

工學博士宗宮尚行の「金属中のガス定量法」に対する授賞審査要旨

博士は東京帝国大学にて工業分析化学講座を担任し、専ら分析理論及方法を研究し、温度精密測定に依る新分析法等屢々本院に報告した。欧米巡歴中金属中のガス分析法の重要性を認識し、恰も日本學術振興会第十九小委員会に於て特殊鋼の製造研究途に就いたので直に之に参知し、各委員と協同して先づ鉄鋼中のガス分析に着手し、次で第三十六小委員会に於ては、輕合金の分析に、其他鋼、ニッケル等各種金属の分析を行つた。今主なるものを以下順次のべる。

一、鉄及銅中の窒素定量法——従來のケールダール法に依るものを著しく改良した。アムモニア含有量僅かに0.01%硫酸数0.0乃至0.05の数分の一に相当するものが多量なる水蒸氣と共に溜出するもの、僅少のアルカリ飛沫を避け、避くべき必要があるので適當なる装置を案出し、特許H204111号を得た。溜出微量アムモニアを中和滴定法に処する場合、炭酸ガスの影響の少なかるべき混合指示薬を提案し、更に比色光度滴出法を應用して、0.01%溶液の百分の一乃至三〇〇の誤差に能く千分の數mgのアムモニアを滴定するに至り、従來の精度を數十倍した。

二、鉄及銅中の水素定量法——委員会に於て、真空加熱法採用と決せらるゝや、之が工業分析用の装置を設計製作した。各部は夫々特殊の構造を有し、且つ此等を連結するコック、接手、ゴム管との接続等を工夫し、尚千分の一〇〇まで読み得るガスビュレットを作り、能く數0.0乃至百分の數0.0の水素を定量し得た。(特許査定昭和十四年三三三一號)

眞空加熱法に依る水素には水分を伴ふことを発見し、其量は試料表面に生成せる酸化物、又は試料内の酸化鉄、酸化マンガン等が、水素のため還元せらるゝに起因するもので、爲めに分析誤差を生ずべきことを発見し、ミクロ吸収管を製作して、0.5乃至2%の水分を誤差二乃至一〇%にて定量し得た。斯くて水素の含量少き表面の酸化皮膜等の存在する試料では、水素の0.0%が水分となり分析誤差を生ずべきを認め、之が救済策として分析試料の調製につき注意を促した外、工場用分析器具としては、生成すべき水分を水素に復帰せしめる爲め、モリブデン、又はタングステンのは熱織條に通じ、能くその0.0%を得ることを確めた。

三、鉄及鋼中の酸素定量法——水素還元法とは別に眞空熔融法の提案せらるゝや、博士は直に之に従事し、ルンボ、輻射熱遮断装置、爐管等の構造を簡易にして、而かも其空実験値を小にし、分析値の精確を期した。元素眞空熔融法は主に酸素定量に使用し、水素、窒素等の定量には其空実験値多きを爲め不可能であつたが、能く其値を低下することを得た。即ち H_2O の爐に於て温度最高 $2100^{\circ}C$ を得、爐内の圧に至つては、従來は $550^{\circ}C$ にて最小 $2 \times 10^{-5} Hg$ に留まつたものを、 H_2O にて $1.5 \times 10^{-6} Hg$ となし、又従來の値は十五分間で最小値 0.01000 であつたものを、 0.01000 以下とし、従來不可能とせる高「マンガン」、高「アルミニウム」鋼の分析各種酸化物の分析をも可能とした。

四、迅速ガス分析法——分光分析法として銀粒を封入した硝子管に試料を入れ、博士の考案せる電源装置を用ひて、濃縮火花放電を行ひ、硝子「プリズム」付可視部測定用の分光計を使用した。その他種々なる項目に就て研究し H_2-N_2 系、 H_2-CO 系、 $CO-N_2$ 系、 H_2-N_2-CO 系の各混合ガスを作り、各ガスの成分の濃度とスペクトル線の黒さとの関係曲線を求め、最後に H_2O-N_2 乃至 10% 、 CO_2-N_2 乃至 10% の混合ガスを採り、其のスペクトルを標準曲線に比較して分析し、最大誤差 2.0% であつた。而して水素、窒素、一酸化炭素の何れか二成

