鋼 中 炭 化 チ タ ン 抽 出 分 離 定 量 法*

神 森 大 彦** 田 口 勇**
鈴 木 堅 市** 小 野 昭 紘**

Ohiko Kammori, Isamu Taguchi, Ken-ichi Suzuki and Akihiro Ono: Quantitative Extraction of Titanium Carbide from Steel. The hydrochloric acid extraction method at room temperature, the potentiostatic electrolysis method with 5% Na-citrate-1.2% KBr electrolyte (pH 5) and the potentiostatic electrolysis method with 7% HCl-3% FeCl₃-ethyleneglycol electrolyte, which was previously reported by the present authors as a method for the quantitative extraction of vanadium carbide (V₄C₃), were compared for the quantitative extraction of 0.01~0.25% of titanium carbide (TiC) from Fe-Ti-C steel. The highest values were attained by the 7% HCl-3% FeCl₃-ethyleneglycol-electrolyte potentiostatic electrolysis method.

About 0.5 g of steel sample is potentiostatically electrolyzed at -280 mV vs SCE in about 400 mL of 7% HCl-3% FeCl₃-ethyleneglycol. Extracted residues are collected through Cella filter and washed by ethyl alcohol. Titanium in the residues is determined by Chromotropic acid spectrophotometry and titanium carbide (TiC) is calculated.

By this procedure, titanium carbide was quantitatively extracted and determined with good reproducibility. The time for the extraction ranged from 5 to 10 hr and the time for the titanium determination about 30 min.

(Received April 26, 1968)

I. 結 言

鋼中析出物介在物の抽出分離定量についてさらに詳細な分析的検討が必要になつたので、著者らは一連の研究を行なつており、すでにその一部は報告した^{(1)~(4)}。本報ではFe-Ti-C系試験溶解鋼中の炭化チタン(TiC)を対象とし、その抽出分離定量法を検討した。現在、鋼から炭化チタンを抽出分離するには一般に酸溶解法(主として6N塩酸溶解法)^{(5)~(9)}が用いられている。この理由としては酸溶解法が簡便であり、炭化チタンが塩酸(6N)、硫酸(6N)に安定である⁽¹⁰⁾ことなどとともに、炭化チタンを対象とした分析的な検討が少なかつたことが挙げられる。すなわち、冶金学的研究の一助として炭化チタンを塩酸-クエン酸ナトリウム系電解液⁽⁸⁾、希塩酸電解液⁽⁹⁾、塩酸-エチルアルコール電解液⁽¹¹⁾⁽¹²⁾で定電流電解して抽出分離した報告はあるが定量的な検討は詳細には行なわれていない。本報で採用した

定電位電解法で炭化チタンを抽出分離した報告は見あたらない。しかし、今井ら⁽¹³⁾はその総説で炭化チタンの分極曲線を示し、定電位電解法による炭化チタン抽出分離定量の可能性を示している。また著者ら⁽²⁾もさきに報告した炭化バナジウム(V₄C₃)抽出分離定量法の研究で、塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコールを電解液とした定電位電解法によれば、酸溶解法で抽出分離した場合には溶解するおそれがある微細な析出物まで抽出分離しうることを見出した。以上から本報においてはFe-Ti-C系試験溶解鋼中の炭化チタンを対象とし、抽出分離法として、塩酸溶解法、クエン酸系電解液定電位電解法および上記の塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液定電位電解法を比較検討し、塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液定電位電解法によつて定量操作を確立した経過などについて述べる。

II. 装 置 お よ び 鋼 試 料

1. 装 置

- (1) 東京光電製定電位電解装置 ANA-102型
- (2) 東京光電製磁気分離器 ANA-G 2型
- (3) 日本電気製広帯域超音波発振装置 NUG-5272型
- (4) 東京光電製ろ光板光光度計 7B型

- (10) 成田：鉄と鋼，**52**(1966)，1098.
- (11) 中川，乙黒：金材技研報告，**3**(1960)，260.
- (12) K.Bungardt and G.Lennartz：Arch.Eisenhütt., **27**(1956)，127.
- (13) 今井，増本：金属学会会報，**5**(1966)，121.

