

## (256) 抽出光度法による鉄鋼中の微量ホウ素の定量

トピー工業(株)技術部 若松茂雄

## 1. 分析操作

試料0.5gを軟質ビーカーに採り、 $H_2SO_4$  (1+4) 20mlおよび $H_3PO_4$  (1+4) 10mlを加え加熱分解する。 $HNO_3$  2mlを加えFeその他を酸化する。加熱蒸発して $H_2SO_4$ 白煙が発生するにいたらせる。冷却後、少量の水を加えて塩類を溶解し、100mlメスフラスコへ入れ標線まで水を加える。

これより正しく10mlを分取し、ポリエチレン分液ロートに入れ、HF(2%)10mlを加え振り混ぜたのち、30分間放置する。つぎに水40mlおよびメチレン青溶液(0.0001M)10mlを加え、PH3.1~3.2において混合したのち、ジクロロエタン20mlを正確に加え1分間振り混ぜる。

静置して2層に分離後、下層の有機溶媒相の一部を光度計のセルにとり、ジクロロエタンを対照として、波長660 $\mu$ mにおける吸光度をはかる。

B不含の鋼0.5gを上記と同じ操作によって処理した空試験液による空試験値を差し引き、あらかじめ作製してある検量線よりB量を求める。

検量線はB不含の鋼0.5gに5~30 $\mu$ gのB量の範囲のB標準液を加え、上記の分析操作に従って処理し、吸光度を測定する。

## 2. 検討

## 2.1 試料分解方法

NBS.No151 0.5gをとり、JISの分解方法( $H_2SO_4$ (1+4)20mlおよび $H_3PO_4$ (1+16)10mlで分解し、 $H_2O_2$ (15%)15mlで酸化する)と本法の $H_2SO_4$ 白煙処理法とを比較した結果、JIS法では低値を得たのに対し、本法では標準値と一致した値が得られ、本法の分解法によれば試料は完全に分解し、残分処理の不必要であることが認められた。

## 2.2 メチレン青溶液の濃度

従来メチレン青は0.01M、0.001Mなどの濃度の溶液が使用されていた。このため空試験が高くなり、精度的に難を生じ、本法は微量のBの定量には適用しがたかった。本報において0.0001M溶液を使用したところ、空試験値は測定に支障ない程度に低下し、3 $\mu$ g以下の微量のBの定量が可能となった。

## 3. 総括

メチレン青-ジクロロエタン抽出法による鉄鋼中のB定量法を検討し、試料分解方法ならびに抽出操作条件を上記のごとく変更することにより、操作をいちぢるしく簡易化することができ、かつ、微量のBの定量に適するようになった。本法により実際の低合金中の0.0008~0.003%範囲のBを定量したところ、JIS法とはほぼ一致する満足しうる結果が得られた。