

無機分析における前処理

小 熊 幸 一

本年の入門講座は「失敗から学ぶ分析技術のコツ」と題して、各分野の熟練研究者の方々に、サンプリング、試料処理から機器による測定、更には分析値の数値処理まで、分析技術にかかわる様々な失敗事例の紹介と解決策の提示をお願いしました。主として初級～中級分析技術者の技術習得のための手引きを目指して、Q&A方式も取り入れながら解説していただきます。

「ぶんせき」編集委員会

1 はじめに

世間には「失敗は成功の母」という名言があるが、失敗はできるだけ避けたいのが人情である。筆者も今までに何回となく失敗し、自分自身に腹を立てながら長時間を要する実験をやり直した苦い経験がある。最近読んだ本に次のような一節があった。『失敗は誰にとっても嫌なものだが、人間の活動につきもので人が生きている限り避けて通れない。そうであるなら大切なのは失敗しないことではなく、失敗に正しく向き合っ^て次に活かすことである。』¹⁾

本稿は、湿式化学分析の出発点ともいべき固体試料の溶解、試料溶液の蒸発濃縮、pH調整等、もっとも基本的な前処理にかかわる実験で実際にあったことをもとに書いたものである。教科書や参考書を読んで「単に知識として知っている」ことと、実験の過程で「知っていることが無意識のうちに頭に浮かび適切な操作が自然に行える」こととの差は非常に大きく、後者は様々な実体験によって身につくもののように思える。本稿が、読者諸氏の不必要な失敗を減らすために、あるいは失敗を次に活かすために少しでも参考になれば幸いである。

2 白金るつぼの取り扱い

白金るつぼからウロコ

高等学校で現在使われている「化学I」の教科書を見ると、「金や白金は王水と反応して溶ける、王水は濃硝酸と濃塩酸を1:3の体積比で混合したもので強い酸化力をもつ」と記載されている。この記述に間違いはないが、わたしの研究室で経験した白金を溶かす混酸は決して「濃」硝酸と「濃」塩酸の“1:3”混合物ではなかった。

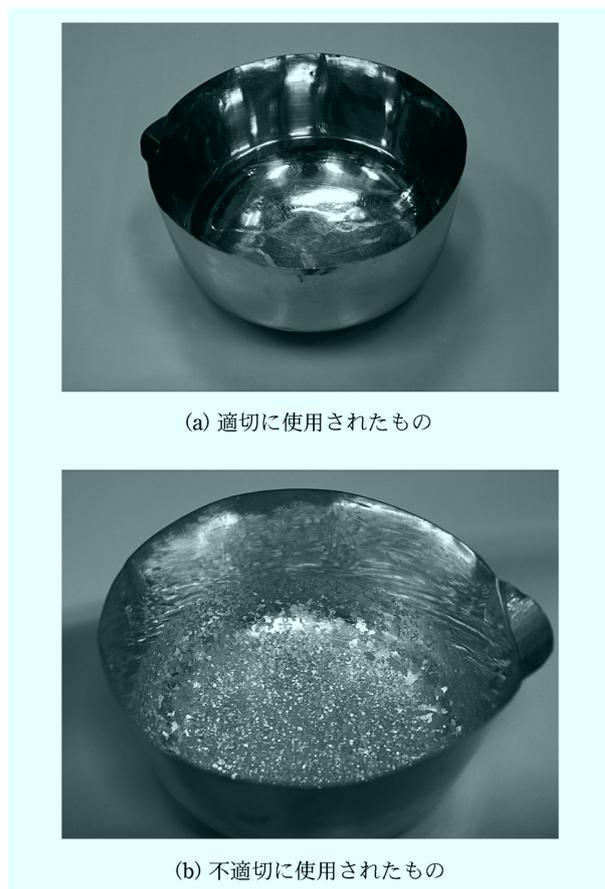
ある日のこと、大学院生の一人がいつものように使い終わった白金るつぼを洗浄するつもりで3 M (mol dm⁻³, 以下同様) 硝酸の入ったビーカーに入れてホットプレート上で加熱した。ところが、しばらくするとビーカー内の硝酸が黄色みを帯び始め、白金るつぼの全表面がウロコ状に変わってしまっていた。あわてて白金るつぼをビーカーから取り出して水洗したが、表面のウロコは消えるはずもなく、業者に大金を払って銜^いなおしをお願いせざるを得なかった。参考までに現在手元にある白金蒸発皿の写真を図1に示す。(a)が普通の状態のもので、(b)はなんらかの不適切な使い方によって底面付近が一樣にうろこ状になっているのが分かる。

硝酸のみであれば白金が容易に溶けるはずがなく、よくよく調べたところ、使おうとした3 M硝酸が少なめであったので、ドラフト中に並べて置いてあった器具洗浄用の希塩酸を希硝酸と思って加えてしまったとのこと。この希硝酸と希塩酸との混合物を加熱したため、本来なら室温では白金を溶かすほどには進行しないはずの下記の反応²⁾が迅速に進み、生成物が白金を溶解したものと推測した。



塩化物に硝酸を加えたり、硝酸塩に塩酸を加えたりしても同様な反応が起こりうるため、そのような操作を白

Failure toward Success in Analytical Techniques—Pretreatment in Inorganic Analysis.



