

## 市販接着剤を用いた固相抽出剤の成形方法の確立

[研究代表者] 村上博哉 (工学部応用化学科)

[共同研究者] 手嶋紀雄 (工学部応用化学科)

### 研究成果の概要

固相抽出法は、様々な定量分析における試料前処理法として利用されている。固相抽出では、逆相や吸着、キレート樹脂など様々な分離モードが適用され、前処理が達成される。一般的に固相抽出では、粒子状の固相抽出剤を利用することから、何かしらの管体に充填して使用するのが一般的となる。そのため、固相抽出法の形状が制限される。加えて、粒子状固相抽出剤の充填時には静電気などが理由で、粒子が飛散することもあり、その結果として充填に手間がかかる場合がある。そのため、粒子状固相抽出剤を何かしらの形状に成形し、吸着媒体としての利用を可能にする接合技術の開発が望まれている。

そのような背景のもと本研究では、粒子状固相抽出剤同士の接合技術の確立を目指し、市販の接着剤を利用して粒子状固相抽出剤を接合する技術について検討を行なった。種々の市販の接着剤を検討した結果、Super X Black (denaturing silicone) と E Set (epoxy resin/polyamideamine) の接着剤を用いることで、成形が可能であることが明らかとなった。それら合成した吸着媒体について、カフェインなどの標品を用いて捕捉能の評価を行ったところ、粒子状固相抽出剤と同等の捕捉能を有することが明らかとなった。さらに吸着媒体を用いて、フェノールなどの捕捉能についても精査したところ、捕捉が可能であることが明らかとなった。

以上のように本研究成果は、今後の固相抽出法に重要な知見を与えるものである。なお本研究成果の一部は、論文誌の *Analytical Sciences* に掲載されているものである。

### 研究分野：分離分析

キーワード：固相抽出剤、接合、吸着媒体、粒子

#### 1. 研究開始当初の背景

固相抽出法は、広範な化合物の前処理へ適用可能であることから、定量分析の前処理手法として利用されている。固相抽出に用いられる固相抽出剤としては、逆相や吸着、キレート樹脂などの様々な分離モードが付与された固相抽出剤が適用されている。これらの固相抽出剤は、一般的には粒子状であることから、シリンジなどの何かしらの管体に充填し、固相抽出として適用されるのが一般的である。そのため、様々な機能が付与されている粒子状固相抽出剤を何かしらの形状に成形し、固相抽出を行うのは一般的に困難である。加えて、粒子状固相抽出剤をシリンジなどに充填する場合、静電気などの影響に

より正確に充填することが困難なケースもある。そのため、これらの問題の解決を可能にする固相抽出剤および手法の開発が望まれている。

その一つとして、モノリス型の固相抽出剤が注目されている。モノリス型の固相抽出剤は、様々な分離モードが付与されたものが報告されている。これらは簡便な前処理を可能にするため、非常に注目されている技術である。その一方で、粒子状固相抽出剤と比較して、比表面積がそれほど大きくない。これは、液体クロマトグラフィーなどへの適用を考慮した場合には非常に有用である。しかし固相抽出剤としての利用を考慮した場合には、前処理においては大過剰に夾雑成分が存在する試料も

あることから、その適用が困難なケースも存在する。そのためある程度の比表面積を有する固相抽出剤の吸着媒体の開発が望まれている。

## 2. 研究の目的

これらの問題点を解決する方法として、粒子状の固相抽出剤を接合し、粒子状固相抽出剤を固めることにより、これらの問題が解決できるのではないかと考えた。特に固相抽出剤の第一選択として用いられる逆相系のポリマー型粒子状固相抽出剤は大きい比表面積を有しているため、これを接合することで、相対的に大きな比表面積を有する吸着媒体の合成できる可能性がある。そこで本研究では、粒子状固相抽出剤の簡便な接合技術の開発を目指し、粒子状の逆相系固相抽出剤の市販接着剤を利用した接合技術について検討を行い、新規の吸着媒体の作製技術の確立を試みた。

## 3. 研究の方法

接合する粒子状の逆相系固相抽出剤としては、ジビニルベンゼンを母骨格として、親水性モノマーを含有した樹脂を懸濁重合法により合成した。合成後、得られた樹脂について分級作業を行い、ある一定の粒度分布としたものを用いた。その樹脂と様々な市販の接着剤とを混練し、粒子状の逆相系固相抽出剤の成形が可能か、検討を行った。それらの検討で得られた各吸着媒体について、種々の評価物質を用いて固相抽出を行い、その捕捉特性について精査した。

## 4. 研究成果

様々な市販品の接着剤を用いて粒子状の逆相系固相抽出剤が成形可能かを検討した結果、Super X Black (denaturing silicone) と E Set(epoxy resin / polyamideamine) の接着剤を用いることによって、粒子状の逆相系固相抽出剤の成形が可能であることが明らかとなった。それらの市販の接着剤を用い、吸着媒体中の粒子量をどれくらいまで変化させることが可能か、検討を行った結果、85%の粒子含有量の吸着媒体も合成可能であることが明らかとなった。

また比表面積などについても測定を行なったところ、粒子状固相抽出剤のみと比較すると、接合することによ

り比表面積の低下は見られたが、吸着媒体としては高い比表面積を有するものの合成が可能であることが明らかとなった。

これら合成した吸着媒体について、カフェインなどの捕捉特性の評価を進めた。その結果、粒子の含有量を増加させることで、粒子状の固相抽出剤と同等の捕捉能を有することも明らかとなった。

この吸着媒体の作製技術の適用性について検証するために、フェノールの固相抽出への適用性について検証を行なった。その結果、本吸着媒体を用いることにより、フェノールの抽出が可能であることが明らかとなった。

以上のように本吸着媒体の作製技術は、粒子状の固相抽出剤同士を接合することにより、容易に固相抽出媒体の作製を可能にする。今後は、本作製技術をもとに、種々の分離モードを有する固相抽出剤の開発を進めていく予定である。

## 5. 本研究に関する発表

(1) 近藤健太、村上博哉、井上嘉則、手嶋紀雄、“逆相系固相抽出媒体の合成とフェノール類の SIA への応用”、第 59 回フローインジェクション分析講演会、徳島県青少年センター（とくぎんトモニプラザ）、2023 年