

# (181) 低合金鋼中のモリブデンの状態分析

トビ工業(株)開発本部 若松茂雄

## 1. 緒言

鋼の状態分析の研究の一環として、今回は強靱鋼、高張力鋼などを主たる対象とした、構造用低合金鋼中のMoの状態分析法の検討を行なった。

## 2. 状態別分離ならびに定量操作

図1に示した抽出分離方法により、固溶体、 $(Fe, Mo)_3C$  および  $Mo_2C$  として鋼中に存在するMoを、それぞれ状態別に抽出分離したのち、 $HClO_4$  を加え加熱白煙処理をする。冷却後水で100mlにうすめる。これより10~20mlと50mlメスフラスコに分取し、 $(Fe, Mo)_3C$  および  $Mo_2C$  には鉄溶液(Feとして50mg相当量)を加える。つきに各メスフラスコにチオ尿素溶液(10%)5ml、 $HClO_4$  10ml および  $NaCNS$  溶液(30%)2mlを加え振りまぜる。これにアスコルビン酸溶液(5%)10mlを加え、Feを還元し

10min後、水を対照として波長460  $\mu$ における吸光度を測定する。

## 3. 検討

鋼中に析出した  $Mo_2C$  は不安定で、水にも1部分分解するといわれ、電解抽出法では定量的な抽出が困難であるとされているが、C:0.36%、Cr:0.90%、Mo:0.25%のCr-Mo鋼の焼なまし試料を図1の方法によって処理したところ、電解液中にMoの存在をほとんど認めず、本電解抽出法により、炭化物Moは定量的に抽出分離しうることがわかった。

$(Fe, Mo)_3C$  は  $HCl(1+1)$  により、

ほとんど瞬時的に分解し、 $Mo_2C$  は Ar 雰囲気中では 20min までは分解しないことを見いだした。よって  $(Fe, Mo)_3C$  と  $Mo_2C$  の分離には図1に示したごとく、電解抽出残渣を Ar 雰囲気中で  $HCl(1+1)$  20ml で 10min 振りまぜることとした。Mo の定量はチオアン酸塩吸光度法によった。ただ、この場合  $HClO_4$  溶液から呈色させ、アスコルビン酸で還元させる方法が、感度、安定性ですぐ水ているので、これを採用した。チオ尿素は Cu を隠蔽するために加える。

## 4. 結言

1 試料から固溶Mo、 $(Fe, Mo)_3C$  および  $Mo_2C$  を状態別に系統的に抽出分離し定量する方法を確立した。これによって市販鋼中のMoの状態分析を行ない、2~3の新しい事実を見いだした。

試料 (5x5x70 mm)

電解 電解液: 1%NaCl-5%EDTA溶液(pH6~7)  
電流密度: 50 mA/cm<sup>2</sup> 以下  
電解時間: 1~2 hr. (試料0.5~1g分解)

電解液 (130 ml)

残渣

200mlにうすめ50ml分取

+HCl(1+1) 20ml  
Ar雰囲気中で10min振りまぜる

HNO<sub>3</sub> 20ml  
+ HClO<sub>4</sub> 10ml

濾液  
HNO<sub>3</sub> 5ml  
+ HClO<sub>4</sub> 10ml

残渣  
HNO<sub>3</sub> 30ml  
+ HClO<sub>4</sub> 10ml

加熱白煙処理

加熱白煙処理

加熱白煙処理

↓  
固溶Mo

↓  
 $(Fe, Mo)_3C$

↓  
 $Mo_2C$

図1 鋼中のMoの状態別分離