

無機 応用比色分析

4

Nb—Sb

54.61
128
4:1

無機応用比色分析

無機応用比色分析編集委員会編

4

Nb—Sb

3ks68/30

共立出版株式会社

無機 応用比色分析 4

定価 6000 円

NDC 433

第 1 版 1975

昭和50年10月1日 初版1刷発行

編者代表 野 四 蔵

発行者 南 條 正 男

東京都文京区小日向4丁目6番19号

印刷者 久 保 健 児

東京都目黒区山手町27番地

東京都文京区小日向4丁目6番19号
発行所 電話 東京 947 局 2511 番(代表)
郵便番号 112 振替 東京 57053 番

共立出版株式会社

印刷・新日本印刷 製本・関山製本 Printed in Japan

3343-394040-1371

社団法人
自然科学書協会
会員



序

近年、科学技術の諸分野において微量成分の分析が必要となり、各種の機器分析法、とりわけ無機成分では比色分析（吸光光度法）をはじめ、けい光法、炎光光度法、原子吸光法など、光を利用した分析法の利用が増大している。

比色分析は、ローマ時代に食酢中の鉄分を没食子酸による呈色度によって判定したと伝えられるほど古くから利用され、以来その測定法として標準列法、デュボスク比色計およびブルフリッヒ光度計を用いる方法などと変遷し、さらに 1940 年前後から光電池や光電管を用いた光電光度計・分光光電光度計が市販されるようになり、その方法の名称も吸光光度法と呼ばれるようになった。

けい光法は比色分析法について発達した分析法で、従来一部を除き主に有機化合物の分析に用いられていたが、近年次第に無機成分の分析に対する研究がなされつつあり、感度が良好なため将来を期待されている。また、原子吸光法は原理的には古くから知られているが、分析法としては 1955 年 A. Walsh 博士によって発表された比較的新しい方法で、感度が高く共存物質による妨害も比較的少なく操作が簡便な点から急速に応用が広まっている。炎光光度法も炎色反応として古くから定性に利用されていたが、近年測定機器が進歩し、アルカリ・アルカリ土類元素などに対してきわめて高感度な定量法として用いられている。これらの分析機器は近年ますます改良され、メーター指針を読むものから記録計に記録されるもの、デジタル表示方式のものなどに進み、さらに結果が印字記録されるものまで作られるようになった。このような点から個人誤差も少なくなり測定精度の向上とともに、実験者の疲労・負担も著しく軽減されるようになり、最近ではとくに公害源となる微量有害金属成分などの定量に広く用いられている。

従来、比色分析法などの参考書には Snell & Snell, Sandell, Boltz をはじめ国の内外で多数の名著が刊行されているが、これら多くの書籍は、発行が

古く最近の方法の紹介が十分でなく、あるいはまた個々の実際試料についての応用例がきわめて少なく、その操作手順などは記載されていないので、多種類の試料を分析しなければならない技術者にとっては不便な点が多い。

このような状況に鑑み、理、工、農、医、薬学の各分野にわたる各種試料中の無機成分を対象とし、可視部を中心に波長約 220~1200nm の範囲の光を利用する方法、すなわち上述した吸光光度法（比濁法を含む）、けい光法、原子吸光法、炎光光度法について、分析経験 2~3 年の技術者から研究者にいたるまで実地に役立つ書籍を刊行することはきわめて有意義であると考え、編集委員会を設け企画・実行し、ここに上梓した次第である。

本書は JIS 法をはじめ内外の公定法をほとんど網羅し、また、その執筆には第一線の研究者ならびに、それぞれの実務経験者に依頼し、各元素ごとに最近の方法を含め、各分析法の解説、応用例、操作上の注意などを記載し、実際の操作では多少の重複をいとわず読者の便利を第一とした。また最終巻には総論として、分析法、原理、試薬、試料処理法など基礎事項の解説のほか総索引を付することにした。

本書は分析化学の研究者ならびに現場技術者にとってはもちろん、あらゆる分野における分析法の調査または実際の分析に際してもきわめて有用であることと信ずる。引き続いて刊行される予定の姉妹書、有機応用比色分析とともに活用されることを心から望む次第である。

終わりに、公私ともに多忙にも拘らずご協力いただいた各執筆者ならびに刊行に理解と熱意を示された共立出版株式会社に対し感謝の意を表する。

昭和 48 年 10 月

「無機応用比色分析編集委員会」を代表して

委員長 平 野 四 蔵

編 集 委 員 (50 音順)

