

- 所 (二村, 山口, 坂本勉)
- 7) 19 委-5542 菊地委員 株式会社中山製鋼所 (辻川, 奥山)
 - 8) 19 委-5543 小田委員 住友金属工業株式会社和歌山製造所 (砂川, 小西)
 - 9) 学振迅速法 タングステンを含む鋼中のリン定量法
 - 10) JIS G 1214-1958 鋼および銑鉄のリン分析方法 備考 1, 4
 - 11) 19 委-5673 和田委員 八幡製鉄株式会社八幡製鉄所

鉄鋼中のリン (吸光光度法第 3 法)

(硫酸ヒドラジン還元—モリブデン青法)

(昭和35年 3 月30日決定)

解 説

この方法の原案は昭和 26 年東北大学金属材料研究所より 19 委-2238 として提出された。その後昭和 32 年 3 月, 日本製鋼所室蘭製作所より, 19 委-4600 として同様な方法が提出された。これらに対して昭和 33 年 7 月大同製鋼株式会社において種々検討され, 19 委-5065 として報告され, 酸濃度, およびモリブデン酸アンモニウムの使用量を厳守することにより, ステンレス鋼をのぞく全鋼種および銑鉄に応用できることが明かにされた。次に 19 委 2238 および 19 委-5065 について中山製鋼所において検討が行なわれ 19 委-5190 が提出された。その後, 昭和 34 年 2 月日本製鋼所室蘭製作所より 2~3 の点を改良し, 高速度鋼, ステンレス鋼等の高合金鋼等にも適用可能を示すものとして 19 委-5325 が提出された。この方法につき, 三菱製鋼株式会社, および住友金属鋼管製造所において検討が行なわれ, 昭和 34 年 6 月 19 委-5521 および 19 委-5522 が提出され, わずかの点を改良することにより良好な方法として認められ, 東北大学金属材料研究所で案文することになった。そこで東北大より 19 委-5649 (案) が提出されたが同時に, 19 委-5325 の検討の報告として富士製鉄室蘭製鉄所 19 委-5651, トヨタ自動車 19 委-5652, 特殊製鋼 19 委-5653, 関東製鋼 19 委-5654, 愛知製鋼 19 委-5656 が提出されたのでこれらの検討の結果を加えて再び東北大学金属材料研究所で案文をつくり昭和 35 年 3 月決定した。

1. 要 旨

試料を硝酸を用いて分解し, 過塩素酸を加えて白煙処理を行ない, 硝酸を完全に駆除するとともにリンを酸化する。酸性亜硫酸ナトリウムを加えて鉄を還元したのち発色試薬を加えて発色させたのち, 吸光度を測定する。

2. 操 作

試料(備考1, 2, 3, 4, 5)を 100~200 ml ビーカーにはかりとり, 硝酸 (1+1) 10 ml を加えて加熱分解し(備考6), 過塩素酸 (60%) 10 ml を加え, 引続き加熱蒸発して濃厚な過塩素酸の白煙を発生させてビーカーの内部が透明になつてから更に 1~2mn 間加熱する。放冷後, 水約 40 ml を加えて塩類を溶解し, 流水で冷却したのち 100 ml メスフラスコに移し入れ水を加えて正しく標線まで希釈し, よくふりまぜ 1~2mn 間静置してケイ酸を沈降させる(備考7)。その上澄液の 10 ml を正確に 100 ml メスフ

ラスコに分取し, 酸性亜硫酸ナトリウム溶液 (10%) (備考8) 10 ml を加えてふりまぜる。加熱して溶液が赤褐色から無色(備考9)となれば加熱をやめ, 発色試薬(備考10) 25 ml を加えてふりまぜ沸とう湯浴上で(備考11) 10mn 間加熱する(備考12)。流水を用いて室温まで冷却したのち, 水を加えて正しく標線まで希釈し, よくふりまぜたのち, その一部をセル(備考13)にとり 825 m μ (備考14) または, その附近の波長における吸光度を測定し, あらかじめ同じ波長で測定して作成してある検量線(備考15)を用いてリン量を決定する。

