

固相分光法は、溶液中で行われる吸光光度法などをイオン交換樹脂のような固相で行うものであり、感度は固相量に直接依存し、溶液法の百倍以上の高感度化が期待できる。しかし、光量不足や操作の煩雑性が普及の障害であった。本研究では、専用の2波長測光方式を採用した吸光光度計、および反応容器の蓋とセルを一体化したものを開発することにより問題を解決した。本法により、海水を含めた天然水中の低濃度リンの直接分析が可能となった。また、鉄やクロムの定量でも同様な検出感度が得られ汎用性を実証できた。

【J1025】

固相分光法のための簡易吸光光度計の開発と応用

(サトダサイエンス・九大院理¹・新潟大²) ○里田 誠・古賀正明¹・川上優芽¹・松岡史郎²・吉村和久¹[連絡者:吉村和久,電話:092-642-3905, kazz@chem.kyushu-univ.jp]

固相分光法 (SPS: Solid Phase Spectroscopy) は、溶液中で実施される吸光光度法や蛍光光度法を、イオン交換樹脂のような固相を用いて行うものである。吸光光度法をSPSに適用する場合には、着色成分を固相に濃縮し、その固相の光吸収を直接測定する。従来の溶液法と異なり、感度は固相の量に直接依存(反比例)し、固相が 0.1 cm^3 であれば、 20 cm^3 の試料溶液量で通常の溶液法の200倍の高感度化が期待できる。しかし、固相による光散乱に伴う光量不足や少量の固相を用いて定量操作を行わなければならないことが、本法の汎用性を妨げてきた。これらの問題点が克服できれば、従来法の知見を生かしたまま、数百倍から千倍以上の高感度化が達成される。その場合、反応特異性が損なわれる可能性は低いので、溶存状態別定量も可能となる。そこで、平成21年度JSTシーズ発掘試験の支援を受けて、SPS普及の障壁となっている操作の煩雑性低減に着手し、専用の吸光光度計と反応容器を開発した。

測定のために吸光セル中での充填状態が異なるために起こる固相バックグラウンドスペクトルの変化の寄与は、2波長における測定を行うことで低減できるため、CCDアレイセンサとグレーティングを組み合わせる方式とした。光源はタングステンハロゲンランプあるいは発光ダイオードで、セル入口に焦点を結ぶようなレンズ系を付加することで、光量を確保した。

SPSの普及を妨げている大きな要因の一つは、微量の固相を吸光セルに充填する操作である。そこで、反応容器の蓋と吸光セルを一体化したものを開発した¹⁾。吸光セルの光路長は10 mm、幅を3 mmとした。固相の必要最小限量は 0.18 cm^3 であった。試料と試薬の投入時以外は密閉系となり、汚染を低減させることが可能となった。

試料 20 cm^3 中のリン酸をモリブデン青化学種としてデキストランゲルに濃縮し測定したところ、検出限界は $0.6 \mu\text{g P dm}^{-3}$ であった。海水を含めた天然水の低濃度リンを直接分析することが可能となった。鉄やクロムの定量でも同様の検出感度を得ることができ、汎用性を実証することができた。【文献】1) 吉村, 里田: 特願 2009-299594