

(401)

タングステン含有合金中のりん定量方法

日本鋼管(株)中研

○吉川裕泰

瀬野英夫 岩田英夫

鋼管計測(株)

三角 武

1. 緒言

モリブデン青吸光光度法によるりん定量法においてタングステンが共存すると試料分解時に生成したタングステン化合物にりんが共沈し定量値は低値を示すことが知られており、この対策として塩崎らは水酸化バリウム共沈法を検討し良好な結果を得ている⁽¹⁾。一方、鉄鋼共同研究会においても同様な検討を現在実施中である。

演者らはタングステンを多量に含む合金中のりん定量法に本法を応用すべく検討を行なってきた。今回は、特にニッケル基、コバルト基合金中のりん定量方法について報告する。

2. 定量方法

試料を硝酸、塩酸、過塩素酸で酸化分解し、ほとんどの元素をEDTA錯体とした後、pH10でりんを水酸化バリウムに共沈分離する。この沈殿を別後再溶解し、モリブデン青吸光光度法に準じてりんを定量する。

3. 実験および結果

ニッケル、コバルト、クロム、モリブデン、ジルコニウム等の元素単独または複数组み合わせた場合のそれぞれにりとタングステンを添加し、バリウム添加量、EDTAとの反応、タングステン量の影響等基礎的な事項について検討した。その結果、(1)共沈時にバリウムが4mg以上あればりんは100%回収できる(Table-1)。(2)共存元素のうちクロムについては6価に酸化後、塩化クロミルとして揮散させる必要があった。モリブデンとEDTAとの反応は5価の状態であるが、モリブデンはアルカリ側でオキソ酸陰イオンとして存在するため、上述した5価状態での反応を行なう必要はなかった。一方、ジルコニウムが多量に存在するとアルカリ側で水酸化ジルコニウムの沈殿が生成し、これにタングステンも共沈されることがわかった。(3)合成試料での分析結果からタングステンが30%以上存在しても十分分析可能であることがわかった。合成試料による分析結果例をTable-2に示した。

実試料および標準試料による繰り返し分析結果も良好であった(Table-3)。なお、微量域での定量法としての抽出分離法の結果についても報告する。

参考文献：(1)塩崎 et.al 分析化学 32 T28 (1983)

Table-1 Recovery of P with some amounts of Be(OH)₂ (%)

Amount of Be(mg)	0	2	4	6	8	10
Amount of P						
10ug	2	88	100	101	100	101
20ug	0.8	96	100	100	101	99

Table-3 Analytical results of P (%)

Sample [*]	No. of detn	$\bar{x}$	σ
1. Co alloy	4	0.0012	0.0002
2. Ni alloy	5	0.0005	0.0002
3. BCS387 ^{*,*}	8	0.0069	0.0007

* sample taken 500mg

** added 50mgW and 50mgMo

Table-2 Analytical results of P in synthetic samples

	Ni	Cr	Mo	Co	V	P	Analytical results of P		
1)	300mg	200mg	0mg	0mg	300mg	20μg	19.9ug	19.7ug	20.2μg
2)	300mg	100mg	25mg	25mg	50mg	10μg	10.0ug	10.2ug	10.1μg
3)	300mg	100mg	25mg	25mg	50mg	20μg	20.1ug	19.9ug	20.0μg