低炭素ニオブ鋼中炭化ニオブ抽出分離定量法の検討*

神 森 大 彦** 田 口 勇** 小 野 昭 紘**

Ôhiko Kammori, Isamu Taguchi and Akihiro Ono : Study on Extraction Method for Niobium Carbide in Low Carbon Niobium Steel. For quantitative extraction of niobium carbide from low carbon niobium steel, comparisons were made on the acid extraction method (6 N HCl or 30 N H₃PO₄) without stirring at room temperature, the acid extraction method under ultrasonic stirring at room temperature, the acid extraction method by heating, the potentiostatic electrolysis extraction method with 15% Na-citrate-1.2% KBr electrolyte (pH 3, adjusted with citric acid), the potentiostatic electrolysis extraction method with 5% Na-citrate-1.2% KBr electrolyte (pH 5, adjusted with citric acid) and the potentiostatic electrolysis extraction method with 7% HCl-3% FeCl₃-Ethylene-glycol electrolyte were compared.

The potentiostatic electrolysis extraction method with 15% Na-citrate-1.2% KBr electrolyte (pH 3, adjusted with citric acid) was recommended, because of the highest extraction ratio of niobium carbide and the least dependence of the extraction of niobium carbide upon electrolytic potential.

The steel sample (50×25×5 mm) is suspended as an anode in about 1.3 L of 15% Na-citrate-1.2% KBr electrolyte adjusted to pH 3 by citric acid. From 0.1 to 2 g of the sample is potentiostatically electrolyzed at -400 mV vs SCE under nitrogen atmosphere. The residues attached to the sample and those in the anode cell electrolyte are collected through a Millipore filter. Niobium in the residues is determined by iso-amyl-alcohol-extraction-molybdenum-blue spectrophotometry and calculated as niobium carbide.

(Received March 17, 1969)

I. 緒 言

鋼中析出物に関する冶金的研究が進むにつれて、析出物量をより正確に求めることが必要となつた。そこで著者らは従来の酸溶解法より精密に抽出分離条件を定めることができる定電位電解法による鋼中析出物介在物抽出分離定量の検討を実施しており、すでにその一部は報告した^{(1)~(3)}。本報では一連の検討の一つとして、低炭素ニオブ試験溶解鋼中の炭化ニオブ抽出分離定量法について述べる。炭化ニオブは一般に分析化学的に安定と考えられており、これまでその抽出分離定量は主として酸溶解法で検討され、実施されてきた^{(4)~(6)}。電解法については今井ら⁽⁷⁾の定電流電解法の適用があるが、定電位電解法による分析化学的な検討は見あたらない。しかし、著者らのこれまでの検討結果^{(1)~(8)}から炭化ニオブの場合にも、微細なものは酸溶解法では抽出分離できないのではないかと考えられ

た。そこでまず一般的な酸溶解法を検討して、その問題点を明らかにするとともに、15% ぐえん酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム電解液 (pH 3, ぐえん酸酸性)⁽³⁾、5% ぐえん酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム電解液 (pH 5, ぐえん酸酸性) および 7% 塩酸-3% 塩化第二鉄-エチレングリコール電解液^{(1)~(2)}による定電位電解法を比較検討することにした。なお、著者らのこれまでの検討結果^{(1)~(9)}から、鋼抽出分離残さに多量のセメントタイトが共存する場合には、セメントタイト中に固溶するニオブの定量結果におよぼす影響を考慮する必要があるのではないかと考えられたので、本報では結果の解析を容易にするため、対象鋼試料はセメントタイト含有量が少ない低炭素ニオブ試験溶解鋼とした。

II. 装置および鋼試料など

1. 装 置

- (1) 東京光電製定電位電解装置 ANA-102 型。
- (2) Koch-Sundermann 式縦型電解槽。ただし、上部のみを使用し、陽極室の電解液を底部から排出できるように改良。
- (3) 国際電気製 6 連式超音波溶解装置。
- (4) 日本電気製広帯域超音波発振装置 NUG-5272 型。
- (5) 東京光電製ろ光板光電光度計 7 B 型。

2. 鋼 試 料

使用した鋼試料 3 種の分析結果を Table 1 に示す。こ

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

* 1969 年 3 月本会東京大会に発表; 鋼中析出物介在物分析法の研究 (第 10 報)

