

有機元素分析装置による有機物の 炭素・水素・窒素・硫黄／酸素含有率測定

キーワード：元素分析、有機物、完全燃焼、熱分解、TCD 検出器、ガスクロマトグラフィー

はじめに

化合物の同定及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分析することが重要です。特に有機物では構成元素として炭素(C)・水素(H)・窒素(N)・硫黄(S)ならびに酸素(O)を含むことがほとんどであり、これらの元素含有率を正確かつ効率的に測定する方法が有機合成化学分野では確立されています。

本稿では、令和元年度に当研究所森之宮センターに導入された有機元素分析装置(Thermo Fisher Scientific 社製、Flash Smart Elemental Analyzer)について紹介します。装置の外観と主な仕様を図1、表1に示します。

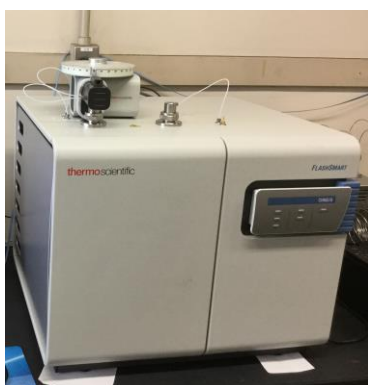


図1 元素分析装置の外観

表1 有機元素分析装置の主な仕様

	CHNS 分析モード	O 分析モード
【熱分解用炉】		
熱分解温度	950°C (高純度酸素下完全燃焼)	1050°C (無酸素下分解)
分解生成ガス	CO ₂ , H ₂ , N ₂ , SO ₂	CO
【定量用 GC】		
キャリアガス	ヘリウム	ヘリウム
検出方式	熱伝導度(TCD)	TCD
分離用カラム	CHNS 分析専用 ゼオライト	O 分析専用 ゼオライト
測定誤差	±0.3 wt%	±0.3 wt%
標準的 分析所要時間	1 試料当たり 約 12 分	1 試料当たり 約 10 分

分析の原理

有機化合物に含まれる炭素・水素・窒素・硫黄は、ほとんどの場合 1000°C 近くの有機酸高温環境下では熱分解を起こし、各元素由来のガスが生成します。これら生成した各元素由来のガスをガスクロマトグラフ法で分離・定量することにより、もとの試料に含まれていた各元素の含有量を「質量保存則」から逆算することができます。生成する分解ガスは、温度、酸素の有無、後行程によって変わり、それによって分析可能な元素を取捨選択することが可能です。本装置では、次のような2つのモードを切り替えることでCHNSとOの分析が可能です(図2)。

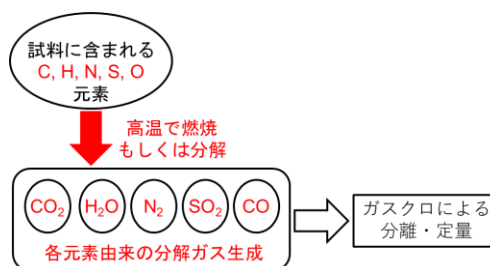


図2 元素分析装置の分析モード

炭素・窒素・水素・硫黄分析モード

酸素存在下で試料を完全燃焼し、後行程の還元銅による NO_x→N₂還元により、CHNS 由来のガス(CO₂, H₂O, N₂, SO₂)が定量的に発生します。このガスを GC で分離・定量することで、CHNS の含有量を同時に測定することが可能です。

酸素分析モード

CHNS モードでは、外部からの酸素による燃焼を伴うため試料に含まれる酸素の含有量を定量することは原理的に不可能です。試料中の酸素を定量する場合は、無酸素条件下で熱分解し、生成する分解ガスである一酸化炭素を定量することにより、酸素含有量の直接測定が可能となります。

有機化合物の主要 5 元素(CHNS/O)の分析を希望される方は、下記連絡先にご相談ください。