

(139)

鉄および鋼中の窒素分析法の再検討について

70415

九州大学工学部

坂田武彦

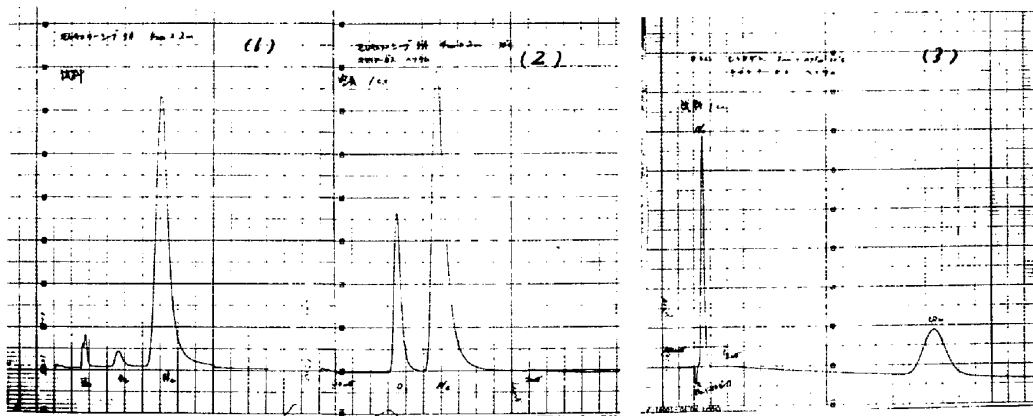
八木貞土助

I. 緒言 現在日本工業規格に制定される、鉄および鋼中の窒素分析法の内巻について、よくに鉄鋼中の窒素分析法について、4/1の要旨に準じ、その内巻について検討した結果、主眼の興味ある結果を得たので報告する。

II 実験方法 試料としては、八幡製鉄所製铸物用鉄を用いた。この試料を4/1の要旨にしたがい、1:3の塩酸溶液を用いて鉄分を完全に加温溶解したのを、溶液中に不溶の残渣を含まれるようにろ過し、ろ液を蒸留水に数回洗浄したのを、これに1~2%の水酸化ナトリウムの溶液に浸せば、黒鉛を主体とする残渣中より超微細な気泡が連続して発生し、この発生が認められる。この反応については、10倍の実体顕微鏡下によく観察することができ、よって筆者はこの発生ガスの組成が何であるかをガスクロマトグラフによる検討することにした。

まず試料の20gを秤量し、1:3の塩酸約500mlを用い、試料中の鉄分を完全に加温溶解したのを、溶液を室温まで冷却し、ろ過し、ろ液を蒸留水に数回洗浄したのを、残渣は別に用意した。ガス捕集瓶中に湿潤のろ紙を置き、ガス捕集瓶中に蒸留水を充滿せしめ、上部より約5%の水酸化ナトリウムの溶液を少量滴下し、ガスの発生を行ない、このガスを大気と完全に絶つて測定した結果約20mlの気積を示した。

下の図は、発生ガスのガスクロマトグラフによる組成である



- (1) 鉄鋼不溶残渣中の発生ガス
H₂, O₂, N₂
- (2) 試料
空気がある
酸素と窒素の比
- (3) 鉄鋼不溶残渣中の発生ガス
CO₂の発生を
認む

III 結果と考察

鉄鋼をJIS規格に準じて窒素の定量を行なったも、不溶残渣中に含まれる窒素の化合物はほとんど定量されなかったことが判明した。不溶残渣中に含まれる窒素の化合物は過塩素酸の濃度を白煙をよって分解しない。すなわち強酸には不溶解であるが、アルカリには室温中N₂ガスで発生して分解することから、ガスクロマトグラフによる確認される。不溶残渣をアルカリ溶液中に浸した結果、黒鉛はガスの発生に比例して微細に分解される。溶液中には必ず可溶性の化合物の溶出が認められる。すなわち、鉄中の窒化物は塩酸に溶解して全部アンモニウムになるが、窒素は約50元素の窒化物をつくる鉄中の窒化物は何々の窒化物があるかよく判明しない。よってガスクロマトグラフの示す通り、日本工業規格に制定される、鉄および鋼中の窒素定量法に対し、以上の結果により、再検討が必要であることが報告する。