- (1) 神森, 田口, 鈴木, 小野: 金属学会誌, **32** (1968), 629.
- (2) 神森, 田口, 鈴木, 小野: 金属学会誌, **32** (1968), 1185.
- (3) 神森, 田口, 小野: 金属学会誌, **33** (1969), 664.
- (4) R.G. Smerko and D.A. Flinchbaugh: J. Metals, **20** (1968), 43.
- (5) 盛, 藤田, 時実, 山口: 鉄と鋼, **50** (1964), 911.
- (6) 川村, 渡辺, 鈴木: 金属学会誌, **32** (1968), 180.
- (7) 今井, 庄野: 鉄と鋼, **53** (1967), 882, 885.
- (8) 神森, 田口, 小野: 金属学会誌, **33** (1969), 403.

- (9) 神森, 田口, 小野, 吉川: 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小委員会提出資料 No. 139.

これらの鋼試料はこの実験のために、昭和電工製電解鉄に炭素、フェロニオブなどを添加し、真空溶解で溶製し熱延したものである。鋼試料 B, C はそのまま切出し、鋼試料 A のみさらに 970°C で 1 時間保持したのち空冷し切出した。

Table 1 Chemical composition of samples (%)

Sample	C	Nb	Si	Mn	S	P	O	N
A	0.030	0.48	0.25	<0.05	0.003	0.002	0.0029	0.0017
B	0.047	0.090	0.54	1.13	0.004	0.002	<0.0010	0.0015
C	0.030	0.050	0.22	1.16	0.005	0.002	0.0025	0.0015

3. 電 解 液

(1) 15% くえん酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム 電解液 (pH 3, くえん酸酸性): くえん酸ナトリウム 750 g, 臭化カリウム 60 g を約 3 L の水に溶解し、約 1.5 kg のくえん酸および水を用いて溶液の pH を 3.0 に、溶液量を 5 L に調節し、使用前に窒素を吹きこむ。

(2) 5% くえん酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム電解液 (pH 5, くえん酸酸性): くえん酸ナトリウム 250 g, 臭化カリウム 60 g を約 3 L の水に溶解し、くえん酸および水を用いて溶液の pH を 5.0 に、溶液量を 5 L に調節し、使用前に窒素を吹きこむ。

(3) 7% 塩酸-3% 塩化第二鉄-エチレングリコール電解液: 無水塩化第二鉄 120 g を塩酸 280 mL に溶解し、エチレングリコールを加えて溶液量を 4 L とし、セラフィルター (m) で吸引ろ過する。

III. 酸 溶 解 法 の 検 討

酸溶解法の検討結果の要点のみを示す。なお、酸溶解法の操作はつぎにしたがった。

操作: 鋼切削試料 0.1~2 g を三角フラスコ (100 mL) にはかりとり、溶解酸 50 mL を加えて所定の方法で溶解する。地鉄の溶解を磁石を用いて確認したのち、抽出分離残さをミリポアフィルター (100 m μ) を用いて吸引ろ別する。水約 50 mL でよく洗浄する。なお、抽出分離残さ中のニオブの定量は 30 N りん酸溶解法の場合のみ、MIBK 抽出チオシアン酸塩吸光度法とし、他の酸による溶解法の場合には、後述の V.2. に示すイソamilアルコール抽出モリブデン青吸光度法とする。

1. 溶 解 酸

炭化ニオブ抽出分離に一般に用いられている塩酸⁽⁵⁾⁽⁶⁾、著者ら⁽¹⁰⁾が鋼中炭化モリブデン抽出分離に適用したりん酸および硫酸を用い、室温 (20°C) 静置溶解法で、鋼試料 A~C 中の炭化ニオブを抽出分離し、結果を比較した。りん酸を溶解酸とした場合には 8~45 N の濃度で、抽出分離量が一定で、もつとも多く、塩酸の場合には 6~12 N の濃度で一定で、りん酸のつぎに多かった。硫酸の場合には 6 N

でもつとも抽出分離量が多かったが、上記の二つの酸の結果に比較すればかなり低値であり、さらに地鉄溶解所要時間が 2 倍以上であることがわかった。なお、ニオブの加水分解を防止する目的で、塩酸および硫酸の実験では酒石酸

5% を共存させた実験も行なつたが、結果は共存させない場合と同様であつた。りん酸および塩酸中における鋼中の炭化ニオブの化学的安定性を調べるために、室温静置溶解法によって地鉄を溶解させたのち、そのまま放置して抽出分離残さ中のニオブ量の放置時間による変化を調べた。結果を Fig.1 に示す。Fig.1 の結果によれば、6 N 塩酸を用

