

（株）神戸製鋼所 中央研究所

成田 貴一 官本 醇 ○山本浩太郎

1. 緒言：VおよびNbは高張力鋼、低合金鋼、耐熱鋼、工具鋼などの重要な合金元素の1つであり、鋼中ではCおよびNとの親和力が強く炭化物および窒化物として析出して鋼の強化、時効硬化、結晶粒度微細化などに重要な影響をおよぼすことが知られている。これまで鋼中のVおよびNbの炭化物の抽出分離については比較的多くの検討がおこなわれているが、これらの窒化物については検討があまりおこなわれておらず、その析出形態、合金元素量、熱履歴などによる分析化学的性質が必ずしも明確にされているとはいえない。

本研究では鋼中の窒化バナジウムおよび窒化ニオブを対象に、各種の抽出分離法とくに最近よくもちいられている非水溶媒系の電解液による定電位電解法の適用性を調べた。

2. 試料および実験方法：試料は電解鉄をもちいて高周波誘導真空融解炉によつて溶製した比較的単純な3元および4元合金と2, 3の実用鋼（高張力鋼、不銹鋼）であり、単純系試料は丸棒に鍛造後石英管内に減圧封入して所定の熱処理をおこなつて試料を調製した。単純系試料の一般化学成分および熱処理条件を表1に示す。

表1 試料の化学成分および熱処理条件

試料中	C	Si	Mn	P	S	V	Nb	Al	O	N	熱処理条件
の析出物											
について											
電子顕微鏡による											
Fe-V-N	0.006	0.005	<0.005	0.003	0.004	0.12	-	-	0.004	0.013	a)1200°C×2hr→W.Q., 700°C×2hr→W.Q.
Fe-V-C-N	0.047	0.016	0.010	0.007	0.013	0.21	-	-	0.004	0.013	b)1200°C×2hr→W.Q., 700°C×10hr→W.Q.
Fe-Nb-N	0.004	<0.01	<0.01	0.003	0.007	-	0.42	0.051	0.005	0.017	a)1800°C×2hr→W.Q., 900°C×10hr→W.Q.
Fe-Nb-C-N	0.035	0.01	<0.01	0.006	0.006	-	0.42	0.044	0.008	0.020	b)1800°C×2hr→W.Q., 1000°C×10hr→W.Q.

形態の観察、制限視野電子線回折および抽出残さのX線回折をおこない、析出物の種類、結晶構造などを明らかにしたのち酸分解抽出法、よう素-メタノール法および0.5N塩酸、5%塩酸-エタノール溶液、15%くえん酸ナトリウム-1.2%臭化カリウム-30%くえん酸溶液(pH=3.0)、10%アセチルアセトン-1%テトラメチルアンモニウムクロライド-メタノール溶液を電解液としてもちいる定電位電解法による鋼中の窒化バナジウムおよび窒化ニオブの抽出率について検討した。

3. 実験結果：単純系試料についての実験結果を要約すると以下のとおりである。

(1) 試料中の析出物はおもにV系の試料では立方晶構造のVCおよびVNであり、Nb系の試料では立方晶構造のNbCおよび六方晶構造のNbNである。

(2) 鋼中のVNは化学的に不安定な化合物であり酸分解抽出法（塩酸1+1, 硫酸1+5, りん酸2+1）およびよう素-メタノール法では定量的に抽出できない。定量的に抽出できる方法は定電位電解法に限定され、上記の電解液のいずれをもちいても良好な結果がえられる。

(3) 鋼中のNbNは比較的安定な化合物であり、塩酸（1+1）および硫酸（1+5）分解抽出法では定量的に抽出できないが、りん酸（2+1）90°C加熱分解抽出法およびよう素-メタノール溶液による室温分解抽出法で良好な結果がえられる。電解法では上記電解液をもちいる定電位電解法によつて良好な結果が得られるが、0.5N塩酸をもちいた場合にNb水和物が生成することがあり、酒石酸を加えた0.5N塩酸-3%酒石酸溶液をもちいるほうが望ましい。

(4) 試料中に析出したVNおよびNbNはアルカリに対して安定な性質を示し、AlNが共存する場合でも分別して定量することが可能である。