

## 鉄 鋼 迅 速 分 析 法 (学 振)

(Rapid Determination of Elements in Iron and Steel by Gakushin Society)

## 鉄 および 鋼 中 の ヒ 素 定 量 方 法 (吸 光 光 度 法, 第 2 法)

(次亜リン酸ナトリウム還元, 比濁法)

(昭和 31 年 4 月 5 日 決定)

## 1. 要 旨

試料を硝酸、過塩素酸で分解し、塩化第一スズおよび次亜リン酸ナトリウムを加え、コロイド状ヒ素を析出させたのち吸光度を測定する。

## 2. 操 作

あらかじめ容量 30 ml の位置に標線をつけてある 100 ml ビーカーに試料 0.2 g (備考1) をとり、硝酸 (1+1) 3 ml を加え加熱分解する。過塩素酸 (60%) 5 ml を加え、過塩素酸の白煙が発生するまで加熱蒸発して硝酸を除去する。冷却後水約 5 ml を加えて塩類を溶解し、これに塩化第一スズ溶液 (備考7) 3 ml を加え、第二鉄を還元して溶液を無色にし、次亜リン酸ナトリウム溶液 (備考8) 15 ml を加え (備考2)、さらにヨウ化ナトリウム溶液 (またはヨウ化アンモニウム溶液) (20%) 3 ml を加え (備考3)、水で 30 ml の標線まで希釈する。溶液をかきまぜたのち約 7 分間常温 (15~20°) に放置して赤褐色のコロイド状ヒ素を析出させる (備考4)。この溶液を光電光度計の液ソウに分取し、フィルター 420m $\mu$  を用いて吸光度を測定し (備考5)、あらかじめ作成してあるヒ素検量線 (備考6) によつてヒ素量を定める

## 備 考

- この方法はヒ素が 0.01~0.13% の試料に適當であつて、もしヒ素含有量が 0.13% 以上の場合は試料採取量を減ずるか、または全容積を大 (例えば 60 ml) として操作する。
- 銑鉄試料などで不溶性のケイ酸および黒鉛を認めた場合には次亜リン酸ナトリウム溶液を添加後乾燥口紙を用いてこれを口別し、塩酸 (1+1) で洗浄後これにヨウ化ナトリウム (またはヨウ化アンモニウム) 溶液を加えたのち全容を調節する。
- ヨウ化ナトリウムまたはヨウ化アンモニウムは多量に用いると塩類を析出するおそれがある。
- コロイド状ヒ素を析出させるときの溶液は、過塩素酸約 1N、塩酸約 6N が適當である。
- コロイド状ヒ素を析出したならば 20 分間以内にその吸光度を測定する。20分間以上放置すると溶液の吸光度が変化するおそれがある。
- 検量線の作成 電解鉄 0.2 g を採りヒ素標準液 (備考9) の種々の量を加え、これに硝酸 (1+1) 3 ml を加え、加熱分解後過塩素酸 (60%) 約 3 ml を加え、過塩素酸の白煙が発生するまで加熱蒸発する。以下本文操作と同様に操作してコロイド状ヒ素を析出させたのち、ヒ素の量に應ずる吸光度を測定する。
- 塩化第一スズ溶液の調製 結晶塩化第一スズ ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 100 g をビーカーに取り塩酸 500 ml を加え、湯浴上で約 30 分間加熱して溶解し、不溶解物を認めた場合は冷却後アスベストで口過して使用する。または金属スズ 50 g をとり塩酸 500 ml を加え、湯浴上で加熱溶解冷却後アスベストで口過後使用する。試薬中にピスマスなどの不純物を含むと、これを用いて操作した場合に黄色を呈するから純良な試薬を使用することが必要である。
- 次亜リン酸ナトリウム溶液の調製 次亜リン酸ナトリウム ( $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 50 g を水約 50 ml に溶解し、これをよくかきまぜながら、塩酸 500 ml を加え、析出した塩化ナトリウムが沈降したのちアスベストで口過して使用する。
- ヒ素標準液の調製 純粋な無水亜ヒ酸 ( $\text{As}_2\text{O}_3$ ) 0.0661 g をビーカーにはかり取り温水酸化ナトリウム溶液 (10%) 5 ml を加えて溶解し、1 l メスフラスコに移し、フェノールフタレインを指示薬として硫酸 (1+10) を加えて微酸性とし、水で標線まで希釈する。この溶液の 1 ml 中には 0.0500 mg のヒ素を含有する。
- 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)
試料はかり取り	1
分 解	2~3
過塩素酸添加, 蒸発	3~4
冷却, 試薬添加, 希釈	3
放 置	7
比色, 計算	3
計	19~21

## 文 献

- 1) 19 委—2474 平野委員 名古屋大学工学部 (石井)
- 2) 19 委—2557 平野委員 名古屋大学工学部 (石井)
- 3) 19 委—2594 後藤委員 東北大学金属材料研究所 (柿田)
- 4) 19 委—2678 後藤委員 東北大学金属材料研究所 (柿田)
- 5) 19 委—3377 遠藤委員 八幡製鉄株式会社
- 6) 19 委—3486 佐藤委員 富士製鉄株式会社 (森本)
- 7) 19 委—3914 佐藤委員 富士製鉄株式会社 (森本)
- 8) 19 委—4108 平野委員 名古屋大学工学部