

黒木)

- 6) 19委-6806 浅原委員 東都製鋼株式会社 (若松)
- 7) 19委-9806 中村委員 石川島播磨重工業株式会社 (佐藤, 木村)
- 8) 19委-6808 小林委員 株式会社日本製鋼所室蘭製作所 (加藤, 角地)
- 9) 19委-6963 小林委員 株式会社日本製鋼所室蘭製作所

鉛快削鋼中の鉛定量方法 (EDTA滴定法)

(昭和37年12月11日決定)

昭和35年東都製鋼株式会社から鉛快削鋼中の鉛定量法として提出され、大同製鋼株式会社、トヨタ自動車工業株式会社および株式会社神戸製鋼所で検討を行なった結果良好な結果が得られたので東都製鋼株式会社で案文し昭和37年12月11日学振法として決定した。

1. 要 旨

試料を塩酸で分解し、硝酸で酸化したのち、メチルイソブチルケトンで鉄その他を抽出分離する。塩酸溶液に溶存するメチルイソブチルケトンを除く、アンモニア水で中和し、酒石酸、亜硫酸ナトリウムおよびシアン化カリウムを加え、加熱して残余の鉄その他妨害成分をインペイする。これにアンモニア水を加えてpHを約10とし、過剰のEDTA標準液を加える。

EBTを指示薬として過剰のEDTAをマグネシウム標準液で逆滴定し、鉛を定量する。

2. 操 作

試料 5gをビーカーにはかりとり、塩酸(5+4) 60mlを加え加熱分解する。硝酸3~5mlを加え、鉄その他を酸化し、ひきつき加熱して酸化窒素などを駆除する。冷却後溶液を100mlメスプラスコへ移し、少量の塩酸(5+4)でビーカーを洗いメスプラスコへ加える。さらに塩酸(5+4)を標線まで加え、よく振りまぜる。このうちより正確に20mlを分取し、分液ロートに入れる。

つぎにメチルイソブチルケトン20mlを加え、約30秒間はげしく振りまぜ鉄その他を抽出する。静置して2層に分離後下層の酸溶液を別の分液ロートに移す。新しいメチルイソブチルケトン20mlを加え、前記同様に30秒間はげしく振りまぜ、静置して2層に分離後、下層の酸溶液をビーカーに移す。

これに硝酸1~2mlを加え、加熱して蒸発乾固する(備考1)。冷却後塩酸(1+3)4mlを加え、加熱して塩類を溶解する。

水40mlを加えたのち、アンモニア水(1+1)を滴加して沈殿が生じない程度に中和する(備考2)。これに酒石酸溶液(20%)5ml、亜硫酸ナトリウム溶液(10%)5mlおよびシアン化カリウム溶液(20%)15mlをこの順序で加え、70~80°Cで3~5分間加熱して残余の鉄その他妨害成分をインペイする。

冷却後水を加えて液量を約180mlとし、アンモニア水を加えてpHを約10とする。0.005M, EDTA標準液(備考3)を少しく過剰に加えたのち、EBT溶液(備考4)を3~4滴を加え、過剰のEDTAを0.005M, マグネ

シウム標準液(備考5)で逆滴定し、つぎの式によつて鉛量を算出する。全操作にわたり空試験を行ない結果を補正する(備考6, 7)。

$$\text{鉛}(\%) = \frac{[0.005\text{M, EDTA} - 0.005\text{M, マグネシウム}] \times 0.1036}{\text{標準液使用量}(\text{ml}) - \text{標準液使用量}(\text{ml})} \times \frac{\text{試料}}{\text{試料}} \times 100$$

備 考

1. クロムを含む場合は硝酸1~2mlおよび過塩素酸(60%)5mlを加え、加熱して白煙を発生させる。塩酸を滴加してクロムを揮散させたのち、ひきつき加熱し乾固させ、以下本文の操作にしたがつて処理する。

2. 残存成分の少ない場合は中和操作を省略してもよい。

3. 0.005M, EDTA標準液の調製: エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム(二水塩)1.87gを水1lに溶解する。鉛標準液を用いて力価を検定する。

鉛標準液は純金属鉛(99.9%以上)1.036gを硝酸(1+1)5mlで分解したのち、水を加えて1lとし、正確に0.005Mとする。

力価の検定には、他の適当な標準物質を用いてもよい。

4. EBT溶液の調製: エリオクロムブラックT 0.5gおよび塩酸ヒドロキシルアミンを4.5gをメチルアルコール100mlに溶解する。

5. 0.005M, マグネシウム標準液の調製: 硫酸マグネシウム(七水塩)1.24gを水1lに溶解する。上記0.005M, EDTA標準液を用いて力価を検定する。

6. 空試験を行なうさいは、メチルイソブチルケトンによる分離にさいし、鉛不含の鉄(III)溶液を加える。

7. この操作による分析所要時間は大略つぎのようである。

操 作	時 間 (分)
試料はかりとり	1
分 解・分 取	20
鉄分離・乾 固	20
中 和・還 元	5~8
滴 定・計 算	4~6
計	50~55

文 献

- 1) 19委-5822 伊木委員 東都製鋼株式会社 (若松, 市瀬)
- 2) 19委-6641 浅田委員 大同製鋼株式会社 (足立)
- 3) 19委-6853 森田委員 トヨタ自動車工業株式会社 (酒井, 柴田, 鈴木)
- 4) 19委-6854 高尾委員 株式会社神戸製鋼所中央研究所 (福田)
- 5) 19委-6978 浅原委員 東都製鋼株式会社 (若松)

フェロニッケル中のニッケル定量(容量法) (EDTA滴定法)

(昭和37年3月31日決定)

本法は昭和35年10月、東都製鋼株式会社よりEDTA直接滴定によるフェロニッケル中のニッケルの迅速定量法が提案された。これに対し、特殊製鋼株式会社、日本