分又は三成分より成るハ乃至 NH_3 の少量混合ガスを、充分分析法にて定量せしに、従来オルザット法其他に比して略々同様の精度にて分析し得た。

乾式微量ガス分析装置として、博士は H_2 、 CO 、 N_2 より成る数 CC 乃至 0.0500 (0.01%)迄に相当するもの(の)のガス混合物を加熱酸化銅上に導き、水及び炭酸に遷移せしめ、五酸化磷アスカライトに吸収せしめ、其量を測定し、誤差約 $\pm 0.5\%$ の範囲にて分析するを得た。

五、アルミニウムのガス定量法——アルミニウム中の含有窒素は概ね微量であるから、鉄銅分析用の装置を一層大形に作製し、十分炭酸を駆逐した上、蒸溜するものにして、指示薬として、ブロームクレゾールブルー 0.01 の H_2O 乃至 0.01 を用ひ、能く 0.0005% 乃至 0.000001% の値を得た。

真空溶融法に於ては、ガス量僅かに 0.0001% 程度に留まるから、今まで之が装置を見なかつたが、博士は鉄及銅に対する方法を適用して、コック、ゴム管の接続箇所に特別な工夫を凝らして之を確立した。試験に先だち豫め約十瓦のアルミニウム小片を溶融して、装置内の水分を分解し之が分析値に及ぼす影響を避けた後、始めて定量に着手するもので、試料の溶融を迅速且つ攪拌を盛ならしむる為、抵抗爐と高周波電氣爐を併用し、実験時間を短縮せしめ能く数 0.01 乃至百分の數 0.01 のガスを分析した。

六、銅、ニッケル、酸素、水素定量法——酸素は銅中に酸化銅の外 SO_2 、 H_2O 、 CO_2 、 CO 等として存在する。

博士は工業分析法として水素還元法を研究した。銅には硫化銅、 S 、 H_2S 、 SO_2 等を含むから別に考慮すべき必要あり、博士は真空加熱還元法に着目し、抽出捕集ガスを液体空氣又は之が化学反應を利用し、先づ酸素を定量した。斯くて電氣銅 H_2O 瓦中に十數 0.01 のガスを、又真空管材料として加工せる銅材を 800.0° に加熱し、 1500 のガスを抽出した。

ニッケル中の酸素、水素の定量に就ては、目下其細部に就て多少の改良を行つて居る。

七、アルミニウム電解槽のガス——弗素が槽中の陽極に於て放電し、 CO_2 、 O_2 と共に逃れ去る為め、著しく之が回収の能率を低め全損失の内僅かに其の H_2O を回収するに過ぎず。如何なる状態のガスにて遁出するやを研究し、又其性状として活性アルミナに分解せらるゝことを認めた。 O_2 の数千分乃至数万分の一といふ様な稀薄且つ *Impure* 以下の微量弗素に対して、能く90%以上の精度にて定量し得た。又の實驗では、アルミナ装入前の逃散ガスには O_2 頗る多きに反し、装入後の電解爐発生ガスには極めて少なきを認めたので、アルミナ電解に於ける弗素損失問題の根本的対策並に能率増進に指針を與へた。

八、以上述べたる外に、博士は種々の分析法の研究を行った。即ちアルミニウム及輕合金中の Al_2O_3 定量法及び呈色反應に依る輕合金の識別法を試みて、輕金属工業の重要な資料とし、又微量分析装置として光電池光度計の製作及マイクロビウレットの考案、殊に後者では O_2 乃至 O_2 の微量を、約1%の誤差範圍を以て滴定し得て微量分析法の精度を著しく向上せしめた。

宗宮博士は、以上述べたるが如く昭和十年以後、ガス分析關係の論文二十四、其他のもの十三を發表して、本邦金属製造業の一大進歩を促し、航空機材、同発動機材、點火用栓材、真空管材、一般鉄鋼製造に貢獻せること大なりとす。