

2. 分取量が多くなるとベリリウムと鉄との分離が不十分となるので分取量は 20 ml 以下にする。

3. 2. 1 および 2. 2 による場合はアルミニウム含有量 1% 以下の試料なら支障はない。

4. 検量線の作製 2. 1 の操作に従う場合はベリリウム標準液 (1 ml = 10 r Be) より 0~100 r を 50 ml メスフラスコにとり、過塩素酸 (1+1) 1 ml, EDTA 溶液 (5%) 1 ml, 緩衝溶液 5 ml および水 20 ml を加え以下 2. 1 の操作に従って処理し、吸光度をはかり、ベリリウム含有量 (%) と吸光度 (-log T) との関係曲線を求め、検量線とする。

2. 2 による場合には、純鉄 2 g にベリリウム標準液 (1 ml = 1 mg Be) 0~1.5 ml を加え、以下 2. 2 の操作に従って吸光度を測定し、ベリリウム標準液を加えない試料の吸光度を空試験値として差引き、ベリリウム含有量 (%) と吸光度 (-log T) との関係曲線を求め、検量線とする。

5. アルミニウム溶液 (0.2%) の調製 アルミニウム 0.2 g を水 100 ml に溶解し、不溶性残分は濾紙で濾過して調製し、カップ色ビンに入れて保存する。

6. アラビヤゴム溶液 (5%) の調製 純良なアラビヤゴム粉末 5 g に水 100 ml を加え、十分にかきまぜて溶解し、残分は脱脂綿を使つて濾過する。この溶液はなるべく使用のつど調製するのがよい。

7. 緩衝溶液の調製 塩化アンモニウム 108 g, 酢酸アンモニウム 156 g を水に溶解して 1 l とする。

8. ベリリウム標準液 (1 ml = 1.0 mg Be) の調製 硫酸ベリリウム (BeSO₄·4H₂O) 9.82 g を塩酸 (1+3) 100 ml に溶解し、500 ml にうすめる。

この標準液中のベリリウム含有量は重量法によつて定める。

2. 1, および 2. 2 で使用するベリリウム標準液は上記ベリリウム標準液を原液として使用の都度それぞれ指定された濃度にうすめて使用する。

9. 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 (mn)	
	2.1	2.2
試料はかりとり	1	1
鉄の分離	5~10	5~10
その他の元素の分離	40~50	10
呈色	8	8
測定	2	2
計	56~71	26~31

文 献

- 1) 19委-5212 中島委員 八幡鋼管(株) (向江脇, 佐藤)
- 2) 19委-5356 中島委員 八幡鋼管(株) (向江脇, 佐藤)
- 3) 19委-5211 中島委員 八幡鋼管(株) (向江脇, 佐藤)
- 4) 19委-5331 伊木委員 東都製鋼(株) (若松)
- 5) 19委-5355 石部委員 住友金属工業(株) 鋼管製造

所 (細田, 東出)

- 6) 19委-5539 小城委員 関東製鋼(株) 渋川工場 (相川, 岡田)
- 7) 19委-5975 小林委員 (株) 日本製鋼室蘭製作所 (前川, 米山)
- 8) 19委-6438 和田委員 八幡製鉄(株) (寺山, 黒木)
- 9) ASTM, Methods Chemical analysis of Metals (1956). 350
- 10) 19委-4826 平野委員 鉄および鋼中のアルミニウム定量方法 (吸光光度法, 第 1 法)

鉄鋼中のカルシウム定量方法

(炎光光度定量法)

(昭和37年 3月31日決定)

解 説

鉄鋼中のカルシウムの炎光光度定量法は、はじめ東北大学金属材料研究所より大部分の鉄を酢酸アミルで抽出分離したのち、少量の鉄とともにカルシウムを水酸化ナトリウム-炭酸ナトリウム溶液から沈殿分離し、炎光光度定量を行う方法が報告された。その後富士製鉄釜石製鉄所より、蓚酸塩-尿素-メタノールによるカルシウムの分離を行い炎光光度定量を行う方法が提出された。

