

3. 切削試料: 厚さ 0.2mm 以下が適当である。0.2 mm 以上の試料では分解に長時間を要する。

試料採取量: 滴定法の場合は試料 3 g を秤取る。吸光度法の場合は窒素量が 0.005% 以上の試料では 1 g を、0.005% 未満の試料では 5 g を秤取る。

4. 市販特級品をそのまま使用して差支えない。市販臭素に少量の五酸化リンを加えて再蒸留した臭素を使用する。

5. 市販特級品はそのまま使用できる。酢酸メチルの代わりに酢酸エチルを使用してもよい。水分を含む場合には少量の濃硫酸を加えて蒸留して精製したものを使用する。

6. 試料の溶解が完全に行われたかどうかを確かめるには、磁石を用いると便利である。

7. 精製アスベスト: 市販品に塩酸を加えて煮沸処理したのち、水で十分洗浄し、乾燥して約 900°C で 2h 灼熱したものを使用する。

8. 洗浄には酢酸メチル約 200 ml が必要である。酢酸メチルの代わりに水分を含まないメチル・アルコールを用いても差支えない。

9. メチル・レッド 0.125 g, メチレン・ブルー-0.085 g をエチル・アルコール 100 ml に溶かした混合指示薬を使用する。

10. ネスラー試薬: 沃化カリウム 50 g を水約 350 ml に溶かし、飽和塩化第二水銀溶液を赤色沃化水銀の沈殿が生ずるまで徐々に加える。

つぎにこれに水酸化ナトリウム溶液 (36%) 200 ml を加えて水で 1 l に希釈し、カッ色びんに移して冷暗所に保存する。調製後、少なくとも 2 日間を経過したものの上澄液を使用する。

11. 検量線

窒素標準液: 精製塩化アンモニウム 0.0382 g を水に溶かし 1 l に希釈する。

この溶液 1 ml は窒素 0.00001 g に相当する。

以上のように調製した窒素標準液一定量を 100 ml メスフラスコに分取し水で 50 ml に希釈したのち、ネスラー試薬 2 ml を加え (b) と同様に操作して吸光度を測定する。吸光度と窒素量の関係から検量線を作成する。

12. この方法の分析所要時間は大略つぎのようである。

操 作	所要時間 (mn)
試料はかりとり分解	120
汙 過, 洗 浄, 乾 燥	30
水 蒸 気 蒸 留	10~20
滴定または吸光度測定	5
計	165~175

文 献

- 1) H. F. BEEGLY: Anal. Chem., 24 (1952), 1095
- 2) 成田, 日本化学雑誌, 75 (1954), 1037
- 3) 19委-2968 入 委員 日本鋼管(株)
- 4) 19委-3938 高尾委員 (株)神戸製鋼所
- 5) 19委-4282 高尾委員 (株)神戸製鋼所

6) 19委-3809 石部委員 住友金属工業(株)和歌山製造所 (吉塚)

7) 19委-4463 高尾委員 (株)神戸製鋼所

8) 関西鉄鋼技術研究会資料, 067

9) 19委-6496 平野委員 東京大学工学部

鉄鋼中のアルミニウム
定量における用語

(昭和36年12月12日決定)

1. 可溶性アルミニウムの分析化学的意義並びにその表示法

分析化学上で一般にいう可溶性アルミニウム [Al] acid sol. (酸可溶性アルミニウム) とは塩酸や硫酸のような鉱酸に容易にとける鉄鋼中のアルミニウムのことで、地鉄中に固溶している原子状アルミニウム Al, 窒化物型アルミニウム (Al)_N ならびに硫化物型アルミニウム (Al)_S の和である。

なお試料を臭素エステルあるいはヨウ素アルコール溶液で処理したとき、これらの試薬にとけるアルミニウムを可溶性アルミニウムとする場合もあるので、混乱をさけるため [Al]_{Br₂-ester sol.} または [Al]_{I₂-alc. sol.} で表わす。これらの試薬にとけるアルミニウムは地鉄中に固溶している原子状アルミニウム Al と硫化物型アルミニウム (Al)_S で、特別にことわらない限り可溶性アルミニウムとは酸可溶性アルミニウムのことをさす。

