

元素分析装置における分析技術習得

宮崎大学工学部教育研究支援技術センター
齋藤 泰男

はじめに

元素分析装置における分析技術は、平成 17 年度に教育研究支援技術センター(以下技術センターとする)技術職員のさらなる技術の向上を目的に、技術センタースキルアップ小委員会が、本学部教員に行った技術要望調査を元に、スキルアップ小委員会とマネジメント委員会で協議し実施されたものである。

この研修では、サンプル中の C, H, N の含有量を求める CHN 分析, 同じく C, H, N, S の含有量を求める CHNS 分析の二つの分析方法で研修を行った。今回の発表では利用度の多い CHN 分析について報告する。

キーワード：元素分析装置, 装置の保守管理, 予算の効率化

1. 研修目的

元素分析装置の利用技術習得し、将来的には学内・学外からの依頼サンプルの分析に対応できるようにする。

2. 研修内容等

平成 17 年 4 月～平成 19 年 3 月まで、フロンティア科学実験総合センター機器分析木花分室 3F 材料分析室において、下記のような内容で、平成 17 年度 155.5 時間、平成 18 年度 65 時間の研修を行った。

- ① 分析装置運転技術習得のための基本原理の習得。
 - ・装置を立ち上げられること。
 - ・原理を理解すること。
- ② 元素分析装置を用いた有機化合物(合成有機化合物, 天然物質, 土壌等)の測定。
 - ・元素分析(CHN 及び CHNS)の測定ができること。
- ③ 分析装置のメンテナンスを行えるレベルに達成するための、分解・修復・点検技術の習得。
 - ・燃焼管, 還元管(CHN 及び CHNS)の交換ができること。

以上、二年間の研修において元素分析装置の原理を理解し、装置のメンテナンスから依頼分析が出来るレベルに達した。以下に、装置について、依頼分析, 装置の保守管理, 予算の効率化等についてまとめた。

3. 元素分析装置について

元素分析装置(図 1 株式会社パーキンエルマー社製 PE2400 シリーズ II CHNS/O アナライザ)は、有機化合物の主構成元素である炭素, 水素, 窒素, イオウを燃焼分解により定量的に H_2O , CO_2 , N_2 , SO_2 に変換し、これらの各成分を測定し、試料の構成元素 C, H, N, S, O の

含有量を測定する装置である。元素分析は、有機化合物, 天然物などの同定および化学構造の推定, 無機物の分析などといった化学の分野, 土壌の分析といった土壌学の分野, また最近では環境科学の分野において最も基礎的かつ不可欠な分析手段となっている。

Emich, Pregl らによる微量分析が確立されて以来、有機化学の研究の進歩に果たした元素分析の役割は計り知れないものがある。その後、数多くの研究者達によってさらに改良が加えられ、試薬の進歩, 分析装置の発達により自動燃焼法が行われ、かつては名人芸と言われた元素分析法も、現在では容易に習得できる分析法となっている。この元素分析装置は、分析が全自動(60 サンプルの自動測定が可能)で行え、サンプル量が数ミリグラムから 500 mg までと、天然物のような微量サンプルから土壌分析のような大量サンプルまで測定可能であり、しかも測定時間が 1 分析 5 分以内と迅速に測定できるのが特徴である。



図 1 元素分析装置。

4. 測定原理 (CHN 分析)

機器は、オートサンプラー・燃焼管部・還元管部・検出部に大きく分けられる(図2)。スズカプセルに包んだサンプルを 950℃ に加熱された燃焼管に落下させ、酸素ガス中で燃焼させます。スズカプセルの高発熱反応により燃焼温度は1800℃以上となり、サンプルは分解燃焼し、ガスが発生する。



発生したガスは、燃焼管部で酸化触媒(EA-1000)により完全酸化され、CO₂、H₂O、SO₂、NO_xとなる。SO₂と熱分解時に生じたハロゲン等の妨害元素は種々の試薬(タングステン酸銀、酸化マグネシウム、バナジウム酸銀)で除去され、ガスは還元管部(640℃)へと流れていきます。還元管部では、還元銅によってNO_xがN₂に還元され、サンプルの燃焼に用いられた酸素の過剰分が吸収される(図3)。燃焼ガスは混合瓶に集められて混合され、一定圧力、一定温度に正確に制御され、完全に均一化される。ついでフロントクロマトグラフィーによりガスはH₂O、CO₂、N₂の各成分に分離され、熱伝導度検出器(TCD)によって検出され(図4)、サンプル中のC、H、Nの含有量が求まる。

