

「第5回フローインジェクション分析技術講習会」報告記(I)

群馬大学工学部応用化学科

板橋 英之

平成14年7月30日、猛暑の中、千葉大学西千葉キャンパス（ホスト小熊研究室）において「第5回フローインジェクション分析技術講習会」が開催された。筆者は第3回の講習会（平成11年11月山梨大学にて開催、本誌17号参照）から、“縁”（16号p.271参照）あって実習担当を仰せつかっているが、まだ報告記を書いていないことが本誌編集委員長の耳に入ってしまった、今回、駄文で恥をさらす羽目になった。さらに、残念？なことに、筆者は講習会当日群馬から出て来たため、午前中に行われた講義を聴くことができなかった。講義の内容に関しては参加者の記事を参照いただくとして、ここでは、実習を中心に報告することをお許しいただきたい。

本講習会は2001年に上水試験方法が改正され「連続流れ分析法」が新規に採用されたことに伴い、“上水の分析業務に携わっている方で新たにFIAに取り組むことを予定している方”を主なターゲットに企画されたものである。参加者は17名で、何れも企業の中堅・若手研究者である。

午前中講義（「改正上水試験方法とFIA」講師：小熊幸一（千葉大工）、「FIAの原理と基礎」同：酒井忠雄（愛知工大工）、「FIAの実際：前処置技術のオンライン化と科学分析の自動化」同：本水昌二（岡山大理））が行われ、実習は午後1時30分から5時まで、小熊研究室の斜め向かいの部屋（小熊研がある建物は新築で冷房完備、大変快適）で行われた。この部屋にFIAシステム7台を持ち込み、以下の4テーマについて実習を行った。

テーマ1 FIAシステムの構築と検量線の作成 担当者：手嶋紀雄（愛知工大）

テーマ2 超微量ホウ素のFIA 担当者：永田昌嗣（鋼管計測）

テーマ3 上水試験項目に採用されたFIA 担当者：樋口慶郎（エフ・アイ・エー機器）

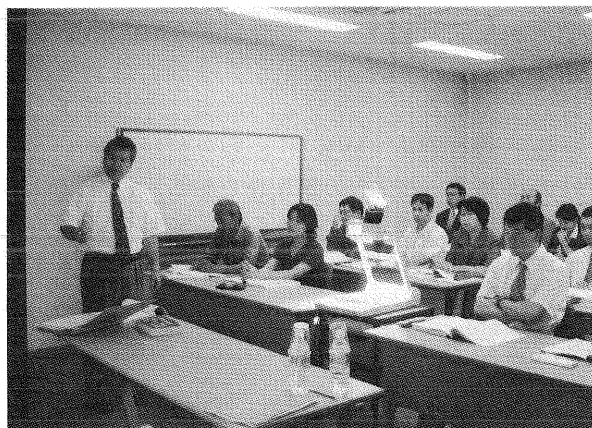
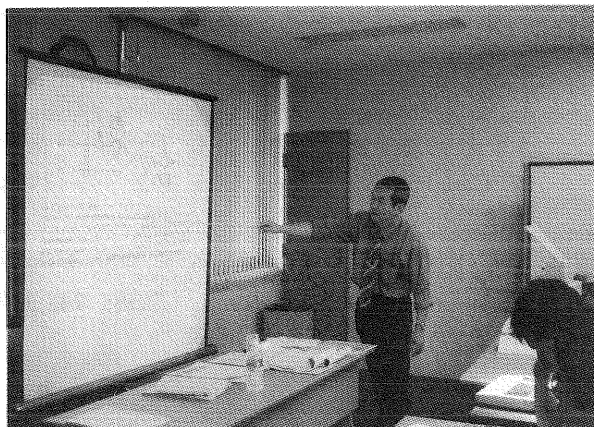
テーマ4 FIAシステムを利用した溶媒抽出 担当者：板橋英之（群馬大工）

