

有機元素分析講習会@琉球大学

【目的】 琉球大学研究基盤センターでは、(株)ジェイ・サイエンス・ラボ元素分析装置 JM11 が設備されているが、専門のスタッフがおらず運用がうまく進んでいない。そのうえ、元素分析に関する研究会や講習会は開催場所が遠いため、参加が困難な状況である。この装置に詳しい他大学職員を講師として派遣し現地で実技を交えた講習会を開催し、さまざまな測定依頼に対応できる手技を身につけて装置の有効利用に繋げることを目的とした。

【場所】 琉球大学研究基盤センター

【装置】 (株)ジェイ・サイエンス・ラボ元素分析装置 JM11

【講師】 平野 敏子 氏 (京都大学化学研究所 技術専門員)

坂田 文恵 氏 (京都大学大学院薬学研究科 技術専門職員)

【受講者】 琉球大学 (3)

【プログラム】

2月20日	15:00~16:00	装置の運用状況の確認と日常の注意点
	16:00~17:00	装置の整備状況の確認と日常の注意点
2月21日	9:30~10:45	天びんの使い方とひょう量の注意点
	10:45~12:00	マイクロパーテルの作製方法と特殊サンプルのはかり取り方法
	12:00~13:00	昼食休憩
	13:00~14:15	充填剤の充填方法と充填温度や劣化確認方法
	14:15~15:30	検出特性と測定方法について
	15:30~15:45	休憩
	15:45~17:00	質疑応答

【報告】

●2月20日(15:00~17:00)

装置の運用・整備状況を確認しながら、翌日の講習会に向けた簡単なアドバイスをいただいた。

●2月21日(9:30~12:00、13:00~17:00)

◆天びんの使い方とひょう量の注意点

有機微量元素分析において、ひょう量は最重要ポイントの一つであるため、まずは天びんの使い方について教わった。具体的には、以下を教わった。

◀設置環境▶

- ・室内の振動がないこと (入口付近はドアの開閉による振動あり)
- ・電源電圧が安定していること
- ・空気の流れが安定していること (空調からの風にも注意)

- ・室温・湿度が安定していること（空調にて調整）
- ・異常な磁場が発生していないこと（NMR 等）
- ・大気圧が安定していること（台風接近時は使用を避けたほうが良い）
- ・人の出入りが少ない
- ・天びん台が安定していること（天びんとコントロールユニットを同じ台に置かないこと）

《取り扱い》

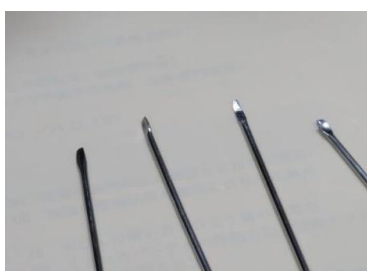
- ・天びん周辺及びびょう量皿の清掃
- ・水平調整
- ・ウォーミングアップ（電源を入れて安定するまで時間がかかる）
- ・びょう量容器（空焼き後は周囲の温度になじませるため、1 時間以上置くこと）
- ・びょう量皿の置き方（中央に置かないと四隅誤差を生じる）
- ・はかり取り方（試料を追加するのは問題ないが、減らすのは誤差が発生しやすい）
- ・びょう量後の読み取り（風防を閉じてから一定時間経過後に読み取る）
- ・定期的な校正（内蔵分銅での校正 + 検査用分銅）
- ・静電気対策（静電対策グローブ・スリッパ、除電器等）

