

水酸化物分離, 酢酸アミル抽出, Oxine による比色*

(鉄鋼中のセリウムの定量法—II)

関本 和郎**・松本 博人**・小田 一磨**

ON SEPARATION OF HYDROXIDE, EXTRACTION WITH AMYLE ACETATE AND COLORIMETRY WITH OXINE

(On the Determination of Ce in Steels—II)

Kazuro Sekimoto, Hiroto Matsumoto and Kazumaro Oda

Synopsis:

In the first paper, the authors reported Knorr's method could be applied to determine Ce in the steel treated with Misch-metal added. In Knorre's method, however 1m. gr. is the utmost limit to determinable Ce amounts, and it needs to get 5grs as sample from the steel containing 0.03% Ce. If weights of sample from high grade stainless steel will reach to 5 grs., it will be very difficult to dissolve in sulphuric acid solution and will be needed a long time to electrolyze. Investigating, therefore, must be taken about colorimetry by which sample is enough of relatively small amounts and micro contents of Ce can be determined.

About micro contents of Ce in stainless steel added Misch-metal during melting period, the authors carried out colorimetric determination with separating as follows:

- (i) All rare earth metals were separated as oxide by HF as reported in first paper.
- (ii) Oxide was dissolved with acid solution, then hydroxide precipitated, from which Ce(OH)₄ was separated with difference of PH and CeO₂ was produced by heating.
- (iii) CeO₂ was dissolved again with acid solution, then pure CeO₂ was produced by HF separating.
- iv) Pure CeO₂ was dissolved with acid solution, extracted with amyle acetate, then carried out colorimetric determination with oxine.

I. 緒 言

第I報にて、鋼に Misch metal を添加した場合の Ce 定量に Knorre 氏法が適用できるが、しかし0.05%以下の Ce 含有鋼では試料を 5g 以上採取する必要があることを報告した。5g の試料になると高級ステンレス鋼は硫酸で溶解が困難な上に、電解に長時間を必要とするので、試料少量で微量の含量まで定量できる比色法を検討する必要がある。

筆者は微量の Ce をつぎの操作で定量したので報告する。

i) HF で稀土類金属を鋼から分離後灼熱して酸化物とする。

ii) 酸化物を酸に溶解、水酸化物沈澱 pH の差を用いて Ce(OH)₄ として分離、灼熱して CeO₂ とする。これを再び酸に溶解、弗酸分離を行い精製 CeO₂ とする。

iii) 精製 CeO₂ を酸に溶解、酢酸アミル抽出、オキシンによる比色定量を行う。

II. 実 験

1. Misch metal より Ce の分離

稀土類金属中の稀土類金属の分離は一般に水酸化物沈澱 pH の差を用いる。Misch metal の成分は Ce, La, Nd, Pr などだが、それらの塩が水酸化物にて沈澱する pH はつぎのごとし。

塩類	緩衝溶液系を用いた場合の沈澱生成時の pH	1/10N・NaOH を滴下 ¹⁾ の際の沈澱開始時の pH	NaOH 滴下の際の ²⁾ 沈澱開始時の pH
La ₂ SO ₄) ₃	6.8~6.9	6.9~7.0	7.61
Ce ₂ (SO ₄) ₃	—	—	7.01
Pr ₂ (SO ₄) ₃	6.7~6.8	6.9	6.90
Nd ₂ (SO ₄) ₃	6.7~6.8	6.6~6.7	—
Sm ₂ (SO ₄) ₃	6.4	6.4~6.5	—
Ce(SO ₄) ₂	2.4, >3.8	2.4~2.5	2.40~2.65

これから Ce の分離は Ce⁺⁴ が適していることが解る。

* 昭和 33 年 4 月本会講演大会にて発表

** 日本鉄板徳山工場

Misch Metal は前述の外に Sm, Fe, Al, Mg, Si などを含んでいるが, Nb, Pr, Sm は La にくらべて少量で, 適当な試薬が入手困難だったので, ここでは Ce と La の分離だけ検討し, Nb, Pr, Sm は pH 6.4~6.9 で沈澱するとした。

