

(304) 鋼中のチタンの態別定量

トピー工業(株)技術部

若松茂雄

鋼中の固溶Ti,炭化物Ti,窒化物Ti,および酸化物Tiの分別定量法を研究し,下記の操作法を確立した。

1. Ti化合物の分離法

(1) 試料1gにHCl(1+2)30mlを加え静かに加熱分解する。濾紙(5種A)を用いて50mlメスフラスコ中に濾過し、HCl(1+9)で標線近くまで洗淨する。メスフラスコをはずし水で十分洗淨する。

(2) メスフラスコを冷却し標線まで水を加える。以下2(1)~(3)によって固溶Tiを定量する。

(3) 残渣は濾紙ごと元のビーカーに入れHNO₃(1+1)30mlを加え約10分間静かに煮沸する。温水20mlを加え濾紙を用いて濾過し温水で2~3回洗淨する。濾洗液にH₂SO₄2mlを加え加熱して濃厚な白煙を発生させHNO₃を駆除する。冷却後HCl(1+1)40mlを加え塩類を溶解する。

(4) 200mlメスフラスコに入れ標線まで水を加える。以下2(1)~(3)によってTiCを定量する。

(5) (3)の残渣は濾紙ごと元のビーカーに入れHNO₃(1+1)20mlとH₂O₂5mlを加え約10分間静かに煮沸する。温水20mlを加え濾紙を用いて濾過し温水で2~3回洗淨する。濾洗液にH₂SO₄2mlを加え加熱して濃厚な白煙を発生させHNO₃とH₂O₂を駆除する。冷却後HCl(1+1)10mlを加え塩類を溶解する。

(6) 50mlメスフラスコに入れ標線まで水を加える。以下2(1)~(3)によってTiNを定量する。

(7) (5)の残渣は濾紙ごと元のビーカーに入れHNO₃40ml, HClO₄3mlおよびH₂SO₄2mlを加えて濾紙を分解する。ひきつつき加熱濃縮し濃厚な白煙を発生させHNO₃とHClO₄を駆除する。冷却後HCl(1+1)10mlを加え塩類を溶解する。

(8) 50mlメスフラスコに入れ標線まで水を加える。以下2(1)~(3)によってTiO₂を定量する。

2. Tiの吸光光度定量方法

(1) 上記1(2), (4), (6)および(8)の各メスフラスコから10mlずつを正確に分取し、それぞれ別個の50mlメスフラスコへ入れる。各メスフラスコに水5mlとアスコルビン酸溶液(10%)8mlずつを加えFeを還元する。ついでHCl(1+1)5ml, ジアンチピリルメタン溶液²⁾20mlおよび水を標線まで加えTiを呈色させる。

(2) 別に1(2)および(4)のメスフラスコから10mlずつを分取し、それぞれ別個の50mlメスフラスコへ入れる。各メスフラスコに水5mlとアスコルビン酸溶液(10%)8mlずつを加えFeを還元する。ついでHCl(1+1)5mlおよび水を標線まで加える。これを空試験液とする。

(3) 約20分後2(2)の空試験液を対照として2(1)の呈色液の波長385mμにおける吸光度を測定し、固溶Ti, TiC, TiN, およびTiO₂としてのTiをそれぞれ定量する。ただし、固溶Tiのときは1(2)の空試験液を、TiC, TiNおよびTiO₂のときは1(4)の空試験液を、それぞれ対照液とする。

注1) 全Ti量が0.05%以下のときは100mlメスフラスコを用いる。

注2) ジアンチピリルメタン15gに水約300mlとH₂SO₄(1+1)30mlを加え、加熱して溶解する。冷却後水を加えて1ℓとし、褐色びんに入れ保存する。

本研究においてTiNとTiO₂の分離にさいし、新たにHNO₃(1+1)とH₂O₂で処理する方法を試みた。この方法によりTiNは完全に分解しTiO₂から分離しうることを見いだした。また、Tiの定量にジアンチピリルメタン法を応用することにより簡易迅速に微量のTiの定量が可能となった。