

第 1 圖 電壓 1V に於ける銅片の本数 (電流密度) と電解残渣生成率との關係

本づつについては約 0.6Amp (2.5Amp/dm²) 流れる事になり 1 本の場合に比し 1 本づつに流れる電流量が少ない、従つて残渣生成率が電流密度にも深い関係があると思われた。

尙電解銅片 1~2 本の場合には生成電解残渣は拇指、食指にて甚だよく剝離された。

(94) 銅合金 (主としてアルミ青銅) 中の鐵の迅速定量法に就て

Quick Determination of Iron in Copper Alloys (Chiefly, Aluminum Bronzes)

住友金屬工業製鋼所 西 田 重 利

I. 緒 言

銅合金中の鐵を定量するには、先づ多量に存在する銅を分離する必要がある。而して従来法は電解により銅を析出せしめて、その定量を行うと同時に分離を行い、その濾液より鐵、アルミニウム、亜鉛等のその他の元素を系統分析により定量して来た。

然し乍ら系統分析は作業能率上、幾多の難点を有しており、多量の試料を取扱う工場分析に於いては不適當である。従つて工場分析では各定量元素の個々に就き別個

に処理して同時に定量する方法を確立する事が望まれる。

そこで先づアルミ青銅中の鐵定量に就いて検討を加え、銅の分離を設備及び長時間を要する従来の電解法によらず、還元能力の極めて強力な固体亜鉛アマルガムを使用して数分間で溶液中の銅を吸着の少ない純粋な金屬銅として殆んど 100% 完全に析出せしめると同時に鐵を第一鉄として還元せしめたる後、金屬銅を分離し直ちに過マンガン酸カリ標準液で滴定すれば、極めて迅速に且つ合理的に、而も正確度を低下する事なく鐵の定量が可能となるのではないかと考え、本法の成否を決定すると考えられる。(1) 酸性度, (2) 液温, (3) 時間, (4) 固体亜鉛アマルガム量等の諸因子に就いて詳細なる検討を加えた結果、その最適操作条件を見出し、分析法を規定して實際工場分析に応用し、従来、銅を電解により定量した後で行つて来た鐵の定量を直接行い、迅速に (30 分間以内) 而も正確なる定量値を得て作業能率を著るしく向上する事が出来たので、それ等の結果に就いて報告する。

II. 基礎 實 験

溶液中の銅を金屬銅として析出せしめる場合には通常、比較的安定な硫酸々性で行われるが、その際の硫酸々性度は金屬銅の析出及びその安定性に大なる影響を及ぼす。依つて還元剤として固体亜鉛アマルガム及び金屬亜鉛を使用した場合の硫酸々性度の影響に就いて検討した。

