

鉄鋼迅速分析法(学振)

Rapid Determination of Elements in Iron and Steel by Gakushin
(Methods of Iron & Steel Analysis Specified by the 19th Committee of the
Japan Society for the Promotion of Science)

鋼中のコバルト定量法(吸光光度法第2法)

(ニトロソーR-塩法)(備考1)

(昭和31年12月14日決定)

1. 要旨

試料を硫酸と磷酸で処理分解し、硝酸を加えて鉄等を酸化したのち一定量を分液し醋酸ナトリウム溶液ならびにニトロソーR-塩溶液を加え呈色させる。硝酸を加えて鉄等の影響を除去したのち 530m μ または 570m μ における吸光度をはかりコバルト量を定める。

2. 操作

試料(備考2)を 200ml ビーカーにはかり混酸(硫酸3+磷酸3+水14) 20ml を加えて加熱分解し、(備考5)硝酸 3ml を加えて鉄等を酸化し引続き加熱して亜硝酸ガスを駆除する。クロムまたはタングステン等の炭化物が存在する場合はさらに加熱して硫酸の白煙が発生するに至らせて完全に分解する。冷却後、少量の水を加え 100ml のメスフラスコに移し入れ水で標線迄うすめよく振りまぜる。正確に 10ml(備考4)を 200ml メスフラスコに分取し醋酸ナトリウム溶液(50%) 10ml(備考9)およびニトロソーR-塩溶液(1%) 10ml(備考7,8)を加えよく混合し約5分間放置する。つぎに硝酸 5ml を加えてふりまぜ、さらに5分間放置後水で標線までうすめ十分振りまぜたのちその一部を液槽に移し、コバルト含有量 1% 以下のものは波長 530m μ (フィルターを使用するときは S53)、1% 以上のものは波長 570m μ (フィルターを使用するときは S57)における吸光度を測定し、あらかじめ作製してある検量線(備考10)によつてコバルト量を求める。

備考

1. この方法は試料採取量および溶液分取量ならびに吸収波長を適当に変えることにより 0.1~20% 迄のコバルト定量に適用することができる。(備考2,3,4,)

2. 試料採取量はコバルト含有量に応じてつぎの表の標準に従つてはかりとる。

コバルト含有量 (%)	はかりとる量 (g)
0.1~1.5	0.5
1.5~2.0	0.2

3. コバルト含有量が 1.0% 以下の場合には試料溶液を 100ml メスフラスコに分取するがよい。

4. コバルト含有量が 15% 以上の場合には試料溶液を 5ml にする。

5. 混酸で分解不完全な試料は王水(塩酸+硝酸)で完全に分解後混酸を添加して硫酸白煙が発生するまで加熱蒸発し以下本文に従つて操作する。

6. この方法による時には呈色液中に Ni 10mg, Cr 10mg, Fe 20mg, Mo 20mg, V 10mg までの共存は定量上障害にならない。

7. ニトロソーR-塩溶液を 20ml 使用するならば Ni 20mg, までは共存してもさしつかえない。

8. ニトロソーR-塩(1%)溶液の調製: ニトロソーR-塩 1g を水 100ml に溶解する。

9. 醋酸ナトリウム溶液(50%)の調製: 醋酸ナトリウム 500g を水で溶解して 1l にする。

10. 検量線の作成: 純鉄を使用するコバルト量に応じ備考2に準じて 200ml ビーカーにはかりとり本文に従つて操作しこの溶液を本文に準じてそれぞれ分取し、これにコバルト標準溶液(備考11)を高コバルト含有に対しては 0~25mg, 低コバルト含有に対しては 0~1.0mg, を加え本文操作に準じて処理し波長 530m μ (フィルター S57)または波長 570m μ (フィルター S57)の吸光度を測定し吸光度とコバルト量との関係曲線を求め検量線にする。

11. コバルト標準溶液の調製: 純良な金属コバルト 1g を硝酸(1+1) 30ml に溶解し、正確に 1l にうすめるかまたは硫酸コバルトアンモニウム(特級) 6.7059g を水に溶解して正確に 1l とする。このそれぞれの溶液は重量法によつてコバルト含有量を決定する。この溶液を原液としてその中から一定量を正確に 10 倍にうすめて 1ml = 0.1mg にしたものを使用する。

12. この方法の所要時間は大略左記のようである。

操 作	所要時間(分)
試量はかりとり	1
分 解	3~7
分液, 発色,	9~11
測定, 計算,	1
計	14~20

文 献

- 19 委—2682 小平委員 八幡製鉄株式会社(神森, 向江脇)
- 19 委—2779 南波委員 日立製作所日立研究所(佐藤, 古渡)
- 19 委—3494 住友機械工業株式会社(横川, 伊藤)
- 19 委—3520 渡辺委員 日本特殊鋼株式会社(森脇, 金古)
- 19 委—4425 小出委員 住友金属工業株式会社製鋼所