Fig.1 Effect of standing time in 30 N phosphoric acid and 6 N hydrochloric acid after dissolution of iron matrix by the acid dissolution methods (sample B)

いた場合には 30 N りん酸を用いた場合に比較して、放置時間の影響が著しいことがわかった。なお、6 N 塩酸を用いた場合、放置時間の影響が認められることは盛ら⁽⁵⁾がすでに指摘した。以上の検討結果から溶解酸としては、一般に用いられている 6 N 塩酸より 30 N りん酸⁽¹⁰⁾がよいことがわかった。

2. 溶 解 法

一般的な室温静置溶解法、加熱溶解法とともに、著者ら⁽¹¹⁾がさきに報告した超音波をかけながら溶解する方法を比較検討した。溶解酸を 30 N りん酸、6 N 塩酸とし、鋼試料 A~C について実験した結果を Table 2 に示す。Table 2 の結果によれば、30 N りん酸を用いた場合には、上記の 3 法間で炭化ニオブ抽出分離量に差は認められなかったが、6 N 塩酸を用いた場合には、加熱溶解法は他の 2

(10) 神森, 田口, 小野: 金属学会誌, **32**(1968), 55.

(11) 神森, 田口, 滝本, 小野: 金属学会誌, **33**(1969) 493.

法に比較して低値となつた。また同じ室温溶解では、超音波溶解法の方が鋼試料の溶解所要時間は短いことがわかつた。

各電位で、炭化ニオブの定電位電解抽出分離を行ない、抽出分離量およびその電解電位依存性を調べて比較した。くえん酸系電解液 pH 3 およびくえん酸系電解液 pH 5 を用

Table 2 Determination of niobium carbide by acid dissolution methods(Nb as NbC, % in steel)

Dissolution method	Sample A (0.1 g)	Sample B (1 g)	Sample C (2 g)
30 N H ₃ PO ₄ , Without stirring at 20°C	0.235 (20)	0.061 (16)	0.004 (20)
30 N H ₃ PO ₄ , Under ultrasonic vibration at 20°C	0.232 (6)	0.060 (5)	0.004 (5)
30 N H ₃ PO ₄ , By heating at 95°C	0.230 (1)	0.060 (1)	0.004 (1)
6 N HCl, Without stirring at 20°C	0.235 (15)	0.055 (12)	0.003 (15)
6 N HCl, Under ultrasonic vibration at 20°C	0.228 (5)	0.056 (4)	0.003 (5)
6 N HCl, By heating at 95°C	0.220 (0.4)	0.052 (0.2)	0.002 (0.3)

() : time for dissolution of iron matrix(hr)

IV. 定電位電解法の検討

著者ら⁽³⁾が鋼中セメント抽出分離定量に適用した 15% くえん酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム電解液 (pH 3, くえん酸酸性, 以下, くえん酸系電解液 pH 3 と略称), 一般的な 5% くえん酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム電解液 (pH 5, くえん酸酸性, 以下, くえん酸系電解液 pH 5 と略称), 著者ら⁽¹⁾⁽²⁾が鋼中炭化バナジウムや炭化チタン抽出分離定量に適用した 7% 塩酸-3% 塩化第二鉄-エチレングリコール電解液 (以下, エチレングリコール系電解液と略称) を用いる定電位電解法を比較検討した。

1. 鋼試料の電位電流密度曲線

上記の 3 種の電解液中で鋼試料の電位電流密度曲線を測定した。測定は後述の V.1. の操作に準じて行ない (エチレングリコール系電解液使用の場合には簡易電解槽⁽¹⁾⁽²⁾を用いる), 電解電位のみ低電位側から高電位側へ 10 mV/min の速度で移動させた。測定結果の例として Fig. 2 にくえん酸系電解液 pH 3 の結果を示した。くえん酸系電解液 pH 3 の場合には鋼試料によつて多少の差はあるが, 約 -550 mV vs SCE から約 -200 mV vs SCE が実用電解電位域で, -200 mV vs SCE における電流密度も 30~60 mA/cm² で高かつた。くえん酸系電解液 pH 5 の場合には, 約 -660 mV vs SCE から約 -350 mV vs SCE が実用電解電位域で, -350 mV vs SCE における電流密度は 10~13 mA/cm² で低かつた。なお, この電解液では約 -350 mV vs SCE 以上で鋼試料は不動態化した。エチレングリコール系電解液の場合には, 約 -350 mV vs SCE 以上が実用電解電位域で, 0 mV vs SCE における電流密度は約 10 mA/cm² であつた。なお, この電解液では +400 mV vs SCE まで鋼試料は不動態化しなかつた。

