

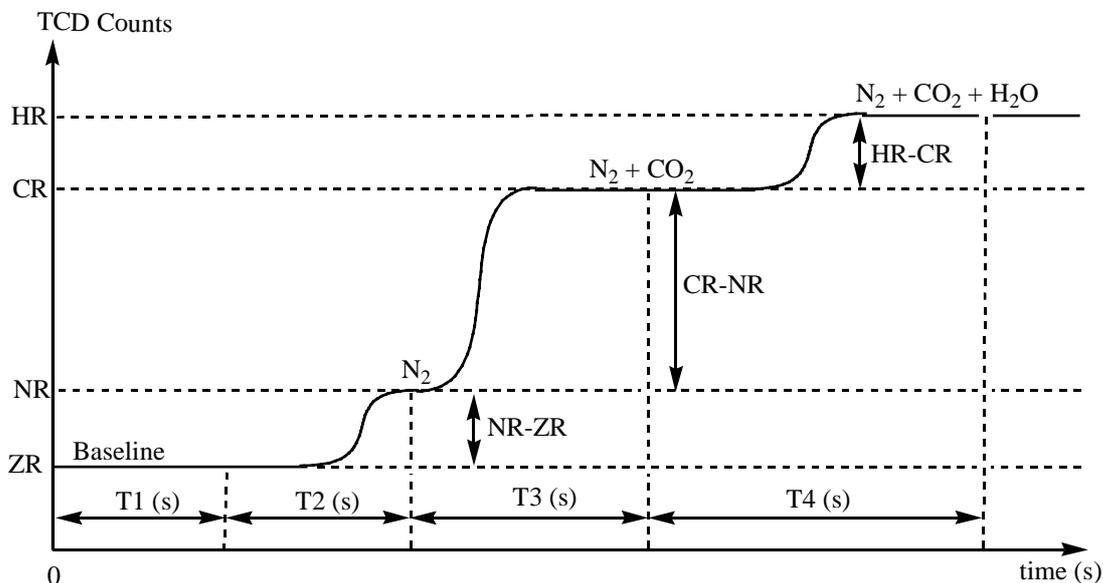
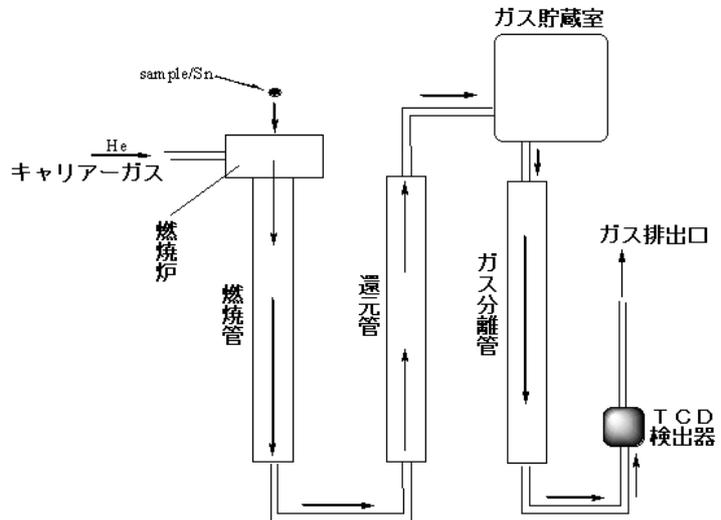
元 素 分 析 入 門

九州大学 大学院理学研究院 化学部門 教授 酒井 健

平成16年12月

1. 元素分析

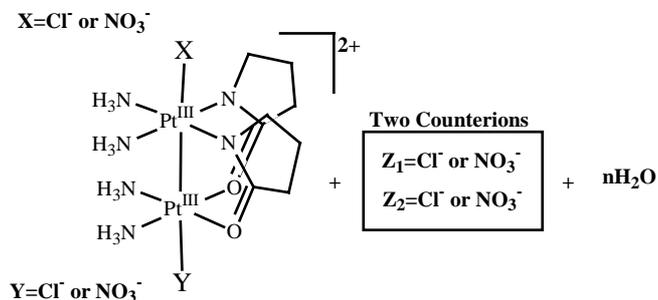
元素分析装置 (Perkin Elmer 2400II CHN Analyzer) の概要について説明する。測定では、サンプルをスズ箔に詰め、燃焼炉上部から落下させることにより燃焼を開始させる。キャリアーガスとして He ガスを用い、燃焼時には高純度酸素のパージを行い物質の燃焼を助ける。燃焼炉の温度は 950 に設定されているが、酸素雰囲気下でスズが閃光を発しながら爆発的に燃焼するため、実際の温度は 1800 以上までに達する。燃焼ガスにはフッ素、塩素、ヨウ素、硫酸化物などの測定の妨げになり、かつ装置の劣化をも促進する物質が含まれるため、それらを吸収剤で除去した後、 NO_2 、 CO_2 、 H_2O のみを含む混合ガスとする。その後、還元管 (銅) を通過する際、 NO_2 のみが還元を受けて N_2 に変換される。その結果得られる N_2 、 CO_2 、 H_2O の混合ガスは全てガス貯蔵室に一時蓄えられる。その後、ガス分離管を通過させ、三者を分離した後、熱伝導率検出計 (TCD) にて分析定量を行う。つまり、この装置はガスクロマトフに良く似た性質を持っていることが分かる。下図のように TCD のカウント数は積算型で収集される。NZ-ZR, CR-NR, HR-CR のカウント数がそれぞれ N_2 、 CO_2 、 H_2O の存在量に比例するファクターとして求まる。最終的には、N, C, H の重量百分率として



