

することが出来、将来かかる方面への研究が可能となつた。

V. 結 論

平面試料による定量分光分析は未だ実用化の例は余り見えないのであるが、米国の例から考えても充分使用可能なことは証明されているわけである。

著者等は日常作業上起る必然的な問題として、平面試料の実用化を取り上げ、その精度を検討した結果、棒状試料に匹敵する結果を得たので之を採用し、分析する試料を機械試験残材より簡単なグラインダーによつて調整し、異種電極として亜鉛電極を使用して、工場分析に於ける作業能率を飛躍的に挙げる事が出来た。而して分析誤差は棒状試料の場合と同様普通元素に対し約5%程度で定量可能な事を確認した。

(74) 炭素鋼の系統的迅速分析法に就て

(Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo の分析)

On a Rapid Systematic Determination of Seven Elements in Carbon Steel.

Toshiro Matsumoto, Lecturer, et alii.

日本鋼管K.K. 川崎製鉄所 試験課
佐藤武彦・吉川貞治・○松本俊郎

I. 緒 言

鉄鋼中の諸元素を系統的に分析する方法に就いては、従来より余り試みられていない。その理由としては主成分の鉄量に対して他の元素が微量であるため、溶液の分取或いは沈澱の選別等によつて生ずる誤差が、秤量誤差に比較して過大である事、画一的操作法の確立が困難である事等が挙げられている。

しかし現在に於いては、優れた迅速分析法が多く研究者によつて発表され、特に比色法に於いては、溶液の分取による誤差も少く迅速に且つ非常に良い感度で定量出来る様になつたので、諸般の要求を満たす事が可能な系統分析法を確立する技術的条件が揃つて来た。しかしこれ等の分析法を統一し鉄鋼中の諸元素を一回の試料溶解で系統的に分析するには、未だ多くの問題が残されて居る。よつて種々実験検討の結果、炭素鋼に就いて、珪素、マンガン、磷、銅、ニッケル、クロム、モリブデンの7元素を系統的にしかも15分以内で定量し得る方法を確立し、精度、正確度共に良好な結果が得られる事が実証されたので、以下に本法を得るに至つた経過を報告する。

II. 実 験 経 過

(i) 考察 系統的分析を行う場合の欠点は、長時間を要する事及び分液による誤差が大きい事であるから其の欠点を除くために、総ての元素に就いて比色法による事にした。

(ii) 溶解酸 比色法の多くは、試料を分解する酸の種類及び使用量によつて定量値に大きな影響を受けるから、試料を分解する酸の種類及び使用量に就いて検討した。

(iii) 珪素の定量 前の実験の結果、溶解酸として過塩素酸を用いる事にしたので、珪素は珪酸となつて析出し、比色定量は不可能になつたので、重量法による事にした。よつて過塩素酸によつて珪素の総てが珪酸となつて析出するための条件に就いて実験した。

(iv) マンガンの定量 マンガンを硝酸銀~過硫酸アンモンで過マンガン酸に酸化し、その赤紫色を比色した。此の場合過塩素酸の分解による塩素の妨害が考えられたので、これに就いて実験した。

(v) 磷の定量 磷をバナヂン酸アンモン及びモリブデン酸アンモンによつて、磷バナドモリブデン酸塩となし、その黄色を比色した。此の場合、各試薬の添加量が発色に大きく影響するので最も安定な発色を得るための試薬の添加量に就いて検討した。

(vi) 銅の定量 銅をヂェチルヂチオカルバミン酸銅として四塩化炭素中に抽出し、その黄色を比色した。此の場合酸の濃度、溶解酸の種類には影響を受けない事を確認した。

(vii) ニッケルの定量 ニッケルを酸化剤共存でニッケルヂメチルグリオキシムとなし、その赤橙色を比色した。此の場合最大吸収を示す430m μ ~450m μ 附近でワロムが妨害するので、其の除去方法に就いて実験した。

(viii) クロムの定量 クロムを過塩素酸で試料を分解すると同時にクロム酸に酸化し、ヂフェニールカルバジットと作用させ、その赤紫色を比色した。此の場合過塩素酸によるクロムの酸化及び鉄の妨害に就いて問題があるので検討した。

(ix) モリブデンの定量 モリブデンを還元剤共存でロダンモリブデンとなし、その血赤色を比色した。此の場合安定な発色を得るための過塩素酸の使用量及びロダン鉄の色が消失する迄の放置時間に就いて二三の実験を行った。