◆ミクروسパーテルの作製方法と特殊サンプルのはかり取り方法

市販のミクロスパーテルでははかり取り辛いことがあるため、やすりで加工することにより、用途に合ったミクロスパーテルを作成することを学んだ。

特殊サンプル（潮解性・吸湿性・液体試料）のはかり取りについては、以下のことを教わった。

- ・潮解性、吸湿性の試料は、簡易的なグローブバッグを用いて、窒素雰囲気にてアルミ箔や銀箔に入れた後にはかり取る。アルミ箔は、市販のアルミホイルを加工して作ることも可能。
- ・液体試料は、マイクロチューブに毛細管現象により導入。揮発性の高い液体試料の場合は、さらに封かんを行う。
- ・粘性の大きい試料は、試料ボードにこすりつけてもよい。
- ・線状の試料は、ハサミでカットしてから試料ボードに入れる。
- ・試料によっては、三酸化タングステンを容器に敷き、その上にはかり取った試料を乗せて測定することにより、容器の汚染を防ぐことが出来る。



加工したミクロスパーテル



銀箔の畳み方



三酸化タングステンの導入

◆充填剤の充填方法と充填温度や劣化確認方法

以下のことを学んだ。

・ 共通：

・ 充填前に、マジックで位置を書きおくと分かりやすい。

・ 石英綿は、通気阻害を起こさない程度に詰めること

・ 取り付け後に管を引っ張って外れないか確認をすること。

・ 燃焼管：300～400 本分析ごとに交換（約 1 か月）

・ 酸化銅：酸化剤としての役割。1100°C以上で融着して燃焼管の破損を起こすので注意（通常 1000°C）。錯体など金属の汚染で劣化する。

・ サルフィックス（四酸化コバルト・銀）：硫黄捕捉剤。最適温度が 470～510°Cで、この場合の燃焼炉の最適温度は 800°C。低すぎても高すぎても弊害を生じる（還元銅の寿命を延ばすために 850°Cで使っていたが、戻すことにした）。

・ 酸化銅/酸化マグネシウム：フッ素除去剤（琉大ではこちらを充填）

・ タングステン酸銀/酸化マグネシウム：フッ素除去剤

・ 還元管：2/3～3/4 程度酸化したら交換。還元管ごと還元銅再生装置につなげて再生し、翌日本体にセットする。なお、還元銅の再生は状態により 4～5 回まで。

・ 還元銅：窒素酸化物の還元と余剰酸素の補足。チャネリングが起こらないように緊密に充填する（多い分には問題ない）。

・ 銀：ハロゲン捕捉剤。

・ 吸収管：水・CO₂ 吸収管ともに 2 週間を目途に交換。

・ 過塩素酸マグネシウム：水吸収剤。緊密に充填すると通気阻害を起こすため、隙間が出来ない程度にゆるく詰める。

・ ソーダタルク：二酸化炭素吸収剤。通気阻害を防ぐために、高流量型を用いる。

◆検出特性と測定方法について

以下のことを学んだ。

・ 標準試料の選択：依頼試料に応じて選択（よく似た含有率、よく似た構造）

→依頼分析用の調査シートを作成

・ 依頼試料分析の信頼性の確保（様々な含有率、含有元素、試料量）

→標準試料のバリエーションを増やす

【感想】

有機微量元素分析に関しては、基本的なことは習得していたが、「微量」を「正確」に測定するためには、様々なことに気を配る必要があることが、本講習会を通して十分理解出来た。人数が少なかったため、より密度の濃い講習会になったと実感している。学んだことが多すぎて現時点では整理が出来ていないが、少しずつ技術を習得し広報を行うことにより、

学内外の利用者（依頼者）を増やしていきたい。

【講師よりコメント】

昨今、大学技術職員の定員削減や、前任者と後任者が入れ替わりで配置されるなどの理由により、初見の装置の管理を任される事例が増えている。前任者がいない場合、マニュアルが完備されていて装置を動かすことができたとしても、サンプルの特性に応じた測定方法、設置環境の詳細な注意点、メンテナンスの方法やその頻度など細かな点までを理解して実施することは困難で、ある程度の経験年数が必要である。しかしながら、現場では即戦力が求められ、さまざまな依頼にすぐに対応しなければならない。そこで長年依頼測定を行っている経験者のノウハウを、現地で装置を前にして伝えることは、言葉を重ねるよりも理解が進みやすく大変有益なことだと思われる。今回、担当技術職員の方がとても熱心に積極的に講習を受け入れて下さり、質問も具体的で詳しく説明をすることができた。少しでもお役に立てたならば幸いである。ぜひ、今後もこのような機会が増えることを望んでいます。

