

日本學術振興會第 19 小委員会, 鐵鋼迅速分析法

鉄および鋼中のタングステン定量方法 (第 2 法)

(昭和 29 年 2 月 2 日決定)

1. 要 旨

試料を王水および過塩素酸で分解し, 白煙処理を行つたのちタングステン酸を口別し, 中和滴定法によつて定量する。

2. 操 作 (備考 1)

試料 (備考 1) を 300cc 三角フラスコにはかり取り, 必要があるときはケイ素鋼を加え (備考 3), 王水 15~20cc を加えて加熱分解後過塩素酸 (60%) 30cc を添加し引続き加熱蒸発して過塩素酸の白煙が発生するに至らせる (備考 2)。なお約 3 分間加熱を継続してタングステン酸が凝結したならば僅かに冷却後これに塩酸 (1+1) 12cc および温水 50cc を加えて可溶性物質を溶解する。3~5 分間加熱後口紙 (No. 5A) を用いて口過し, 塩酸 (8+1000) で数回, 次に硝酸カリウム溶液 (2%) で 7~8 回洗浄する。ロート上の沈デンを洗ビンを用いてなるべく少量の水で元の三角フラスコ内に完全に吹き落し, N/10 水酸化ナトリウム標準液 (備考 6) をやや過剰に加え, よく振りまぜて沈デンを溶解する (備考 4)。つぎにフェノールフタレイン溶液 (備考 8) 3~4 滴を添加し, 過剰の水酸化ナトリウムを N/10 塩酸標準液 (備考 5~7) で滴定し次式によつてタングステン量を算出する。

$$\text{タングステン (\%)} = \frac{\left(\frac{\text{N/10 水酸化ナトリウム}}{\text{標準液使用量 (cc)}} - \frac{\text{N/10 塩酸標準液}}{\text{使用量 (cc)}} \right) \times 0.92}{\text{試料 (g)}}$$

備 考

1. 試料はタングステン含有量に応じ次表の標準に従つてはかり取る。

タングステン含有量 (%)	はかり取る量 (g)
5 以上	0.5
5 未満	1.0

2. 過塩素酸白煙処理は過塩素酸の濃厚な白煙が発生後 フラスコ内が透明となり, かつ液中のタングステン酸が凝結し液が透明になる迄行うことが必要である。3. ケイ素鋼は試料中のケイ素が 0.4% 程度になるように添加するがよい。ケイ素鋼添加によつてタングステン酸は結晶粗大沈デンになり, 口過, 洗浄, 口紙からの分離などの操作が容易になる。4. タングステン酸沈デンの一部が N/10 水酸化ナトリウムに溶解し難いことがあるから, よく振りまぜてこれを完全に溶解する必要がある。不溶解のタングステン酸沈デンを認めたときにはガラス棒でつぶせば溶解は容易になる。5. N/10 塩酸標準液の代りに N/10 硝酸標準液を使用してもよい。6. N/10 水酸化ナトリウム標準液の調製: 水酸化ナトリウム 4g を水約 500cc に溶解し水酸化バリウム飽和溶液 1cc を添加したのち水で 1l に希釈する。本標準液の N/10 に対する力価はフェノールフタレインを指示薬とし, 安息香酸を用いて標定する。7. N/10 塩酸標準液の調製: 塩酸 (1+1) 16cc に水を加えて 1l に希釈する。本標準液の N/10 に対する力価は, 前項 N/10 水酸化ナトリウム標準液を用いて標定する。8. フェノールフタレイン溶液の調製: フェノールフタレイン 0.1g をエチルアルコール 90cc に溶解し水を加えて 100cc に希釈する。9. この方法の所要時間は大略次表のようである。

の操作が容易になる。4. タングステン酸沈デンの一部が N/10 水酸化ナトリウムに溶解し難いことがあるから, よく振りまぜてこれを完全に溶解する必要がある。不溶解のタングステン酸沈デンを認めたときにはガラス棒でつぶせば溶解は容易になる。5. N/10 塩酸標準液の代りに N/10 硝酸標準液を使用してもよい。6. N/10 水酸化ナトリウム標準液の調製: 水酸化ナトリウム 4g を水約 500cc に溶解し水酸化バリウム飽和溶液 1cc を添加したのち水で 1l に希釈する。本標準液の N/10 に対する力価はフェノールフタレインを指示薬とし, 安息香酸を用いて標定する。7. N/10 塩酸標準液の調製: 塩酸 (1+1) 16cc に水を加えて 1l に希釈する。本標準液の N/10 に対する力価は, 前項 N/10 水酸化ナトリウム標準液を用いて標定する。8. フェノールフタレイン溶液の調製: フェノールフタレイン 0.1g をエチルアルコール 90cc に溶解し水を加えて 100cc に希釈する。9. この方法の所要時間は大略次表のようである。

操 作	所要時間 (分)
試料はかり取り	1
分解, 白煙処理	7~9
塩酸および温水添加, 加温	3~5
口過, 洗浄, 吹き落とし	9~12
滴 定	2~3
計	22~30

文 献

- 19 委—2229 森 委員, 住友金属工業株式会社 (細田, 小野)
- 19 委—2283 森 委員, 住友金属工業株式会社 (細田, 小野)
- 19 委—2500 南波委員, 株式会社日立製作所 (佐藤)
- 19 委—2501 大河原委員, 日本特殊鋼株式会社
- 19 委—2614 高尾委員, 株式会社神戸製鋼所
- 19 委—2820 菊池委員, 日本鋼管株式会社
- 19 委—2821 大河原委員, 日本特殊鋼株式会社
- 19 委—2822 高尾委員, 株式会社神戸製鋼所
- 19 委—2823 森 委員, 住友金属工業株式会社
- 19 委—2824 南波委員, 株式会社日立製作所 (佐藤)
- 19 委—2825 住友機械株式会社
- 19 委—2826 後藤委員, 東北大学金属材料研究所 (柿田, 渡辺)
- 19 委—2827 志村委員, 三菱鋼材株式会社 (関口, 岩井)
- 19 委—3208 平野委員, 名古屋大学
- 19 委—3266 森 委員, 住友金属株式会社