

日立分光光電光度計によるタングステン中の 微量モリブデンの定量

小 林 馨* 松 木 健 一**

Determination of Small Quantity of Molybdenum in Tungsten by the Hitachi Photo-Electric Spectrophotometer

By Kaoru Kobayashi and Ken'ichi Matsuki
Mobara Works, Hitachi, Ltd.

Abstract

The method of analysis for small quantity of molybdenum in tungsten by means of Type EPO-A Hitachi electric photometer was previously reported by the same writers. And in that method the colorimetry using Rhodanide was resorted to for the analytical measurement of the molybdenum content.

In the new method taken up in this paper, Type EPB-V Hitachi photo-electric spectrophotometer is used instead of electric photometer. With the aid of this new instrument, it was found that the maximum extinction of light absorption was at $400\text{ m}\mu$ for tungsten and $470\text{ m}\mu$ for molybdenum provided that the standard solution of these materials was used independently.

The accuracy of analysis has proven to be $\pm 0.002\%$ in this method, while $\pm 0.003\%$ was the limit of accuracy in the previous method.

〔I〕 緒 言

タングステン(W)中に含まれる微量モリブデン(Mo)の定量法に就いては、真空管材料規格(VMS)及びこれを基礎とする日本工業規格(JIS)(案)がある。

その概要を述べると、タングステン試料をアルカリ溶融後、一定量の水に溶解したものと標準タングステン溶液及び標準モリブデン溶液を用意し、2本の比色管に発色試薬である酒石酸、HCl, KCNS, SnCl_2 , エーテルを順次に加えて最後に一方に試料溶液一定量を、他方に同量の標準タングステン溶液を加え振盪する。その後に標準タングステン溶液中にビュレットより標準モリブデン溶液を滴下し、振盪しつつその呈色が試料溶液の呈色と等しくなったときを終点として標準モリブデン溶液の所要量よりモリブデンの含有量を決定している。

この方法は肉眼的観察であるため色相の一致点を求めるのにかなりの熟練が必要で、又操作が繁雑なために簡

人差が大きい。特に最近のタングステンは需要者の純度引上げ要望や製造者の技術の進歩によりモリブデンの含有量は極度に微量となり前述の方法では満足する結果は得難い。

上述の観点から筆者等は、さきに日立光電光度計(EPO-A型)を使用し、標準モリブデン溶液にて検量線を作製し、試料溶液の吸光度を測定するだけでモリブデンの含有量を求め、簡人差もなく再現性に富んだ分析法を実用化したことは既に報告⁽¹⁾した通りである。

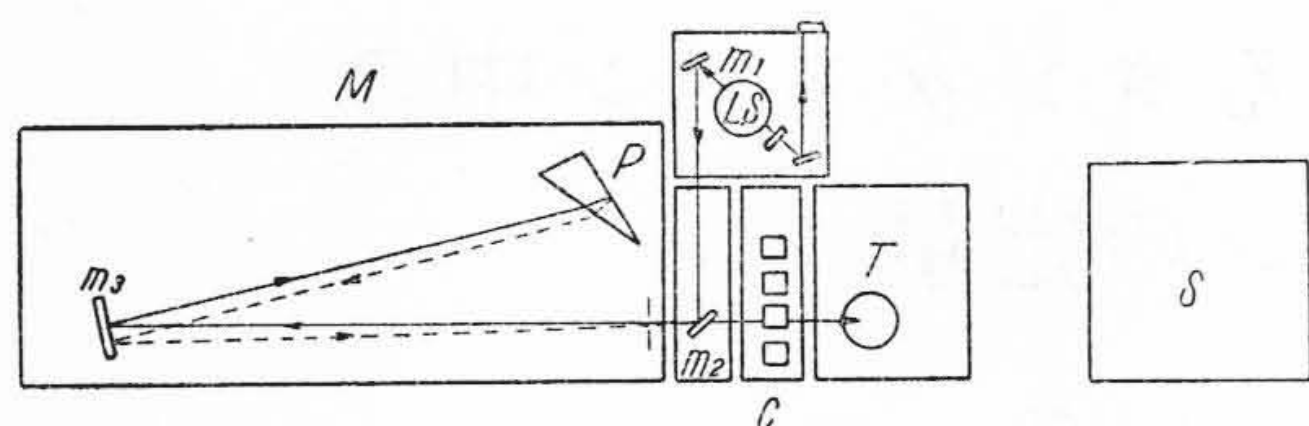
本報は更に検討を重ね、精度の向上と取扱いの簡便化を狙い、この改良法として日立分光光電光度計(EPB-V型)を用いた分析法を述べようとするものである。

〔II〕 実験の方法及び装置

(1) 分析方法

前報告⁽¹⁾に於て、タングステン試料を溶融分解しその一定量を取り、この試料溶液に酒石酸、HCl, KCNS, SnCl_2 の適当量を加え、5価のモリブデンロゲン(赤色)

* ** 日立製作所茂原工場



M : モノクロメータ部

LS : 光源 m_1, m_2, m_3 : 鏡 P : プリズム

C : 吸収部 (吸収セルを装置する)

T : 受光増幅部 (光電管及びその増幅器とメータ)

S : 電源部 (光源及び増幅器の定電圧装置)

第1図 日立分光光電光度計の構造図

Fig. 1. Schematic Diagram of the Hitachi Photo-Electric Spectrophotometer

を発色せしめ、エーテルにてこのモリブデンロダンを抽出し、その呈色の示す吸光度を単光色光線に就いて測定し、予め作られてある検量線よりモリブデン量を求めることを述べた。

こゝでは前記方法に於て光電光度計の代りに分光光電光度計を使用して光線の種々の波長による測定精度の変化を検討することにした。

(2) 装置の大要

本報告で述べる比色法は絶対比色法で予め測定して定めた検量線より直ちに定量するものである。

使用した日立分光光電光度計 EPB-V 型に関する詳細は本誌別冊第2号(1953)測定特集号⁽²⁾に譲るが主要構成部のみ挙げると第1図の通りである。

(3) 試薬の調製

(A) 標準モリブデン溶液

モリブデン酸アンモンを磁製るつぽにとり、蓋をして空気中で灼熱すると約 800°C で MoO_3 が蒸発してつぽの上壁及び蓋に附着する。

この昇華して得た MoO_3 の 0.0150g を微量天秤で精秤し、溶融合剤 ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{K}_2\text{CO}_3$) 4g と KNO_3 0.5g を混和し加熱溶融する。

溶融後、熱湯で溶解し稀釈して 100cc とする。この 10cc を 100cc のメスフラスコに採取し、後述の補充液を加え 100cc とする。

この溶液 1cc 中には Mo の 0.00001g を含有する。

(B) 標準タングステン溶液

モリブデンを含まないタングステンを作る目的で次の如き精製法をとつた。

タングステン酸ソーダに酒石酸を加えて 30 分間激しく硫化水素ガスを通じる。沈澱物を濾過し、 HCl 及び HNO_3 を加えて加熱し WO_3 を沈澱せしめる。この WO_3

を遠心分離機を利用し傾瀉法で分離し、アンモニヤ水に溶解する。これを濾過して酒石酸、 HCl 、 KCNS 、 SnCl_2 の適当量を加え、モリブデンを発色せしめエーテルを加えて振盪し抽出する。この抽出操作を 10 回繰り返すことによりエーテル層にモリブデンの発色を見なくなる。このモリブデンを除去した溶液にアンモニヤ水を加えて中和し濾過した後、 HCl 及び HNO_3 を加え加熱して WO_3 を作り、遠心分離機で傾瀉法により洗滌する。沈澱は 120°C で乾燥し、磁製るつぽ中で約 15 分間灼熱すると精製 WO_3 を得る。

