

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

試料を過塩素酸で加熱分解し白煙処理を行つたのち、ケイ酸などを汙別する。この溶液の吸光度をはかり、つぎに過酸化水素水を加えチタンを発色させその吸光度をはかり、前後の吸光度の差からチタン量を決定する。

2. 操作

試料(備考1,2)を 300 ml 三角フラスコにはかりとり、過塩素酸(60%以上)(備考2,3)を加えて加熱分解し、さらに加熱を続けて濃厚な過塩素酸の白煙が発生しフラスコ内部が透明となつてからなお引続き 1~2mn 間加熱する。(備考4)放冷後温水約 30 ml を加えてふりませ溶液が黄色となりクロムの共存を認めたときは過酸化水素水(30%)をクロムが還元されて溶液が青色になるまで滴加する。

煮沸して過剰の過酸化水素を分解したのち、汙紙 No. 5A を用いて 100 ml メスフラスコに汙過し温水を用いて 4~5 回洗浄してケイ酸などを汙別する。

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うすめよくふりませその一部を液ソウにとり波長 420m μ における吸光度を測定する(備考5)。

つぎにメスフラスコ中の残液に過酸化水素水(30%) 0.5 ml を加えてチタンを発色させ、ふたたび同様に操作して吸光度をはかり、前後の吸光度の差からあらかじめ作成してある検量線(備考6)を用いてチタン量を決定する。

備考

1. この方法によるときはニッケル 100mg, クロム 50mg モリブデン 10mg およびバナジウム 5mg までの共存は支障とはならない。

2. 試料のはかりとり量および過塩素酸添加量はチタン含有量に応じてつぎの表に従つて行なう。

チタン含有量 (%)	はかりとる量 (g)	過塩素酸添加量(ml)	
		クロムを除く場合	クロムを除去しない場合
0.1未満	1	35~40	30
0.1以上0.8未満	0.5	25	20
0.8以上2.0未満	0.2+純鉄0.3	25	20

3. 過塩素酸だけでは分解困難な試料および銑鉄、タングステン鋼などでは王水を用いて試料を分解したのち過塩素酸を加えて操作すればよい。

4. クロム含有量が約 50mg 以上の試料にあつては、塩酸あるいは塩化ナトリウムを加えてクロムを塩化クロミルとして揮散除去し、クロム量が 50mg 以下になるようにすればよい。

5. モリブデン 2mg 以上およびバナジウムを含む試料はつぎの如く操作する。

本文に従つてケイ酸などを汙別したのち過酸化水素水(30%)0.5 ml を加え水を加えて正しく標線までうすめ、よくふりませ吸光度を測定する。

つぎにメスフラスコ中の残液に(この場合、残液を 100 ml ビーカーに移して操作してもよい。)酸性フッ化アンモニウムの結晶を試料 0.5 g では 1g, 試料 1g のときは 2 g を加えてふりませ過酸化チタンの黄色を消し、ふたたび吸光度をはかり、前後の吸光度の差からチタン量を決定する。

6. 検量線の作成

チタン含有量既知の標準試料または純鉄数個をはかりとり、これにチタン標準溶液を変化して加え、以下本文に従つて操作して吸光度をはかり、チタン含有量と吸光度との関係曲線を作成して検量線とする。

チタン標準溶液の調製 金属チタン 0.25 g を塩酸(1+1)60 ml で加熱分解し冷却したのち正しく 500 ml にうすめるか、あるいはフェロチタン 1g を王水 30 ml で加熱分解し塩酸(1N)を加えて正しく 500 ml にうすめる。標準溶液の力価は亜鉛アマルガム還元容量法によつて決定する。この溶液 1 ml 中にはチタン 0.5mg を含有する。

7. この方法による分析所要時間は大略つぎの如くである。

操 作	所 要 時 間 (mn)	
	本 文	備 考 4
試料はかりとり	1	1
分解	3~5	3~5
クロムの揮散除去	—	3~5
汙過, 洗浄	2~3	2~3
冷却, 希釈, 測定	4~5	3~4
発色, 測定, 計算	3	3
計	13~17	15~21

文 献

- 1) 19委-5381 小林委員 株式会社日本製鋼所室蘭製作所(前川, 森永)
- 2) 19委-5527 上野委員 日本砂鉄鋼業株式会社(松原, 清水, 松島)
- 3) 19委-5528 石原委員 特殊製鋼株式会社(小泉, 津金)
- 4) 19委-5529 富永委員 富士製鉄株式会社釜石製鉄所(塚田, 江藤)
- 5) 19委-5665 小林委員 株式会社日本製鋼所室蘭製作所(前川, 森永)
- 6) 19委-5679 石部委員 住友金属工業株式会社鋼管製造所(細田, 東出)
- 7) 19委-5795 和田委員 八幡製鉄株式会社(大槻)
- 8) 19委-5796 豊田委員 トヨタ自動車工業株式会社(酒井, 柴田)
- 9) 19委-5797 菊地委員 株式会社中山製鋼所(辻川, 足立)
- 10) 19委-5798 木島委員 住友金属工業株式会社車輛鑄鍛事業部(荒川, 永野)
- 11) 19委-5799 中島委員 日本特殊鋼管株式会社(向江脇, 佐藤)
- 12) 19委-5800 里井委員 住友金属工業株式会社小倉製鉄所(新見, 稻永)
- 13) 19委-5982 伊木委員 東都製鋼株式会社(若松, 杉原)
- 14) 19委-5983 時枝委員 日新製鋼株式会社(関本, 藤田)
- 15) 19委-5980 小林委員 株式会社日本製鋼所室蘭製作所