

2025 年 8 月 31 日

所属:岐阜大学 工学部

氏名:松山 嗣史



2025 年度 助成

研究 終了 報告書

※ゴシック文字で記入下さい。

研究テーマ	液体クロマトグラフィーの検出器としての蛍光 X 線分析法の適用と情報処理技術を用いた解析												
研究の結果	本研究では、液体クロマトグラフィーにおける新しい検出器として全反射蛍光 X 線分析法の適用を考えた。液体クロマトグラフィーのカラムとして 12 個の炭素鎖をもつメタクリル酸ラウリル ($C_4H_5O_2(CH_2)_{11}CH_3$)を用いてキャピラリーカラムを作製した。なお、この報告書では、メタクリル酸ラウリルを C12 と呼ぶ。外径 0.45 φ で、内径 0.32 φ のフューズドシリカキャピラリーチューブ (GL Science, Inc. Japan) を用いた。前処理として、蒸留水でキャピラリーチューブ内部を洗浄し、1 mol/L の水酸化ナトリウム水溶液と塩酸それぞれを順番に 30 分通液した。その後、メタクリル酸 3- (トリメトキシシリル) プロピル溶液を 1 時間通液したキャピラリーチューブにメタノールを導入した。完全に処理溶液を除去するために窒素ガスを 5 分間導入し、その後 60℃ のオープンに 30 分間静置した。表 1 に示す試薬を混合した。キャピラリーチューブに導入し、60℃ の恒温槽で 1 日放置した。移動相は超純水にアセトニトリルと塩化テトラメチルアンモニウム (TMAC) を混合して作製した。なお、アセトニトリルと TMAC の濃度はそれぞれ 10、0.1% である。試料としては、~8 mg のスルファニルアミド ($C_6H_5N_2O_2S$) を移動相 1 mL を混合した。これを可搬型全反射蛍光 X 線分析装置 200FA (Ourstex Co., Japan) で分析した。カラムに通液してから 0-4.6 min (①), 4.6-16 min (②), 16-27.4 min (③) ごとに試料を回収し、それを石英ガラスに滴下・乾燥して分析した。取得したスペクトルを図 1 に示す。シリコンやアルゴンは石英ガラス及び空気由来である。また、塩素は移動相に含まれているので観測された。採集時間①及び③に比べて、採集時間②では、明瞭なピークが観測された。それゆえ、全反射蛍光 X 線分析法は液体クロマトグラフィーの検出器として採用できると示唆された。 表1 モノリスカラム作製のために用いた試薬とその量 <table><thead><tr><th>試薬名</th><th>導入量</th></tr></thead><tbody><tr><td>C12</td><td>0.24 mL</td></tr><tr><td>エチレングリコールジメタクリレート</td><td>0.06 mL</td></tr><tr><td>1-プロパノール</td><td>0.45 mL</td></tr><tr><td>1,4-ブタンジオール</td><td>0.23 mL</td></tr><tr><td>アゾビスイソブチロニトリル</td><td>2.8 mg</td></tr></tbody></table> 図1 スルファニルアミド試料のスペクトル	試薬名	導入量	C12	0.24 mL	エチレングリコールジメタクリレート	0.06 mL	1-プロパノール	0.45 mL	1,4-ブタンジオール	0.23 mL	アゾビスイソブチロニトリル	2.8 mg
試薬名	導入量												
C12	0.24 mL												
エチレングリコールジメタクリレート	0.06 mL												
1-プロパノール	0.45 mL												
1,4-ブタンジオール	0.23 mL												
アゾビスイソブチロニトリル	2.8 mg												

提出期限：研究期間終了後、すみやかに助成金の「必要経費使途明細書」「領収書」と合わせて提出下さい。
年度をまたぐ場合は毎年3月末日までに、途中経過をご記入の上、報告願います。