

(332)

電解抽出残さのC, Nの定量

川崎製鉄(株) 技術研究所 吉田良雄 ○ 船橋佳子
神野義一

1. 緒言

鋼中の析出物、介在物を分析する場合、それら化合物の金属成分のみでなく、C, Nなど非金属成分も同時に定量するのが望ましい。本実験では、電解残さをガラス繊維ろ紙を用いてろ過捕集し、残さのCを燃焼-電気伝導度法、Nを酸化溶融-熱伝導度測定法により定量する方法について検討を行った。

2. C定量について

(1) 実験方法

試料をボートに入れて加熱炉反応管内に挿入し、O₂気流中で加熱し、生成するCO₂ガスをNaOH溶液中に導入して(2分間)電気伝導度の減少度を測定し、C量を求める。

(2) 実験結果

- ① Fe₃C (鋼抽出), TiC (合成品, 以下同じ), VC, ZrC, NbC, Mo₂C, WCなどは1200℃の加熱で完全に燃焼する。しかし、B₄C, Cr₃C₂, SiCは1300℃に加熱しても2分間程度では分解不十分で、C定量値は低い。この場合、助燃剤としてCuを添加して行うと、いずれの炭化物も1100℃で完全に分解した。

- ② ガラス繊維ろ紙は孔径(0.7μ)がやや大きいのが、アスベストを添加するとろ過漏れはない。

- ③ 鋼試料の電解残さ(10%アセチルアセトン系非水電解液使用)についてCを定量した結果、精度、再現性とも良好であった。また、よう素メタノール法の場合、Fe₃Cは分解するが、Fe₃CのCは残さとして回収されとの結果を得た。(表1)

3. N定量について

(1) 実験方法

試料をCoO 45mgと共にガラス繊維ろ紙上にとつて丸め、外側をSn箔で包み、ナイトロマツトによつてNを定量する。試料加熱温度1480℃、積分時間90秒。

(2) 実験結果

- ① 試料の分解を完全にするため、試料投入の黒鉛るつぼには、アスベスト0.15g, Si 0.1gを加熱溶融し、あらかじめ溶融浴をつくつておく。

- ② 酸化剤としてはFeO, CuO, CoOなどが有効である。

- ③ TiN, Si₃N₄, AlNなど合成窒化物の場合、本法によるN定量値は湿式法の値とほぼ一致した。

- ④ Fe-Si-N系実験鋼の電解残さについてNを定量した結果、本法による値は、精度、再現性とも良好であった。湿式法(K₂SO₄-H₂SO₄加熱分解)では低値を与えることがある。(表2)

4. 結言

本法は炭化物、窒化物のC, N定量において迅速性、精度とも優れている。ただ、ガラス繊維ろ紙は孔径が大きいので、特に微細な析出物の場合は、ろ過漏れ防止に十分注意せねばならない。

表1. 電解残さのC定量値

鋼種	残さのC(%)	母材成分(%)
Fe-C系	0.083, 0.084 [*]	C 0.084, —
Fe-Ti-C系	0.092, 0.092	C 0.094, Ti 0.098
Fe-Cr-C系	0.37, 0.37	C 0.38, Cr 0.94
Fe-V-C系	0.21, 0.21	C 0.21, V 0.10
Fe-Zr-C系	0.068, 0.068	C 0.068, Zr 0.24
Fe-Mo-C系	0.37, 0.38	C 0.38, Mo 0.29

* よう素メタノール法(60℃加熱)残さ
(%) 鋼中換算値

表2. 電解残さのN定量値

鋼試料履歴	本法 N(%)	湿式法 N(%)
1100℃×15min, WQ	0.0036	0.0039
-700℃×1h, WQ	0.0034	0.0034
1100℃×15min, WQ	0.0044	0.0037
-750℃×1.5h, WQ	0.0043	0.0035

試料成分(%):

C 0.014, Si 2.89, N 0.0045