

日本學術振興會第 19 小委員會, 鐵鋼迅速分析方法

鐵及び鋼中のクロム定量方法 (第 1 法) (過硫酸アンモン法)

(昭和 17 年 5 月 27 日決定)
(昭和 27 年 11 月 18 日訂正)

1. 要 旨

試料を硫酸で分解し觸媒として硝酸銀を加え, 更に過硫酸アンモンを加えてクロムを酸化する. これに鹽酸を加えて過マンガン酸を分解し次で硫酸マンガンを添加する. 冷却後硫酸第一鐵アンモン標準液を加えてこれを還元し過マンガン酸カリ標準液で逆滴定する.

2. 試 料

試料はクロム含有量に應じて下表の標準に従つて採取する.

クロム含有量 (%)	採 取 量 (g)
5 未 滿	1
5 以 上	0.2~0.5

3. 操 作

試料を圓錐フラスコに秤取し温硫酸 (1:4) 約 40cc を加え加熱分解する. 分解後硝酸 (比重 1.42) 2~3cc を加え, 約 1 分間煮沸して第一鐵を酸化し亞硝酸ガスを驅

除する. 温湯を加えて液量を約 100cc とした後硝酸銀溶液 (0.5%) 約 10cc 及び, 過硫酸アンモン溶液 (20%) 約 10cc を加え, 煮沸してクロムを重クロム酸に酸化する. 約 2 分間煮沸を繼續して過硫酸アンモンを分解した後, 鹽酸 (1:3) 約 5cc を加え, ついで硫酸マンガン溶液 (10%) 約 5cc を加えて約 3 分間煮沸する. 過マンガン酸カリに依る色, 又は二酸化マンガンの沈澱がなお残有する場合は鹽酸 (1:3) を更に 2~3cc 加え煮沸してこれ等を完全に分解し發生した鹽素を驅除する. 冷水を用いて室温以下になる迄冷却した後, 水を加えて液量を約 250cc に稀釋する. N/10 硫酸第一鐵アンモン標準液を加えて, 重クロム酸に依る橙赤色が消失した後なお約 5cc を過剰に加える. 直ちに過剰の硫酸第一鐵アンモンを N/10 過マンガン酸カリ標準液で滴定し次式に依つてクロム量を算出する.

$$\frac{\left(\begin{array}{l} \text{N/10 硫酸第一鐵アンモン} \\ \text{標準液使用量 (cc)} \end{array} - \begin{array}{l} \text{N/10 過マンガン酸カリ} \\ \text{標準液使用量 (cc)} \end{array} \right) \times 0.173}{\text{試 料 (g)}} = \text{クロム \%}$$

備 考

1. 試料を硫酸 (1:4) 約 40cc で分解し, 硝酸 (比重 1.42) 2~3cc で酸化した場合に黒鉛等の残渣を認めた時はこれを濾別する.
2. 高炭素—高クロム鋼の如き試料で分解後炭化物が残存する時は硫酸白煙が發生する位迄加熱を繼續して, これをコロイド狀に分解した後硝酸 (比重 1.42) 2~3cc を加えて酸化することが必要である.
3. タングステンまたはバナヂウムを含有する試料は, 硫酸 (1:4) 約 40cc 及び燐酸 (比重 1.7) 約 5cc を加えて加熱分解し, 残渣を生じた時はこれを濾別し, 以下本法に準じて操作しクロムを定量する.
4. 試料が炭素鋼の時は硫酸及び硝酸の混酸 (硫酸 5cc, 硝酸 5cc, 水 30cc) 約 40cc を加えて加熱分解し, 亞硝酸ガスを驅除した後温湯を加えて液量を約 100cc とし, 以下本法に準じて操作しクロムを定量する.
5. N/10 硫酸第一鐵アンモン標準液の調製: 結晶硫酸第一鐵アンモン 40g を適量の水に溶解し之に硫酸 (1:1) 約 100cc 及び水を加えて 1l に稀釋する. 本標準液の N/10 に對する力價は使用の都度 N/10 過マンガン酸カリ標準液で檢定する.
6. N/10 過マンガン酸カリ標準液の調製: 過マンガン酸カリ 3.2g を水約 1l に溶解し 2~3 晝夜放置した後, 石綿を用いて濾過する. 本標準液は褐色瓶に貯藏し N/10 に對する力價は蓆酸ソーダを用いて檢定する.
7. 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)
試料秤量	1
分 解	3~5
クロム酸化	2
二酸化マンガン分解 硫酸マンガン溶液添加	3
冷 却	1~2
滴 定	1
計	11~14

