- 5) JIS H 1421 (1964).
- 6) G. Selzer, M. Ariel: *Anal. Chim. Acta*, **19**, 496 (1958).
- 7) H. Pohl: *Aluminum*, **33**, 260 (1957).
- 8) F. Umaland, W. Hoffmann: *Anal. Chim. Acta*, **17**, 234 (1957).
- 9) H. Pohl: *Metall.*, **10**, 709 (1956).
- 10) W. Noddack, G. Eckert, K. Riedel: *Z. Anal. Chem.*, **147**, 417 (1955).
- 11) C. L. Luke: *Anal. Chem.*, **28**, 1443 (1956).

☆

Spectrophotometric determination of magnesium in aluminum-, zinc-, copper-, and nickel-base alloys with Arsenazo I. Tadao HATTORI, Iwao TSUKAHARA and Toshimi YAMAMOTO (Furukawa Electric Co., Ltd., Central Research Laboratory, Shinagawa-ku, Tokyo)

A method for the spectrophotometric determination of

magnesium with Arsenazo I in aluminum-, zinc-, copper-, and nickel-base alloys was presented. The sample was decomposed with either hydrochloric acid, nitric acid, or perchloric acid, and filled up to the volume. To an aliquot containing 10~100 μg of magnesium were added 5 ml of 0.1% Arsenazo I solution and 20 ml of 10% triethanolamine solution, and the pH was adjusted to 10.0 with sodium hydroxide or hydrochloric acid. It was diluted to 100ml and the absorbance at 570 $\text{m}\mu$ gave the amount of magnesium referred to its calibration curve. One hundred mg of aluminum did not interfere. Interfering chromium was removed as chromyl chloride. Copper, zinc, nickel, etc., were masked with potassium cyanide, and beryllium was masked with sulfosalicylic acid.

The Mg-Arsenazo I complex obeyed Beer's law over the range of 0~1 ppm Mg, and the sensitivity was 0.1 ppm for the final volume.

(Received July 24, 1965)

アルセナゾ I によるアルミニウム, マグネシウムおよび銅各合金中のベリリウムの吸光光度定量

服部 只雄, 東原 巖, 山本 寿美*

アルセナゾ I によるアルミニウム合金, マグネシウム合金, 銅合金中のベリリウムの吸光光度法を提出した。

試料を塩酸あるいは硝酸で分解後, 一定量とし, ベリリウムが 5~50 μg になるよう分取し, 水酸化ナトリウム溶液で pH を適当に調節後, アルセナゾ I 溶液 (0.1%) 10 ml を加え, 水酸化ナトリウム溶液と塩酸で pH 12.5 とし, 全容を 100 ml とする。580 $\text{m}\mu$ で吸光度を測定し, 検量線よりベリリウム量を求める。

アルミニウム 100mg の共存は妨害せず, マグネシウムなどの妨害は EDTA を, また銅などの妨害はシアン化カリウムを加えることによりマスキングする。

この方法によりアルミニウム合金, マグネシウム合金, 銅合金中の 1.0~0.01% ベリリウムをアルミニウム, マグネシウム, 銅などを分離せずに直接定量できる。

ベリリウムとアルセナゾ I の錯体はベリリウム 0~0.5 ppm の範囲でベールの法則に従い, その定量感度は, 最終溶液について 0.05 ppm である。

1 緒 言

アルミニウム合金, マグネシウム合金, 銅合金などの耐酸化性, 強度などの諸特性の改良を目的として, ベリリウムが添加されるようになり, そのベリリウムの定量が要求されている。

アルミニウム合金中のベリリウムの吸光光度法として

は, 本島¹⁾, 貴田ら²⁾ の 8-ヒドロキナルジンによる方法, 重松ら³⁾ のアセチルアセトンによる方法などがあり, マグネシウム合金中のベリリウムの吸光光度法としては, 本島ら⁴⁾ の 8-ヒドロキナルジンによる方法, 須藤ら⁵⁾ のアセチルアセトンによる方法などがあり, 銅合金中のベリリウムの吸光光度法としては, 貴田ら²⁾ の 8-ヒドロキナルジンによる方法, Luke ら⁶⁾, 柿田⁷⁾ のアルミノンによる方法などがある。

