

(296) クペロニークロホルム抽出分離・キシレノールオレンジ吸光光度法による
タングステン鋼中のジルコニウム定量法

特殊製鋼 技術研究所

鎌倉正孝 ○沢田蒼啓

1. 緒言

W鋼中のZrを吸光光度法で定量する場合、WへのZrの吸着・WのZr発色の妨害等、問題が多い。WとZrの分離法としては多くの報告があるがいずれも操作が繁雑でありむずかしい。

そこで、W鋼中のZr定量法の確立をはかるため、クペロニークロホルム抽出分離による方法の検討を試みた。WもZrも同一条件でクペロニークロホルムにより抽出されるが、適量の酒石酸を存在させることによりWとZrの分離が可能であることがわかった。また分離後の定量法としては一般に広く用いられているキシレノールオレンジ吸光光度法についてその基礎条件に再検討を加え微量のZrにも適用できるようにした。

2. 分析操作

Zr含有量10~100μgとなるように試料をビーカーにはかりとりHCl(1+1)10ml, HNO₃ 5ml, HF(4%) 5mlで加熱分解する。分解後HClO₄ 10mlを加え十分白煙処理し冷却後HCl(1+2)10mlを加え数分煮沸して濾過する。沈殿は温水で数回洗浄後、ろつばに移し乾燥灰化しピロ硫酸カリウム5gで融解し酒石酸溶液(5%)10mlで抽出する。H₂SO₄(1+1)6mlを加え冷却し分液ロートに移し水で液量を約40mlとしクロホルム10ml、クペロン溶液(6%)2mlを加え約6分間振とうする。下層を別の分液ロートに移し洗浄液(酒石酸125gを水500mlで溶解しH₂SO₄(1+1)150mlを加え水で1ℓとする)40mlを加え約2分間振とうする。下層をとりだし保存しておく。

濾液はHClO₄白煙が発生するまで加熱濃縮し冷却後HCl(2+1)で分液ロートに移す。これにメチルイソブチルケトン20mlを加え1分間振とうし大部分のFe, Cr, Moなどをとりのぞき、下層を先のもとのとあわせる。

この溶液にHNO₃ 5mlを加え加熱濃縮し有機物を分解しHClO₄白煙を発生させる。冷却後水10mlを加え塩類を溶解し50mlメスフラスコに移しゆがかに氷酸化鉄の沈殿が生ずるまでアンモニア水(1+1)にて中和する。H₂SO₄(1+9)3mlを加え水で液量を約40mlとしオスグリコール酸溶液(10%)1ml、キシレノールオレンジ溶液(0.05%)5mlを加え約80°Cの水浴中で5分間加熱する。流水中で冷却後水で標線までうすめよくふりまぜその一部を吸収セルにとり水を封鎖液として540mμ附近の波長における吸光度を測定する。あらかじめ作成した検量線よりZr量を算出する。

3. 実際試料の分析例

上記分析操作により実際試料を分析した一例をつぎの表に示す。

表1. 実際試料の分析例

	Zr分析値(%)	他方法*による分析値(%)
高合金鋼(1) W 18%	0.013 0.010	< 0.01
" (2) W 17%	0.021 0.020	0.02
" (3) W 18%	0.038 0.040	0.04
" (4) W 7% Mo 5%	0.012	0.01
" (5) W 7% Mo 5%	0.028 0.025	0.02

* クペロン沈殿分離法〔神・金属学会誌, 29 (1965) 151~158〕によるZr分析値。