平野 敏子 （京都大学化学研究所 技術専門員）

坂田 文恵 （京都大学大学院薬学研究科 技術専門職員）

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：有機元素分析講習会

日時：2020年2月20日～21日

（1）研修会の満足度を教えてください。（以下のいずれかを記入）

大変満足

（2）研修会への参加動機を教えてください。

本学では有機元素分析装置(JM11)を所有・共用化しており、基本的な測定方法は身につけているが、特殊試料（潮解性・揮発性・液体試料）への対応が不十分であるため、応用を広げることにより学内外の利用者増を目指したかったため。

（3）研修会で得たものを教えてください。

・有機元素分析において、最も重要なことは秤量であること。具体的には、「手順・作法」「静電気対策」「空調対策」「器具（スパーテル、試料ボード）」「マイクロ天秤の管理」等を学んだ。

- ・ 燃焼管・還元管・吸収管（水・二酸化炭素）の充填方法及び取り付け方
- ・ 特殊試料（潮解性・揮発性・液体試料）の計り方について

（4）この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えてください。

本学の元素分析装置は、既に学内外ともに利用できる状態であったが、これまで錯体・高分子の分野でしか需要がなかった。今回の研修会を通して測定の幅が広がったので、それを講習会等で紹介することにより、需要が広がることを期待する。

（5）今後どのような講習会があれば参加したいですか。（企画したいですか）

- ・ DNA 抽出～シーケンシング～解析の一連の操作
- 今後、DNA シーケンサーの管理を行うことになる可能性があるため。

（6）ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

3月の岡山大学での元素分析講習会がなくなり、大変残念に思ってたところ、本学開催で講習会を行えることになりました。人数が少なかった分、より内容の濃いものとなりました。またそれ以上に、有機元素分析における人のネットワークを構築できたことが大きいと思っています。

本講習会にて講師を担当していただいた京都大学の平野様、坂田様及び大学連携研究設備ネットワークの大原様に深く感謝いたします。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名：有機元素分析講習会

日時：2020年2月20日～21日

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

液体や粘性の高いサンプルなどの測定方法が分からず、利用用途が限定されていたため。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

液体試料や粘性の高いサンプルの封入方法が分かった。また、検量線の引き方(複数標準物質で引く、未知試料と量を合わせるなど)、燃焼管のメンテナンス方法や頻度を学んだ。また、必要な道具(スパーテルやサンプルカップなど)を自作していることがわかり、大変勉強になった。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えてください。

測定できるサンプルの幅が広がったため、周知することで利用が増える可能性がある。

(5) 今後どのような講習会があれば参加したいですか。(企画したいですか)

工場排水試験方法(JIS)の実際の測定手順を学びたい

フレーム原子吸光法、ICP 発光分光分析法など

(6) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

参加人数の少なかった分、疑問に思ったことがすぐ聞けて、大変有意義な講習会になりました。また、自大学の装置を使ったことで機器の設置の仕方の問題点がわかり、すぐに改善することができたのも大きな成果になりました。

この度は貴重な機会をいただきありがとうございました。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（個人用）

参加講習会名：有機元素分析講習会

日時：2020年2月20日～21日

（1）研修会の満足度を教えてください。（以下のいずれかを記入）

満足

（2）研修会への参加動機を教えてください。

私自身は元素分析の担当でないが、講習がどのように行われるのか関心があり、また講師が他大学職員ということで、技術職員の交流を図れるとよいと考えた。

（3）研修会で得たものを教えてください。

普段の作業方法を落ち着いて聞き取ってからアドバイスを与える指導方法が大変参考になった。

秤量の勘所

（4）この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えてください。

当該装置の担当ではないため、わかりません。

（5）今後どのような講習会があれば参加したいですか。（企画したいですか）

（6）ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

偶然に面白い機会が得られました。ありがとうございました。