

カーボンナノチューブを固定相に用いたマイクロガスクロマトグラフィカラム Microfabricated Column with Carbon Nanotubes Stationary Phase for Gas Chromatography

高田修司, 中井隆志, 酒造正樹, 塩見淳一郎, ジャン=ジャック・ドロネー, 丸山茂夫, 山田一郎
東京大学大学院工学系研究科

Abstract : Carbon nanotubes (CNTs) are greatly attractive materials for use as stationary phase of microfabricated gas chromatography column, but usual CNTs are difficult to synthesize. In this paper, we report the microfabrication of a column, in which we succeed in synthesizing a thin layer of single-walled carbon nanotubes (SWNTs) as stationary phase. Results of experiences under temperature programmed conditions, showed the microfabricated column could separate n-alkanes having high boiling points.

【緒言】MEMS 技術を用いてシリコンチップ上にガスクロマトグラフィ(GC)を実現するマイクロ GC の研究が行われている[1]. 分離性能に関し、マイクロ GC カラムは未だ不十分であり、三次元構造に均一な塗布が可能なポリレンを固定相に用いて分離性能を向上させる研究などが行われている[2]. このように、固定相材料の選択は、カラムの分離性能を大きな影響を持つ。

近年、CNTs は、選択的成長が可能で、化学的安定性と比表面積の大きさがガスの吸着材として適していること、熱安定性と熱伝導性の高さが昇温分析に適していることから、カラム固定相に優れた材料として注目されている。先行研究で、CNTs を固定相に用いたマイクロ GC カラムの研究が報告されているが、高沸点化合物の分離性能は十分でない[3]. CNTs の固定相が厚すぎると、物質間移動抵抗を増加させ、分離性能低下を招くことが予想される。今回、分離性能向上のため、MEMS カラム内に薄層 SWNTs を生成させ、高沸点を持つアルカンの分離実験を行った。

【実験方法】カラム寸法は、長さ 1.0 m、幅 160 μm 、深さ 250 μm である。活性層 250 μm の SOI 基板を BOX 層まで深堀りエッチングし、流路を作製した。カラムの流路底面(露出した BOX 層の上面)にのみ、CNTs を CVD 法により生成した。CNTs 生成後、陽極接合によりパイレックスガラスを接合した。カラムの評価実験には、市販の FID 付 GC 装置を用いた。

【結果と考察】ラマン分光計と SEM により CNTs の生成状態を確認した。図 1(a)に示したラマンスペクトルの低周波数成分より、SWNTs の生成を確認できる。RBM ピーク位置より直径は 1~2 nm と推測される。また、図 1(b)に示すように、G-band 強度が D-band 強度の 20 倍以上であることは、SWNTs が良好に生成していることを示している。SEM 観察から、従来の CNTs を固定相に用いた研究よりも薄層の CNTs が生成していることが分かった。

次に、昇温条件下で、炭素数 6 から 14 までの広域な沸点を有するアルカン混合物を分離実験を行った(図 2)。分離性能の評価には、代表的アルカンのデカン(炭素数 10)を用いた。評価指標として、理論段高さを用い、その値が低いことは高い分離性能を持つことを意味する。従来の CNTs を固定相に用いたマイクロ GC カラムの研究では、0.1 cm よりも大きな理論段高さが報告されているのに対し、今回理論段高さ 0.062 cm と高い分離性能が得られた。

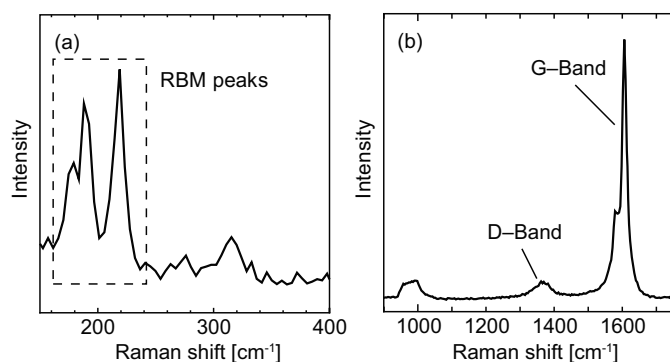


図 1 生成した SWNTs のラマンスペクトル

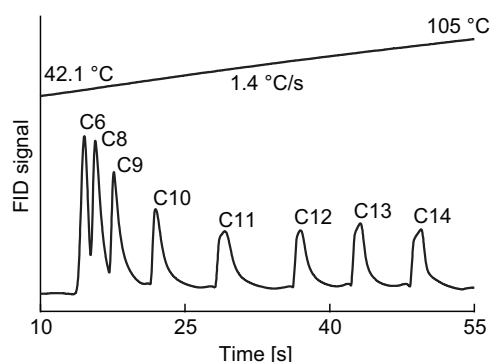


図 2 昇温条件下でのアルカン分離結果

参考文献

- [1] C. Lu *et al.*, Lab Chip, Vol. 5, pp. 1123-1131, 2005.
- [2] T. Nakai *et al.*, Proc. μ TAS2008, pp. 1790-1792, 2008.
- [3] M. Karwa *et al.*, Anal. Chem., vol. 78, pp. 2064-2070, 2006.

Shuji Takada, Takashi Nakai, Masaki Shuzo, Junichiro Shiomi, Jean-Jacques Delaunay, Shigeo Maruyama, Ichiro Yamada : School of Engineering, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo, Bunkyo-ku, Tokyo 113-8656, Japan.