平山久雄, 家城忠義, 宮原景吉: 微量直示天秤による有機微量分析

Hisao Hirayama, Tadayoshi Ieki, and Keikichi Miyahara: Microorganic
Quantitative Analysis by the E. Mettler-Microanalytical Balance.

(Research Laboratory, Shionogi & Co.,Ltd.*)

新型の微量天秤としてスイス, E. Mettler 会社製の天秤を最近入手したので, これを用いた微量定量分析の結果を紹介する。

この天秤は最大 20 g, 最小限度 1 γ 迄測定出来, 且つ一定荷重のもとに秤量するもので, 操作上クルマン型のものよりも簡便であるが, 零点及び感度の変動が温度変化に対して鋭敏である。従つてこの実験は普通の部屋に設置して行つたが, 恒温恒湿の部屋に設置されるべきものである**。

1. 炭水素定量の場合 Pregl 法炭水素定量の場合, 天秤は試料と吸収管の秤量に用いられる。試料の秤量にはクルマン微量天秤のライダーの移行部分に相当する投影スケールの前後の読みの差で容易に 20 mg 迄秤量される。吸収管の秤量はクルマン同様分銅を使用するので, 分銅の補正並びに秤量時の零点の変動を検討する必要がある。

(1) 分銅の補正 此の天秤の分銅はすべて天秤内のアームにかかつている故, クルマンの様にタラを使用せず直接分銅を使用して秤量する。故に分銅は何れも γ 迄補正せねばならない。しかし 50 mg 以下の分銅は補正出来てもそれ以上の分銅, 例えば 5 g とか 10 g の分銅を 1 γ 迄補正する事は空気中の湿度の影響が大きいので不可能である。それ故炭酸ガス吸収管の様に一日の分析で約 50 mg の増量を示す場合は, 50 mg 以下の分銅使用の範囲にとどめる様適宜タラを使用し, 補正不可能な分銅を使用しない様にせねばならない。分銅の補正值は次の様であつた。

分	銅	補 正 値
10 mg		10.075 mg
20 γ		20.137 γ
30 γ		30.212 γ
40 γ		40.292 γ

(2) 吸収管秤量時の零点の変動 吸収管秤量時間即ち 15 分間中の零点の変動を求めた結果, Table I に示す様な結果を得た。即ちアプウィツシェン後直ちに零点を調整し, 先ず水吸収管, 次に炭酸ガス吸収管を秤量後, 各零点を測定した。

Table I

アプウィツシェン後の零点 (mg)	水吸収管秤量後の零点 (mg)	炭酸ガス吸収管秤量後の 零点 (mg)	最大変動 (mg)
+ 1.000	+ 1.001	+ 1.000	0.001
+ 1.000	+ 1.000	+ 0.995	0.005
+ 1.000	+ 1.000	+ 1.010	0.010
+ 1.000	+ 1.000	+ 1.010	0.010
+ 1.000	+ 1.001	+ 1.007	0.007
+ 1.000	+ 1.003	+ 1.015	0.015
+ 1.000	+ 1.000	+ 1.010	0.010
+ 1.000	+ 1.012	+ 1.026	0.026
+ 1.000	+ 0.995	+ 0.998	0.012
+ 1.000	+ 1.001	+ 1.000	0.001
+ 1.000	+ 1.004	+ 1.010	0.010

* Imafuku, Amagasaki, Hyogo-Ken.

** 本器の構造及び性能については「化学の領域」に紹介した。

(3) 秤量時間 試料及び吸尿管の秤量時間はこの天秤もクールマン微量天秤も殆んど等しい。

(4) 炭水素定量結果 実験は同一の装置及び吸尿管を用いてクールマン微量天秤と比較した。その結果を Table II に示す。

Table II

物 質 名	計 算 値 %	微 量 直 示 天 秤		ク ー ル マ ン 微 量 天 秤	
		実 験 値 %	誤 差 %	実 験 値 %	誤 差 %
庶 糖	C : 42.11 H : 6.48	C : 42.34 H : 6.07	+ 0.23 - 0.41	C : 41.98 H : 6.49	- 0.13 + 0.01
"	"	C : 42.49 H : 6.56	+ 0.38 + 0.08	C : 42.48 H : 6.58	+ 0.37 + 0.10
"	"	C : 42.15 H : 6.48	+ 0.04 ± 0.00	C : 42.59 H : 6.90	+ 0.48 + 0.42
"	"	C : 41.87 H : 6.15	- 0.24 - 0.33	C : 41.72 H : 6.06	- 0.39 - 0.42
スルファメラチン	C : 50.00 H : 4.57	C : 50.11 H : 4.39	+ 0.11 - 0.15	C : 50.43 H : 4.36	+ 0.43 - 0.18

2. 窒素定量の場合 Dumas 法窒素定量に使用した実験結果は Table III の様である。

Table III

物 質 名	計 算 値 %	微 量 直 示 天 秤		ク ー ル マ ン 微 量 天 秤	
		実 験 値 %	誤 差 %	実 験 値 %	誤 差 %
バラニトロアニリン	20.29	20.53	+ 0.24	20.24	- 0.05
"	"	20.52	+ 0.23	20.38	+ 0.09
"	"	20.22	- 0.07	20.50	+ 0.21
バラニトロアセト アニリド	15.55	15.83	+ 0.28	15.59	+ 0.04
"	"	15.78	+ 0.23	15.77	+ 0.22
"	"	15.82	+ 0.27	15.78	+ 0.23

3. 結論 此の天秤をクールマン微量天秤と比較すると、(1) 分銅の移行はすべてダイヤルを廻す事により行われるからクールマンより操作が簡単である。(2) 天秤内に air-damper がつけてあり振れは速かに止まる。その為最小目盛の読みとりが早く出来る。(3) クールマンのライダー移行部分が此の天秤では投影スケールになつている故ライダーを移行する手間が不用である。

しかしながら温度変化に対して感度、零点の変動が少々大きいので補正の必要があり吸尿管を秤量する場合は少々複雑となる。恒温恒湿の部屋に設置すればクールマン型微量天秤よりも便利に使用出来るものと思われる。

塩野義製薬株式会社研究所

(Received December 8, 1952)