

日本鋼管(株) 技術研究所 ○千野 淳 高橋隆昌
田中瑞雄 井樋田睦

1. 緒 言

鋼中の化合物型窒素の定量は、現行では電解法等による鋼試料の分解残渣を硫酸銅及び硫酸カリウムを共存させた硫酸で分解して水蒸気蒸留する方法が一般に行なわれている。しかし、この方法は空試験値が変動し易いため分析精度が悪く、又操作性、迅速性等にも問題がある。そこで、筆者らは窒化ケイ素型窒素の定量に使われているアルカリ熔融法を広く鋼中の化合物型窒素の定量に利用すべく詳細に検討を行ない、精度、迅速性、操作性ともに極めて優れた方法として確立したので報告する。

2. 実験方法

実験装置を図1に示した。図1において1～9が窒化物分解抽出部である。鋼試料の電解法等による分解残渣をニュークリポアフィルターに捕集して三方コック(9)より熔融アルカリ浴内へ投入し残渣を分解して発生するアンモニアを捕集する。

残渣分解は20～30分程度で終了するので、30分間隔で残渣を順次投入することにより、連続的な分解定量を行なうことができる。

3. 実験結果

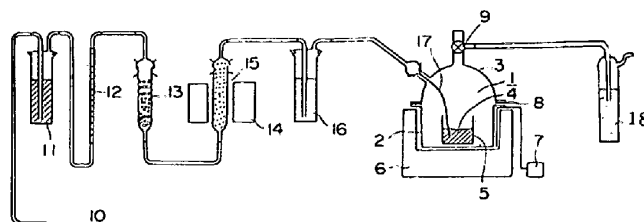
(1)窒化アルミを含む鋼試料について、その化合物型窒素の抽出時間と抽出率の関係を調べた結果を図2に示す。抽出率は15～20分で100%に達した。また、他の窒化ホウ素、窒化ニオブ等を含む鋼試料についても同様な実験を行なったところ、30分あれば完全に分解抽出できることがわかった。

(2)種々の窒化物を含む鋼試料について、本法と現行法とで化合物型窒素定量値を比較した。

その結果を表1に示した。両法ともほぼ同様な結果が得られた。しかし、分析結果の解析例表2からわかるように、本法のほうがCV値が小さく特に低濃度領域における精度が数段向上している。また、一定間隔で連続的に残渣分解が行なえるので、迅速性・操作性の面でも現行法より優れていることがわかった。

4. 結 言

アルカリ熔融法による鋼中化合物型窒素の定量法を精度、操作性、迅速性とも極めて優れた方法として確立した。本法を現行法に代わる定量法として適用し、十分妥当な結果が得られている。



- 1. 反応器
- 2. ニッケル槽
- 3. 上板
- 4. 溶融水酸化ナトリウム
- 5. ニッケル製のつぼ
- 6. 電気炉
- 7. 熱伝対
- 8. パッキング
- 9. 三方コック
- 10. 高純度アルゴンガス
- 11. 硫酸ビン
- 12. 流量計
- 13. 水酸化ナトリウム粒カラム
- 14. 電気炉
- 15. 金属チタンカラム
- 16. 水添ビン
- 17. 水添用ランス
- 18. アンモニア吸収ビン (0.5% H₂SO₄)

図1 実験装置

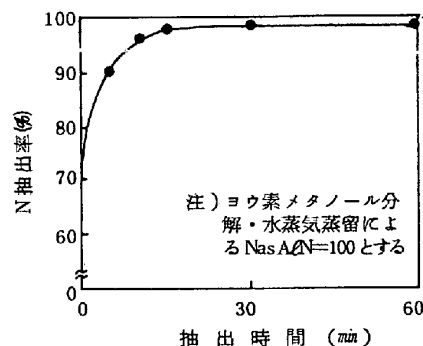


図2 Fe-Al-N系鋼残渣の抽出時間と抽出率の関係

表1 現行法とアルカリ熔融法による化合物型窒素定量値の比較

試料	含有窒化物	現行法	アルカリ熔融法
B	BN	75	74
C	BN	89	82
D	NbN	9	8
E	NbN	53	60
F	NbN	27	30
G	TiN	40	40
I	VN	68	71
空試験値(μg)		20~40	0~2

単位 ppm

表2 分析結果の解析例

試料	定量法	定量値 (ppm)	CV値 (%)
B	アルカリ熔融法	74	1.6
	現行法	75	7.9
D	アルカリ熔融法	8	3.5
	現行法	9	18.1

n=4