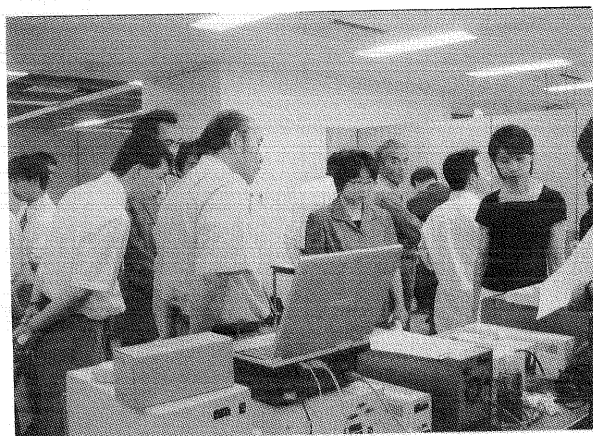
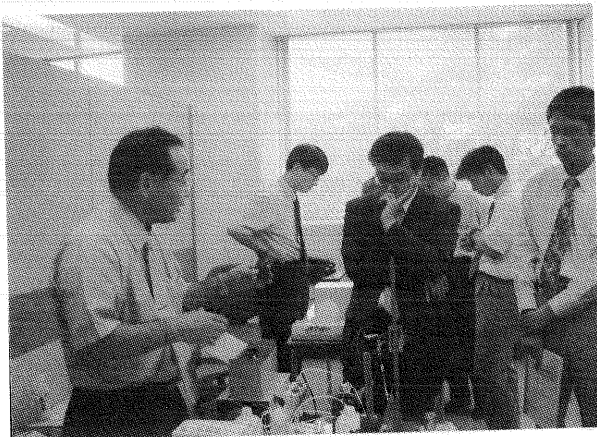
当日は、参加者を4組に分け、1テーマ30～40分程度でローテーションし、参加者全員が4テーマすべてについて実習する形式をとった。

テーマ1では、参加者自身に1,10-フェナントロリンによる鉄(II)のFIAとナフチルエチレンジアミンによる亜硝酸イオンのFIAのシステムを組んでもらい、ピーク高さに及ぼす反応コイル長さの影響、サンプル注入量の影響、流速の影響について実習した後、検量線の作成を体験してもらった。本テーマの最大の目的は、FIAの簡便さと再現性の良さを知ってもらうところにあったが、機械の調子が悪く、悲惨な結果となった。ボスの酒井先生も巻き込み、復旧に当たったところ、インジェクターのサンプルループのつなぎ方が原因であることが判明した。早々につなぎ直し、試料を繰り返し注入したところ、ピーク高さはバッチリ同じになり、FIAの再現性の良さを披露することができた。また、このハプニングによって、FIAではテフロン管のつなぎ方のような極めて基本的なことが大切であることをお見せすることができた。

テーマ2では、クロモトローブ酸の蛍光測定を利用したホウ素のFIAを、市販の装置を用いて、その測定法の原理とシステム構成を中心に解説した。本法は極めて高感度であり、超微量のホウ素の定量が可能である。テーマ1とは異なり、本テーマでは、完成されたFIA装置の美しさを使い勝手の良さをアピールすることができたと思う。

テーマ3では、上水試験方法に採用された項目のうち、





アンモニア性窒素、硝酸性及び亜硝酸性窒素、リン酸イオンの測定が可能な装置3台を持ち込み、システムの解説と実試料測定の実演を行った。アンモニア性窒素の測定では、オートサンプラーとデータ処理装置もつなぎ、自動測定が可能であることを披露した。また、本テーマでは、エフ・アイ・エー機器の女性社員2名が説明に加わり、美女と野獣状態の解説で、意味不明ではあるがFIAの奥の深さも披露できたものと思う。

テーマ4では、亜鉛(II)のジチゾン抽出をフローシステムで行う方法について解説した。本システムでは、ジチゾンによって着色した緑色の有機相と無色の水相が交互にセグメントを形成しテフロン管を流れていく様子と、亜鉛の抽出によって有機相が赤く変色していく様子を観察してもらった。セパレーターで有機相と水相を分離するところでは、このパーツの開発者である本水先生にご登場いただき、熱弁を振るっていただいた。その他、ガス拡散ユニット、イオン交換カラム等の前処理部品についても実物を用いて、その構造や使い方を解説した。

以上、今回は上記4テーマについて実習した。参加者から、「実際にシステムを組むことができてよかった」、「FIAの迅速性と再現性の良さを実感できた」等の意見が寄せられた反面、「もう少し高度な内容の実習も体験したい」、「もっと実習の時間を増やしてほしい」等の意見も聞かれた。次回はこの点も考慮して計画したい。

また、実習終了後、懇親会を行ったが、参加者、講師、学生が一体となって大変和やかな雰囲気形成することができた。次回の講習会では懇親会をやりながら実習を行うことも計画したい。極めて活気のある実習になるものと推察される。

最後に、実習を手伝ってくれた小熊研究室のクーさん(タイからの留学生)をはじめ、懇親会を盛り上げてくれた千葉大の学生と三浦さんに感謝いたします。

第5回 FIA 技術講習会を受講して(II)

(株)日本総合科学 岡村 美奈

7月末に千葉大学で行なわれた第5回 FIA 技術講習会を受講しました。現在当社では、オートアナライザーで栄養塩の分析を行なっておりますが、FIA は導入しておりません。

私はそれまで FIA についてはほとんど知識がありませんでしたが、当社の水質分析に将来導入しようという計画がありましたので、勉強のために参加させていただきました。