上記アルミニウム合金およびマグネシウム合金中のベ

* 古河電気工業株式会社中央研究所: 東京都品川区二葉 2 丁目

リリウムの定量法は、微量ベリリウムの定量法としてすぐれた方法であるが、本島¹⁾、重松ら²⁾、本島ら⁴⁾、須藤ら³⁾の方法は迅速性に欠け、貴田ら²⁾の方法は迅速であるが、ベリリウムの含有量が1~5%の試料を対象としている。著者らは1.0~0.01%のベリリウムを含むアルミニウム合金、マグネシウム合金を対象としたベリリウムの吸光光度法を検討し、アルセナゾ I による迅速定量法を確立した。また、同時に銅合金中のベリリウムの迅速定量法も確立した。

アルセナゾ I によるベリリウムの吸光光度法には、上記合金を直接対象とはしていないが、Kuznetsov⁸⁾、Kuteinikov⁹⁾、Shibata ら¹⁰⁾の報告がある。

2 試薬および装置

2.1 試薬

(1) 標準ベリリウム溶液 (10 $\mu\text{g/ml}$) : 金属ベリリウム 0.1 g を塩酸 (1+1) 10 ml に溶解し、全容を 1 l とする。使用時に 10 倍にうすめる。

(2) アルセナゾ I 溶液 (0.1%) : アルセナゾ I 0.5 g を水に溶解し、全容を 500 ml とする。

(3) 緩衝溶液 (pH 12.5) : 蒸留水を水酸化ナトリウム溶液 (20%) と塩酸 (1+100) で pH 12.50 $\pm$ 0.01 とする。

(4) EDTA 溶液 (10%) : EDTA ニナトリウム塩 50 g を水に溶解し、全容を 500 ml とする。

(5) シアン化カリウム溶液 (4%) : シアン化カリウム 20 g を水に溶解し、全容を 500 ml とする。

(6) 水酸化ナトリウム溶液 (20%) : 水酸化ナトリウム 100 g を水に溶解し、全容を 500 ml とする。

その他の試薬はすべて 1 級品また特級品を使用した。

2.2 装置

(1) 日立自記分光光度計 EPS-2U 型 (使用セル 10 mm)。

(2) 日立分光光度計 EPU-2A 型 (使用セル 10 mm)。

(3) 東亜電波工業 pH 計 HM-5A 型。

3 定量法

3.1 アルミニウム合金中のベリリウムの定量法

(1) 試料 1 g を塩酸 (1+1) 25 ml に加熱溶解後、メスフラスコに移し、一定量とする。

(2) ベリリウム量が 5~50 μg になるようビーカー (100 ml) に分取し、マグネシウム、亜鉛など妨害する元素が存在する場合には、その量に応じて適当量の EDTA 溶液 (Table II, Table IV) を加えたのち、水酸化ナトリウム溶液を滴下していき、pH を 11.5~12.0 とし、一度生成した水酸化アルミニウムの沈殿を溶解させる。次にアルセナゾ I 溶液 10 ml を加えたのち、水酸化ナト

リウム溶液と塩酸 (1+100) で pH を 12.50 $\pm$ 0.01 とし、緩衝溶液で全容を 100 ml とする。

(3) 580 m μ でブランクを対照として吸光度を測定し、検量線よりベリリウム量を求める。

3.2 マグネシウム合金中のベリリウムの定量法

(1) 試料 1 g を塩酸 (1+1) 25 ml に溶解後、メスフラスコ (100 ml) に移し、一定量とする。

(2) その溶液 5.0 ml をビーカー (100 ml) に分取し、EDTA 溶液 15 ml を加えたのち、水酸化ナトリウム溶液を滴下し、pH を 11.0~12.0 とし、アルセナゾ I 溶液 10 ml を加える。次に水酸化ナトリウム溶液と塩酸 (1+100) で pH を 12.50 $\pm$ 0.01 とし、緩衝溶液で全容を 100 ml とする。