2. 鉄鋼中の各種形態アルミニウムの定量方法

(a) 全アルミニウム

$$\Sigma \text{Al} = \text{Al} + (\text{Al})_S + (\text{Al})_N + (\text{Al})_O$$

定量方法要旨: 試料を硫酸および過酸化水素水で分解し、残分をピロ硫酸カリウムで溶融して主液に加え、この溶液を水銀陰極電解槽に移し、鉄を電解分離したのち、アルミニウムを定量する。

(b) 酸可溶性アルミニウム

$$[\text{Al}]_{\text{acid sol.}} = \text{Al} + (\text{Al})_S + (\text{Al})_N$$

定量方法要旨: 試料を硫酸および過酸化水素水で分解して汙別し、汙液および洗浄液を水銀陰極電解槽に移し鉄を電解分離したのち、アルミニウムを定量する。

(c) 窒化物型アルミニウム (Al)_N

定量方法要旨: 試料を臭素—エステルまたはヨウ素アルコール溶液で処理し、汙過したのち不溶解残分を水酸化ナトリウム溶液で分解して水蒸気蒸留し窒素を定量する。この窒素量から Al_N に相当なアルミニウム量を算出する。

また上記残分を濃いアルカリ溶液で処理して窒化アルミニウムを溶解し、この溶液中から直接窒化物型アルミニウムを定量してもよい。

(d) 硫化物型アルミニウム (Al)_O

定量方法要旨: 試料を硫酸および過酸化水素水で分解し、残分をピロ硫酸カリウムで溶融して水にとかし、この溶液中からアルミニウムを定量する。

文 献

- 1) H. F. BEEGLY: Anal. Chem., 21 (1949), 1513
- 2) H. F. BEEGLY: Anal. Chem., 24 (1952), 1095

- 3) 成田: 日本化学雑誌, 75 (1954), 1037
 4) K. BORN u. W. KOCH: Stahl. u. Eisen, 72 (1952), 1268
 5) 19委-3938 高尾委員 (株)神戸製鋼所
 6) 高尾, 下瀬, 成田: 神戸製鋼, 5 (1955), 103
 7) 19委-4460 小田委員 住友金属工業(株)鋼管製造所
 8) 19委-4285 " "
 9) 成田: 未発表
 10) 19委-2949 和田委員 八幡製鉄(株), 八幡製鉄所
 11) 19委-3658 小田委員 住友金属工業(株)鋼管製造所
 12) 19委-4414 志賀委員 関東製鋼(株)
 13) 19委-4538 高尾委員 (株)神戸製鋼所
 14) 19委-2413 " "
 15) 19委-2968 入 委員 日本鋼管(株)
 16) 19委-3809 小田委員 住友金属工業(株)鋼管製造所
 17) 19委-4282 高尾委員 (株)神戸製鋼所
 18) 19委-4463 " "
 19) 関西鉄鋼技術研究会資料, 067
 20) 19委-4167 関西鉄鋼技術研究会
 21) 19委-3925 綾部委員 富士製鉄(株)釜石製鉄所
 22) 19委-3937 入 委員 日本鋼管(株)
 23) 高尾, 野田, 国井, 成田, 高田: 神戸製鋼, 6, (1956) 3
 鋼の粒度調整法についてはつぎの文献が学振に提出されている。
 19委-4382 高尾委員 (株)神戸製鋼所
 細粒鋼の結晶粒度の調整について
 19委-4384 小田委員 住友金属工業(株)鋼管製造所
 粗粒鋼の粒度調整について
 24) 19委-4508 高尾委員 (株)神戸製鋼所 (成田)
 小田委員 住友金属工業(株)鋼管製造所 (細田)
 25) 19委-6497 平野委員 東京大学工学部

鋼および鉄中のジルコニウム定量方法

(吸光光度法)

(昭和36年12月12日決定)