初心者ですので、午前中の講義にも、午後の実習にも興味がありました。

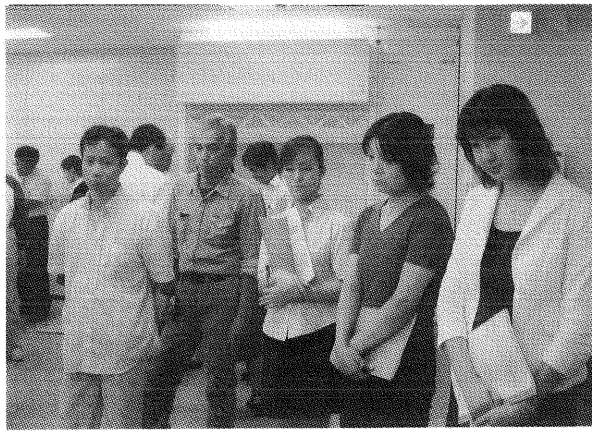
午前中には、三人の先生方から FIA の基礎から実用例までの講義を受けました。特に今回は2001年に改訂された上水試験方法で、新規に10項目について連続流れ分析法が採用されたということで、いくつかの項目についてデータを交えながら説明をしていただき、大変参考になりました。FIA の少試料、少廃液、高い再現性などの特長は、毎日多くの試料を分析する私どもにとっては有用であるという印象を受けました。

午後の実習では、FIA の装置に触れたり、デモンストレーションをしていただいたりしました。実際に装置を動かしてみて、手分析をそのまま自動化、という印象が強まりました。反応試薬の調合や反応コイルの長さ、巻き方など、自分で調節したり工夫したりすべき点がたくさんあるのが、良い点でもあり、難しい点でもありました。

できれば実習で普段分析している様々な試料を持ちこませて頂いて、分析を試みたいと思いました。

排水分析についてはまだ公定法とはなっていませんが、将来的にはその方向に進んで行くと思われまますので、前処理も含めた FIA のシステムが構築されることを期待しております。

懇親会も含め、とても楽しく有意義な1日でした。ど



うもありがとうございました。

第 5 回 FIA 技術講習会を受講して(III)

ロート製薬(株) 高橋 京子

2002年7月30日、千葉大学にて行われた第5回フローインジェクション分析技術講習会を受講しました。私は最近、幾つかのFIAに関する論文を読む機会があり、FIA分析にたいへん関心を持っておりました。日頃、仕事ではHPLC法を使用することが多いのですが、FIAが迅速且つ簡便な方法であることから、ぜひ使用してみたいと思っておりました。そこで雑誌等を探してFIA分析技術講習会の存在を知り、念願がかなって今回講習会に参加させていただくことができました。

講習会は、講義と実習から構成されており、午前中の講義では、FIAが上水試験方法として採用されるなど、広く普及してきていることを知りました。またFIAの原理や基礎についても丁寧に教えていただき、大変参考となりました。数々のアプリケーションについての紹介もあり、FIA分析の実施例がとて多く、多岐分野にわたり様々な応用がなされていることを知りました。講義の内容は大変充実したものでした。

午後の実習では数人の班に分かれ、実際にFIA装置を使わせていただきました。HPLCに比べシンプルな装置であるにもかかわらず、分析時間がたいへん短く迅速に結果が得られ、予想以上に再現性が良好であることに驚きました。使用する溶媒量も少なく、環境にやさしい試験法であることがあらためて認識できました。また分析条件(インジェクション量や反応コイル長さなど)を変更して、それらの因子が試験結果にどういった影響を及ぼすのかなどを、実験しながら学ぶことができ、FIAを理解する上で大変よい経験となりました。実習に参加することによって分析条件の検討が感度や精度に大きく反映され、重要であること



が実感できました。FIA分析では、自分自身で装置を組み上げていきますが、これは楽しみなことであると同時に大変難しいことで、多くの知識と経験が必要であるということもわかりました。

講習会に参加させていただいて、大変勉強になり、またFIAへの期待は更に膨らみました。今回学んだ知識を今後の仕事にも取り入れていけたらいいなと思っております。講師の先生方、どうもありがとうございました。

