Fig. 2 Coating

1: Anakrom U; 2: Anakrom U coated with 30% D.E.G.S. in evaporating dish

く、一集合体を形成している個々のけいそう土を観察すると、その表面の一部がコーティングされていたり、まったくコーティングされていない部分があるなど、付着状態の不均一性が認められた。このことはコーティング方法の相違による液相の付着状態の相違などが観察されることが期待され、コーティング方法に重要な知見を与えることが期待される。

一方、劣化した充てん剤などの表面構造を観察することによって、液相の移動の状態や変質した液相の残留状態などの知見が得られることが期待される。詳細は改めて本誌に発表する予定である。

文 献

- 1) 高山雄三：“ガスクロマトグラフィー”，第4集（化学の領域増刊，53号），p. 41（1962），（南江堂）。
- 2) 辛島詢逸：同上，第1集（化学の領域増刊，44号），p. 39（1961），（南江堂）。
- 3) 坂田 衛：同上，第5集（化学の領域増刊，58号），p. 89（19 ），（南江堂）。
- 4) 島田 明，川上 敏：工化，**64**，806（1961）。
- 5) E. C. Horning, E. A. Moscatelli, C. C. Sweeley: *Chem. & Ind.*, **1959**, 751.
- 6) M. Bens, C. M. Drew：第7回国際ガスクロマトグラフィーシンポジウム。

☆

The investigation of diatomaceous earth supports for chromatograph using scanning electron microscopy. Nobuta HAYASHI, Shigeo INOUE and Keiji TAKEUCHI (Tokyo Research Laboratory, Kao Soap Co., Ltd., Sumida-ku, Tokyo)

Surface structures of several kinds of diatomaceous earth supports, either washed with acids, coated with stationary liquids, or deteriorated in use, were observed

under a scanning electron microscope.

C-22, Celite 545, Chromosorb-W and -P of commercially available diatomaceous earth supports were observed to have similar microstructures composed of fragmentary remains of diatomaceae.

On the other hand, Anakrom U and Gas Chrom S are composed of complete remains.

These observations provide useful informations on relations between surface structures of column packing materials and their performances.

(Received Sept. 13, 1968)

液液抽出後固液分離分析法

藤永太郎，桑本 融，中山英一郎，佐竹正忠*

(1968年 12月7日受理)

金属キレートの水溶液中より有機溶媒中に抽出する，いわゆる液液抽出法は分光光度法による金属の微量定量などに広く使われている。しかし，ときにはキレートの有機溶媒への分配率が低かったり，両相間の界面の分離がわるかったり，あるいは分液操作がめんどうであったりすることがしばしば経験される。

著者らは今回比較的大きい分子量の，したがって常温では固体であるような有機化合物，たとえばナフタリン（融点：80.05°C），ジフェニル（70.5°C）などを溶媒とし

* 京都大学理学部化学教室：京都市左京区北白川追分町

て用いることによって上記の欠点を補うほか種々の新しい利点のある分離法を考えた。

Fig. 1 は銅-オキシジフェニルのジフェニルクロロホルム混合溶媒中における吸収スペクトルであるが、この $410\text{ m}\mu$ における極大吸収を利用して銅の微量定量を行なうことができる。その操作は次のようにする。

1 試 薬

(1) オキシジフェニル錠剤：500mg の純オキシジフェニル（水蒸気蒸留により再結晶したもの）と 50g の純ジフェニルを温浴上で融解混和後、5g ずつひょう取、放冷固化したもの。

(2) その他：酢酸アンモニウム、クロロホルムなど。

2 操 作 法

気密のよい共せんのできる 100 ml の三角フラスコ中に鉱酸酸性の銅試料溶液 50 ml（銅として $150\text{ }\mu\text{g}$ 以下を含む）をとり、これに酢酸アンモニウムを加え pH をほぼ 6.0 にする。温浴上で 90°C 以上に加熱しておき、これにオキシジフェニル錠剤 1 個を投入し密せん後よく振とうし静置放冷する。比重が大きくかつ表面張力も大きいので有機層は球状となって底部に沈み固化するから、竹製のピンセットで取り出すかあるいはそのまま傾斜法によって洗浄し少量のクロロホルムに溶解し、さら

にクロロホルムを用いてメスフラスコ中に移して一定量とする（10～25 ml）。この一部を分光光度測定用セルに移し、銅不存の溶液について同様処理した溶液（または純クロロホルム）を対照として $410\text{ m}\mu$ における吸光度を測定し、別に作成した検量線を用いて定量する。

以上が本法による銅の比色定量法の概要である。銅-オキシジフェニルの温ジフェニル相への分配率はじゅうぶん大きくかつすみやかであり、実験した範囲内（50 ml 中に銅として $150\text{ }\mu\text{g}$ 以下）では 1 回の操作で定量的に抽出され、そのクロロホルム溶液中ではベールの法則に従う。

このように本法は微量金属の分離定量において簡便適確であるにとどまらず、多量妨害成分の除去にも適しており、ことに放射性物質の濃縮や除染にもすぐれている。各種金属の微量定量の結果とともに詳細は別報する。

☆

Solid-liquid separation after liquid-liquid extraction. Taitiro FUJINAGA, Toru KUWAMOTO, Eiichiro NAKAYAMA and Masatada SATAKE (Chemistry Institute, Faculty of Science, University of Kyoto, Sakyo-ku, Kyoto-shi)

A liquid-liquid extraction of metal chelate with a hot solution followed by a solid-liquid separation was successfully applied to the trace analysis of metals.

In the determination of traces of copper, the pH of the sample solution was adjusted to around 6.0, the solution was heated on a hot water bath, shaken vigorously after the addition of a pellet of oxine-diphenyl (0.05 g of oxine in 5.0 g diphenyl solution) to extract copper oxinate into the liquefied diphenyl layer, and allowed to stand still at room temperature. The solidified pellet was washed with water by decantation, dissolved and diluted to a definite volume with chloroform. An aliquot was then taken to an optical cell and the absorbancy at $410\text{ m}\mu$ was measured to determine the amount of copper.

The Beers' law held with the amount of copper up to $150\text{ }\mu\text{g}$ in 50 ml of original solution. Fig. 1 shows the absorption spectrum of copper oxinate in diphenyl dissolved with chloroform.

The method could also be applied to the removal of interfering major components in trace analyses and to the decontamination of radioactive elements. The detailed results will be reported later.

(Received Dec. 7, 1968)

Fig. 1 Absorption spectra of oxine and Cu-oxinate in diphenyl-chloroform

Upper curve : $50\text{ }\mu\text{g-Cu}$ in 25 ml solution; Lower curve : In the absence of Cu