

マグネシウム合金中の ベリリウム定量方法

Methods for Determination of Beryllium in Magnesium Alloys

1. **適用範囲** この規格は、マグネシウム合金中のベリリウム定量方法について規定する。

引用規格：

JIS H 1331 マグネシウム合金分析方法の通則

JIS H 2150 マグネシウム地金

JIS K 0121 原子吸光分析のための通則

2. **一般事項** 分析方法に共通な一般事項は、JIS H 1331（マグネシウム合金分析方法の通則）及び JIS K 0121（原子吸光分析のための通則）による。

3. **定量方法の区分** ベリリウムの定量方法は、次のいずれかによる。

(1) **原子吸光法** この方法は、ベリリウム含有率 0.001%以上の試料に適用する。

(2) **アセチルアセトン抽出原子吸光法** この方法は、ベリリウム含有率 0.001%以上の試料に適用する。

4. 原子吸光法

4.1 **要旨** 試料を塩酸と過酸化水素とで分解し、原子吸光光度計を用いてベリリウムの吸光度を測定する。

4.2 **試薬** 試薬は、次による。

(1) 塩酸 (1+1, 1+100)

(2) マグネシウム [99.90%以上, JIS H 2150（マグネシウム地金）の 1 種又はこれと同等以上の品質のもの]

(3) 過酸化水素

(4) 標準ベリリウム溶液 (5 μ gBe/ml) ベリリウム (99.5%以上) 0.100g をはかり取り、ビーカー (300ml) に移し入れ、時計皿で覆い、塩酸 (1+1) 50ml を加えて加熱分解する。常温まで冷却した後、500ml の全量フラスコに水で洗い移し、水で標線まで薄めて標準原液 (200 μ gBe/ml) とする。使用の都度、必要量だけ標準原液を水で正確に 40 倍に薄めて標準ベリリウム溶液とする。

4.3 **試料はかり取り量** 試料はかり取り量は、1.0g とする。

4.4 **操作** 定量操作は、次の手順によって行う。

(1) 試料をはかり取ってビーカー (200ml) に移し入れ、水 20ml を加え、時計皿で覆い、塩酸 (1+1) 20ml を少量ずつ添加する。反応が穏やかになったら過酸化水素 1ml を加え、加熱して試料を完全に分解し、

煮沸して過剰の過酸化水素を分解した後⁽¹⁾、常温まで冷却する。

(2) 溶液を 100ml の全量フラスコに水で洗い移し、水で標線まで薄める⁽²⁾。

(3) 原子吸光光度計を用い、溶液を酸化二窒素-アセチレンフレイム中に噴霧し、ベリリウムの中空陰極ランプを光源として波長 234.8nm における吸光度を測定する⁽³⁾。

注(1) 不溶性ジルコニウムやけい酸などの沈殿が認められた場合には、溶液をろ紙 (5種 B) でろ過し、塩酸 (1+100) で十分に洗浄し、ろ液と洗液を合わせる。

⁽²⁾ この溶液に含まれるベリリウム量が 50 μ g 以上の場合には、ベリリウム量が 20~50 μ g になるように溶液を 100ml の全量フラスコに分取し、塩酸 (1+1) 20ml を加え、水で標線まで薄めた後、4.4(3)の手順に従って操作する。

⁽³⁾ 試料中にアルミニウムが含まれている場合には、光源に重水素ランプを用い、中空陰極ランプを光源とした場合と同一条件で吸光度を測定し、その値を光源に中空陰極ランプを用いた場合の吸光度から差し引いた値を試料の吸光度とする。

4.5 空試験 空試験値は、次の操作によって求める。

数個のビーカー (200ml) に水 20ml、塩酸 (1+1) 20ml 及び過酸化水素 1ml を取り、時計皿で覆い、煮沸して過酸化水素を分解した後、冷却する [注(1)を適用した場合には、試料と同じろ過洗浄操作を行う。注(2)を適用した場合には、各溶液の液量を水で正しく 100ml とした後、それぞれ試料溶液と同量をビーカー (200ml) に分取し、塩酸 (1+1) 20ml を加える。]。標準ベリリウム溶液 0~10ml (ベリリウムとして 0~50 μ g) を段階的に正確に加えた後、100ml の全量フラスコにそれぞれ移し入れ、水で標線まで薄める。以下、試料と並行して 4.4(3)の手順に従って操作し [この場合は、注(3)の重水素ランプによる補正は行わなくてよい。]、得た吸光度とベリリウム量との関係線を作成し、原点を通るように平行移動して空試験用検量線とする。この空試験用検量線を用い、標準ベリリウム溶液無添加の溶液の吸光度からベリリウム量を求めて空試験値とする。