解 説

この方法は住友金属工業(株)鋼管製造所から原案が提出され、これについて各所で検討された結果、原案を一部改めれば操作も簡単で、正確で迅速な良法であることが認められたので案文を作成し昭和36年12月決定した。

1. 要 旨

試料を硫酸で分解し、残分はピロ硫酸カリウムで融解して主液に合せる。その一定量を分取しチオグリコール酸を加え、キシレノールオレンジでジルコニウムを発色させ、その吸光度をはかつてジルコニウムを定量する。

2. 操 作

試料 1g (備考1,2,3) を 300ml ビーカーにはかりとり、硫酸(1+9)(備考4)を加えて加熱分解したのち過酸化水素水(30%)を加えて鉄を酸化し、煮沸して過剰の過酸化水素を駆除する。残分は沝別し、温水で洗浄する。残分

を沝紙とともに白金ルツボに入れて静かに加熱し、乾燥後強熱して沝紙を灰化し、冷却後ピロ硫酸カリウム 2g を加え、暗赤色に加熱して融解し、主液を用いて溶解し、少量の水でルツボを洗って主液に合せる。溶液は 200ml メスフラスコに洗い移して水で標線までうすめよくふりまぜる。

これより一定量(備考5)を 100ml メスフラスコに分取し、水で約 50ml にうすめ、チオグリコール酸(10%)を鉄によつて生じた青色がふたたび消えるまで加えたのち、キシレノールオレンジ溶液(0.05%) (備考6) 10ml を加えて、80°C の水浴中に浸して 5mn 間加温する。冷却後溶液の一部をセルにとり波長を 520mm 附近における吸光度をはかり、別にキシレノールオレンジのみの添加を省略し同様に操作した空実験値を差引いてあらかじめ作成してある検量線(備考7)を用いてジルコニウム量を求める。

備 考

1. この方法はジルコニウムの含有量 0.02% 以上のものに適用する。

2. ジルコニウム含有量 0.02% 未満の試料にあつてはつきのように操作する。

試料 2g を 500ml ビーカーにはかりとり、塩酸(1+4) 150ml を加えて加熱分解する。

10~15°C に冷却し、クペロン溶液(6%)を滴加し、かきまぜて沈殿がカッ色を呈したならば滴加をやめ、沝紙パルプを加えて沝過し、冷塩酸(1+9)で洗浄する。残分を沝紙とともに白金ルツボに移し、乾燥灰化する。

冷却後ピロ硫酸カリウム 1.5g を加え、暗赤色に加熱して融解し、冷却後、硫酸(1+9) 10ml を加えて加熱溶解し 100ml メスフラスコに洗い移し、冷却後水で標線までうすめよくふりまぜる。

これより 50ml を分取し、以下本文の操作にしたがつてジルコニウムを定量する。

3. 本文の操作にしたがうときは発色液中にニッケル 50mg, クロム 25mg, モリブデン 15mg, タングステン 1.25mg, 銅 0.5mg, マンガン 15mg, チタン 5mg, バナジウム 5mg, コバルト 20mg, アルミニウム 5mg の共存は妨害とならない。

4. 硫酸(1+9)添加量は、分液量 1/5 のとき 35ml, 1/10 のとき 60ml とする。または硫酸(1+9) 35ml で溶解し、分液量が少いときは、分液後硫酸(1+9)濃度が 5ml になるように調節する。

5. 分取液中にジルコニウムを 0.02~0.3mg 含むようにする。

6. キシレノールオレンジ溶液(0.05%)の調製キシレノールオレンジ 0.05g を水に溶解して 100ml とする。

7. 検量線の作成ジルコニウム標準液(1ml=0.05mg Zr) 0~6ml を 100ml メスフラスコにとり、硫酸(1+9)量が 5ml になるように硫酸(1+9)を加え以下本文操作に準じて吸光度をはかり、ジルコニウム量との関係線を作成して検量線とする。

8. ジルコニウム標準液の調製 オキシ塩化ジルコニウム 1.775g を硫酸(比重1.84) 100ml に溶解し、加熱して白煙を発生させ、冷却後水で 1l にうすめて原液