この精製 WO_3 の 0.63g を化学天秤で精秤し、溶融合剤 ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{K}_2\text{CO}_3$) 4g 、 KNO_3 0.5g とで溶融し、溶融後熱湯で抽出し、稀釈して 100cc とする。

この溶液 100cc は 0.5g の W を含有することになり、これは後述の試料溶液と等しいタングステンを含むことになる。

(C) 発色用試薬の調整

前報告⁽¹⁾を基として実験を始めたが、試薬の量を検討した結果変更するに至つた。変更前と変更後の処方方を併記する。(第1表)

(D) 補充液

溶融合剤 ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{K}_2\text{CO}_3$) 20g 及び KNO_3 2.5g を溶融し水に溶かして 500cc にした。

これは試料溶液、標準溶液とアルカリ度の等しいもので主として検量線作製に当り、検討実験に使用するものである。

第1表 発色試薬の調製法

Table 1. Treatment of Chromophoric Reagents

試薬	摘要	変更前処方	変更後処方
酒石酸		38.5% 溶液 酒石酸 100g を蒸溜水 160cc に溶解し濾過する。	30% 溶液 酒石酸 150g を蒸溜水 350cc に溶解し濾過する。
HCl		比重 1.18 の濃 HCl をそのまゝ使用する。	1:1 溶液 比重 1.18 の濃 HCl 1 容と蒸溜水 1 容を混和する。
KCNS		30% 溶液 KCNS 150g を 350cc の蒸溜水に溶解し濾過する。	15% 溶液 KCNS 150g を 850cc の蒸溜水に溶解し濾過する。
SnCl_2		25% 溶液 $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 150g を濃 HCl 100cc と蒸溜水 250cc に溶解し濾過して金属錫 $2\sim 3$ 粒添加する。褐色瓶中に調製する。	12.5% 溶液 $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 150g を濃 HCl 100cc と蒸溜水 750cc に溶解し濾過して金属錫 $2\sim 3$ 粒添加する。褐色瓶中に調製する。
エーテル		市販1級品エチルエーテルをそのまゝ使用する。	市販1級品エチルエーテルをそのまゝ使用する。

〔III〕 吸 光 曲 線

（1） モリブデンの吸光曲線

標準モリブデン溶液に発色試薬（変更前）を前報告⁽¹⁾と同様に酒石酸 7 cc, HCl 3cc, KCNS 2cc, SnCl₂ 2cc をそれぞれ加えエーテルにて抽出し、分光光度計に於ける最小波長幅である 0.5 mμ で 380 mμ から 800 mμ まで各波長の吸光度を測定した。

標準モリブデン溶液は 0.5 cc, 1.0 cc, 1.5 cc, 2.0 cc にそれぞれ補充液を 4.5 cc, 4.0 cc, 3.5 cc, 3.0 cc と添加して常に液量及びアルカリ度を一定にして実験した。

この結果が第2図である。

これから 470 mμ で最高の吸光度を示し、600 mμ 以上では殆ど吸光しないことがわかった。

（2） タングステン・モリブデンの吸光曲線

タングステン中のモリブデンを定量するのが目的であるから、標準タングステン溶液に標準モリブデン溶液を加えた溶液に就いて各波長（380～800 mμ）に於ける吸光度を測定した。

先ず標準タングステン溶液 5cc, 4cc, 3cc, 2cc, 1cc に補充液 0 cc, 1 cc, 2 cc, 3 cc, 4 cc をそれぞれ添加し、その各々に各発色試薬を加えエーテルで抽出してモリブデンの最高吸光度を示す 470 mμ に於て吸光度を測定すると第2表の如くであり、3 cc 以上は殆ど大差ない吸光度を示す。

以上の実験より、標準タングステン溶液 5 cc は吸光度に就いては標準タングステン溶液 3 cc と置換えることが出来るから、タングステン・モリブデン吸光曲線は標準タングステン溶液 3 cc に標準モリブデン溶液を 0.5 cc, 1.0 cc, 1.5 cc, 2.0 cc 加え、これに補充液を 1.5 cc, 1.0 cc, 0.5 cc, 0.0 cc それぞれ追加したものを用いる。

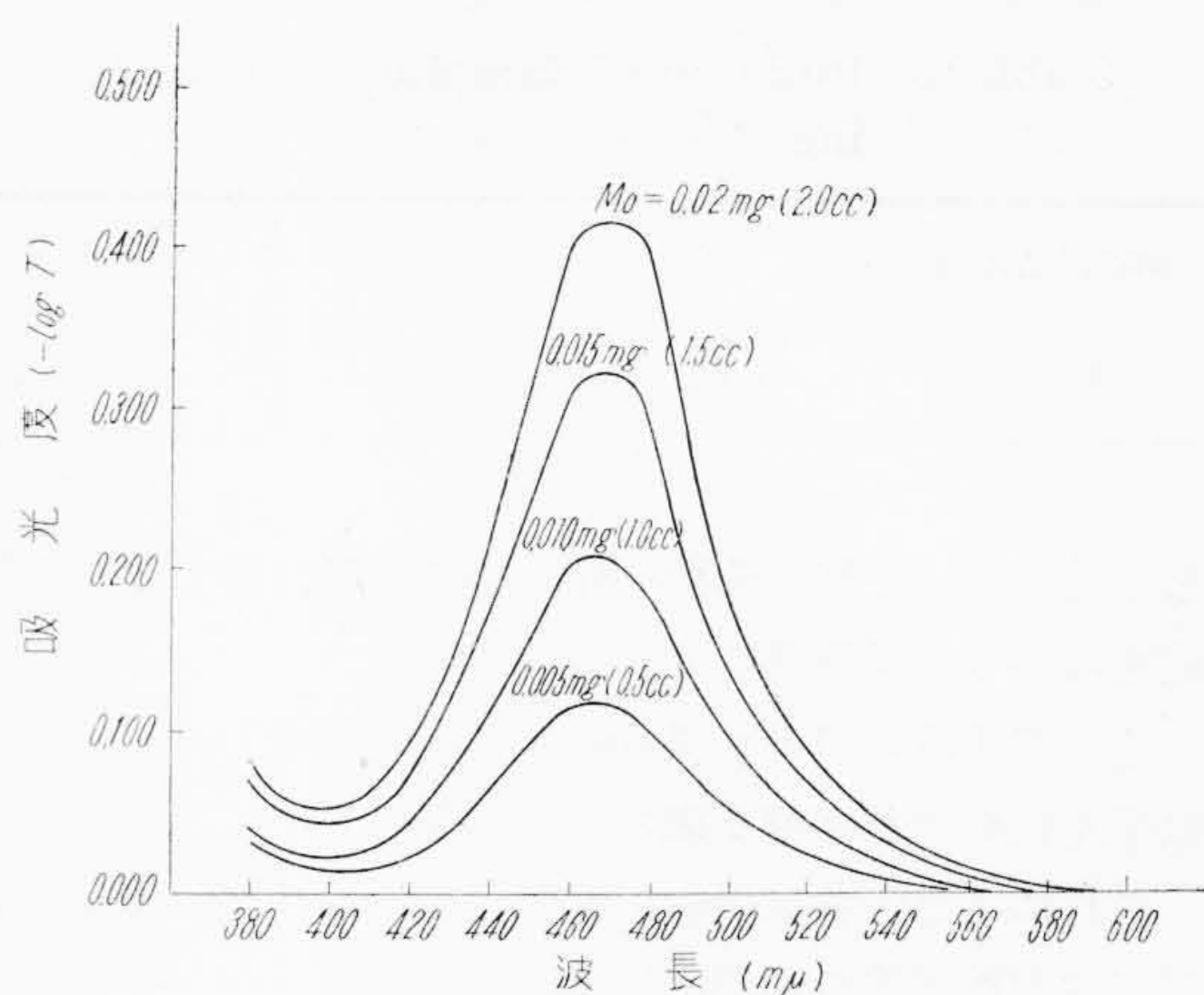
この混合溶液及び標準タングステン溶液 5 cc のみの5種類に就いてモリブデンの場合と同様に発色せしめ測定した結果が第3図である。

