

センター所有機器 (3)

C H N

元素分析装置

有機微量分析雑感

理学部 仲野 義晴

機器分析センターが発足してから、はや3年たった
そうですが、自分の年同様時間がたつのが早い感じ

がします。この間有機微量分析 (元素分析) 装置が更新されるとともに電頭の概算も認め
られました。建物もそう遠くない時期に建つ運びと聞き、先ずは順調なすべりだし、喜ば
しいことです。ここでは昨年度センターに納入され、順調に稼働している有機微量分析装
置について紹介し、その
他諸々を述べてみたいと
思います。

新しく納入された装置
は柳本製MT - 5型で内
部の略図に沿って話を
を進める。試料 (2 ~ 3 mg)
を950℃で燃焼管で燃
焼させ、水素含有量は過
塩素酸マグネシウムで
H₂Oを吸収する前と後、
炭素含有量はソーダス
ベストでCO₂を吸収する

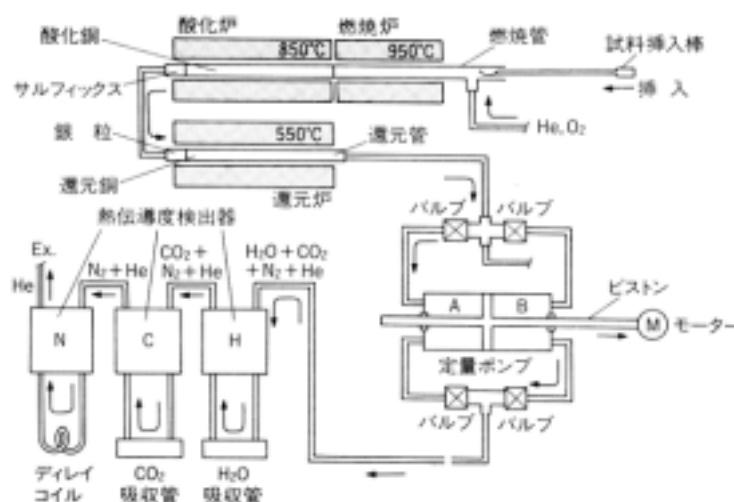


図1-1 C, H, N同時分析装置 (自己積分型熱伝導度方式)

前と後、窒素はディレイコイル通過後、それぞれ熱伝導度を測定することで定量される。
分析の原理は30年前のMT - 1型の時代と不変で、その間MT - 2型になり、それが昨
年度まで働いてくれたということになる。

MT - 2型が動きだした当時はこれで元素分析は完璧だと思ったが、今にして思えば、
白金ボートの準備と洗浄 (いろいろのサンプルを燃焼させると灰分が必ず残る) 多数のサ
ンプルの精秤と記録、記録された棒グラフの測長、計算などほとんど手作業で大変なとこ
ろへもってきて、装置が不調なときに依頼者から遠慮会釈ない催促がくるなど大変だった
ようだ。新測定では多くの作業が自動化され、その結果元素分析の流れの中で人為的ミス
が入る確率は少なくなったと考えられる。このような作業状況の変化にともない、好結果
を得られるかどうかはほとんど「サンプルの良否と特性」にかかってきたと思うので、次
にサンプルについて考えてみたい。

AIR SENSITIVE な化合物の元素分析は専門家でも難しいと思うが、センターではドラ
イボックスもなくさらに難しいと思う。吸湿性サンプルも同様の理由で信頼できる分析を
するのは難しく、結局、センターで分析可能なのはごく一般的な試料に限られると思う。^{注)}
液体試料の場合は安定な個体の誘導体に導くのが望ましい。

元素分析試料は再結晶などによって十分精製し分析依頼するのがエチケットであり、ゴミとかろ紙くす入り試料などは問題外というのは大昔から決まっている。精製の初めの段階はろ紙などを用いて溶液のろ過や結晶の分離をしても良いが、最終段階ではろ過面積の小さなロートを使い、ろ紙には接触してない部分を元素分析試料にすると良い。試料はアブデルハルデンを用いて減圧下適当な温度で乾燥するのがよいが、金属錯体の場合には加熱せずに安定な組成のものに導き妥協する事がある。

金属イオンを含むサンプルでは燃焼後白金ボートを洗浄しなければならない。また金属イオンやフッ化物イオンを含む試料を燃焼させると少しずつ燃焼管が痛み、寿命を短くする。それでなくても分析する度に950℃に加熱し、また冷やしの繰り返しなので、燃焼管も消耗品と言える。

このように手間も、時間も、お金もかかっていますので、無駄のない元素分析システムをみんなで作り上げていこうではありませんか。

注) 現在センターでは吸湿性、揮発性のある試料については、スズ箔でくるんで秤量していますが、スズ箔が高価な上、秤量の手間が大幅に増大しています。

現在相当数の吸湿性サンプル分析が依頼されており、元素分析装置の運営費をタイトにしています。



■ 元素分析装置

MT - 5 型CHNコーダー

(柳本製作所)

理学部B棟117号室

微量の有機物を He ガス中で燃焼させ、燃焼ガスの熱伝導度の変化を計ることで、炭素、窒素、水素の含有量を決定する。有機物の組成や純度を定めるために不可欠の装置である。

測定精度 $\pm 0.3\%$ 以内