(3) 580 m μ でブランクを対照として吸光度を測定し、検量線よりベリリウム量を求める。

3.3 銅-ベリリウム合金中のベリリウムの定量法

(1) ベリリウムの含有量 0.1% 以下の試料は 1 g を硝酸 (1+1) 10 ml に、0.1% 以上の場合は 0.1 g を硝酸 (1+1) 4 ml に溶解し、メスフラスコに移し、一定量とする。

(2) ベリリウム量が 5~50 μg となるようビーカー (100 ml) に分取し、シアン化カリウム溶液 10 ml を加え、銅のシアン錯塩を生成させたのち、アルセナゾ I 溶液 10 ml を加え、水酸化ナトリウム溶液と塩酸 (1+100)

Fig. 1 Calibration curve

で pH を 12.50 ± 0.01 とし, 緩衝溶液で全容を 100 ml とする.

(3) $580 \text{ m}\mu$ でブランクを対照として, 吸光度を測定し, 検量線よりベリリウム量を求める.

3.4 検量線の作成法

3.1~3.3 に用いる検量線は次のように作成する. ベリリウム標準溶液をベリリウム量が $0 \sim 50 \mu\text{g}$ になるよう段階的にビーカー (100 ml) に分取し, アルセナゾ I 溶液 10 ml を加え, 水酸化ナトリウム溶液と塩酸で pH を 12.50 ± 0.01 とし, 緩衝溶液で全容を 100 ml としたのち, $580 \text{ m}\mu$ でブランクを対照として吸光度を測定し, 検量線を作成する. 検量線の 1 例を Fig. 1 に示した.

4 定量条件の検討

4.1 吸収極大波長と pH の関係

ベリリウムとアルセナゾ I の錯体の吸収曲線と pH の関係を Fig. 2 に示した. Fig. 2 より明らかなように, pH 6.0 では $560 \text{ m}\mu$ に, pH 12.5 では $580 \text{ m}\mu$ に吸収極大がある. これは Shibata ら¹⁰⁾, Kuteinikov⁹⁾ の結果とよく一致している.

Fig. 2 Absorption spectra of beryllium-Arsenazo I complex

- (1) Be: $30 \mu\text{g}$, Arsenazo I soln. (0.1%): 10 ml, pH: 12.5
 (2) Be: $30 \mu\text{g}$, Arsenazo I soln. (0.1%): 5 ml, pH: 6.0
 Final volume: 100 ml
 Complex against reagent blank

4.2 吸光度に対する pH の影響

吸光度と pH の関係を pH 4~pH 9 の間では波長 $560 \text{ m}\mu$ において, また pH 10~pH 13 の間では波長 $580 \text{ m}\mu$ でそれぞれ測定した. 結果を Fig. 3 に示した. Fig. 3 より著者らは最適 pH として pH 12.5 を選び, 以下の検討はすべて波長 $580 \text{ m}\mu$, pH 12.5 で行なった.

Fig. 3 Effect of pH on absorbance

- (1) Be: $30 \mu\text{g}$, Arsenazo I soln. (0.1%): 10 ml, at: $580 \text{ m}\mu$
 (2) Be: $30 \mu\text{g}$, Arsenazo I soln. (0.1%): 5 ml, at: $560 \text{ m}\mu$
 Final volume: 100 ml

Fig. 4 Effect of Arsenazo I concentration on absorbance at $580 \text{ m}\mu$

- Be: $50 \mu\text{g}$, pH: 12.5, Final volume: 100 ml

4.3 アルセナゾ I 溶液の添加量

ベリリウム 50 μg をとり, アルセナゾ I 溶液 2~10 ml を添加し, 3.4 の操作に従い各ブランクを対照として吸光度を測定した. 結果を Fig. 4 に示した. Fig. 4

よりアルセナゾ I 溶液の添加量を 10 ml と定め, 以下の検討はすべて 10 ml で行なった.

