

●高精度CHN元素分析

High Accuracy CHN Elemental Analysis

TN101

[概要]

元素分析とは有機化合物中に炭素(C)、水素(H)、窒素(N)などが何%入っているかを測定し、元素組成を明らかにする分析です。この分析法に、質量分析法(MS法)や核磁気共鳴分光法(NMR法)の情報などを合わせることで特性解析を行うことができ、目的物質の分取や合成を行う場面で化合物を確認するための有効な手法の一つです。また、目的物質以外の不明成分の定性、定量の一助としても用いることができます。

当社では、元素分析装置メーカーとして実績のあるエレメンター社の「vario MICRO cube」を導入しており、分析精度の高いデータを提供しています。

[特徴]

本装置はオートサンプラーによる多検体連続測定を可能としております。また、測定にはウルトラマイクロ天秤(最小表示値0.0001mg)を使用し、試料1mgからの微量測定が可能です。これによりサンプル量の確保が難しい検体にも対応することができます。

また、変異原性などハザードリスクを有するサンプルの場合でも、測定に必要な秤量および包み込み作業は封じ込め装置内に設置した天秤を使用しますので分析対応ができます。

当機器のシステムが有する監査証跡機能を使用して、取得した電子データの確認方法を手順化しております。また、データインテグリティ対応としてアカウント管理、電子データの自動バックアップ、定期的なシステム点検、並びにシステム導入時および変更時のリスクアセスメントを実施しております。

[方法]

1. 燃焼

錫製ポートまたはシルバーポートにて試料を包み込みます。これを燃焼管に落下させ、酸素気流中で燃焼します。燃焼させることで炭素はCO₂ガス、水素はH₂Oガス、窒素は窒素酸化物になります。その後、燃焼ガスは還元管を通り、窒素酸化物はN₂に還元されます。

2. ガス成分の分離と測定

CO₂、H₂O、N₂の混合ガスは、昇温脱離(TPD: Thermal programmed desorption)分離カラムにて吸着・脱着などによる分離を行い、熱伝導度型検出器(TCD: Thermal conductivity detector)で測定されます。

3. 測定装置構成の概略図 (Fig.1)

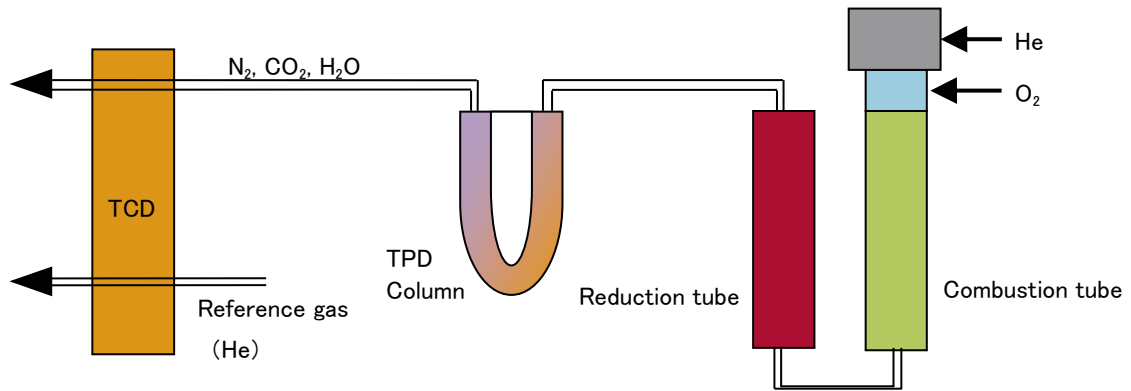


Fig.1 Functional diagram

[事 例]

4種の試料を用いて得られた各試料の理論値 (Calc.)、測定結果の平均値 (Mean)、および相対標準偏差 (RSD) のデータを Table 1 に示します。

<使用試料>

- Stearic acid : $C_{18}H_{36}O_2$
- L-Aspartic acid : $C_4H_7NO_4$
- Histidine : $C_6H_9N_3O_2$
- Aspartame : $C_{14}H_{18}N_2O_5$

Table 1 Elemental Analysis Results for each sample (unit:%)

	C			H			N		
	Calc.	Mean	RSD	Calc.	Mean	RSD	Calc.	Mean	RSD
Stearic acid	76.00	76.02	0.1	12.76	12.79	0.5	0.00	0.00	0.0
L-Aspartic acid	36.09	36.05	0.1	5.30	5.24	0.6	10.52	10.48	0.1
Histidine	46.45	46.39	0.1	5.85	5.77	0.1	27.08	27.17	0.1
Aspartame	57.13	54.60	0.3	6.16	6.37	0.1	9.52	9.06	0.3

繰り返し測定した結果、全ての結果において RSD も小さく、精度の良いばらつきのない結果が得られております。なお、Aspartame の測定結果では、炭素、および窒素の平均値が理論値より低く、水素が高くなっていることから、元々吸湿していた試料であることが推察されました。このように精度の高い分析値と理論値を比較することで試料の化合物含有量の確認や吸湿有無も確認することができます。