

## 超高純度試薬の精製法に関する研修

材料・化学系（応用化学科） 門脇良一

### 1. 研修日時・場所

日時 平成6年2月22日

場所 関東化学草加工場（研究所）

### 2. 研修目的

- 超高純度試薬の精製法と品質管理
- 個体試薬の精製法と品質管理
- 溶液中の粒子測定

### 3. 研修内容

工場見学 10:00～12:00

- 流通センター
- 酸・アルカリ超高純度試薬製造
- 高純度個体試薬
- 溶液中の粒子測定

研修 13:00～17:00

下記の項目について関東化学草加工場（研究所）において研修した。

#### 3・1 超高純度試薬

近年の分析機器の発展と高感度化につれ、電子工業、宇宙科学、生命科学、環境科学等の分野において、超微量成分の分析が行われている。これらの分析技術の高度化に対応するため、サブボイリング法により精製した超高純度試薬が必要である。超高純度試薬（関東化学ではUltrapur）は現在製造されている試薬の中で最高の純度をもつもので、通常の実験機器では検出可能なまでに不純物の含有量を低減されたものである。

#### 3・2 不斉合成用試薬 光学活性体・光学分割剤

不斉ジホスフィンをリガンドとして導入した遷移金属錯体は、均一系触媒としてエナンチオ選択的な反応を可能にしたものである。この方法によれば、

触媒料の不斉ジホスフィンによって大量に目的物を得ることができ、触媒の回収、再使用も可能なことから極めて優れた方法である。遷移金属錯体としてはRu, Rh, Pb等が一般的に使用されている。他に不斉合成試薬等については多数あるが一例を示した。

### 3・3 高純度金属化合物

近年になり、電子材料、ファインセラミックス、超伝導等に代表されるハイテク産業の分野での研究開発が益々活発になってきている。その研究範囲は、無機材料、有機材料及び複合材料に至るまで、幅広く様々な種類の素材原料が求められている。このような新しいニーズの多様化に対応するための、無機化合物を中心とした高品位のハイテク用試薬が「高純度試薬」で、試薬中の金属不純物含有量を差数法により保証している。

### 3・4 水質試験用試薬

厚生省は水道法に基ずく「水質基準に関する省令」を交付し、水道水質基準を実施した。改正内容は、従来の基準値の見直し、新しい項目の追加、新しい分析法の採用であり、平成5年12月より施行されている。また、環境庁も「環境水質基準の告示」を公布し、環境水質基準の改正を実施した。新水道水質基準は、基準項目、要監視項目の2つに分類され、それぞれ、基準値、目標値、指針値が設けられている。これらの改正による新検査方法に対応できるよう、それぞれの項目の検査方法に合致した標準原液、標準液が用意されている。

### 3・5 残留農薬試験用試薬

試料中の残留農薬の濃度は一般に数ppmから数ppbと小さく、残留農薬を効率よく検出するためには抽出試薬の選択が必要となる。一般に抽出効率を上げるためにはアセトン、アセトニトリル、メタノールなどの極性溶媒を使用するが、同時に油脂や色素などの溶出も多くなる。一方、ヘキサンやベンゼンなどの極性の低い溶媒を使用すると油脂や色素などの溶出は少ないが、逆に抽出効率を下げることになる。このため実際には極性溶媒と非極性溶媒の混合用液が使用される。

### 3・6 パーティクルカウンタによる溶液中の粒子測定

超高純度試薬では前述した不純物のうち、浮遊する固体粒子の測定は種々

の方法があるが、パーティクルカウンタ（光散乱式）によるものについて述べる。円筒形セルに溶液を流し、光源（単一波長光）をセル中の試料に入射させ、それから出る散乱光（ $135^\circ$ ）を測定する。光源にレーザーを用いれば単粒子の散乱光の位相検出により粒子の光学的構造（均質であれば粒径）が求められる。この方法による粒子径の測定下限は $0.2\mu$ 程度である。

### 3・7 高純度試薬中の不純物の多元素同時分析

現在、微量元素の同位体希釈分析は、表面電離質量分析法や2次イオン質量分析法などで試みられている。同位体希釈分析では、個体試料中の同位体とスパイク中の同位体が、同位体平衡に到達させるために溶液化が必要である。しかし、これらの質量分析法では溶液を直接質量分析計へ導入することが不可能であり、また主成分より目的元素を分離するための、試料の前処理や測定に長時間を要する欠点がある。ICP-Ms（誘導結合プラズマ質量分析計）は試料導入法として溶液噴霧法を用いており、同位体平衡に達した溶液の直接導入が容易である。最近ではICP-Msによる同位体希釈分析法が注目されている。