委員長 平野 四蔵

飯田 芳男	成工 探学 学部	多田 格三	東京芝浦電気 (株)総合研究所
石原 義博	日生 本工 学部	田村 正平	東京大学 物性研究所
北村 元仕	虎生 の門 院科	田村 善蔵	東京大学 東葉 学部
斎藤 正行	北医 星学 学部	南原 利夫	東北大学 工学 学部
重松 恒信	京化 都研 学部	水 池 敦	名古屋大学 工学 学部
鈴木 正巳	三工 産学 学部	武藤 義一	東京大学 生産技術研究所
須藤 恵美子	科学技術庁金属 材料技術研究所	武藤 聰雄	東京教育大学 農学 学部
瀬戸 寿太郎	味の素 (株)	本島 健次	日本原子力研究 所大洗研究所

第4卷 執筆 者 (50 音順)

阿部 忠男	日本化学工業 (株)小松川工場	北野 幸雄	昭和炭礦(株)	中岡 敏雄	日本化学工業 (株)研究部
飯田 芳男	成工 院 学 部	隈崎 源克	日本化学工業 (株)小松川工場	中村 宏	三谷伸銅(株) 分析センター
池田 英一	日本化学工業 (株)北郡山工場	古賀 守孝	東京大学	西村 耕一	(財)日本分析 センター
石井 一	東京理化学研 究所	斎藤 正行	北里大学	橋谷 博	日本原子力研 究所東海研究所
石井 暢	昭和大学	重松 恒信	京都大学 化学研究所	橋本 芳一	南成鉄塾大学
石原 義博	日生 本工 学 部	柴田 正三	工業技術研 究所名古屋工業技 術試験所	長谷川 敬彦	名古屋大学 環境医学研究所
斎 加実彦	東洋大学	白井 恒雄	応成鉄塾大学	服部 只雄	環境計測器サー ビス株式会社
井上 秀成	応成鉄塾大学	杉林 進治	東京芝浦電気 (株)総合研究所	平井 淳子	名古屋大学 環境医学研究所
今枝 一男	星 薬科大学	鈴木 啓介	農 林 省 農 業 検 査 所	平野 四蔵	東京写真大学
梅崎 芳美	工業技術研 究所公害部	鈴木 正巳	三重大学	福田 克顕	日本ケミカルコ ンデンサ(株)研 究部
太田 安定	東京教育大学	須藤 恵美子	科学技術庁金属 材料技術研究所	藤 貫 正	工業技術研 究所公害部
大羽 裕	東京教育大学	瀬戸 寿太郎	味の素(株)	水池 敦	名古屋大学
小笠原八十吉	東京農工大学	竹田 栄蔵	工業技術研 究所地質調査所	向井 孝一	(株)日本総合研 究所
岡田 静子	成工 院 学 部	多田 格三	東京芝浦電気 (株)総合研究所	本島 健次	日本原子力研 究所大気研究所
小野 主嘉	大阪大学 工学部(株)技術部	田村 則	日本原子力研 究所東海研究所	柳沢 三郎	南成鉄塾大学
川瀬 晃	工業技術院東京 工業技術試験所	東福 義信	東洋大学	山崎 進	昭和鉄塾大学
神森 大彦	(社)日本化学会	富樫 繁太郎	東洋鐵道工業株 式会社東京研究 所	山本 忠史	日本原子力研 究所東海研究所
貴志 晴雄	工業技術研 究所地質調査所	富川 昭男	東京教育大学	力丸 良範	日本化学工業 (株)福島工場

凡 例

1. 単位記号は，原則として次のものを用いている。

グラム	g	リットル	l	モル濃度	M
ミリグラム	mg	ミリリットル	ml	規定度	N
マイクログラム	μ g	百分率* %，v/v%，w/v%		摂氏温度	°C
ナノグラム	ng	百万分率	ppm	分	min
センチメートル	cm	十億分率**	ppb	秒	sec
ミリメートル	mm	100 グラム中に含まれてい		1 分間回転数	rpm
ナノメートル	nm	るミリグラム数	mg%		

- * 3 種類用いているがその意味は次の通りである。

%：重量百分率，w/w % のこと；v/v %：容量百分率；w/v %：溶液 100ml 中に含まれる溶質のグラム数

- ** アメリカ式の表示法

- 単に水と記載したものは，すべて蒸留水またはイオン交換法で精製した水をさす。
- 溶液と称し，とくに溶媒を示さないものはすべて水溶液である。
- 単に，塩酸，硫酸，硝酸，アンモニア水などと記載したものは，次のような濃度をさす。

