

(344)

高クロム鋼中のいおう分析方法(重量法)の検討

特殊鋼(株)研究所

津金不二夫
O青山福司

1 目的

鉄鋼中のいおう分析法の基準法としての重量法は、JIS法として規定されているが高クロム鋼に適用した場合、操縦性および低値傾向となることから正確度を向上させる必要がある。その対策として過塩素酸溶解-メチルイソブチルケトン(MIBKと略記)抽出によりFe、Crを分離除去したのち、硫酸バリウム重量法にて定量する方法と、塩化クロミルによるCr除去の方法を検討した。

2 実験の概要

(1)硫酸バリウム泥でん生成条件

過塩素酸共存の下で硫酸バリウムを生成するのに最適な条件を求めたため硫酸標準溶液の一定量とトリ塩酸、過塩素酸量を変えていおう回収率を調査した。液量を120mlとし、酸量を種々変えたときのいおう回収率は図1のとおりでいずれの酸も量が増すにシテガって著しく影響する事が認められた。

沈でん生成時の液量について検討した結果、表1のように液量が150mlを越えるといおう回収率の低下が起るので液量は100ml程度に抑える必要が認められた。

(2)クロム除去の条件

従来の実験から高クロム鋼に低値の傾向があるのでCrを除去する方法を検討した。

Cr⁶⁺は塩酸性液でMIBKにより抽出されるので抽出条件を検討した結果、硝酸、塩酸で試料分解後、過塩素酸50mlを加えて酸化し、冷却後水30ml、塩酸(1+6)50mlを加えて分液漏斗に移し、MIBK100mlを加えてふりまぜCrを有機溶媒層に移し除去する。水層に塩酸100mlを加え、MIBK100mlにて再度抽出する条件で80%以上のCrと98%以上のFeを除去できることを認められた。

塩化クロミルによるCrの除去方法については、試料分解時過塩素酸白煙を発生させ、塩酸を少量づつ加えてCrを塩化クロミルとして除去し、いおうの挙動を調べた。

(3)試料の分解方法

過塩素酸で試料を分解し、白煙を発生する際、いおうが揮散する事が考えられるので硫酸標準液を用いて過塩素酸白煙発生の影響を調べた結果、ほとんど揮散は認められなかった。

3. 実際試料の定量結果

以上の実験結果から得た分析方法で実際試料の分析を行なった結果、表2に示す結果が得られた。

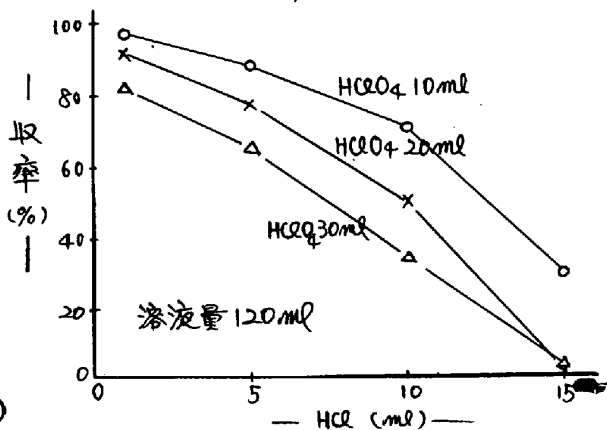


図1. HCl, HClO4量とS回収率

表1. 液量と回収率

液量(ml)	50	60	90	120	150	3
収率(%)	98	100	100	98	97	9

表2. 実際試料の定量結果

試料	基準値(%)	測定値(%)	測定値(%)
JSS 111-4 鋳物用鉄	0.031	0.032	0.031
γ 509-1 SNCM-5	0.012	0.013	0.012
γ 511-1 SNCM-8	0.027	0.026	0.027
γ 602-3 SKS-11	0.013	0.012	0.012
γ 605-3 SKT-4	0.005	0.007	0.005
γ 651-2 SUS27	0.005	0.004	0.004
γ 652-3 SUS32	0.008	0.007	0.007
γ 653-1 SUS41	0.006	0.006	0.006
γ 242-3 S専用鋼	0.031	0.031	0.030