

日本學術振興會第 19 小委員會，鐵鋼迅速分析方法

鐵 及 び 鋼 中 マ ン ガ ン 定 量 法 (第 2 法)

昭和 25 年 11 月 28 日決定

1 要 旨

試料を硝酸(又は混酸)で分解し觸媒として硝酸銀を加えた後過硫酸アンモンを加えて、煮沸し、マンガンを通マンガン酸となし、45°C に冷却後、亜砒酸—亜硝酸ソーダ混合標準液で滴定する。

2 分析操作

試料約 0.2g を圓錐フラスコに秤取し、硝酸(1:1)(又は混酸)約 30cc を加え加熱分解し、尙暫時加熱を繼續して亜硝酸ガスを驅除する。温湯約 50cc を加えて稀釋し硝酸銀溶液(0.5%)約 10cc を加え、加熱を繼續して煮沸するに至らせ、次に過硫酸アンモン溶液(20%)約 10cc を加え、引續き 1 分間加熱してマンガンを通マンガン酸に酸化する。冷水を加えて液量を約 150cc に稀釋し、必要があれば流水を用いて液温を約 45°C に爲し、食鹽溶液(1%)約 10cc を加えて振盪し直に亜砒酸—亜硝酸ソーダ混合標準液で滴定し、次式によつてマンガン量を算出する。

$$\frac{\text{亜砒酸—亜硝酸ソーダ混合標準液使用量(cc)}}{\text{標準液使用量(cc)}} \times \frac{\text{亜砒酸—亜硝酸ソーダ混合標準液 1cc のマンガン相當量 (g)}}{\text{試料 (g)}} \times 100 = \text{マンガン\%}$$

備 考

1. 本法はクロム 1.5% 以上、コバルト 4.5% 以上含有する試料には適用困難である。
2. 亜砒酸—亜硝酸ソーダ混合標準液の調製 亜砒酸 2.5g を採取して苛性ソーダ溶液(15%)約 10cc に溶解し硫酸(約 1N)で中和後、重炭酸ソーダ約 5g を加える。次に亜硝酸ソーダ 1.7g を少量の水に溶解して加え、兩者を混じた後水で 2l に稀釋する。

本標準液のマンガン相當量は試料のマンガン含有量に近似なマンガン含有量の標準鋼を取り、本方法に準じて操作した後本液で滴定し、次式に依つて算出する。

$$\frac{\text{標準鋼のマンガン含有量(\%)} \times \text{標準鋼採取量(g)}}{\text{亜砒酸—亜硝酸ソーダ混合標準液使用量(cc)} \times 100} = \frac{\text{亜砒酸—亜硝酸ソーダ混合標準液 1cc のマンガン相當量 (g)}}{\text{試料 (g)}} \times 100$$

3. 混酸(硫酸、硝酸及び燐酸)の調製 水約 500cc 中に硫酸(比重 1.84)約 100cc を加え冷却した後、燐酸(比重 1.7)約 125cc 及び硝酸(比重 1.42)約 250cc 加える。
4. 本分析操作の所要時間は大略次表の如くである。

操		作		所 要 時 間 (分)	
試 分 酸 滴	料 化, 定,	秤 冷 計	量 解 却 算	1	
				3 ~	4
				5 ~	7
				3 ~	5
計				12 ~ 17	

文 献

- 19 委 1993, 後藤委員, 東北大學金屬材料研究所(後藤, 池田)
- 19 委 2033, 木村委員, 新扶桑金屬工業株式會社(細田, 小野)
- 19 委 2035, 菊池委員, 日本鋼管株式會社(高野, 橋本)
- 19 委 2036, 木村委員, 新扶桑金屬工業株式會社, (川村)
- 19 委 2039, 伊丹委員, 神戸製鋼所
- 19 委 2040, 小平委員, 日本製鐵株式會社釜石製鐵所(岩橋, 長岡)
- 19 委 2042, 小平委員, 日本製鐵株式會社八幡製鐵所(守田)
- 19 委 2043, 志村委員, 東京鋼材株式會社(關口)
- 19 委 2044, 小平委員, 日本製鐵株式會社八幡製鐵所(渡邊)
- 19 委 2041, 西山委員, 川崎製鐵株式會社
- 19 委 2076, 西山委員, 川崎製鐵株式會社
- 19 委 2078, 菊池委員, 日本鋼管株式會社(高野, 橋本)
- 19 委 2121, 菊池委員, 日本鋼管株式會社(高野, 橋本)
- 19 委 2217, 南波委員, 日立製作所(佐藤, 古渡)
- 19 委 2324 菊池委員, 日本鋼管株式會社(高野, 橋本)