

543.544.25.062 : 546.17 : 669.1

S 140

(140)

鉄鋼の酸溶解時に発生するガス中の窒素の定量

70416

富士製鉄 中央研究所 川村和郎 大坪孝至

○後藤俊助

1. 緒 言

鉄鋼中の窒素定量には、一般に硫酸または塩酸を用いて試料を溶解する酸溶解法が最も多く行なわれている。この酸溶解法を用いる場合、鉄鋼中の窒素は全てアンモニア型の窒素として硫酸アンモニウムまたは塩化アンモニウムとなつて酸溶液中に残留し、ガス状窒素としては逸散しないということを前提としている。本実験では、この前提が正しいか否かを調査する目的で検討を行った。

2. 実験方法

鉄鋼試料の酸溶解時に発生する大部分のガスは水素ガスであり、もしその中に窒素ガスが発生しているとしても極微量であることが予測されるので、そのままの状態ではガスクロマトグラフ等の分析機器を用いて定量するさい、目的成分の窒素ガスの検出が困難なために、主成分ガスの水素の大部分を除去しその他のガスを濃縮して測定する方法を採用した。濃縮方法としては、モレキュラシーブを充填したカラムを液体窒素で冷却し、酸溶解で発生したガスをキャリアガス（精製ヘリウムガス）と共に、カラムに導入し窒素等のガスを主成分の水素ガスより分離捕集する方法を用いた。試料と溶解酸は、はじめそれぞれに分離し溶解装置系内に置き、溶解装置内部の空気を真空ポンプで排出した後、精製ヘリウムを通し再び真空ポンプで排気する。この操作を窒素が検出されなくなるまで繰返した後、磁石により試料を溶解酸中に入れ溶解し、上記トラップにより発生ガス中の窒素を分離捕集し、ガスクロで捕集された窒素を測定した。使用したガスクロは島津製作所製GC-1B型である。

3. 実験結果および考察

実験に用いた試料の化学組成と発生ガス中窒素の測定結果を表1に示した。実験に用いた試料のほとんどの鋼では、酸溶解によつてガス状窒素として逸散するものは認められずたとえ認められたにしても極微量であるため無視し得る程度であつた。しかし試料3162では6~7ppmのガス状窒素が認められたが、これがどのような状態で鋼中に存在するものかは確認できなかつた。

表1 供試試料の化学組成と発生ガス中窒素定量値

成分 試料	C %	Si %	Mn %	P %	S %	V %	Nb %	Cr %	Ni %	Cu %	Al %	AN %	N sol %	N insol %	発生ガス 中のN
1363	0.002	0.009	-	0.002	0.008	-	-	-	-	-	0.002	<0.003	0.0429	<0.001	0.6 0.6 μg/g
1492	0.168	0.24	0.95	0.011	0.009	0.043	0.027	-	-	-	-	-	0.0113	-	tr
2723	0.133	0.07	0.96	0.012	0.006	-	-	-	0.32	-	0.96	0.0673	0.0243	-	tr
2724	0.076	0.07	0.80	0.012	0.012	-	-	-	0.43	-	0.18	0.0492	0.0478	-	tr
3158	0.119	0.009	0.49	0.009	0.027	-	-	0.037	0.031	0.010	<0.003	-	0.0042	-	1.2
3162	0.094	0.009	0.39	0.008	0.022	-	-	0.017	0.019	0.026	<0.003	-	0.0094	-	6.7 6.7
3166	0.074	0.011	0.37	0.006	0.031	-	-	0.016	0.011	0.018	0.053	-	0.0051	-	0.2
3664	0.040	0.18	0.24	0.005	0.015	-	-	-	-	-	0.008	-	0.0110	<0.001	tr
4-1	0.003	0.006	0.001	0.002	0.004	0.205	-	-	-	-	-	-	<0.001	0.0100	0.6 0.8
NBS 8i	0.077	0.020	0.511	0.080	0.064	0.012	-	0.009	0.009	0.016	-	-	0.018	-	0.4
" 55e	0.011	0.001	0.035	0.003	0.011	<0.001	-	0.006	0.038	0.065	0.002	-	0.004	-	0.4
A	0.006	0.19	0.58	-	-	-	-	-	-	-	0.044	<0.003	-	-	0.2
B	0.006	0.19	0.58	-	-	-	-	-	-	-	0.044	0.0644	0.0290	-	tr