(a) 適切に使用されたもの

(b) 不適切に使用されたもの

図1 白金蒸発皿

金るつぼあるいは白金蒸発皿中では行ってはならない。

組成を逆転した濃硝酸3：濃塩酸1の混酸は逆王水と呼ばれ、強力な酸化溶解性を発揮するので、黄鉄鉱中の全硫黄を酸化溶解して硫酸イオンにする場合などに用いられる³⁾。

要点：王水でなくても塩酸と硝酸の混酸は白金器具を溶解（腐食）する。特に加熱した場合に顕著である。

白金るつぼの底に穴

「先生、ちょっときてください。驚かないでくださいよ」「何を騒いでいるのかな。ちょっとやそつこのことでは驚かないぞ」。融解操作をしていた白金るつぼのふたがとられている。るつぼを上からのぞき込んだ瞬間「何これ」と思わず叫んでしまった。バーナーの炎が見えるではないか。聞くと、炭酸ナトリウムに少量の硝酸カリウムを加えて融解するようにボスから指示され、炭酸ナトリウムに対して硝酸カリウムを通常以上に加えてしまったためであった。

炭酸ナトリウムの分解力は酸化剤の添加により著しく高まり、多くの陽イオンはより高い酸化状態へ酸化され、例えばマンガンとクロムは+6価となる。もっとも一般的な酸化剤はアルカリ硝酸塩で、炭酸ナトリウム-アルカリ硝酸塩（10：1）混合物はケイ酸塩の分解に広く使われ、Fe(III)の金属状態への還元やるつぼの

白金との合金生成を防止するのに有効である。ただし、その際、鉄の損失量は減少するが、白金るつぼの損失量が増加する⁴⁾。この混合物は黄鉄鉱に富む岩石中の硫化物態の硫黄を定量する際に適用されている⁵⁾。

上述のように、炭酸ナトリウムにアルカリ硝酸塩を加えて酸化融解を行うと白金るつぼの損傷が大きいことが知られていて、研究者によっては炭酸ナトリウムに対する硝酸カリウムの比率は4：1がよいとしているが⁶⁾、白金るつぼを使う限り硝酸塩の比率は低いほど損傷が少ない。したがって、硝酸カリウムを添加する場合は、特に問題がなければ白金るつぼは使わずに、ニッケルやジルコニウム製のるつぼなど⁷⁾を使うほうが安心である。

そのほか、塩素酸カリウムや過酸化ナトリウムを加えた酸化融解、水酸化ナトリウム（カリウム）による強アルカリ性の融解は白金るつぼを著しく侵すので行ってはならない。

要点：酸化性融剤及び強アルカリ性融剤は白金るつぼを腐食する。必要に応じて他の材質のるつぼを使用する。

白金るつぼの底についた融成物

2年ほど前、本学会主催の「分析化学基礎セミナー（無機編）」でのこと、若い受講生から「電気炉内で融解した後、白金るつぼの底についた融成物を溶かすのに時間がかかって困っています。どうしたらいいでしょう」という質問があった。どのような操作をされたか聞いてみると、「電気炉内で融解し、融解後炉外に取り出してそのまま放冷した」とのこと。この操作は失敗ではないが、融成物の溶液化に長時間を要しては能率が悪い。

融解操作は固体試料を溶液にするためのものであり、融成物が酸や水に容易に溶けることが望ましい。参考書等で融解操作について調べてみると、例えば、試料とその約10倍量の融剤とをるつぼ中でよく混ぜ、所定の温度で融解し、室温まで放冷した融成物を適当な酸に溶解する、としか書いてないことが多い。質問者は、まさにこのような操作を実行されたものと思われる。

白金るつぼの底についた融成物が溶けにくい理由は、図2(a)に模式的に示すように、融成物がるつぼの底に平らに固まっているためである。それならば、どうしたらよいか。融解後、「まだ融成物が冷え切らず流動性をもっているうちに、るつぼを（るつぼはさみで持ち）ゆっくりと回転し、図2(b)に示すように、融成物をるつぼの内壁に薄くはりつける⁸⁾」のである。融成物が冷めてくるにつれて次第に粘度を増してくるので、融成物をよく観察しながらるつぼの内壁に一樣に固化させることはそれほど難しくない。るつぼの内壁に薄くついた融成物は少量の水で湿らすと簡単にはがれ落ち、その後の溶液化が容易になる。場合によっては、るつぼの縁の両端を指で軽く押すと融成物にひびが入り砕けて溶かしやすくなる。

