

# 元素分析装置

## (ヤナコ MT-3/MT-5)

機器分析センター 白木邦子；内線 4829

### § 1 はじめに

有機化合物，天然物などの同定および化学構造の推定や確認を行う場合，物質を構成している元素の組成を正確に定量することが重要である．元素分析装置（CHNコーダー）は有機化合物の主構成元素であるC, H, Nを完全燃焼分解し， $H_2O$ ,  $CO_2$ ,  $N_2$ に変換，これらの各成分を測定し，試料の構成元素C, H, N量を測定する装置である．

### § 2 原理

装置は試料を燃焼，分解する燃焼部，燃焼により生成した $H_2O$ ,  $CO_2$ ,  $N_2$ を採取する定量ポンプ部および検出部から構成されている．

#### < 燃焼部 >

秤量された試料はあらかじめヘリウムと酸素の混合ガス雰囲気さらされた燃焼管に挿入し，燃焼させる．燃焼管には酸化銅，サルフィックスが充填されており，燃焼ガスはここで完全に酸化され還元管に送られる．還元管には銀粒，還元銅が充填され，燃焼ガス中の窒素酸化物を窒素に還元し，さらに過剰の酸素を除去する．また，試料中のハロゲン，イオウはサルフィックス，銀粒で除去する．燃焼ガスはこのようにして $H_2O$ ,  $CO_2$ ,  $N_2$ となりヘリウムと共に定量ポンプに全量採取される．

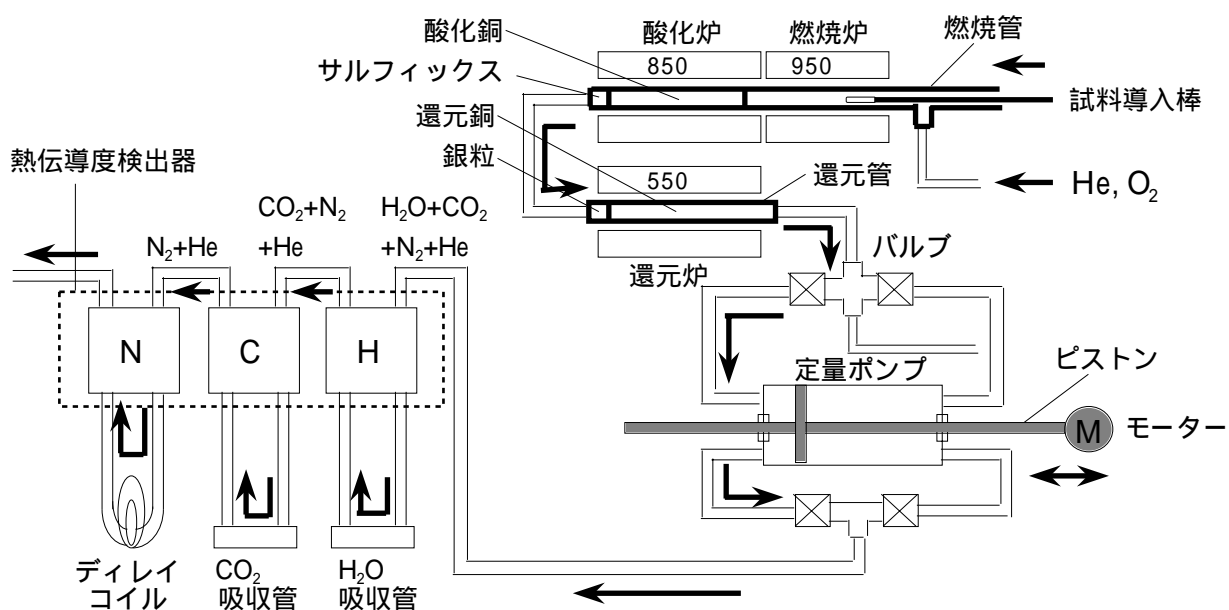


図1 元素分析装置の原理

### < 定量ポンプ部 >

定量ポンプは150 ml の容量をもち、試料が燃焼管に導入される時点ではすでにピストンが左から右へ作動し、吸引を開始する。定量ポンプに燃焼ガスを全量採取すればバルブを閉じ密閉状態になる。この状態で定量ポンプ内の燃焼ガスの均一混合を計り、又同時にポンプ内温度に順応させる。次にピストンは一定速度で燃焼時と逆に作動し、ポンプ内の燃焼ガスを検出器に送る。

### < 検出部 >

検出器は熱伝導度検出器を使用し、3対が直列につながっている。それぞれの対の試料側と参照側はH<sub>2</sub>O吸収管、CO<sub>2</sub>吸収管およびディレイコイルが接続され、第1対目が水素(H<sub>2</sub>O)、第2対目が炭素(CO<sub>2</sub>)、第3対目が窒素(N<sub>2</sub>)測定用となっている。ディレイコイルは、ポンプとほぼ同容積(150 ml)で、あらかじめヘリウムガスで満たされており、測定時このヘリウムが検出器(N)の参照側に流れる。したがって、検出器(H)ではH<sub>2</sub>O吸収管により除去されたH<sub>2</sub>O濃度分が、検出器(C)ではCO<sub>2</sub>吸収管により除去されたCO<sub>2</sub>濃度分が、検出器(N)ではN<sub>2</sub>濃度分がそれぞれH、C、N濃度に対応した信号として得られる。これら3つの信号はプログラムにより順次計測され、H、C、Nの順にプリントアウトされる。

