

有機微量元素分析の技術継承

○笠原 美久

埼玉大学 総合技術支援センター

1. はじめに

埼玉大学には、共同利用施設である科学分析支援センターが設置されている。科学分析支援センターは約 50 台の分析機器を保有しており、総合技術支援センターの技術職員が機器の講習や維持管理などを支援している。筆者は入職4年目であり、NMR、MS、有機微量元素分析の機器のメンテナンスや依頼分析を担当しつつ、それらの技術の習得を進めている。今回は、その中で有機微量元素分析について取り上げ、その内容と技術継承の過程について紹介する。

2. 有機微量元素分析について

有機微量元素分析は、試料に含まれている元素の比率を測定する手法であり、炭素(C)、水素(H)、窒素(N)、酸素(O)、硫黄(S)などの非金属元素を対象としている。有機微量元素分析の主な目的は、純粋な有機化合物の分子式の推定・確認であるが、タンパク質などの生体試料やポリマー樹脂などの全炭素量、全窒素量の分析にも利用可能である。本学の元素分析室では、C、H、N、S 元素の分析を行っている。年間 200 件程度の分析依頼があり、合成した有機化合物以外にも無機化合物、植物、土壌、工業製品など、様々な試料を分析している。

2-1. 装置

保有している装置は、Thermo Scientific 社製の Flash Smart であり、オートサンプラー、加熱炉、分離カラム、熱伝導度検出器(TCD)、データ処理用ソフトウェア(Eager Smart)を搭載した制御用 PC から成る(図 1)。加熱炉には、酸化剤や還元剤などを充填した石英製の燃焼管をセットする。燃焼管はC、H、N分析用とC、H、N、S分析用で充填する試薬が異なり、C、H、N分析用は上から酸化クロム、還元銅、酸化銀コバルトを充填している。また、C、H、N、S 分析用は酸化タングステン、酸化銅、還元銅を充填している。燃焼管内の充填剤は、分析により消耗・劣化していくため、定期的に交換の必要がある。

2-2. 測定原理

スズカプセルに封入した試料をキャリアガスであるヘリウム(He)気流下で、オートサンプラーから加熱炉内の燃焼管に投入する。その後、酸素(O₂)ガスが一定時間供給され、試料は燃焼管の上部で 1800℃の高温に達し、燃焼する。

試料に含まれる C、H、N、S は O₂ ガスや燃焼管中の金属酸

化物と反応して酸化され、水(H₂O)、窒素酸化物(NO_x)、二酸化炭素(CO₂)、硫黄酸化物(SO_x)を生成する。

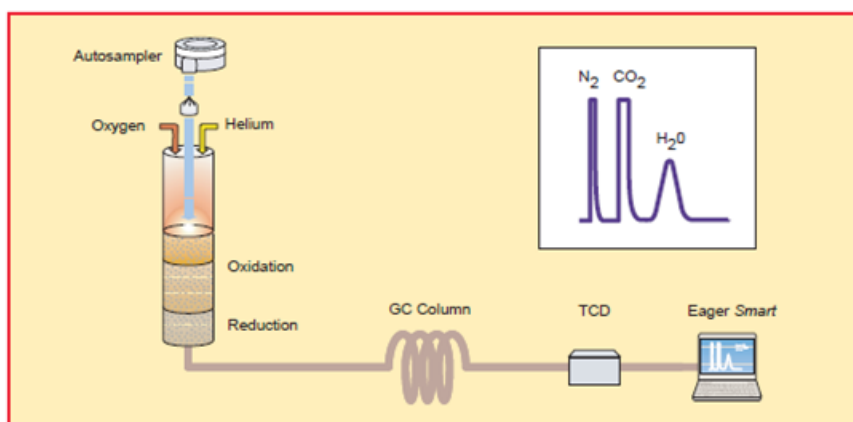


図 1 Flash Smart 構成図(CHN 分析)

さらに燃焼管中の還元銅(Cu)を通過することにより、NO_x、SO_xは還元され、残存する O₂ ガスは除去され、N₂、CO₂、H₂O、SO₂の4成分となる。4成分の混合ガスは分離カラム内で分離し、TCDに導入され、独立したピークとして検出される。データ処理用ソフトウェア Eager Smart は標準試料の分析結果から得られた検量線をもとに、成分ごとのピーク面積より C、H、N、S の含有率を求める。

2-3. 分析手順と不安定物質等の取り扱いの工夫

実際の分析業務では、まずブランクをとり、標準試料を3~4個測定し、検量線を作成する。その後依頼された試料の測定を2回以上行い、再現性を確認する。試料がC、H、N、O以外の元素を含む場合には、次の測定に影響を与える場合があるため、試料同士の間には標準試料を測定して異常がないか確認している。

分析の際は、以下のように、依頼された試料の特徴に合わせた対応が必要である。

- ・フッ素(F)を含む化合物:燃焼管にフッ素吸着剤(酸化銅・酸化マグネシウム(1:4))を充填する
- ・吸湿性や揮発性のある試料:スズカプセルを二重にして、なるべく大気に触れないように包み込む
- ・光分解性の試料:紫外線を出さないLEDランプの下で秤量し包み込む
- ・液体試料:石英ろ紙に付着させて秤量作業を行う
- ・酸素や水に触れると瞬時に反応し変化してしまう不安定な試料:アルゴンガスを充填したグローブバック内で包み込む

他にも、試料に含まれる元素とその含有率によって、添加剤を試料とともにスズカプセルに包み込んだり、試料の重さを調整している。

3. 技術継承について

有機微量元素分析では、試料の秤量値が分析結果に大きく影響するため、天秤の維持管理とはかり取りの技術が最も重要である。分析の際は、1-2 mg の試料をスズカプセルに入れ、漏れのないように封入し、分解能 0.1 µg のウルトラマイクロ天秤で秤量する。したがって、まずは天秤の特性や取り扱い方を学び、有機元素分析用の標準試薬を試料として、マイクロスポイトとピンセットを使用してスズカプセルに試料をこぼさずに包み込む練習を始めた。包み込んだ試料を測定し、測定値が理論値の許容誤差範囲内に入るかどうかで、秤量作業が問題なくできているか判断した。次の段階として、分析担当者の指導のもと、ソフトウェアの使用手順、試料を投入する順番などを覚え、依頼された試料の分析の一部を担当することで、実地トレーニングを積み重ねた。現在は1人で分析を進めることができるようになり、これまでの担当者は不安定化合物の秤量作業やデータの最終チェックなどをサポートする立場に回っている。分析技術の習得を進めるとともに、メンテナンスについても学び、燃焼管への試薬の充填やオートサンプラーの清掃などを行っている。

4. おわりに

機器の引き継ぎを始めてから約2年かけ1人で分析を進められるまで技術を習得することができた。幸運にも、分析担当者が在籍している間での技術継承となり、担当者が作成した簡易マニュアルや様々な助言により、とてもスムーズに引き継ぎを進めることができています。分析の方法についてはまだ学ぶことも多いため、技術研究会など他機関の技術者の方と交流できる場に参加し、様々な知識を身につけ、活かしていきたい。

参考文献

- ・内山一美, 前橋良夫."役に立つ有機微量元素分析", みみずく舎, (2008), pp.28-35.