4.4 呈色の安定性

呈色の安定性を調べた. 呈色は非常に安定であり, 2 時間経過後も吸光度は一定であった.

4.5 再現性

この方法の再現性をみるため, ベリリウム 25 μg をとり 3.4 の操作に従い, 測定日を変えて 23 回定量した結果, 平均値 $\bar{x}=25.0 \mu\text{g}$, 標準偏差 $\sigma=\pm 1.0 \mu\text{g}$ であった.

4.6 共存元素の影響

アルミニウム合金, マグネシウム合金, 銅合金の主成

Table I Effect of foreign ions

Addition (mg)	Be taken (μg)	Be found (μg)	Deviation (μg)
Al^{3+} 10	25.0	24.0, 25.3	- 1.0, +0.3
" 50	"	25.0, 25.3	$\pm$ 0.0, +0.3
" 100	"	23.5, 23.0	- 1.5, -2.0
Cd^{2+} 0.01	"	24.9	- 0.1
" 0.05	"	24.3	- 0.7
" 0.10	"	19.8	- 5.2
" 0.50	"	7.7	-17.3
Co^{2+} 0.01	"	25.7	+ 0.7
" 0.05	"	21.5	- 3.5
" 0.10	"	17.0	- 8.0
" 0.50	"	4.0	-21.0
Ca^{2+} 0.01	"	29.6	+ 4.6
" 0.05	"	34.3	+ 9.3
Cr^{3+} 0.01	"	24.6	- 0.4
" 0.05	"	23.9	- 1.1
" 0.10	"	21.2	- 3.8
" 0.50	"	17.7	- 7.3
Cu^{2+} 0.01	"	26.0	+ 1.0
" 0.05	"	29.7	+ 4.7
" 0.10	"	36.5	+11.5
Fe^{3+} 0.01	"	25.7	+ 0.7
" 0.05	"	25.9	+ 0.9
" 0.10	"	24.0	- 1.0
" 0.50	"	19.3	- 5.7
Ga^{3+} 0.01	"	24.6	- 0.4
" 0.05	"	24.9	- 0.1
" 0.10	"	24.8	- 0.2
Mg^{2+} 0.01	"	29.8	+ 4.8
" 0.05	"	42.3	+17.3
Mn^{2+} 0.05	"	24.6	- 0.4
" 0.10	"	25.2	+ 0.2
" 0.50	"	28.1	+ 3.1
" 1.0	"	29.5	+ 4.5
Ni^{2+} 0.01	"	22.2	- 2.8
" 0.05	"	17.0	- 8.0
" 0.10	"	11.2	-13.8
Pb^{2+} 0.05	"	25.5	+ 0.5
" 0.10	"	24.7	- 0.3
" 0.50	"	27.0	+ 2.0
SiO_3^{2-} 0.50	"	24.3	- 0.7
" 1.0	"	24.9	- 0.1
Sn^{4+} 0.10	"	24.6	- 0.4
" 0.50	"	25.5	+ 0.5
" 1.0	"	26.6	+ 1.6
Ti^{4+} 0.01	"	25.3	+ 0.3
" 0.05	"	24.3	- 0.7
" 0.10	"	23.6	- 1.4
" 0.50	"	23.2	- 1.8
Zn^{2+} 0.10	"	25.0	$\pm$ 0.0
" 0.50	"	23.7	- 1.3
" 1.0	"	23.1	- 1.9
" 3.0	"	22.2	- 2.8

