

## 日本學術振興會第 19 小委員會, 鐵鋼迅速分析方法

## 鐵及鋼 (鑄鐵及銑鐵) 中の非金屬介在物定量方法 (電解法)

昭和 25 年 3 月 31 日決定 昭和 26 年 3 月 31 日訂正

## 1. 要旨及び装置

鐵及び鋼 (炭素鋼) 中の非金屬介在物定量方法に準ずる。

## 2. 操 作

電解残渣を沃化鐵沃素溶液で處理し, クエン酸アンモン溶液で洗滌するまでは炭素鋼に準じて操作し, その後次の如く操作する。

残渣を濾紙と共に白金坩堝に移し, 灼熱灰化し炭酸ソーダ約 2g (残渣の多い場合は適宜増量) と混じて熔融する。冷却後温水で處理し, 鹽酸 (1 : 1) を徐々に加えて溶解し, 加熱して乾涸近く迄蒸發し, 冷却後過鹽素酸 (60%) 約 10cc を加え加熱を繼續し過鹽素酸の白煙が発生するに至らせる。冷却後水約 30cc を加えて加熱溶解し, 直ちに濾し始めは温過鹽素酸 (1 : 50) で洗滌し, 次で温水で鐵イオンが無くなる迄よく洗滌する。残渣は濾紙と共に白金坩堝に移し, 灼熱灰化して秤量し, 次に弗化水素酸と硫酸を用いて珪酸を除き, 灼熱秤量して珪酸の量を算出する。

珪酸定量後残渣を認むる時は少量の炭酸ソーダを混じて熔融し鹽酸 (1 : 2) で抽出して, これを前に保存してある濾液及び洗液に合はす。合液を 100cc メスフラスコに移し水を加えて標線迄稀釋し, 燐定量のため 25cc, 酸化第一鐵, 酸化マンガン, アルミナ定量のためには各々 50cc づつ分取する。

燐定量用の溶液は水で約 80cc に稀釋し, アンモニヤ水 (比重 0.9) を加えて水酸化鐵を生ずるに至らせ, これに硝酸 (比重 1.42) を加えて水酸化鐵を溶解し, 更に約 5cc を過剰に加え約 60°C に加温する。これにモリブデン酸アンモン溶液約 100cc を加え 5~10 分間十分に攪拌する。一夜放置後重量既知のガラス濾過坩堝で濾過し 280~330°C で恒量になる迄乾燥し, 燐モリブデン酸アンモン ( $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$ ) として秤量する。この重量に係數 0.1146 を乗じ, 燐化鐵に相當する酸化第一鐵の量を算出しておく。

酸化第一鐵, 酸化マンガン, アルミナ定量用の溶液は炭素鋼のそれぞれの操作に準ずる。こゝで求められた全酸化第一鐵量から前の燐化鐵に相當する酸化第一鐵量が減じたものを非金屬介在物として存在した酸化第一鐵量とする。

酸化第一鐵, 酸化マンガンの特に多い試料の場合には, 炭素鋼中の非金屬介在物, 酸化第一鐵, 酸化マンガン定量方法に準じて操作する。即ち 100cc づつ 2 個を分取し, 過酸化水素水を加熱分解後共に硫酸濃度を 2N にする。その一つは液狀亞鉛アマルガム還元法によつて過マンガン酸カリ標準溶液 (N/20) で滴定し, 全酸化第一鐵量を算出する。

他の一つは硝酸銀及び過硫酸アンモンを用いてマンガンを過マンガン酸に酸化し, 冷却後硫酸第一鐵アンモン標準液 (N/20) で滴定して酸化マンガン量を算出する。

## 備 考

1. 電解残渣に沃化鐵沃素溶液約 10cc を加えて約 1 時間振盪する操作の時, 電解残渣が特に多い場合は, 振盪しても尙沃素の色が溶液中に残存するに至る迄沃化鐵沃素溶液を適宜増加することを要する。

2. モリブデン酸溶液の調製: 粉末のモリブデン酸アンモン約 40g を水約 300cc に溶解し, これにアンモニヤ水 (15N) 80cc を加え, 冷却後攪拌しつゝ硝酸 (1 : 1) 600cc を注加する。一夜放置後濾過し濾液を使用する。(名大平野四藏氏寄稿)

## 文 献

- 19 委 1892, 和田委員, 科學研究所 (和田猪三郎, 石井頼三)
- 19 委 1917, 小林委員, 日本製鋼所 (前川靜彌)
- 19 委 1918, 和田委員, 科學研究所 (和田猪三郎, 石井頼三)
- 19 委 1959, 後藤委員, 東北大學金屬材料研究所 (後藤秀弘, 森村欣一)
- 19 委 2087, 和田委員, 科學研究所 (和田猪三郎, 石井頼三)
- 19 委 2275, 南波委員, 日立製作所 (北川 公)
- 19 委 2276, 和田委員, 科學研究所 (和田猪三郎, 石井頼三)