

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

鋼中析出物の分離抽出法として一般に  $I_2-CH_3OH$  法, Br-ester 法, 各種の電解法および一部では酸溶解法が用いられている。 $I_2-CH_3OH$  法, Br-ester 法は臭気あるいは廃液処理が, また一方電解法および一般の酸溶解法は作業性あるいは析出物の抽出分離性に向き点を有している。

鋼中析出物の抽出分離法として冷硝酸による定量法があり, 硝酸の適当な濃度と温度を選択することにより, 各種の析出物の抽出に有効な手段であることが報告された。<sup>(1)</sup> この冷硝酸法を鋼中窒化物の窒素定量に適用し得るかどうかを検討したので以下に報告する。

2. 実験方法

一定濃度の硝酸溶液をビーカーに採取し, あらかじめ一定温度に冷却してある冷却槽に入れ硝酸溶液を冷却後, 鋼試料を投入し磁気攪拌しながら溶解する。溶解終了後不溶性残渣はアスベストを充填したグーチルツボを用いて吸引濾過する。残渣はメチルアルコールを用いて洗浄し乾燥後, ビーカーに移し硫酸および硫酸カルウムを添加して加熱し白煙処理を行う。その後処理液を水蒸気蒸留し留出液にネスラー試薬を加え紫色させ吸光度計により吸光度を測定し窒素の定量を行った。

3. 実験結果とその考察

冷硝酸法による試料の溶解条件として, この実験での溶解条件の検討および報告(1)から, 硝酸温度  $-5^{\circ}C$  で濃度は(1+6)~(1+8)の範囲で大部分の窒化物が抽出されること明らかとなったので, この範囲の硝酸濃度と温度を用いて窒化物を含む各種の鋼を溶解した。その窒化物の定量結果を Br-ester 法と対比して表に示した。この表で認められるようにほとんどの試料については両法とも良く一致する値を示している。しかし Br-ester 法に較べ冷硝酸法による窒素定量値が著しく高値を示す試料があり, これは必ずしも鋼中炭素含有量が高くまた鋼の化学組成のうち炭素含有量だけを変化させた試料の実験からこの高値を示す原因として, 鋼中の炭素が影響していることが明らかとなった。これは鋼中の炭素, 特に固溶炭素とセメンタイトの炭素が試料の溶解時に硝酸との反応により窒素を含む有機化合物を生成するためと推察された。この有機化合物はアルコールやエーテル等の有機溶剤による洗浄で除去されないため, 抽出残渣を空気中および不活性ガス中で  $450^{\circ}C$  ~  $500^{\circ}C$  に加熱し有機化合物の除去を試みた。空気中の加熱では Ti および Zr の窒化物, さらに不活性ガス中の加熱では Ti-Zr の窒化物の他に V の窒化物が安定で, この方法により有機化合物の妨害を除去できるが, その他の窒化物では, その一部または全部が加熱時に分解し不適當であることが認められた。したがって冷硝酸法による鋼中窒化物の窒素の定量には高炭素鋼の場合は使用し得ないが低炭素鋼においては作業性も良く適用できることが明らかとなった。

表 冷硝酸法による窒化物定量結果

分析法 試料	Br-ester	冷硝酸 (+8~-5°C)
V-N(1)	0.0165	0.0166
V-N(4)	0.0077	0.0071
Ti-N	0.0101	0.0103
Ti-C-N	0.0037	0.0096
Ti-N-C	0.0076	0.0138
Zr-N	0.0048	0.0048
Cr-N	0.0034	0.0167
Cr-B-N	0.0035	0.0173
Al-N(B)	0.0220	0.0198
Al-N(N)	0.0051	0.0048
Al-N(AL)	0.0129	0.0138
N-9	0.0080	0.0076
Fe-N	$I_2-CH_3OH$ 0.0006	0.0007
Nb-2C	0.0086	0.0080

4. 文献

(1) 川村, 渡辺, 鈴木: 鉄と鋼 58(1972) 14, 2067-2077