** 八幡製鉄株式会社東京研究所(Tokyo Research Institute, Yawata Iron and Steel Co., Ltd., Kawasaki)

* 1967年10月本会札幌大会に発表；鋼中析出物介在物分析法の研究(第5報)

- (1) 神森，田口，小野，本誌，**32**(1968)，55.
- (2) 神森，田口，鈴木，小野：本誌，**32**(1968)，629.
- (3) 神森，田口，佐藤：本誌，**32**(1968)，634.
- (4) 神森，田口，有浦，滝本：本誌，**32**(1968)，773.
- (5) 瀬川：鉄と鋼，**52**(1966)，47.
- (6) 沢村，津田：鉄と鋼，**42**(1956)，231.
- (7) 成田，森：鉄と鋼，**46**(1960)，1442.
- (8) 盛，時実，鳥谷：鉄と鋼，**50**(1964)，2004.
- (9) K.Kuo：J.Iron Steel Inst., **184**(1956)，258.

2. 鋼 試 料

昭和電工製電解鉄にフェロチタン、炭素を添加して真空溶解炉で溶製した 10 kg 鋼塊を 12 mm 厚に熱延し、 $50 \times 20 \times 5$ (各 mm) に切出した。試料 A~C は熱延のまま、試料 D は 1200°C で 2 時間溶体化処理後、 $20^\circ\text{C}/\text{min}$ で室温まで連続冷却した試料、試料 E は 1200°C で 2 時間溶体化処理後、 $60^\circ\text{C}/\text{min}$ で室温まで連続冷却した試料である。各々の鋼試料の化学分析値を Table 1 に示す。

Table 1 Chemical composition of samples (%)

Sample	C	Ti	Si	Mn	S	P	O	N
A	0.18	0.24	0.01	<0.01	0.003	0.002	<0.001	0.031
B	0.17	0.14	0.03	<0.01	0.002	0.002	0.002	0.031
C~E	0.047	0.17	<0.05	<0.01	0.004	0.002	0.001	0.031

III. 抽出分離定量法の検討

1. 塩酸室温溶解法

抽出分離定量法の検討のはじめとして既存の塩酸溶解法によつて鋼試料 A~C から炭化チタンを抽出分離定量した。塩酸濃度は 6 N とし、微細な炭化チタンをも抽出分離定量しうるように室温で溶解する方法を採用した。抽出分離定量操作はつぎにしたがつた。II の 2 に示した板状試料から調製した切削試料 0.5 g をビーカー (容量 200 mL) にはかりとり、塩酸 (1+1) 50 mL を加えたのち、室温で静置する。磁石を用いて地鉄の溶解を確認したのち、ミリポアフィルター (100 m μ) とミリポアフィルター用ろ過器で残さをろ別し、水洗する。残さ中のチタンを後述の IV の 2 の操作にしたがつて定量する。結果を Table 2 に示した。

Table 2 Determination of titanium in the residues extracted by HCl extraction and Na-citrate-KBr potentiostatic electrolysis

Method		Titanium (% in steel)		
		Sample A	Sample B	Sample C
6 N HCl extraction at room temperature		0.18	0.10	0.15
Potentiostatic electrolysis with 5% Na-citrate-1.2% KBr electrolyte (pH 5)	-400*	0.17	0.08	0.14
	-450*	0.15	0.08	0.13
	-500*	0.15	0.08	0.13

* Electrolytic potential (mV vs SCE)

Table 2 では残さ中のチタン定量値を鋼中に換算して示した。鋼試料 A から上記の塩酸室温溶解法によつて抽出分離した残さの電顕観察結果の例を Photo. 1 に示した。電顕観察結果によれば 0.1~0.5 μ 程度の大粒子と 10 m μ 程度以下の小粒子が存在していることがわかった。なお、制限視野電子線回折結果によれば 10 m μ 程度以下の小粒子も炭化チタンであるとみられる。

以上は塩酸室温溶解法による結果であるが室温溶解を加

熱溶解にかえても抽出分離残さ中のチタン量、電顕観察などはほとんど同じ結果となつた。

Photo. 1 Electron micrograph of the residues extracted from sample A by hydrochloric acid extraction method at room temperature

