

日本學術振興會第 19 小委員會, 鐵鋼迅速分析方法

フェロチタン中のアルミニウム定量方法

(昭和 25 年 3 月 31 日決定)

1. 要 旨

試料を鹽酸及び硝酸で分解し、燐酸アンモンを含む苛性ソーダ溶液中に滴加して水酸化鐵及びチタン酸ソーダを沈澱させ、過酸化ソーダを加えてマンガンも共に沈澱させて濾過しその濾液からオキシソ法によつてアルミニウム定量する。

2. 操 作

試料 0.5g をビーカーに秤取し鹽酸 (1:3) 約 30cc を加えて加熱分解し硝酸(比重 1.42) 數 cc を加えて酸化する。引續き加熱して 10~15cc に濃縮しこれを熱アルカリ溶液(苛性ソーダ 30g, 20% 燐酸アンモン 20cc)約 100cc 中に滴加して水酸化鐵及びチタン酸ソーダを沈澱させる。熱湯で約 300cc に稀釋し煮沸後過酸化ソーダ 0.5~2g を投入し引續き約 5 分間煮沸してマンガンも二酸化マンガンとして沈澱させる。冷却後 500cc メスフラスコに移し水を標線迄加えて稀釋し振盪する。乾燥濾紙で濾過し濾液 100cc をビーカー中に分取し鹽酸(1:1) で微酸性とし酒石酸 (50%) 約 10cc を加えアンモニア水 (比重 0.9) で微アルカリ性とした後約 80°C に加温する。溶液を攪拌しながらオキシソ溶液を加えてアルミニウムオキシソ化合物を沈澱させる。濾過し温湯で洗滌後熱鹽酸 (1:2) 約 40cc を少量づゝ注加して沈澱を溶解し温湯で洗滌する。濾液を流水で冷却しこれにインデゴカルミン溶液(0.4%) 或はメチルオレンジ溶液 (0.1%) 數滴を指示薬として加えた後 N/10 臭素酸カリ標準液を 1~2cc 過剰に加える。これに沃度カリ溶液 (10%) 約 10cc を加え遊離した沃素を澱粉溶液を指示薬として N/10 チオ硫酸ソーダ標準液で滴定し次式によつてアルミニウム量を算出する。

$$\frac{(N/10 \text{ 臭素酸カリ標準液使用量(cc)} - N/10 \text{ チオ硫酸ソーダ標準液使用量(cc)}) \times 0.0225}{\text{試料 (g)}} = \text{アルミニウム \%}$$

備 考

1. 鹽酸及び硝酸で分解し難い試料は次の如く操作する。試料 0.5g を過酸化ソーダ約 5g 及びメタ燐酸ソーダ約 2g を入れてあるニツケル坩堝中に秤取しよく混和後 3~5 分間熔融して分解する。冷却後熱苛性ソーダ溶液 (20%) 約 150cc を入れてあるビーカー中に移して熔融塊を抽出する。熱湯を加えて約 300cc とし煮沸後過酸化ソーダ 0.5~2g を投入して約 5 分間引續き煮沸してマンガンも二酸化マンガンとして沈澱させる。冷却後 500cc メスフラスコに移し以下本方法に準じてアルミニウムを定量する。
2. オキシソ溶液の調製 オキシソ約 2g を水醋酸約 10cc に溶解し、約 80°C に加熱してある水約 400cc 中に注加し濾過して使用する。本溶液はアルミニウム 0.01g につき約 15cc を加える。
3. N/10 臭素酸カリ標準液の調製 臭素酸カリ 2.7837g 及び臭化カリ約 12g を適量の水に溶解し水で 1L に稀釋する。本標準液の力價は亞砒酸を用いて標定する。
4. N/10 チオ硫酸ソーダ標準液の調製 結晶チオ硫酸ソーダ 25g を水に溶解し 1L に稀釋する。本標準液の力價は N/10 臭素酸カリ標準液で標定する。
5. 澱粉溶液の調製 可溶性澱粉約 1g を少量の冷水で練り約 1L の熱湯中に注入した後約 1 分間煮沸して放冷する。
6. 沃度カリ溶液は使用の都度調製する。
7. 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)	文 献
試料の秤取	1	
酸に溶解又は熔融分解	5~7	19 委 1976, 木村委員, 新扶桑金屬工業株式会社 (桐山, 西田)
アルカリ液に滴下, 抽出, 煮沸	15~20	
冷却, 濾過, 分	10	19 委 2005, 渡邊委員, 日本特殊鋼株式会社 (松澤)
沈澱の生成	5	19 委 2007, 伊丹委員, 神戸製鋼所
濾過, 洗滌	4	
沈澱の溶解, 冷却	4	
適定, 計	3	
計	47~54	