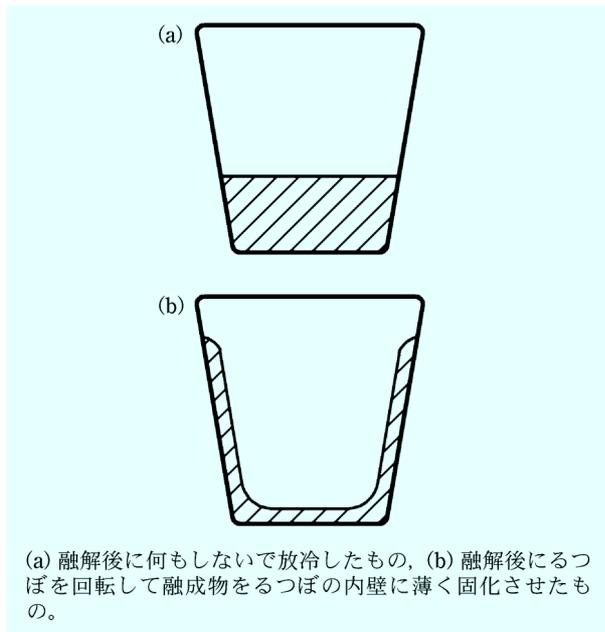


図2 融解後の融成物

近年、固体試料を融解する機会が激減した。その主な理由として、融剤に含まれる不純物が問題になるレベルの微量分析をすることが多くなったことがあげられる。また、高感度分析法である電気加熱原子吸光法、近年汎用されている ICP-AES と ICP-MS などでは測定に供する試料溶液に高濃度の塩が含まれると支障があるため、融解による試料分解を避ける傾向があることも理由として考えられる。しかし、時には融解により試料を分解する必要に迫られることもあり得よう。先人の残してくれた融解という優れた分解法も駆使して、目的になった分析操作を設計したいものである。

要点：融成物は、るつぽの内壁に薄くひろげて固化させよう。

3 試薬の取り扱い

過塩素酸は本当にすごい

有機物を含む試料を湿式分解する場合、酸化力のある硝酸を用いるのが一般的である。その際、分解力を高めるために硫酸を添加したり過塩素酸を添加したりする。

ある日、イオン交換カラムから溶離した金属イオンを吸光光度法で測定するため、溶離液に入っている酒石酸を酸分解していた。酒石酸の酸分解は手ごわいので、溶出液をケルダールフラスコに移し、若干濃縮した後に硝酸と少量の過塩素酸を加えた。加熱を続けて行くうちに最初黄色みを帯びた溶液がしだいに無色になり、分解は順調に進んでいた。ところが、溶液がフラスコの底面にごく少量になり、おそらく沸点の低い硝酸が先に蒸発して過塩素酸のみになっていたものと思われる、図3に示すように「シュポッ」という音とともにフラスコ内の溶液はドラフトの壁に向かって全部吹き飛んでしまった。

