

# 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 4 法)

(硝酸銀添加，過マンガン酸カリ酸化法)

(昭和 27 年 11 月 18 日決定)

### 1. 要 旨

試料を硫酸，硝酸及び磷酸の混酸で分解し，硝酸銀及び過マンガン酸カリを加え煮沸してクロムを酸化する。これに食塩溶液を加えて過剰の過マンガン酸を分解し，冷却後硫酸第一鉄アンモン標準液を加えて重クロム酸を還元し，次に過マンガン酸カリ標準液で逆滴定する。

### 2. 試 料

試料は次の標準に従つて採取する。

試料の種類	試料秤取量 (g)
炭 素 鋼	2
クロム 5%未満の鋼	1
クロム 5%以上の鋼	0.2

### 3. 操 作

試料を 500cc 円錐フラスコに秤取し，硫酸，硝酸及び磷酸の混酸約 40cc を加えて加熱分解し，温湯約 50 cc を加えて稀釈する。これに硝酸銀溶液 (0.5%) 約 5 cc を加えて煮沸し，更に過マンガン酸カリ溶液 (1%)

を溶液の赤紫色が残る迄添加し，二酸化マンガンの沈澱が残存するか或は過マンガン酸の赤紫色を持続させながら約 1 分間煮沸を続ける。次で食塩溶液 (5%) 約 10cc を加えて過剰の過マンガン酸或は二酸化マンガンを分解し硫酸マンガン溶液 (10%) 約 5cc を添加し約 1 分間煮沸を継続する。冷水で室温以下になる迄冷却し，冷水を加えて液量を約 300cc に稀釈する。N/10 硫酸第一鉄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，なおその過剰約 5cc を加える。直ちに過剰の硫酸第一鉄アンモンを 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。

$$\frac{\left( \frac{N/10 \text{ 硫酸第一鉄アンモン}}{\text{標準液使用量 (cc)}} - \frac{N/10 \text{ 過マンガン酸カリ}}{\text{標準液使用量 (cc)}} \right) \times 0.173}{\text{試 料 (g)}} \quad \text{クロム \%}$$

### 備 考

硫酸，硝酸及び磷酸の混酸調製：硫酸 (1:1) 約 150cc，硝酸 (比重 1.42) 約 175cc，磷酸 (85%) 約 75cc を混じ，更に水を加えて約 1l にする。

1. クロム含有量の多い試料は硫酸 (1:4) 約 40cc を加えて加熱分解し，ついで混酸約 40cc を加えて暫時煮沸した後，温湯約 50cc を加え以下本法に準じて操作する。但し滴定は過マンガン酸カリ標準液の最初の 1 滴で着色した点を終点とする。

2. クロム含有量の多い試料は滴定前の硫酸マンガン溶液 (10%) 添加を省略してもよい。

3. 試料が銑鉄の場合は次の如く操作する。試料 2g を秤取し，硫酸 (1:9) 約 50cc，弗化水素酸 6~8cc を加えて加熱分解し，硝酸 (比重 1.42) 約 3cc を加えて第一鉄を酸化し暫時煮沸して亜硝酸ガスを駆除する。ついでこれを濾過し，温湯で洗滌後濾液に磷酸 (85%) 約 3cc を添加し，温湯で約 100cc に稀釈し以下本方法に準じてクロムを定量する。

4. クロム酸化のための過マンガン酸カリ溶液の添加は溶液に赤紫色を持続させる程度とし大過剰にならないように注意する。

5. 硫酸，硝酸及び磷酸の混酸調製：硫酸 (1:1) 約 150cc，硝酸 (比重 1.42) 約 175cc，磷酸 (85%) 約 75cc を混じ，更に水を加えて約 1l にする。

6. N/10 硫酸第一鉄アンモン標準液の調製：結晶硫酸第一鉄アンモン 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 に稀釈する。本標準液の N/10 に対する力価は使用の都度 N/10 過マンガン酸カリ標

準液で検定する。

7. 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 昼夜放置した後、石綿を用いて濾過する。本標準液は褐色瓶に貯蔵し N/10 に対する力価は蔭酸ソーダを用いて検定する。

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)
試料秤量	1
分解	1
クロム酸化	1.5~2.0
過マンガン酸又は二酸化マンガン分解	1.5
冷却	1
滴定	1
	7.0~7.5

#### 文 献

- 19 委—2151, 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (桐山, 川村)
- 19 委—2260, 小林委員, 株式會社日本製鋼所
- 19 委—2278, 大河原委員, 日本特殊鋼株式會社
- 19 委—2332, 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (細田, 小野)
- 19 委—2333, 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (桐山, 川村)
- 19 委—2334, 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (細田, 小野)
- 19 委—2335, 後藤委員, 東北大學金屬材料研究所 (柿田)
- 19 委—2338, 酒井委員, 關東特殊製鋼株式會社 (根本)
- 19 委—2712, 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)