2. クエン酸系電解液定電位電解法

電解法による炭化チタン抽出分離定量法の検討として、定電流電解法よりも厳密に抽出分離条件を定めることができる定電位電解法を採用し、電解液としてはまず一般的なクエン酸系電解液を検討した。すなわち、電解液を 5% クエン酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム水溶液 (pH 5, クエン酸酸性) 約 400 mL とし、電解電位を -500, -450, -400 各 mV vs SCE (以下 vs SCE は省略する) とした以外は後述の IV の 1 の操作にしたがつて (ただし、鋼試料表面付着残さの洗浄時の溶液はクエン酸ナトリウム溶液 (2%) とした)、鋼試料 A~C を電解し、抽出分離残さをミリポアフィルター (100 m μ) とミリポアフィルター用ろ過器でろ別捕集した。抽出分離残さ中のチタン量を後述の IV の 2 の操作にしたがつて定量した。結果を Table 2 に併記した。定量値の表示法は 1. にしたがつて鋼中換算値とした。Table 2 によればクエン酸系電解液定電位電解法の結果は、1. の塩酸室温溶解法の結果に比較して全体的にやや低値であるが電解電位が高いほど高値になる傾向があり、1. の塩酸室温溶解法の値に近づいている。これら 3 鋼試料についてさらに高電位域で電解抽出分離することは孔食現象のためできなかった。

鋼試料 A から上記のクエン酸系電解液定電位電解法によつて抽出分離した残さの電顕観察結果は後掲の Photo. 2 とほぼ同様で、多量のセメントタイトの共存が観察された。セメントタイトの共存は X 線回折結果でも確認された。このセメントタイトの共存量は試料 A、電解電位 -500~400 mV で、セメントタイトを形成している鉄の鋼中換算値として 1.7~2.1% で、後述の 3 の (4) に述べる塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液定電位電解法の場合のセメントタイト共存量よりも多い。これは上記のクエン酸系電解液定電位電解法の条件が鋼中のセメントタイトの最適抽出分離条件と重なるためである。

鋼試料 A から上記のクエン酸系電解液定電位電解法によ

つて、 -500 、 -450 、 -400 各 mV で抽出分離した残さを一定条件で塩酸処理し(塩酸(1+1) 30 mL, 加熱溶解 30 分間)、処理残さについて電顕観察を行なった。電顕観察結果によれば -400 mV で抽出分離を行なつて塩酸処理を行なつた残さについては Photo.1 とほぼ同じ観察結果であつたが、電解電位が -450 、 -500 mV と低くなるにしたがつて処理残さ中に Photo.1 で観察された小粒子(約 $10 \mu\text{m}$ 以下)の炭化チタンが減少していく傾向が認められた。Table 2 において電解電位が低くなるにつれて、抽出分離残さ中のチタン量が減少する傾向があるのは、上記の小粒子の炭化チタンの減少に関連づけることができると考えられる。

3. 塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液定電位電解法

2 の検討結果では定電位電解法の結果が酸溶解法の結果よりも低値なので電解液を、さきに報告した塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール⁽²⁾にかえて検討を行なつた。

(1) 電解槽と抽出分離残さ捕集法

先報⁽²⁾では定量精度と正確度の向上を目的として小容量の試作電解槽(電解液量約 400 mL)を使用し、電解液全量をろ別して電解液中に分散した抽出分離残さも捕集することに改め、好結果を得た。塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液電解法では鋼試料の電解が進行して電解液組成が多少かわつても定量値にはほとんど影響しないので小容量の電解液の使用が可能である。本報においても電解槽と抽出分離残さ捕集法については先報どおりとすることにした。

(2) 電解液組成

使用電解液における塩酸、塩化第二鉄、エチレングリコールの構成割合を定める検討を行ない、結果を Table 3 に示した。すなわち、鋼試料 A, B を対象とし、エチレングリコール中の塩酸と塩化第二鉄の構成割合を Table 3 の

Table 3 Effect of electrolyte composition on titanium amount of the residues extracted by HCl- FeCl_3 -ethyleneglycol potentiostatic electrolysis

Electrolyte		Titanium (% in steel)	
Conc. HCl (V/V %)	FeCl_3 (W/V %)	Sample A	Sample B
0	10	0.17	0.09
2	3	0.18	0.10
7	3	0.19	0.11
15	3	0.19	0.11