つぎに八幡製鉄所よりランタンを添加してカルシウムをこれとともにフッ化物として試料より直接沈殿させ、炎光光度定量を行う方法が報告された。その後この方法は東北大学金属材料研究所および日本製鋼所室蘭製作所において検討が行われた。八幡製鉄所提出のものは、先の二つの方法より分離の方法がき極て簡易で分析所要時間も短いものでこの方法を主とし、その他の報告も考慮に入れて案にまとめた。昭和 37 年 3 月 31 日決定した。

1. 要 旨

試料にランタンおよびフッ化水素酸を加えてカルシウムをランタンとともに沈殿させて濾別する。沈殿を塩酸に溶解し一定量とし、この一部をとりカルシウムの炎光輝度をはかりカルシウムを定量する。

2. 操 作

試料(備考1)を 200 ml ポリエチレン製ビーカーにはかりとり、ランタン溶液 5 ml (備考2) および硫酸 (1+8) 60 ml を加えて湯浴上で加熱分解する。試料を完全に分解したのち、フッ化水素酸 (46%) 10 ml を加え、濾紙パルプ少量を加え 15~20mn 間水浴上で加熱し、沈殿を熱成させてから濾紙 (No. 5, B) を用いて濾過する。沈殿を洗浄液 (フッ化水素酸 10+30% 過酸化水素水 10+水 80) で洗浄して炭化物を分解して洗い落とす。熱水で数回洗浄したのち、残分を濾紙とともに白金ルツボに移し加熱灰化する。残分は塩酸 (1+1) 2 ml および過塩素酸 (60%) 2 ml を加えて加熱分解し蒸発乾固する。残分は塩酸 (1+1) 2 ml で溶解し、25 ml メスフラスコに移し標線まで水でうすめ(備考3)よくふりまぜる。この液の一部を炎光用セルに移し、波長 423 m μ (備考4) スリット巾 0.15 mm にてカルシウム 10 μ g/ml の標準液にて 100 合せ(備考6)したあと輝度を測定し、415 m μ と 430 m μ (備考6)における輝度の平均をさしひいてカルシウムの輝度を求め、あらかじめ作製してある検量線(備考7, 8)からカルシウム量を求める。なお全操作における空実験値を

求め補正する。

備 考

(1) 試料のはかりとりはカルシウム含有量によりつぎのようにする。

カルシウム含有量 (%)	はかりとり量 (g)
0.006 以下	5
0.006~0.015	2
0.015 以上	0.5+純鉄1.5

(2) ランタン溶液: 酸化ランタン1.17gを硫酸(1+1)10mlに溶解し, 500mlにうすめてランタン2mg/mlとする。

(3) 特に輝度を増加したい場合には, エチルアルコール13mlを加えたのち水で標線まで薄める。但しその際は同様にして作製した標準溶液及び検量線を用いる。

(4) 測定に最も適する波長は使用する装置により多少異なるのでそれぞれえらぶ必要がある。

(5) ガス圧についても使用する装置により多少異なるので検討を行ない適当なガスを決める必要がある。

(6) バックグラウンドの測定波長についても使用する装置に従つて適当にえらぶ必要がある。

(7) 検量線の作製: カルシウムを含まぬ鉄2gづつをとり, これにカルシウム標準溶液(カルシウム0~200µg)及びランタン溶液を夫々加え本文に従つて操作する。カルシウム濃度と輝度との関係を求め検量線とする。

(8) カルシウム標準溶液の調製: 純粋な炭酸カルシウム0.125gを塩酸(1+1)10mlに溶解したのち, 水で500mlにうすめ, 0.1mg Ca/mlの溶液を作る。

(9) 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 (mn)
試料秤量	1
分 解	20~40
フッ化水素酸添加 および沈殿生成	17~22
汙 過, 洗 淨	20
灰 化, 加 熱	5
溶 解 お よ び 希 釈	4
輝 度 測 定	2
計 算	1
計	70~95(mn)

