

# (450) 定温加熱水素抽出法による鋼中フリー窒素の定量

川崎製鉄㈱ 水島製鉄所 遠藤芳秀 ○滝沢佳郎

1. 緒言 鋼中固溶窒素は鋼の機械的性質，特に歪時効性に影響を与えることが知られており，その定量の要請は強い。従来，固溶窒素の定量法にはブローム-エステル法による間接法が用いられていた。この方法は AlN の溶出あるいはろ過もれ等により精度が十分でないのと，操作が煩雑で所要時間が長い等の欠点がある。最近では川村らによる水素抽出による直接定量法も提案されている。これは試料を微粉化し等時昇温加熱により水素気流中で加熱し，固溶窒素をアンモニアとして抽出し定量するもので，窒素の形態分析に適したすぐれた方法である。しかしながら等時昇温加熱法は長時間を要し，現場分析法としては不適當であるため，著者らは抽出温度を 500℃ 以下とする定温加熱法について検討した。

2. 実験方法 装置は図 1 に示す Polaron 社製フリー窒素定量装置 CA700 を用いた。水素ガス流量は 140 ml/min とした。使用した試料は窒化物を含まない鉄粉（粒度：100 μm ~ 200 μm）および板材を金鋸で粉体化した。板材の粉体は試料粒度 250 μm ~ 500 μm，250 μm 以下に分級した。試料の化学組成を表 1 に，図 2 に検量線例を示す。

### 3. 検討結果

1) 図 3 に示すように窒化物を含まない鉄粉試料では，加熱温度 450℃ で 60 分以内にフリー窒素が完全に抽出された。

2) 粉体化試料では粒度により同一加熱温度でも抽出速度が異なり，250 μm 以下の試料については 450℃ 60 分加熱で抽出が完了した。

3) 表 2 に示すように分析結果は間接法とほぼ一致した。分析精度は C.V. < 4% (~50 ppm, Free N) であった。

4) 分級による窒素の濃化は認められず，従ってサンプリングによる AlN の脱落はないと考えられる。

5) 経時試料は抽出速度が低下する。酸化皮膜が影響しているものと思われる。

参考文献 1) 川村ら：鉄と鋼 60 (1974) 1, 108

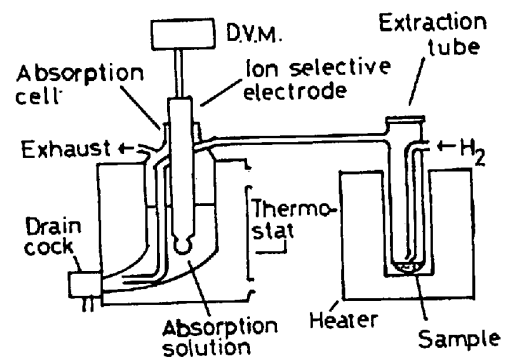


Fig. 1 Schematic diagram

Table 1 Chemical composition of samples (%)

Sample No.	element (%)						
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Al
1	0.03	0.01	0.06	0.01	.009	0.02	.002
2	0.05	0.02	0.23	0.01	.011	0.02	0.05
3	0.38	0.22	0.72	0.02	.016	0.02	0.02
4	0.14	0.53	1.31	0.01	.0009	0.17	0.03
5	0.84	0.24	0.77	0.01	0.07		0.04

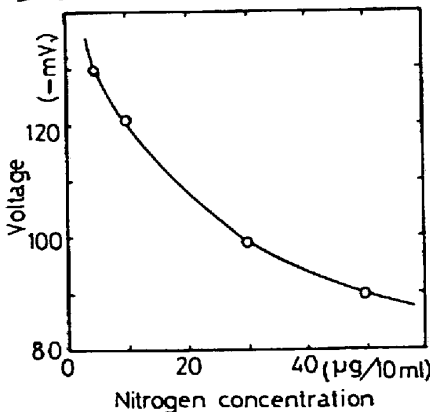


Fig. 2 Calibration curve

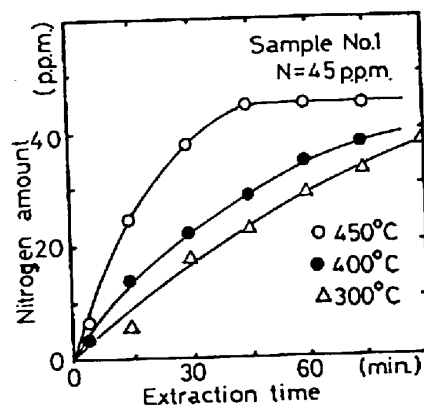


Fig. 3 Nitrogen extraction curve

Table 2 Analytical results (p.p.m.)

Sample No.	Total N	Sol. N	N in (p.p.m.)	
			AlN	Free N
1	45	45	-	45
2	71	68	20	54
3	73	63	22	42
4	115	87	68	7
5	51	50	41	4