

## 日本学術振興会製鋼第 19 委員会 (第 1 分科会) 報告

## 鉄鋼中の窒化アルミニウム定量方法

(ヨウ素アルコール法)

(昭和36年12月12日決定)

## 1. 要 旨

水分を含まないヨウ素アルコール溶液で試料を処理分解し、不溶解残分中から水蒸気蒸留法によつて窒化アルミニウム型の窒素を定量する。

## 2. 操 作

## (a) 滴定法

試料(備考3)を乾燥した 500 ml 三角フラスコに秤取し、試料 1 g につきヨウ素のメチルアルコール溶液 (1.2%) (備考4)(備考5) 50 ml を加え、回転子をフラスコ内に入れて磁気かくはん装置上で完全に分解する(備考6)。分解が終れば精製アスベスト(備考7)約 1 g を密に充填したゲーデルツボを用いて、す早く吸引濾過し、残分をメチルアルコールでヨウ素の色が消えるまで十分に洗浄する(備考8)。残分を約 100°C の空気浴中で乾燥したのち、アスベストとともに蒸留フラスコ内に移し水酸化ナトリウム溶液 (30%) 20 ml を加え、水を加えて約 100 ml とし水蒸気を導入して蒸留する。

冷却管より留出する液を N/100 硫酸標準液 20 ml を入れた受器 (100 ml 三角フラスコ) 中に集める。留出液が約 50 ml に達したとき受器を取りはずし、これに指示薬(備考9)を約 3 滴加えて N/100 水酸化ナトリウム標準液で滴定し、つぎの式により窒素量を求める。

窒素量 (%) =

$$\frac{N/100 \text{硫酸標準液} \text{ 使用量 (ml)} - N/100 \text{水酸化ナトリウム標準液} \text{ 使用量 (ml)}}{\text{試 料 (g)}} \times 0.0140$$

窒化アルミニウム量はつぎの式によつて算出する。

$$\text{窒化アルミニウム量 (\%)} = \text{窒素量 (\%)} \times 2.93$$

## (b) 吸光光度法

(a) と同様に操作(備考3)し、100 ml のメスフラスコを受器として液量約 50 ml になるまで蒸留したのち、ネスラー試薬(備考10) 2 ml を加え水で標線までうすめて振りまぜ発色させる。約 10 mn 間放置したのち、溶液の一部をセルに採り、波長 410 m $\mu$  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(備考11)によつて窒素量を求める。

窒化アルミニウム量はつぎの式によつて算出する。

$$\text{窒化アルミニウム量 (\%)} = \text{窒素量 (\%)} \times 2.93$$

## 備 考

- この方法は普通鋼に適用する。
  - 試料の分解および残分の濾過、洗浄、乾燥は水分の存在しない状態で行わねばならない。水分があると分析値は低くなる。
  - 切削試料：厚さ 0.2 mm 以下が適当である。0.2 mm 以上の試料では分解に長時間を要する。
- 試料採取量、滴定法の場合は試料 3 g を秤取する。吸光光度法の場合は窒素量が 0.005% 以上の試料では 1 g

を、0.005% 未満の試料では 5 g を秤取する。

- ヨウ素アルコール溶液の調製  
昇華精製したヨウ素 60 g を精製したメチルアルコール 500 ml に溶解し直ちに使用する。
- ヨウ素、メチルアルコールともに市販特級品はそのまま使用しても差支えない。
- 試料の分解が完全に行なわれたかどうかを確認するには磁石を用いると便利である。
- 精製アスベスト：市販品に塩酸を加えて煮沸処理したのち、水で十分洗浄し、乾燥して約 900°C で 2 h 強熱したものを使用する。
- 洗浄にはメチルアルコール約 200 ml が必要である。メチルアルコールの代りに水分を含まない醋酸メチルを用いても差支えない。
- メチルレッド 0.125 g メチレンブルー 0.085 g をエチルアルコール 100 ml に溶かした混合指示薬を使用する。
- ネスラー試薬の調製