2. 抽出分離量の電位依存性

3 種の電解液を用いて, それぞれの実用電解電位域内の

Fig. 2 Potential-current-density curves measured in 15% Na-citrate-1.2% KBr electrolyte (pH 3, adjusted with citric acid)

いた実験は後述の V.1. の操作にしたがい, 電解液, 電解電位をかえて行なつた。エチレングリコール系電解液を用いた実験は, さきに報告した簡易電解槽⁽¹⁾⁽²⁾を用い, 槽内雰囲気は不活性ガスとはせず, 他は後述の V.1. の操作にしたがつた。結果を Table 3 にまとめた。鋼試料 A についての結果によれば, 3 種の電解液のどの電解電位でも抽出分離量はほぼ同じで, かつ抽出分離量は Table 2 の酸室温静置または酸室温超音波溶解法の抽出分離量ともほぼ一致した。しかし, 鋼試料 B, C についての結果はつぎのとおりであつた。すなわち, 抽出分離量の電解電位依存性はくえん酸系電解液 pH 3 の場合がもつとも少なく, ついでエチレングリコール系電解液であるが, くえん酸系電解液

pH 5 の場合には大であつた。またそれぞれの電解液の抽出分離量の最大値を比較すると、くえん酸系電解液 pH 3 とエチレングリコール系電解液の場合には同じであるが、くえん酸系電解液 pH 5 では低かつた。さらにくえん酸系電解液 pH 5 による鋼試料 B の抽出分離量は、Table 2 のりん酸溶解法の抽出分離量よりも少なかつた。定電位電解法による抽出分離定量法としては、抽出分離量が大であることとともに、抽出分離量の電解電位依存性が小であることが望ましいので、上記の検討結果からくえん酸系電解液

出分離法でも適切な電解条件によらないと低値になると考えられた。なお、同様にして抽出分離した残さの X 線回折同定結果では鋼試料 A, C については炭化ニオブ (NbC) のみが、鋼試料 B については炭化ニオブ (NbC) とわずかのセメントタイト (Fe_3C) が検出された。しかし、鋼試料 B からくえん酸系電解液 pH 3 で、 -550 mV vs SCE から -200 mV vs SCE の範囲で抽出分離した残さ中のセメントタイト量は、セメントタイトを形成している鉄の鋼中換算値で 0.1% 以下であつたので、その定量値におよぼす影響は無視した。

Table 3 Effects of electrolytic potential on amounts of extracted niobium carbide (Nb as NbC, % in steel)

Electrolyte		15% Na-citrate-1.2% KBr (pH 3, adjusted with citric acid)					5% Na-citrate-1.2% KBr (pH 5, adjusted with citric acid)					7% HCl-3% FeCl_3 -Ethylene glycol					
Potential, mV vs SCE		-550	-500	-400	-300	-200	-650	-600	-550	-500	-430	-350	-380	-300	-200	-100	+100
Sample	A	0.241	0.235	0.242	0.237	0.238	0.235	0.230	0.232	0.239	0.241	—	0.242	0.237	0.242	0.235	0.239
	B	0.071	0.071	0.071	0.070	0.069	0.045	0.052	0.053	0.051	0.052	0.037	0.071	0.070	0.071	0.069	0.059
	C	0.007	0.008	0.008	0.008	0.006	0.004	0.005	0.007	0.006	0.005	0.004	0.007	0.008	0.006	0.004	0.004

pH 3 定電位電解法を推奨する。

3. 抽出分離残さの観察など

各鋼試料から後述の V.1. の操作にしたがつて、くえん酸系電解液 pH 3 で抽出分離した残さの電顕観察結果を Photo.1~3 に示す。Photo.1~3 の結果によれば鋼試料 A についてはほとんどが 0.1μ 以上の比較的大きな粒子であること、鋼試料 B, C についてはほとんどが 0.1μ 以下の微細な粒子であることがわかつた。これらの観察結果を、Table 2 および Table 3 の結果と対比すると、炭化ニオブが比較的大きな粒子に成長している場合にはどの電解液を用い、どの電解電位で定電位電解抽出分離を行なつても、また酸溶解抽出分離法によつてもほぼ同じ抽出分離量が得られること、炭化ニオブが微細な粒子の場合には酸溶解抽出分離法では一部溶解して低値となり、さらに定電位電解抽出分離法でも適切な電解条件によらないと低値になると考