塩 酸	約 35% (比重約 1.18)	フッ化水素酸	約 46% (比重約 1.14)	アンモニア水	約 28% (比重約 0.90)
硫 酸	約 95% (比重約 1.84)	酢 酸	約 99% (比重約 1.06)	過酸化水素水	約 30% (比重約 1.11)
硝 酸	約 60% (比重約 1.38)	リ ン 酸	約 85% (比重約 1.70)		

- 濃度の付号で，塩酸 (1+2) とあるのは塩酸 (約 85%，比重約 1.18) 10ml/水 20ml の割合でうすめたもの。
- JIS の温度規定では，室温 1~35°C，常温 15~25°C，温水 40~60°C，熱水は 60°C 以上となっているが，本書も原則として JIS 法を中心にこの規定によった。
- 試薬名は，特に紛らわしくないものについては，学術名によらず，一般に用いられている慣用名，市販品名，略号などを用いている。
[例] オキシソ，ジチゾン，アリザリン S，EDTA，MIBK，DDTC (ジエチルジチオカルバミン酸塩)，TTA (テノイルトリフルオロアセトン) など
- 本文の最後に執筆者の姓名を記したが，2 人以上の場合には姓のみ列記した。

目 次

34 Nb(ニオブ) ----- 概 説

- | | |
|---------------|---|
| 1. 微量成分の分離・濃縮 | 2 |
| 2. 標準溶液 | 5 |
| 3. 吸光光度法 | 5 |

----- 応 用

- | | |
|----------------|----|
| 4. 鉄鋼 | 17 |
| 5. 非鉄金属とその合金 | 19 |
| 6. 岩石および鉱物 | 25 |
| 7. 核燃料および放射性物質 | 29 |
| 引用文献 | 32 |

35 Ni(ニッケル) ----- 概 説

- | | |
|---------------|----|
| 1. 微量成分の分離・濃縮 | 36 |
| 2. 標準溶液 | 38 |
| 3. 吸光光度法 | 39 |
| 4. 原子吸光法 | 54 |
| 5. 炎光光度法 | 55 |

----- 応 用

- | | |
|-----------------|----|
| 6. 酸・アルカリ・工業薬品 | 56 |
| 7. 窯業製品 | 57 |
| 8. 鉄鋼および鉄鉱石 | 59 |
| 9. 非鉄金属とその合金 | 62 |
| 10. 岩石および鉱石 | 84 |
| 11. 核燃料および放射性物質 | 87 |
| 12. 水 | 90 |
| 13. 食品 | 93 |

14. 生体試料	94
引用文献	95
36 O(酸素・酸素化合物)	概 説
1. 酸素の定量法	102
2. オゾンの定量法	106
	応 用
3. 大気	107
4. 水	108
引用文献	109
37 Os(オスミウム)	概 説
1. 微量成分の分離・濃縮	112
2. 標準溶液	114
3. 吸光光度法	114
	応 用
4. 非鉄金属	121
5. その他	124
引用文献	124
38 P(リン・リン化合物)	概 説
1. 微量成分の分離・濃縮	128
2. 標準溶液	129
3. 吸光光度法	130
4. 発光光度法	137

応 用

5. 酸・アルカリ・工業薬品	138
6. 窯業製品とその原料	140
7. 鉄鋼・フェロアロイ・鉄鉱石	145
8. 非鉄金属とその合金	162
9. 岩石および鉱石	173
10. 核燃料および放射性物質	178
11. 大気	180
12. 水	181
13. 燃料	186
14. 合成樹脂	189
15. 食品	189
16. 土壌・肥料・農業	192
17. 生体試料	202
引用文献	203

39 Pb(鉛) 概 説

1. 微量成分の分離・濃縮	208
2. 標準溶液	214
3. 吸光光度法	214
4. 原子吸光法	222
5. 炎光光度法	223

応 用

6. 酸・アルカリ・工業薬品	224
7. 窯業製品とその原料	231
8. 鉄鋼および鉄鉱石	232
9. 非鉄金属とその合金	239
10. 岩石	261
11. 核燃料および放射性物質	264
12. 大気	265
13. 水	267
14. 燃料・ワックス・潤滑油	270
15. 食品	271
16. 土壌	275

