

(319)

冷硝酸法による鋼中炭化物の分離定量

新日鉄・製品技研 川村和郎 渡辺四郎
佐藤友子

1. 緒言 鋼中炭化物の抽出分離法としては主として電解法が用いられ、その他酸抽出法もある。電解法は試料の形状や溶解時間等に制約があり種々問題がある。以上のことから冷硝酸により種々の炭化物の析出している試料を用いて分離定量条件を明らかにしたので報告する。

2. 実験方法 低温冷却装置を所定の温度に調節し、50~200 mlのビーカーにそれぞれの濃度と液量のHNO₃及びHNO₃・CH₃OHをとり低温冷却装置中に移し攪拌しながら一定温度とする。続いて切削試料を静かに入れ攪拌溶解する。磁石をビーカー外壁にあてて磁着してくる鉄がなくなる点を溶解終了とする。次に低温冷却装置と接続してある吸引濾過器(溶解温度と同一温度)を用いニュートルポアフィルターで濾過し、残渣は水及びメタノールで洗浄した後、通常の吸光光度法により分析する。

3. 実験結果 (1)試料は日本鉄鋼協会共同研究会、鉄鋼分析部会、鋼中非金属介在物分析分科会、炭化物分析共同実験試料を用い、HNO₃の濃度、溶解温度等を種々変え、実験方法に従って実験し最適抽出分離条件を見出すとともに電解法の結果(共同実験結果の平均値)と比較検討した。(2)結果は表より知られるように溶解温度-5~-10℃でFe₃C、ZrC、NbC、Cr₇C₃、Fe₃W₃C~Fe₄W₂Cは高濃度、TiC、VCは低濃度のHNO₃が最適である。しかし、Mo₂Cは不安定であり最適条件はなかった。(3)冷HNO₃と冷HNO₃・CH₃OH法を比較した結果、冷HNO₃・CH₃OH法は試料の溶解がおだやかで長時間を要するが抽出分離範囲が広い。(4)本法は電解法と比較して多数の試料を短時間で迅速に処理でき、且つ一致した値を示した。

表 冷硝酸法および冷硝酸メタノール法による鋼中炭化物の抽出分離結果の一例

試料名	Fe-C	Fe-Ti-C	Fe-Zr-C	Fe-V-C	Fe-Nb-C	Fe-Cr-C	Fe-W-C	
析出物	Fe ₃ C	TiC (TiN Ti ₂ S少量)	ZrC (ZrN少量)	VC	NbC	Cr ₇ C ₃ (Cr ₂₃ C ₆ 少量)	Fe ₃ W ₃ C Fe ₄ W ₂ C (W ₂ C少量)	
電解法の定量結果	Fe= $\frac{\bar{x}}{x}$ 1.01%	Ti= $\frac{\bar{x}}{x}$ 0.153%	Zr= $\frac{\bar{x}}{x}$ 0.39%	V= $\frac{\bar{x}}{x}$ 0.086%	Nb= $\frac{\bar{x}}{x}$ 0.185%	Cr= $\frac{\bar{x}}{x}$ 1.35%	W= $\frac{\bar{x}}{x}$ 4.25%	
冷硝酸溶解法	最適抽出分離条件	試料0.5g HNO ₃ (2+1)20ml -10℃	試料1g HNO ₃ (1+8)80ml -5℃	試料1g HNO ₃ (1+1)50ml -10℃	試料1g HNO ₃ (1+10)80ml -5℃	試料0.2g HNO ₃ (2+1)20ml -10℃	試料0.2g HNO ₃ (1+1)20ml -10℃	試料0.2g HNO ₃ (1+1)20ml -10℃
	定量結果	Fe=1.12%	Ti=0.153%	Zr=0.40%	V=0.089%	Nb=0.200%	Cr=1.46%	W=4.95%
冷硝酸メタノール法	最適抽出分離条件	試料0.5g HNO ₃ (1+10)20ml -5℃	試料1g HNO ₃ (1+3)50ml -10℃	試料1g HNO ₃ (2+1)50ml -10℃	試料1g HNO ₃ (1+5)80ml -10℃	試料0.2g HNO ₃ (2+1)20ml -10℃	試料0.2g HNO ₃ (1+1)20ml -10℃	試料0.2g HNO ₃ (1+1)20ml -10℃
	定量結果	Fe=0.84%	Ti=0.158%	Zr=0.40%	V=0.082%	Nb=0.196%	Cr=1.44%	W=4.92%

文献

- (1)川村他：鉄と鋼58(1972)p2060
(2)川村他：鉄と鋼58(1972)p2067