

共通機器利用者の要望に応えるための取り組み

○古内 有希、茅森 俊介
東北大学工学部・工学研究科技術部

1. はじめに

所属する工学部化学・バイオ系共通機器室は12種類16台の機器を保有しており、管理者として常日頃より学科内の利用者に対する分析指導や外部から依頼分析を請け負っている。近年、利用者の研究分野が多岐に渡り、以前より要望も高度になっている。担当装置の一つである誘導結合プラズマ発光分光分析装置（ICP-OES）においては有機溶媒試料やアルカリ金属含有試料等の従来の方法で容易に分析できない試料が増加している。本報告はICP-OES利用者の様々な要望に応えるために自ら課題を発見し、解決のために取り組んだ成果について述べる。

2. 方法・手段

以下のような流れで取り組みを行った。

- 1) 要望・課題の収集：
利用者から要望のヒアリング，これまでの受託分析における問題点の洗い出し等
- 2) 立案・計画：
内容の精査，改善策の考案，コストの試算
- 3) 予算申請・獲得：
科学研究費（奨励研究），学内助成金申請書の作成
- 4) 実施：
計画に沿った検証，分析，解析
- 5) 成果の活用・公開：
利用者向け教材・指針の作成・公開，学会，研究会での情報発信

3. 取り組み

3.1 有機溶媒試料の直接測定法の確立（平成29年度奨励研究）

触媒試料や有機-無機ハイブリッド材料など，反応液として有機溶媒を使用した試料が近年多い。これらの試料の評価のために有機溶媒の状態のまま測定したいという要望があったが，ICP-OESは無機水溶液の元素分析装置であるため従来このような試料は分析できなかった（図1）。これは有機溶媒を導入することで煤の発生等が起こりプラズマを不安定化させるためである。そこで試料導入部の改良を行い，試料導入量の制御と酸素ガス添加ラインの追加と有機溶媒用にプラズマ条件を最適化することで煤発生を抑えこの問題を解決した（図2）^[1]。

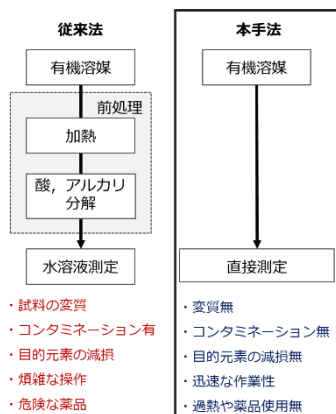


図1 従来法と本手法の比較

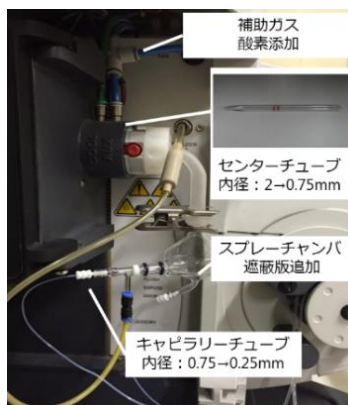


図2 改良したICP-OES導入系

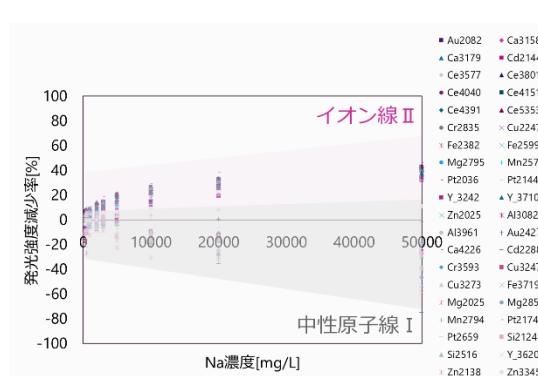


図3 測定元素とNa濃度の影響評価

3.2 イオン化干渉対策指針の作成（平成 30 年度奨励研究）

生物・バイオや医薬系の研究分野で扱っている生体試料中の微量元素の分析要望も近年高まっている。実際に自分自身でこのような試料の依頼分析を行った経験があるが、試料に含まれるアルカリ金属による干渉のために正確な分析ができなかった。アルカリ金属はイオン化しやすいため、共存する目的元素のイオン化効率を変化させ定量値へ誤差を生じる（イオン化干渉）。しかし、どのような濃度でどの程度干渉が生じるかといった具体的な知見はほとんど無いため、我々だけではなく多くの現場で干渉自体に気づかず正確な分析ができていない現状であることに危機感を持った。そこで干渉が生じる条件（アルカリ金属の濃度範囲、定量値への具体的な影響量等）を網羅的に評価し（図 3）、正確な分析のための対策指針を自ら作成し、新たな知見として学内外に広く情報発信を行った^[2]。

3.3 有機、生体試料中の炭素による干渉対策（平成 31 年度奨励研究）

3.1 の成果より有機物含有試料の測定が可能となったが、無機水溶液と比較して感度が低下していることが問題となった。これは有機物の分解に多くのエネルギーが消費されるためである。検証を行った結果、g/L 程度でも感度低下や炭素による分光干渉を生じることがわかった。多くの研究試料は有機物（炭素）を含んでいるため、干渉を考慮しなくてはならないことが示唆された。そこで様々な有機化合物種、含有濃度で炭素干渉の程度を詳細に調べ、対策の指針となる知見を得ることができた。

4. 成果

上記の取り組みを経て様々な試料（触媒、有機-無機材料、医薬品、生体、錯体等）の正確な分析が可能となり、利用件数、適用分野の幅が拡大した（表 1）。これらの成果は利用者用の手順書や指針としてまとめ、学生指導の場で活用している。今後も問題意識を持って ICP-OES に限らず他の装置についても積極的に利用者支援を行っていく。

表 1 取り組みの概要

テーマ	有機溶媒直接測定法の確立	イオン化干渉の影響評価	炭素干渉の実態検証
予算	平成29年度科学研究費（奨励研究）	平成30年度科学研究費（奨励研究）	平成31年度科学研究費（奨励研究）
課題	プラズマの不安定化、炭化物（煤）の生成	干渉の生じる条件、程度が不明	干渉の生じる条件、程度が不明
開発	試料導入部の改良	定量値への影響評価、干渉対策	定量値への影響評価、干渉対策
利用分野	有機合成、医薬、石油化学	バイオ、環境	バイオ、ナノ材料
活用	メソッドのデータベース・マニュアル化 学外発表による情報公開	利用者にリファレンス・指針の作成 学会発表による情報公開	利用者にリファレンス・指針の作成

参考文献

- [1] 古内有希, 茅森俊介, “ICP-OES における有機溶媒試料の直接測定と高感度化の実現”, 平成 29 年度東北大学総合技術部職員研修技術発表会, 2017 年 11 月 17 日
- [2] 古内有希, 茅森俊介, “ICP 発光分光分析法におけるイオン化干渉効果の量的評価”, 日本分析化学会第 67 年会, 2018 年 9 月 13 日

謝辞

本内容は平成 27, 28 年度工学研究科・工学部技術職員技術開発助成及び JSPS 科研費 17H00423, 18H00303, 19H00288 の助成を受けて行ったものであり、ここに謝意を表します。