

## FIAによるケイ酸塩分析の試み

千葉大学名誉教授 黒田六郎

第二次世界大戦後しばらくはケイ酸塩分析や含希元素鉱物の分析は専ら古典法によって行われ、ケイ素、全酸化物（チタン＋全鉄＋りん＋アルミニウム）、シュウ酸カルシウム、りん酸カルシウムの沈殿（全て再沈）を逐次分離し、重量法により定量した。アルカリ金属はローレンススミス法によったが、これも多段沈殿分離によるものである。所用時間は十分な白金器具があつておよそ10日。この分野には名人・達人と言われる人があり、それ以外の分析は信用を欠いたと言つてよい。筆者は故濱口博先生の直伝の指導を受けたが、誠に畏懼すべき分野であつた。迅速分析・発光分光分析に続き、1960年代の蛍光X線分析、原子吸光法の導入により事情は変わったが、機器分析は比較法であるので、標準値を与える古典法の重要性は変わっていない。共通岩石試料による実験室間比較分析は1950年頃から微量・痕跡成分を含め半世紀にわたり世界的規模で続けられているが、分析値の分散大きく、標準値が時々変わったものもある。特に古典法ではSi、Alの値の散らばりが大きく、発光分析では桁の差を示す成分もあつて、分析の正確さについて深刻な再認識を要した。痕跡成分については試薬等からの汚染の問題もあり、いわゆるクラーク数の書き換えられた元素も多い。

FIAによるケイ酸塩分析は誰でも正確な再現性あるデータを出しうるよう願つて着手したものである。その高速・高精度は魅力である。ただこの方法は基本的には単成分定量法であるから、多成分の逐次定量を許す安定な試料液を作る必要がある。ここはレーパーインテンシブで律速段階となる所

である。また出来る限り多成分同時定量のシステムを考え、微量成分については濃縮機構をもつ系の構築、理論・新規な系の研究も必要である。

これらの実施については九大石橋信彦教授の総合研究（A）フローインジェクション分析法の基礎と応用に関する研究（昭和59年）を分担し、また一般研究（B）フローインジェクション法によるケイ酸塩の連続自動分析法に関する研究（昭和59年）等の補助を受けた。小熊幸一助教授（当時）、大学院生望月正君（現NKK）とともに研究を立ち上げ、以降多くの大学院生特に井田巖、奈良正（ともに現NKK）の協力をえて、

Fe, Al, Ti, Ca, P, Si, Mg, Mn, Na-Kの逐次乃至一部同時定量、タイロンによるFe(III)と全鉄の同時接触光度定量及びFe(III)-Tiの遅延同時定量等の基礎研究、

Fe(III)-Fe(II)-Tiの同時定量、微量成分Zrに対するイオン交換濃縮を回路に含むフローインジェクション法を確立した。

Fe(II)は試料を無水炭酸リチウム-ホウ酸（1:1）で融解する際酸化するので実際には他の成分とともに定量できない。別試料をとつて定量するが、古典法でも一試料20-30分で分析可能である。

これらの方法は名人・達人に依らずとも正確、高精度、高速の分析ができることを示したものである。自らも100前後の岩石試料の分析に苦しみ、また地学教室などで多くの試料群を抱え、古典法あるいは迅速分析を適用して失敗すること多く、長期間にわたつて悪戦苦闘している研究者を知るだけに感慨新たなものがあつた。