

[目的]最近,有機化合物の構造決定に元素分析(CHN)の利用が減少傾向にある.利用が減っている理由に,試料を数mg要し燃焼分解のため回収されないことや精製に負担があるなどの理由が挙げられるが,“分析が合いにくい”という問題もある.元素分析全盛期に比べて試料の精製がほとんどクロマト分離によるため“合わない場合”の前処理法について報告¹⁾しているが,一方,分析誤差要因として“秤量誤差”も指摘される.その検証についてはこれまで方法がない.今回先に報告²⁾した新しい計算手法で依頼分析データの秤量誤差を検証する.

[方法]1. 依頼分析データについて,試料の秤量値の項を除き,CHNの成分比を用いた新しい計算手法²⁾で純度の確認,即ち理論値に許容誤差範囲内で“合う”“合わない”の判定を行う.

2. 上記判定結果と従来法による分析値からの判定を比較する.

[結果及び考察]方法1,2により元素分析値が許容誤差内に入るかどうか試料の重量の項を関与せずに判定できた.即ち秤量操作を略して成分比から導いた“指定の許容誤差範囲”で純度の確認を行い,従来法と同じ判定ができた.以上の結果より,今回依頼分析データで“秤量誤差”が元素分析が合わない要因である可能性は低く,また本法で“秤量誤差があるかどうか”の検証が可能である.さらに本法により1mg以下の極微量の試料量で純度確認ができると予想され,それによって機器の出力信号値補正の関与の影響が少なくなる効果と,純度の確認に手軽で効率的な元素分析装置の利用法をもたらす.

1) 日本薬学会 129 年会 (2008, 京都)

2) 第 68 年会日本分析化学会 (2009, 札幌)