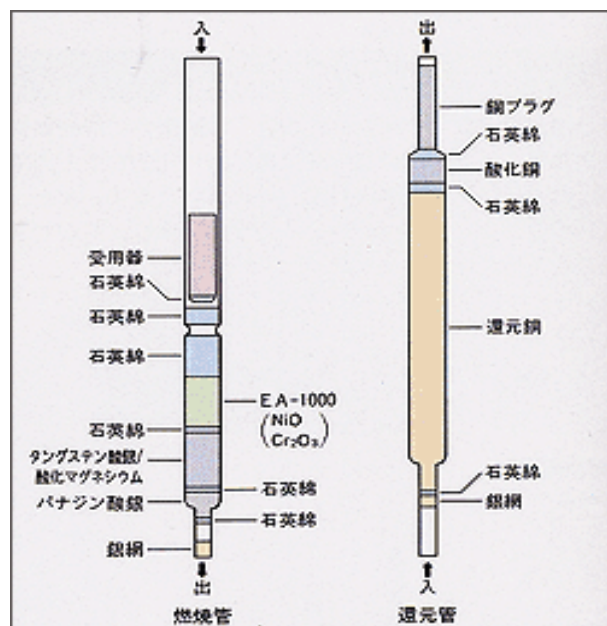


図 3 CHN モードの燃焼管と還元管。

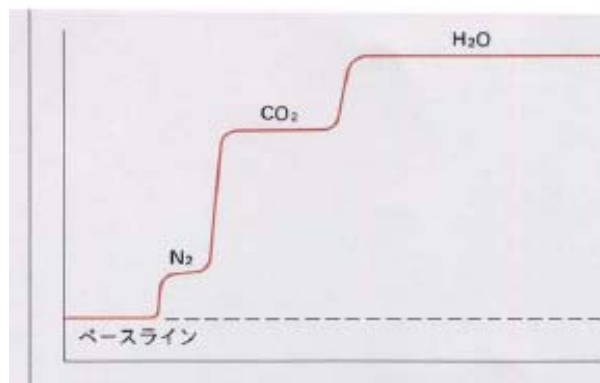


図 4 CHN モードのフロントクロマトグラム。

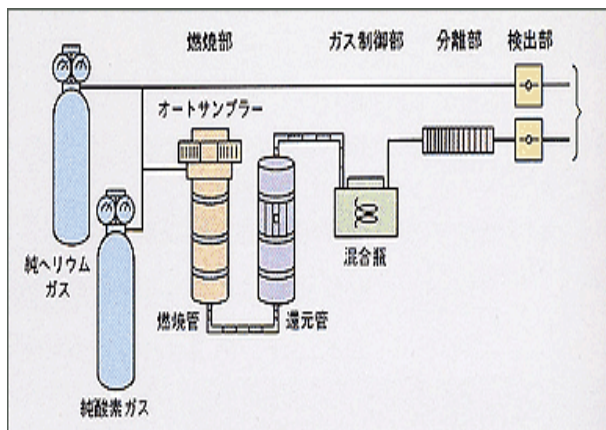


図 2 元素分析装置の構成。

5. 依頼分析

表 1 に依頼分析を行った (Aminomethyl) polystyrene (SIGMA-ALDRICH)の結果をまとめた。炭素含有量は、90.20%、水素含有量は 7.53%、窒素含有量は 1.15%となりメーカーが分析した結果(C: 89.97%, H: 7.72%, N: 1.11%)と、ほぼ同じ結果であった。分析が難しい高分子の分析結果であるが、信頼できる分析が出来たと言える。

表 1 メーカー分析結果と依頼分析結果比較。

測定元素	メーカー分析結果	依頼分析結果
CABON	89.97%	90.20%
HYDROGEN	7.72%	7.53%
NITROGEN	1.11%	1.15%

6. 装置の保守管理等について

分析装置のメンテナンスを行うために、消耗品である燃焼管・還元管の交換、装置の分解・修復等の点検技術が研修により習得できた。以下に装置の保守管理についてまとめた。

- ① 月 2～3 回程度の燃焼管、還元管等の状態確認及び装置立ち上げの点検を定期的に行っている。



図 5 燃焼管バイアル受けの清掃.