(1) 使用した標準液

(i) $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液. a-液

Ce 529 γ/ml 液は第 I 報に準じて作り含量を定めた。

Ce 7 γ/ml 液は Ce 134 γ/ml 液を作り含量を定め, その正確な 50 ml に加水分解を防ぐため $\text{H}_2\text{SO}_4(1+1)$ 20 ml 加え, 水で正確に 1000 ml とした。

(ii) $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ 溶液. b-液

Ce 448 γ/ml , 7 γ/ml 液を第 I 報および (i) に準じて作った。

(iii) $\text{La}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液. c-液

La 278 γ/ml 液は第 I 報に準じて作り, 含量を定めた。

La 6 γ/ml 液は 278 γ/ml 液の正確な 20 ml に (i) の 7 γ/ml と同じ操作を加えて作った。

(iv) Misch Metal 溶液. d-液

Ce 225 γ/ml 液を第 I 報に準じて作り含量を定め, その正確な 20 ml に (i) と同じ操作を加えて Ce 5 γ/ml 液を作った。

(2) 1mg 以上の Ce と La の混合液から Ce の分離。

(a) NH_4OH による Ce と La の分離。

(i) 1/10N, 1/50N, NH_4OH による Ce と La の沈澱 pH。

標準液 a, b, c に NH_4OH を滴下し, 沈澱をしらべると $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ の沈澱開始は pH 2.4, 終了は 5.8 である。 $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3$, $\text{La}_2(\text{SO}_4)_3$ は沈澱開始がそれぞれ pH 7.0, 7.6 である。

沈澱終了の判定は一定量の含有液の沈澱を作り, その量の沈澱がえられた最小の pH をもつてした。

(ii) 1/10N, 1/50N NH_4OH による Ce の分離

a-液, c-液を混合後煮沸し, 10% $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10 ml, 0.1% AgNO_3 1 ml で Ce^{+4} に酸化する。 Ce^{+4} は La^{+3} (Fe^{+3}) の共存で Ce^{+3} に還元されるので a-液を用いる。液を常温まで冷却後 NH_4OH を滴下し, pH 調整後しばらく放置, 完全に水酸化物の沈澱を作り, 別後それぞれの pH に調製した 0.1% NH_4Cl (酸またはアルカリを加えて調整) で洗滌し, 約 800°C で CeO_2 とし秤量した。口液は NH_4OH でアルカリ性とし沈澱を別, $\text{NH}_4\text{OH}(1+200)$ で洗滌後 800°C で灼熱し La_2O_3

と考えた。結果を Table 1 に示す。

Table 1. Separation of Ce in $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3$ and $\text{La}_2(\text{SO}_4)_3$ solution due to use NH_4OH .

CeO ₂ and La ₂ O ₃ added (mg)	pH when filter Ce(OH) ₃	CeO ₂ and La ₂ O ₃ obtained (mg)		
		CeO ₂	(Yield) %	La ₂ O ₃
CeO ₂ 6.5 (+) La ₂ O ₃ 3.5	4.7	4.2	(64.9)	6.0
	5.3	4.8	(73.9)	5.3
	5.6	6.1	(93.9)	4.1
	5.8	6.4	(98.4)	3.7
	6.2	6.8	(109)	3.1
CeO ₂ 3.3 (+) La ₂ O ₃ 3.5	5.6	3.3	(100)	3.6
	5.8	3.1	(93.9)	3.6
	6.2	3.8	(117)	2.8

Table 1 より pH 5.6~5.8 で Ce が 94% 以上分離し, pH 6.0 以上では La_2O_3 が共沈することがわかる。

(b) $(\text{NH}_2)_2\text{CO}-\text{CH}_3\text{COOH}$ 溶液を用いる Ce の分離。

$(\text{NH}_2)_2\text{CO}-\text{CH}_3\text{COOH}$ 溶液を加熱すると, $(\text{NH}_2)_2\text{CO} \rightarrow \text{NH}_3 + \text{CO}_2$ となり時間とともに液の pH が上昇す。これを用いて Ce 分離を考えた。

