

有機微量元素分析メンテナンスについて

永田陽子

工学系技術支援室 分析物質技術系

概要

有機微量元素分析装置は有機化学に必須の装置である。測定原理は燃焼法を用いており、試料導入部から試料を装置内へ導入し、燃焼部にて試料中の元素を酸素雰囲気下で 950 度程度にて CO_2 、 H_2O 、 NO_x に変換する。途中に挟まれた銀網がハロゲン、イオウを吸着する。その後、ガスは還元部へと移動し、還元カラムにて余分な酸素を還元銅が吸着させ、一定圧力一定温度の混合甕で完全に混合させる。混合したガスはクロマトグラフィを用いて分離し、検出部で熱伝導度を測定し、試料中の炭素、水素、窒素の濃度を測定する。今回は燃焼部のカラムが装置内で損傷する事が多かったため、保守管理について報告する。

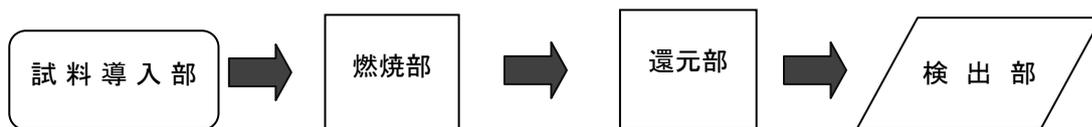


図 1. 元素分析装置の構造図

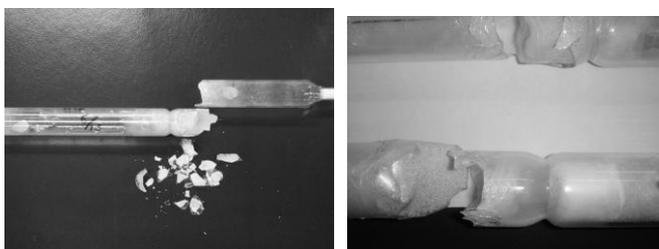


図 2. 割れた燃焼部のカラム

1. 炉の機能低下の検討

燃焼部にてカラムが損傷する箇所は、使用する酸化触媒(酸化ニッケル、三酸化クロム)の充填部分であった。この為、酸化触媒と接触する部分のみ

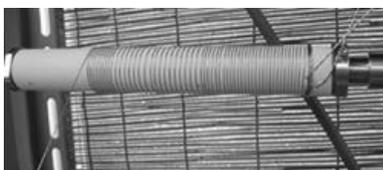


図 3. 炉の修理

炉の温度が上昇している可能性が考えられた。その事から炉のヒーター部分のカンタル線を交換し、修理を行ったが、結果は変わらなかった。

2. 酸化触媒とカラムの組み合わせについての検討

酸化触媒(酸化ニッケル、三酸化クロム)は A 社製、B 社製を用いた。また燃焼カラムは当大学の実験実習工場ガラス工作室で作成したものおよび B 社製を用いた。これらの組み合わせを検討したが、改善は見られなかった。

3. 前処理方法の検討

燃焼カラムにて使用する酸化触媒(酸化ニッケル、三酸化クロム)の前処理方法の改良を検討した。これはカラムに使用している石英ガラスが損傷する一因にアルカリ金属と石英ガラスが高温下で結晶化を起こすことが原因であると推測した為である。従来法では使用する試薬である酸化触媒(酸化ニッケル、三酸化クロム)およびタングステン酸銀/酸化マグネシウムは、電気炉で加熱する前処理を行っていた。しかし、汚染源となり易いアルカリ金属の沸点は900℃程度であり、電気炉内のような閉鎖した環境で加熱処理を行うよりもバーナーとるつぼを用い、開放された環境で加熱処理を行った方がアルカリ金属などの不純物が揮発するのではないかと考え、前処理方法をバーナーとるつぼを用いて行い、従来法と比較した。前処理方法を変えた事により、酸化触媒(酸化ニッケル、三酸化クロム)中のアルカリ金属の量が減少した事が分かった。



図. 前処理方法1



図. 前処理方法2

4. 炉の温度調整機能の検討

炉の温度が設定温度以上に上昇している可能性があるため、温度コントローラーの故障を疑い、交換を行った。



図. 本体に温度センサー
が装着しているところ



図. 交換後の温度センサー

結果

温度センサーの交換を行ったことによって温度管理を確実に行う事が出来るようになった。また酸化触媒(酸化ニッケル、三酸化クロム)の前処理方法を改善した事により不純物を除去する事が出来たと考えられる。以上の結果より燃焼カラムが損傷する現象が起きなくなったと推測できる。

今後の方針

アルカリ金属は環境中に多く、容易に汚染されると考えられるので、カラムの洗浄および酸化触媒などの試薬の不純物を前処理によって十分に除去する事により、器具の損傷を避ける事ができると期待する。