なお、標準ベリリウム溶液無添加の溶液の吸光度が著しく低い場合には、試薬だけを用いて 4.4(1)~(3)の手順に従って試料と並行して操作し [注(2)を適用した場合には、試料溶液と同量分取する。また、注(3)の重水素ランプによる補正は行わなくてよい。]、4.6 で作成した検量線を用いて空試験値を求めてもよい。

4.6 検量線の作成 マグネシウム 1.0g ずつをはかり取って数個のビーカー (200ml) に移し入れ、4.4(1)の手順に従って分解し、常温まで冷却した後、溶液をそれぞれ 100ml の全量フラスコに水で洗い移す [注(2)を適用した場合には、更に水で標線まで薄めた後、各溶液をそれぞれ 100ml の全量フラスコに試料溶液と同量分取し、塩酸 (1+1) 20ml を加える。]。標準ベリリウム溶液 0~10ml (ベリリウムとして 0~50 μ g) を段階的に正確に加え、水で標線まで薄める。以下、試料と並行して 4.4(3)の手順に従って操作し [この場合は、注(3)の重水素ランプによる補正は行わなくてよい。]、得た吸光度とベリリウム量との関係線を作成し、原点を通るように平行移動して検量線とする。

4.7 計算 4.6 で作成した検量線からベリリウム量を求め、試料中のベリリウム含有率を次式によって算出する。

$$\text{ベリリウム}(\%) = \frac{A}{W} \times 100$$

ここに、
 A : 試料溶液中のベリリウム検出量 (g)
 W : 試料はかり取り量 (g)

5. アセチルアセトン抽出原子吸光法

5.1 要旨 試料を塩酸と過酸化水素とで分解し、EDTA を加え、加熱して EDTA 錯体を生成させてアルミニウムなどの共存元素をマスキングした後、アセチルアセトンと酢酸ナトリウムを加え、pH を 6.0～6.2 に調節し、生成するベリリウムのアセチルアセトン錯体を酢酸ブチルに抽出し、原子吸光光度計を用いて有機相のベリリウムの吸光度を測定する。

5.2 試薬 試薬は、次による。

- (1) 塩酸 (1+1, 1+100)
- (2) 水酸化ナトリウム溶液 (2w/v%)
- (3) マグネシウム 4.2(2)に同じ。
- (4) 過酸化水素
- (5) 硫酸ナトリウム (無水)
- (6) 酢酸ナトリウム溶液 酢酸ナトリウム (三水和物) 60g を水に溶解し、水で液量を 200ml とする。
- (7) エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (EDTA) 溶液 エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (二水和物) 100g に水 300ml を加え、水酸化ナトリウム溶液 (20w/v%) を滴加して溶解し、水で液量を 500ml とする。
- (8) アセチルアセトン溶液 (15v/v%)
- (9) 酢酸ブチル
- (10) 標準ベリリウム溶液 (1 μ gBe/ml) 4.2(4)の標準ベリリウム溶液を、使用の都度、必要量だけ水で正確に 5 倍に薄める。

5.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、0.50g とする。

5.4 操作 定量操作は、次の手順によって行う。

- (1) 4.4(1)の手順に従って操作する^(*)。
- (2) EDTA 溶液 20ml を加え、加熱して約 1 分間煮沸する。冷却した後、アセチルアセトン溶液 2ml と酢酸ナトリウム溶液 10ml を加え、水酸化ナトリウム溶液と塩酸 (1+1) を用いて溶液の pH を 6.0～6.2 に調節し^(*)、約 10 分間放置する。
- (3) 溶液を分液漏斗 (200ml) に水で洗い移し、水で液量を 150ml とする。酢酸ブチルを正確に 10ml 加え、2 分間激しく振り混ぜる。2 層に分離した後、水溶液相を捨て、有機相を脱水する^(*)。
- (4) 原子吸光光度計を用い、有機相を酸化二窒素－アセチレンフレイム中に噴霧し、波長 234.8nm における吸光度を測定する。