第3図より 400 mμ に於ける吸光度の山はタングステンの最大吸光度を示し、460～470 mμ のふくらみは第2図からモリブデンによるものであることは容易に想像し得る。この時（470 mμ）のタングステンの吸光度は極く僅かであるから、470 mμ に於て検量線を作製する時タングステンの影響を殆ど受けずにモリブデンの定量を行えることが判明した。

〔IV〕 測定要因の測定精度に及ぼす影響

（1） 試料の採取量に就いて

本法は VMS 法を基準としたものであるが同法では試料 2 g を採取している。前報告以来、試料採取は 0.5 g



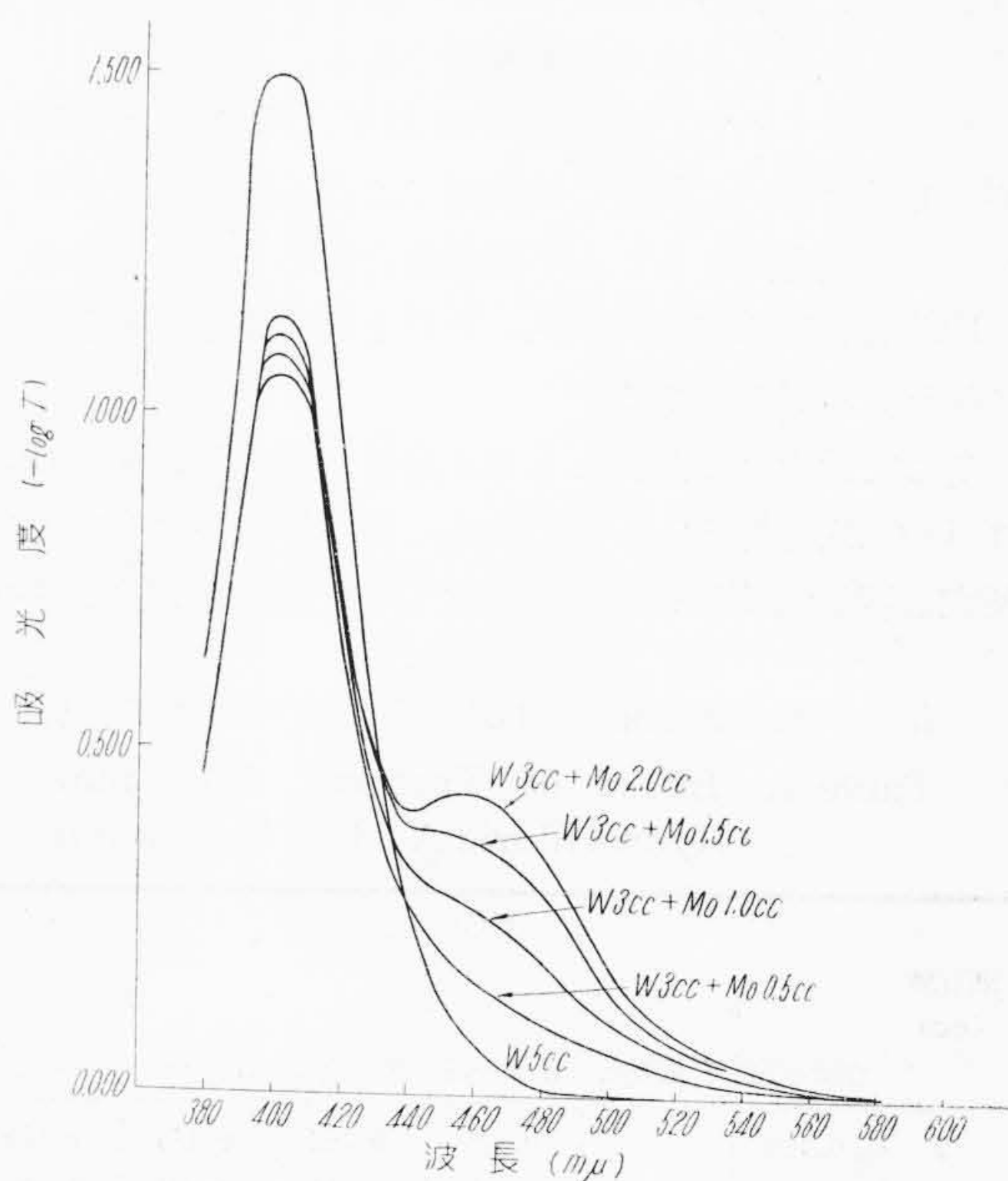
第2図 Mo の 吸 光 曲 線

Fig. 2. Extinction Curves of Mo

第2表 タングステン量の変化に対する 470 mμ に於ける吸光度

Table 2. Extinction at 470 mμ for Variation of Tungsten Weight

標準タングステン溶液 (cc)	0	1	2	3	4	5
補 充 液 (cc)	5	4	3	2	1	0
吸光度 (-log T)	0.000	0.005	0.010	0.013	0.014	0.015



第3図 W-Mo 系 の 吸 光 曲 線

Fig. 3. Extinction Curves of Mo and W Mixture

第 3 表 試料採取量と分析結果の関係

Table 3. Relation of Sampling and Analysing Results

試料採取量 (g)	0.5	1.0	2.0
Mo (%)	0.023	0.022	0.024

としていた。これは分析操作上特に溶融に於て時間の短縮をはかり、又簡易にするためである。

そこで 0.5 g, 1.0 g, 2.0 g の試料を採取し、定量した結果を比較すれば第 3 表のようである。

これによると各試料採取量間の測定値の差は僅かで本法では実験誤差の範囲内に入る。

以上の実験から 0.5 g で十分な精度をもつて分析し得ることがわかった。

従つて本法では少量の試料でも分析可能であるから、これは試料が少量の時に大きな利点となろう。

(2) 発色試薬の影響

(A) 酒石酸と HCl の量的関係

発色試薬に就いては第一に酒石酸と HCl を組合せて実験した。

試料として標準タングステン溶液 3 cc に標準モリブデン溶液 2 cc を加えたものを用い、KCNS 2 cc, SnCl₂ 2 cc, エーテル 10 cc は一定とする。

エーテルの溶解度を一定とするため、全液量を 29 cc にするよう蒸留水を添加したもの及び液量変化を考えずにやつた 2 通りの結果が第 4 表である。

上記実験に於て、酒石酸 2 cc 以下、HCl 3 cc の時は液が混濁する。これはこの酸度では酒石酸がタングステン酸の沈澱を抑えることが出来ないためと考えられる。

