

Special seminar of GCOE program, “Know-how of analytical method development”

Representative: Makoto YASOJIMA

Date: April 25–29, 2009

Place: Tsinghua University, China

Organized by the Global COE Program “Global Center for Education and Research on Human Security Engineering for Asian Megacities”

Co-organized by Kyoto University EML Program “International Center for Human Resource Development in Environmental Management”

Invited Persons: None

Number of Participants: 5

Participants: 刘晓 (Liu Xiao)、胡颂 (Hu Song)、侯华华 (Hou Huahua)、张卉凤 (Zhang Huifeng) (Tsinghua University)、孙轶斐 (Sun Yifei) (Beihang University School of Chemistry and Environment)

Purpose

In Prof. Wang Wei's laboratory in Department of Environmental Science and Engineering of Tsinghua University, they conduct research on effective utilization of methane gas produced by waste. They analyze methane gas and organic acid such as acetic acid and valeric acid using GC; however there has been a problem possibly caused by the lack of analysis techniques, for example, getting a result that differs greatly from a theoretical value. There is, however, no instructor in the lab who is knowledgeable about environmental analysis. Therefore the staffs need to deepen their understanding of environmental analysis by attending seminars and learning practical skills. This seminar aimed at the following: to answer the participants' questions on analysis using the equipment they usually manage, to review the current analytical condition, and to teach know-how of analytical method development and help them acquire it. The seminar was also expected to enhance the partnership between the Shenzhen base and Tsinghua University.

Achievement and Results

At the beginning of the seminar, the instructor held a hearing on issues the participants have in their daily analyses. By then, their analysis had yielded results that were considerably different from a theoretical value. Hence we agreed on the need for pinning down causes and making improvement. In the seminar we reviewed on the proper use of basic apparatus, principals of GC/FID, pretreatment methods, and measurement conditions. The participants were well versed in the use of laboratory glassware, but some incorrect operations of the equipment that could cause errors were spotted. Then appropriate directions and explanation of the errors were given. Similarly we reviewed pretreatment methods step by step; thereby we were able to reduce the number of errors. Additionally we went over the conditions of the daily-

used GC/FID. We checked the measurement condition first, and then found out that measurements were made under the condition that column temperature was lower than the boiling point of several object substances. We therefore performed column washing for a whole day; however we could not lower the blank level at which we could measure the concentration of object substances. We picked up a column that was applicable to analysis of organic acid, and attempted its analysis. Specifically we considered conditions that we could attain quantifiable separation and a peak stage, changing the condition of increasing temperature. As the result, we achieved a reasonable peak shape and separation. Because of a time restriction, we did not achieve the establishment of conclusive measurement condition. We acquired, however, good understanding of procedures for examination of analytical methods by the hands-on experience.



The participants intently listened to the explanation

GC/MS 特別セミナー「分析法開発のノウハウ」

代表者： 八十島誠

開催日時： 2009年4月25日～29日

開催場所： 清華大学北京本校

主催： 京都大学グローバル COE プログラム「アジア・メガシティの人間安全保障工学拠点」

共催： 京都大学 EML プログラム「環境マネジメント人材育成国際拠点」

招聘者： なし

参加人数： 5名

主な参加者： 刘晓 (Liu Xiao)、胡颂 (Hu Song)、侯华华 (Hou Huahua)、张卉凤 (Zhang Huifeng) (清華大学)、孙轶斐 (Sun Yifei) (北京航空航天大学)

目的・概要

清華大学北京本校の環境科学与工程系の王炜 (Wang Wei) 研究室では、廃棄物由来のメタンガスの有効利用をテーマとした研究が行われている。この研究においては、メタンガスや酢酸、吉草酸などの有機酸の分析を GC を用いて行っているが、これらの分析結果が理論値と乖離しているなど分析技術レベル不足が原因と考えられるトラブルが起きている。しかしながら王炜研究室には、環境分析に精通した教員がいないため、実技指導形式のセミナーを開催することで環境分析について理解を深める必要がある。現地では、実際に研究室のスタッフが分析に使用している機器を用いて日々の分析における疑問に答えるとともに、現状の分析条件の見直しならびに分析法開発のノウハウについて指導し、これらを習得することを目的とする。また本セミナーによって、今後、深圳拠点と清華大学北京本校との連携が高まる事が期待される。

セミナーの様子・得られた成果

本セミナーでは、まず始めに、参加者が日常の分析において抱えている問題についてヒアリングした。その結果、分析結果が理論値から大きく乖離 (2 オーダー以上) していることから、その原因を突き止めるとともに改善する必要性が示唆された。従って本セミナーでは、基本的な器具類の正しい操作方法、GC/FID の原理、前処理方法、測定条件の見直しを内容とした。ガラス器具類の操作には習熟していたものの、誤差を生む操作方法が散見されたため、適宜指導を行うとともに、与える誤差について説明した。同様に、通常行っていた前処理方法を1ステップずつ見直した。これらにより1オーダー程度の誤差を削減する事ができた。さらに、通常使用している GC/FID の条件の見直しを行った。まず測定条件を確認したところ、カラム温度がいくつかの対象物質の沸点以下で測定を行っていたことが明らかとなった。このため、1 昼夜に渡り高温条件下でカラム

洗浄を行ったが、対象物質の濃度を測定可能なレベルまでブランクレベルを下げるには至らなかった。そこで保有するカラムの中から有機酸の分析に適用可能と思われるものをピックアップし、これを用いて分析を試みた。具体的には、昇温条件を変化させながら、定量可能な分離とピーク形状が得られる条件を検討した。その結果、完全ではないものの、一定の分離とピーク形状を達成する事ができた。時間的制約があったために、最終的な測定条件の確立に至らなかったが、実践形式で行われたため、分析方法の検討手順が効果的に理解された。



説明を熱心に聞く参加者