

日本学術振興会第 19 委員会 鐵鋼迅速分析方法

酸性鋼サイ中のケイ酸定量方法 (第 3 法)

(過塩素酸—重量法)

(昭和 28 年 12 月 8 日 決定)

1. 要 旨

試料に炭酸ナトリウムおよび過酸化ナトリウムを混合して半溶融になる温度に加熱してパンケーキ状とし、これを塩酸で溶出し過塩素酸を加えて加熱する。濃厚な過塩素酸白煙を発生させてケイ酸を不溶性にしたのちろ別し、強熱後ヒヨウ量する。

2. 操 作 (備考 8, 9, 10)

炭酸ナトリウム 3g をニッケルルッポに採り、微粉にした試料(備考 1) 0.2g をはかり取りその上に過酸化ナトリウム 1g を加えてよくかきまぜ混合する。熱板 (200°C 以上) 上で 2~3 分間予熱(備考 3) したのち 450~500°C に保つてある電気炉(備考 4) 中に入れ、内容物の表面が濃青色になる迄 5~7 分間加熱する(備考 5)。冷却後ニッケルルッポの底をたたいて内容物(ケーキ)を 300cc ピーカーに移し塩酸 (1+1) 30cc を加えて溶出する(備考 6) なおルッポの底を塩酸 (1+1) で洗つて主液に加える。ついで過塩素酸 (60%) 20cc を加えて加熱蒸発し濃厚な過塩素酸の白煙が発生してからなお 3~5 分間加熱を続ける。冷却後塩酸 (1+1) 20cc および温水 150cc を加え加熱して塩類を溶解し口過用円錐を使用して吸引口過する。温塩酸 (1+10) および温水で洗浄し沈デンを口紙と共に白金ルッポに移して強熱灰化し(備考 7) 冷却後ヒヨウ量して次式によりケイ酸量を算出する。

$$\text{ケイ酸}(\%) = \frac{\text{ケイ酸の重量}(g)}{\text{試料}(g)} \times 100$$

3. 備 考

1. 試料は標準網フルイ 149 μ (100 メッシュ) 通過より以下に微粉であれば完全に分解するが標準網フルイ 105 μ (150 メッシュ)~74 μ (200 メッシュ) を通過する程度にしておくほうが操作しやすい。
2. 試料と溶融剤の混合は最初に炭酸ナトリウムと試料をかきまぜて十分混合し、ついで過酸化ナトリウムを加えて全体を十分よくかきまぜるのがよい。
3. 急ぐ場合には予熱は省略してもよい。
4. 予熱後 450~500°C に加熱する時には温度に注意しながらガスバーナーを用いて加熱してもよい。
5. 溶融はケーキが一様に青色を呈するようになれば完全であつて、白点などが存在してはいけない。
6. ケーキ離脱後のルッポは塩酸 (1+1) で軽く洗浄する程度で十分である。
7. ケイ酸を口紙と共にルッポに移して灰化する際には残分を吹き飛ばさぬように注意し、ルッポの上から酸素気流を弱く吹きつけながら加熱するがよい。
8. この溶融法で試料を分解したときにはゼラチン添加法は応用することができないので過塩素酸法を適用するのである。
9. この方法はケイ砂、粘土、ロウ石、ケイ石レンガなどのようにアルミナを多量 (約 20%) に含まないケイ酸塩中のケイ酸定量にも適用することができる。但しこの場合には強熱残分をフッ化水素酸処理せねばならぬ。
10. この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
融剤混合, 溶融	5~10
塩酸溶出, 白煙処理	15~20
口過, 洗浄	5
強熱, 灰化	5
放冷, ヒヨウ量	6
計	37~47

文 献

1. 19委—2166 志村委員, 三菱鋼材株式会社(関口)
2. 19委—2168 森委員, 住友金属工業株式会社(細田, 桐野)
3. 19委—2341 小林委員, 株式会社日本製鋼所(前川, 菊地)
4. 19委—2393 伊丹委員, 株式会社神戸製鋼所
5. 19委—2945 森委員, 住友金属工業株式会社(細田)
6. 19委—3077 平野委員, 名古屋大学
(名古屋大学 平野四蔵氏寄稿)