

- 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

とする。この原液の力価は重量法によつて決定し、この原液を 10 倍にうすめたものを使用する。

9. 分析所要時間は大略つぎのようである。

操 作	所 要 時 間 (mn)	
	本 文	備 考 2
試料はかりとり	1	1
分 解	5~10	5~10
冷却, クペロン添加	—	3~5
汙 過, 洗 淨	5~10	10~15
灰 化, 溶 融	20~30	20~30
溶 解	2~4	2~4
冷 却, 分 液	2~3	2~3
試薬添加, 発色	6~8	6~8
吸光度測定, 計算	1	1
計	42~67	50~77

文 献

- 1) 19委-5808 石部委員 住友金属工業(株)鋼管製造所 (細田, 東出)
- 2) " -5989 時技委員 日新製鋼(株)(関本, 小田)
- 3) " -5990 小林委員 (株)日本製鋼所室蘭製作所 (海老原, 角地)
- 4) " -6151 浅原委員 東都製鋼(株)(若松, 市瀬)
- 5) " -6152 河合委員 三菱製鋼(株)長崎製鋼所 (北御門, 松本)
- 6) " -6154 小島委員 住友金属工業(株)中央技術研究所 (荒川, 稻永, 松本)
- 7) " -6323 和田委員 八幡製鉄(株)八幡製鉄所 (瀬川, 寺山, 黒木)
- 8) " -6324 河合委員 三菱製鋼(株)長崎製鋼所 (小原, 志水)
- 9) " -6325 網川委員 日本ステシレス(株)(斉川, 岩島)
- 10) " -6326 佐藤委員 日本特殊鋼(株)(千野)
- 11) " -6488 蔭山委員 川崎製鉄(株)葺合工場 (針間矢)
- 12) " -6486 原田委員 住友金工業(株)鋼管製造所

鉄鋼中のホウ素定量方法

(メチレン青—ジクロロエタン抽出法)

(昭和37年3月31日決定)

解 説

この方法の原案は 東北大学 金属材料研究所より 19 委 6137, 川崎製鉄葺合工場より 19 委 6149 として、同時にそれぞれ報告された。

その後八幡製鉄東京研究所により 19 委 6137 の検討が行われ 19 委 6313 が提出された。同時に川崎製鉄葺合工場よりさきの報告に引きつづいて 19 委 6315 が報告された。つぎに日本製鋼所室蘭製作所により 19 委 6317 および 19 委 6149 の検討が行なわれた。以上の実験により結果は良好で簡易な操作で日常作業分析に充分使用できることがみとめられたので案をまとめ昭和37年3月31日決定した。

1. 要 旨

試料を硫酸で分解したのち過酸化水素水を加えて鉄を酸化し、汙過して汙液と残分を別ける。残分は灰化後、

無水炭酸ナトリウムと溶融し、硫酸に溶解し、さきの汙液に合せる。これにフッ化水素酸を加えて放置したのち、メチレン青溶液を加え、ジクロロエタンで抽出して吸光度を測る。

2. 操 作

試料 0.5g をビーカー(備考1)にはかりとり、硫酸 (5N) 25ml を加え加熱分解したのち、過酸化水素水 (30%) 2ml を加えて鉄を酸化し、静かに煮沸して過剰の過酸化水素を分解する。ポリエチレンロートを用いて汙紙 (No.5B) で汙過し、残分は水洗し、汙液および洗液は 100ml メスフラスコにうける(備考2,3,4)。残分を白金ルツボに移し、低温で灰化後、無水炭酸ナトリウム 1g を加えて溶融する。冷却後硫酸 (5N) 5ml で溶解し、溶液はさきのメスフラスコに合する。水を加えて 100ml としたのち、その 20ml を 100ml ポリエチレン分液ロート(備考5)にとり、フッ化水素酸 (5%) 5ml を加え約 40mn 間室温に放置する。つぎに水を加えて 50ml(備考6)とし、メチレン青溶液 (0.001M) 10ml を加えてふりまぜ、ジクロロエタン 25ml を加え激しくふりまぜる。2液層に分離後ジクロロエタン層 5ml を正確に乾燥した 25ml メスフラスコにとりジクロロエタンを加えて標線までうすめふりまぜる。

一部を光度計のセルにとり 660m μ における吸光度をジクロロエタンを対照として測る。ホウ素を含まぬ電解鉄 0.5g をとり試料と全く同様に操作して吸光度をはかり、さきの吸光度よりさしひき、あらかじめ作製してある検量線(備考7,8,9,10) よりホウ素量(備考11)を求めらる。

3. 備 考

(1) 試料の分解には白金皿、石英ビーカー、軟質ガラスビーカー等ホウ素を含まない容器を用いる。

(2) 可溶性ホウ素を定量するときはつぎのようにする。本文に準じて試料を処理し汙洗液を 100ml メスフラスコにうけ水を加えて標線までうすめよくふりまぜる。

これより 20ml を 100ml ポリエチレン分液ロートにとりフッ化水素酸 (5%) 5ml を加え、以下本文に準じてホウ素を定量する。

(3) 不溶性ホウ素量は本文の操作により求めたホウ素量より不溶性ホウ素量をさしひいて求める。

(4) 肉眼で残分が認められないときでも必ず残分処理を行なう必要がある。

(5) 100ml 分液ロートに、50ml の目盛をつけて用いる。

ポリエチレン分液ロートが得られないときは、密栓できる 100ml 程度のポリエチレン試薬ビンを用いてもよい。

(6) クロム 3%, バナジウム 2%, 程度以上含む試料ではメチレン青を加える直前に硫酸第一鉄アンモニウム溶液 (4%) 2ml を加える。

(7) ホウ素標準液の調製 試薬特級ホウ酸 0.5716g を正確にはかりとり水に溶解し 1l とし、ホウ素 100r/ml の原液を調製する。これを水で正確に 10 倍にうすめホウ素 10r/ml として使用する。

(8) 検量線の作製 ホウ素を含まぬ鉄 0.5g をとり試料と同様に分解、酸化し、これに無水炭酸ナトリウム