

高濃度試料の非希釈分析を目的とする三角波制御振幅変調フロー分析法の開発

Triangular-wave controlled amplitude-modulated flow analysis for determination of high-concentration analyte without dilution

○田中 秀治¹、和田 莉緒菜²、築瀬 真利²、樋口 慶郎³、竹内 政樹¹

○Hideji Tanaka¹, Riona Wada², Masatoshi Yanase², Keiro Higuchi³, Masaki Takeuchi¹

1. 徳島大院薬、2. 徳島大薬、3. 小川商会

1. Inst. Biomed. Sci., Tokushima Univ., 2. Fac. Pharm. Sci., Tokushima Univ., 3. Ogawa & Co.

【緒言】高感度分析法が活発に研究される一方、実際の産業現場では、高濃度試料を希釈せずに自動測定できる分析法も求められている。本研究では、演者が考案した振幅変調多重化フロー分析法(*Talanta*, **77**, 576 (2008))の原理をもとに、試料流量を三角波制御することにより、高濃度試料を希釈することなく測定できるフロー分析法を開発した。これを、*o*-フェナントロリン(*o*-Phen)吸光度法によるFe²⁺定量によって検証した。

【実験】総流量一定のもと、信号発生器SGから出力される三角波制御信号 V_c で試料Sの流量を変動させた。これを定流量で送液される呈色試薬R、および総流量-(試料+試薬)流量で吸引される溶媒(または緩衝液)と合流させ、下流の検出器Dで呈色物質の吸光度を測定した。検出信号 V_d をコンピュータPCに取得し、高速フーリエ変換FFTで解析した。

【理論】試料が低濃度の時(B), V_c 形状に対応した三角波形の V_d が得られる。高濃度の時には(C), 装置の測定レンジあるいは呈色試薬濃度で決まる上限値 L に達し、 V_d は台形状になる。FFTで得られる各周波数成分の振幅の和 ΣA は、低濃度領域では試料濃度 c に比例し、高濃度領域では反比例する。しかし、 $c \Sigma A$ を c に対してプロットすると、検出信号が飽和する高濃度領域でも直線検量線が得られる。

【結果】フロー分析システムを構築し、Excel VBA自動化プログラムを作成した。*o*-Phen法で、制御周期、呈色試薬濃度、分散に対する補正法などを検討した。分散に起因する振幅減衰を補正することで、十分な呈色試薬濃度のもとでは少なくとも1.2 mMまで、同濃度を公定法の7.5%にまで低減させた条件では0.7 mMまで、それぞれFe²⁺の測定が可能になった。

