

日本學術振興會第 19 小委員會，鐵鋼迅速分析方法

鐵及び鋼中の珪素定量方法(第 4 法)，(比色法)

(昭和 26 年 6 月 18 日 決定)
(昭和 27 年 3 月 29 日 訂正)

1. 要 旨

試料を硝酸で分解し，過マンガン酸カリを加えて酸化した後モリブデン酸アンモンを加え加熱する．次に弗化水素酸及び鹽化第一錫を加えて發色したモリブデン青の色を比色定量する．

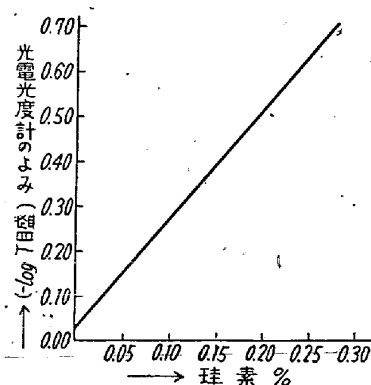
2. 分析操作

試料 0.2g を 300cc 圓錐フラスコに秤取し硝酸 (1:2) 約 7cc を加え徐々に加熱して分解する．これに過マンガン酸カリ溶液 (1%) を滴加し加熱酸化して二酸化マンガンの沈澱が生ずるに至らせて有機物等を酸化する．次に亞硝酸ソーダ溶液 (10%) を滴加して二酸化マンガンの沈澱を溶解し，なお煮沸して過剰の亞硝酸を驅除する．温水約 25cc を加えた後モリブデン酸アンモン溶液 (10%) 約 10cc を加え黃白濁溶液とした後熱板上或は湯中で約 50°C に加温して珪モリブデン酸の黃色を發色させる．熱源から降り弗化水素酸 (4%) 約 10cc をフラスコを振盪しながら滴加して透明溶液にする．流水で室温迄冷却した後 200cc メスフラスコに移し水で標線迄稀釋し振盪する．その中から 20cc を分取し，水約 50cc 及弗化水素酸 (4%) 約 15cc を加え，更に鹽化第一錫溶液約 1cc を加えて振盪した後水で 100cc に稀釋する．この溶液と標準鋼を同様に操作して發色させた標準液とをデュボスク比色計を用いて比色定量する．

備 考

1. 試料溶液は液量が少ない故急激な加熱に依つて蒸發乾涸しない様に注意を要する．
2. 試料分解には混酸 (硝酸 1, 硫酸 3, 水 16) を用いてもよい．試料の分解が終つたら直ちに熱源から降すことが必要で，長時間加熱すると鹽類が析出するおそれがある．クロム含有量の高い試料の場合は特に注意を要する．
3. モリブデン酸アンモン溶液を加えた後の加熱温度は 40~50°C とし餘り高温にならない様に注意し，なお時々振盪して突沸を防ぐのがよい．
4. 試料中に存在する磷，砒素は弗化水素酸の添加に依つて悪影響を及ぼさなくなり，且つ鐵鹽に依る影響も僅少である．
5. 標準液調製には珪素含有量が試料と近似の標準鋼を用い，試料を同時に操作して調製する事が望ましい．200cc に稀釋した溶液は 1 日ごとに取替える程度でよいが，弗化水素酸及び鹽化第一錫溶液を加えて發色した溶液は一定量操作ごとに更新することが必要である．
6. 標準鋼と試料の珪素含有量が相違する時はそれに應じて試料の採取量を加減してもよい．
7. 標準鋼を用いて豫め珪素檢量線を作成しておき，光電光度計等を用いて測定するのも便利である．
8. 弗化水素酸(4%) を使用するために多少ガラス容器は腐蝕されるが，本方法に及ぼす影響は無視し得る．
9. 鹽化第一錫溶液の調製 錫約 1g を鹽酸 (比重 1.18) 約 100cc 中に加え静かに加熱して溶解する．
10. 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 料 秤 量	1
分解，酸化，二酸化マンガン分解	2~3
試薬添加，加温，冷却，稀釋	3
分液，試薬添加，發色	2~3
比 色， 計 算	2
計	10~12



附圖 光電光度計を用いた珪素定量用檢量線例
フィルター S 66 (ツアリス製) 使用

文 献

- 19委—2075, 木村委員, 住友金屬工業株式会社 (弘瀬, 長谷川)
 19委—2107, 木村委員, 住友金屬工業株式会社 (細田, 藤沼)
 19委—2111, 小平委員, 八幡製鐵株式會社 (神森, 大羽)
 19委—2118, 後藤委員, 東北大學金屬材料研究所
 19委—2213, 木村委員, 住友金屬工業株式会社
 19委—2381, 菊池委員, 日本鋼管株式會社 (齋藤, 伊藤)
 19委—2383, 河合委員, 長崎製鋼株式會社 (小松, 前田, 北御門)
 19委—2558, 小平委員, 八幡製鐵株式會社 (神森, 大羽) (昭和 28 年 1 月名大工學部平野四藏氏寄稿)