

# 日本學術振興會第 19 小委員會, 鐵鋼迅速分析法

## 酸性鋼滓中の酸化マンガン定量方法 (第 2 法)

### (硫酸バナヂル滴定法)

昭和 27 年 11 月 18 日決定)

#### 1. 要 旨

試料を磷酸で分解し, 硫酸及び水で処理した後, 硝酸銀及び過硫酸アンモンを加え, 煮沸してマンガンを通マンガン酸に酸化し, 冷却後食塩を加え硫酸バナヂル標準液で滴定する。

#### 2. 操 作

試料 0.1g を 300cc 円錐フラスコに採り, 磷酸 (比重 1.7) 約 10cc を加えて加熱分解する。温水約 100cc を加えて稀釈し, 硫酸 (1:1) 約 5cc 及び硝酸銀溶液 (0.5%) 約 10cc を加え, 加熱を継続して煮沸するに至らせ, 次に過硫酸アンモン (20%) 約 10cc を徐々に加え, なお引続き 1 分間加熱して, マンガンを通マンガン酸に酸化する。冷水を用いて室温以下になる迄冷却する。ついで食塩溶液 (0.2%) 約 10cc を加えて振盪し, 直ちに N/10 硫酸バナヂル標準液で速に滴定し, 次式に依つて酸化マンガン量を算出する。

$$\frac{N/10 \text{ 硫酸バナヂル標準液の使用量(cc)} \times 1.42}{\text{試料 (g)}} = \text{酸化マンガン\%}$$

#### 備 考

1. 試料は 200 メッシュ程度に微粉にすれば磷酸で容易に分解する。
  2. 試料分解の際, 長時間加熱すると珪酸が析出してくるおそれがあるから分解後は直ちに熱源から下すがよい。
  3. 過硫酸アンモンは純度が低いと酸化力が弱いから純度の高いものを使用することが必要である。
  4. 硫酸バナヂル標準液の調製: メタバナヂン酸アンモン ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ) 11.7g を秤取し水約 300cc 及び硫酸 (1:1) 約 40cc を加え, 直ちに亜硫酸ソーダ約 5g を少量ずつ加えながら還元して溶解し, 硫酸バナヂルにした後, 約 30 分間煮沸して亜硫酸ガスを駆除する。冷却後濾過して 1ℓ に稀釈する。
- 本標準液の標定は過マンガン酸カリ標準液の一定量を取り, 上記分析操作に準じて行う。
5. 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	2~3
酸化, 冷却	5~7
滴定, 計算	1
計	9~12

#### 文 献

- 19 委—2071 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (細田, 桐野)  
 19 委—2171 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (桐山, 山下)  
 19 委—2339 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (細田, 桐野)  
 19 委—2342 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (細田, 桐野)  
 19 委—2481 藤川委員, 東都製鋼株式會社 (若松)  
 19 委—2517 小林委員, 株式會社日本製鋼所 (菊池, 鎌田)  
 19 委—2566 志村委員, 東京鋼材株式會社 (關口)  
 19 委—2629 内川委員, 富士製鋼株式會社 (森本, 瀧澤)  
 19 委—2680 伊丹委員, 株式會社神戸製鋼所 (高尾)  
 19 委—2725 森 委員, 住友金屬工業株式會社 (細田)

(名大・平野四藏氏寄稿)