(i) $(\text{NH}_2)_2\text{CO}-\text{CH}_3\text{COOH}$ 溶液による Ce および La の沈澱 pH。

$\text{H}_2\text{SO}_4(1+100)$ 10 ml, 25% $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$ 10 ml, 7.5% $\text{CH}_3\text{COOH} : 10, 7, 5, 2$ ml を正確にとり, それぞれ全体を 250 ml とし, 1/10 NH_4OH にて pH 4 にし 90±2°C で加熱し加熱時間と pH の関係をもとめたところ, $\text{CH}_3\text{COOH} 5$ ml が pH 5 から 6 の調整に適していたので, 標準液を $\text{H}_2\text{SO}_4(1+100)$ 10 ml のかわりに用い $\text{CH}_3\text{COOH} 5$ ml の液を用いて加熱し, pH を変化せしめて, 沈澱生成をしらべた。沈澱は冷却後口過する。

$\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ は pH 2.4 で沈澱開始, 終了は 5.5~5.6 $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3$, $\text{La}_2(\text{SO}_4)_3$ はそれぞれ pH 6.9, 7.4 で沈澱開始した。

(ii) $(\text{NH}_2)_2\text{CO}-\text{CH}_3\text{COOH}$ 溶液による Ce と La の混合液から Ce 分離。

Ce^{+4} で分離するので, $\text{H}_2\text{SO}_4(1+100)$ 20 ml を煮沸し, 10% $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10 ml, 0.1% AgNO_3 1 ml を正確に加え, 冷却後 (i) と同じ $(\text{NH}_2)_2\text{CO}-\text{CH}_3\text{COOH}$ を用い, 加熱時間と pH の関係をもとめたところ, この時も 5 ml CH_3COOH が適した。

したがって $\text{H}_2\text{SO}_4(1+100)$ 20 ml のかわりに a-液, c-液を用い, $\text{CH}_3\text{COOH} 5$ ml の液にて Ce を分離した結果を Table 2 に示す。

Table 2. Separation of Ce in $Ce_2(SO_4)_3$ and $La_2(SO_4)_3$ solution due to use $(NH_2)_2CO-CH_3COOH$ solution.

CeO ₂ and La ₂ O ₃ added (mg)	pH when filter Ce(OH) ₄	CeO ₂ and La ₂ O ₃ obtained (mg)		
		CeO ₂	(Yield) %	La ₂ O ₃
CeO ₂ 6.5 (+) La ₂ O ₃ 3.5	4.9	5.3	(81.3)	3.8
	5.4	5.6	(86.1)	3.8
	5.7	6.3	(96.8)	3.4
	5.8	6.2	(95.4)	3.2
	6.1	6.7	(109)	3.0
CeO ₂ 13.0 (+) La ₂ O ₃ 3.5	4.7	9.8	(75.3)	6.8
	5.2	10.2	(78.5)	6.1
	5.5	10.8	(83.0)	5.8
	5.8	12.7	(97.7)	3.6
	5.9	12.9	(99.2)	3.6
CeO ₂ 3.3 (+) La ₂ O ₃ 7.0	4.7	2.8	(84.7)	7.6
	5.5	3.6	(109)	6.3
	5.6	3.8	(115)	6.0
	5.8	4.0	(121)	5.7
CeO ₂ 3.3 (+) La ₂ O ₃ 1.7	4.7	2.6	(78.8)	2.0
	5.4	2.8	(84.8)	2.1
	5.6	3.1	(93.9)	1.6
	5.8	3.1	(93.9)	1.6

Table 2 より pH 5.6~5.8 で Ce は 94% 以上分離するが, Ce にくらべ La が多量になると pH 5.5 ぐらいで La が共沈して分離が困難なことがわかった.

(3) 微量の Ce と La の混合液から Ce の分離量が微量になると重量法で測定できぬので, 2 で定めた比色法で沈澱量を測定した.

(a) 1/10N, 1/50N NH_4OH による Ce の沈澱 pH. b-液 を Ce とし 35γ, 70γ とり, NH_4OH を滴下して pH を調整し, しばらく放置後沈澱を口別, 洗滌後灼熱して CeO₂ とし, それを正確に H_2SO_4 0.4 ml に溶解し比色定量した.