### < 計算 >

試料のH、C、Nの含有率を求めるには、あらかじめ標準試料の測定を行い、H、C、Nの理論量を各成分の補正シグナルで割った検出感度を算出しておかなければならない。各成分の計算式を(1)、(2)、(3)に示す。

$$H(\%) = Q_H \times F_H \times \frac{P}{760} \times \frac{100}{W} \quad Q_H = X_H \times S_H \quad (1)$$

$$C(\%) = Q_C \times F_C \times \frac{P}{760} \times \frac{100}{W} \quad Q_C = X_C \times S_C \quad (2)$$

$$N(\%) = Q_N \times F_N \times \frac{P}{760} \times \frac{100}{W} \quad Q_N = X_N \times S_N \quad (3)$$

- W : 試料の秤取量 (μg)  
P : 測定時の気圧 (mmHg)  
S<sub>H</sub>, S<sub>C</sub>, S<sub>N</sub> : 標準試料における各成分の検出感度 (μg/count)  
X<sub>H</sub>, X<sub>C</sub>, X<sub>N</sub> : 各成分の測定シグナル (count)

ここでF<sub>H</sub>, F<sub>C</sub>, F<sub>N</sub>はそれぞれH、C、Nの補正係数である。定量ポンプよりH<sub>2</sub>O、CO<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>、Heの混合気体が送り込まれることにより、H<sub>2</sub>O、CO<sub>2</sub>の検出器セルでは、目的成分以外の成分が同時に通過し、N<sub>2</sub>検出器セルでは、それまでに吸収管で除去された成分によって各検出器の感度に誤差を生じているため補正係数F<sub>H</sub>, F<sub>C</sub>, F<sub>N</sub>が必要となる。

### § 3 測定方法

#### < 操作手順 >

装置を作動する前に以下のことを確認する．

- ・制御部前面パネル AUTO/MANUAL スイッチがすべて AUTO の位置であること．
- ・プリンター記録紙，インクリボンが入っていること．
- ・吸収剤，還元銅が劣化していないこと．
- ・ヘリウム，酸素ボンベの元栓が開いていて，ゲージの 2 次圧が 2~2.5 kg/cm<sup>2</sup> に調整してあること．

主電源スイッチを POWER の位置までゆっくり回し，ディスプレイ表示確認後 ON の位置まで回す．

ヘリウム流量計でヘリウムが 180~200 ml/min 流れていることを確認する．

を押す．〔M1-1〕表示後 YES を押し， を押す．システムメッセージが \*WAITING\* に変化する．

```
〔M1-1〕$ OPERATION START YES OR NO ?  _
```

分析プログラムが自動的に動き出せば（オペレーション START 約 30 分後）酸素流量計で 15~20 ml/min 流れていることを確認する．アラームが鳴り，\*ANALYSIS OK\* を表示するまで待つ．

検出感度算出用標準試料および未知試料の分析をする．

試料は超微量天秤で適当量正確に白金ポートに秤量する．

試料の出し入れは，システムメッセージまたはアラームに従って付属の導入棒で行う．（特に白金ポート，試料導入棒の汚れに注意する．）

分析が終了すれば， を押す．〔M1-2〕表示後  を押し， を押す．システムメッセージが \*RESTING\* に変化する．

```
〔M1-2〕$ OPERATION STOP YES OR NO ?  _
```

装置は自動的にあらかじめ設定した停止状態で停止する．

（OF の温度が 300 以上あるときは，主電源を切らない．）

### § 4 仕様

機種	ヤナコ CHN コーダー MT-3，MT-5
測定元素	炭素・水素・窒素
測定精度	絶対誤差 ±0.3 % 以内
試料量	2~3 mg
分析能力	4~8 回/時
キャリアーガス	ヘリウム 150~200 ml/min
助燃ガス	高純度酸素 8~30 ml/min
燃焼方式	ヘリウム，酸素混合方式

温度設定範囲 (標準設定温度)	燃烧炉 100～1200 (950 ) 酸化炉 100～1200 (850 ) 還元炉 100～999 (550 )
熱伝導度検出器 吸収剤	60 4素子タンゲステンフィラメント H <sub>2</sub> O: アンヒドロソル (無水過塩素酸マグネシウム) CO <sub>2</sub> : ソーダアスベスト

## § 5 利用上の注意

- ・測定はオペレーターが行います。
- ・測定依頼書には含有元素名，予想%，融点などできるだけ詳細に記入して下さい。  
(試料の秤量や取り扱いの参考になります。)
- ・無機金属を含んでいる試料については必ず明記して下さい。これらは燃焼管を破損する恐れがありますので別の日に測定を行います。したがって日数がかかり，また，測定値に誤差が生じる場合もありますのでご了承下さい。
- ・試料はできるだけ純度の高いもので，よく乾燥したものをサンプル管に入れて出して下さい。(試料には目的物以外の不純物，ろ紙片，ほこりなどが含まれないよう再結晶，蒸留などの方法で精製して下さい。)
- ・液体試料はなるべくサンプル管に入れて下さい。
- ・試料量は2 mg程度必要です。1 mgでも測定可能ですが，誤差が大きくなる恐れがあります。
- ・容器には試料名，申込者名を記入したラベルを貼付して下さい。
- ・試料が有機物であるかどうかをスパークテル上で焼くなどして確認して下さい。その際，灰分の有無も確認して下さい。
- ・試料は乾燥の目的のためにも，不均一性を避けるためにもできるだけ微粉末にしてから乾燥して下さい。
- ・Fを含む試料は装置の故障を招くので受け付けられません。

## § 6 応用例

CHNコーダーは通常，有機微量元素分析に使用されていますが，その応用として次のような分野でも利用されています。

- ・品質管理分析
- ・石油，石炭，コークスなどの燃料分析
- ・土壌，ヘドロの分析
- ・水中の浮遊物質および底質の分析
- ・大気汚染などの公害測定
- ・無機物の分析
- ・無機物中の結晶水，付着水の分析
- ・試料分解温度別による炭，水，窒素分析