Table II Masking of interfering ions with EDTA or KCN

Addition (mg)	Be taken (μg)	Masking reagent added		Be found (μg)	Deviation (μg)
		4% KCN (ml)	10% EDTA (ml)		
Mg^{2+} 0.50	25.0	—	1.0	25.1	+ 0.1
" 1.0	"	—	1.0	25.4	+ 0.4
" 5.0	"	—	1.0	27.4	+ 2.4
" 7.0	"	—	1.0	39.4	+14.4
" 5.0	"	—	5.0	26.0	+ 1.0
" 10.0	"	—	5.0	26.3	+ 1.3
" 20.0	"	—	5.0	26.3	+ 1.3
" 25.0	"	—	5.0	28.2	+ 3.2
" 30.0	"	—	5.0	>50.0	+ >25
" 25.0	"	—	10.0	25.8	+ 0.8
" 50.0	"	—	10.0	27.2	+ 2.2
" 50.0	"	—	15.0	24.6	- 0.4
" 60.0	"	—	15.0	23.8	- 1.2
" 70.0	"	—	15.0	25.7	+ 0.7
" 80.0	"	—	20.0	22.5†	- 2.5
" 100.0	"	—	30.0	22.0†	- 3.0
" 120.0	"	—	30.0	22.0†	- 3.0
Cu^{2+} 0.5	"	—	1.0	24.3	- 0.7
" 5.0	"	10.0	—	26.9	+ 1.9
" 10.0	"	10.0	—	25.5	+ 0.5
" 50.0	"	10.0	—	23.7	- 1.3
" 100.0	"	10.0	—	25.0	$\pm$ 0.0
Zn^{2+} 3.0	"	—	5.0	25.5	+ 0.5
Mn^{2+} 2.0	"	—	2.0	25.0	$\pm$ 0.0
Ca^{2+} 0.1	"	—	2.0	25.5	+ 0.5
Ni^{2+} 0.1	"	—	1.0	20.0	- 5.0
" 0.1	"	—	2.0	24.3	- 0.7
" 0.5	"	5.0	—	25.0	$\pm$ 0.0
Fe^{3+} 0.5	"	—	2.0	24.8	- 0.2
" 0.5	"	5.0	—	25.5	+ 0.5
Co^{2+} 0.5	"	5.0	—	26.5	+ 1.5
" 0.1	"	—	2.0	25.5	+ 0.5
Cd^{2+} 0.1	"	—	2.0	25.5	+ 0.5

† $\text{Mg}(\text{OH})_2$ precipitated slightly.

分元素, 微量成分元素, これら合金中に存在するとおもわれる微量不純物の影響を調べた. ベリリウム 25 μg に各元素の一定量を加え, 3・4 の操作に従いベリリウムを定量し, 各元素の影響の程度を調べた. 結果を Table I に示した.

著者らが対象としているアルミニウム合金, マグネシウム合金, 銅合金の組成は, Table V のとおりであり, これら合金の組成および Table I の結果より, ベリリウムの定量に妨害を与えると考えられる元素は, マグネシウム, 銅, 亜鉛, マンガン, カルシウム, ニッケル, 鉄などである. これら元素はなんらかの手段でその妨害を除去する必要がある.

4.7 共存妨害元素の妨害の除去

4.6 の結果よりベリリウムの定量を妨害するマグネシウム, 銅, 亜鉛, マンガン, カルシウム, ニッケル, 鉄などの共存元素の妨害を, EDTA あるいはシアン化カリウムによりマスキングした. 結果を Table II に示した.

Table II の結果より, 主成分元素であるマグネシウムは 70 mg まで, また銅は 100 mg 共存してもそれぞれ EDTA およびシアン化カリウムでマスキングでき, またその他の成分元素も EDTA あるいはシアン化カリウムでマスキングできることがわかった.

4.8 マスキング剤の影響

共存妨害元素をマスキングする目的で加える EDTA およびシアン化カリウムが過剰に存在した場合の影響を調べた. 結果を Table III に示した. Table III より EDTA, シアン化カリウムとも, それぞれ 20 ml 過剰に存在しても影響がないことがわかった.