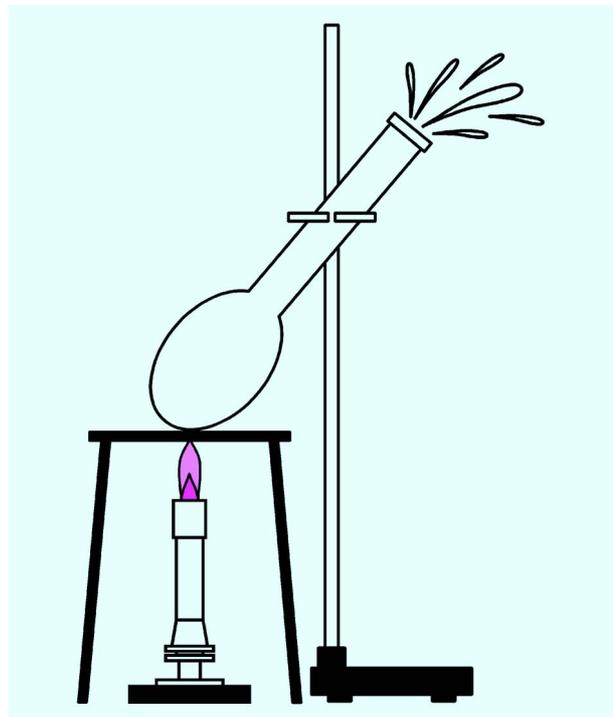


図3 過塩素酸のみとなった瞬間に試料溶液が飛散

そこに至るまで長時間をかけて行った試料調製やカラム操作の苦労が一瞬にして水泡に帰したのである。

過塩素酸は酸化力が強く、髪の毛1本でも爆発的に反応するから気をつけるように、とベテランの人から聞かされ、単独では絶対に有機物分解には使わないようにしてきた。上記の場合、一見無色に見えたが有機物質が残っていて、それと過塩素酸が激しく反応したものと思われる。フラスコ内の溶液が加熱によってしだいに減少し、最初に加えた過塩素酸の量に近くなった段階で、すなわち硝酸がまだ残っているうちに硝酸を追加すべきであった。実は、この硝酸が残っているうちに、というのをどう見きわめるかが難しい問題であって、硝酸の蒸気と過塩素酸の蒸気の違い、あるいは硝酸と過塩素酸の粘度の違いなどを手がかりに判断したことがあるが、常に余裕をもって硝酸を加えるのが無難と思われる。

過塩素酸は、有機物分解のほかに、フッ化水素酸の除去のためにもしばしば用いられる。その際、溶液を蒸発乾固する過程で容器内に有機物が入らないように注意することが必要である。

本稿の執筆中に定量分析の古い教科書⁹⁾で過塩素酸の取扱法について調べていたところ、“Notes on Perchloric Acid and its Handling in Analytical Work” と題した報告書が Analyst に掲載されていることが分かった¹⁰⁾。早速コピーを取り寄せて読んでみたところ、過塩素酸の性質、使用法、並びに保管法、さらにはドラフトに関し、実に詳しく記述されていた。過塩素酸を安全かつ有効に使用したい方にぜひ一読をお勧めしたい。

要点：過塩素酸を使用する際は、その性質をよく調べ、

慎重に扱おう。

金属標準液は自分でも調製できる

化学会社の研究所勤務になったN君が久しぶりに研究室に遊びに来たときに聞いた話。ある日、同僚が注文したハフニウムの標準液が届かないで困っているのを知り、N君は試薬棚にあった酸化ハフニウムをJIS H 1667¹¹⁾に掲載されている方法で処理して、塩酸酸性の溶液を調製してあげた。「標準液の納品を待っていたら分析結果の報告が期日に間に合わなかったので大変助かった」と同僚から感謝されたとのことである。N君は卒業研究から博士後期課程修了までの6年間、自分の実験もさることながら、しばしば後輩の実験の相談にもり、試料の溶解に豊かな経験を積んでいたため、ハフニウムという一般人にはなじみのない元素でもすぐに対応できたものと思われる。

試薬会社から原子吸光分析用の標準液が購入できるようになってから久しい。最近では、ICP-AES用の多元素混合標準液も市販されている。このような時代背景のもと、先にも触れた本会の「分析化学基礎セミナー(無機編)」では、四角目と広氏(化学物質評価研究機構)が「トレーサビリティ体系における標準液の使用」という題名の講義を行っている¹²⁾。この講義は、内容がきわめて実地的であり、非常に評判がよい。

ところで、市販の金属標準液の問題点は、各金属について、液性が1種類であることである。例えば、K社のスズ標準液(1000 mg/L 化学分析用)は2.5 M 塩酸溶液として調製され、銀標準液(1000 mg/L 原子吸光分析用)は0.5 M 硝酸溶液として調製されている。もし、スズと銀の両者を含む溶液が必要になった場合、これら市販の標準液は混合したら塩化銀が沈殿するため使用できない。このような場合の対処の例として、本学会の第55年会で上本道久氏(東京都立産業技術研究センター)が、含スズ銀ろう材の分析に関する講演の中で、JIS G 1226¹³⁾に従い金属スズを硫酸に加熱溶解してスズ標準液を調製した旨報告されていた。

市販の標準液は便利ではあるが、上記のように市販品が使用できない場合は自ら調製しなければならない。標準液の調製方法は、その後の実験に重大な影響を与えるので、JISの個別規格や標準液の作り方¹⁴⁾及び参考書¹⁵⁾を参照することをお勧めしたい。

要点：金属標準液は必要あれば自ら調製するもの、できるもの。

水酸化ナトリウム溶液の怪

「先生、昨日までカラムに吸着していたウランが、今日はまったく吸着しないで素通りしてしまいます」とS君がげげんな顔つきで相談にきた。キレート試薬を担持した疎水性ポリマーを吸着剤としてウランを捕集する

実験をしていたときのことである。操作法を逐一聞いてみたが、どこにも間違いはない。操作法を何回か頭に描き返し、ウランがカラムに吸着するのを妨げることがあるとすれば、それはどんな反応かを考えた。はたと思いついたのが水酸化ナトリウム溶液であった。S君に確認したら、その日に使った水酸化ナトリウム溶液はたまたま古いものであった、という。その水酸化ナトリウム溶液は空気中の二酸化炭素を吸収して炭酸イオンを含んでいて、これを用いてウラン溶液のpH調整を行ったため、ウランが安定なカルボナト錯イオンとなったものと推測した。案の定、水酸化ナトリウム溶液を新しく調製して同じ実験を繰り返したところ、従来どおりの結果が得られた。

