

# 日本學術振興會第 19 小委員會，鐵鋼迅速分析法

## 鐵及び鋼中の銅定量方法 (第 2 法)

(昭和 26 年 6 月 19 日決定)

### 1. 要 旨

試料を硫酸と硝酸との混酸で分解し、過マンガン酸カリを加えて有機物を酸化する。これを醋酸々性溶液とし、弗化アンモンを加えて鐵を弗化物錯鹽とした後沃化カリ-硫シアン化カリ混合溶液を加え遊離した沃素をチオ硫酸ソーダ標準液で滴定する。

### 2. 操 作

試料 1g を 500cc 圓錐フラスコに秤取し混酸 (硫酸 2, 硝酸 1, 水 10) 約 30cc を加えて加熱分解し、引續き加熱しつつ過マンガン酸カリ飽和溶液を滴加して少量の二酸化マンガンの沈澱が生ずるに至らせ、熱源から降して亞硝酸ソーダ溶液 (3%) を滴加して沈澱を溶解する。これにアンモニヤ水 (1:1) を少量づつ添加振盪して少量の水酸化鐵の沈澱が生ずるに至らせ、醋酸 (30%) 約 5cc を加えて沈澱を溶解する。次に亞硝酸ソーダ溶液 (3%) 2 滴を加えて振盪し、更に尿素約 1g を加えて加熱し煮沸するに至らせて亞硝酸を分解し、直ちに弗化アンモン約 7g を加えて振盪する。冷却後沃化カリ-硫シアン化カリ混合溶液約 10cc を加えて約 1 分間充分振盪し、澱粉溶液を指示薬として N/50 チオ硫酸ソーダ標準液で滴定して次式によつて銅量を算出する。

$$\frac{\text{N/50 チオ硫酸ソーダ標準液使用量 (cc)} \times 0.127}{\text{試料 (g)}} = \text{銅\%}$$

### 備 考

1. 試料中にニッケル、コバルト、クロム、モリブデン、砒素等は共存しても差支ない。しかしコバルト 40% 以上、またはクロム 60% 以上を含む試料は滴定のとき溶液が着色するために終點の判定が困難になる。

2. 試料がクロムを含む時は過マンガン酸カリ飽和溶液を添加し、その過剰を亞硝酸ソーダ溶液 (3%) で分解するとき溶液の色が過マンガン酸カリ飽和溶液添加前の色に戻り色調の變化がなくなつてから更に 1~2 滴を過剰に加える。

3. 試料のクロム含有量が大きで混酸 (硫酸 2, 硝酸 1, 水 10) で分解し難い時は硫酸 (1:5) 約 30cc を加えて加熱分解し、硝酸 (1:1) を滴加して鐵を酸化し、未分解の銅を分解した後過マンガン酸カリ飽和溶液約 5cc を一度に加えて暫時煮沸した後熱源から降し、亞硝酸ソーダ溶液 (3%) を加えて振盪し溶液の色調がもはや變化しなくなつてから更に 1~2 滴を過剰に加え、アンモニヤ水 (1:1) を少量づつ添加振盪し以下本文の操作に従う。

4. 試料がバナヂウムを含む時は正誤差を與えるが、その含量が 0.05% 以下のとき生ずる誤差は許容差 (0.02%) 範囲内である。

バナヂウム含量が 0.05~5% の試料は次の如く操作する。本文の操作で、弗化アンモン約 7g 添加後酒石酸溶液 (50%) 約 2.5cc を加えて加熱し、約 1 分間煮沸して溶液の色が淡青色になつた後熱源から降し、流水で冷却し沃化カリ-硫シアン化カリの混合溶液約 10cc を加え、以下本文の操作に従う。バナヂウム含量が 5~40% の試料の時は酒石酸溶液 (50%) 添加量を約 5cc とする。

5. 銑鐵試料は次の如く操作する。

試料 1g を 300cc ビーカーに秤取し、混酸 (硫酸 2, 硝酸 1, 水 10) 約 30cc を加えて加熱分解後、ガラス綿を用いて濾過し、少量の温湯で洗滌し濾液及び洗液を 500cc 圓錐フラスコに受ける。これを加熱しつつ過マンガン酸カリ飽和溶液を滴加して少量の二酸化マンガンの沈澱が生ずるに至らせ以下本文の操作に従う。

6. 沃化カリ-硫シアン化カリ混合溶液の調製: 硫シアン化カリ約 20g を水約 50cc に溶解し、これに沃化カリ約 15g を加えて溶解後 100cc に稀釋する。

7. 澱粉溶液の調製: 澱粉約 1g を細末となし少量の水で練り、約 1l の熱湯中に攪拌しつつ注加し、約 1 分間煮沸した後放冷する。本溶液は使用の都度調製する。

8. N/50 チオ硫酸ソーダ標準液の調製: 結晶チオ硫酸ソーダ 5g を水約 500cc に溶解し、これを 1l メスフラス

コに移し，水を加えて標線まで稀釋する，本標準液の力價は硫酸銅を用いて決定する。

9. 試薬中に不純物を認めた場合は空實驗を行つて銅量を補正することが必要である。

10. 本分析操作の所要時間は大略次表の如くである。

分 析 作 操	所 要 時 間 (分)	
	銅	銑 鐵
試 分	1	1
料 解	3	5~8
KMnO <sub>4</sub> , NaNO <sub>2</sub>	1	1
中和, NaNO <sub>2</sub> 及び尿素添加	3	3
NH <sub>4</sub> F 添加, 振盪, 冷却	2	2
KI, KCNS 添加, 振盪	1	1
滴 定, 計	1	1
	12	14~18

### 文 献

- 19 委—1952 小平委員，八幡製鐵株式會社 (神森，秋山)
- 19 委—1970 後藤委員，東北大學金屬材料研究所
- 19 委—1971 小平委員，八幡製鐵株式會社 (神森)
- 19 委—1995 木村委員，新扶桑金屬株式會社 (荒川，西田，堀場)
- 19 委—1996 西山委員，川崎重工業株式會社 (長田)
- 19 委—1997 小平委員，八幡製鐵株式會社 (神森)
- 19 委—1999 木村委員，新扶桑金屬工業株式會社 (細田，藤沼)
- 19 委—2000 伊丹委員，神戸製鋼所
- 19 委—2001 小平委員，富士製鐵株式會社 (岩橋，長洞)
- 19 委—2002 笹部委員，日本鋼管株式會社 (高野，橋本)
- 19 委—2051 小平委員，八幡製鐵株式會社 (神森，向江脇)
- 19 委—2052 小林委員，日本製鋼所
- 19 委—2054 木村委員，新扶桑金屬工業株式會社 (細田，藤沼)
- 19 委—2055 西山委員，川崎重工業株式會社 (長田)
- 19 委—2082 木村委員，新扶桑金屬工業株式會社 (細田，藤沼)
- 19 委—2135 菊池委員，日本鋼管株式會社 (齋藤)
- 19 委—2269 木村委員，新扶桑金屬工業株式會社 (細田，藤沼，杉本)

(名大工學部 平野四藏氏寄稿)