Photo.2 The residues extracted from sample B by the proposed potentiostatic electrolysis with 15% Na-citrate-1.2% KBr electrolyte (pH 3, adjusted with citric acid)

Photo.1 The residues extracted from sample A by the proposed potentiostatic electrolysis with 15% Na-citrate-1.2% KBr electrolyte (pH 3, adjusted with citric acid)

Photo.3 The residues extracted from sample C by the proposed potentiostatic electrolysis with 15% Na-citrate-1.2% KBr electrolyte (pH 3, adjusted with citric acid)

抽出分離した炭化ニオブの静止電位を、著者ら⁽⁸⁾がさきに報告した導電性塗料法で測定することを試みた。この測定法では約 20 mg の炭化ニオブを必要とするので、定電位電解法のかわりに、りん酸室温超音波溶解法によつて抽出分離した炭化ニオブ残さを用い、定電位電解法で抽出分離した炭化ニオブ残さの場合を推定するにとどめた。なお、鋼試料 C については、炭化ニオブ含有率が著しく小なので実験しなかつた。測定はくえん酸系電解液 pH 3 中で、先報⁽⁸⁾の IV. の操作にしたがつて行なつた。測定結果によれば、鋼試料 A 抽出分離残さについて +830 mV vs SCE 以上、鋼試料 B 抽出分離残さについて -10 mV vs SCE であつた。以上およびりん酸室温超音波溶解法とくえん酸系電解液 pH 3 定電位電解法の抽出分離量の比較から、くえん酸系電解液 pH 3 定電位電解法で抽出分離した炭化ニオブ残さの静止電位を推定すると、鋼試料 A については上記と同様に +830 mV vs SCE 以上、鋼試料 B については -10 mV vs SCE 以下と考えられる。この静止電位間の大きな差は、著者ら⁽⁸⁾がすでに報告した炭化バナジウム抽出分離残さ静止電位測定結果と同様に、Photo. 1 および 2 に示した炭化ニオブ抽出分離残さの粒径に対応するものと考えられる。また Table 3 のくえん酸系電解液 pH 3 の結果で、鋼試料 A については各電位でほぼ一定した抽出分離量が得られているに反し、鋼試料 B については高電位側でわずかなではあるが、抽出分離量は少なくなっている。鋼試料 A の結果については上記の炭化ニオブの静止電位推定値から、Table 3 の電解電位範囲は鋼中炭化ニオブの静止電位よりかなり低電位側で、電解中の炭化ニオブの損失はないためと考えられる。鋼試料 B の結果については、鋼中炭化ニオブの静止電位は Table 3 の電解電位範囲内であり、電解電位が比較的高電位側では、炭化ニオブも電解されて損失し、低値となつたのではないかと考えられる。

4. そ の 他

鋼試料 A 中の炭素がすべて炭化ニオブ(NbC)を形成するとしたニオブ計算値(鋼中換算値)は 0.232% で、Table 3 の鋼試料 A についての定量値とはほぼ一致した。

抽出分離残さ中に多量のセメントライトが共存する鋼試料中の炭化ニオブの抽出分離定量法については別途、検討を行なう予定である。

V. 抽出分離定量操作

以上から低炭素ニオブ試験溶解鋼中の炭化ニオブの抽出分離法として、15% くえん酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム電解液(pH 3, くえん酸酸性)定電位電解法を推奨する。その抽出分離操作および抽出分離残さ中ニオブ定量操作をつぎに示す。