空気中の二酸化炭素は次式により水酸化ナトリウム溶液に溶解する。



生成した炭酸ナトリウムは解離して炭酸イオンを生じる。



炭酸イオンはウラニルイオンと次式に示すように錯体を生成する。



ここで、カルボナト錯体の全安定度定数は $\log \beta_1 = 10.1$ 、 $\log \beta_2 = 17.1$ 、 $\log \beta_3 = 21.4$ である¹⁶⁾。海水中にウランが他の重金属と比較して高濃度(3.2 μg/l)¹⁷⁾で存在しているのは、海水のpH 8.2という微アルカリ性条件下でカルボナト錯体が安定であり、加水分解しないからである。また、ウラニルイオンのカルボナト錯体の生成は、ウラン鉱石からウランを抽出する際にも利用されている¹⁸⁾¹⁹⁾。

要点：水酸化アルカリ溶液は大気中の二酸化炭素を吸収し、炭酸イオンを含んでいる。

強アルカリ溶液はガラスを溶かす

希硫酸溶液から陰イオン交換樹脂にモリブデン(VI)を吸着させ、非吸着の金属から分離する実験をしていたときのこと。イオン交換樹脂に吸着したモリブデン(VI)を0.5 M 塩化ナトリウム-0.5 M 水酸化ナトリウム溶液で溶離回収した。溶出液の体積が多くなったため、ガラスビーカーに入れてうっかりホットプレート上で加熱濃縮した。しばらくしてビーカーを見ると、液面が下がると同時に溶液に触れていたビーカー内壁が腐食されて白くなってしまった。室温であれば、硬質ガラス製の容器に0.5 M 水酸化ナトリウム溶液を入れておいても、ガラスはすぐには目に見えて溶けないが、加熱したためにガラスの溶解が促進されたのである。

水酸化ナトリウム溶液はポリエチレン瓶に保存するも

のであって、万一、ガラス瓶に入れる場合はガラス栓ではなくゴム栓をすること、と分析化学の教科書で勉強していながら、なんとも初歩的なミスをしたものである。アルカリで腐食されたガラスの表面は金属イオンその他の汚染が起りやすいと考え、そのビーカーは廃棄することにした。

要点：アルカリによるガラスの腐食反応は加熱によって促進される。

リン酸はユニークな鉱酸

これはオルトリン酸溶液系でのイオン交換分離で経験したことである(以下、オルトリン酸をリン酸と表記)。上記の場合と同様、溶出液を蒸発濃縮していた折、溶液が残り少なくなったのでビーカーを手にとってみたところ、まるで水アメのように粘稠ねんちゆうなものになっていた。塩酸、硝酸、過塩素酸、硫酸はいずれも加熱揮散(蒸発乾固)させることができるので、リン酸も同様にできるとしてしまったのである。しかし、鉱酸の中で唯一リン酸だけは加熱によって脱水縮合が起り直鎖状ポリリン酸に変わるため、加熱揮散させることができないことが分かった²⁰⁾。すなわち、リン酸は次式のようにしてまず二リン酸 $H_4P_2O_7$ を生じる。



さらに三リン酸 $H_5P_3O_{10}$ 、四リン酸 $H_6P_4O_{13}$ などが生成する。これらのポリリン酸は一般式 $H_{n+2}P_nO_{3n+1}$ ($n = 2, 3, 4, \dots$) で表される。

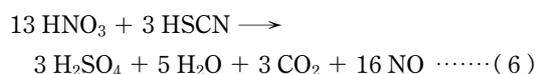
なお、リン酸を加熱して発生する水蒸気、及び霧化したリン酸を水流ポンプで吸引しながら $300^\circ C$ まで到達させる。そこで加熱を止め、吸引しながら冷却するとオルト、ピロ、トリポリ、テトラポリの各種リン酸の水分を含まない混合物が得られ、強リン酸 (strong phosphoric acid) または縮合リン酸 (condensed phosphoric acid) とも呼ばれる。強リン酸は常温で水アメ状を呈し、化学作用はほとんどないが、加熱するとねばりを失い著しい解砕作用を示す。この強リン酸の解砕作用は木羽敏泰によって試料解砕法に応用され、強リン酸分解法として知られている。例えば、粉末ガラス、アルミナ、不溶性ケイ酸塩、硫酸塩などを透明に溶解する。強リン酸と酸化剤や還元剤との併用も行われ、乾式法と湿式法の間にあたる半融法として様々な試料の分解に適用されている。