Table III Effect of EDTA or KCN

Be taken (μg)	Masking reagent added (ml)		Be found (μg)	Deviation (μg)
25.0	10% EDTA	10	25.0	± 0.0
"	"	15	24.8	-0.2
"	"	20	24.6	-0.4
"	"	30	22.0	-3.0
"	4% KCN	2.5	25.2	+0.2
"	"	5.0	25.6	+0.6
"	"	10.0	26.5	+1.5
"	"	20.0	25.5	+0.5

Table IV Determination of beryllium in the presence of alloying elements

No.	Composition of mixture (mg)	Masking reagent added (ml)	Be found (μg)	Deviation (μg)
1	{ Be 0.025 Mg 2.5 Al 50.0	10% EDTA	2.5 25.0 24.5 24.5	± 0.0 -0.5 -0.5
2	{ Be 0.025 Mg 0.2 Al 3.0	10% EDTA	1.0 24.6 24.5 25.3	-0.4 -0.5 +0.3
3	{ Be 0.03 Mg 1.8 Al 50.0 Zn 2.7	10% EDTA	5.0 29.2 28.5	-0.8 -1.5
4	{ Be 0.005, Mg 50.0 Al 0.45, Ca 0.004 Fe 0.003, Si 0.005 Zn 0.015	10% EDTA	15.0 5.7 6.0 6.4 6.2	+0.7 +1.0 +1.4 +1.2
5	{ Be 0.010, Mg 50.0 Al 5.0, Cu 0.05 Mn 0.25, Si 0.15 Zn 0.50, Ni 0.02	10% EDTA	15.0 10.7 10.7 9.2 9.5	+0.7 +0.7 -0.8 -0.5

4.9 合成試料による検討

実際のアルミニウム合金, マグネシウム合金の組成と同じ組成になるよう合成試料をつくり, 3・1 あるいは 3・2 の方法でベリリウムを定量した. 結果を Table IV に示す. Table IV 中 No. 1, No. 2 の合成試料は

Table V Determination of beryllium in aluminum-, magnesium- and copper-base alloys

No.	Description of alloy	Composition of alloy (%)	Be found (%)
1	Aluminum base alloy	{ Be 0.01~1.0 Mg 4.5~5.0 Al balance	{ 0.050, 0.057 0.056, 0.050
2	Aluminum base alloy	{ Be 0.01~0.1, Mg 3.0~4.0 Zn 5.0~5.5, Al balance	{ 0.12, 0.12 0.12, 0.12
3	Magnox AL 80	{ Be 0.002~0.03, Al 0.65~0.9 Ca <0.008, Fe <0.006 Si <0.010, Zn <0.015 Mg balance	{ 0.015, 0.013, 0.014, 0.014
4	Magnesium alloy casting AZ-91	{ Be 0.02, Al 8.1~9.3, Zn 0.4~1.0 Mn 0.13~0.5, Si <0.3 Cu <0.1, Ni <0.01 Mg balance	{ 0.015, 0.021, 0.021, 0.021
5	Copper-beryllium alloy (JIS H 3801)	{ Be 1.8~2.2, Ni+Co>0.2 Ni+Co+Fe<0.6 Cu+Be+Ni+Co+Fe>99.5	{ 2.1, 2.2, 2.2, 2.1
6	Copper-beryllium alloy	Be 0.10, Cu balance	0.10, 0.11, 0.11, 0.11

Table V の No. 1 の試料に、また Table IV の No. 3, No. 4, No. 5 の合成試料はそれぞれ Table V の No. 2, No. 3, No. 4 の試料に相当する組成になるよう合成したものである。

Table IV の結果より明らかなように、共存妨害元素を EDTA でマスクングすることにより、1.0~0.01% 程度のベリリウムを含むアルミニウム合金、マグネシウム合金中のベリリウムの定量が可能である。また Table II の結果より明らかなように、銅合金中のベリリウムを銅をシアン化カリウムでマスクングすることにより、定量できる。