ようにかえ、電解電位は -280 mV とし、他の操作などはすべて後述の IV の 1 にしたがつて抽出分離を行なつた。抽出分離残さ中のチタンを後述の IV の 2 にしたがつて定量した。Table 3 の結果から電解液組成は炭化バナジウム(V_4C_3)抽出分離定量法⁽²⁾の組成と同様の 7% (V/V) 塩酸-3% (W/V) 塩化第二鉄-エチレングリコールと定めた。Table 3 の結果によれば抽出分離残さ中のチタン量は電解液中で塩酸の構成割合が小になるにしたがつて低値となる

傾向が見られ、塩酸の構成割合によらずほぼ一定の定量値が得られた炭化バナジウム(V_4C_3)の場合⁽²⁾とは異なつた。しかし、鋼試料電解進行時に電解液組成が多少変動しても定量値にはほとんど影響しないものと考えられる。

(3) 電解電位

7% 塩酸-3% 塩化第二鉄-エチレングリコール電解液を用いて鋼試料 A~C の電位電流密度曲線を作成して Fig. 1

Fig. 1 Relation between current density and surface potential of sample A~C (Electrolyte: 7% HCl-3% FeCl_3 -ethyleneglycol)

に示した。鋼試料 A~C の電解開始電位は $-400 \sim -350$ mV で、電流密度は -100 mV 付近で極大値、 $+100$ mV 付近で極小値をとつた。鋼試料 A~C を対象とする場合には $-400 \sim -350$ mV から $+800$ mV 付近まで孔食を起こすことなく、平滑な電解が行なえることがわかつた。

Table 4 Effect of electrolytic potential on the titanium amount of the residues extracted by 7% HCl-3% FeCl_3 -ethyleneglycol potentiostatic electrolysis

Electrolytic potential (mV vs SCE)	Titanium (% in steel)	
	Sample A	Sample B
+800	0.17	0.09
+600	0.16	0.08
+300	0.18	0.09
± 0	0.18	0.09
-150	0.19	0.10
-280	0.19	0.11
-320	0.19	0.11

電解電位が抽出分離残さ中のチタン量におよぼす影響を検討し、結果を Table 4 に示した。すなわち、鋼試料 A, B を対象とし、後述の IV の 1 の操作中電解電位のみを $-320 \sim +800$ mV までかえて抽出分離を行ない、抽出分離残さ中のチタン量を後述の IV の 2 にしたがつて定量した。Table 4 の結果によれば抽出分離残さ中のチタン量は電解電位が低くなるにしたがつて高値となる傾向があることがわかつた。

た。しかし、電解電位 $-320 \sim -150$ mV の間では抽出分離残さ中のチタン量はほぼ一定であつたので炭化バナジウム抽出分離定量法⁽²⁾と同様に -280 mV を電解電位として選定した。なお Table 4 の実験で電解電位を $-280, -320$ mV とした場合、電解量実測値と電解電流値から算出した電解量計算値とはほぼ良好に一致した。

(4) 抽出分離残さの観察とセメンタイト共存の影響

後述のⅣの1の操作で、鋼試料Aから抽出分離した残さの電顕観察を行なつた。Photo.2は電顕観察結果の一例で

Photo.2 Electron micrograph of the residues extracted from sample A by potentiostatic electrolysis with 7% HCl-3% FeCl_3 -ethyleneglycol electrolyte

ある。抽出分離残さ中には多量のセメンタイトとともに Photo.1において認められた $0.1 \sim 0.5 \mu$ 程度の大粒子の炭化チタン、 $10 \text{ m}\mu$ 以下の小粒子の炭化チタンが観察された。

このセメンタイトの共存は抽出分離残さをX線回折した場合にも確認され、また後述のように抽出分離残さの鉄量を定量した結果からも認められた。セメンタイト中にはわずかであるがチタンが固溶すると考えられ、後述のⅣの定量法において正誤差をあたえるおそれがあつたので、その影響の程度をつぎに検討した。佐藤⁽¹⁴⁾は 700°C で50時間焼もどした Fe-Ti-C 系鋼から抽出分離した残さについてキュリー点を測定し、同状態におけるチタンのセメンタイトへの固溶限は 0.1% と推算している。しかし、この値をそのまま本報で採用した鋼試料中のセメンタイトに適用することはできない。なお、鋼試料 A, B から後述のⅣの1の操作で抽出分離した残さ中、セメンタイトを形成している鉄量はニトロンR塩吸光光度法で定量した結果、鋼試料Aで約 0.64% 、鋼試料Bで約 0.47% であつたが定量値の再現性は悪かつた。