要点：リン酸は不用意に加熱濃縮してはならない。

反応はすぐには止まらない

金属元素の検出あるいは定量に先立ち、妨害となる無機あるいは有機の錯生成剤を分解しなければならないときがある。これまでに経験した中で分解操作が難しかったものの一つが、チオシアン酸(塩)の分解である。硝

酸で酸化分解する際、ビーカー内の試料溶液に少量の濃硝酸を加え、溶液の様子をしばらく見てからホットプレート上で徐々に加熱する。チオシアン酸塩の濃度、濃硝酸の添加量、加熱温度が微妙に影響して、反応が急激に進行することがあった。いったん茶色の発煙と発泡を伴う激しい反応が始まると、ビーカーをホットプレートから降ろしても反応は止まらず、ビーカーと時計皿の間から溶液がふきこぼれるのを呆然と見守るのみであった。結局、少量ずつの濃硝酸を加え、低温で時間をかけて分解するのがよかったわけで、つい実験を早く終わらそうとするあまり、幾分か余分の濃硝酸を一度に加えたり、ホットプレートの温度を高め設定したりしていたのが失敗のもとだった。ところで、硝酸は相当に濃厚な場合にはチオシアン酸と熱時次式のように反応する²¹⁾。



酸化分解に過酸化水素を用いる際も発泡には注意が必要である。反応を促進させるために加熱すると、ある時点で急に反応が進み、溶液がふきこぼれることがある。それを回避するには、慎重に時間をかけて加熱するしかない。

なお、上記のような分解にはビーカーではなく、ケルダールフラスコを利用することを勧めたい。ケルダールフラスコであれば、ビーカーを使う場合ほど神経質にならなくても失敗を避けることができる。

要点：発泡を伴う分解操作にはケルダールフラスコを使う。

4 分析化学実験作法

ビーカーの底から鉄さび、急がば回れ

イオン交換樹脂に対する金属イオンの吸着性を調べるため、バッチ法で分配係数を測定していたときのこと。金属イオンを含む濃度の異なる硫酸溶液とイオン交換樹脂とを一定時間振り混ぜた後、イオン交換樹脂をろ別した溶液中の金属イオンを定量する実験であった。金属イオンの定量に先立ち、汨液を6個のビーカーに分取し、硫酸をホットプレート上で蒸発除去していた。たまたま奥のほうにあったビーカーの液が残り少なくなったため、そのビーカーを持ち上げ、他のビーカーの上をこえてホットプレートから降ろそうとしたとき、持ったビーカーの底についていた小さな鉄さびが、下にあったビーカーにぼろっと入ってしまった。残念ながら、鉄さびの入ったビーカー内の溶液はその時点で捨てざるを得なかった。それが貴重な試料溶液であつたら大変なことになるところであった。

この失敗は、一つにはホットプレートの表面をきれいに掃除してから使わなかったことに原因があるが、基本的な注意を払わなかったことに原因がある。すなわち、

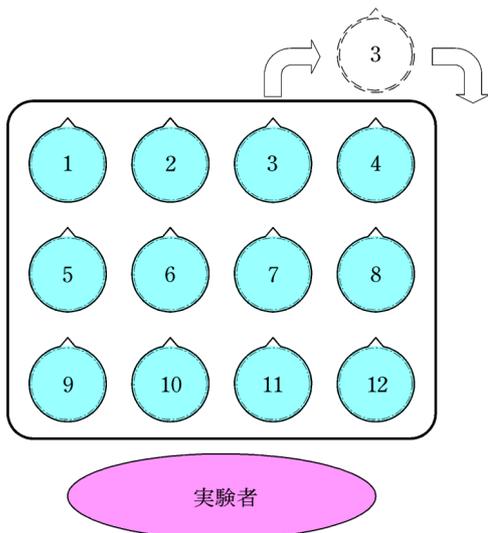


図4 ホットプレート上のピーカーのおろし方

図4に示すように、奥にあるピーカーは本来迂回して取るものであって、決して他のピーカーの上を通してはならなかったのである。このことを指摘されたのは鈴木節雄氏（日鐵テクノロジーサーチ）である²²⁾。湿式化学分析の前処理技術に関する講演中で、化学分析の作法の一つとして示されたものであり、他の聴衆の方々はさほど印象に残らなかったのかも知れない。しかし、かつて上記のようなお粗末な失敗をした筆者は、恥ずかしさに顔が熱くなるのを覚えながら、湿式化学分析のベテランはさすがに気配りが違う、と感服しつつ拝聴した。

沝紙の使い方は紙二重

沝紙による沈殿の沝過といえは、時間がかかって退屈したことを思い出す人も多いと思われる。沝過を迅速かつ確実に実行するコツは、沝紙を四つ折りにして漏斗に密着させることである²³⁾。沝紙の折り方の例を図5に示す。沝紙をa, bの順で折り、cに示すAの部分を持ち上げる。以上のように折った乾いた沝紙をdのように漏斗にあてがい、きれいな指で押しつけたまま洗瓶から純水を吹きつける。Aの部分がちぎってあるので、この部分が漏斗に密着し、沝過の際に空気が入り込まない。空気が入り込むと漏斗の脚の部分の液柱がとぎれて沝過能率が著しく低下する。