17. 生体試料	278
18. その他	282
引用文献	282

40 Pd(パラジウム) 概 説

1. 微量成分の分離・濃縮	292
2. 標準溶液	293
3. 吸光光度法	293

..... 応 用

4. 鉄鋼	301
5. 非鉄金属とその合金	301
6. 鉱石	306
引用文献	307

41 Pt(白金) 概 説

1. 微量成分の分離・濃縮	310
2. 標準溶液	311
3. 吸光光度法	312

..... 応 用

4. 酸・アルカリ・工業薬品	318
5. 鉄鋼	320
6. 非鉄金属とその合金	321
7. 鉱石および岩石	323
引用文献	326

42 Rb(ルビジウム) 概 説

1. 微量成分の分離・濃縮	328
2. 標準溶液	329
3. 原子吸光法	330
4. 炎光光度法	330

..... 応 用

5. 窯業製品	331
---------	-----

6. 岩石	332
7. 水	332
8. 食品	333
引用文献	333

43 Re(レニウム) 概 説

1. 微量成分の分離・濃縮	336
2. 標準溶液	338
3. 吸光光度法	338
4. けい光法	344
5. 原子吸光法	344
6. 炎光光度法	344

..... 応 用

7. 非鉄金属とその合金	346
8. 鉱石	347
引用文献	349

44 Rh(ロジウム) 概 説

1. 微量成分の分離・濃縮	352
2. 標準溶液	354
3. 吸光光度法	354

..... 応 用

4. 非鉄金属	361
引用文献	362

45 Ru(ルテニウム) 概 説

1. 微量成分の分離・濃縮	366
2. 標準溶液	367
3. 吸光光度法	368

..... 応 用

4. 岩石	377
引用文献	378

46 S(硫黄・硫黄化合物) 概 説

1. 単体硫黄の吸光光度法	383
2. 硫化物の吸光光度法	385
3. 亜硫酸および二酸化硫黄の吸光光度法	391
4. 硫酸イオンの吸光光度法	394
5. チオ硫酸の吸光光度法	406
6. 二硫化炭素の吸光光度法	408
7. 硫酸イオンのけい光法	409

..... 応 用

8. 酸・アルカリ・工業薬品	412
9. 窯業製品	415
10. 鉄鋼	416
11. 非鉄金属・合金・半導体	419
12. 大気	434
13. 水	437
14. 燃料	442
15. ゴム	443
16. 有機工業薬品	445
17. 食品	446
18. 生体試料	448
19. その他	450
引用文献	453

47 Sb(アンチモン) 概 説

1. 微量成分の分離・濃縮	459
2. 標準溶液	462
3. 吸光光度法	463
4. 原子吸光法	471

..... 応 用

5. 鉄鋼	472
6. 非鉄金属とその合金	475
7. 岩石および土壌	488

目次

8. 水	491
引用文献	492

試料名索引	495
-------	-----

[注] Hf については, Zr の章を参照。
Pu については, U の章を参照。
希土類各元素については, Ln の章を参照。

Nb

34 ニオブ

Niobium

概説..... 2

応用

鉄鋼..... 17

非鉄金属とその合金..... 19

岩石および鉱物..... 25

核燃料および放射性物質..... 29

ニオブ定量法 概説

ニオブは常にタンタルに伴って産出し、化学的性質が似ているので分離しにくく、ニオブまたはタンタル製品には必ず他方が微量に含まれる。

火成岩中にはニオブは0.001~0.02%存在し、コロンブ石、パイロクロア、ユークセン石、フェルグソン石、サマルスク石などの鉱物に濃縮されている。スズ鉄製錬のスラグには数%のニオブがタンタルとともに含まれる。

合金鋼、鉄基合金、ニッケル基合金、コバルト基合金などに、耐熱性、耐食性を増すために、0.4~4% 加えられる。これらの母合金であるフェロニオブ、クロムニオブ、ニッケルニオブなどには60%程度含まれる。

原子力関係ではウランニオブ合金(Nb 10%)、ジルコニウムニオブ合金(Nb 5%)などが、超伝導関係ではNb₃Sn、Nb₃Zrなどが用いられる。

一般的には、岩石類に含まれる微量のニオブの定量には感度の高い吸光光度法が、合金類に含まれる数%のニオブの定量には感度の低い吸光光度法が用いられる。

1. 微量成分の分離・濃縮¹⁻³⁾

1.1 沈 殿

多くの方法があるが、タンタルその他が常に伴われるので、前段分離にしか用いられない。

1) 加水分解 硫酸または塩酸溶液をうすめるか、シュウ酸または酒石酸溶液を煮沸すると、加水分解してニオブ酸が沈殿し、微酸性溶液で加水分解しない元素から分離でき