

砒素を含む鐵鋼中の磷迅速定量法 (II)

(附) 吸引濾過による鋼中の磷迅速定量法

前川 靜 彌* 菊 地 安 藏*

METHOD OF QUICK ANALYSIS OF PHOSPHORUS IN IRON AND STEEL CONTAINING ARSENIC. (REPORT II)

Shizuya Maekawa and Yasuzo Kikuchi

Synopsis: — The authors have studied on the promotion of repidity and simplification of phosphorus in steel. As a result, time of analysis has shorten to twenty minutes. The outline of procedure is as follows: —

- (1) Sample is dissolved by HNO_3 (1:1) sol.
- (2) phosphorus in sample is oxidized by KMnO_4 (2%) sol.
- (3) Excess of KMnO_4 sol. is reduced by H_2O_2 and NH_4Cl (35%) sol.
- (4) Phosphorus is precipitated by NH_4NO_3 and $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ sol.
- (5) Precipitation is immediately filtered by glassfilter.
- (6) The following is entirely the same as the ordinary volumetric procedure.

I 緒 言

鋼中の磷迅速定量法には現在學振制定の沈澱量比較法と比色法とがあるが共に再現性に乏しく正確を期し難い缺點を有し、一方規格法は結果は正確であるが所要時間が長く、これ又迅速を要する場合は常用し難い缺點があるので本分析法に就き種々實驗を行つた結果吸引濾過を行ふ事によつて迅速性を著しく増しその結果も正確にして充分實用價值のある事を認めたので茲にその概要を報告する次第である。

元速度の早い FeSO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 及び H_2O_2 に就き實驗した。

(1) FeSO_4 及び $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$.

FeSO_4 及び $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ は第1表に示す如く使用量の増加に従つて、その定量値は次第に低値を示した。

(2) 過酸化水素

次に3% H_2O_2 を用ひて $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 標準溶液で實驗を行つた處、良く一致した結果が得られたが、實際に鋼試料の場合に常に一定値だけ低値を示した。こ

第 I 表 FeSO_4 及び $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ の量的影響

| 標 準 | 實 測 P % | | | | | |
|--------|-------------------------|---------|---------|---|---------|---------|
| | 還 元 劑 並 び に そ の 使 用 量 | | | | | |
| | 結 晶 FeSO_4 (g) | | | 4% $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (c.c.) | | |
| P % | 1.0 | 3.0 | 5.0 | 1.0 | 2.0 | 3.0 |
| 0.055) | 0.0550 | 0.0380 | 0.0360 | 0.0520 | 0.0360 | 0.0260 |
| 誤差% | ± 0 | -0.0170 | -0.0190 | -0.0.30 | -0.0190 | -0.0290 |

II 檢 索 實 驗

本實驗は規格法に基き磷を $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 溶液により沈澱せしめ硝子濾過器を用ひて吸引濾過し以下容量法により行つた。二酸化マンガンの還元劑として還

の場合 NH_4Cl を同時に使用すると結果は第2表に示す如く良好であつた。(註)

(註) NH_4Cl (35%) 溶液の使用量は 4~10c.c. 迄の實驗では全く良結果を得たのでこの範圍外に就いては實驗しなかつた。

* 日本製鋼所室蘭製作所研究部

第 2 表 NH₄Cl による影響

| 35% NH ₄ Cl 併用の有無 | 實 測 P % | | |
|---------------------------------|------------|--------|--------|
| | 試料の秤取量 (g) | | |
| | 1.0 | 2.0 | 2.7 |
| 5c.c. | 0.0550 | 0.0550 | 0.0550 |
| 併用せず | 0.0510 | 0.0520 | 0.0530 |

P=00550%

III 分析操作及び所要時間

(1) 分析操作

以上の検索實驗の結果より分析操作を次の如く定めた。

試料 1g を 300c.c. の三角フラスコに秤取し、HN O₃(1:1) 約 30c.c. を加へて加熱分解し、KMnO₄(2%) 溶液約 5c.c. を加へて磷を完全に酸化する。次に NH₄Cl (35%) 溶液 5c.c. 及び 3% H₂O₂ 10c.c. を加へて (MnO₂ を分解した後暫時煮沸する。これに N H₄NO₃ (45%) 溶液 15c.c. 及び (NH₄)₂MoO₄ 溶液* 40c.c. を加へて激しく 2min 振盪した後濾紙を敷いた硝子濾過器を用ひて吸引濾過し、HNO₃(1%) 溶液でフラスコを 2 回濾過器を 1 回洗滌して鐵イオンを除き、次で KN O₃(2%) 溶液で濾過器を 3 回洗滌して HNO₃ を完全に除去する。濾紙上の沈澱は、濾紙と共に他の肉厚フ

本分析操作の所要時間は第 3 表の如くである。

IV 本定量法の正確度

本法に依る迅速法と規格法との分析結果とを比較すれば第 4 表に示す如く誤差 ±0.001% 以内である。

V 結 言

以上の如く規格法に吸引濾過の操作を加味することによって迅速性を著しく増し、現在學振法として制定されてゐる迅速法の所要時間を 5~7 min 短縮出来る上に、その正確度も増し迅速分析法として實用し得る事を認め現場分析の能率増進の一助となす事が出来た

第 3 表 分析操作の所要時間

| 操 作 | 所要時間 (分) |
|----------|----------|
| 試料の秤量 | 1 |
| 分 解 | 2 |
| 酸 化 | 2 |
| 還 元 | 1 |
| 振 盪 | 2 |
| 濾過及び洗滌 | 1.5 |
| 沈澱溶解及び滴定 | 1 |
| 計 算 | 0.5 |
| 計 | 11 |

のでその實驗經過に就いて述べた。

終りに臨み本研究の發表を許可せられたる株式会社

第 4 表 分析結果の正確度

| 實 驗 番 號 | 分 析 法 | | 誤 差 % | 備 考 |
|------------|--------|-----------|----------|-----------------|
| | 規 格 法 | 吸 引 濾 過 法 | | |
| 2134 | 0.0200 | 0.0210 | +0.0010 | C - Steel |
| 2137 | 0.0240 | 0.0240 | ± 0 | " |
| 2655 | 0.0800 | 0.0800 | ± 0 | " |
| 2761 | 0.0100 | 0.0100 | ± 0 | " |
| 2806 | 0.0300 | 0.0290 | -0.0010 | " |
| 2913 | 0.0080 | 0.0070 | -0.0010 | Ni - Cr - Steel |
| 3039 | 0.0250 | 0.0240 | -0.0010 | Cr - Steel |

ラスコに入れ、硝子濾過器を移し、N/5 NaOH 溶液の一定量を 100c.c. のビーカーに採り水で約 50c.c. に稀釋して濾過器に入れ吸引濾過し水で 2 回洗滌する。フラスコを激しく振盪し濾紙を破碎して沈澱を溶解した後フェノールフタレインを指示薬として N/5 HNO₃ 溶液で滴定し、次式に依り磷含有量を算出する。

$$\left\{ \left(\frac{N}{5} \text{NaOH(c.c.)} - \frac{N}{5} \text{HNO}_3 \text{(c.c.)} \right) - \text{空試験値} \right\} \times 0.027 = P\%$$

(2) 所 要 時 間

* 砒素を含む鐵鋼中の磷迅速定量法(第 1 報)参照

日本製鋼所に敬意を表すると共に、御懇篤なる御指導を賜つた室蘭製作所々長小林佐三郎博士に篤く御禮申上げる又本實驗の遂行に熱心に御援助下された當課社員志幾正勝氏に感謝の意を表する。(昭. 22. 11 月寄稿)