HCl は溶融合剤を中和し、その上に溶液を一定の酸度に保たせる必要がある。

そこで吸光度の関係とも考え合せて酒石酸は 3 cc, HCl は 1 cc が適当であろう。しかし筆者等は実験操作上の便宜と容量的関係から酒石酸は 30% 溶液として 4 cc

第 4 表 酒石酸と HCl の吸光度に及ぼす影響

Table 4. Effect of Tartaric Acid and Hydrochloric Acid on Extinction

酒石酸 (cc)	HCl (cc)					
	3		1		0.5	
	容量一定	容量変化	容量一定	容量変化	容量一定	容量変化
7	0.440		0.475	0.465	0.475	0.470
5	0.425	0.415	0.470	0.435	0.470	0.445
3	0.435	0.387	0.455	0.400	0.450	0.400
2	0.457		0.430			
1	0.487		0.425			

第 5 表 KCNS と SnCl₂ の吸光度に及ぼす影響Table 5. Effect of KCNS and SnCl₂ on Extinction

SnCl ₂ (cc)	KCNS (cc)		
	2	1	0.5
2	0.432	0.430	0.430
1	0.443	0.455	0.438
0.5	0.465	0.460	0.465

HCl は 1:1 として 2 cc を妥当な量と考え、以後の実験にはこのようにすることに決定した。

(B) KCNS と SnCl₂ の量的関係

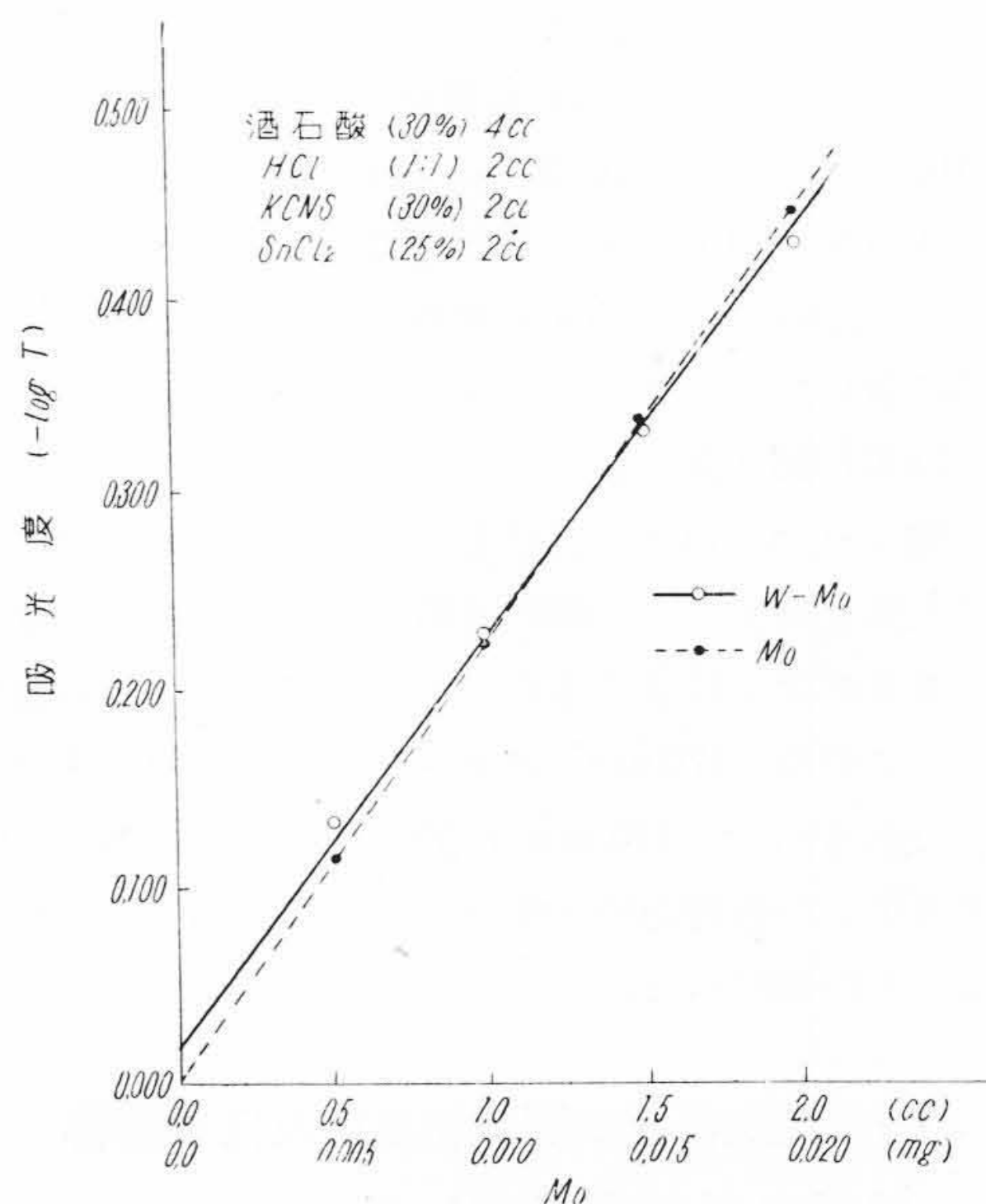
酒石酸と HCl の量が決定したので、これらを一定にして KCNS, SnCl₂ の関係を次に調べた。

この結果は第 5 表の通りである。

第 5 表よりモリブデン発色の強度に直接影響のあるものは SnCl₂ と考えられる。この 25% 溶液に於ては 2 cc から 0.5 cc の範囲では少い程吸光度が増加する傾向にある。

