

日本學術振興會第19委員會，鐵鋼迅速分析方法

鐵および鋼中のチタン定量方法（第2法）

(リン酸鹽分離—アマルガム還元—容量法)

(昭和 28 年 12 月 8 日決定)

1. 要 旨

試料を塩酸および硫酸で分解し中和後酢酸存在下でリン酸塩でチタンを沈デンさせる。これをロ別し硝酸、硫酸、過塩素酸で加熱溶解し、液状亜鉛アマルガムで還元後、硫シアン化アンモニウムを指示薬として硫酸第二鉄標準液で滴定する。

2. 操 作 (備考 9)

試料 (備考 1) をピーカーにはかり取り試料 1.0g につき塩酸 (1+1) (備考 3) 20cc を加え更に硫酸 (1+4) 10cc を加えて加熱分解する。アンモニア水 (1+1) を加えて微かに沈デンを生成するに至らせ (備考 4)，これに塩酸 (1+1) 2~5cc を加え (備考 5)，ついで氷酢酸 15cc を加え温水で稀釈して約 150cc にする。直ちにリン酸アンモニウム溶液 (3%) 20cc を加えたのち、振りまぜてチタン塩を沈デンさせる (備考 2)。沈デンをロ紙バルブを使用してロ過し酢酸溶液 (1%) および水で洗浄後ロ紙と共に元のピーカーに移し、硝酸 10~20cc，硫酸 5cc および過塩素酸 (60%)，cc を加えて強熱し、過塩素酸の白煙を盛に発生させてチタン塩を溶解すると共に炭化物を分解する。冷却後水 30cc を加えてロ過しケイ酸を分離する。水で 2~3 回洗浄しロ液および洗液を還元器に移し液状亜鉛アマルガム (備考 6) 約 20cc を加え炭酸ガスを約 2 分間通じて空気を置換したのち、約 4 分間激しく振り動かしてチタン塩を完全に還元する (備考 7) 液状亜鉛アマルガムを除去し、硫シアン化アンモニウム溶液 (10%) 10cc を指示薬として加え硫酸第二鉄標準液 (備考 8) で滴定する。溶液が約 1 分間持続する微紅色を呈するに至った点を終点とし、次式によつてチタン量を算出する。

$$\text{チタン}(\%) = \frac{\text{硫酸第二鉄標準液使用量(cc)} \times \text{硫酸第二鉄標準液 1cc のチタン相当量(g)} \times 100}{\text{試料 (g)}}$$

備 考

1. 試料はチタンの含有量に応じ次表の標準に従つて採取する。

チタン含有量 (%)	試料はかり取り量 (g)
5.0 以上	0.5
0.3 以上	1.0
0.3 未満	2.0

2. クロム、モリブデンおよびバナジウムなどの炭化物を含むおそれのある試料の時は次のように操作する。本法に準じて処理したチタン塩の沈デンを硝酸、硫酸および過塩素酸で溶解、ロ過後、水酸化ナトリウム溶液 (20%) を加えて弱アルカリ性とし、水で稀釈して約

200cc としたのち過酸化ナトリウム 2~3g を加えて加熱し、約 10 分間煮沸する。静置後ロ過し沈デンを水酸化ナトリウム溶液 (1%) で数回洗浄する。ついでロ紙上の沈デンに温硫酸 (1+5) 30cc を注いで溶解し、温硫酸 (2+100) で洗浄する。以下本法に準じて処理しチタンを定量する。

3. 試料分解には硫酸 (1+4) を使用してもよい。これによるとチタン含有量が多い試料の分解には長時間を要するが、モリブデン含有鋼の分解は比較的速かである。ケイ素鋼は塩酸では分解し難いから硫酸 (1+9) を用いて分解するのがよい。

4. クロムを多量に含む試料の場合にはアンモニア水で中和するとき緑色の水酸化鉄沈デンの生成を認めてから塩酸を加えることが必要である。

5. 中和後塩酸 (1+1) 2~5cc の添加は放置中に鉄沈デンが生成するのを避けるためである。チタン含有量が少ない (0.05% 以下) 試料ではこの場合にチタン塩沈デンの生成に長時間を要するから、40°C 以上に加温することが必要である。

6. 液状アマルガムの調製: 200cc 三角フラスコに精製した水銀 450g を入れ、別に亜鉛 10g を採り硫酸 (1+10) 中に少時間浸して表面の酸化物を除去したのち水銀中に加え、その表面を少量の硫酸 (1+10) でおおい、湯浴

中で加温し、時々振りまぜて固型亜鉛が消失したのを冷却し、少量の硫酸(1+10)でアマルガムの表面をおおつて保存する。

7. 液状亜鉛アマルガムで還元する時の溶液の硫酸濃度は約 2N がよい。

8. 硫酸第二鉄標準液の調製: 硫酸第二鉄アンモニウム 30g を採り、硫酸(約 2N)を加えて溶解し硫酸(2N)で 1ℓ にする。N/10 過マンガン酸カリウム溶液を滴加して微紅色を呈したのを、この色が消失する迄煮沸する。冷却後つぎのようにして本溶液のチタン相当量を定める。

約 20cc の液状亜鉛アマルガムを入れてある還元器に本溶液の一定量を採り、炭酸ガスを通じて空気を置換したのを激しく振り動かして第二鉄を還元し、アマルガムを除去したのを、N/10 過マンガン酸カリウム標準液で滴定する。

$$\text{硫酸第二鉄標準液 } 1\text{cc のチタン相当量(g)} = \frac{\text{硫酸第二鉄標準液採取量(cc)}}{\text{N/10 過マンガン酸カリウム標準液所要量(cc)}} \times 0.00479$$

或は本溶液 1cc 中に含有する鉄量を求め、これに 0.858 を乗じてよい。

9. 本分析操作の所要時間は大略次表のようである。

文 献

操 作	所要時間 (分)	
	鋼	Cr, Mo, V 炭化物を含む鋼
試料はかり取り	1	1
分解	15~20	20~25
沈澱生成, 口過, 洗淨	10~15	10~15
硫酸白煙発生	10~15	10~15
Cr, Mo, V の分離操作	—	20~25
アマルガム還元	10	10
滴 定 計 算	3	3
計	49~64	74~94

1. 19委—2504 森 委員, 住友金屬工業株式會社 (細田, 小野)
2. 19委—2605 小林委員, 株式會社日本製鋼所 (前川)
3. 19委—2618 小林委員, 株式會社日本製鋼所 (菊地)
4. 19委—2619 小平委員, 八幡製鐵株式會社 (神森)
5. 19委—2992 森 委員, 住友金屬工業株式會社 (細田)
6. 19委—3075 平野委員, 名古屋大學

(名大, 平野四藏氏寄稿)

(654 頁よりつゞく)

特許廳長官賞授與

5月27日国会図書館で天皇陛下御臨席の下に行われた発明協会表彰式において原田源三郎氏(日本磁力選鉱社長)はその発明に係る交流磁送器に対し特許庁長官賞を授与せられた。この磁送器は交流電磁石を使用し、可動部分がないことが特長となつており、不純物含有量を約 0.05% (従来は 3% 位) 以下に低下させることができ、精鉱度が極めて高く各地の製鉄所で高能率をあげている。