ヨウ化カリウム 50 g を水 350 ml に溶解し、これに塩化第二水銀飽和溶液を赤色ヨウ化水銀の沈殿が生ずるまで徐々に加える。つぎに水酸化ナトリウム溶液 (36%) 200 ml を加えて水で全容積を 1 l に希釈し、カッ色びんに移して冷暗所に保存する。調製後少なくとも 2 日間を経過したものの上澄液を使用する。

## 11. 検量線の作成

窒素標準液：精製塩化アンモニウム 0.0382 g を水に溶解し正確に 1 l に希釈する。この溶液 1 ml は窒素 0.00001 g に相当する。

以上のようにして調製した窒素標準液一定量を 100 ml メスフラスコに分取し水で 50 ml に希釈したのちネスラー試薬 2 ml を加え、(b) と同様に操作して吸光度を測定する。吸光度と窒素量の関係から検量線を作成する。

12. この方法の分析所要時間は大略つぎのようである。

操 作	所要時間 (mn)
試料はかりとり、分解 濾過、洗浄、乾燥	120 30
水蒸気蒸留	10~20
滴定または吸光度測定	5
計	165~175

## 文 献

- 19委-4285 小田委員 住友金属工業(株)鋼管製造所(細田, 東出)
- 19委-4168 小林委員 (株)日本製鋼所室蘭製作所(前川, 海老原)
- 19委-4460 小田委員 住友金属工業(株)鋼管製造所(細田, 東出)
- 19委-4461 小林委員 (株)日本製鋼所室蘭製作所

(東海林)

- 5) 19委-4462 河合委員 三菱製鋼(株)長崎製鋼所 (竹下, 小原, 早田)
- 6) 19委-4611 石部委員 住友金属工業(株)鋼管製造所
- 7) 19委-6495 平野委員 東京大学工学部

### 鉄鋼中の窒化アルミニウム定量方法

(臭素—エステル法)

(昭和36年12月12日決定)

#### 1. 要 旨

水分を含まない臭素—酢酸メチル溶液で試料を処理分解し、不溶解残分中から水蒸気蒸留法によつて窒化アルミニウム型の窒素を定量する。

#### 2. 操 作

##### (a) 滴定法

試料(備考3)を乾燥した分解容器(付図1参照)に秤取し、臭素(備考4)を試料1gについて約3ml加え、直ちに冷却管を接続して冷却水を通す。冷却管上部から酢酸メチル(備考5)を試料1gについて6ml徐々に加えて反応させる。はげしい反応が終つたのち、さらに酢酸メチルを試料1gについて約5ml加え、60~70°Cの湯浴上で数分間煮沸し、試料を完全に溶解する(備考6)。

つぎに精製アスベスト(備考7)約1gを密に充填したゲーチルツボを用いて、すばやく吸引汙過し、残分を酢酸メチルで臭素および臭化鉄の色が消えるまで十分に洗浄する(備考8)。残分を空気浴中で約100°Cで乾燥したのち、アスベストとともに蒸留フラスコ(付図2参照)内に移し水酸化ナトリウム溶液(30%)20mlを加え、水を加えて約100mlとし水蒸気を導入して蒸留する。

冷却管より留出する液をN/100硫酸20mlを入れた受器(100ml三角フラスコ)中に集める。留出液が約50mlに達したとき受器を取りはずし、これに指示薬(備考9)を約3滴加え、N/100水酸化ナトリウムで滴定し、つぎの式によつて窒素量を求める。