結果は Ce の色の他に不純物の色をふくみ高い吸光度をしめしたので, CeO₂ を精製するために, H_2SO_4 に溶解後水 20 ml にてホリエチレンのビカーに移し, 3% H_2O_2 5 ml で Ce⁺³ に還元し, HF 5 ml を加えて再び CeO₂ とした. この CeO₂ を正確に H_2SO_4 0.4 ml に溶解し比色した結果を Table 3 に示す.

Table 3 にて pH 5.5 で標準に近い吸光度がえられた. しかしこの pH では Misch metal 中の La, Nd Sm などが共沈する恐れがあるので, NH_4OH による Ce 分離は使用できない.

(b) $(NH_2)_2CO-CH_3COOH$ 溶液を用いての Ce 分離.

(i) $(NH_2)_2CO-CH_3COOH$ による Ce の沈澱 pH.

Table 3. Precipitation pH of Ce(OH)₄ when add NH_4OH to $Ce(SO_4)_2$ solution.

pH when filter Ce(OH) ₄	Extinction of 35γ Ce. (-log T)	Extinction of 70γ Ce. (-log T)
5.6	0.155	0.210
5.8	0.160	0.220
6.2	0.165	0.245
6.5	0.190	0.295
<8	0.200	0.290

Notes: Standard extinction of 35γ Ce and 70γ Ce.

35γ Ce : 0.195, 70γ Ce : 0.305

正確に H_2SO_4 (1+100) 10 ml とり煮沸し, 1% $(NH_4)_2S_2O_8$ 10 ml, 0.01% $AgNO_3$ 1 ml を正確に加え 1 分煮沸する. 冷却後 10% $(NH_2)_2CO$ 5 ml, 7.5% CH_3COOH : 2, 4, 6 ml を正確に加え, 水で液量をそれぞれ 100 ml とし, (2) (i) に準じて加熱時間と pH の関係をもとめたところ, CH_3COOH 6 ml の液が適した.

したがって H_2SO_4 (1+100) 10 ml のかわりに a-液を用い, CH_3COOH 6 ml の液にて Ce 沈澱生成をしらべた結果を Table 4 (a) に示す.

Table 4(a). Precipitation pH of Ce(OH)₄ in $Ce_2(SO_4)_3$ when use $(NH_2)_2CO-CH_3COOH$ solution.

pH when filter Ce(OH) ₄	Extinction of 35γ Ce. (-log T)	Extinction of 70γ Ce. (-log T)
5.4	0.125	0.175
5.6	0.175	0.245
5.8	0.185	0.280
5.9	0.195	0.290
6.2	0.200	0.315
6.4	0.215	0.340

Notes: Standard extinction of 35γ Ce and 70γ Ce.
35γ Ce : 0.195, 70γ Ce : 0.305

Table 4 (a) より pH 5.9 で標準吸光度に近い吸光度がえられた. これは (a) とくらべると Misch metal 中の La, Nd などの共沈の恐れが少い pH なので Ce 分離に用いられると思われる.

(ii) $(NH_2)_2CO-CH_3COOH$ 溶液による Ce と La の混合液から Ce 分離.

(i) の H_2SO_4 (1+100) 10 ml の代りに a-液, c-液を混合し, (i) に準じて Ce を分離した結果を Table 4 (b) に示す.

pH 5.6~5.8 で標準に近い吸光度がえられる.

(4) $(NH_2)_2CO-CH_3COOH$ 溶液による Misch metal 中の Ce 分離.

Table 4 (b). Separation of Ce in $Ce_2(SO_4)_3$ and $La_2(SO_4)_3$ solution due to use $(NH_2)_2CO-CH_3COOH$ solution.

Ce and La added (γ)	pH when filter $Ce(OH)_4$	Extinction obtained ($-\log T$)
Ce 35(+)La 30	5.4	0.180
	5.6	0.195
	5.8	0.200
	6.0	0.200
Ce 70(+)La 30	5.6	0.300
	5.8	0.305
	6.0	0.320

Notes: Standard extinction of 35 γ Ce and 70 γ Ce.
35 γ Ce : 0.195, 70 γ Ce : 0.305

d-液を弗酸処理して稀土類金属を酸化物として分離し, それを H_2SO_4 約 1 ml に溶解, 水 30 ml を加え, (3) (b) (ii) に準じてさらに Ce を分離し, 吸光度を測定した結果を Table 5 に示す.

