

(232) アルミキルド鋼のプロム-エステル溶解残渣中の臭化アンモニウムについて

新日本製鉄 製品技術研究所 川村和郎 大坪孝至

○後藤俊助

1. 緒言

窒化アルミニウムの定量に一般に用いられているプロム-エステル法によって、アルミキルド鋼板の焼鈍温度による析出物窒素の状態変化について検討中、試料溶解後の残渣のX線回折により六方晶窒化アルミニウムの他に立方晶物質が含有されていることが明らかとなった。この物質について調査検討を行ったので以下に報告する。

2. 供試材および実験方法

この実験に用いた鋼材は通常アルミキルド冷延鋼板であり、この鋼板を真空中で30°C/時の加熱速度で450~750°Cまで加熱後急冷したものを用いた。この材料をプロム-エステルにより溶解し、不溶性残渣を濾別、残渣中の窒素量を定量すると共にX線回折を行った。また参照のため沃素-メタノール法により同様に定量および同定を行った。さらに立方晶物質の検出されたものの一部について、その物質の確認のために高温X線回折および赤外吸収スペクトル分析を行った。

3. 実験結果および考察

プロム-エステル溶解残渣中に検出された立方晶物質のX線回折結果を表1に示す。この結果に対応する物質としてASTMカードより臭化アンモニアがあり参照のためにこれを併記した。この結果から残渣中の物質は、ほぼ臭化アンモニウムと同定されたが、その確認のためプロム-エステル残渣を赤外吸収スペクトル分析した結果、 NH_4^+ が存在することが確認された。さらに高温X線回折装置を用いて残渣を常温~300°Cまで加熱しながらX線回折を行った。その結果この物質は175°Cで可逆変態し(常温 Cubic $a_0=4.0594$ ASTM5-0618, 175°C以上 $a_0=6.90$ ASTM 1-0605) 臭化アンモニウムの既知のデータとよく一致している。(表2参照)さらに残渣のアルカリ蒸留において窒素が検出されることなどから推察し、この立方晶物質は明らかに臭化アンモニウムであることが確認できた。プロム-エステル溶解により残渣中に生成する臭化アンモニウムと熱処理温度との関連では、X線回折結果によれば六方晶窒化アルミニウムが検出される鋼の残渣には臭化アンモニウムが少くなる傾向がある。通常六方晶窒化アルミニウムが析出した鋼材・溶態化処理したもの、あるいは冷延材等では臭化アンモニウムが検出されないことから、臭化アンモニウムの生成と窒化アルミニウムの存在形態とは何等かの関連があるものと考えられる。

表1. Br-ester 残渣のX線回折結果

ASTM(NH_4Br)		Br-ester 残渣	
dA	I/I ₀	dA	I/I ₀
4.06	68	4.08	MS
2.871	100	2.89	S
2.345	18	2.35	W
2.031	17	2.04	W
1.816	21	1.82	W
1.658	25	1.66	W
1.354	8	1.358	VW
1.284	7	1.284	VW

表2. Br-ester 残渣の高温X線回折結果

ASTM NH_4Br	残渣X線回折温度経過					
	常温	150°C	175°C	常温	200°C	常温
(5-0618) Cubic $a_0=4.06$	○	○	○	○	×	×
(1-0605) Cubic $a_0=6.90$	×	×	○	×	×	×

- ※1. ○印は表記ASTMのd値に回折線が認められたもので×印は認められないもの
2. 温度経過は左から右の順で変化させた。