備 考

1. 試料はリン含有量に応じてつぎの表に従つてはかりとる。

リン含有量 (%)	はかり取る量 (g)
0.15 未満	0.5
0.15 以上 0.3 未満	0.25
0.3 以上	0.1

2. この方法によるときはクロム 5mg, ニッケル 5mg, モリブデン 5mg, バナジウム 1mg, コバルト 5mg, およびチタン 5mg, 以上の単独の共存はその有色イオンの影響により正誤差を与えるからつぎの如く操作する。試料を本文に従つて分解処理し(クロムが特に高い場合, すなわち 18% 以上を含む場合は塩酸を滴加して揮散除去する) 正しく 100 ml メスフラスコに希釈し, これから正確に 10 ml を 2 個の 100 ml メスフラスコに分取し, 1 個は本文に従つて発色せしめ, 他の 1 個には酸性亜硫酸ナトリウム溶液 (10%) 10 ml を加え, 加熱して 1mn 間煮沸し, 流水を用いて冷却したのちモリブデン酸アンモニウムを含ませ発色試薬, 25 ml を加えたのち正しく標線まで希釈してふりまぜ, この溶液を対照液として吸光度を測定しリン量を決定する。

3. この方法はヒ素含有量 1.5mg までは妨害されない。従つて通常の試料ではヒ素を揮散除去する必要がない。

4. ケイ素鋼, 銑鉄およびタングステン鋼等の試料にあつてはつぎの如く操作する。試料を王水 15 ml を用いて分解し, 過塩素酸 15 ml を加えて白煙処理を行い放冷したのち水 50 ml, タングステン鋼は温稀塩酸を加えて塩類を溶解し, 少量の沱紙パルプを入れた沱紙 No. 5A を用いてタングステン鋼以外は 100 ml メスフラスコに沱過し, タングステン鋼にあつては塩酸 (1%) その他は温水を用いて 4~5 回洗浄する。タングステン鋼は再び加熱して白煙を発生させ水でうすめて 100 ml メスフラスコに入れる。流水を用いて室温まで冷却し水を加えて正しく標線まで希釈し, よくふりまぜる。以下本文に従つて操作する。

5. この方法はケイ素との関連定量も出来る。この場合には試料をケイ素含有量に応じて 0.5~2g はかり取り, 王水を用いて分解し, 過塩素酸処理を十分行つたのち備考 4 に従つて 100~200 ml メスフラスコに分取し, 以下本文に従つて操作し, リン量を決定する。沈殿はこれをさらに温酒石酸アンモニウム洗浄溶液 (結晶酒石酸 15g を温水 100 ml に溶解し, アンモニヤ水 15 ml を加え, 煮沸して過剰のアンモニヤ駆除したのち水で 1 l とす

る)で3~4回洗い灰化したのち 1100°C でシャク熱してその重量からケイ素を決定する。

6. 硝酸により分解困難な試料にあつては、主水を用いて加熱分解したのち過塩素酸を用いて白煙処理を行なえばよい。

7. 鋼試料でケイ素量が少ない場合はこの操作に従えばケイ酸は完全に沈降するのでその上澄液を分取すればケイ酸を汙別する必要がない。

8. 酸性亜硫酸ナトリウム溶液 (10%) の調製 酸性亜硫酸ナトリウム 50g を温水に溶解し、残分を認めた場合はこれを汙別し、水を加えて 500ml に稀釈する。この試薬は良質のものをを用い、その空実験値には特に注意しなければならない。

9. 溶液が赤褐色から無色となれば鉄の還元は十分である。妨害イオンの共存はこの場合、青色の着色を示すので備考2に従つて操作しなければならない。

10. 発色混合試薬の調製 (A液) モリブデン酸アンモニウム溶液 (2%) の調製 特級モリブデン酸アンモニウムの結晶 20g を温水約 100ml に溶解し、これに硫酸溶液 (水 500ml に特級硫酸 300ml を加えて冷却する) を加え冷却したのち水を加えて 1l とする。

(B液) 硫酸ヒドラジン溶液 (0.15%) の調製: 特級硫酸ヒドラジン 1.5g を水を加えて 1l とする。この A液 25ml, B液 10ml および水 65ml の割合に混合して発色混合試薬とする。この混合試薬は変色するので使用の都度これを調製する。