Table 5. Separation of Ce in misch metal solution due to use $(NH_2)_2CO-CH_3COOH$ solution.

Ce in misch metal used (γ)	pH when filter $Ce(OH)_4$	Extinction obtained ($-\log T$)
50	5.4	0.205
	5.6	0.215
	5.8	0.230
	6.0	0.225
	6.2	0.250
	6.4	0.280
100	5.4	0.325
	5.6	0.365
	5.8	0.410
	6.0	0.415
	6.2	0.440

Notes: Standard extinction of 50 γ Ce and 100 γ Ce.
50 γ : 0.235, 100 γ : 0.420

Table 5 より, pH 5.6~6.0 の間で Ce を分離すれば標準に近い吸光度がえられるので, この方法で Misch metal 中の Ce をほぼ定量的に分離できることがわかった.

2. Ce のオキシン法による比色

Ce の比色定量法には

i) 過硫酸アンモン法³⁾

ii) オキシン法

イ) クエン酸-アンモニア溶液 chloroform 抽出法³⁾⁴⁾.

ロ) 酒石酸-アンモニア溶液. 酢酸アミル抽出法⁵⁾.

iii) 硫酸溶液, 酢酸アミル抽出, クッペロン法⁶⁾. 等があげられるが, Ce^{+3} で比色する ii) ロ) の方法を検討

した結果 Ce^{+4} も Ce^{+3} と同じ着色を示すことがわかったので, この方法を使用した.

(1) 使用標準液および試薬

(a) 標準液

$Ce_2(SO_4)_3$ 溶液. Ce 7 γ /ml 液.

$Ce(SO_4)_2$ 溶液. Ce 7 γ /ml 液.

$La_2(SO_4)_3$ 溶液. La 6 γ /ml 液.

Misch metal 溶液. Ce 5 γ /ml 液.

いずれも 1 と同じものを使用す.

(b) 酢酸アミル

市販特級酢酸アミルを K_2CO_3 (無水 1 級) とともに蒸溜し, 138~140°C の溜分を使用した.

(c) 他の試薬

すべて市販特級を使用した.

(2) 着色条件の検討

(a) 最大吸収波長

$Ce_2(SO_4)_3$, $Ce(SO_4)_2$ 標準液を Ce として 35 γ 100 ml の分液ロートに正確にとり, 10% 酒石酸 2 ml を加え, 2N NH_4OH で pH 10.3 にし, アセトン 1 ml, 4% オキシン含有酢酸アミル 10 ml を正確に加え, 約 3 分よくふりまぜる. 酢酸アミル層が赤褐色をおびて, 水溶液層と分離したら, 酢酸アミル層を試験管にとり, 無水 Na_2SO_4 約 0.5 g 加え脱水後, 口紙で Na_2SO_4 を除去し, 10 mm の液槽で各波長の吸光度をもとめた. 結果を Fig. 1 にしめすが, 430 m μ の波長で最大吸収を示し, Ce^{+3} , Ce^{+4} の曲線はほとんど同一である.

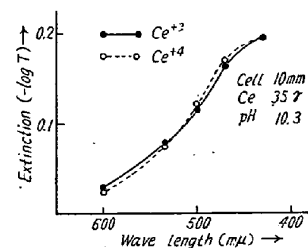


Fig. 1. Absorption curve of cerous and ceric oxinate.

(b) 酢酸アミル層に Ce を抽出するに適当な水溶液の pH.

(a) の場合の NH_4OH 添加量を種々変えて, pH を変化し, それぞれの pH での吸光度を 430 m μ の filter で測定した. pH は酢酸アミル層を除いた水溶液のを測定した.

Ce 含有液が多量になると, 酢酸アミルへの Ce 抽出が困難になるので, NH_4OH は 2, 4, 8N の濃度を用い, 添加量が 15 ml をこえぬようにした.

