

(404) イオン交換ろ過法によるタングステン・ニオブ含有鋼中りんの定量

住友金属工業㈱ 総合技術研究所

○猪熊康夫, 蔵保浩文

1. 緒 言

現行 J I S 法 (J I S G 1214-1980) は W 及び Nb の影響を受けることが明らかとなったため, W に対しては水酸化ベリリウム共沈分離法が, Nb に対してはふっ化水素酸添加によるマスキング法が検討され, いずれも有効な方法であることが確認されている. しかし W・Nb 含有鋼には, 上記二方法とも問題のあることがわかったので, 新たにイオン交換ろ過法について検討を行った結果, W 及び Nb の妨害は完全に除去でき, 正確な定量方法を確認することができた.

2. 実験装置及び分析操作

イオン交換カラムは, 三菱化成 M C I ゲル C A O 8 P (75~150 μ) を内径 10mm, 長さ 140mm のポリエチレン管に充填して作成した. 試料溶液及び溶離液の搬送はテクニコン社製定量ポンプ (最大 26 本搬送可能) で行った. 溶出曲線は島津 UV-240 型分光光度計及び島津 G V M-1000 P 型 I C P-A E S 分析計を用いて作成した. 試料 1 g を硝酸, 塩酸それぞれ 10ml 及びふっ酸 5ml で分解・乾固し, ふっ酸 (1+10) 40ml で塩を溶解後, イオン交換樹脂 10ml を詰めたカラムに 1.4ml/分の流速で流入し, 引続きふっ酸 (1+10) 70ml で溶出して石英ビーカーに集める. 流入中の液高さは樹脂上約 5mm に調整する. ほう酸 5g 及び過塩素酸 20ml を加え, 白煙処理を 3 回行ってふっ酸を除去した後, 水で 100ml に調整する. 20ml を分取した後, P の呈色操作を行って吸光度を測定し, P 量を求める.

3. 実験結果と考察

(1) ろ過条件の検討 樹脂の充填量については, Fig. 1 に示すように, 樹脂量が少ないほど P の回収に必要な溶出液量は少量で済むが, 樹脂量が 5ml の場合, W 及び Nb とも試料中 W 20wt%, Nb 10wt% 添加で一部溶出してきたが, 10ml 以上の充填で W 及び Nb とも 150ml 溶出させても溶離してこなかった. 溶離液のふっ酸濃度については, 1.5~3.5M の範囲で溶出曲線はほとんど変化しなかった. 溶離液の流速については, 速く流すほど必要溶出液量が多くなったので, 分析時間との兼ね合いから 1.4ml/分とした.

(2) 呈色条件 溶出液にはふっ酸が含まれているので, 石英ビーカーの損耗を抑制するため, ほう酸を 5g 添加することにした. この場合, 過塩素酸白煙処理を 3 回行なっても, ビーカーの減量は 0.03g 程度であった. P の呈色条件については, 現行 J I S 法を若干変更する程度で良好な結果が得られた.

(3) 実試料への適用 Table 1 に示すように, W 又は Nb 含有鋼において, 他の対策法と良い一致を示し, 偏りのないことがわかった.

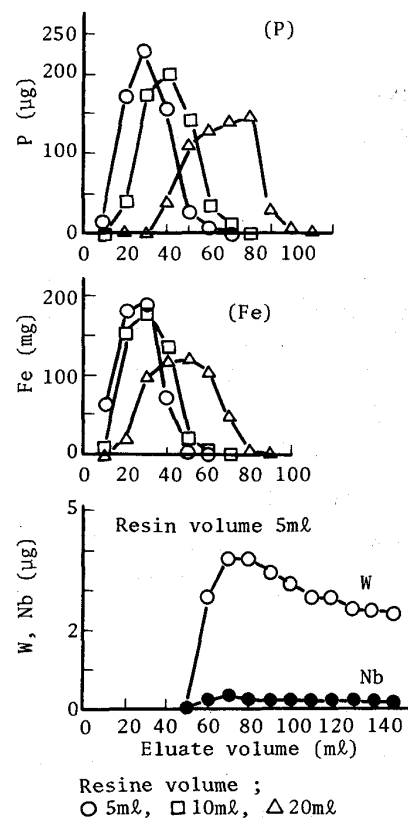


Fig. 1 Elution curve of P, Fe, W and Nb

Table 1. Accuracy (wt %)

Sample	Present method	Another method	Remarks
A	0.016 0.017	0.016* 0.015	W 17.14
B	0.017 0.016	0.017** 0.017	Nb 1.06 Ta 0.0018

* Coprecipitation separation method with $\text{Be}(\text{OH})_2$

** Nb masking method with HF