11. この場合は鉄量 50mg では 10mn, 100mg の鉄量では 20mn 間加熱しなければならない。

12. 特に急ぐ場合は直接加熱板上で加熱を行なつてもよい。この場合は加熱板の温度 200~400°C で鉄量 50mg で溶液が煮沸してから 1~2mn, 100mg の鉄量では 3~4mn 間加熱すればよい。

13. 使用する光度計の種類により 10mm または 20mm のセルを使用する。

14. リンによるモリブデン青の最大吸収は 820~830 m μ 付近にあるので、分光光度計を使用する場合には 825m μ , 汙光板型光度計を使用する場合には、附属する汙光板中この波長に近いもの例えば 750m μ のものを用いる。

15. 検量線の作成

リン含有量既知の標準鋼を用いるかあるいは純鉄 (リン含有量既知のもの) にリン標準溶液 (1ml=10 γ p) を加えて本文に従つて操作し、吸光度とリン量との関係曲線を作成して検量線とする。

リン標準溶液 (1ml=10 γ p) の調製 特級第二リン酸ナトリウム (Na₂HPO₄, 12H₂O) 1.1574g を水に溶解して正確に 1l とする。 (1ml=0.1mg P) この原液 50ml を正確に 500ml メスフラスコに分取し、水を加えて正しく標準まで稀釈する。この標準溶液の力価はアルカリ滴定法によつて定める。

16. この方法の分析所要時間は大略つぎのようである。

操 作	所要時間 (mn)
試料はかり取り	1
分解, 白煙処理	10~12
稀 釈, 分 液	3
鉄 還 元	1~2
発 色	10(3~4)
冷 却	3
測 定, 計 算	2
計	30~33(23~27)注

注: () は備考12で行なつた場合。

文 献

- 1) 19委-2238 後藤委員 金属材料研究所
- 2) 19委-4600 小林委員 株式会社日本製鋼所室蘭製作所 (前川, 加藤, 森永, 松見)
- 3) 19委-5065 錦織委員 大同製鋼株式会社 (足立, 三浦)
- 4) 19委-5190 岡田委員 株式会社中山製鋼所 (辻川 足立)
- 5) 19委-5325 小林委員 株式会社日本製鋼所室蘭製作所 (前川, 海老原, 加藤)
- 6) 19委-5521 河合委員 三菱製鋼株式会社 (松本)
- 7) 19委-5522 石部委員 住友金属工業株式会社鋼管製造所 (細田, 東出)
- 8) 19委-5549 後藤委員 金属材料研究所
- 9) 19委-5651 村田委員 富士製鉄株式会社室蘭製作所 (森本, 杉森, 水野)
- 10) 19委-5652 豊田委員 トヨタ自動車株式会社 (柴田)
- 11) 19委-5653 石原委員 特殊製鋼株式会社 (小泉, 津金, 猪野)
- 12) 19委-5654 小城委員 関東製鋼株式会社渋川工場 (相川, 千木良)
- 13) 19委-5656 木村委員 愛知製鋼株式会社 (荒川, 真野)
- 14) 19委-5789 後藤委員 金属材料研究所

鋼および銑鉄中のチタン

(吸光々度法第1法)

(昭和35年10月1日決定)

解 説

鉄鋼中のチタン吸光々度法を要約するとチタンを分離して過酸化水素水で発色定量する方法と、分離することなく直接定量する方法とに分けられる。

この方法は後者のチタンを直接定量する目的で日本製鋼所室蘭製作所が検討し学振に提出したもので、その特徴は過塩素酸酸性における鉄の吸収が小さいことおよび操作が簡単で約 15mn 間の短時間で高合金鋼までの全鋼種に適用し定量できることである。

これについて日本砂鉄鋼業株式会社および各所の検討により細部の点を若干改めれば良法であることが認められた。よつて昭和35年3月第81回会議において日本製鋼所室蘭製作所が各所の実験結果を取りまとめて案文し、昭和35年10月決定した。

1. 要 旨