

Title	統一定量分光分析法に関する研究
Author(s)	井戸, 原満
Citation	
Issue Date	
Text Version	none
URL	http://hdl.handle.net/11094/28842
DOI	
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏名・(本籍)	井 戸 原 満 い どの ほら みつる
学位の種類	工 学 博 士
学位記番号	第 6 4 4 号
学位授与の日付	昭 和 40 年 3 月 22 日
学位授与の要件	学位規則第 5 条第 2 項該当
学位論文題目	統一定量分光分析法に関する研究 (主査)
論文審査委員	教授 石野 俊夫 (副査) 教授 小森 三郎 教授 松田 住雄 教授 提 繁 教授 大河原六郎 教授 新良宏一郎 教授 戸倉仁一郎 教授 大竹 伝雄 教授 品川 睦明 教授 桜井 洸 教授 三川 礼 教授 守谷 一郎 教授 坪村 宏

論 文 内 容 の 要 旨

定量分光分析は、今日金属工業や化学工業において広く用いられているが、この定量分光分析法が最も効果的に用いられるのは供試料に対して適切な標準試料と分析条件が用意され、さらに同種の試料を多数分析するような場合である。しかし一般の生産工業においては多種少数の試料、試料量が微量で分析条件の検討が行ないえない試料、あるいは試料組成が未知か複雑で標準試料の調製が困難な試料、またはその主成分をも含めて全金属組成を知りたい試料などの、一般の定量分光分析の適用が困難な試料が数多くみられる。そこで筆者はこのような難点をもつ試料をも含めて、あらゆる試料を同一の標準試料と分析条件とをもつて、しかもその主成分から不純分までを簡便かつ統一的に定量しうる方法を確立するために各種の要因について研究を行なつた結果、分光分析法の最大の欠点と云われる母体効果の存在を抑制し統一することに成功し、工業的実用に適する方法をえた。そしてこれを統一定量分光分析法(統一法と略称)となづけた。本統一法の骨子はつぎのとおりである。試料を内標準-緩衝剤(炭素粉と炭酸ナトリウムの等量混合物に酸化ゲルマニウムと塩化白金酸カリを1%づつ添加)の10倍量で希釈し、これを特殊な炭素極に充填し、直流アーク励起(10A, 60秒, 露光)して分析する。標準試料は酸化物より合成する。この統一法を工業的に実用するために試料中陽イオン、陰イオン、母体の化合形態、分析元素の化合形態などの影響を広範囲に検討した結果、本統一法は有機物、無機物、金属のいずれの試料にも適用することが出来、試料量も最少 0.3mg でよいことがわかった。試料量が 0.3mg 以下の試料や微量の金属元素を含む有機物に対しては、本統一法を拡張して新しい方法を確立した。これは試料を灰化したのち硫酸ナトリウムで溶融し、希硝酸に溶解して溶液-直流アーク法により分析するものである。

次に統一法の生産工業への適用の程度を知るために、タンタル製錬工業への適用を検討した。その結果、本統一法は原料、副生物、雑試料などにはそのまま適用することができるが、工程の主流製品である工程関連物質の大部分には直接の適用が困難であることを認め、これらに対しては、できるだけ統一法の考え方を導入してそれぞれの試料に適した工業分光分析法を確立した。まずタンタル鉱石などについては、試料を硫酸水素カリと熔融したのち粉末-スパーク法により、主成分のタンタルを含む14種の組成元素を统一的に、精度よく(4~5%)定量しうる方法を確立した。また高純度の中間製品や製品については、本統一法の適用は困難であるので、別に高感度の方法をうるために研究を行なった結果、マグネシウムについては試料を塩酸溶液とし直流アーク法により最小0.0005%までの13種の元素を約12%の分析精度で定量しうる方法を確立し、またタンタル化合物については、試料形態を酸化物に統一したのち、断続アーク法によって最小0.0003%までの11種の元素を約7%の精度で定量しうる方法を確立し、さらに高感度を必要とするタンタルインゴットなどについては、試料形態を酸化物に統一したのちに直流アーク法により最小0.00003%までの14種の元素を約10%の精度で定量しうる方法を確立した。なお以上の研究においては、一般にタンタルのような多線性のスペクトルを有する元素の分析には不適とされる中型水晶分光器を用いその技術的性能の拡大を図った結果、大分散の分光器の技術的性能に近い性能をうることができた。

