

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 (5 N) 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

1g および硫酸 (5N) 5ml を加え、加熱して炭酸ガスを除去する。冷却後 100ml メスフラスコに移し水で標線までうすめる。これより 20ml づつを分取し、ホウ素標準液の種々の量 (ホウ素 0~25 μ) を加え以下試料と同様に操作して吸光度を測定し、ホウ素量と吸光度との関係曲線をつくる。

(9) この方法はニオブ、タンタルを含有する試料には適用できない。またバナジウム含有量が特に多い試料にも適用は困難である。

(10) この方法の適用範囲は0.001~0.025%Bである。

(11) この方法での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	1
分解、酸化	10~20
濾過、洗浄	5~10
乾燥、灰化	15~20
溶解、抽出	10~15
メスフラスコに移し 標線をあわせる	2~3
分取、フッ化水素添加	2
放置	40
試薬添加、抽出	2
静置	4~5
分取、稀釈、振とう	2
測 定	1
計	94~121

文 献

- 1) LASZLO PASZTER: J. Daniel Bode, Anal. Chem., 32 (1960), 277
- 2) 19委-6137 後藤委員 東北大学金属材料研究所 (武山)
- 3) 19委-6149 蔭山委員、川崎製鉄(株)葺合工場 (針間矢)
- 4) 後藤、武山: 金属誌, 25 (1961), 588
- 5) 19委-6313 水島委員 八幡製鉄(株)東京研究所 (高張)
- 6) 19委-6315 蔭山委員 川崎製鉄(株)葺合工場 (針間矢)
- 7) 19委-6471 小林委員 (株)日本製鋼所室蘭製作所 (朱山, 角地)

鉄鋼中のベリリウム定量方法

(吸光度法)

(昭和37年3月31日決定)

解 説

鉄鋼中のベリリウム定量法として本委員会に昭和33年以来、八幡鋼管からエリオクロムシアニンR法、キナリザリン法および水酸化ナトリウム分離—アルミニウム法が提出された。さらに京都製鋼から磁気水銀陰極電解分離—アルミニウム法が提出され、第85回会議で審議の結果、これらの方法をまとめ、鉄鋼中のベリリウム定量方法をまとめることになり昭和37年3月31日決定した。

1. 要 旨

試料を酸にて分解し、鉄その他の妨害元素を磁気水銀

陰極電解法あるいは水酸化ナトリウムを用いて分離したのち、アルミニウムを用いて発色させ、波長 530m μ における吸光度を測定する。

2. 操 作

1. 磁気水銀陰極電解分離—アルミニウム法(備考1)試料 0.5g を 100ml ビーカにはかりとり、塩酸 20ml および硝酸 2ml を加え、加熱分解する。過塩素酸 (60%) 7ml を加え、ひきつづき加熱蒸発して濃厚な過塩素酸の白煙を発生させ、硝酸を除去する。

冷却後、水 20ml を加え塩類を溶解する。過酸化水素水 3% を滴加して大部分の重クロム酸を還元する。煮沸して過剰の過酸化水素を分解したのち濾過し、温過塩素酸溶液 (2+100) および温水で洗浄し、溶液を磁気水銀陰極電解装置に移す。この際、液量を約 80ml とする。電流 (15~20A) を通し、鉄などを電解分離する。

溶液が無色となり、フェリシアン化カリウムによる第一鉄の反応が認められなくなつたら電流を断ち、溶液を 100ml メスフラスコに移し、標線まで水を加える。これから正確に 10ml を分取して 50ml メスフラスコに入れる。つぎに、EDTA 溶液 (5%) 1ml、緩衝溶液(備考7) 5ml および水 20ml を加える。これを水浴中に入れ、液温が 80~90°C に達してから引き続き 2~3mn 間加熱する。つぎに、ただちに、アルミニウム溶液 (0.2%) (備考5) 30ml およびアラビヤゴム溶液 (5%) (備考6) 1ml を加え 20°C に冷却し、水を標線まで加える。この溶液の一部をセルにとり、水を対照として 530m μ における吸光度を測定し、あらかじめ作製してある検量線(備考4)よりベリリウム量を求める。

2. 水酸化ナトリウム分離—アルミニウム法(備考1)

試料 2g を 500ml 三角フラスコに採取し、塩酸 10ml、硝酸 10ml および過塩素酸 (60%) 30ml を加え、加熱分解し、ひきつづき加熱し濃厚な過塩素酸の白煙を発生させてクロムを酸化し、放冷する。

高クロム鋼の場合は塩化ナトリウムまたは塩酸を添加してクロムを塩化クロミルとして揮散除去する。水 50ml を加えて塩類を溶解し、100ml メスフラスコに移し、水で標線までうすめる。この溶液から一定量(備考2) を分取し、過酸化水素水 (3%) 5ml を含む加熱水酸化ナトリウム溶液 (25%) 30ml 中に攪拌しながら加え、約 3mn 間煮沸する。100ml メスフラスコに移し、水で標線までうすめる。乾燥濾紙を用いて濾過し、最初の濾液はすて、つぎの濾液より正確に 50ml を 100ml ビーカにとり、フェノールフタレイン溶液 (0.1%) を指示薬として塩酸 (5N) で中和し、過剰 0.7ml を加え、100ml メスフラスコに移し、液量を約 75ml とし、EDTA 溶液 (5%) 1ml および緩衝溶液(備考7) 5ml を加え、以下 2.1 の操作に従う。別に、純鉄を上記方法で処理して空試験を行ない、吸光度を測定し、両者の差よりあらかじめ作製してある検量線(備考4)によつてベリリウム量を求める。

備 考

1. 磁気水銀陰極電解分離—アルミニウム法はベリリウム 0.03% 以上 0.2% まで、水酸化ナトリウム分離—アルミニウム法はベリリウム 0.03% 以上 1% までの試料に適用する。