

## (445) モリブデン青吸光度法による含ニオブ鋼中のりん定量方法の検討

大同特殊鋼(株) 中央研究所 佐藤昭喜 小井良三

○茂木文吉

## 1. 緒言

含ニオブ鋼中のりん定量方法はJIS G 1214-1980の5.5(5)ニオブ1mg以上または、タンタル7mg以上を含む試料に従うことになっている。今回ニオブの影響とその対策について検討したので報告する。

## 2. 定量方法

試料を塩酸と硝酸で分解し、過塩素酸処理を行い、ふっ化水素酸でニオブ酸を溶解する。希釈後、一定量分取し、亜硫酸水素ナトリウムで鉄を還元したのち、モリブデン酸アンモニウムと硫酸ヒドラジンを含む呈色試薬で発色させ吸光度を測定する。

## 3. 実験結果

(1) ニオブの影響 SUS32 1.0gにニオブ0~30mg添加し2の定量方法によって測定した。ふっ化水素酸を添加しないとニオブ酸が析出したのでろ過したがニオブ添加量が多くなるに従って吸光度は低値になる傾向を示した。ふっ化水素酸(1+4)5ml添加したときはニオブ15mg以下ではニオブ酸の析出は認められなかったが吸光度のバラツキが大きくニオブの影響は明確でなかった。

(2) 純鉄1.0gにニオブ100mg添加して、ふっ化水素酸(1+4)と亜硫酸水素ナトリウム溶液の添加量の影響を調べた。ふっ化水素酸(1+4)5mlではニオブ酸の沈澱が生成し、15ml添加では呈色後にニオブ酸が析出した。25ml添加では析出は認められなかった。さらに亜硫酸水素ナトリウム溶液10~30mlの添加では添加量が多くなる程吸光度は高くなり影響が大きい。

(3) 純鉄1.0gにニオブ100mg添加して、ふっ化水素酸(1+4)25ml、ほう酸3.0gの条件で亜硫酸水素ナトリウム溶液添加量の影響を調べた。その結果は、図1に示す通り30~40mlの範囲が適当であったので35ml添加することにした。

(4) 検量線の作成を図2に示す3種類の方法について比較した。A法は含ニオブ鋼に適用する方法であり、B法はニオブを含まない試料に適用する方法で共によく一致した検量線を示し同一の検量線でよいことがわかった。しかし、C法のようにふっ化水素酸、亜硫酸水素ナトリウム溶液の添加量がA法と異なるときは異なる検量線になる。

(5) 定量結果 含ニオブ鋼の標準試料がなかったので合成試料について定量した。その結果ニオブ10%含有の合成試料も精度よく定量できる。分析精度も良好で日常分析に実用化できることを確認した。

## 定 量 結 果

合 成 試 料		P (%)	
標準試料 + Nb	Nb 添加量(%)	標準値	定量値
NBS 101f + Nb	5.0	0.008	0.008
NBS 121d + Nb	5.0	0.019	0.019
BCS 338 + Nb	5.0	0.027	0.028
JSS 650-5 + Nb	5.0	0.024	0.024
〃 + Nb	10.0	〃	0.024
JSS 654-7 + Nb	10.0	0.031	0.031

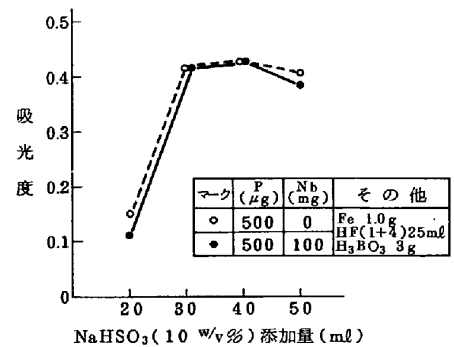


図1. 亜硫酸水素ナトリウム溶液添加量の影響

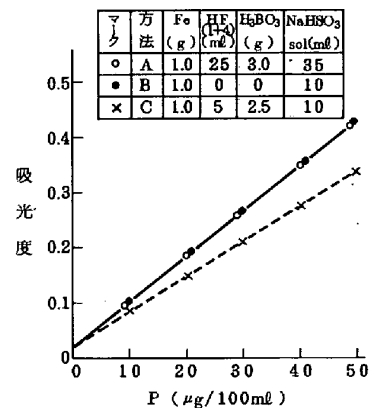


図2. 検量線の比較