

日本學術振興會第 19 小委員會，鐵鋼迅速分析方法

鐵及び鋼中窒素定量方法（第 1 法）

（昭和 26 年 2 月 6 日決定）

1. 要 旨

試料を硫酸で分解し過酸化水素水で酸化し，次に苛性ソーダで微アルカリ性として，水酸化鐵を沈澱させる．溶液を分取しフェノール溶液及びクロラミン溶液を加えて發色させ，比色法によつて窒素量を定める．

2. 操 作

試料 0.1~0.5g をビーカーに秤取し，硫酸 (1:5) 約 10cc を加え加熱分解し，少量の水で稀釋後，過酸化水素水 (30%) 約 1cc を少量づつ加えて酸化し，次に加熱煮沸して，過剰の過酸化水素を分解除去する．次で冷却後，苛性ソーダ溶液 (25%) で中和し，リトマス試験紙で微に青色を呈し始めるに至り，更に 1 滴を加え微アルカリ性にする．これを 100cc メスフラスコに移して水で 100cc に稀釋し，振盪後濾紙で濾過し，最初の濾液少量は捨て，次の濾液から 20cc を分取する．これはフェノール溶液 1cc，クロラミン溶液 (5%) 4cc を加え沸騰水浴中に浸して 9~10 分間加熱して青色を發色させる．水で冷却後永久標準液とウケナ比色計を用いて比色して窒素量を算出する．

備 考

1. 本法は窒素含有量 0.03% 以上の試料に適用する．
2. フェノール溶液の調製：着色しないフェノール 25g を苛性ソーダ溶液 (40%) 約 50cc に溶解し，水で稀釋し 100cc にする．
3. 永久標準液：クロム明礬溶液 (7%) 10cc，メチレン青溶液 (0.0014%) 10cc，蒸溜水 60cc，を使用の都度混合する．この混合液 1cc は窒素の大約 0.01mg に相當する，ウケナ比色計の比色管にこの混合液を一定の差にて種々の量を取り（例えば 2cc, 4cc……12cc）水で 25cc に稀釋して標準液にする．この永久標準液は時々窒素含有量既知の試料と比較して窒素相當量を確認する．
4. 本方法は空實驗を正確に行つて補正をすることが必要である．空實驗は試料の時と異り過酸化水素の分解が非常に困難であるため短時間の煮沸では分解し難い故軽く硫酸白煙を生ずるまで加熱する必要がある．又は電解鐵を硫酸 (1:5) で溶解した後，苛性ソーダ溶液を加えて水酸化鐵を沈澱させて濾過し，よく水洗した後その少量を加え過酸化水素の分解を早くする必要がある．以下試料の場合と全く同様に操作する．
5. 比色にはプルフリッヒ光度計或は光電比色計も使用し得る．
6. 本分析操作の所要時間は大略次表の如くである．

操 作	所要時間 (分)
試料秤量	1
試料溶解	3~10
酸化	1
冷却	1
メスフラスコに入れ一部濾過	3~5
分液，試薬添加	1~2
發色冷却	9~10
比色計算	1
計	20~31

文 献

- 19 委—1650 後藤委員，東北大學金屬材料研究所
 19 委—1676 小平委員，日本製鐵株式會社八幡製鐵所
 19 委—1713 廣田委員，扶桑金屬工業株式會社（細川，桐山，成川）
 19 委—1812 後藤委員，東北大學金屬材料研究所