

# 日本學術振興會第 19 小委員會，鋼滓迅速分析方法

## 鐵及び鋼（タングステンを含む）中の磷定量方法（第 3 法）

（昭和 26 年 6 月 19 日決定）

### 1. 要 旨

試料を王水で分解後過鹽素酸を加えて蒸發し、折出したタングステン酸を濾別する。濾液にモリブデン酸アンモンを加えて磷モリブデン酸アンモンを沈澱させてこれを濾別し中和滴定法によつて磷を定量する。

### 2. 操 作

試料 1g を 300cc 圓錐フラスコに秤取し王水約 20cc を加えて加熱分解し、次に豫め 70~80°C に加温してある過鹽素酸 (60%) 約 30cc を加え加熱蒸發して過鹽素酸の白煙が烈しく發生するに至らせ、なお約 3 分間加熱を繼續する。少しく冷却後鹽酸 (1:1) 約 12cc 及び温湯約 50cc を添加し再び加熱して約 10 分間煮沸を繼續し可溶性物質を溶解する。沈澱したタングステン酸を細密濾紙及び濾過用圓錐を使用して 500cc 圓錐フラスコに吸引濾過し、鹽酸 (8:1000) で 5 回洗滌する。濾紙にアンモニア水 (比重 0.9) を除々に加えて僅かに水酸化鐵の沈澱が生ずるに至らせ、次に硝酸 (比重 1.42) を滴加してその沈澱を溶解し更に硝酸 (比重 1.42) 約 5cc を過剰に加え、水で稀釋し液量を約 150cc となし、約 60°C に加温する。これに豫め約 60°C に加温してあるモリブデン酸アンモン溶液約 100cc を加え約 2 分間十分に振盪した後約 60°C の湯浴中に 5~6 分間放置して沈澱を沈降させる。この沈澱を吸引濾過しフラスコ及び沈澱を、洗液に鐵イオンの反應がなくなる迄硝酸 (2:100) で洗滌し次に硝酸カリ溶液 (1%) 或は硝酸 (2:10000) で 10 回洗滌する。沈澱は濾紙と共に元のフラスコに移し水約 50cc を加え振盪して濾紙を十分破壊した後これに N/10 苛性ソーダ標準液を少しく過剰に加えて磷モリブデン酸アンモンの沈澱を溶解する。これにフェノールフタレイン溶液 3~4 滴を添加し N/10 硝酸標準液で赤色が消失する迄滴定し次式によつて磷量を算出する。

$$\frac{[N/10 \text{ 苛性ソーダ標準液使用量 (cc)} - N/10 \text{ 硝酸標準液使用量 (cc)}] \times 0.0135}{\text{試料 (g)}} = \text{磷 \%}$$

### 備 考

1. 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 30cc 及びアンモニア水 (比重 0.9) 約 80cc に溶解し、これを少量づつ硝酸 (1:1) 約 600cc 中に注加する。この際硝酸 (1:1) は絶えず振盪する。
2. 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 を添加した後水で 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。
3. N/10 硝酸標準液の調製：硝酸 (比重 1.42) 6.5cc を水で 1l に稀釋する。本標準液の N/10 に對する力價は苛性ソーダ標準液を用いて檢定する。
4. 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。
5. 本分析操作の所要時間は大略次表の如くである。

分 析 操 作				所要時間 (分)
試 分 煮 濾 沈 澱 濾 過 滴	料 解, 過, 澱, 過, 定,	秤 酸 洗 生 洗 計	量 化 沸 滌 成 滌 算	1
				8—12
				10
				4—5
				5—6
				4—5
計				35—43

### 文 献

- 19委—2081, 木村委員, 新扶桑金屬工業株式會社 (川村, 藤山)
- 19委—2124, 小林委員, 日本製鋼所 (菊池, 加藤)
- 19委—2125, 志村委員, 東京鋼材株式會社 (關口)
- 19委—2128, 伊丹委員, 株式會社神戸製鋼所
- 19委—2129, 渡邊委員, 日本特殊鋼株式會社
- 19委—2130, 木村委員, 新扶桑金屬工業株式會社 (細田, 藤沼)
- 19委—2146, 河合委員, 長崎製鋼株式會社 (小松, 前田, 森)
- 19委—2218, 木村委員, 新扶桑金屬工業株式會社  
(名大工學部 平野西藏氏昭和 27 年 5 月寄稿)