鋼試料Aから後述のⅣの1の操作で抽出分離した残さ約 20 mg を磁気分離用ガラス製円管 (径 35 mm 、全長 145 mm) にとり、エチルアルコールを加えて超音波をかけながらよく分散させたのち磁気分離を行なつた (マグネット

強度5、攪拌速度F、分離時間10分間)。非磁性部分はずして、さらに磁性部分の一部を必要に応じて鉄、チタン定量用に分取したのち再び同様の磁気分離操作を行なつた。この操作を繰り返した。磁気分離操作の回数が増えるにつれて、チタンと鉄の重量比 (Ti/Fe, %) は減少したが磁気分離を20回繰り返しても同比は一定にならず、まだ下降する傾向があつた。この実験結果から磁気分離法によつてセメンタイトと炭化チタンを完全に分離することは困難であることがわかつたが、20回磁気分離を行なつたのちの磁性部分のチタンと鉄の比 (Ti/Fe, %) は 0.33% なので、鋼試料A中のセメンタイトに固溶するチタン量は同比で 0.33% 以下と考えることができる。この比から、抽出分離残さ中にセメンタイトが鉄量として 1.2% 共存しても炭化チタンを形成しているチタン定量値に対して 0.004% 以下の正誤差しかあたえることにならず、セメンタイト共存の影響は先報の炭化バナジウム (V_4C_3) 定量法検討時と同様、無視しうることがわかつた。

(5) その他

以上では主として鋼試料 A, B を対象として検討を行なつたが、それぞれ最適条件における抽出分離残さ中のチタン量 (Table 3, 4) を、Table 2 の塩酸室温溶解法やクエン酸系電解液定電位電解法の結果と比較すると多少ではあるが、塩酸室温溶解法やクエン酸系電解液定電位電解法よりも高値が得られている。しかし、その差 (たとえば塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液定電位電解法と塩酸室温溶解法の定量値間の差) は先報⁽²⁾の連続冷却した試験溶解鋼中の炭化バナジウム (V_4C_3) を対象とした場合の大差に比較すればわずかであり、炭化チタンの微細な粒子は炭化バナジウム (V_4C_3) の微細な粒子にくらべて塩酸溶解時に比較的安定であることが考えられる。

後述のⅣにしたがつて鋼試料 C~E から抽出分離した残さ中のチタン量は鋼試料Cについて 0.16% (鋼中換算値、以下同様)、鋼試料Dについて 0.16% 、鋼試料Eについて 0.14% であつた。鋼試料 C~E から1の塩酸室温溶解法操作にしたがつて抽出分離した残さ中のチタン量は鋼試料Cについて 0.15% (Table 2)、鋼試料Dについて 0.15% 、鋼試料Eについて 0.13% であつた。以上の結果でも塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液定電位電解法の定量値は塩酸室温溶解法の定量値に比較して高値であつたがその差は小であつた。

Ⅳ. 定 量 法

以上から Fe-Ti-C 系試験溶解鋼中の炭化チタンの抽出分離定量法として塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液定電位電解法を選定し、その抽出分離操作、チタン定量操作をつぎのように定めた。

1. 炭化チタン抽出分離操作

板状鋼試料 ($50 \times 20 \times 5$, 各 mm) の表面をエメリー研磨

(14) 佐藤、西沢：本誌、20 (1956)、340。

紙(120~400番)で研磨し、メチルアルコールでよく洗浄したのち温風乾燥する。7%塩酸-3%塩化第二鉄-エチレングリコール溶液(注1)約400mLを入れた電解槽(2)中に鋼試料を吊し、電解電位を-280mVに設定して電解を開始する。鋼試料電解量は約0.5gとし、電解前後の試料重量差から求める。電解終了後、鋼試料片をとりだし、エチルアルコール中で超音波をかけながら表面に付着した抽出分離残さをおとし、電解液中に分散した抽出分離残さとともにセラフィルターmで吸引ろ別し、抽出分離残さをエチルアルコールでよく洗浄する。

