

日本學術振興會第 19 小委員會鐵鋼迅速分析法

燐鐵中の燐定量方法

(昭和 24 年 7 月 1 日決定)

1. 要 旨

試料を硫酸で分解し、硝酸及び水で稀釋した後濾過する。その濾液を分取して過マンガン酸カリで酸化し、生成した二酸化マンガンを過酸化水素で溶解し、硝酸濃度を一定とし、モリブデン酸アンモンを加えて燐モリブデン酸アンモンを沈澱させる。之を濾過洗滌し中和滴定法によつて燐量を定める。

2. 操 作

微粉にした試料 0.3g を乾燥ビーカーに秤取し硫酸 (比重 1.84) 約 10cc を加えて加熱し、10~15 分間激しく硫酸白煙を發生させて試料を分解する。冷却後硝酸 (比重 1.42) 約 10cc 及び水約 100cc を加え加熱して硫酸鹽を溶解し、未分解試料を分解する。吸引濾過して珪酸を濾別し、温水で洗滌して濾液を 250cc メスフラスコに移し、流水で室温迄冷却し、標線迄水を加えて振盪する。ピペットを用いてその 10cc を 500cc 圓錐フラスコに分取し、水約 50cc 及び硝酸 (比重 1.42) 3~5cc を加え、更に過マンガン酸カリ溶液 (1.5%) を溶液が紅色を呈するまで滴加し加熱煮沸して二酸化マンガンを析出するに至らせて燐を正燐酸に酸化する。之に過酸化水素水 (15%) 1~2cc を滴加して二酸化マンガンを溶解し、引續き加熱して過剰の過酸化水素を分解する。冷却後アンモニア水 (比重 0.9) を滴加して中和し、少量の水酸化第二鐵の沈澱が生ずるに至らせ、次に硝酸 (比重 1.42) 約 5cc を加えて水酸化第二鐵を溶解し、水を加えて液量を約 150cc にする。之を約 60°C に加温し、約 60°C に加温してあるモリブデン酸アンモン溶液約 50cc を加え約 3 分間激しく振盪し、約 60°C の湯浴中に約 15 分間放置して燐モリブデン酸アンモンを沈澱させる。之を吸引濾過しフラスコ及び沈澱を初めは硝酸 (2:100) で、次に硝酸 (2:10000) で洗滌する。沈澱は濾紙と共に元のフラスコに移し、水約 50cc を加え、濾紙を破壊した後、之に n/10 苛性ソーダ標準液をを少しく過剰に加えて沈澱を溶解し、フェノールフタレイン溶液 3~4 滴を加え、n/10 硝酸標準液で赤色が消失する迄滴定し、次式に依つて燐量を算出する。

$$\frac{\left(\frac{n/10 \text{ 苛性ソーダ標準}}{\text{液使用量 (cc)}} - \frac{n/10 \text{ 硝酸標準液}}{\text{使用量 (cc)}} \right) \times 0.0135}{\text{滴定に供した試料 (g)}} = \text{燐\%}$$

備 考

1. 試料に硫酸を加えて分解する時は強く熱して激しく硫酸白煙を發生させ、分解し難い試料の時は白煙發生の時間を 15~20 分間にする必要がある。2. 二酸化マンガンの沈澱を過酸化水素水で還元溶解した後過剰の過酸化水素はよく煮沸して分解することが必要である。過酸化水素が残留すると、燐モリブデン酸アンモンの沈澱に鐵分が附着して滴定の場合に終點が不明瞭になる虞がある。3. モリブデン酸アンモン溶液の調製: モリブデン酸アンモンの細粉約 40g を、水約 300cc 及びアンモニア水 (比重 0.9) 約 80cc に溶解し、之を少量づつ硝酸 (1:1) 約 600cc 中に注加する。此際硝酸 (1:1) は絶えず振盪する。4. n/10 苛性ソーダ標準液の調製: 苛性ソーダ 4.0g を水約 500cc に溶解し、水酸化バリウム飽和溶液約 1cc を添加した後、水を加えて 1l に稀釋する。本標準液の n/10 に對する力價はフェノールフタレインを指示薬とし、安息香酸を用いて檢定する。5. n/10 硝酸標準液の調製: 硝酸 (比重 1.42) 6.5cc を採り、水で 1l に稀釋する。本標準液の n/10 に對する力價は力價既知の n/10 苛性ソーダ標準液を用いて檢定する。6. フェノールフタレイン溶液の調製: フェノールフタレイン約 1g をアルコール (90%) 約 500cc に溶解する。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)
試料秤量	1
硫酸白煙發生	10~15
硝酸添加, 溶解	10~15
珪酸濾過	3
稀釋, 分取	2
酸化	10
還元	5
中和, 沈澱生成	20
濾過, 洗滌, 滴定	8
計	1
計	70~80