Fig. 1, 2 から Ce^{+3} , Ce^{+4} の差は実験誤差による

もので、まったく同一の着色を示すと判断でき、Fig. 2より pH 9.5 以上あれば抽出が完全といえる。

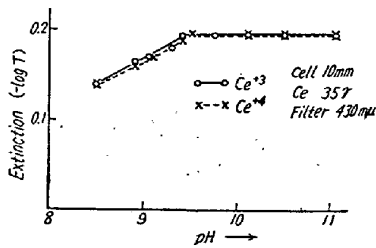


Fig. 2. Extraction change of cerous and ceric oxinate due to pH.

(c) 酢酸アミルの適当なオキシシ%

1 で分離した Ce は CeO_2 で Ce^{+4} であるし、 Ce^{+4} と Ce^{+3} は同一着色を示すので、これ以後の実験は Ce^{+4} での比色に適当な条件をもとめた。

$Ce(SO_4)_2$ 標準液を用い、(b) に準じて pH 9.8~10.0 にてそれぞれのオキシシ%の酢酸アミル 10ml を正確に加え、比色した結果を Fig. 3 に示す。

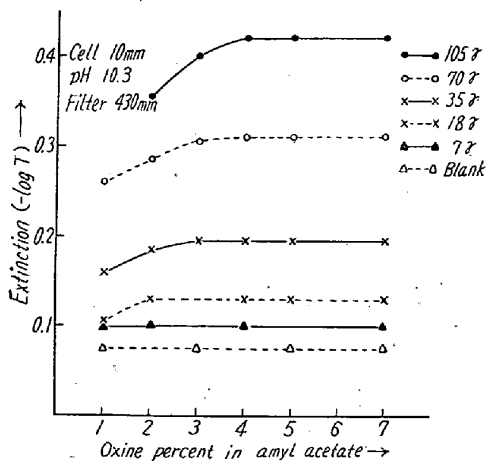


Fig. 3. Extinction change of ceric oxinate due to oxine percent in amyl acetate.

4% の濃度を用いれば普通に測定する Ce 量には充分である。

(d) 適当な酒石酸およびアセトン量。

(i) 酒石酸の量

10% 酒石酸量を 3ml まで変化したが吸光度に変化はない。しかし以後 2ml を用いることに定めた。

(ii) アセトン量

アセトンが 2ml をこえると吸光度を減少する傾向にあるので、1ml を用いることにした。

(e) 発色後比色に適当な時間

今まで定めた着色条件で着色し、発色後の色の変化をもとめたところ、1.5 h までは一定の吸光度で、それ以後は吸光度が上昇したので 30 分後比色と定めた。

以上の実験で着色、比色条件が定まったので、つぎに鋼中の Ce を比色するための検量線を作成した。

3. 検量線の作成

Fig. 3 より Ce 単独の場合の検量線 (これを 1. (3) の Ce 分離の定量に用いた。) はえられるが、鋼中の Ce 定量にはつぎの方法で作成した検量線を使用した方が適している。

純鉄粉 0.2 g に $Ce_2(SO_4)_3$ 標準液を加え、 H_2SO_4 (1+1) 約 10ml で溶解する。HF 約 20ml 加え沈澱を口別し、洗滌後白金ルツボにいれ、約 800°C で灼熱 CeO_2 とする。 H_2SO_4 正確に 0.4ml にて CeO_2 を溶解し、15ml の水で 100ml の分液ロートに移し、酒石酸 2ml, 8N NH_4OH 約 10ml 加え、pH を 10.0 近辺とし、アセトン 1ml, 4% オキシシ酢酸アミル 10ml を正確に加え、3分よくふりまぜる。酢酸アミルが赤褐色をおび、水溶液と二層に分れたら、試験管に酢酸アミルをとり出し、無水 Na_2SO_4 約 0.5g 加えて脱水後、口紙で Na_2SO_4 を除き、10mm の液槽に入れ、430m μ の filter で吸光度を測定して検量線を作成する。得られた検量線を Fig. 4 に示す。

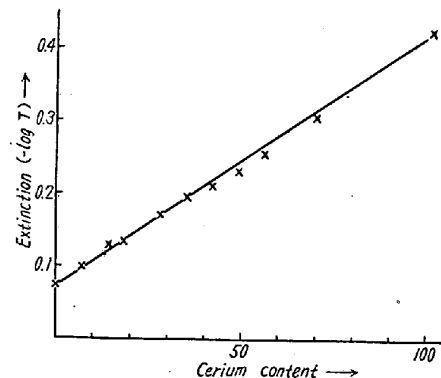


Fig. 4. Standard curve.

