

日本學術振興會第 19 委員會，鐵鋼迅速分析法

鐵及び鋼中の銅定量方法 (第 3 法)

(フェリシアン化カリウム添加—シアン化カリウム法)

(昭和 28 年 7 月 2 日決定)

1. 要 旨

試料を混酸で分解し、過マンガン酸カリウム溶液で炭化物等を酸化し、過剰を過酸化水素水で還元したのちクエン酸を加え、次にアンモニア水で溶液を弱アルカリ性にする。ヨウ化カリウム、フェリシアン化カリウム標準液を滴加し、ニッケルだけを錯シアン化物にしたのち、亜硫酸ナトリウム溶液を加えてフェリシアン化カリウムを還元し、シアン化カリウム標準液で滴定する。

2. 操 作

試料 1 g を三角フラスコにはかり取り、混酸 (硫酸 2+硝酸 1+水 10) 30 cc を加えて加熱分解し、暫時煮沸して亜硝酸ガスを駆除し飽和過マンガン酸カリウム溶液を滴加して過マンガン酸の赤紫色が残留するに至らせる。次に過酸化水素水 (3%) を滴加して過マンガン酸を分解したのち煮沸を続けて過剰の過酸化水素を分解する。冷却後クエン酸溶液 (45%) 25 cc および塩酸 (1+1) 5 cc を加えた後アンモニア水 (1+1) を注意して添加し大部分の酸を中和して冷却する。次に硝酸銀標準液 2 cc を加えて塩化銀の沈澱を生成させる。溶液をかきまぜながら塩化銀の沈澱が溶解する迄アンモニア水 (1+1) を滴加し、更にその過剰約 10 滴を加えて溶液を弱アルカリ性とし冷水で室温以下になる迄冷却する。これにヨウ化カリウム溶液 (2%) 2 cc およびフェリシアン化カリウム溶液 (1%) 10 cc を加え、ヨウ化銀が消失してからなお過剰に 1~2 cc を加えニッケルを完全に錯シアン化物とし過剰のシアン化カリウムを硝酸銀標準液で滴定し、その 1 滴によつて沈澱が生成するに至らせる。これに亜硫酸ナトリウム溶液 (10%) 10 cc を加えフェリシアン塩を還元したのちよくかきまぜながらシアン化カリウム標準液で滴定し、ヨウ化銀が消失してからなお過剰に 1~2 cc を加え銅を完全に錯シアン化物となし過剰のシアン化カリウムを硝酸銀標準液で滴定し、その 1 滴によつて沈澱が生成した点を終点として次式によつて銅量を算出する。

$$\frac{\text{亜硫酸ナトリウム還元後の滴定に要したシアン化カリウム標準液 (cc)} \times 0.15}{\text{試料 (g)}} = \text{銅\%}$$

備 考

1. 試料は銅含有量 10 mg 以下になるように適当に採取する。
2. クロム鋼は硫酸 (1+5) 30 cc で分解する。
3. 不銹鋼のような高ニッケル、クロム鋼は硫酸 (1+5) 100 cc で分解し、これに飽和硫化水素水 2 cc を加え、かきまぜて口過し温水で洗浄する。口紙を開いて残分を元のピーカーに移し温硝酸 3~5 cc で銅の沈澱を溶解し加熱して亜硝酸ガスを駆除したのち硫酸 (1+1) 10 cc および塩酸 (1+1) 5 cc を加え以下本文に従つて処理する。
4. 銅量が多くなるとヨウ化銀の消失点では未だ銅の一部が、シアン化カリウムと反応しないで残るおそれがあるので過剰のシアン化カリウムを加えて銅を完全に錯シアン化物にする必要がある。終点もこの方法が明瞭である。
5. 硝酸銀標準液の調整: 硝酸銀 6.0130 g を正確にはかり取り水で溶解して全量を正確に 1 l にする。
6. シアン化カリウム標準液の調整: シアン化カリウム 5 g および水酸化カリウム 2 g を水に溶解して 1 l にする。本標準液の力価は次のようにして求める。
混酸 30 cc および塩酸 (1+1) 5 cc を三角フラスコに採り、アンモニア水 (1+1) で中和して弱アルカリ性にする。これにシアン化カリウム標準液を正確に 10 cc 加え硝酸銀標準液で滴定し、沈澱生成の点を終点とする。前項硝酸銀標準液 1 cc に相当する本溶液は 0.0015 g の銅に相当する。
7. 本分析操作の所要時間は大略次表の如くである。(以下 580 頁へつづく)