

日本學術振興會第 19 小委員會，鐵鋼迅速分析方法 鐵及び鋼中のマンガン定量方法 (第 3 法)

(コバルト或はクロムを含有する試料中のマンガン定量) (昭和 27 年 11 月 17 日決定)

1. 要 旨

試料を硫酸或は鹽酸と硝酸の混酸で分解し蒸發乾涸した後鹽酸及び水を加えて溶解し亞硫酸ソーダを加えて第二鐵鹽を還元する。シアンカリのアルカリ溶液を加えてマンガンを沈澱させて濾別し沈澱を混酸及び過酸化水素水で溶解する。觸媒として硝酸銀を加えた後過硫酸アンモンを加えて煮沸し、マンガンを過マンガン酸となし、冷却後食鹽を加え亞硫酸ソーダ標準液で滴定する。

2. 操 作

試料 0.2g を圓錐フラスコに秤取し硫酸 (1:5) 或は混酸 (鹽酸 2, 硝酸 1) 約 20cc を加えて加熱分解し、引續き加熱して蒸發乾涸する。鹽酸 (比重 1.18) 約 5cc を加えて殘渣を溶解し水で約 100cc に稀釋後亞硫酸ソーダ溶液 (10%) 約 10cc を加え、約 3 分間煮沸して第二鐵鹽を第一鐵鹽に還元する。次に炭酸ソーダ飽和溶液を少量ずつ加えて中和した後シアンカリのアルカリ溶液約 20cc 及び過酸化水素水 (30%) 約 2cc を加え、3~5 分間煮沸してマンガンを完全に沈澱させて濾過し温湯で十分洗滌する。混酸約 20cc 及び過酸化水素水 (0.3%) 約 10cc を加えて沈澱を溶解後温湯約 50cc を加えて稀釋し、硝酸銀溶液 (0.5%) 約 10cc を加え、加熱して煮沸するに至らせ、次に過硫酸アンモン溶液 (20%) 約 10cc を加えなほ引續き 1 分間加熱してマンガンを過マンガン酸に酸化する。

冷水を加えて液量を約 150cc に稀釋した後冷水を用いて溶液が室温以下になる迄冷却する。これに食鹽溶液 (1%) 約 10cc を加えて振盪し直ちに亞硫酸ソーダ標準液で速に滴定し次式に依つてマンガン量を算出する。

$$\frac{\text{亞硫酸ソーダ標準液} \times \text{亞硫酸ソーダ標準液 1cc のマンガン相當量 (g)}}{\text{使用量 (cc)}} \times 100 = \text{マンガン \%}$$

試 料 (g)

備 考

1. 本法はコバルト約 4% 以上、或はクロム約 2% 以上の試料に適用する。
2. 試料を硫酸 (1:5) 約 20cc で分解した場合は亞硫酸ソーダに依る還元操作を省略してもよい。
3. 過硫酸アンモンは純度が低いと酸化力が弱くて誤差を生ずることがあるから純度の高いものを使用することが必要である。
4. 二酸化マンガンを沈澱させる時、過酸化水素水 (30%) 約 2cc の代りに過酸化ソーダ約 0.3g を加えてもよい。
5. シアンカリのアルカリ溶液調製：苛性ソーダ溶液 (4%) 中にシアンカリ約 250g を溶解して濾過後、苛性ソーダ溶液 (4%) で稀釋して約 1ℓ にする。
6. 二酸化マンガン溶解用混酸の調製：水約 750cc 中に硫酸約 150cc を加えて冷却した後、硝酸約 100cc を加える。
7. 亞硫酸ソーダ標準液の調製：無水亞硫酸 (As_2O_3) 0.85g を採取し水約 150cc 及び無水炭酸ソーダ約 3g を加えて溶解し、炭酸ガスを約 3 分間通じて飽和させた後水で 1ℓ に稀釋する。本標準液のマンガン相當量は標準鋼を採り第 1 法に準じて操作した後本液で滴定し次式に依つて算出する。

$$\frac{\text{標準鋼のマンガン含有量 (\%)} \times \text{標準鋼採取量 (g)}}{\text{亞硫酸ソーダ標準液使用量 (cc)} \times 100} = \text{亞硫酸ソーダ標準液 1cc のマンガン相當量 (g)}$$

8. 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)	
	硫酸だけで分解する場合	混酸で分解する場合
試料秤量	1	1
分解及び蒸發	3~5	5~10
還元操作	—	3~5
中和、沈澱生成	3~5	3~5
濾過、洗滌	2~3	2~3
沈澱溶解、酸化、冷却	6~8	6~8
滴定、計算	1~2	1~2
	16~24	21~34

文 献

- 19 委—2111 木村委員，住友金屬工業株式会社(堂谷)
- 19 委—2214 志村委員，東京鋼材株式会社(關口)
- 19 委—2215 平野委員，名古屋大學工學部
- 19 委—2322 大河原委員，日本特殊鋼株式会社
- 19 委—2483 木村委員，住友金屬工業株式会社
- 19 委—2486 木村委員，住友金屬工業株式会社
- 19 委—2696 小出委員，住友金屬工業株式会社

(昭和 28 年 1 月名大平野四藏氏寄稿)