

日本學術振興會第 19 小委員會 鐵鋼迅速分析法

鐵および鋼中のニッケル定量方法 (第 3 法)

(亜硫酸ナトリウム還元容量法)

(昭和 29 年 2 月 2 日決定)

1. 要 旨

試料を混酸で分解し、クエン酸を加え次にアンモニア水を加えて溶液を弱アルカリ性としこれに亜硫酸ナトリウムを加え、ヨウ化銀を指示薬としてシアン化カリウム標準液で滴定する。

2. 操 作 (備考 2, 3, 5, 9)

試料(備考1) 0.5~1.0g を三角フラスコにはかり取り、混酸(硫酸 2 + 硝酸 1 + 水 10) 30cc を加えて加熱分解し煮沸して亜硝酸を駆除する(備考4)。冷却後クエン酸溶液(45%) 15~25cc および塩酸(1+1) 5cc を加えたのちアンモニア水(1+1) を注意して添加し大部分の酸を中和し冷却する。次に硝酸銀標準液 2cc を加えて塩化銀の沈澱を生成させる。溶液を振り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まで冷却する。これに亜硫酸ナトリウム溶液(10%) 10cc およびヨウ化カリウム溶液(2%) 2cc を加えてヨウ化銀を沈澱させたのち、よく振りまぜながらシアン化カリウム標準液(備考8) で滴定し、(備考6)、ヨウ化銀の沈澱が消失したのちなお過剰に 1~2cc を加え、過剰のシアン化カリウムを硝酸銀標準液(備考7) で逆滴定し、その 1 滴で沈澱が生成する点を終点とし次式によつてニッケル量を算出する。

$$\text{ニッケル}(\%) = \frac{\left[\left(\frac{\text{シアン化カリウム標準液使用量(cc)} \times \text{シアン化カリウム標準液を硝酸銀標準液相當量に換算する係数}}{\text{試料}} \right) - \left(\frac{\text{硝酸銀標準液使用量(cc)} + \text{試料中の銅} \times 6.9}{\text{試料}} \right) \right] \times 0.100}{\text{試料 (g)}}$$

備 考

1. 料試はニッケル含有量が 1% 未満の場合には 1g, 1% 以上の場合には 0.5g はかり取る。
2. 本法はニッケル含量 5%, クロム含量 3%, 銅含量 3% 未満の鉄および鋼に適用する。
3. 本法はコバルトを含有する試料には適用出来ない。
4. 高速度鋼のように混酸で分解後、溶液が透明にならない場合には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、有機物を完全に酸化したのち過酸化水素水(3%) を滴加して過マンガン酸を分解し以下本文に準じて操作する。
5. 銑鉄試料は次のように操作する。試料 1g をビーカーにはかり取り、混酸 30cc を加えて加熱分解したのち、黒鉛、ケイ酸をロ別し少量の温水で洗浄する。以下前項備考 4 に準じて操作する。
6. 銅の含有量が多い試料の時は滴定に際してヨウ化銀が消失した点ではなお銅の一部が未反応で残るおそれがあるので、過剰にシアン化カリウムを加えることを要する。
7. 硝酸銀標準液の調製: 純粋な硝酸銀 5.790g を正確にはかり取り水に溶解して正確に 1l にする。
8. シアン化カリウム標準液の調製: シアン化カリウム 4.8g および水酸化カリウム 2g を水に溶解して 1l に希釈する。

本溶液は溶解酸の存在に於て硝酸銀標準液を用いて標定する。前項硝酸銀標準液 1cc に相当する本溶液は 0.00100g のニッケルに相当する。この標準液は不安定であるから使用前に標定することが望ましい。

9. 本分析操作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, 加熱	3~5
試薬添加, 冷却	3~5
滴 計	2
算	1
計	10~14

文 献

1. 19委—2198 小林委員, 株式会社日本製鋼所(菊地)
2. 19委—2337 菊池委員, 日本鋼管株式会社(高野, 松本)
3. 19委—2493 伊丹委員, 株式会社神戸製鋼所
4. 19委—2494 毛利委員, 住友金屬工業株式会社(細田, 小野)
5. 19委—2605 小林委員, 株式会社日本製鋼所
6. 19委—2606 小平委員, 八幡製鐵株式会社(神森, 向江脇)
7. 19委—2607 小林委員, 株式会社日本製鋼所(菊地, 松見)
8. 19委—2816 小林委員, 株式会社日本製鋼所
9. 19委—3074 平野委員, 名古屋大學
10. 19委—3110 小林委員, 株式会社日本製鋼所

(名大平野四藏氏寄稿)