1. 抽出分離操作

板状鋼試料(50×25×5 各 mm)の表面をエメリー研磨紙

(120~400 番)で研磨し、超音波(40 kc)をかけながらメチルアルコール中で洗浄したのち、圧搾空気を吹きつけてよく乾燥する。鋼試料を支持棒につけ、あらかじめ 15% くえん酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム電解液(pH 3, くえん酸酸性)約 1.3 L を入れた電解槽(II.1.(2))中に吊す。塩橋先端を鋼試料片面中央に接して設定し、電解液中に窒素を通じながら、電解電位 -400 mV vs SCE で電解を開始する。鋼試料の電解目標量は鋼中の炭化ニオブ含有率に応じて 0.1~2 g の範囲で変え、電解前後の鋼試料の重量差から求める。電解終了後、鋼試料をとり出し、あらかじめ 15% くえん酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム溶液(pH 3, くえん酸酸性)を入れたビーカー(200 mL)の中に入れ、超音波(40 kc)をかけながら付着している抽出分離残さをおとし、ミリポアフィルター(220 mμ)を用いて吸引ろ別して捕集する。電解槽底部のcockをあげ、陽極室の電解液のみ、上記のフィルターで吸引ろ過し、抽出分離残さを捕集して上記の抽出分離残さに合わせる。フィルター上の抽出分離残さを上記の溶液でよく洗浄し、最後に水洗する。

2. ニオブ定量操作

抽出分離残さをフィルターごと、白金るつばに移し、ろ過器に付着した残さをろ紙 5 種 A の小片でぬぐいとつて加える。灰化灼熱後、ピロ硫酸カリウム 2 g を加えて融解する。放冷後、硫酸(1+2) 45 mL およびふつ化水素酸(1+150) 5 mL で加温抽出して室温まで冷却し、水で 250 mL のメスフラスコに洗い移し、水で標線までうすめてよくふりまぜる。これから正しく 25 mL を分液ろうと(250 mL)にとり、水 30 mL, りん酸二アンモニウム溶液(0.07%) 5 mL およびモリブデン酸アンモニウム溶液(2.5%) 10 mL を加えてふりまぜ、約 15 分間放置する。酒石酸溶液(10%) 10 mL を加えてただちにふりまぜる。ふりまぜを開始してから正しく 1 分後に塩化第一すず溶液(0.5%) 5 mL を加えてふりまぜたのち、イソamilアルコール 10 mL を加えて約 1 分間はげしく振とうする。静置後、有機層の一部を乾燥ろ紙 5 種 A でろ過しながら光度計の吸収セルにとり、波長 720 mμ 付近における吸光度を、イソamilアルコールを対照液として測定する。あらかじめ作成してある検量線†を用いてニオブを定量する。ニオブ量から炭化ニオブ(NbC)量を算出するには次式による。

$$\text{炭化ニオブ(NbC)量(}\%) = \text{ニオブ量(}\%) \times 1.129$$

† 五酸化ニオブをピロ硫酸カリウムで融解し、硫酸(1+2)で抽出して調製した標準ニオブ溶液(100 μg Nb/mL)の 5 mL までは段階的に 250 mL のメスフラスコにとり液量が 45 mL になるように硫酸(1+2)を加える。ふつ化水素酸(1+150) 5 mL を加えたのち、水で標線までうすめ、ふりまぜる。これから正しく 25 mL を分液ろうと(250 mL)にとり、以下、本文操作のりん酸二アンモニウム溶液添加につづける。測定した吸光度とニオブ量との関係線を検量線とする。

VI. 結 論

(1) 低炭素ニオブ試験溶解鋼中の炭化ニオブ抽出分離定量法の検討として一般的な酸溶解法と定電位電解法を比較した。

(2) 酸溶解法としては主として 6 N 塩酸または 30 N リン酸による室温静置溶解法，室温超音波溶解法，加熱溶解法を，定電位電解法としては 15% くえん酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム電解液 (pH 3, くえん酸酸性)，5% くえん酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム電解液 (pH 5, くえん酸酸性)，7% 塩酸-3% 塩化第二鉄-エチレングリコール電解液を用いる方法を，それぞれ比較検討し，炭化ニオブ

の抽出分離量をもつとも高く，かつ抽出分離量の電解電位依存性が小である 15% くえん酸ナトリウム-1.2% 臭化カリウム電解液 (pH 3, くえん酸酸性) 定電位電解法 (電解電位: -400 mV vs SCE) を抽出分離定量法として推奨した。

(3) 酸溶解法による炭化ニオブ抽出分離量は，(2) で推奨した定電位電解法による抽出分離量に比較して，微細な炭化ニオブを含む鋼試料の場合に低かった。なお，溶解酸については，一般的な 6 N 塩酸より 30 N リン酸の方が抽出分離量が高いこと，溶解法については，超音波溶解法によれば鋼試料の溶解所要時間が短縮されることがわかった。