

543.062 : 546.623<sup>1</sup> 171.1 : 669.14 - 404

(209)

窒化アルミニウム定量について  
(酸不溶性 AlN の生成条件およびその定量)

70209

新日本製鉄中央研究所 川村和郎 大坪孝至 ○後藤俊助  
名古屋製鉄所 宿谷 巖

1 緒 言

レードル試料の窒素を定量する場合、定量値の正確さに加え迅速性が要求される。従来レードル試料での窒素定量には、この迅速性の要求から、また製品における酸不溶性窒素が無視し得るほど少ないことから、酸可溶性窒素のみを定量していた。

酸近ヘリウムガスキャリア・溶融熱伝導度法を用いた窒素定量装置に切替えたが、この分析値が従来の酸可溶性窒素に比較し高値を示したので、その分析値の差について検討した。

2 実験方法

レードル試料採取時にアルミニウムを添加しているが、このアルミニウムの添加量を変えると共に、試料の冷却速度をも変化させた試料を作成した。この試料を用い溶解酸として 6 N · H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> で可溶性・不溶性窒素、およびヘリウムガスキャリア・溶融熱伝導度法での窒素定量値、ならびにエステル-ハロゲン法による不溶解残渣中の窒素について酸可溶性およびアルカリ可溶性窒素等を調査し比較検討した。さらに電子顕微鏡・X線回折により析出物の有無を調査し析出物の同定を行った。

3 実験結果

レードル試料採取時のアルミニウム添加により、試料中に窒化アルミニウムの析出が起り、この窒化アルミニウムの一部が酸不溶性であることが判明した。またアルミニウム添加量の増加とともに酸不溶性窒素は増加し、冷却速度の遅いものに析出し易い。析出した窒化アルミニウム中には従来報告されている六方晶窒化アルミニウムとは格子定数が異なる析出物が見出された。同一のレードル試料でも外側が内部より急冷されるため、窒化アルミニウムの析出は認められないが、内部にはかなりの析出が認められた。図1にアルミニウム添加量と酸不溶性窒素の増加との関係を示した。写真は同一試料の外側と内部の電顕写真を示し、急冷部分に析出物が少なく内部のやや徐冷部分に析出物が多く認められる。

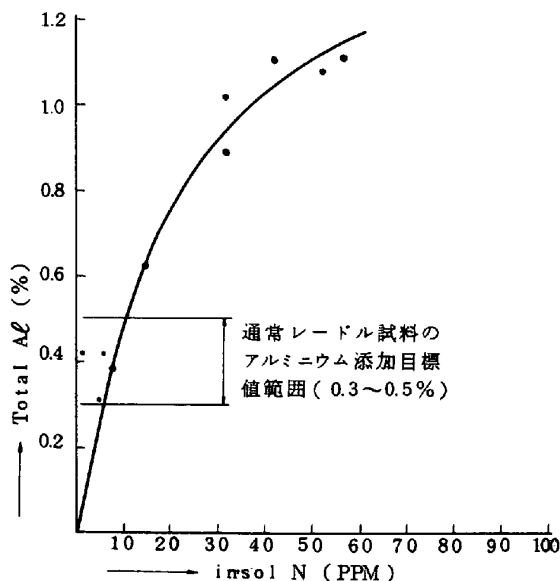
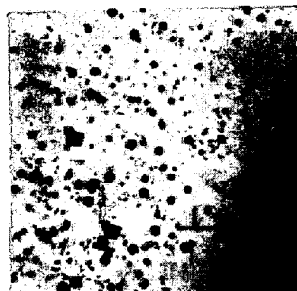


図1 Al添加量と酸不溶性Nの変動



急冷面の電顕写真  
(抽出レプリカ)  
析出物はきわめて少い



やや徐冷面の電顕写真  
(抽出レプリカ)  
六角状長方形四角状の  
多量の析出物が認められ、これ等は窒化アル  
ミニウムと同定された。