

平成 13 年 6 月 28 日

機能材料工学専攻	学籍番号	987270
申請者氏名	Mohd Shamsul Hairi bin Mohd Salleh	

指導教官氏名	神野清勝 平田幸夫 木曾祥秋
--------	----------------------

論文要旨 (博士)

論文題目	Solventless Sample Preparation Method for Environmental Pesticides Analysis (環境試料中の農薬分析における無溶媒試料前処理法)
------	--

(要旨 1,200 字程度)

近年の溶媒廃棄に対する処理コストの増加ならびに有機溶媒の使用に関する規制の強化により、有機溶媒を必要としない代替分析プロセスの開発はますます重要になってきている。分析プロセスの中で最も重要なステップの一つである試料前処理としては通常、ソックスレー抽出法と液-液抽出法(LLE)が用いられている。しかし、これらの方法は抽出率が低く、また非常に長い抽出時間を必要とすることに加えて、特に大量の有機溶媒を必要するという欠点がある。代替法としてこれまでに開発された固相抽出(SPE)は低濃度溶液から微量の分析物を前濃縮する性能を持ち、従来法と比較して自動化が容易であるという利点を持っているが、この方法では吸着媒体から抽出された分析物を溶出する際、依然として大量の有機溶媒が消費されている。

過去 10 年間、超臨界流体抽出法(SFE)は分析スケールの試料前処理法として注目されてきた。場合によっては抽出に何日間も必要とするソックスレー抽出法と比較して、SFE はより短時間で抽出を行うことができ、その操作も比較的容易である。特に、SFE は有害な有機溶媒の使用量を明確に減少させる。しかし、SFE においても一定量の有機溶媒が抽出された分析物の捕集溶媒及び超臨界流体のモデファイヤーとして用いられている。一方、最近の研究により、固相マイクロ抽出(SPME)は迅速で優れた試料前処理法であることが証明されてきた。しかしながら、この SPME を用いた場合でも、高速液体クロマトグラフィー(HPLC)との結合が必要な不揮発性・熱分解性化合物の分析の際には、一定量の有機溶媒を必要とする。このような問題を解決するために、本研究では無溶媒試料前処理の開発に関する研究を行った。

第 1 章においては、いくつかの試料前処理法の特徴および問題点について記述し、本研究における背景及び目的について述べる。

第 2 章においては、無溶媒試料前処理法を実現させるための第一歩として、超臨界二酸化炭素(SFCO₂)で脱着された農薬を捕集するために SPME 後、少量の有機溶媒を用いた。本研究では脱着に関するパラメーターとして、脱着圧力と温度、静的・動的脱着時間及び捕集溶媒の種類について検討した。つぎに SFE で最適化された脱着パラメーターを用いて、SPME での抽出温度、塩化ナトリウムの濃度及び抽出時間等の抽出に関するパラメーターについても最適化した。

第 3 章では、新たなインターフェースの開発により、捕集溶媒を必要としない試料前処理法を開発した。SPME ファイバーのコーティングから脱着された農薬を含んだ SFCO₂ はインターフェースにより HPLC システムに直接注できることが可能となった。更に、試料溶液の十分な攪拌を得るために通常の棒型攪拌子の代わりに星型攪拌子を用いることにより、農薬の SPME 条件の最適化を行った。本研究では HPLC の移動相の種類と組成、SFCO₂ の注入量、脱着温度と時間について検討した。最後に、環境試料の分析に対する適用性を明らかにするために農薬をスパイクした河川水の分析についても検討した結果を述べる。

第 4 章では、本論文の結論を述べる。