

(145) 高張力鋼中のバナジウムの態別定量

70421

トピー工業(株)技術部 若松茂雄

1. 緒言

従来の文献ならびにX線回折結果から、鋼中のバナジウムは地鉄に固溶しているもののほか、炭化物としては $(Fe,V)_3C$, V_4C_3 , 酸化物としては V_2O_5 , $FeO \cdot V_2O_5$, 窒化物としてはVNの形態でそれぞれ存在していると推定されるので、1)試料からこれらを系統的に抽出分離し定量する態別定量法について研究し、つぎの操作を確立した。

2. 態別定量操作

2.1 V化合物の抽出分離

(a) 1cm 濾紙(5種C)を円筒状に巻いて隔壁として、その中に入れた鋼試料を陽極とし、電流密度 $50mA/cm^2$ で1~2hr電解して、1%NaCl-5%EDTA電解液(pH6~7)100~130ml中に0.5~1gを溶解する。残渣を上記の濾紙を用いて拭き落とし、濾紙と残渣にHCl(1+4)50mlを加え空気を通じながら室温で30min放置する。

(b) これを濾過し洗淨液[0.01MEDTA溶液(pH6~7)]で洗淨する。濾液に HNO_3 5mlおよび $HClO_4$ 10mlを加え蒸発して濃厚な白煙を発生させる。冷却し50mlにうすめ、以下2.2の操作にしたがって $(Fe,V)_3C$ としてのVを定量する。

(c) 電解後の電解液に HNO_3 30mlおよび $HClO_4$ 20mlを加え蒸発して濃厚な白煙を発生させる。冷却し100mlにうすめ、以下2.2の操作にしたがって固溶体としてのVを定量する。

(d) (b)の残渣は濾紙ごとヒーカーに移しHCl(1+1)30mlを加え5min静かに煮沸する。

(e) 濾過し水で洗淨する。濾液に HNO_3 5mlおよび $HClO_4$ 10mlを加え蒸発して濃厚な白煙を発生させる。冷却し50mlにうすめ、以下2.2の操作にしたがって V_2O_5 あるいは $FeO \cdot V_2O_5$ としてのVを定量する。

(f) (e)の残渣は濾紙ごとヒーカーに移し HNO_3 (1+3)40mlを加え5min煮沸する。

(g) 濾過し水で洗淨する。濾液に $HClO_4$ 10mlを加え蒸発して濃厚な白煙を発生させる。冷却し50mlにうすめ、以下2.2の操作にしたがって V_4C_3 としてのVを定量する。

(h) (g)の残渣は濾紙ごとヒーカーに移し HNO_3 (1+1)30mlおよび H_2O_2 5mlを加え10min煮沸する。

(i) 濾過し水で洗淨する。濾液に $HClO_4$ 10mlを加え蒸発して濃厚な白煙を発生させる。冷却し50mlにうすめ、以下2.2の操作にしたがってVNとしてのVを定量する。残渣は捨てる。

2.2 Vの吸光光度定量

上記(b), (c), (e), (g)および(i)の各溶液から20mlずつを分液ろうとに分取し、Cu溶液(0.5%)2mlおよび $KMnO_4$ 溶液(1%)1滴を加え5min放置する。N-BPHAアルコール溶液(0.067%)15mlおよびHCl(2+1)10mlを加え30sec振りまぜる。700nmを対照として有機相の波長530nmにおける吸光度を測定する。

3 定量結果

諸種の熱処理を加えた数種の含V高張力鋼について、上記の方法によって態別定量を行なった結果、単純なV鋼では、固溶Vのほか V_4C_3 とVNが存在し、 $(Fe,V)_3C$ およびV酸化物はほとんど認められなかった。そして、このような鋼では、溶体化処理後の冷却速度がおおむね V_4C_3 とVNの生成量が多くなる傾向が認められた。Nb, TiのようなCあるいはNとの親和力がVよりも大きい元素が共存する鋼では V_4C_3 とVNの存在は認められず、 $(Fe,V)_3C$ の生成するのかわかった。これは熱処理方法に関係なく、いずれも同じ傾向を示した。V酸化物は特に非金属存在物の多い鋼にのみ存在するのが認められた。