

有機微量元素分析における硫黄,ハロゲン分析法

○徳光 藍、武田 希美、岡 征子

北海道大学 創成研究機構 グローバルファシリティセンター 機器分析受託部門

1. はじめに

当部門の元素分析室では、有機合成化合物や天然物等の炭素・水素・窒素、硫黄・ハロゲンの受託分析を行っている。硫黄・ハロゲン分析法については、前処理として酸素フラスコ燃焼法、調製溶液の定量にはイオンクロマトグラフ法を採用している。^[1] 酸素フラスコ燃焼法は、1892年、ヘンペルが石炭および有機化合物中の硫黄の定量をマクロ法で行ったのが始まりで、その後シェニガーがマイクロ法による硫黄、ハロゲンの定量を完成させたといわれているが、本法は現在でも広く利用されており、日本薬局方にも掲載されている^[2]。しかし、自動化された装置を使う方法ではなく手作業による細かい操作が必要であり、実験条件については標準化されたものが存在しないため、分析技術者が各自で検討を行わなくてはならない。発表者は、当部門元素分析室で行われてきた方法を習得した。いくつか検討した点も含めて本法を紹介する。

2. 実験方法

まず前処理操作について説明する。図1に示したフラスコと白金網を取り付けた栓を組み合わせて使用した。図3に分析の流れを記載する。1、ろ紙をカップ状にした容器に試料を量り取る。それを扇形にカットし三つ折りにしたろ紙の中に導入する。さらにそれを三つ折りにし、ろ紙の一部は細長くカットし導火線とした。2、これを栓に取り付けた白金網で包む。3、フラスコ内部を酸素で満たした後、ろ紙の先端部に着火し、素早く栓をフラスコに挿入し、逆さにして密閉する。試料を包んだろ紙は、フラスコ内の酸素と反応して瞬間的に燃焼分解する。4、5、燃焼分解ガス中の硫黄、ハロゲンは、あらかじめフラスコ内に入れておいた吸収液に、硫酸化物、ハロゲン化物として回収する。

次に、あらかじめ溶離液を流して安定させておいたイオンクロマトグラフ装置に、調製溶液をオートサンプラーで導入し、測定した。検量線には、5点の異なる濃度に調製した標準試料を用いた。イオンクロマトグラフ装置は図2に示したサーモサイエンティフィック社製 ICS-1600 に陰イオン測定用カラム Dionex Ion Pac AS12A とガードカラム Dionex Ion Pac AG-12A を取り付けて使用した。溶離液には、0.3mM 炭酸水素ナトリウムと2.8mM 炭酸ナトリウムの混合溶液を用いた。測定結果から、硫黄およびハロゲンの含有率(%)を求めた。



図1 酸素燃焼フラスコと白金網付き栓



図2 イオンクロマトグラフ装置 ICS1600

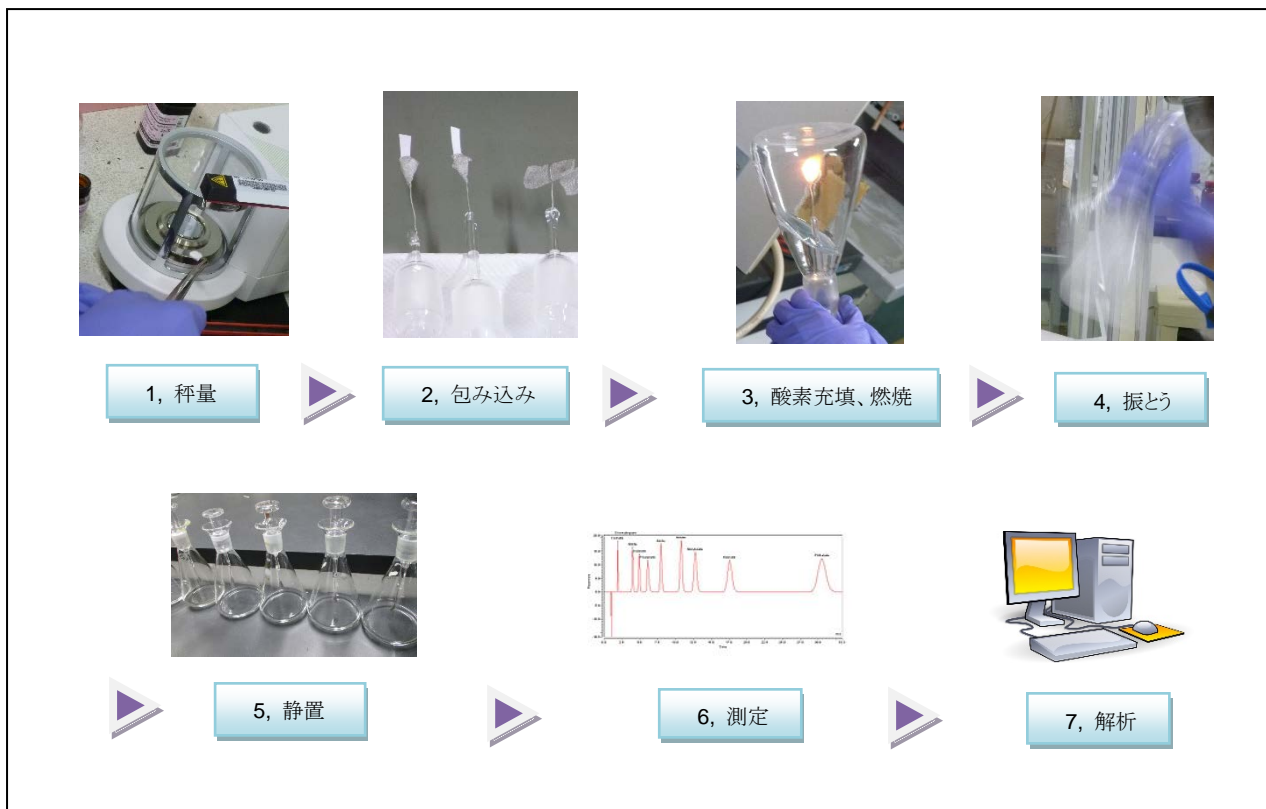


図3 分析の流れ

3. データについて

検量線に用いた標準試料以外の試料における硫黄、フッ素、塩素を定量した結果を紹介する予定である。

4. おわりに

今後も、利用者や他の研究機関の技術者の情報を取り入れ、さらなるサービスの向上を目指して検討を続けていく予定である。また、引継ぎをさせていただいた北海道大学創成研究機構グローバルファシリティセンター オープンファシリティ部門の木内美和様に深く感謝致します。

5. 参考文献

- [1] (社)日本分析化学会 有機微量分析研究懇談会、内山一美、前橋良夫 「役に立つ有機微量元素分析」 株式会社 みみずく舎、株式会社 医学評論社(2008)
- [2] 財団法人 日本公定書協会 武田正一郎 「第十五改正 日本薬局方」 株式会社 じほう(2006)