5 結果と考察

(1) 上記のように、アルミニウム合金、マグネシウム合金、銅合金中のベリリウムの定量法を確立したので、3.1~3.3 の定量法により実際の試料の分析を行った。結果を Table V に示した。

(2) この方法はベリリウムと他の共存元素との分離操作を必要としないため既存の方法に比べ迅速である。

文 献

- 1) K. Motojima : *Bull. Chem. Soc. Japan*, **29**, 71 (1956).
- 2) 貴田勝造, 阿部光伸, 西垣 進, 小林和夫 : 本誌, **9**, 1031 (1960).
- 3) 重松恒信, 田伏正之 : 日化, **80**, 162 (1959).
- 4) 本島健次, 橋谷 博, 勝山和夫 : 本誌, **9**, 628 (1960).
- 5) 須藤恵美子, 小川春乃 : 同上, **13**, 406 (1964).
- 6) C. L. Luke, M. E. Campbell : *Anal. Chem.*, **24**,

1056 (1952).

- 7) 柿田八千代 : 金属誌, **B14**, [10] 38 (1950).
- 8) V. I. Kuznetsov : *Zhur. Anal. Khim.*, **10**, 276 (1955); *Chem. Abstr.*, **50**, 2355 (1956).
- 9) A. F. Kuteinikov : *Zavodsk. Lab.*, **24**, 1050 (1958); *Chem. Abstr.*, **54**, 15069 (1960).
- 10) S. Shibata, F. Takeuchi, T. Matsumae : *Bull. Chem. Soc. Japan*, **31**, 888 (1958).

☆

Spectrophotometric determination of beryllium in aluminum-, magnesium-, and copper-base alloys with Arsenazo I. Tadao HATTORI, Iwao TSUKAHARA and Toshimi YAMAMOTO (Furukawa Electric Co. Ltd., Central Research Laboratory, Shinagawa-ku, Tokyo)

A method for the spectrophotometric determination of beryllium with Arsenazo I in aluminum-, magnesium-, and copper-base alloys was presented. The sample was decomposed with either hydrochloric acid or nitric acid, and made up to the volume. After an aliquot containing 5~50 μg of beryllium was neutralized with sodium hydroxide to an adequate pH, 10 ml of 0.1% Arsenazo I solution was added and the pH was adjusted to 12.5 with sodium hydroxide or hydrochloric acid. It was diluted to 100 ml, and the absorbance at 580 m μ gave the amount of beryllium referred to its calibration curve.

The presence of 100 mg of aluminum gave no harm. Magnesium, etc., were masked with EDTA, and copper, etc., were masked with potassium cyanide. 1.0~0.01% of beryllium in aluminum-, magnesium-, and copper-base alloys was directly determined without separation of the alloying elements. The beryllium-Arsenazo I complex obeyed Beer's law for 0~0.5 ppm of beryllium, and the sensitivity of the determination was 0.05 ppm for the final volume.

(Received July 24, 1965)

オキシシンを用いる薄層沈殿クロマトグラフィーによる 銅、鉄、ニッケルおよびコバルトの分離と簡易定量法

永井 英夫 , 諸熊チカ子*

シリカゲルに沈殿剤として、オキシシンを混入して通常の薄層クロマトグラフィーの要領で厚さ 0.2 mm の薄層をつくり、銅、鉄、ニッケルおよびコバルトの硝酸塩混合試料についてそれらの分離と帯域の長さからの簡易定量を行なった。薄層のシリカゲルの中にその重量の 2.8% から 14% の範囲でオキシシンを混合して 4 種類のプレートをつくり、オキシシンの含量の少ないものから順にそれぞれ銅、鉄、ニッケルおよびコバルトイオンの定量に適当な性質のものを得ることができた。ただ単に 4 種のイオンを定性的に分離するだけの目的には、オキシシンの含量の最も少ないものが適当であった。

* 熊本大学理学部化学教室：熊本市黒髪町