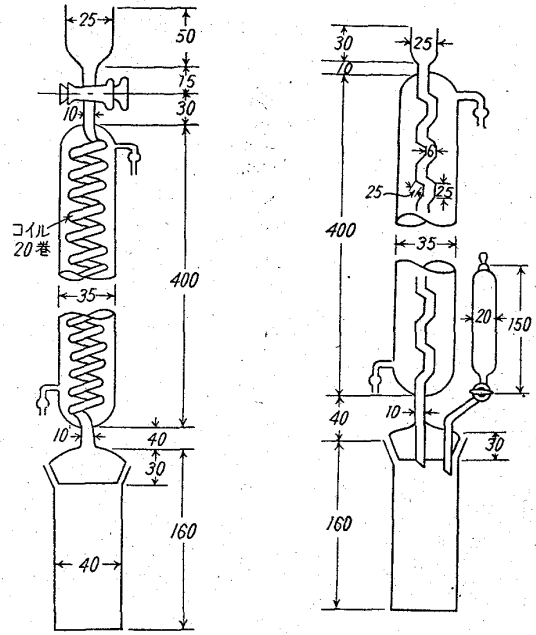
$$\text{窒素量(\%)} = \frac{\text{N/100硫酸標準液 使用量(ml)} - \text{N/100水酸化ナトリウム標準液 使用量(ml)}}{\text{試料 (g)}} \times 0.0140$$

窒化アルミニウム量はつぎの式によつて算出する。

$$\text{窒化アルミニウム量(\%)} = \text{窒素量(\%)} \times 2.93$$

##### (b) 吸光度法

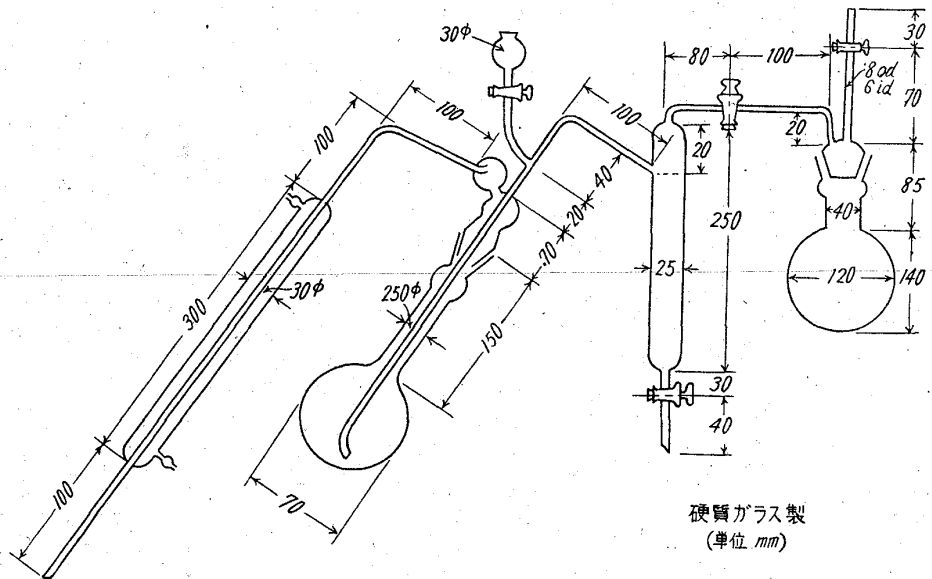
(a)と同様に操作(備考3)し100mlのメスフラスコを受器として、液量約50mlになるまで蒸留したのち、ネスラー試薬(備考10)2mlを加え、標線まで水でうすめて振りまぜ発色させる。約10mn間放置したのち、溶液の一



硬質ガラス製 (単位mm)

付図1 試料分解装置

右図の装置は試薬添加用ロートを別に取付けたもので分解容器に試料を秤取し、臭素および酢酸メチルは、このロートから添加する。



硬質ガラス製 (単位mm)

付図2 水蒸気蒸留装置

部をセルに採り、波長410mμ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(備考11)によつて窒素量を求める。

窒化アルミニウム量はつぎの式によつて算出する。

$$\text{窒化アルミニウム量(\%)} = \text{窒素量(\%)} \times 2.93$$

#### 備 考

1. この方法は普通鋼に適用する。
2. 試料の分解および残分の汙過、洗浄、乾燥は水分の存在しない状態で行なわなければならない。水分があると分析値が低くなる。