

物質化学システム専攻における有機微量元素分析システムについて

技術センター 工学部等部門
情報・化学系技術班 岩谷 秀秋

1. はじめに

有機化合物中の炭素，水素，窒素などの含有量を正確に測定する有機微量元素分析システムは従来のように基礎化学を支える分析ばかりでなく，有機パイ電子系に基づく機能物質の開発研究に広く利用され，特に有機電導体の探索に用いられてきた。

2. 有機微量元素分析システム

物質化学システム専攻には有機化学の研究を遂行するための応用化学分析室に有機微量元素分析システムを始め，液体 NMR，固体 NMR，質量分析 (GC-MS, TOF-MS)，X 線結晶構造解析，ESCA 等，先端機器による分析・解析システムが完備し，昼夜を問わず，データの収集に務めている。有機電導体の開発研究に使用している有機微量元素分析システムの装置はパーキン・エルマー PE 2400 (写真1) である。試料は錫箔に包んで燃焼管 (940℃) に落下させ，錫の燃焼反応熱 (1800℃) により純酸素中で完全に燃焼される。生成ガスは混合・制御された後，フロンタルクロマトグラフ法により分離され，熱伝導検出器 (TCD) で検出される。



写真1 有機微量元素分析システム

3. 物質化学システム専攻における分析・解析システム

筆者が働いている物質化学システム専攻の応用有機化学研究室では新しい機能をもった多くの化学物質を合成している。高度な合成技術を使って合成した特定用途の目的にかなう新しい機能を持つ有機分子材料は物質化学システム専攻の分析・解析システムを利用し，新しい機能の発現を確認して評価をしている。応用有機化学研究室の仕事からみた物質化学システム専攻の分析・解析システムを図1に示す。

4. 有機微量元素分析システムの構成と必要性能

応用化学分析室で使用しているパーキン・エルマー PE2400 型元素分析本体は マイクロプロセッサ技術を採用した分析部 (①燃焼部，②還元部，③ガス混合部，④分離部，⑤検出部) とデータ処理部の2つの機能がまとめられており，その本体，純正ガス部，試料採取部 (Electrobalance)，計数記録部 (Printer) の4つの部で構成されている。有機微量元素分析システムの構成概略 (分析部) を図2に示す。また必要性能を下記に記載する。

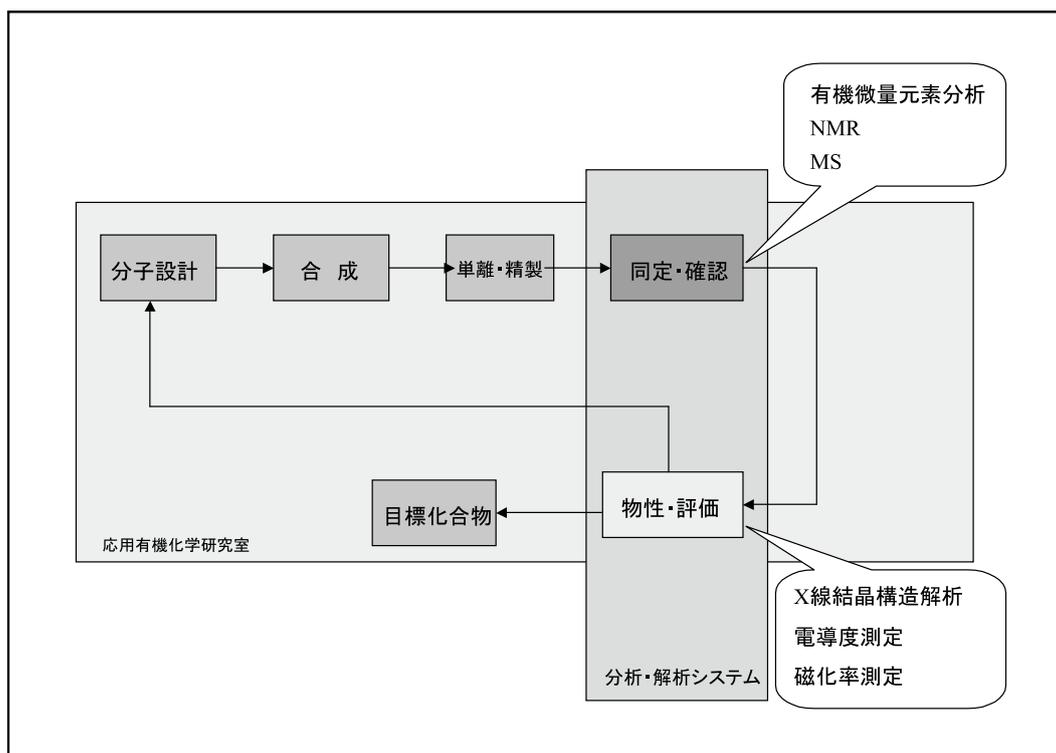


図1 分析・解析システム

- ① 難燃性物質や妨害元素・官能基を含む物質を多く取扱う為、高温燃焼1800℃以上であること。
- ② 個人差による挿入速度の違いから測定誤差を無くする為、試料導入方法については重力を利用した落下方式であること。
- ③ 分析時間を短縮するため、ガスクロマトグラフ法のように前の成分の完全分離を待たずに次の成分定量ができるフロントアルクロマトグラフ法の機能があること。
- ④ 燃焼管などのメンテナンスを簡便にするために、吸収管分離方式よりもカラム分離方式の機能を有する燃焼管であること。