以上の統一法定量分光分析法およびタンタル関連試料の分析法は、いずれも筆者の所属する日本曹達株式会社などの金属工業や化学工業において実用化され、その実用性はじゅうぶんに確認されている。

論文の審査結果の要旨

定量分光分析は今日金属工業や化学工業において広く用いられているが、この方法がもっとも効果的に利用できるのは、供試料にたいして適切な標準試料と分析条件とが用意され、さらに同種の試料を多数分析するような場合である。

しかし一般の生産工業において上述のような定量分光分析の適用が困難な試料が多い。

そこで著者はかかる難点をもつ試料も含めて、すべての試料を同一の標準試料と分析条件とでその主成分から不純物に至るまで簡便かつ统一的に定量できる方法を確立するため、各種の要因について研究を行なった。

その結果、分光分析の最大の欠点といわれる母体効果を抑制することに成功し、工業的の実用に適する方法を確立しこれを統一定量分光分析法(統一法と略称)となづけ、その結果を緒論、7章および総括にまとめたものが本論文である。

すなわち試料を内標準-緩衝剤(炭素粉と炭酸ナトリウムの量等混合物に酸化ゲルマニウムと塩化白金酸カリウムを1%ずつ添加)の10倍量で希釈し、これを炭素極に充填して直流アークで励起(10A, 6.0秒露光)して分析している。標準試料は酸化物から合成している。(第2章, 第3章)

この統一法を工業的に実用するために試料中の陽イオン、陰イオン、母体の結合状態、分析元素の

化合形態などの影響を広範囲に検討した結果、本法は試料母体が有機物、無機物のいずれの場合にも適用しうることに、また試料量も最少 0.3 mg でよいことがわかった。(第 2 章, 第 4 章)

試料量が 0.3 mg 以下の試料や微量の金属元素を含む有機物にたいしては、本法を拡張して新しい方法を確立している。すなわち試料を灰化したのち硫酸ナトリウムで溶融し、希硝酸に溶解して溶液-直流アーク法で分析する方法である。(第 5 章)

つぎに本法の生産工業への適用の程度を知るためにタンタル製錬工業をとりあげた。その結果、本法は原料、副生物、雑飼料などにはそのまま適用でき、たとえばタンタル鉱石については試料を硫酸水素カリウムと溶融したのち粉末-スパーク法により主成分のタンタルを含む 14 種の組成元素が統一的に 4～5% の精度で定量できる。(第 6 章)

しかし高度の精度を要求される原料や最終製品については本法をそのまま適用できない。したがって別に高感度の分析方法を研究し、その結果マグネシウムはこれを塩酸溶液とし直流アーク法により最小含有量 0.0005% までの 13 種の不純元素を約 12% の精度で、またタンタル化合物では酸化物とした試料を断続アーク法で最小 0.0003% までの 11 種の元素を約 7% の精度で、最終製品のタンタルインゴットは酸化物として直流アーク法で最小 0.00003% までの 14 種の元素を約 10% の精度で定量しうる方法を確立した。(第 7 章)

なおタンタルのような多線性のスペクトルを有する元素の分析には不適とされる中型水晶分光器を使用して分散能の大きい分光器に近い数値を得ていることは特筆に値する。

本論文は従来の定量分光分析法が有効に適用できないような種々雑多な試料を、統一的にかつ迅速に定量できる、工業的応用範囲のきわめて広い、新しい定量分光分析法を確立したものである。さらに本分析法を、タンタル製錬工業に拡張適用して成果を取め、適用の困難な高純度原料および製品にたいしては、別に高い感度をもった分光分析法を確立している。これらの分析法はすべて工業的実用に供され、製造方式の確立と工程管理に寄与している。

以上その成果は分光分析化学の進歩と工業技術の開発に貢献するところ大きい。したがって本論文は博士論文として価値あるものと認める。