

ケイ素含有化合物の有機微量元素分析

○小澤 史子

名古屋市立大学薬学研究科共用機器センター

1. 有機微量元素分析とは

有機物質を燃焼等により完全に分解し、そこに含まれる**炭素(C)**、**水素(H)**、**窒素(N)**、酸素(O)、硫黄(S)、ハロゲン(フッ素、塩素、臭素、ヨウ素など)、リン(P)および金属などの元素を何らかの方法で定量し、組成式を決定する方法。分析で得られた試料中の各元素の含有率(重量%)と原子量から、各元素の成分比(重量%/原子量)を求め、この比を最も簡単な整数比に換算すると組成式となる。また元素の存在確認、純度の確認の方法としても用いられる。本学ではCHN分析を実施している。

2. ケイ素含有化合物の分析

ケイ素含有化合物の元素分析では、通常の燃焼条件(約900~1000℃)で燃焼させると二酸化ケイ素の灰分が生成し、これが炭素成分などを巻き込むため不完全燃焼を引き起こし、炭素の分析値が低く出るなどの誤差原因となる。対策として酸化マグネシウム、酸化銀などの助燃材(灰分捕集材)を添加する、スズ箔を使って発熱反応(1800℃以上)を起こして完全燃焼させるなどが実施されているが、本学では化合物により燃焼条件を変更することは実施していなかった。

3. 燃焼条件の検討

2026年1月に学内依頼者よりケイ素含有化合物($C_xH_ySi_z$)の分析依頼があり、通常の燃焼条件(試料炉温度1000℃、酸素流量15mL/min、秤量した試料をアルミ箔で包み、白金ボート中で燃焼)での分析を実施し、結果の返却を行った。その後、依頼者より「ケイ素の含有により不完全燃焼を起こしている可能性があるので、燃焼条件を変更した分析を実施できないか」と相談があった。本学の前任担当者、他大学の分析担当者2名に相談をし、通常条件(条件1)に加え、以下の条件での分析を実施することとした。

条件2: 試料炉温度1050℃、酸素流量25mL/min、秤量した試料をスズ箔で包み、白金ボート中で燃焼

条件3: 試料炉温度1050℃、酸素流量25mL/min、秤量した試料を包まず白金ボート中で燃焼

4. 結果

分析結果は以下ようになった。なお分析途中での試料炉温度や酸素流量の変更は分析器の特性上困難であるため、条件1と2,3は別日の分析とした。

箔に包んで燃焼した場合、燃焼後は箔の燃え残りが白金ボート中に存在し、試料が完全燃焼したことの確認を可視的に実施することは不可能となる。そのため不完全燃焼の可能性のある場合は、箔に包まず白金ボートに直接試料をのせることで、完全燃焼を可視的に判断する方法を他大学の担当者から聞き、条件3を実施したが、燃焼後の白金ボートは空になっており、完全燃焼が確認できた。本来であれば通常の試料炉温度、酸素流量下で箔に包まない分析も実施すべきであったが、試料残量の都合で実施できなかった。

表 1. 燃焼条件ごとの CHN 分析結果

燃焼条件	秤量値(mg)	C (%)	H (%)	N (%)
条件 1(燃焼炉 1000℃、酸素流量 15mL/min、アルミ箔使用)	1.9988	75.09	10.24	0
条件 2(燃焼炉 1050℃、酸素流量 25mL/min、スズ箔使用)	1.0107	78.64	9.8	0
条件 3(燃焼炉 1050℃、酸素流量 25mL/min、箔使用なし)	1.2911	78.63	9.74	42.29

5. 考察

条件 2, 3 に比べ、1 で C の値が低くなっており、通常の燃焼条件では不完全燃焼を起こしていた可能性が示唆された。なお、条件 3 の N の値については、同日の他の分析値に異常はないこと、コントロールとして分析した標準試料（フェナセチン）の分析値が理論値 $\pm 0.3\%$ に入っていること、機器メーカーの技術の方にも検討してもらったことなどから、突発的な N 検出器の異常であったと考えられる。

6. 多様な分析条件設定に向けて

今回の結果から、またその後フッ素含有化合物についての分析依頼があったことから、分析対象に応じた分析条件設定を検討することの重要性がわかった。ただし、今回の分析条件の場合、高温での燃焼および高酸素流量のため酸素消費量が多くなり、還元管の交換頻度も高くなる。本学では有機微量元素分析は全例を依頼分析とし、料金を設定しているが、今後は分析条件に応じた料金設定を検討する必要があると考えている。

7. 条件検討などの際の技術職員ネットワークの重要性

発表者は有機微量元素分析の担当者となって 3 年目と経験が浅く、今回の条件検討に際しては本研究会および有機微量元素分析研究懇談会、東海コアファシリティネットワークでお世話になっている他大学の担当者に相談をすることで実施まで到達することができた。本学のみならず多くの大学・研究機関で技術職員の人員不足、困難な技術継承は問題になっているが、技術職員のネットワークを有効活用することで自施設の分析技術の向上に結び付けたり、自施設で実施困難な分析を他施設に依頼したりすることが、今後ますます重要となってくると考えられる。出張費の確保など問題も多いが、今後とも研究会などに積極的に参加し、技術職員ネットワークを充実させていきたい。

謝辞

今回の発表にあたり、データの使用をご快諾くださいました名古屋市立大学理学研究科・青柳忍先生、条件検討について詳細にご教示くださいました京都大学薬学研究科元素分析センター・坂田文恵様、名古屋工業大学技術部・谷山八千代様に感謝申し上げます。また、若手奨励金制度で今回の発表をご支援くださいました研究会実行委員会の皆様に厚く御礼申し上げます。