

操 作	所要時間 (分)
試料秤量	1
分 解	3~5
クロム酸化	2
二酸化マンガンを分解 硫酸マンガンを溶液添加}	3
冷 却	1~2
滴 定	1
計	11~14

文 献

- 19 委—2334, 木村委員, 住友金属工業株式会社 (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, 住友金属工業株式会社 (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

標準液で検定する。

8. 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 1*l* に溶解し 2~3 晝夜放置した後、石綿を用いて漏過する。本標準液は褐色瓶に貯藏し N/10 に對する力價は蓚酸ソーダを用いて検定す。

9. 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	2
過鹽素酸白煙發生	5~7
洗滌, 煮沸	3
冷 却, 滴 定	2~3
計	13~16

文 献

- 19 委—1724, 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (細田, 荒川)
 19 委—2086, 木村委員—住友金屬工業株式會社 (桐山, 川村, 橋田, 松本)
 19 委—2149, 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (細田, 小野)

- 19 委—2150, 渡邊委員, 日本特殊製鋼株式會社
 19 委—2152, 小平委員, 八幡製鐵株式會社 (末松, 矢田)
 19 委—2154, 河合委員, 長崎製鋼株式會社
 19 委—2155, 小林委員, 株式會社日本製鋼所 (菊地)
 19 委—2263, 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (桐山, 川村, 橋田)
 19 委—2385, 後藤委員, 東北大學金屬材料研究所 (柿田)
 19 委—2496, 小平委員, 八幡製鐵株式會社 (永岡)
 19 委—2610, 西山委員, 川崎製鐵株式會社 (岸高)
 19 委—2711, 小出委員, 住友金屬工業株式會社 (桐山)

(昭和 28 年 4 月名大平野四藏氏寄稿)