文 献

- 19 委—2334, 木村委員, 住友金屬工業株式会社 (細田, 小野)
 19 委—2497, 酒井委員, 關東特殊鋼株式会社 (根本古谷, 相澤)
 19 委—2498, 大河原委員, 日本特殊鋼株式会社
 19 委—2620, 小平委員, 八幡製鐵株式会社 (神森, 向江 勝)
 19 委—2721, 森委員, 住友金屬工業株式会社 (細田)
 (昭和 28 年 1 月名大平野四藏氏寄稿)

日本學術振興會第 19 小委員會, 鐵鋼迅速分析法

鐵及び鋼中のクロム定量方法 (第 3 法), (過鹽素酸法)

(昭和 27 年 11 月 18 日決定)

1. 要 旨

試料を過鹽素酸で分解し, 引続き加熱して過鹽素酸の白煙が発生するに至らせてクロムを酸化する. 次に硫酸第一鐵アンモン標準液を加えて還元した後過マンガン酸カリ標準液で逆滴定する.

2. 試料及び分解用過鹽素酸

試料秤取量及び分解用過鹽素酸使用量は次の標準による.

試料の種類	試料秤取量 (g)	過鹽素酸使用量 (cc)
炭 素 鋼	2	25
クロム 5% 未満の鋼	1	20
クロム 5% 以上の鋼	0.2	15

3. 操 作

試料を 300cc 圓錐フラスコに秤取し, 過鹽素酸(60%) を加え熱板上で加熱分解する. 試料が分解後フラスコの口に漏斗を挿入して過鹽素酸の濃厚な白煙が発生する迄加熱を繼續してクロムを酸化する. 少し冷却後漏斗及び

フラスコの内壁を温湯約 30cc で洗滌し漏斗は取り除く. この洗液で析出していた鹽類を溶解し, なお約 2 分間煮沸して鹽素を驅除した後, 室温以下になる迄冷却する. これに硫酸 (1:1) 約 20cc 及び磷酸 (10%) 約 30cc を添加し, さらに冷水を加えて液量を約 200cc となし N/10 硫酸第一鐵アンモン標準液を加えて重クロム酸に依る橙赤色を消失させた後なおその約 5cc を過剰に加える. 直ちに N/10 過マンガン酸カリ標準液で逆滴定し次式によつて

$$\frac{\left(\frac{N}{10} \text{ 硫酸第一鐵アンモン標準液使用量 (cc)} - \frac{N}{10} \text{ 過マンガン酸カリ標準液使用量 (cc)} \right) \times 0.173}{\text{試料 (g)}} = \text{クロム \%}$$

3. 備 考

1. クロム含有量の少い試料は硝酸 (比重 1.42) 約 30cc 及び過鹽素酸 (60%) 約 20cc を加え加熱分解してもよい.
2. 銑鐵試料は過鹽素酸 (60%) 約 30cc 及び弗化水素酸約 5cc を加えて加熱分解し, 2~3 分間煮沸した後漏過洗滌する. 濾液を加熱して過鹽素酸の濃厚な白煙が発生するに至らせてクロムを酸化した後以下本法に準じ操作してクロム量を求める.
3. 過鹽素酸の濃厚な白煙が発生させる操作はフラスコの内壁が透明になり, 漏斗の上に濃厚な白煙が出初める程度進行うことが必要である.
4. 過鹽素酸の白煙発生操作が正常に進行する場合にはフラスコに漏斗を挿入するのは省略してもよい.
5. 試料中のマンガン含有量は約 3% 迄ならば本法に悪影響は及ぼさない.
6. 使用する過鹽素酸は空実験を行つて, クロム定量値を補正することが必要である.
7. N/10 硫酸第一鐵アンモン標準液の調製: 結晶硫酸第一鐵アンモン 40g を適量の水に溶解し之に硫酸 (1:1) 約 100cc 及び水を加えて 1l に稀釋する. 本標準液の N/10 に對する力價は使用の都度 N/10 過マンガン酸カリ