

第 29 回有機微量分析ミニサロン報告

分析物質系 永田陽子

工学研究科・工学部技術部 分析・物質技術系

はじめに

平成 20 年 10 月 31 日に大阪大学産業科学研究所において開催された第 29 回有機微量分析ミニサロンに出席した。参加者は、大学、企業で主に有機微量分析を行っている 47 名であった。

下記に有機微量分析に使われる手法の特徴を述べる。

- ・ 元素分析の特徴
 - 化合物の純度に関する情報が得られる
 - ただし構造に関する詳細な情報が得られないこともある
- ・ NMR、MASS、X 線分析などの特徴
 - 特定の元素、部位に関する詳細な情報を得られる
 - 構造に関する詳細な情報が得られる

1. 元素分析技術研究会前世話人である吉田氏による「元素分析技術研究会の開催状況」が報告された。「元素分析技術研究会」とは、有機微量分析ミニサロンの関東版というものであり、活動内容はほぼ同じであるが、首都圏の大学、企業で元素分析を行っている人が対象である。

目的：元素分析技術研究会とは元素分析に従事する人が分析に関連する様々な問題に関して話し合い、知見を得ること、情報交換をおこなうことを目的とする

日時：平成 20 年度は 11 月 21 日に開催された

場所：東京・関東地方で行う（平成20年度は上智大学で行う）

出席者：40～50 名程度参加。最近では首都圏のみならず、東北地方等からの参加者も増加

内容：ミニサロンよりも紙の媒体にウェイトを置いた運営である

2. 情報交換において、窒素のベースラインが安定しない、天秤の使い方やメンテナンス、値が合わないサンプルなどについての討議があり、参加者より助言が得られた。特に値の合わないサンプルの解決方法として、原点カラム（金属やアミンといったシリカゲルに吸着されるような不純物を取り除く目的で行う精製）を行うなど具体的なアドバイスがあった。

N のベースラインが安定しない

絶対値は季節や環境によって変わりうるが、主な原因として考えられるものを次に挙げる。

- ・ 空気の混入（接続の不完全、Oーリングのなどの劣化）
- ・ 充填剤や石英ウールの詰めすぎによるガスの流れの阻害・
- ・ ガス流路での電磁弁の劣化

天秤について（他大学からの話題）

・ 隣の部屋に 400 MHz の NMR があり、磁場の影響を考慮しなくてはならない。電子天秤は 1 G 未満では影響を受けないので、NMR などの装置とは十分に距離を開ける必要がある。

・ 狭い部屋では、元素分析装置自体の熱で室温が変化するので、天秤への影響がある。

・ 温度が一定にならない時には、入口の戸を開けて、温度を調節するが、風の影響による天秤

へ影響を考慮しなくてはならない。

・天秤で読み取る値が一定にならず、どの値を使ってよいのか分からないとの質問に対し、天秤としての機械の特性を考え、天秤のふたを閉じてから、一定時間の値を読むことが挙げられた。

3. 「分析室紹介」およびQ & Aにて、GLP (Good Laboratory Practice) についての論議がされた。現在 GLP 対応がなされているか、また得られたデータの報告方法など、元素分析に取り組む姿勢について問う人が増えているとの報告があった。以下信頼性保証付きのCHN元素分析を行っている企業の例を示す。

1)最初に試料を受け取った時に、試料の受領書を発行する。。

2)紙で印字した秤量記録をとる。。

3)測定試料前後のブランク値が所定の範囲内にあるかどうかを調べる。Perkin Elmer 2400II においてはCのブランク変動が測定試料の前後で60以内、Hが同じく200以内、Nが同じく32以内である。この範囲の中に測定の前後で収まっているか確認する。

4)K ファクタ

測定試料の前にCに関しては ± 0.30 以内、Hは ± 0.70 以内、Nは ± 0.32 以内に収まっているか確認する。また、測定の前後にこの範囲の中で収まっていたか確認する。

5)測定試料の前後に標準試料を分析し、その標準試料のCHN分析値が ± 0.30 に入っていることを確認する。この ± 0.30 は絶対誤差であって、相対誤差ではない。

6)天秤のバリデーション

構造設備や手順、工程が期待される結果を与えることを検証し、これを文書とすることによって、目的とする品質に適合する製品を恒常的に製造できることを目的とする。

- ・月例点検 (内容不明) 毎月1回行ってそれを点検記録で残す
- ・バリデーションを行う日の朝に使用前点検を行う
- ・天秤の校正証明 1年に1回 メーカーによる証明書の発行
- ・分銅の校正、使用前点検の時に分銅を使用、その分銅は3年に1回校正を行う。

測定装置のCHN計は1年に1回メーカーによる定期点検を行い、点検証明書を発行

以上すべてのことをSOP(標準手順書 Standard Operating Procedures)で定め、そのSOPに違反していないかと言うことで信頼性保証の担当者が精査し、問題がなければ分析値は妥当であった。という判断が下される。

4. 最後に

元素分析は、数値でしかデータが表示されない為、結果にのみ固執しがちである。その結果に至るまでの因果関係などもできる限り把握しておく必要がある。CHNの含有量を測定するだけの元素分析の値だけではなく、試料作成の過程にもっと関心を抱くべきではないかと意見が出た。

参考文献

泉 美治ほか、「機器分析のてびき (2) (増補改訂版)」化学同人 (1991)