液, E: 溶離液, R: 再生溶液

[1] M. Manera, M. Miro, J. M. Estela and V. Cerda, *Anal. Chim. Acta*, **582**, 41 (2007)