

# (304) メチレン青-ジクロルエタン抽出法による 鋼中の微量ボロンの吸光度定量

トピー工業(株)技術部 若松 茂雄

## 1. まえがき

メチレン青-ジクロルエタン抽出法による鋼中の微量ボロン定量方法を、さらに簡易化し、かつ、精度を向上する方法について検討し、一応の目的を達したので報告する。

## 2. 分析操作

試料1gを石英ビーカーにはかりとり、 $\text{HNO}_3$  (1+1) 20mlまたは王水20mlを加え加熱分解する。 $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1+1) 15mlと $\text{H}_3\text{PO}_4$  (1+1) 20mlを加え、引続き加熱濃縮し濃厚な白煙を約10min発生させ、完全に $\text{HNO}_3$ または王水を駆除する。放冷後、少量の水を加え塩類を溶解する。冷却し、250mlメスフラスコへ入れ標線まで水を加える。

25mlをポリエチレン分液うろとに分取し、水10mlとHF(5%)5mlを加え1hr放置する。水10mlとメチレン青溶液(0.001M)2mlを加え、かく振り混ぜたのち、ただちにジクロルエタン25mlを加え1min激しく振り混ぜる。10min放置後下層のジクロルエタンの1部を乾燥濾紙を用いて濾過し、吸収セルに入れる。空試験液\*を対照として波長660mμにおける吸光度を測定する。あらかじめ作製してある検量線\*\*よりB量を求める。

\* B不含の鋼1gを分析試料と並行して、上記分析操作にしたがって処理して調製する。

\*\* B不含の鋼1gを上記分析操作にしたがって処理(ただし、25mlを分液うろとに分取したあと、B標準液(0.5μg B/ml) 0~8mlを加え、つきにB標準液+水が10mlとなるように水を加える)し、B量と吸光度の関係線を作製する。

## 3. 分析結果

本法により2~3のMn系高張力鋼中の全Bを定量した結果を、従来の水洗法<sup>1)</sup>による結果とともに表1に示す。水洗法よりも分析操作が簡易化されたため、所要時間が大巾に短縮され、結果も遜色なかった。

## 4. 結 言

1. 試料を前処理の段階において完全に分解し、手数と時間を要し、かつ、誤差の入る機会が多い残渣処理

ならびに分別定量操作を省略した。従来の方法で酸可溶性Bと酸不溶性Bとに分別定量しているのは分析技術上の都合から便宜的に行なっているだけで、鋼中のBの組織との関連性が不明で、あまり意味がない。一般の化学分析では本法のごとく直接全Bを定量するのがむしろ合理的である。

2. 本法では呈色操作において、メチレン青の使用量を従来の諸法よりも減少させ空試験値を下げ、さらに空試験液を対照として示差法で吸光度を測定することにより空試験値を0とする方法をとった。従来の方法では本法の最大の欠点である高い空試験値を、希釈法あるいは洗浄法によつてさげているが、そのために感度の低下、分析値のバラツキ傾向の大、など新たな難点を生じている。これらの難点は上述の示差法を採用することにより容易にさけることができ、精度の向上を期することかできる。

文 献

1) JIS, G 1227 (196?)

表1 分析例(%)

| 試料 | 本 法    | 水洗法    |
|----|--------|--------|
| 1  | 0.0029 | 0.0027 |
| 2  | 0.0019 | 0.0020 |
| 3  | 0.0008 | 0.0010 |
| 4  | 0.0004 | 0.0004 |