

(212) アルセナゾⅢによるステンレス鋼中のジルコニウムの光度定量

八幡製鉄株式会社東京研究所 神森大孝, 田口 勇
吉川建二

鉄鋼中のジルコニウムの定量法としてはすでにアリザリンS法, キナリザリン法, ピロカテコールバイオレット法, キシレノールオレンジ法¹⁾などがあるが定量感度および選択性の点でまだ問題がある。著者ら²⁾はSavvin³⁾によって発表された呈色試薬アルセナゾⅢを鉄鋼中のジルコニウムの定量に適用する検討を行ない, 主として炭素鋼を対象として定量法(硝酸法)を確立した。本報ではこの方法をさらにステンレス鋼中の0.0005~0.5%のジルコニウムに適用し, 主として試料分解法と共存元素の影響を検討して方法を確立した。所要時間は約30分間(除鉄操作を行なう場合は約60分間であった)。

装置 ベックマン分光光度計DB型, 東京光電製磁気水銀陰極電解装置ANA3型

定量操作 0.01~0.5%のジルコニウム定量操作: 試料0.1gを石英ビーカーにはかりとり, 王水10mlを加えて加熱分解し, さらにフッ化水素酸(46%)2mlと過塩素酸(60%)10mlを加えて残さを分解したのち, 濃厚な白煙が出るまで加熱する。ビーカー壁を水でよく洗浄し, ふたたび白煙処理する。この操作を繰り返す, フッ化水素酸を除去したのち, 冷却し, 硝酸(4+1)25mlを加えて塩類を加熱溶解する。冷却後, メスフラスコ(容量100ml)に移し, 標線まで水でうすめる。これから正しく10mlをメスフラスコ(容量100ml)に分取し, 硝酸50mlと尿素溶液(10%)5mlを加え, 約80mlまで水でうすめて振り混ぜたのち冷却する。アルセナゾⅢ溶液(0.1%)10mlを加え, 水で標線までうすめたのちよく振り混ぜ, この一部を光度計の吸収セルにとり, 波長665m μ における吸光度を水で対照液として測定し, 検量線を用いてジルコニウムを定量する。

0.0005~0.01%のジルコニウム定量操作: 試料0.1gを石英ビーカーにはかりとり, 上記の操作に従って分解し, 過塩素酸溶液とする。水約30mlを加えたのち磁気水銀陰極電解装置を用いて20分間電解(電解電圧10V, 電解電流値10A)したのち約30ml以下まで濃縮し, 硝酸20mlを加えて加熱する。冷却後, メスフラスコ(容量100ml)に移し, 硝酸30mlと尿素溶液(10%)5mlを加える。以下, 上記の操作に従って呈色させ, 吸光度を測定してジルコニウムを定量する。

文献 1) JIS G 1232-1963

2) 神森大孝, 田口 勇, 小宮良平: 分化 14, 106 (1965).

3) S. B. Savvin: Talanta 8, 673 (1961).

