

鉄鋼迅速分析法〔学振〕

(Rapid Determination of Elements in Iron and Steel by The Japan Society for the Promotion of Science)

鋼中の鉛定量方法 (吸光光度法)

(ジチゾン法)

(昭和31年12月14日決定)

1. 要旨

試料を硝酸で分解し、過塩素酸を用いて硝酸を駆除する。これに酒石酸、亜硫酸ナトリウムおよびシアン化カリウムを加えて鉄を還元する。これにジチゾンベンゾール溶液を加えて振りまぜて、鉛ジチゾン塩をベンゾール層に抽出し、520m μ における吸光度を測定し鉛量を定める。

2. 操作

試料1gを300mlビーカーにはかり取り、硝酸(1+1)(備考1)10mlを加え加熱分解する。これに過塩素酸(60%)10mlを加え過塩素酸の白煙がさかんに発生するに至るまで加熱蒸発し硝酸を駆除する(備考2)。冷却後水50mlを加え、振りまぜて析出物を溶解させる(備考3)。これを250mlメスフラスコに移し水で標線まで希釈しよく振りまぜる。この溶液の一部5~25ml(備考4)を200ml三角フラスコにピペットを用いて正確に分取し、水を加えて液量を約40mlとする。アンモニア水(1+2)を加え、鉄その他の沈デンの生じない程度に中和する。これに酒石酸溶液(20%)2ml、亜硫酸ナトリウム溶液(飽和)10ml、およびシアン化カリウム溶液(備考5)(20%)10mlを、この順序に加え70~80°Cに加熱して第二鉄塩を還元する。25~30°Cに冷却しアンモニア水10mlを加え分液ロートに移し、フラスコを少量の水で洗い主液に合せる。ジチゾンベンゾール溶液(備考6)、10mlをビュレットを用い正確に加え1分間はげしく振りまぜる。しばらく静置して溶液が2層に分離したのち下層の溶液を捨てる。つぎにアンモニア亜硫酸ナトリウム溶液(備考7)50mlを分液ロートに入れ再び30秒間振りまぜる。しばらく静置して溶液が2層に分離したのち下層のアンモニア亜硫酸ナトリウム溶液を捨てベンゾール溶液にベンゾール10mlを正確に加え、よく振りまぜたのち、その一部を液槽に取り、光电光度計または分光光电光度計でロ光板S50(備考8)を使用しまたは520m μ の波長で吸光度を測定し、あらかじめ作製してある検量線(備考9)によつて鉛量を求める。たゞし鉛不含の鋼または純鉄を試料と同様に操作し吸光度を測定し、この空実験値によつて鉛量を補正することを要する(備考10)。

備考

1. 硝酸だけで分解しがたい試料の場合は王水10mlで分解したのち過塩素酸を加え以下本文に準じて処理する。
2. クロム10%以上含有する試料では過塩素酸(60%)20mlを加え、白煙がさかんに発生するまで加熱したのち塩酸を1~2mlずつ数回加えクロムの大部分を揮散させ、以下本文に準じて処理する。
3. 多量のケイ酸またはタングステン酸の沈デンを認めた場合はロ紙を用いてロ過し塩酸(1+100)で洗浄し、ロ液を250mlメスフラスコに入れる。
4. 鉄量0.1g以内鉛50%以内になるように分液する。
5. シアン化カリウムに鉛を含有するおそれがある場合にはシアン化カリウム溶液をジチゾンベンゾール溶液とともに振りまぜ、鉛を除去したのち使用する。
6. ジチゾンベンゾール溶液の調製：精製したジチゾン0.01gをベンゾール10mlに溶解し分液ロートに入れ、アンモニア亜硫酸ナトリウム溶液(備考7)50mlとともに1分間振りまぜる。下層のアンモニア亜硫酸ナトリウム溶液を取りだし塩酸(1+1)を加えわずかに酸性にする。これを再び分液ロートに入れ、新しいベンゾール20mlとともに振りまぜ、今度はベンゾール層を取りだし、これにベンゾールを加えて100mlとする。ジチゾンの精製はつぎのようにする。ジチゾン0.1gをベンゾール50mlに溶解して分液ロートに入れ、アンモニア、亜硫酸ナトリウム溶液(備考7)50mlとともに1分間振りまぜる。下層のアンモニア亜硫酸ナトリウム溶液を取りだし、塩酸(1+1)を加えて、わずかに酸性にする。沈デンしたジチゾンをロ過水洗しデシケーター中で乾燥する。
7. アンモニア亜硫酸ナトリウム溶液：アンモニア(1+100)100mlに亜硫酸ナトリウム溶液(飽和)5mlを加える。
8. ロ光板は520m μ 附近の主波長のものを適宜使用し得る。
9. 検量線の作製：純鉄1gに鉛標準液を鉛量0~500 γ の間に加え、本文の操作によつて処理し吸光度を測定し鉛量との関係曲線をつくる。たゞしこの場合液量はいずれも25mlとする。鉛標準液は特級硝酸鉛0.1599を水に溶解して調製する。
10. この方法の所要時間は大略つぎのようである。

操 作	所要時間(分)
試料はかりとり	1
分解、蒸発	7~10
冷却、分液	3
還元	3~5
抽出	4
測定、計	2
計	20~25

文 献

- 1) 19委 3918 藤川委員 東都製鋼株式会社(若松)
- 2) 19委 4105 遠藤委員 八幡製鉄株式会社(神森, 池田)
- 3) 19委 4106 大河原委員 日本特殊鋼株式会社(櫛)
- 4) 19委 4258 石部委員 住友金属工業株式会社和歌山製造所(砂川)
- 5) 19委 4426 藤川委員 東都製鋼株式会社(若松)