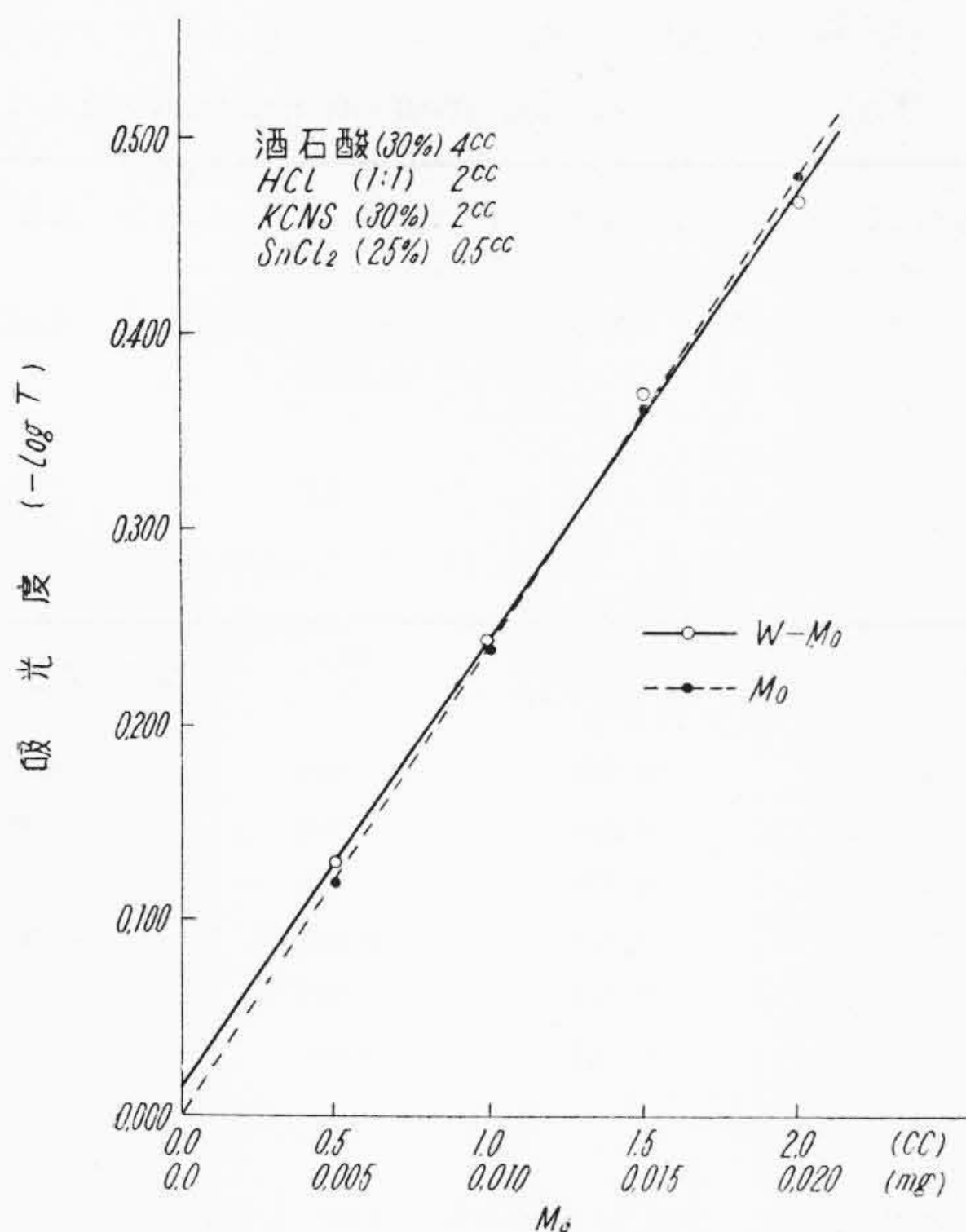
KCNS はモリブデンのロダゲン塩を作るに必要な量以上存在してもその吸光度には殆ど変化を与えない。

それで筆者等は KCNS—SnCl₂ では吸光度が高く且つ直線的な検量線を示すような配合量を探究するため、SnCl₂, 2 cc, 0.5 cc, KCNS 2 cc, 0.5 cc を組合せ 470 mμ で各々検量線を作つた。第 4 図乃至第 7 図はそれぞれ標準タングステン溶液 3 cc に標準モリブデン溶液を