- ② 還元管及び燃焼管の交換時には、試薬等の前処理を行い充填する。



図 6 充填する試薬をセラミックス皿に入れ、ブンゼンバーナー上で約 30 分間加熱し、試薬中に含まれる水分や炭素を取り除く。

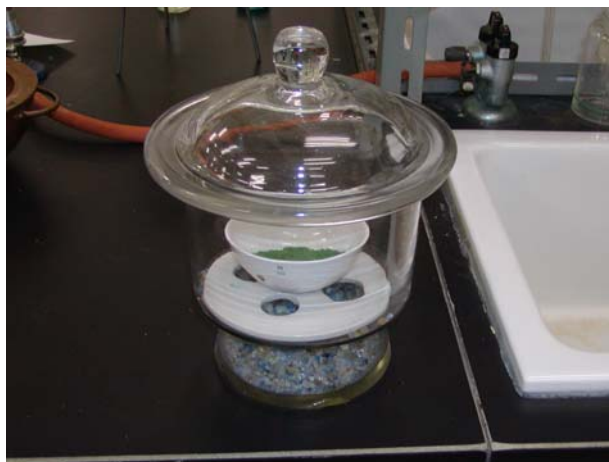


図 7 加熱後は、試薬が水分を吸収しないようにデシケーター内で冷却し、反応管に充填する。



図 8 簡易ドラフト内で還元管に還元銅を充填する。

- ③ 部品交換作業



図 9 燃焼温度が 1800℃ 以上になるヒーター部分の取替。

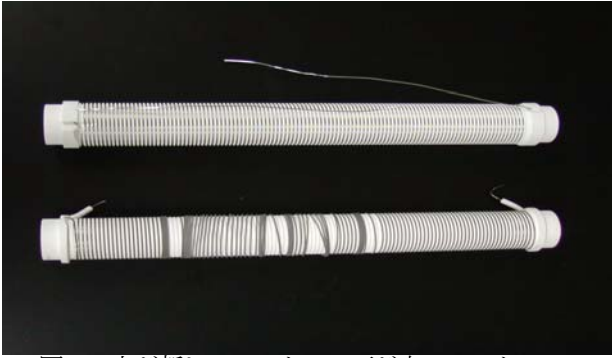


図 10 上が新しいヒーター，下が古いヒーター。

④ 利用者への講習会

平成 17 年度の研修を開始してから，年 1 回，元素分析の利用者講習会を開講している。平成 17 年度の参加者は 25 名，平成 18 年度の参加者は 39 名である。この講習会の受講修了者には講習会受講修了証を発行しており，この修了証の所持者だけが，装置を使用できるようにしている。講習会は，装置についての原理説明と受講者全員に対する操作指導及び，精密天秤を使った測定試料製作の指導を行った。



図 11 装置についての説明。



図 12 受講者全員に対する操作指導。



図 13 精密天秤を使った測定試料製作の指導。



図 14 スズカプセルを使い測定試料製作。



図 15 フロンティア科学実験総合センター機器分析木花分室 部門長による講習会受講修了証授与式。

7. 予算の効率化

装置の保守管理を行っているとき、消耗品（試薬や還元管、燃焼管等）などが、高価であることが分かった。CHN分析やCHNS分析等で使用している反応管は石英管を使用していることから高価である。そこで、熊本県荒尾市にあるガラス工場有旭製作所に反応管の製作を依頼し価格等の交渉を行うことで、予算の効率化を計った。いずれの石英管も、従来の価格に比べ2/3程度に抑えることができた。（表2）

表2 還元管・燃焼管年度別納入価格比較表.

品名	数量	従来の価格	制作依頼後の価格
燃焼管 (CHN)	1	¥30,240	¥19,950
還元管 (CHN)	1	¥28,350	¥19,950
燃焼管 (CHNS)	1	¥30,240	¥19,950

8. 元素分析装置年度別利用時間の比較

図16に、元素分析装置の平成16年度からの年度別利用時間をまとめた。研修を始めた平成17年度から装置の利用時間が増え、管理支援業務を受けた平成18年度では、平成16年度に比べ約8倍利用時間が伸びた。これは、保守管理をするようになり、ユーザーが使いやすくなったこと、また、著者への依頼サンプルが増えた結果を反映している。

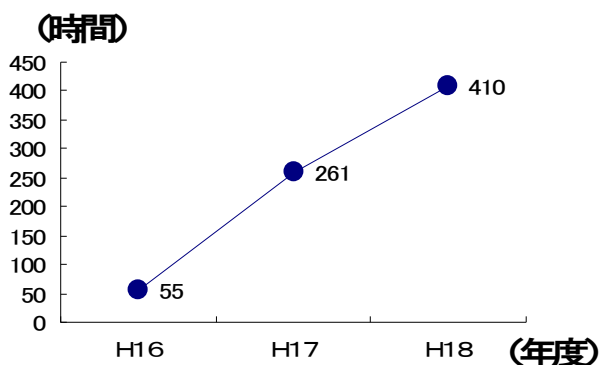


図16 年度別利用時間の比較.

おわりに

以上述べたように、元素分析装置運転技術習得が出来ることで、研修目的は達成出来たと思われる。しかし、さらなる技術の向上を目指し、新たな技術の習得や工夫をしていくことが重要であると考えている。

謝辞

本研修に際し、ご協力や詳細にご指導いただきました宮崎大学工学部物質環境科学科 菅本和寛助教 大榮薫助教 フロンティア科学実験総合センター機器分析木花分室 部門長 田畑研二教授 田辺公子講師に、深く感謝の意を表します。

参考文献

- 1) PE2400 シリーズII CHNS/O アナライザ ユーザ・マニュアル (株)パーキンエルマージャパン
- 2) 2400 II CHNS/O₂ 日常運転操作 (株)パーキンエルマージャパン
- 3) 平成13年度 機器・分析技術研究会報告
- 4) 平成17年度 実験・実習技術研究会報告集