

(198) ニトロソR塩吸光度法による高合金材料中の高Co定量方法の検討

特殊製鋼(株)

津金不二天

○大隅 廣

I. 結 言: 現JIS法(鉄および鋼中のコバルト定量方法 JIS G1222)を用いた高合金鋼中の高コバルトを定量すると定量値がバラつくことがある。この原因を解明するためにニトロソR塩法の再検討を行なった。その結果共存元素, 加熱分解時間(温度), 試液量等が影響していることがわかった。

II. 実験方法と結果

1. 煮沸時間: 高Coの場合, 他のキレート剤の分解のための煮沸時間が長くなるに従って吸光度が非常に減少した。煮沸を温浴に切りかえたところ良好な結果が得られた。

2. 鉄量の影響: ニトロソR塩(2%)添加量を10 mlとした時, あるCo濃度ではFe量増加にともないある点で急激に吸光度の低下が起こり, さらにFe量が増加すると低下したままの吸光度で一定値を示した。(図1)

3. ニトロソR塩量の影響: 前実験についてニトロソR塩量を変えて実験したところ, ニトロソR塩量が小過剰のとき例えばCo 2mgの時ニトロソR塩量が8 ml以下の時には図1に見られるような変化点が見られないことがわかった。以上の事を考え合わせるとこの吸光度変化の原因をつくっているものは, Fe, Co, ニトロソR塩量の三者の関係であることがわかる。そこで[ニトロソR塩量]に対して[Fe量]を増加していった時の吸光度の変化が起ったときのFe量をプロットすると図2のようになった。

4. ニッケル量の影響

(1) Ni単独での影響: Feを加えずにCo標準液にNiを0~15mg加えてNi量の影響を検討したところNi量の影響は見られなかった。

(2) Fe共存下のNi量の影響: Co標準液に吸光度の低下が起る量のFeを共存させておきNi量を増加させていくと, ある点で急激に吸光度の増加が起りそれ以上のNi量では増加した

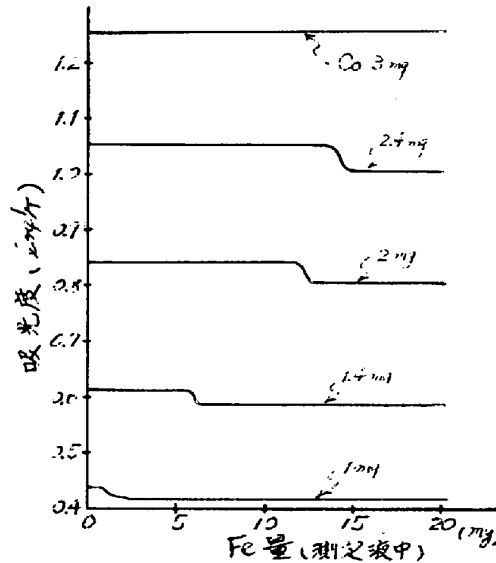


図1. 鉄量の影響

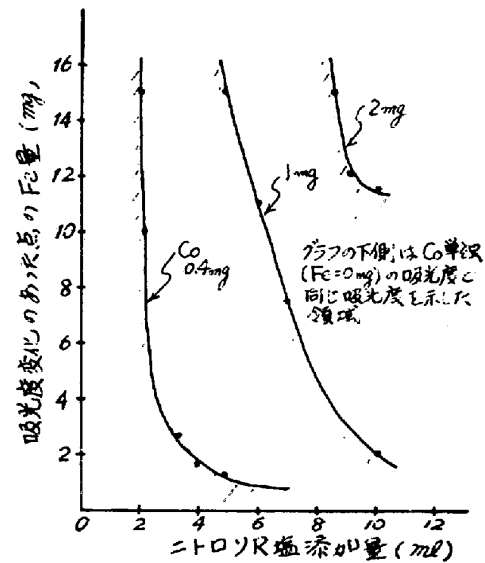


図2. Fe, Co, ニトロソR塩量の関係

ままの吸光度で一定した。この一定の吸光度はCo単独で操作した場合の吸光度と一致した。

III. まとめ: 以上の実験結果からCo-ニトロソR塩のキレートはFe及びニトロソR塩が少なくCo量の多い条件で安定して生成するものと思われる。またFe量の多い条件で吸光度の低下が起ったものでもNiを10mg以上加えてやることにより吸光度の低下を防止することができることがわかった。Cr量の影響についていくも調べたところ, Fe共存下ではCrのキレートは分解しやすいが, Cr単独では分解しにくいことがわかった。その他の共存元素の影響についても調査し, 高合金材料中のコバルト分析の精度向上と適用範囲の拡大が可能となった。