2年生の学生実験でアルミニウムの重量分析を担当していたときのこと。実験室を巡回していたところ、水酸化アルミニウムの沈殿を沝過している何人かの沝液が白く濁っているのを発見した。皆同じロットの定量用沝紙を使っているので、沝液が濁るのはおかしい。沝紙をよく見たところ、折った沝紙の広げ方を間違えて隅を切り取った部分が沈殿と直接接触するように沝紙を漏斗に取りつけていた。実際の沝過の段階で試料溶液を沝紙の上縁近くまで加えて加えていたため、隅を切り取った部分か

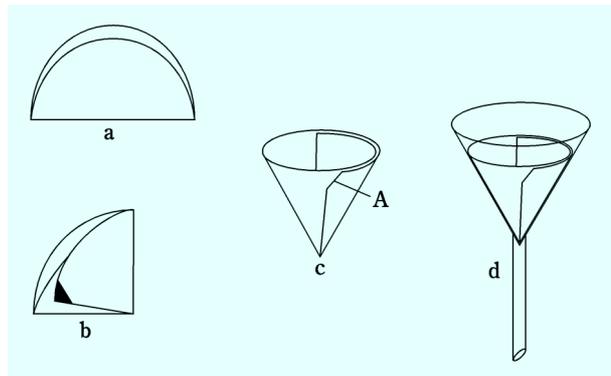


図5 沝紙の漏斗への取り付け方²³⁾（裳華房より許可を得て転載）

ら水酸化アルミニウムの沈殿が漏れ出していたのであった。

沝紙を漏斗に密着させるために、四つ折りにした沝紙の隅を切り取った後、中の二重になっている部分をどちらに寄せて開くかで、正否がまったく分かれる。このように、沝紙の隅を切り取るのは、沝紙の重ね合わせの部分から空気が入らないようにし、結果的に沝過の時間を短縮することにある。たわいないことであるが、間違いなく覚えたいものである。

分析をする際、不必要に神経質になることはない。しかし、上述のようにピーカーの取り扱い方一つ、沝紙の折り方一つにも作法がある。その作法を会得することが信頼性ある分析値に通じると思う。

要点：何気ない操作にも作法がある。その作法を身につけることが分析値の信頼性確保の基礎である。

謝辞 本稿を草するにあたり貴重な資料やご意見をいただいた上本道久氏（東京都立産業技術研究センター）、鈴木俊宏氏（産業総合技術研究所）、中島淳一氏（日産化学工業）に深謝致します。

文献

- 1) 畑村洋太郎：“失敗学のすすめ”，文庫版あとがき（2005），（講談社）。
- 2) 化学大事典編集委員会編：“化学大辞典”，2巻，9，（1963），（共立出版）。
- 3) Z. Šulcek, P. Povondra：“*Methods of Decomposition in Inorganic Analysis*”，p. 27（1989），（CRC Press, Boca Raton）。
- 4) Z. Šulcek, P. Povondra：“*Methods of Decomposition in Inorganic Analysis*”，p. 171（1989），（CRC Press, Boca Raton）。
- 5) L. E. Reichen：U. S. Geol. Surv. Prof. Pap., **750B**, B163（1971）。
- 6) W. F. Hillebrand, G. E. F. Lundell, H. A. Bright, J. I. Hoffman：“*Applied Inorganic Analysis*”，p. 848（1953），（John Wiley & Sons, New York）。
- 7) E. M. Donaldson：*Methods for the analysis of ores, rocks, and related material*, in “*Mines Branch Monogr. 881*”，p. 41（1974），（Energy Mines Branch Resources Canada, Ottawa）。