5. 物質化学システム専攻における有機微量元素分析システムの役割

NMR, MS, X線結晶構造解析等とともに有機微量元素分析システムは有機化合物の構造決定に重要な情報を与えてくれる。筆者が所属する応用有機化学研究室では有機合成技術を駆使して新しい反応試薬の調製や、その新しい反応

試薬を用いて有用な新規化合物を合成している。また、研究の仕上げになる論文作成（特に化学論文受理のジャッジ）に、論文の実験記載欄の新規化合物には元素分析データが必須であり、有機微量元素分析システム業務が有機化学の研究に必要不可欠となっている。

応用有機化学研究室では、有機電導体の高電導体を求めて有機合成化学の立場からカルコゲン原子（硫黄、セレン、テルル）を有する拡張パイ電子系分子を用いる有機電導体の開発をおこなってきた。有機微量元素分析システムは一般的に有機化合物の組成分析に広く利用されているが、有機電導体の開発において同定の測定手段の一つになっている。現在のところ、有機合成により新規に得た有機電導体は有機溶媒や水に溶解しにくく、再結晶による精製やNMR測定等は非常に困難である。それ故、構成有機分子である電子供与体、電子受容体ならびにそれらを用いて創った有機電導体には難溶性の化合物が多く、有機微量元素分析システムを用いる高温完全燃焼による生成ガス分析から元素組成

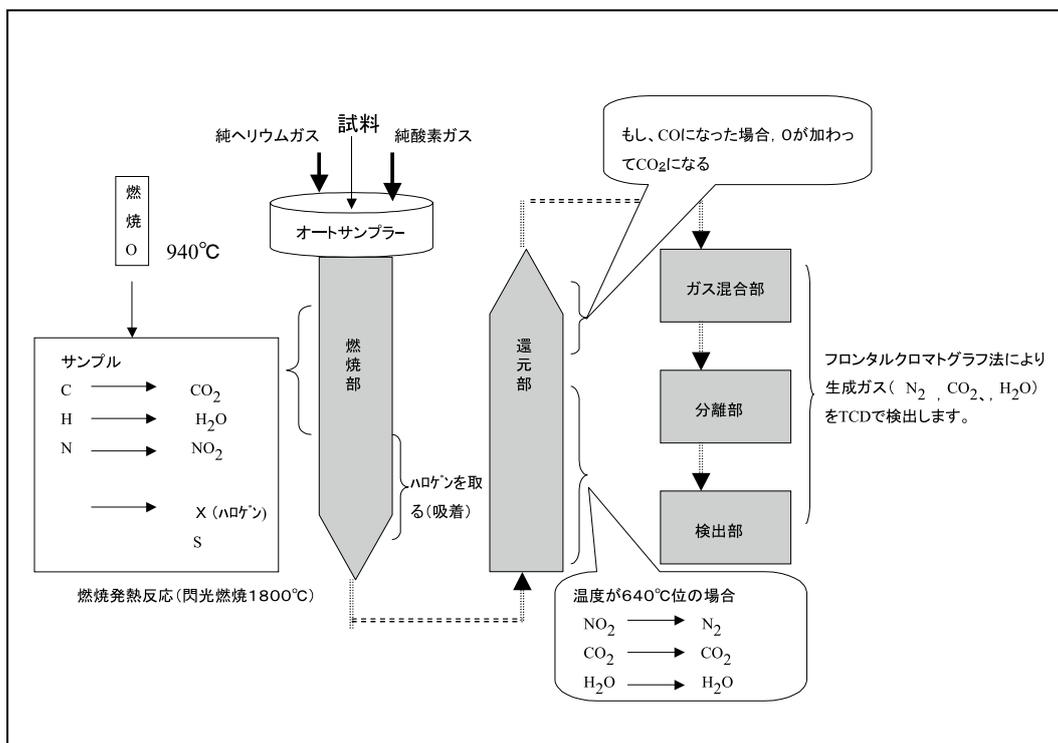


図2 元素分析システムの概略図

比，純度を測定し，その組成結果から電導性分子錯体の有機電導体を確定している。有機微量元素分析システムは有機電導体の開発に必要な同定手段であり，カルコゲン原子を有する有機電導体の開発研究に一役担っている。

6. まとめ

分析測定に提供されるサンプルは量が少なく，モノマー，オリゴマー，ポリマー等さまざまな化学構造式をもつ有機化合物である。サンプルを無駄にしないように分析依頼申し込み書に記載してある推定化学構造式からの確な燃焼条件を決定することが重要です。分析測定対象の新規有機化合物が論文に記載されるには組

成理論値（重量％）から±0.3％以内の誤差であることが要求される。分析測定にあたって常に下記の点について注意を払わなければならない。

- ① 天秤に関しての清掃，較正
- ② ガス，試薬の純度，品質管理
- ③ ベースラインの安定注視（装置のクセを熟知）
- ④ 人為的秤量誤差を防ぐ為の工夫，特に高密度の強粘性液体試料，揮発性液体試料
- ⑤ 新規有機化合物ができている可能性が高いときの分析測定はNMRやX線結晶構造解析等と合わせて検討する。

〔参考資料〕

パーキンエルマー分析技術資料 EA