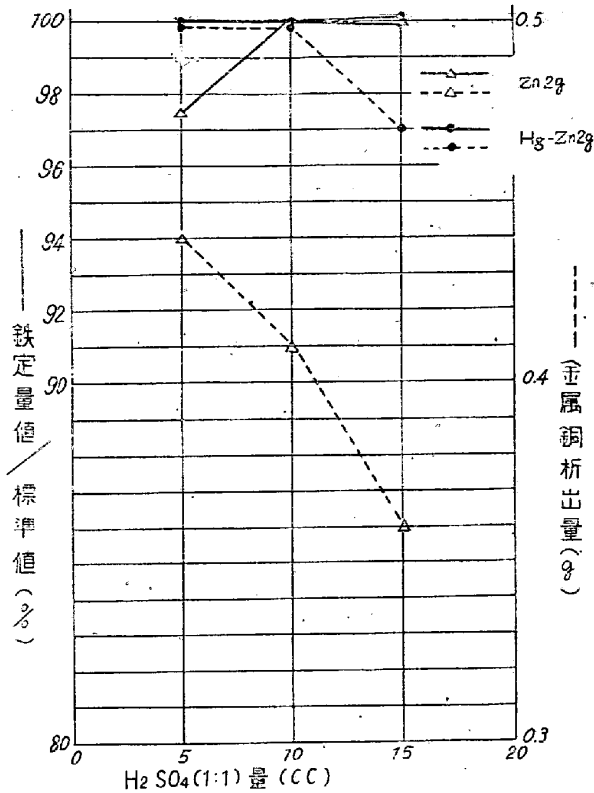
猶実験に使用した銅合金の成分は第 1 表に示す如きものである。

第 1 表 實驗供試料

試料名	成分	Si	Al	Fe	Cu
アルミ青銅		0.09	9.52	3.11	殘

実験方法としては試料 0.5g を秤取し稀硝酸 (1:1) 20cc に溶解したる後、過塩素酸 10cc を加えて濃縮し濃厚なる白煙を発生せしめる。冷却後温湯 100cc に溶解し稀硫酸を添加して硫酸々性とする。次に煮沸し始める迄加熱し固体亜鉛アマルガム又は金屬亜鉛 2g を加え 2 分間煮沸して金屬銅を析出せしめたる後、濾過し温稀硫酸溶液 (2:100) で洗滌し迅速に冷却して直ちに N/10 過マンガン酸標準液で滴定し鐵を定量すると同時に溶液中に残存する銅を定量して析出金屬銅量を求めた。

その結果は第 1 圖に示す如くである。



第 1 圖 H₂SO₄ 酸性度の鐵定量値と金屬銅析出量に及ぼす影響

即ち硫酸々性度が大きくなるに従つて鐵定量値は良好なる結果を得るが、銅析出量は反対に低下する。而して實際には鐵定量値の良好な範囲内で金屬銅の析出が最も大なる条件を選択する事が必要であるが、金屬亜鉛では金屬銅の析出量はその最高で 90% であつた。

それに比して固体亜鉛アマルガムを使用すれば最適条件では溶液中の銅の 99.8% は金屬銅として析出し且つその時の鐵定量値の正確度も極めて良好である。即ち硫酸 (1:1) 添加量 5~10cc の範囲内に於いては鐵定量値は良好であり金屬銅の析出量も 99~99.8% であり満足すべき結果を得た。

次に液温及び還元時間に就いて煮沸した時と煮沸せざる場合に就いて比較検討した結果は 2~3 分間煮沸した時が最も良好であつた。

固体亜鉛アマルガムの添加量に就いては、若し不充分であれば鐵定量値及び金屬銅析出量が低下し、又多量に過ぎれば反応が激烈すぎる難点があるので検討した結果、2g を使用した場合が合理的で最も良好なる結果を得た。

III. 最適分析操作の決定

以上の基礎実験の結果より分析操作を次の如く規定した。

分析操作

試料 0.5g を秤取し硝酸 (1:1) 20cc に溶解したる後、過塩素酸 10cc を加えて濃縮し濃厚なる白煙を発生せしめる。冷却後温湯 100cc を加えて溶解し稀硫酸 (1:1) 5cc を加え煮沸し始める迄加熱したる後、固体亜鉛アマルガム 2g を加え約 2 分間煮沸する。冷却後濾過し温稀硫酸溶液 (2:100) にて洗滌し直ちに N/10 過マンガン酸カリ標準液で滴定し次式により鉄量を求める。

$$\frac{N/10 \text{ 過マンガン酸カリ使用量 (cc)} \times 0.005584}{\text{試料 (g)}} \times 100 = \text{鉄 (\%)}$$

IV. 總 括

銅合金中の鐵定量法に就いて固体亜鉛アマルガムにより溶液中の銅を金屬銅として析出せしめると同時に、鉄を第一鉄として還元し直ちに過マンガン酸カリ標準液で滴定する方法に就いて検討した結果、硫酸々性度と銅析出量及び鐵還元量との間には相対的な関係のある事を見出し最適の分析操作を規定し日常分析に應用して迅速正確に銅合金中の鉄を定量する事が可能となり作業能率を向上し得た。

(95) 鐵鋼中窒素の簡易蒸溜法

(Simple Method of Distillation of Nitrogen in Iron and Steel)

富士製鐵株式會社釜石製鐵所 大倉與三郎

鐵鋼中の窒素の蒸溜法により分析する場合には、學法で決定した標準法でも亦はそれを變形した迅速法でも、常に必らず、試料を予め酸で加熱分解する分解装置と、分解された試料溶液をアルカリ性にして蒸溜する蒸溜装置との 2 つの装置から成り立っている。もしこの場合に、分解と蒸溜とが同一の装置で連続して行えるものであれば手数が省けて非常に簡便になるのではあるまいかと考えて、その装置を考案した。

装置の全体は図の通りである。

I. 分 解 操 作

試料 2~5gr をケルダールフラスコ D に秤取し装置を組立てる、漏斗 C より 6N H₂SO₄ 20~50cc 注加し、三方コック c を閉じる。三方コック d 及び e を廻して D-E-e-I-外氣を連通せしめておき、D を加熱する。