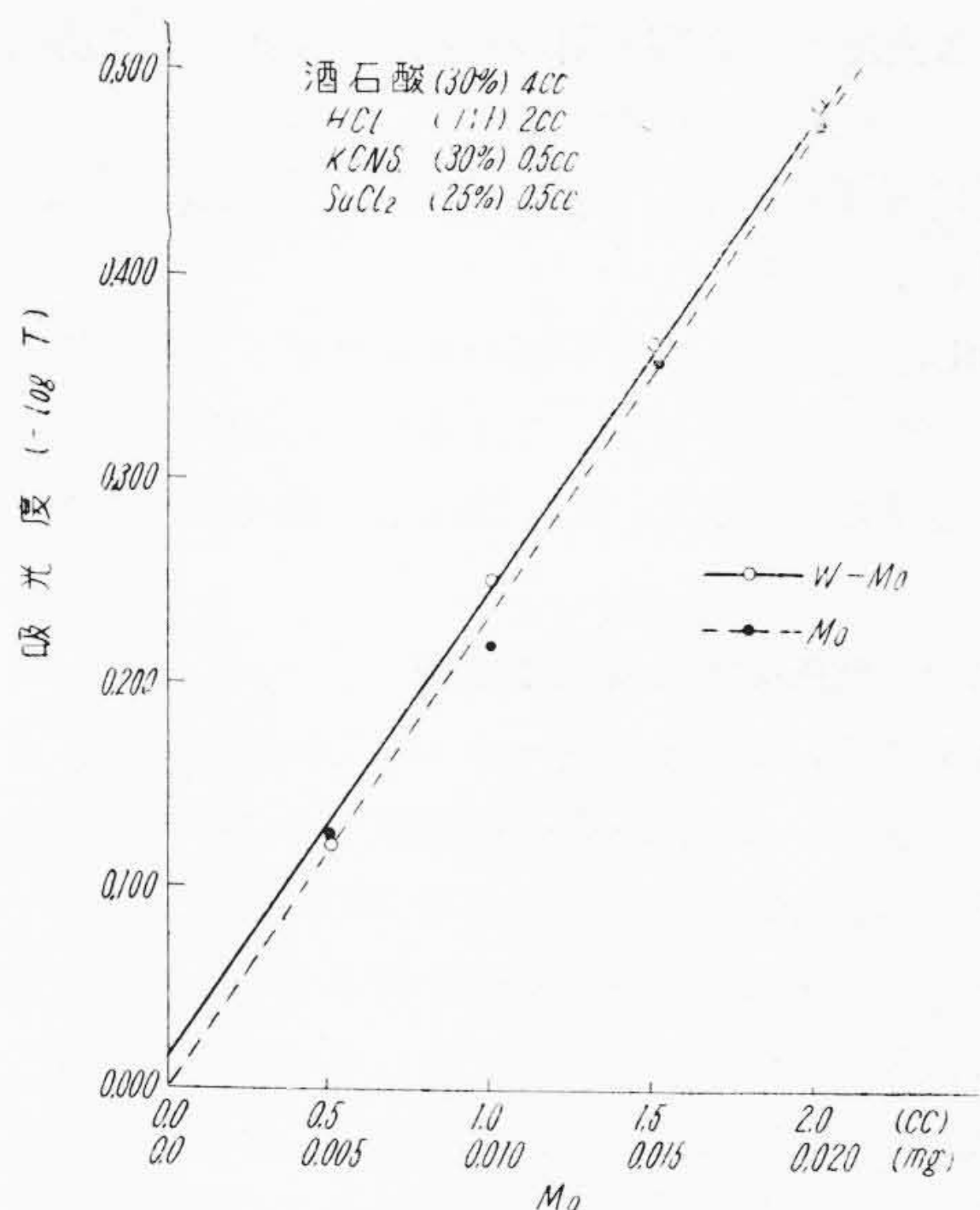
第 4 図 Mo の 検 量 線

Fig. 4. Calibration Curve of Mo



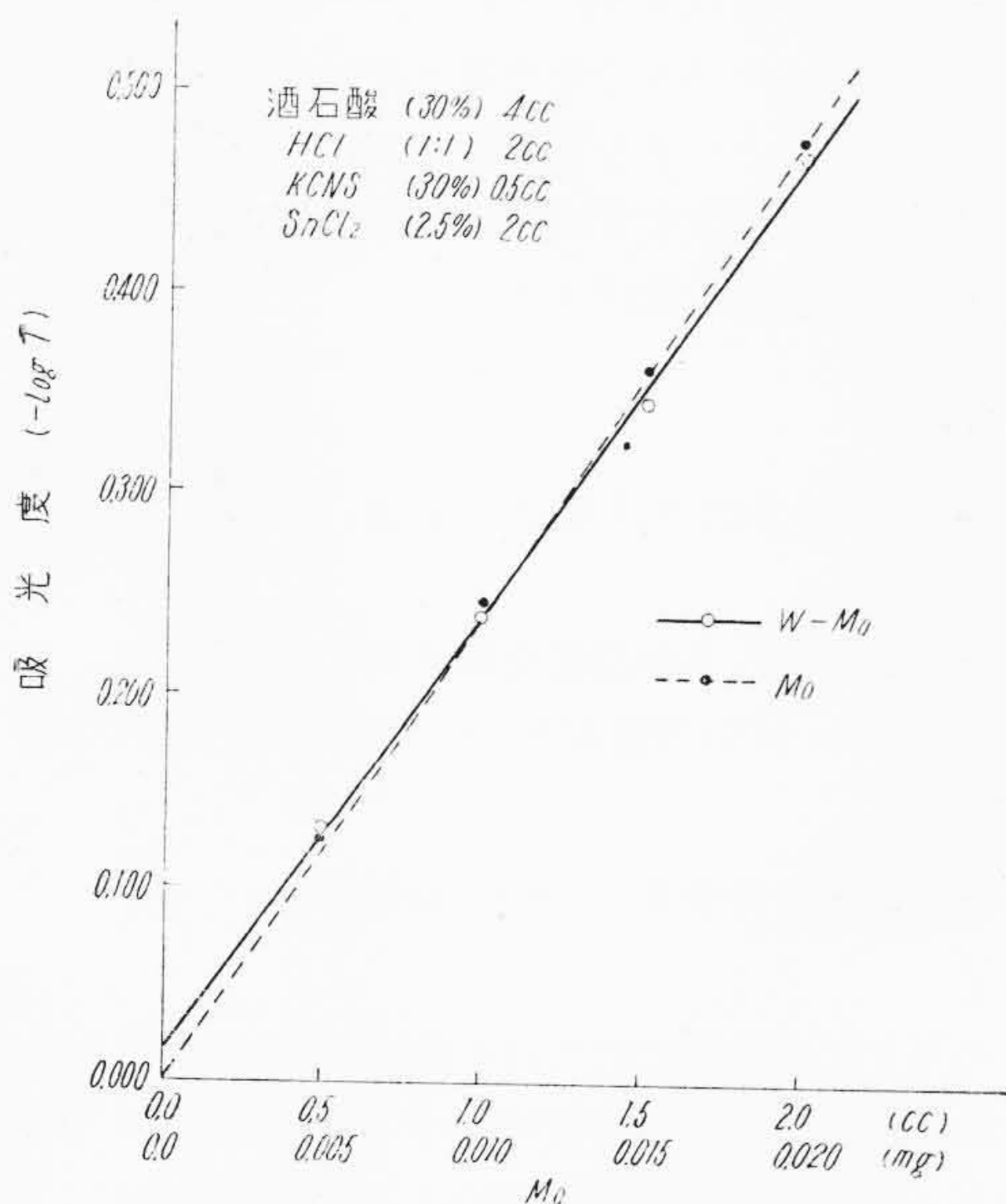
第5図 Mo の 検 量 線

Fig. 5. Calibration Curve of Mo



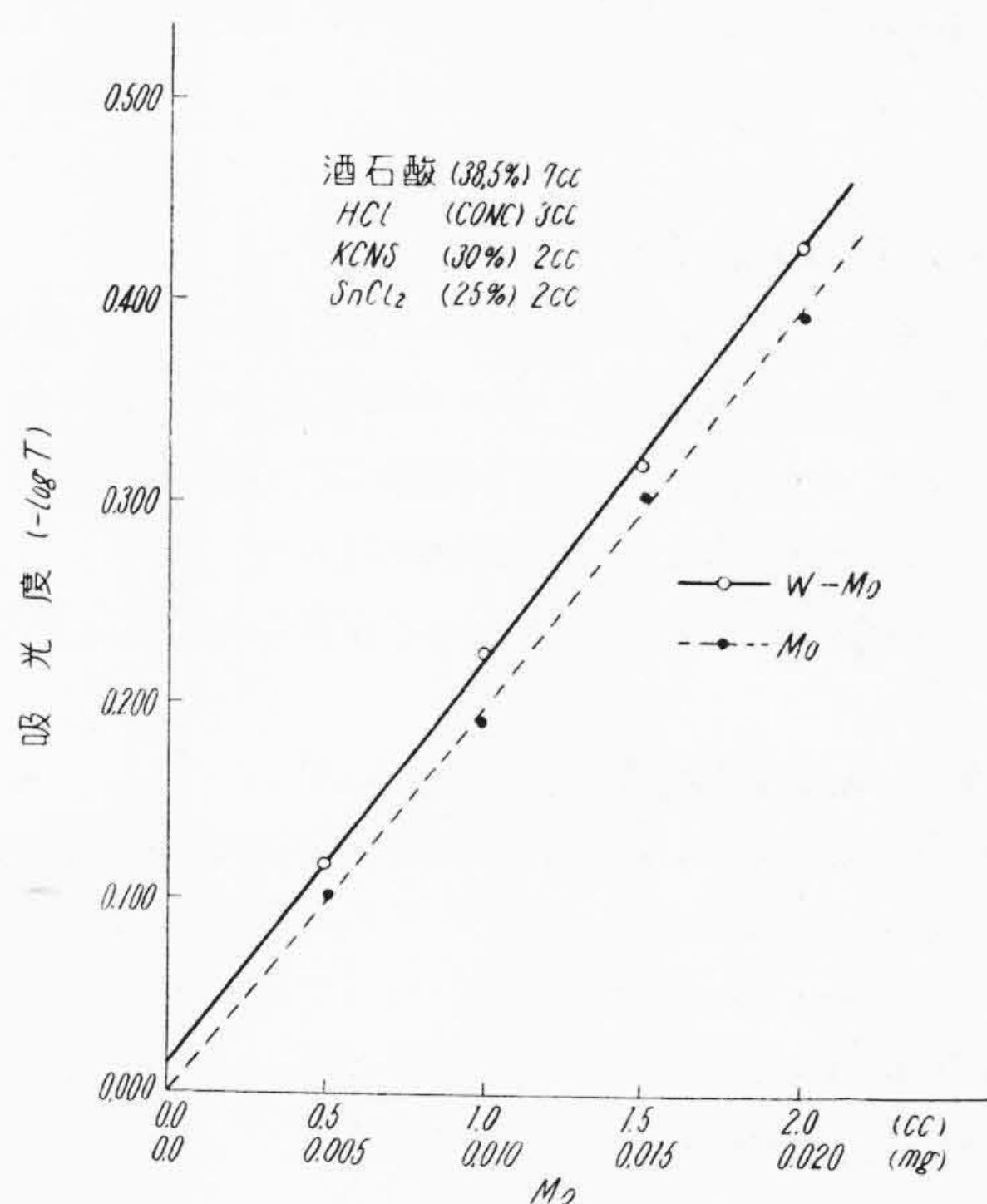
第7図 Mo の 検 量 線

Fig. 7. Calibration Curve of Mo



第6図 Mo の 検 量 線

Fig. 6. Calibration Curve of Mo



第8図 Mo の 検 量 線

Fig. 8. Calibration Curve of Mo

順次に加えたもの（実線）と標準モリブデン溶液のみのもの（点線）の検量線である。

これらはいずれも直線性を有し、再現性も十分あることがわかった。

参考として VMS 法により操作した場合の検量線を第 8 図に示す。

470 m μ ではモリブデンに対するタングステンの影響は非常に小さいが幾分存在する。それはタングステンの

KCNS—SnCl₂ による発色が 400 m μ を頂点として波長が長くなるに従い漸次下降するが、470 m μ に於ても未だ尾をひき或る吸光度を有する(第 3 図参照)。これによつて極く僅かの干渉を受ける。即ち試料溶液中にもしモリブデンを含有しない（痕跡以下）ときでも吸光度は零にならず 0.015 という値を示す。故に検量線としてはタングステン・モリブデンにて作製した曲線を使用するのが妥当と考える。

