

3.4 吸光度法によるセメント中の水溶性六価クロムの定量方法

(1)装置

光電光度計又は光電分光光度計。

(2)試薬

(a)クロム標準原液(0.5mgCr/ml)

重クロム酸カリウム 1.42g を水に溶かし、1L のメスフラスコに入れ、水を標線まで加える。

(b)クロム標準液(5 μ gCr/ml)

クロム標準原液(0.5mgCr/ml)10ml を正しくとり、1Lのメスフラスコに入れて、水を標線まで加える。

(c)硫酸(1+1)

(d)ジフェニルカルバジド溶液(1w/v%)

ジフェニルカルバジド 0.5g をアセトン 25ml に溶かし、水 25ml を加える。この溶液は使用の都度新しく調製する。

(e)エチルアルコール(99.5v/v%)

(3)定量操作

試料約 1g を 0.1mg まで正しくはかりとって、乾いた共せん付三角フラスコ(200ml)に入れ、水 100ml をピペットを用いて加えた後、密せんしてシェーカー又はスターラーで 10 分間振り混ぜる。振り混ぜ後、直ちにろ紙(5 種 B 又は 6 種、11.0cm)でろ過し、ろ液を試料原液とする。なお、ろ過の際に洗浄は行わない。

試料原液より 25ml⁽²⁰⁾をピペットで分取して 50ml のメスフラスコにとり、硫酸(1+1)0.6ml を加えて振り混ぜ、室温に冷却する。これにジフェニルカルバジド溶液(1w/v%)1.0ml を加えて直ちに振り混ぜ⁽²¹⁾、水を標線まで加え、5 分後にその一部を吸収セル(10mm)に移す。

別のピーカー(100ml)に、先に分取した試料原液の同量をとって、硫酸(1+1)0.6ml 及びエチルアルコール(99.5v/v%)1~3ml を加え、10~15 分間煮沸してクロム酸を還元する。その溶液を室温に冷却し、50ml のメスフラスコに移し入れ、これにジフェニルカルバジド溶液(1w/v%)1.0ml を加えて振り混ぜ、水を標線まで加え、5 分後にその一部を吸収セル(10mm)に移す。この溶液を対照液として、先に発色させた溶液の吸光度を波長 540nm 付近で測定して、検量線から水溶液 6 価クロム量を求める。

注⁽²⁰⁾水溶性六価クロムの含有量が低い場合には、分取量をふやすなどの操作を行う。

⁽²¹⁾呈色時の液温は、15~25 であることが望ましい。

(4)検量線の作成

50ml のメスフラスコにクロム標準液(5 μ gCr/ml)0~10ml を段階的にとり、硫酸(1+1)0.6ml を加えて振り混ぜ、室温に冷却する。これにジフェニルカルバジド溶液(1w/v%)1.0ml を加えて直ちに振り混ぜ、水を標線まで加える。5 分後にその一部を吸収セル(10mm)に移し、波長 540nm 付近で水を対照液として吸光度を測定し、検量線を作成する。