注(*) この溶液に含まれるベリリウム量が 5 μ g 以上の場合には、溶液を 100ml の全量フラスコに水で洗い移し、水で標線まで薄めた後、ベリリウム量が 2～5 μ g になるようにビーカー (200ml) に分取し、水を加えて液量を約 40ml とする。

^(*) pH 計を用いる。

^(*) 脱水には分液漏斗の脚部に乾いたろ紙 (2 種) 若しくは脱脂綿を詰め、それを通す。又は硫酸ナトリウム (無水) を入れた共栓付三角フラスコに移し入れて振り混ぜる。

5.5 空試験 空試験値は、次の操作によって求める。

数個のビーカー (200ml) に水 20ml、塩酸 (1+1) 20ml 及び過酸化水素 1ml を取り、時計皿で覆い、煮沸して過酸化水素を分解した後冷却する [注(*)を適用した場合には、試料と同じろ過洗浄操作を行う。また、注(*)を適用した場合には、各溶液の液量を水で正しく 100ml とした後、それぞれ試料溶液と同量をビーカー (200ml) に分取し、水を加えて液量を約 40ml とする。]。標準ベリリウム溶液 0～5ml (ベリリウムとし

て0～5μg)を段階的に正確に加え、以下、試料と並行して5.4(2)～(4)の手順に従って操作し、得た吸光度とベリリウム量との関係線を作成し、原点を通るように平行移動して空試験用検量線とする。この空試験用検量線を用い、標準ベリリウム溶液無添加の溶液の吸光度からベリリウム量を求めて空試験値とする。

なお、標準ベリリウム溶液無添加の溶液の吸光度が著しく低い場合には、試薬だけを用いて5.4(1)～(4)の手順に従って試料と並行して操作し〔注(*)を適用した場合には、試料溶液と同量分取する。〕、5.6で作成した検量線を用いて空試験値を求めてもよい。

5.6 検量線の作成 マグネシウム0.50gずつをはかり取って数個のビーカー(200ml)に移し入れ、5.4(1)の手順に従って分解し、常温まで冷却する〔注(*)を適用した場合には、各溶液の液量を水で正しく100mlとした後、それぞれ試料と同量をビーカー(200ml)に分取し、水を加えて液量を約40mlとする。〕。標準ベリリウム溶液0～5ml(ベリリウム溶液として0～5μg)を段階的に正確に加え、以下、試料と並行して5.4(2)～(4)の手順に従って操作し、得た吸光度とベリリウム量との関係線を作成し、原点を通るように平行移動して検量線とする。

5.7 計算 5.6で作成した検量線からベリリウム量を求め、試料中のベリリウム含有率を次の式によって算出する。

$$\text{ベリリウム}(\%) = \frac{A}{W} \times 100$$

ここに、 A: 試料溶液中のベリリウム検出量 (g)

W: 試料はかり取り量 (g)

マグネシウム合金分析方法 JIS 原案作成委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	吉 森 孝 良	東京理科大学工学部
	村 上 徹 朗	工学院大学
	藤 沼 弘	東洋大学工学部
	服 部 只 雄	環境計測器サービス株式会社
	俣 野 宣 久	川崎製線株式会社
	大河内 春 乃	科学技術庁金属材料技術研究所
	山 本 宏	通商産業省基礎産業局
	東 原 巖	古河電気工業株式会社開発本部中央研究所
	島 博 志	住友電気工業株式会社研究開発本部
	大 竹 明	昭和軽金属株式会社加工研究所
	加 藤 栄	住友軽金属工業株式会社技術研究所
	斉 藤 定 雄	中央工産株式会社
	小 松 幹 也	日産自動車株式会社中央研究所材料研究所
	山 崎 喜 信	株式会社帝産インダストリーズ
	高 林 篤 夫	古河アルミニウム工業株式会社福井工場
	海 部 昌 治	株式会社神戸製鋼所軽合金伸銅事業部
	浜 葆 夫	日立金属株式会社熊谷工場
	伊 藤 茂	古河マグネシウム株式会社
	松 田 健一郎	宇部興産株式会社セメント事業本部
	蛸 庄 作	社団法人軽金属協会技術開発部
	藤 田 富 男	工業技術院標準部材料規格課