- 8) D. A. Skoog, D. M. West: "Fundamentals of Analytical Chemistry", Fourth ed., p. 627 (1982), (Holt-Saunders Japan, Tokyo).
- 9) W. J. Blaedel, V. W. Meloche: "Elementary Quantitative Analysis, Theory and Practice", Second Edition, p. 820 (1963), (Harper & Row, New York).
- 10) The Society for Analytical Chemistry, Analytical Methods Committee: *Analyst*, **84**, 214 (1959).
- 11) JIS H1667, 「ジルコニウム及びジルコニウム合金中のハフニウム定量方法」.
- 12) 平井昭司監修, 日本分析化学会編: "現場で役立つ化学分析の基礎", p. 40 (2006), (オーム社).
- 13) JIS G1226, 「鉄及び鋼一すず定量方法」.
- 14) JIS K 8001-1998, 「試薬試験方法通則」.
- 15) 原口紘丞: "ICP 発光分析の基礎と応用", p. 111 (1986), (講談社).
- 16) 日本分析化学会編: "分析化学便覧 改訂 5 版", p. 650 (2001), (丸善).
- 17) 野崎義行: 地球化学, **19**, 59 (1985).
- 18) E. T. Strom, D. E. Woessner, W. B. Smith: *J. Am. Chem. Soc.*, **103**, 1255 (1981).
- 19) L. Ciavatta, D. Ferri, I. Grenthe, F. Salvatore: *Inorg. Chem.*, **20**, 463 (1981).
- 20) Z. Šulcek, P. Povondra: "Methods of Decomposition in Inorganic Analysis", p. 79 (1989), (CRC Press, Boca Raton).
- 21) 高木誠司: "新訂定性分析化学, 中巻・イオン反応編", p. 338 (1966), (南江堂).
- 22) 日本鉄鋼協会評価・分析・解析部会, 「鉄鋼分析における高感度化と前処理の高効率化フォーラム」, 経団連会館, 2003年7月8日.
- 23) 斎藤信房編: "大学演習 分析化学 (改訂版)", p. 114 (1990), (裳華房).



小熊幸一 (Koichi OGUMA)

千葉大学工学部共生応用化学科 (〒263-8522 千葉市稲毛区弥生町 1-33)。東京教育大学大学院理学研究科化学専攻修士課程修了。理学博士。◀現在の研究テーマ▶固相抽出による微量金属の分離濃縮。

新刊紹介

山頂はなぜ涼しいか 熱・エネルギーの科学

—科学のとびら 47—

日本熱測定学会 編

熱や温度, エネルギーに関する基礎的な知識について, 33のQ&Aで解説した書籍である。33のQ&Aはそれぞれ日常生活で遭遇する様々な現象や, 熱やエネルギーの関与する製品や装置, 気象現象, さらに環境や地球, 宇宙までも題材にしており, 16名の執筆者の回答もわかりやすい。熱や温度, エネルギーに関する様々な現象には我々は普段から身近に接している。朝, 日が昇れば気温は上昇し, コンロで水を温め朝食をとる。山に登れば涼しく感じ, テレビや新聞の報道では地球温暖化についても報道も多くある。我々は様々な化学反応や状態変化, 電磁波の関与した熱やエネルギーの出入りを体験しながら一日を過ごしている。しかし, それらの現象がなぜなのか, また, どのような仕組みなのかを聞かれたときに, その現象を充分感じ取っているとはいえ, それを充分説明できるかは別であることがある。本書はここに重点を置き, 明快かつ詳細な解説がなされている。本書は一般の読者とともに, 高校生, 高等専門学校生, 大学生への一般教養書として役立つ一冊である。しかしそれ以上に, あとがきにもあるように, 小学校・中学校・高校の理科の教員にも日頃の知識の整理と, 「魅力ある理科」を創り出すための一冊としてお奨めしたい。

(ISBN4-8079-1287-9・B6判・184ページ・1,300円+税・2006年刊・東京化学同人)

地球・いのちの星 水のミーシャ

切刀正行 解説, 堤江美文, 出射茂 絵

本書は, 「ぶんせき」誌新刊紹介欄で取り上げる書籍としては異色となる「絵本」である。物語は, ずっと昔に地球の海から生まれた水のミーシャが, 小さな波, 水蒸気, 雲, 雪, 水へと姿を変えながら再び海へと戻る様が描かれており, その中で, 生命にとってかけがえのない要素である水の尊さを伝える内容となっている。あとがきによれば, 本書誕生のきっかけは, 客船「飛鳥」の世界一周クルーズでの同舟とのこと。略歴から察するに, 共著3氏はそれまで何も接点をもっていなかったようなので, おそらくは, 長い時間を海上で共に過ごす中で, 水, そして地球環境への共通の想いを絵本にするという案が自然と出てきたのではないだろうか。そのためか, 企画から作られたサイエンス絵本とは一線を画しているように感じられ, あまり作偽を感じさせない。本書では, 各ページに切刀氏によるわかりやすい解説が加えられているが, お子さんに読み聞かせる際には, ぜひともご自身の言葉で水にまつわるいろいろなお話をされることをお勧めする。普通の絵本とはまた違った楽しみ方ができること請け合いである。なお, 堤氏のホームページによれば, 切刀氏のやさしい環境のお話, 環境音楽作曲家の小久保隆氏による音楽と堤氏の朗読でこの絵本の読み聞かせイベントを企画されているとのこと。絵本だけでなく, 更なる広がりを見せる著者らの今後の活動にも注目である。

(ISBN 4-68029-168-9・大型本・35ページ・1,500円+税・2006年刊・清流出版)