

(214) 電気伝導度法による鋼中微量窒素の分析について
(鉄鋼中極微量窒素定量法の研究—Ⅱ)

富士製鉄 中央研究所

川村和郎

工博渡辺四郎

○大坪孝至

後藤俊助

1 緒言

最近 非時効性鋼等の研究に伴って鋼中の極微量窒素量を正確に定量することが要求されている。我々は1~20 ppmの窒素定量法としてビスピラゾロン法が非常にすぐれていることを報告した。一方鋼中の炭素やイオウの分析においては電気伝導度等の原理による電気化学的方法を用いた半自動化された装置で非常に能率よく定量がなされている。これらの元素の分析法に比べるとビスピラゾロン法を含めて窒素分析法は特に作業の迅速性の面で大いに改善の余地が残されている。このため電気伝導度法による窒素分析の装置および方法について検討をおこなった。

2 装置

(i) 蒸溜装置 石英およびテフロン製の装置にブランク値を一定化するための改良を加え、さらにコンデンサーのあとに溜出液の温度を一定温度にする恒温装置をつけた。

(ii) 測定セル 恒温ジャケットをそなえた内容積約30 ml, 30 mm 中の円柱形セルで、電極は白金黒メッキした白金板を用い電極面積は1 cm²で極間距離は約2.5 cmである。蒸溜液は三方コックでセルに導きセルの他端はソーダライムを満した炭酸ガス吸収ビンを通して大気に連絡した。

(iii) 電気伝導度測定装置 (A)ブリッジ型測定装置 市販の電気伝導度測定装置を用いた。測定電気抵抗範囲は1~10⁶ Ωで精度は±1%である。ブリッジ型電子管増巾形式によるもので電極間電圧は2 Vで周波数200 程度の交流である。(B)非ブリッジ型測定記録装置 純水の純度測定装置の回路の一部を改造してこれをレコーダーと組合せて自製した。

3 実験方法

鉄鋼試料を酸に溶解した溶液を常法にしたがって蒸溜する。溜出液が測定セルの標線まで満たされたときに入側コックを閉じマグネティックスターラーで攪拌したのち測定器(A)または(B)でセルの電気抵抗なりし伝導度を測定する。測定後被検蒸溜液をすて、蒸溜水でセル内を軒水洗浄したのち次の測定をおこなう。

測定した電気抵抗なりし伝導度からあらかじめ作成した検量線によって窒素量を算出する。

4 実験結果およびその考察

1~100 ppmの鋼中窒素を精度よく定量することができた。しかしながら低濃度側で検量線の日変動がやや大きいためこの範囲で日間の補正を必要とする。一方作業性の面では所期の目的どおり、発色操作を必要としなかったため作業が非常に簡便かつ迅速化されまたレコーダーにより記録させることも可能である。