III. 分 析 操 作

前述の実験によつて、確立した分析操作は次の通りで

ある。

試料 2.5 gr を 300 cc 円錐フラスコに秤取し、過塩素酸 [70%] 30cc 及び硝酸 5cc を加え加熱分解する。過塩素酸の濃厚な白煙が発生する迄加熱を継続し、尙 2 分間煮沸する。暫時放冷後、水約 50cc を加えて析出塩を溶解し室温迄冷却する。濾紙を用いて濾過し水で数回洗滌する。濾液と洗液を合せて 100cc メスフラスコに移し水で標線迄稀釈し良く混和する。沈澱は尙温塩酸 [1+10] 及び熱湯で鉄イオンのなくなる迄洗滌し濾紙と共に坩堝に移し灰化する。冷却後残渣を秤量し次式によつて珪素量を算出する。

$$\text{珪酸 (g)} \times 46.72 / \text{試料 (g)} = \text{珪素 \%}$$

次に先に採つた 100cc から 10cc [A] 40cc [B] 20cc 分取し、この 20cc を更に 250cc に稀釈し混和後 5cc [C] 20cc [D] 10cc [E] 20cc [F] 分取する。

A を 300cc ビーカーに移し混酸 [硫酸 3, 磷酸 4, 水 15] 20cc 及び熱湯約 50cc 加えて加熱し約 1 分間煮沸後、硝酸銀溶液 [0.5%] 10cc 及び過硫酸アンモン溶液 [20%] 10cc を加えて約 1 分間煮沸し、マンガン完全に酸化する。冷水約 100cc を加えた後室温迄冷却し 250cc メスフラスコに移し水で標線迄稀釈する。良く混和後、その一部を比色計の液槽に移しフィルター S 53 を用いて比色し、マンガン量を定める。

次に B を 100cc メスフラスコに移し、硝酸 [1+1] 10cc を加え、クロムの黄色がある時は過塩素酸第一鉄溶液を滴加して黄色を消失せしめた後バナデン酸アンモン溶液 10cc 及びモリブデン酸アンモン溶液 15cc を加え水で標線迄稀釈し、生ずた白色沈澱が消失する迄激しく振盪する。その一部を比色計の液槽に移しフィルター S 45 を用いて比色し磷量を定める。

次に C を 200cc 分液漏斗に採りクエン酸溶液 [20%] 10cc 及びアンモニア水 5cc を加えてからニッケル及びコバルトを含む時は、ジメチルグリオキシム苛性ソーダ溶液をニッケル、コバルトの含有量 10% 毎に 10cc を加え約 1 分間振盪した後アンモニア水 5cc を加えて冷却し沈澱を生ずれば濾過し、ジエチルデチオカルバミン酸ソーダ溶液 [0.1%] 10cc を加え更に四塩化炭素 20cc を加えて 1 分間激しく振盪した後、四塩化炭素層を分取し、その一部を比色計の液槽に移しフィルター S 40 を用いて比色し銅量を定める。

次に D を 100cc メスフラスコに移し、クロムの黄色がある時は、硫酸第一鉄アンモン溶液を黄色の消失する迄滴加し、アンモニア水 10cc 及び臭素飽和水 10cc 更にジメチルグリオキシム苛性ソーダ溶液 3cc を加えて振盪

し、水を用いて標線迄稀釈し良く混和する。乾燥濾紙を用いて生じた水酸化鉄の沈澱を濾過し濾液の一部を比色計の液槽に移しフィルター S 43 を用いて比色しニッケル量を定める。

次に E を 100cc メスフラスコに採り、磷酸 [1+9] 3cc 及びジフェニールカバデットアルコール溶液 [0.2%] 5cc を加えて振盪し 1 分間放置後、弗酸 [4%] 約 5cc を加え水で標線迄稀釈し良く混和する。その一部を比色計の液槽に移しフィルター S 53 を用いて比色しクロム量を定める。

次に F を 100cc メスフラスコに採り硫酸 [1+3] 30cc 過塩素酸 [15%] 5cc 及び硫シアンカリ溶液 [10%] 10cc を加え更に塩化第一錫溶液 10cc を加えて振盪し水を用いて標線迄稀釈する。良く混和後ロダン鉄の色が消失する迄約 5 分間放置する。その一部を比色計の液槽に移しフィルター S 45 を用いて比色しモリブデン量を定める。

IV. 實際試料分析結果

確立した分析操作に従つて、米国標準試料炭素鋼 13E, 14 C, 及び 170 の 3 試料に就いて、夫々 3 回繰り返し分析した結果、良い精度と正確度で定量出来た。

V. 結 言

多くの研究者によつて発表せられた比色迅速分析法を応用して一回の試料溶解で 7 元素を系統的に分析する方法を確立出来た。本法を採用する事によつて 7 元素を分析する延時間は約半分に短縮され、諸経費に就いても相当節減される。又炉前分析等に利用しても約 15 分の所要時間は製鋼操業に支障を来たす様な長時間ではないから、充分活用出来ると考える。

(75) 鐵鋼分析の迅速化に関する

一、二の改良

(Some Improvements in Making Rapid Analysis of Iron and Steel)

Yasuzo Kikuchi, Lecturer, et alii.

K. K. 日本製鋼所室蘭製作所研究課 理博 前川静彌

○菊地安藏・小松文彦・加藤清敏

I. 緒 言

最近の化学分析法は物理化学、有機化学及びその他の部門の発達に促され、鉄鋼分析も著しい進歩を示している。例えば分光分析器、ポーログラフイ或いは種々の