

第 42 回有機微量分析ミニサロンへの参加報告

2021 年 11 月 12 日

藤井 幸江

分析技術課

1 はじめに

有機微量分析ミニサロンは主に関西の大学・研究所・企業の元素分析従事者が集まり、日常の分析業務における疑問等を自由に話し合う場として年 1 回開催されており、今年度は感染症対策の観点からオンライン(Zoom 使用)での開催となった。総合科学実験センター常盤分室で所有する有機元素分析装置である炭素・水素・窒素同時定量装置 MICRO CORDER JM10(ジェイサイエンス)に関し、筆者は管理・測定を担当している。そこで、装置メンテナンスや測定・解析法について情報収集するため、有機微量分析ミニサロンに参加した。今年度の参加者は大学関係から 34 名、企業・研究所から 6 名の計 40 名であった。以下にその参加報告を示す。

2 プログラム

11 月 12 日(金)

10:30～ 接続確認

13:10～16:40

- ・ 質疑応答(Q&A 回答など)
- ・ 動画視聴と説明

14:40～15:20 はかり取り道具・自作スパーテルの作製方法

15:20～15:50 ボートによるはかり取り(特殊試料のはかり取りも含む)

15:50～16:20 スズカプセルによるはかり取り(特殊試料のはかり取りも含む)

3 動画視聴と説明

有機元素分析においては、「はかり取り」作業が分析結果を左右する大きなファクターとなる。「はかり取り」作業と聞くと単純で容易な作業に感じる人もいるかもしれないがそうとも言えない。常盤分室で所有する有機元素分析装置においては、検量線の作成時には標準試料について 0.5～2.5 mg の間でおおよそ等間隔で 5 点ほどの測定を行う。0.5～2.5 mg という量を多いととるか、少ないととるかは人によって判断が異なるかもしれないが、取扱いが比較的しやすい標準試料であるとは言え、ここで生じる標準試料のはかり取りの誤差はその後の分析結果の誤差に直結するため、検量線作成時の「はかり取り」作業には十分に気を遣う必要がある。

また、常盤分室で所有する有機元素分析装置では 1 回の分析に使用する試料量 2mg 程度であり、分析依頼者には提出する試料の量を容器に付着するロス分も考慮した約 10 mg 以上とお願いしているが、有機合成の最終産物となるとそれ以下で提出されることが多々ある。分析では試料を正確にはかり取り、一度はかり取った試料については、分析時に装置内で燃焼させるまで重量および性質ともに安定に保つ必要がある。しかし、依頼試料は未知の試料であることが多く、その性質は一様ではない。試料が固体なのか、液体なのか、高密度なのか、低密度なのか、揮発性なのか、吸湿性なのか、大気中では不安定なのかなど、それぞれの試料の性質に注意してはかり取り作業を行わなくてはならない。そのため、未知の試料を分析する際には、分析前に依頼者から試料に関する情報を十分に得ておく必要がある。そして、分析過程で試料を燃焼させるため一度分析に使用した試料は返却することもできないことも頭に

入れて作業を行う必要がある。このように、考慮すべき点が多々あるはかり取り作業は、容易とは言えない。

今回のミニサロンでは、この「はかり取り」作業に関する講習が行われた。講習では、講師により事前に作成された動画を視聴するとともに、それにあわせて講師より解説があった。試料の性質に応じてはかり取り時に使用するツールを適切に選択することで、はかり取り作業の正確性を保持できる。この講習を受け、分析結果に直接反映する「はかり取り」作業の正確性の重要性を十分に理解できた。

また、使用するツールの工夫として、市販のスパークテルをやすりで削り、試料のはかり取り時に使用しやすい形状に加工している事の紹介があった。市販のスパークテルの大きさはボートの容器口より大きく、はかり取り時に不便なところがあったため、自分のクセなどに応じた使用勝手の良いツールを作成したいと思う。

4 質疑応答(Q&A 回答など)

有機微量分析ミニサロンでは開催前に会の登録者にアンケートを実施し、有機元素分析に関する質問を募っている。事前にとったアンケートで以下のような質問が寄せられ、それに対して参加者より回答があった。

- 系統立った複数の試料について、複数回の分析が必要な場合、分析の順番は？
同じ試料について複数回測った後に次の試料を測る？

例) 測定順: 試料 A→試料 A→試料 A→試料 B→試料 B→試料 B→試料 C→試料 C→試料 C
異なる試料を順に測り、その後複数回繰り返す？

例) 測定順: 試料 A→試料 B→試料 C→試料 A→試料 B→試料 C→試料 A→試料 B→試料 C

- 製造停止となった機種に関し、異常が生じた場合にどう対応しているか？ など

この中で、装置メーカーに関する情報・起こりうる装置トラブルの具体例など、自分自身では知りえない情報について話題提供があった。総合科学実験センターとして重要と思われる情報については、課内でも共有ができ非常に有益であった。

5 おわりに

今回はオンラインでの開催となったが、動画を使用することで視覚的にも理解でき、またその場で講師が解説することで大変分かりやすい内容となっていた。

最近開催されるオンラインの講習・研修に参加すると、家庭の事情や旅費の都合でこれまで参加できなかった方が参加できるようになったと耳にする。特に女性にその割合は多いと感じる。オンラインでの講習・研修に関しては、コミュニケーションの難点など新たに生じる課題もあるが、こうした参加希望者へ参加の機会を広げておくためにも、参加形態の選択肢の一つとして重要であると感じた。