

(351)

高張力鋼炭窒化ニオブ定量法

住友金属中央技術研究所 新見 敬志
○三輪 勉

I 緒言

鋼中の炭窒化ニオブの抽出分離は、HCl(1+1)室温溶解法が多くの研究者によって行なわれている。当社でも、従来からこの方法によって高張力鋼中の炭窒化ニオブを定量してきたが、鋼の強度と酸不溶性ニオブとの関係が対応しない場合があった。その原因としてHCl(1+1)不溶性ニオブの定量値は、微細な析出ニオブの不十分な回収および高張力に關係の無い粗大析出物の含有の点と考えられた。これらの定量法の問題点を明らかにするとともに、より完全な鋼中炭窒化ニオブの定量法を確立する為に検討を行なった。

II 実験および結果

実験に使用した鋼の組成を表1に示す。これらの試料を圧延のまま又は熱処理して実験に使用した。

(1) 酸溶解法: H₂PO₄(2+1), HCl(1+1), H₂SO₄(1+5)中で煮沸および室温放置によって試料を溶解した。

その結果圧延のままの試料では溶解酸が異なっても定量値は変わらず、析出物は化学的に安定なものと考えられる。これに比べて焼入焼戻しをした試料では、酸の種類が異なると定量値に大きな差があり、不安定なものが析出していると考えられた。

室温静置法は試料の溶解に長時間かかり、その間不安定な炭窒化ニオブは空気によって酸化され、低値を示す恐れがあったので還元剤を添加した。還元剤の添加は大きな効果があり、試料の溶解やニオブ定量値などからTiCl₃の添加が最も良かった。

溶解中における固溶ニオブの析出は、炭窒化ニオブ定量値にアラスの誤差になるので、溶解液量を増やす事によって防いだ。

(2) 電解法: 塩酸、くえん酸、酒石酸、EDTA、塩酸エチレングリコール、塩酸アルコールの各電解液を使用して、炭窒化ニオブを抽出分離した。この中で固溶ニオブのマスキングが完全に、炭窒化ニオブ定量値の最も多いのはNaFを0.1%含有する1NHCl電解法であった。又、残渣の抽出量には電解時間の影響が最も大きく、0.7g以上電解する必要を認められた。表3の最下段の試料はニオブを固溶させた焼入試料なので、従来法のHCl(1+1)溶解法は固溶ニオブが沈殿することがわかる。

(3) 状態分析 機械的性質と炭窒化ニオブ定量値の関連性を求めるために、抽出した残渣を硝酸処理液で溶解した。溶解したニオブの値と機械的性質は、1NHCl+0.1%NaF電解法による残渣では関連があり、HCl(1+1)溶解法による残渣では無かった。

表1 試料の化学組成 (%)

C	Si	Mn	Nb	SOAL	N
0.10	0.35	0.54	0.08	0.001	0.0084
0.05	0.30	0.79	0.10	<0.001	0.0014
0.16	0.30	0.34	0.00	0.0003	—
0.04	0.31	0.80	0.50	<0.001	0.0026

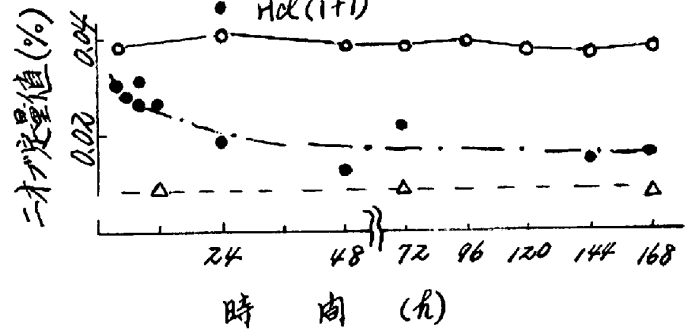


図1 溶解時間の影響

表2 分離方法

表2 分離方法		表3 定量結果 (%)			
A	B	A	B	C	D
1NHCl+0.1%NaF電解法	HCl+TiCl3 静置溶解法	11	8	8	8
HCl(1+1)	クク	13	8	8	7
15%くえん酸(PH3)電解法		9	8	8	7
		17	16	16	13
		29	19	24	20
		78	39	25	17
		<1	<1	6	<1