文 献

- 1) 19委-4996 後藤委員 東北大学金属材料研究所 (池田, 木村)
- 2) 19委-5637 綾部委員 富士製鉄(株)釜石製鉄所 (塚田, 江藤)
- 3) 19委-5812 和田委員 八幡製鉄(株)八幡製鉄所 (武井, 田巴, 寺山)
- 4) 19委-5964 後藤委員 東北大学金属材料研究所 (後藤, 古川)
- 5) 19委-6142 小林委員 (株)日本製鋼室蘭製作所 (木山, 藤森)

(特許記事 1819ページよりつづく)

岩田康史, 出願: 日東化学工業株式会社

バナジウム酸化物又はバナジウム含有酸化物型

濃縮物を使用して鋼中にバナジウムを添加する方法

特公・昭36-14456(公告・昭36-8-26) 出願: 34-8-27, 発明: 神田一男, 成田貴一, 出願: 株式会社神戸製鋼所

純鉄又は特殊鋼の製造に用いる砂鉄及び低品位

酸化鉄を原料とする海綿鉄電極の製造法

特公・昭36-14457(公告・昭36-8-26) 出願: 34-6-29, 発明: 堀居太郎, 出願: 志村化工株式会社

耐蝕耐熱材料の真空熔解法

特公・昭36-14458(公告・昭36-8-26) 出願: 34-10-26, 発明: 川畑正夫, 横田孝三, 渡辺哲弥, 出願: 日本冶金工業株式会社

鉄鋼製品の酸洗滌方法

特公・昭36-14462(公告・昭36-8-26) 出願: 34-9-30, 発明: 福井三郎, 出願: 三菱造船株式会社

ステンレス鋼表面上への各種金属の鍍金法

特公・昭36-14463(公告・昭36-8-26) 出願: 34-9-9, 発明: 柴田 孟, 牛尾鉄二, 友野理平, 出願: 三島光産株式会社

鋳型スキイズ装置

特公・昭36-14603(公告・昭36-8-29) 出願: 35-3-22, 優先権: 1959-9-14(米), 発明: アーネスト・エヌ・マックウィゼイ, 出願: ハーマン・ニューマティック・マシーン・コムパニー

アーク熔接用粉末磁性熔接剤

特公・昭36-14604(公告・昭36-8-29) 出願: 33-3-

—31, 優先権: 1957-4-3(米), 発明: ハリー・エドワード・ケネディー, ゲラード・エデン・クラウセン, 出願: ユニオン, カーバイド・コーポレーション,

金属管の製造方法

特公・昭36-14605(公告・昭36-8-29) 出願: 34-12-31, 出願発明: 周東喜一郎

下注鋼塊製造法

特公・昭36-14701(公告・昭36-8-30) 出願: 32-10-23, 出願発明: 的場源二

電弧溶接用心線の製造法

特公・昭36-14703(公告・昭36-8-30) 出願: 33-12-5, 発明: 木原 博, 出願: 八幡溶接棒株式会社

電弧溶接装置

特公・昭36-14705(公告・昭36-8-30) 出願: 33-10-11, 優先権: 1957-10-11(米), 発明: マーチン・レブュフォン, 出願: ウェスチングハウス・エレクトリック・コーポレーション

アーク溶接法

特公・昭36-14706(公告・昭36-8-30) 出願: 33-12-10, 優先権: 1957-12-10(米), 発明: フランク・ウォルタ・アームストロング, 出願: ザ・バブコック・アンド・ウィルコックス・コムパニー

自動的溶接トーチ

特公・昭36-14707(公告・昭36-8-30) 出願: 33-12-26, 優先権: 1957-12-26(米), 発明: ウィリアム・リチャード・アブレット, ジョアネス・アルフレッド・ウェデキンド, 出願: フォスター・ウィラーコーポレーション