

(303) 鋼中のニオブの態別定量

トピー工業(株)技術部 若松茂雄

鋼中のNbの形態に関して検討した結果、主としてNb処理高張力鋼中のNbは大部分が炭室化物として存在し、時として微量の固溶Nbあるいは酸化物Nbが認められる程度で、その他の形態ではほとんど存在しないことがわかった。よって、これらの分別定量法について研究し、つぎの操作法を確立した。

1. Nb化合物の分離法

1.1 冷HCl法

(1) 試料1gにHCl(1+1)40mlを加え室温で静置して分解する。磁石を用い地鉄の分解完了を認めたならば、濾紙(5種A)に少量の濾紙パルプを加えたもので濾過し水で洗淨する。

(2) 濾洗液を合せ水を加え液量を約250mlとする。フィチン溶液¹⁾10mlを加え加熱し約10分間煮沸する。室温で約5分間放置したのち濾紙(5種A)に濾紙パルプを加えたもので濾過し温水で2~3回洗淨する。

(3) 濾液は濾紙ごと元のビーカーに入れ、 HNO_3 20ml、 HClO_4 3mlおよび H_2SO_4 (1+1) 2mlを加え加熱し濾紙を分解する。ひきつつき加熱濃縮し濃厚な白煙を発生させる。以下2(1)~(3)によって固溶Nbを定量する。

(4) (1)の残渣を濾紙ごと別のビーカーに入れ HNO_3 (1+1) 20mlと H_2O_2 5mlを加え静かに加熱する。数分間煮沸し濾紙片が純白色になったならば加熱をやめ、温水20mlを加え濾紙(5種A)を用いて濾過し温水で2~3回洗淨する。

(5) 濾洗液を合せ H_2SO_4 (1+1) 2mlを加え加熱濃縮して濃厚な白煙を発生させる。以下2(1)~(3)によって炭室化Nbを定量する。

(6) (4)の残渣を濾紙ごと元のビーカーに入れ HNO_3 20ml、 HClO_4 3mlおよび H_2SO_4 (1+1) 2mlを加え加熱し濾紙を分解する。ひきつつき加熱濃縮し濃厚な白煙を発生させる。以下2(1)~(3)によって酸化物Nbを定量する。

1.2 I-メタノール法

試料1gにI 8gとメタノール100mlを加え室温で攪拌しながら分解する。磁石を用い地鉄の分解完了を認めたならば、濾紙(5種A)に少量の濾紙パルプを加えたもので濾過しメタノールで洗淨する。この濾洗液は捨てる。残渣は濾紙ごと元のビーカーに入れ、以下1.1(4)~(6)によって炭室化物Nbおよび酸化物Nbを定量する。

2. Nbの吸光光度定量方法

(1) 1.1(3)、(5)および(6)で白煙処理したあと冷却し、酒石酸溶液(10%)20mlとHCl(1+1)20mlを加え塩類を溶解する。冷却後100mlメスフラスコへ入れ標線まで水を加える。

(2) これより5mlを正確に分取し50mlメスフラスコへ入れる。水15mlとチオグリコール酸(10%)2mlを加え2分間放置する。つぎにHCl(1+1)10ml、EDTA溶液(1%)5ml、アモトン5mlおよびスルホクロロフェニールS溶液(0.05%)2mlを加える。水を加え標線に合せる。

(3) 60~70℃で約5分間加温したのち、波長650mμにおける吸光度を測定する。

注1) フィチン5gに水300mlと HClO_4 10mlを加え加熱溶解する。濾紙(5種A)を用いて濾過したのち水を加えて500mlとする。