そこで筆者等はあらゆる角度から考えて最も試薬量の少く吸光度の高い第7図の実線を検量線として採用することとした。

又以後 KCNS は 15% 溶液 1 cc, SnCl_2 は 12.5% 溶液 1 cc とする。

SnCl_2 で還元された 5 価のモリブデンロダンの呈色は非常に不安定でそのまゝでは速やかに褪色するのでエーテルを還元前に加え、次に SnCl_2 で還元することによって防止した。

(3) 発色後放置時間の影響

モリブデンの発色をエーテルにて抽出する際、ガス放出を行うが、この間 40~50 秒要する。それからエーテル層と水層を分離するのになお 30 秒程経過する。故に発色より測定まで最低 1.5 分を経るのであるが、抽出液を吸収セルに移して密閉し、エーテルの蒸減を防ぐとその後 10 分間は吸光度が変化しないことがわかった。普通測定は 1~2 分間で終了するからこの点は問題ない。

本法に於て、発色強度の最も変化し易い箇所は SnCl_2 を加えて後（還元後）エーテルを添加するまでの時間であるが、これは前述の如くエーテルの加え方によつて安定した。又試薬の添加はすべてビュレットを装置しておく。

(4) 鉄 の 影 響

標準タングステン溶液に標準モリブデン溶液を添加した混合溶液に鉄の基準液 (Fe 0.0002 g/cc) 0.25 cc, 0.5 cc, 1.0 cc をそれぞれ加えて同様に発色せしめ、モリブデンの発色に及ぼす影響を検討した。

その結果は第6表の通りで殆ど影響しないことが判明した。

(5) 吸光度零点照合溶液に就いて

吸光度測定に際し、零点（透過率 100%）を照合する溶液として補充液 5 cc をモリブデン発色と同様に操作してそのエーテル抽出液を用いるのであるがこの透過率は 470 m μ に於て蒸溜水の透過率と等しいため以後の実験には蒸溜水をそのまゝ代用することとした。

〔V〕 標準分析操作及び実験結果

前述の結果より次のように分析操作を決定した。

試料を 0.5 g 精秤し、白金るつぽで溶融合剤 ($\text{Na}_2\text{CO}_3 : \text{K}_2\text{CO}_3 = 1:1$) 4 g 及び KNO_3 0.5 g と共に蓋をして始めは徐々に発泡が終つたら強く加熱溶解する。

冷後、熱蒸溜水で 100 cc のビーカー中に溶し出し、暫時加熱溶解後、放冷して 100 cc のメスフラスコに移し標線まで希釈する。

すり合せ栓つき分液漏斗に試料溶液 5 cc を入れ、酒石酸 (30%) 4 cc, HCl (1:1) 2 cc, KCNS (15%) 1 cc,

第 6 表 鉄 の 影 響

Table 6. Effect of Iron on Extinction

鉄基準液 (cc)	0.0	0.25	0.5	1.0
吸光度 ($-\log T$)	0.468	0.471	0.470	0.472

第 7 表 分 析 結 果

Table 7. Results of Analysis

試料番号	吸光度 ($-\log T$)	Mo (%)	Mo の $\bar{X}$ との差
No. 1	0.240	0.039	-0.001
No. 2	0.243	0.040	± 0.000
No. 3	0.238	0.038	-0.002
No. 4	0.243	0.040	± 0.000
No. 5	0.249	0.041	+0.001
$\bar{X}$	0.243	0.040	

エーテル 10 cc, SnCl_2 (12.5%) 1 cc を順次に添加し、発生するガスを振盪放出する。振盪してガスが出なくなるまで繰り返す、次に静置してエーテル層を分離する。

エーテル層を吸収セルに入れ、透光面をガーゼで清浄しセルホルダに差込み分光光度計の吸収部に置く。

初め蒸溜水でメータを零（吸光度 $-\log T$ ）に合せ、次に試料溶液の吸光度を読み検量線（第7図実線）よりモリブデン含有量を算出する。

計算式

$$\text{Mo}\% = \text{検量線の読み} \{ \text{Mo 量 (g)} \} \times \frac{100}{5} \times \frac{100}{\text{試料 (g)}}$$

筆者等が行つた実験結果を第7表に示す。

同一 100 cc 試料溶液より 5 cc 宛採取して行つた 5 回の結果では、

$$\text{モリブデン含有量 } 0.040 \pm 0.002\%$$

である。

このモリブデン量に於ては誤差は 5% 以内である。

なお本法による分析所要時間は 1 試料に就き 46~49 分であるが、分光光度計では 3 箇同時に測定し得るので 3 試料を約 50 分間で分析出来る。

〔VI〕 結 言

タングステン中に含まれる微量のモリブデンの定量に分光光度計を用いて得た実験結果を述べた。

工業分析で要求されるところの時間、精度、再現性を満足させ、エーテルの蒸発による誤差起因も吸収セルの蓋の密着により殆ど無視し得る。

又従来の比色管、デュボスク比色計に於ける箇人差も解決出来た。

従来法で測定困難と思われる微量のモリブデンも本器によれば容易に定量出来る。

光電光度計では機構上フィルタを必要とし、フィルタの波長幅も広いこと（モリブデン定量に用いたフィルタ B は波長 $460 \pm 30 \text{ m}\mu$ ），劣化の起ること等あり， $\pm 0.003\%$ 以上の精度は困難である。

分光光電光度計の特長は透過光線の波長幅の小さく又任意に波長と波長幅を得ることが出来ることである。

タングステンの吸光度は $400 \text{ m}\mu$ で最大を示すが $470 \text{ m}\mu$ では殆ど吸光しない。しかし極く微量であるが吸光が認められるのでこの点を零点としてモリブデン定量用の検量線を作製した。この時の波長幅は $0.5 \text{ m}\mu$ である。

又発色試薬の吸光度に及ぼす影響に就いて検討し，吸光度大にして直線性を示す下記の配合を採用した。

酒石酸.....	30% 溶液	4 cc
HCl.....	1 : 1	2 cc
KCNS.....	15% 溶液	1 cc
エーテル.....		10 cc
SnCl ₂	12.5% 溶液	1 cc

本法のモリブデン発色強度の骨子であつたモリブデンロダン（5 価塩）の褪色もエーテルの加え方により防ぐことが出来，妨害元素として最も大きな位置にある鉄の影響も無視し得た。

かくて試料を 0.5 g 採取し， 4 g の溶融合剤， 0.5 g の KNO_3 で溶融し，これを 100 cc の水に溶し，その 5 cc を上記発色試薬でモリブデンを発色せしめ，その吸光度を測定し，検量線よりモリブデンを定量することによりタングステン中モリブデンの標準分析法を確立することが出来た次第である。

