

1. 緒言

近年、連铸々片の中心偏析帯<sup>1)</sup>あるいは極低炭素鋼<sup>2)</sup>などにりん化物が確認され、鋼中におけるりん化物の形態ならびに析出挙動が解明されつつある。しかしながら抽出分離法を主体とした分析化学的面からの研究は、十分になされていない。本研究では、鋼中りん化物の抽出分離定量方法について基礎的検討を行ない、Pを基質とする難溶性残さを生成しない20%サリチル酸カルシウム系電解液を用いた定電流電解法により、良好な結果を得た。

2. 実験方法

(1)供試料：Fe-Mo-P系 (Mo:1.94%, P:0.46%), Fe-Nb-P系 (Nb:0.21%, P:0.15%), Fe-Ti-P系 (Ti:0.12%, P:0.15%), Fe-P系 (P:0.025%) (2)熱処理：溶体化処理 1200℃×24h, WQ, 析出処理 1200℃×24h, WQ→700℃×100h, WQ (3)電解液：20%サリチル酸カルシウム系電解液(20%サリチル酸カルシウム-0.5%サリチル酸-1%塩化リチウム-メタノール) (4)Pの定量：硫酸ヒドラジン還元-モリブデン青吸光々度法

3. 実験結果

(1)鋼中で固溶状態にあるPは、電解により陽極酸化を受け、Pを基質とした難溶性残さを生成する。この残さは、非晶質で、Fe, P, M, Oを構成々分とし、10%アセチルアセトン系、4%サルチル酸メチル系および塩酸系電解液において、多量に生成する。本研究にて開発した20%サルチル酸カルシウム系電解液によれば、Fe-P-M-O系残さの生成を防止できる (Fig. 1参照)。即ちこの残さの生成量は、電解液の粘性および電解時の電流密度に依存し (Fig. 2参照)、粘性と電流密度を制御することにより良好な電解条件を得た。

(2)上記試料よりFeMoP, FeNbP およびFeTiPを抽出した。これらりん化物は、20%サリチル酸カルシウム系電解液に難溶である。

(3)多孔性黒鉛電極<sup>3)</sup>を用いる定電位電解法により、りん化物の電気化学的安定度を調査した。FeMoPは0.7V vs. SCEまで、FeNbP及びFeTiPは、0.9V vs. SCEまで安定であり、電解抽出過程ではりん化物の分解はないものと考えられる (Fig. 3参照)。

4. まとめ

20%サリチル酸カルシウム系電解液を用いる定電流電解法によって、鋼中に存在するFe-M-P三元系りん化物を精度よく抽出分離定量することが可能となった。

文献 1) 黒沢, 田口: 鉄と鋼, 68(1982)4, S-315

2) 佐藤ら: 日本金属学会講演概要, (1982. 9月)P190

3) 船橋, 神野, 針間矢: 鉄と鋼, 69(1983)4, S-299

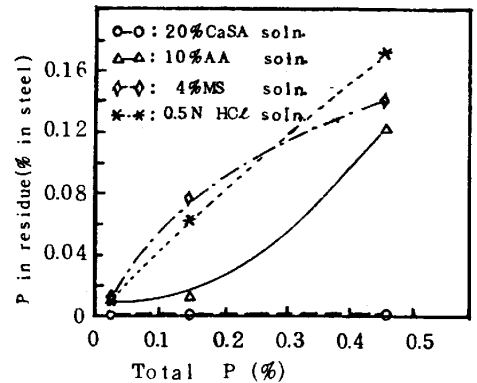


Fig. 1 Analytical results of P in the residues extracted from steels by various electrolytes. Electrolysis: Const. curr. 40mA/cm<sup>2</sup> Heat treatment of sample: 1200℃×24h, WQ Sample dissolved: 0.5g

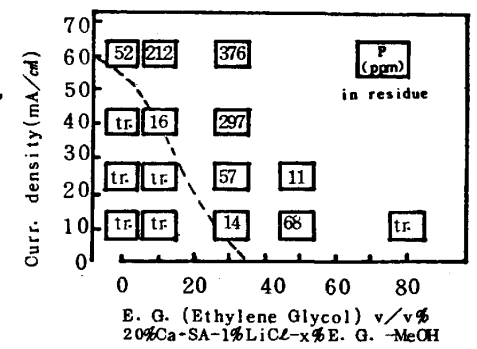


Fig. 2 Effects of electrolytic condition on the amount of Fe-P-M-O type residue. E. G. (Ethylene Glycol) v/v% 20%Ca-SA-1%LiCl-x% E. G. -MeOH

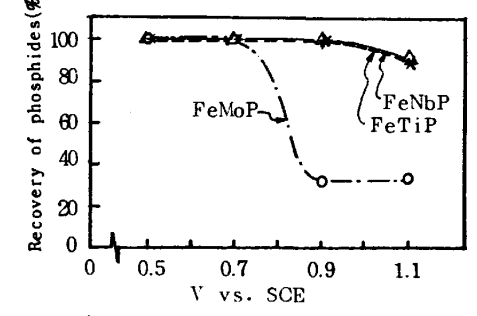


Fig. 3 Effects of electrolytic potential on the recovery of Phosphides by the secondary electrolysis(20%Ca-SA soln. ).