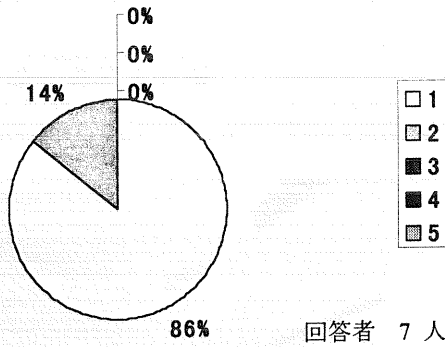
第 5 回 FIA 技術講習会アンケート結果

第 5 回 FIA 技術講習会実行委員会

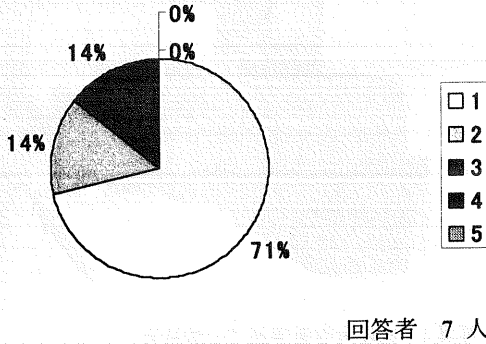
本実行委員会は、受講者の方々に協力いただき、A～Gのアンケートを行いました。以下に結果をまとめます。この結果を踏まえ、今後もより良い講習会を開催して行こうと考えています。

- 1: そう思う
- 2: どちらかと言えばそう思う
- 3: どちらともいえない
- 4: どちらかといえばそう思わない
- 5: そう思わない

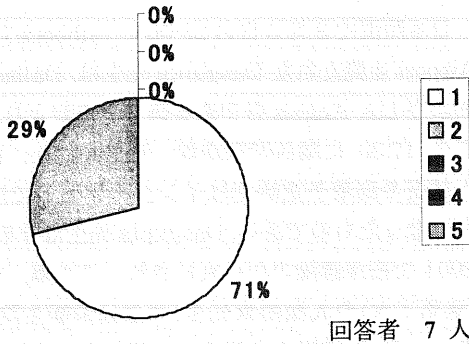
質問 A テキストの内容は適当でしたか。



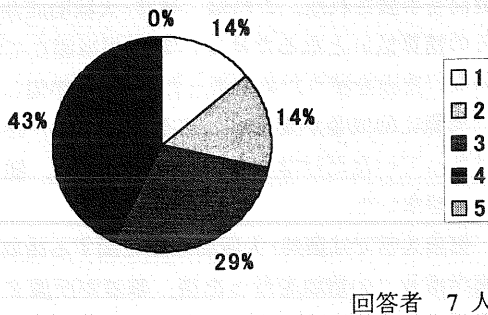
質問 B 実習の内容は適当でしたか。



質問 C 一日のスケジュールは適当でしたか。



質問 D 二日間のスケジュールで開催されることに賛成されますか。



質問 E 一日開催であれば、何曜日をご希望ですか。

- ・休日以外なら何曜日でも可 1人
- ・何曜日でもかまわない 1人
- ・土日以外 1人
- ・月曜日か金曜日 1人
- ・金曜日 3人 回答者 7人

質問 F 二日開催であれば、何曜日から何曜日をご希望ですか。

- ・休日以外なら何曜日でも可 1人
- ・何曜日でもかまわない 1人
- ・土日以外 1人
- ・木曜日と金曜日 4人 回答者 7人

質問 G 改善すべき点、希望される講義内容など、忌憚無きご意見をお書き下さい。

○大変充実した講習会でした。ただ、私にはもう少し測定分析の最前線の講義の内容が含まれていると良いかと思いました。例えば、上水試験法に FIA が公定化されたことを踏まえた講義と実技がもっと盛り込まれているとうれしかったです。

○個人的には、FIA に携わった業務をすでに行ってきたために、もう少し高度なものがあつたほうが新鮮だったように感じました。ただ、今まで弊社の製品化した装置しか目にしたことがなかったため、それ以外のものを目にするのは、今後の装置の開発時の新しい知見を得ることができたと思います。一日開催では今回の内容で適当だと感じましたが、二日開催を予定される際には実習の方にもっと密度を詰めたものを行われると良いかと思います。

○①実習の機材をもう少し増やして1人あたりの実習作業が増えるようにした方が良いと思う。②講習会終了後に、FIA の部品、機材等の一部に購入先等がよくわからない物があったので初心者を対象とする講習会であればもっと FIA 機器を扱っているところを PR した方がよいと思います。

○講習内容・実習内容につきましては、ほとんど FIA について素人である私にとっては大変わかりやすく、ありがたかったのですが、普段から FIA を実践されている方にとっては、もしかすると既知の内容をおさらいするものになっていたのかも知れません。なお、講習会場はもう少し広いとありがたかったです。

○また、何か機会がありましたら、お声をかけてください。○2 日間の講習会としても十分な内容だったように思いました。初心者だったため、1 日目の講義のあと、復習してから実習に参加できればよかつたかなと思ひました。

○もう少し少人数の方が、実習はスムーズに進んだと思ひます。午前に講義、午後に実習というスケジュールはとてよかつたと思ひます。