以上の条件によつて得た精度は $\pm 0.002\%$ であつた。

終りに臨み，終始懇篤なる御指導を戴いた日立製作所茂原工場設計課伊地山博士，技術部長宮城博士，設計課長橋本博士並びに設計課千秋英一氏に深謝する。なお実験に際し多大の便宜を与えられた設計課第四研究室各位に感謝する。

参 考 文 献

- (1) 小林, 長岡, 松木: 日立評論 34, 993 (昭 27-8)
- (2) 篠田: 日立評論 別冊第 2 号 33 (1953)

日立製作所社員社外寄稿一覧表 (昭和 28 年 10 月分受付)

寄 稿 先	題 名	執筆者所属	執 筆 者
日本経済調査会	日立 HG 35 BB デイゼル機関車	本 社	新 庄 文 人
新生日本社	気 化 器 相 談 所 訪 問 記	多 賀 工 場	萩 原 連
日刊工業新聞社	現有工作機械の高速化—超硬合金工具用に施盤の改造—	川 崎 工 場	葛 上 昉
熔 接 学 会	不 銹 鋼 の 自 動 熔 接	日立研究所	小 野 健 二 潔
熔 接 学 会	耐 蝕 熔 接 棒 の 研 究	日立研究所	小 野 健 二 潔
神奈川県労働衛生協会	疾 病 コ ス ト の 調 査 要 領 に 就 い て	戸 塚 工 場	鶴 巻 又 三 郎
日本能率協会	WF 法に依る標準時間設定と能率向上	多 賀 工 場	真 鍋 典 男
産業機械協会	欧 洲 の 炭 坑	亀 有 工 場	渋谷 英 寅
明るい生活社	モ ー ト ル の 話	本 社	香 田 武 夫
日本機械学会	本名発電所用 30,000 kW カプラン水車の製作に就いて	日 立 工 場	深 栖 俊 一
早 稲 田 大 学	油入遮断器の電弧による油の分解に就いて	国 分 分 工 場	藪 野 亥 石
日本自動車整備振興会	新 し い 電 装 品 の 取 扱 と 修 理 (その二)	多 賀 工 場	杉 浦 慎 三
電気通信学会	バ イ ブ レ ー タ	戸 塚 工 場	三 木 正 一

実 用 新 案 第403458 号

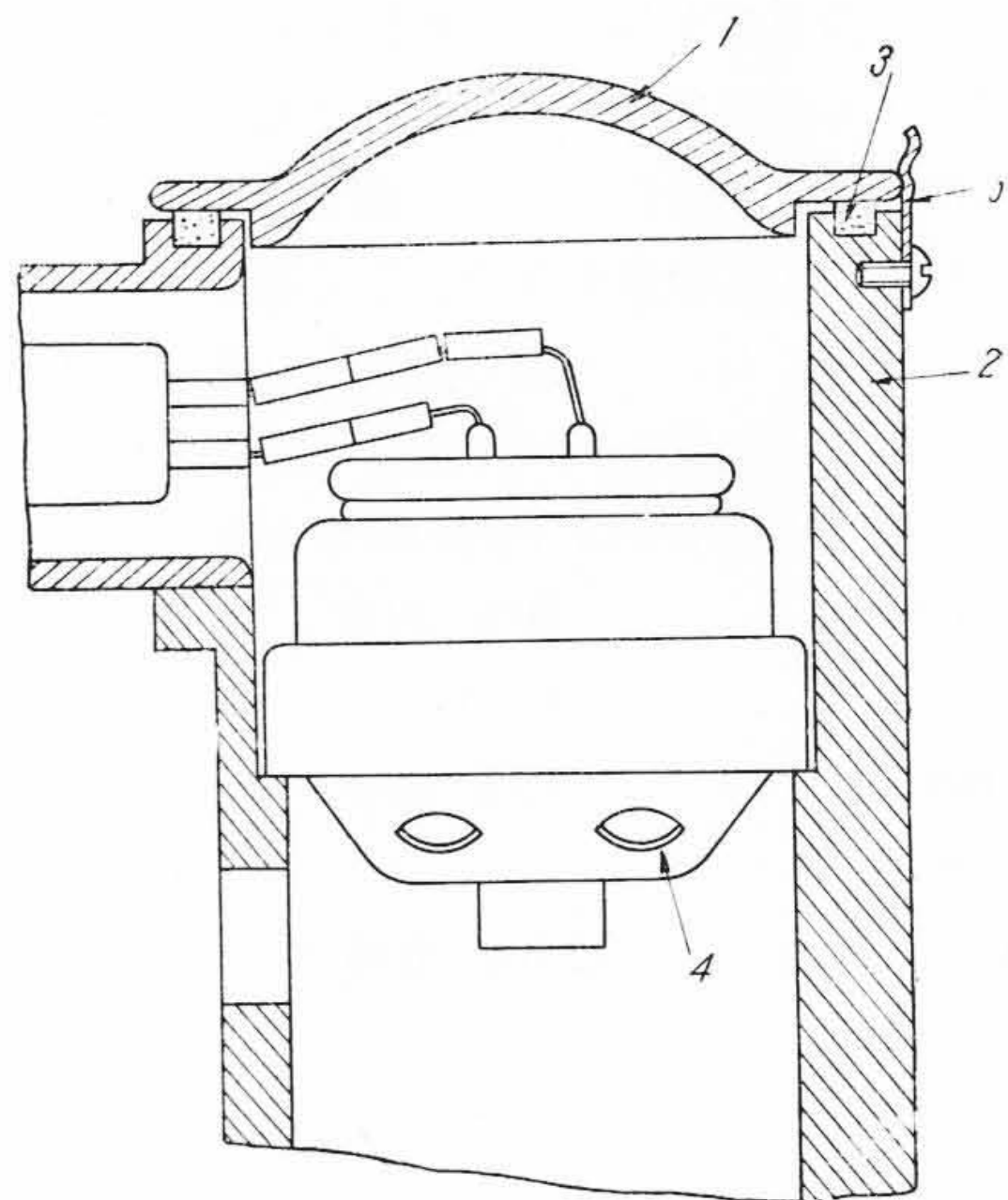
小 沼 武 男

電 子 顕 微 鏡 用 真 空 筒

電子顕微鏡用真空筒に於ては、蓋1と真空筒2の上端との間に気密用のゴムパッキング3が介挿せしめてあるため、蓋1はゴムパッキングによつて電氣的に絶縁されてしまうことがしばしばある。このような場合には蓋1に電子銃4より電子がチャージアップされるとこれが電位を持つことになつて、電子線が不安定となつて鮮明な像が得られなくなる。

本案はこの点に鑑み真空筒の上端に板ばね5を取付け、蓋3に接触せしめ蓋1と真空筒2とを同電位となしたものであるから、電子線が振動して像が不鮮明となるというようなことを完全に防止できるものである。

(田 中)



実 用 新 案 第405055 号

小 沼 武 男

電 子 顕 微 鏡

電子顕微鏡に於て、電子銃1中のヒラメントが断線した場合には蓋2を取去つて電子銃を取出してヒラメントを交換するのであるが、電子銃は作動中かなり高温になつているからこれに直接手を触れることはできない。本案はこの点に着眼し電子銃1のウェーネルト円筒3の上縁部にねじ孔4を設けておき、電子銃の取出しに当つてはこの孔にねじ杆5をねじ込み、このねじ杆を持つて取出すようにしたもので、高温の電子銃を安全且つ確実に取出し得るものである。

(田 中)