で値が得られるのである。なお、分析には CHN を含む標準物質が必要であり、通常は高純度アセトアニリドが用いられている。

2 . Pt(III)₂二核錯体に対する組成決定の例

異なる3種類のPt(III)₂二核錯体A - Cの固体試料を用いてC H N分析を行った。その結果を下表にまとめた。これらの分析値を用いて錯体A - Cの組成を推定してみよう。ただし、これらのサンプルは本実験に用いたPt(III)₂二核錯体であり、その軸配位点にはCl⁻イオンまたはNO₃⁻イオンが配位していることが分かっている。また、同様にこれらのイオン種がカウンターアニオンとして含まれていることが予想される。勿論、含水物である可能性も否定できないため、水分子の存在も考慮しなければならない。



錯体A - Cの元素分析結果

	C (%)	H (%)	N (%)
錯体A	11.24	3.41	9.78
錯体B	12.16	3.09	13.28
錯体C	11.00	3.05	14.46

Possible Formula

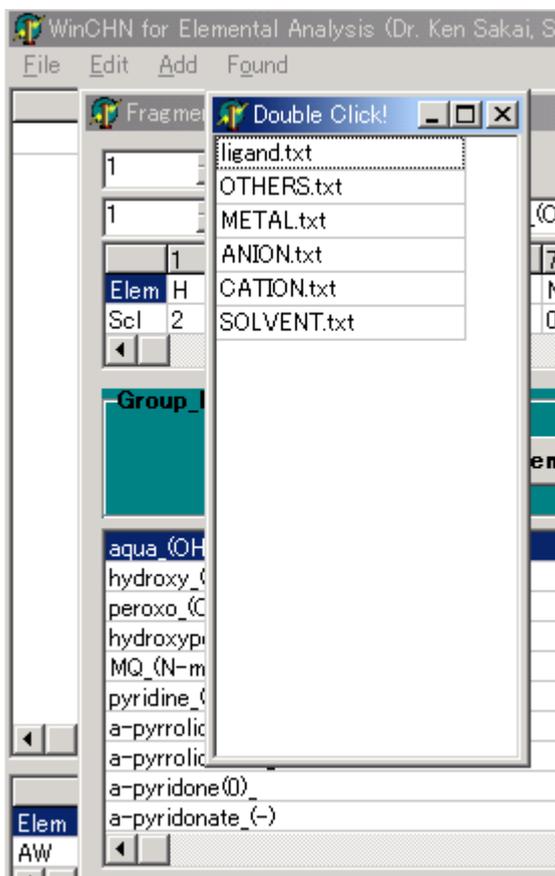


計算手順

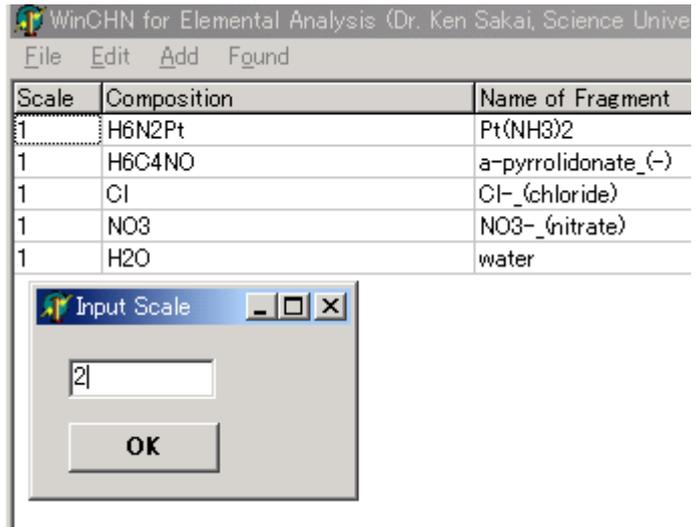
- (1) WinCHN3.exe を起動する(酒井研HPからダウンロード可)。
- (2) プログラムウィンドウの左上の表の上から二行目二列目をクリックする。
- (3) 最上段左から二つ目の枠をクリックする。そうすると右のような画面が現れるので、ligand.txt, OTHERS.txt, METAL.txt, ANION.txt, CATION.txt, SOLVENT.txt のいずれかをダブルクリックする。まず、METAL.txt をダブルクリックする。そうすると、下表の上から二行目にPt(NH₃)₂の行が見つかる。それをダブルクリックし、[OK]で抜けると、最初の画面にその情報が追加される。
- (4) Add を選ぶと再度先の画面に至るので、同様に最上段左から二番目の*.txt と表示されている枠をシングルクリックする。次は、ligand.txt から a-pyrrolidone_(-)を選択し追加する。
- (5) 同様の操作で、NO₃⁻, Cl⁻, H₂O をさらに追加する。
- (6) メイン画面の左上の表に全ての原子団が加えられたら、各原子団がその分子に何個含まれるかを定義する。最初は全て1となっているが1のシェルをクリックすると入力用のウィンドウが現れるので、2などを入れて[OK]で進行する。その様子を次項に示しておく。



WinCHN3.exe



- (7) 値を変化させるごとに右側の表に各元素の含有率が計算され更新されるので、それらの値と上記表中の値を比較し、最も近い組成を探索する。



なお、元素分析の許容誤差は通常 ± 0.3 %未満とされている。この基準を少しあまくして、 ± 0.5 %未満程度までは許容範囲であると考えられる場合もあるが、 ± 0.3 %未満であると記憶に留めておいて欲しい。

国立大学法人 九州大学
 大学院理学研究院 化学部門
 教授 酒井 健

〒812-8581 福岡市東区箱崎 6-10-1

電話 / Fax: 092-642-2596

E-mail: ksakaiscc@mbox.nc.kyushu-u.ac.jp