(注1)無水塩化第二鉄120gを塩酸280mLに溶解し、エチレングリコールを加えて全量を4Lとする。この溶液をセラフィルターmで吸引ろ過する。

2. 抽出分離残さ中チタン定量操作

抽出分離残さをフィルターごとビーカー(容量100mL)に移し、ろ過器に付着した抽出分離残さを小片のろ紙5種Aでぬぐいとつて加える。硝酸、硫酸および過塩素酸(60%)をそれぞれ5mLずつ加え、加熱分解する。加熱をつづけて硫酸白煙処理を行なつたのち、放冷して100mLのメスフラスコに水で洗い移し、水で標線までうすめる。このうちから10mLをビーカー(容量100mL)に分取し、硫酸第二鉄溶液(5mg Fe/mL)1mL、チオグリコール酸溶液(20%)2mLおよびクロモトロブ酸溶液(1%)3mLをこの順に加える。アンモニア水(1+1)をチオグリコール酸鉄の赤紫色を呈するまで加え、2N硫酸でこの赤紫色を消したのち、過剰に1mLを加える。ぎ酸-ぎ酸ナトリウム緩衝溶液(注1)10mLを加えたのち100mLのメスフラスコに移し、水で標線までうすめる。この一部を吸収セルにとり、ろ光板S47における吸光度を測定し、あらかじめ作成してある検量線(注2)からチタン量を求める(注3)。

(注1)ぎ酸38mLとぎ酸ナトリウム68gを水約900mLに溶解し、ぎ酸または水酸化ナトリウム溶液でpH3.5に調節し、水で1Lにうすめる。

(注2)検量線の作成操作をつぎに示す。

標準チタン溶液(10 μ g Ti/mL)の10mLまでを段階的にビーカー(容量100mL)にとり、以下本文操作の硫酸第二鉄溶液添加につづけて操作し、チタン量と吸光度との関係線を作成して検量線とする。

(注3)チタン量から炭化チタン(TiC)量を算出するには次式による。

$$\text{炭化チタン(TiC)量(\%)} = \text{チタン量(\%)} \times 1.25$$

V. 分 析 精 度

IVの定量法にしたがつてFe-Ti-C系試験溶解鋼試料A、B中の炭化チタンを独立10回分析し、分析精度を算出した。結果をTable 5に示した。Table 5ではこれまでの検

討結果と対比しやすいように便宜上これまでと同様、炭化チタン(TiC)量を炭化チタンを形成しているチタン量(鋼中換算値、%)で示した。鋼試料A、Bについて得られた分

Table 5 Precision of the proposed method (Titanium as titanium carbide, % in steel)

No.	Sample A	Sample B
1	0.19	0.11
2	0.19	0.11
3	0.20	0.12
4	0.19	0.11
5	0.20	0.12
6	0.19	0.11
7	0.19	0.11
8	0.20	0.11
9	0.19	0.11
10	0.20	0.12
$\bar{X}$	0.194	0.113
R	0.01	0.01
$\sqrt{V}$	0.0052	0.0048
CV(%)	2.7	4.2

析精度は、同じ塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液定電位電解法によつて連続冷却した試験溶解鋼中の炭化バナジウム(V_4C_3)を抽出分離定量した場合の分析精度(2)と同程度であつた。

VI. 結 論

(1) Fe-Ti-C系試験溶解鋼中の炭化チタンの抽出分離定量法として塩酸室温溶解法、クエン酸系電解液定電位電解法、塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液定電位電解法を比較検討し、塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液定電位電解法によつて定量法を確立した。

(2) 塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液定電位電解法によれば塩酸室温溶解法、クエン酸系電解液定電位電解法に比較して高値が得られたが定量値間の差は小であつた。塩酸-塩化第二鉄-エチレングリコール電解液定電位電解時における炭化チタンの挙動はさきに報告した炭化バナジウム(V_4C_3)の挙動とはほぼ同様であつた。

(3) 板状鋼試料を7%塩酸-3%塩化第二鉄-エチレングリコール溶液約400mLに浸し、電解電位-280mVで定電位電解する(電解量約0.5g)。電解液中に分散した抽出分離残さも含めてろ別捕集したのち、抽出分離残さ中のチタンをクロモトロブ酸吸光度法で定量し、炭化チタン量を算出する。

(4) 本法によれば炭化チタンを形成しているチタンの鋼中換算値として0.01~0.2%の炭化チタンを、抽出分離操作5~10時間、抽出分離残さ中チタン定量操作約30分間で定量することができ、分析精度は良好であつた。