

(290) 鋼中窒化アルミニウム定量法についての二三の検討

富士製鉄 中央研究所 川村和郎 工博 渡辺四郎

大坪孝至 ○ 後藤俊助

1 緒 言

鋼中窒化アルミニウムの定量には、鋼をブローメステルで溶解して不溶の窒化アルミニウムを濾過分離後定量する、いわゆる Beeghly 法がひろく用いられているが、一部の鋼試料については、試料をブローメステルで分解後の残渣について、残渣分離後の乾燥時間および放置時間により、同一試料の窒化アルミニウムの定量値が著しく変動することが見出された。これについてさらに確認するために、若干の Fe-Al-N の三元系溶製試料、および実用鋼について種々の乾燥・放置条件の下で窒化アルミニウム定量値の経時変化の有無を検討した。

2 実験装置および条件

実験装置は学振法の窒化アルミニウム定量法（臭素—エステル法）に準じ、操作も濾過までを同法に従って行なつた。残渣を濾過分離後の実験条件は次のごとく行なつた。

(1) 乾燥器中で残渣を 110°C で乾燥し、そのまま保持する。(2) 110°C で 30 分乾燥後、残渣をデシケーター中に入れて保存する。(3) 110°C で 30 分乾燥後、放冷してそのまま放置する。(4) 濾過後の残渣を乾燥せずにそのままデシケーターに保存する。

なお実験に用いた Fe-Al-N 系試料の化学成分と熱処理条件を表 1 に示す。

表 1 溶製試料の組成および熱処理

試料	C	Si	Mn	Al	N	[Al]/[N]	
B	0.006	0.19	0.58	0.044	0.0290	0.8	1300°C 1h 急冷 750°C 1h //
D	0.030	0.018	0.49	0.080	0.0264	1.6	1300°C 2h 急冷 1050°C 2h //
E	0.001	0.005	<0.001	0.015	0.0132	0.6	1300°C 1h 急冷 750°C 1h //
F	0.002	0.004	<0.001	0.042	0.0160	1.4	同 上
G	0.001	0.004	<0.001	0.062	0.0157	2.0	同 上

3 実験結果および考察

上記の条件下において、Fe-Al-N 系溶製試料においては、ほとんどの場合残渣を濾過分離して 48 時間後では 10~30% 低値を示した。一例を表 2 に示す。しかし試料 G と条件 4 の濾過後の残渣を乾燥せずにデシケーターに入れ保存したものについては、経時変化は認められない。また実用鋼においては、いずれの条件においても窒化アルミニウムの定量値に経時変化は認められなかった。

表 2 Fe-Al-N 系鋼の Br—エステル分解残渣の窒素定量値の経時変化（実験条件 3）

試料	30 分乾燥後	24 時間後	48 時間後
B	0.0210 %	0.0167 %	0.0157 %
D	0.0202	0.0174	0.0140
E	0.0054	0.0050	0.0047
F	0.0159	0.0142	0.0137
G	0.0149	0.0148	0.0146

この経時変化の有無に影響を与える一つの因子として、鋼中のアルミニウムと窒素の割合が考えられる。 $[Al]/[N]$ が大きい試料 G では他の試料と異つて経時変化はほとんど認められず、また実用鋼においても一般に $[Al]/[N]$ が大きいため安定な窒化アルミニウムが形成され、残渣の乾燥・放置時の経時変化が認められないものと考えられる。この経時変化の防止には、分離残渣を乾燥せずにデシケーター中で保存することが望ましい。この実験で窒化アルミニウム定量値の経時変化が認められたのは、Fe-Al-N 系溶製試料のみであつたが、実用鋼においても実験に供した試料数も少く経時変化しないとは言えない。