4. 鋼に Misch metal 標準液を加えた場合の Ce の定量

Ce 含量のわかつた実際の試料で分析して検討するのが本当であるが、適当な標準試料が入手できぬので、鋼に $Ce_2(SO_4)_3$, $La_2(SO_4)_3$, Misch metal 標準液を添加して標準試料とした。使用した鋼は第 I 報と同じ純鉄粉、鉄鋼標準試料第 8 号 (a)、日本鉄板製 SUS-7 である。

鋼 0.2 g を精秤し、標準液を加え、 H_2SO_4 (1+9) 45ml で加熱溶解後、残渣を口別し (実際の試料は残渣を $KHSO_4$ 約 0.5g で溶解後水に溶解し口液に加える。) 口液を電解する。電解後弗酸処理を行つて稀土類金属を分離し、Ce 単独の場合には検量線作成の操作に準じて

Table 6. Colorimetric determination of Ce in steels by oxine method.

Standard solution used	Ce and La added (γ)	Steel used	pH when filter $Ce(OH)_4$	Ce obtained (γ)
$Ce_2(SO_4)_3$ solution	Ce 7	No 8 a		12
	Ce 18	No 8 a		22
	Ce 35	No 8 a		38
	Ce 105	SUS-7		100
	Ce 35	SUS-7		38
	Ce 70	SUS-7		64
$Ce_2(SO_4)_3$ solution (+) $La_2(SO_4)_3$ solution	Ce 70 (+) La 30	Iron powder	5.9	65
	Ce 70 (+) La 30	No 8 (a)	6.0	76
	Ce 70 (+) La 30	SUS-7	6.0	73
	Ce 35 (+) La 30	No 8 (a)	5.8	38
	Ce 35 (+) La 30	SUS-7	5.8	42
	Misch metal solution	Ce 50	Iron powder	5.8
Ce 50		No 8 (a)	5.8	48
Ce 50		SUS-7	6.0	44
Ce 100		No 8 (a)	5.9	93
Ce 100		SUS-7	5.9	96

他の場合は 1 の (4) の操作に準じて Ce を定量した。

いて, ステンレス鋼中の Ce を定量した。

(昭和 33 年 4 月寄稿)

結果を Table 6 に示す。定量値が少しばらついているが, この程度なら一応充分である。しかし Ce 量が 20 γ 以下になると高値を与えるので, 使用できない。

III. 結 論

(1) Misch metal を添加したステンレス鋼中の Ce を分離するには, まず弗酸処理を行い, 稀土類金属を酸化物として分離し, それを硫酸に溶解後, $Ce(OH)_4$ の沈澱する pH の差を利用することによつて分離できる。

(2) 分離する Ce が微量の場合には, 加熱によつて pH が上昇する $(NH_2)CO-CH_3COOH$ 液等の緩衝作用を呈する液を使用することが有効である。

(3) 分離した $Ce(OH)_4$ を精製することによつて, 酢酸アミル, オキシン比色法が適用でき, この方法を用

文 献

- 1) 萩原善次: 工業化学雑誌, Vol. 56 (1953) No. 4 p. 217
- 2) J. A. C Bowles & Partridge: Ind. Eng. Chem, Anal. Ed. Vol. 9 (1934) p. 124
- 3) E. B. Sandell: Colorimetric Determination of Traces of Metals p. 251
- 4) W. Westood and A. Mayer: Analyst 73 (1948) p. 275
- 5) 三角省三: 日本化学雑誌, Vol. 174 (1953) No. 2 p. 17
- 6) 萩原善次: 工業化学雑誌, Vol. 57 (1954) No. 1 p. 26