

フェロマンガンのマンガン

(容量法 第6法)

(TPC-EDTA 法)

(昭和36年7月10日決定)

解 説

本法は試料を酸で溶解後、共存する銦(Ⅲ)をトリエタノールアミンで、マンガン(Ⅱ)を塩酸ヒドロキシルアミンで還元し、不純物として含有している銅などをシアン化カリウムでいんぺいし、PH 10~10.5で TPC を指示薬として EDTA で滴定する直接滴定法である。

この方法は操作が極めて簡単で従来この種の分析に用いられていた酸化還元法より迅速に定量できる利点があり、迅速法として優れているので実験の結果を本委員会に報告したその後、この方法について各所で検討された結果原案に若干の修正を加えることにより単にフェロマンガに限らず金属マンガ、高マンガ鋼(例えば13マンガ鋼など)シリコマンガにも応用可能なことがわかり精度、迅速度の点で良法であることが認められたので学振法として、昭和36年7月決定した。

1. 要 旨

試料を硝酸で分解し、水で一定量に希釈する。その中から一定量を正確に分取し、水で希釈したのち、塩酸ヒドロキシルアミンおよびトリエタノールアミンを加え、TPC を指示薬として EDTA 標準液で滴定する。

2. 操 作

試料 0.5g (備考2)をはかりとり硝酸 40ml を加えて加熱分解する(備考3)、引続き煮沸して酸化窒素ガスを駆除し、冷却後水を用いて正確に 250ml に希釈する。その中から正確に 25ml を分取し、500ml ビーカーに移し水で約 200ml に希釈したのち、塩酸ヒドロキシルアミン(10%)10ml、トリエタノールアミン(20%)20ml を加え(備考4)アンモニア水を加えて pH 10~10.5 に調節する。これにシアン化カリウム溶液(1%)約 1ml(備考5)を加え、TPC 希釈粉末(備考6)約 0.1g を指示薬として溶液の青色が黄色(備考7)になるまで M/20 EDTA 標準液(備考8)で滴定し、次式によりマンガンを算出する(備考9)。

マンガン(%) =

$$\frac{M/20 EDTA 標準液使用量(ml) \times 0.2747}{試料(g) \times 分液率}$$

備 考

1. 本法は金属マンガ、シリコマンガにも応用することができる。

2. 試料のはかり取り量を 0.1g とし分液操作を省略してもよい。

3. シリコマンガのように硝酸で分解不完全な試料については次のように操作する。

試料 0.5g を白金皿にはかりとり、硝酸 20ml フッ化水素酸 2~3ml を加えて加熱分解し、過塩素酸 10ml を加えて引き続き加熱する。過塩素酸の濃厚な白煙が発生したならば、冷却後水 50ml 硝酸 20ml を加えて溶解し、水を用いて正確に 250ml に希釈する。

以下本文操作に準じてマンガンを定量する。

4. トリエタノールアミンを加えたとき鉄の沈殿が生

じたならば、塩酸 10ml を加えて沈殿を溶解し、その後アンモニア水を徐々に加えて pH を調節する。

5. シアン化カリウムは必要以上過剰に加えてはならない。過剰のシアン化カリウムは鉄(Ⅲ)などの錯塩を生成し、終点を見難くする。

6. TPC(チモールフタレインコンプレクソン) 0.1g を硝酸カリウム 10g で希釈し、十分混和後、使用する。

7. シリコマンガまたは金属マンガのように鉄の含有量が少ないときは終点は青からほとんど無色になる。

8. M/20 EDTA 標準液は亜鉛地金(JIS 標準試薬)で調製した標準液を用い、緩衝剤を加えて pH 10 で EBT(エリオクロムブラック T)を指示薬として EDTA で滴定し力価を標定する。

9. 本法の所要時間は大略つぎのようである。

操 作	所要時間 (mn)
試料はかりとり	1
分	5
分	2
滴	2
計	1
計	11

文 献

- 1) 19委-5820 長田委員 川崎製鉄株式会社葺合工場(遠藤, 坂口)
- 2) 19委-6002 伊木委員 東都製鋼株式会社(若松, 松下)
- 3) 19委-6003 後藤委員 東北大学金属材料研究所(柿田, 並木)
- 4) 19委-6170 岡田委員 中山製鋼所(辻川, 足立)
- 5) 19委-6171 松本委員 東北特殊鋼株式会社(大沼)
- 6) 19委-6172 佐藤委員 日本特殊鋼株式会社(榊)
- 7) 19委-6335 菊池委員 日本鋼管株式会社(高野, 藤本)
- 8) 19委-6363 蔭山委員 川崎製鉄株式会社葺合工場(遠藤)

鉄鋼中のアルミニウム(吸光光度法第3法)

(クロムアズロールS法)

(昭和36年7月11日決定)

解 説

クロムアズロールSを用いる鉄鋼中の微量の Al の光度定量法は東北大学金属材料研究所で研究を行ない、操作も比較的容易で再現性もよく満足できる結果を得たのでこれを「クロムアズロールSを用いる鉄鋼中の Al の光度定量法学振 19委-5520」として提出した。その後、各所で検討実験が行なわれ、八幡製鉄所より学振 19委-5632、がまず提出され、つづいて住友金属工業和歌山製造所より学振 19委-5774、東都製鋼より学振 19委-5969、トヨタ自動車より学振 19委-5972が提出された。いずれもいろいろ改良が行なわれ満足すべき結果を得ているのでこれらの改良点を取り入れて原案を改め、改訂案としてまとめ東北大学金属材料研究所より学振 19委-6136を提出した。これと同時に中山製鋼所より学振 19委-6139、