

アマルガム還元 滴 定, 計 算	10 3	10 3
計	84 ~ 94	84 ~ 94

鐵及び鋼中の燐定量方法 (第 2 法)

昭和 17 年 5 月 27 日決定 昭和 24 年 10 月 7 日訂正

1. 要 旨

試料を硝酸及び過鹽素酸で分解し、バナヂウム酸アンモン及びモリブデン酸アンモンを加え、珪酸を濾別した後、比色法によつて燐量を定める。

2. 操 作

試料 1g を 300cc 圓錐フラスコに採り、硝酸 (1:1) 約 7cc 及び過鹽素酸 (70%) 16cc を加えて加熱分解する。引續き加熱して硝酸を驅除し、約 2 分間過鹽素酸を沸騰させた後、加熱を止め、放冷した時僅かに液が残る程度にし水約 40cc を加え、冷水で室温になるまで冷却する。クロムが存在する時は過鹽素酸第一鐵溶液 3~4 滴を滴加してクロム酸を還元した後、バナヂウム酸アンモン溶液 10cc 及びモリブデン酸アンモン溶液 15cc を加える。これを 100cc メスフラスコに移し、標線まで水を加えて振盪する。乾燥濾紙で濾過し、初めの濾液少量は捨て、その後の濾液を比色装置に移す。別に標準鋼を採り試料と同様に處理して得た溶液を標準液として比色し燐量を定める。

備 考

1. ニッケル、クロムの如き有色イオンを生ずる元素を多量 (クロムは約 1% 以上、ニッケルは約 3% 以上) 含有してをる試料に對しては本方法は適用出来ない。
2. 砒素の含有量 0.2% 以下の試料に對しては本方法を適用し得る。砒素 0.2~1% を含有する試料の場合はバナヂウム酸アンモン溶液を加える前にクロム酸を還元し、尙過鹽素酸第一鐵溶液約 1cc を過剰に加え、以下本方法に準じて操作する。
3. 比色装置としてアルフリツヒ光度計を使用、或はデュボスク型比色計を光度計と同様な操作で使用する場合に、青色フィルター (S₁₇, 4700±150 Å) を使用し、豫め求めてある燐量と光度計或は比色計の讀みとの關係曲線から燐量を定める。
4. 過鹽素酸 (70%) の調製: 過鹽素酸 (60%) は、これを加熱濃縮して過鹽素酸 (70%) とする。市販過鹽素酸中にはクロムを含有するものがある故、加熱して煮沸するに至らせ、クロム酸による黄色を呈した時は冷却後沈澱した無水クロム酸をガラス濾過用で濾別して使用する。
5. 過鹽素酸第一鐵溶液の調製: 電解鐵粉約 5.6g を採り過鹽素酸 (70%) 約 27cc を加え、靜かに加熱溶解して水で約 1ℓ に稀釋する。
6. バナヂウム酸アンモン溶液の調製: バナヂウム酸アンモン約 2.4g を温湯約 500cc に溶解し、これに硝酸 (1:1) 約 20cc 及び水を加えて液量を約 1ℓ に稀釋する。
7. 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細粉約 150g に約 300cc の水を加えて加熱溶解した後、水を加えて約 1ℓ に稀釋する。
8. バナヂウム酸アンモン及びモリブデン酸アンモンによつて發色した標準液は密栓してをくならば、約 10 日間保存して使用に供し得る。但しこの際は試料分解の時非化水素酸少量を添加し、珪素を全部揮散させてをくことが必要である。
9. 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
分 放 冷 水 添 加	5
試 薬 添 加 100cc に 稀 釋	3
濾 過	3
比 色 計 算	1
	1
計	14

(注意: 鐵鋼迅速分析法, 改版 (昭和 24) 28 頁, 鐵及び鋼中の燐定量方法 (第 2 法) は廢止する。)