

(396) イオン電極法によるガス軟窒化処理層中の窒素の分析

東洋工業(株) 技術開発部

清水 郁造
○村岡 明美

1. 緒言

ガス軟窒化処理は、鉄鋼の表面硬化法であって、耐摩耗性・耐食性・耐疲労性など多くの長所から自動車部品・機械部品・型具等への広範囲な適用が進められている。処理後の窒化層中には通常3.5～9%の窒素が含まれており、この窒素量は各種部品の要求特性に応じて異なる。各種部品に応じた窒化層を管理するためには窒素量を測定管理する必要がある。この分析法として、JIS法では「鉄および鋼中の窒素定量方法—水蒸気蒸留・中和滴定法」などがあるが、分析所要時間・分析装置・分析操作などにライン管理としての難点がある。そこで、近年、急速に実用化が進められているイオン電極法を鉄鋼分析に応用すべく、JIS法と比較しながら検討したので報告する。

2. 定量分析方法

ガス軟窒化処理したテストピース鋼箔(C:0.1%, 厚さ:50μ)を塩酸に溶かして窒化層中の窒素をアンモニウムイオンとし、これに水酸化ナトリウムを加えてPH12以上として、試料液中のアンモニウムイオンをアンモニアガスに変換させる。同時に生成した水酸化鉄泥でんを濾紙を用いて分離除去後、アンモニア電極(隔膜型電極で、ガス透過性膜を利用したもの)—PHメーター(HITACHI-HORIBA・F-7形)によりアンモニア濃度を測定し、窒化層中の窒素量を求める。

3. 実験結果

(1) 水酸化鉄濾別操作によるアンモニアの損失

試料液中のアンモニウムイオン濃度10～1000PPmの範囲で、濾紙(N0.5A—孔径:3.8μ)通過による損失は見られない。結果を、表1に示す。

表1 濾紙通過後のアンモニア回収率

アンモニア濃度(PPm)	アルカリ調整後の出力電位		回収率(%)
	直後	濾紙通過後	
10	144(mV)	144(mV)	100
100	199	199	〃
1000	254	253	〃

(2) 鉄の影響

試料液中のアンモニウムイオン濃度10PPmにおいて、鉄0～250mgの妨害は見られない。結果を表2に示す。

表2 鋼箔(鉄) サンプル量による影響

鋼箔	アンモニア	出力電位(mV)
0(mg)	0(PPm)	0
50	0	0
0	10	146
50	10	146
125	10	146
250	10	146

(3) 分析精度 同一試料(テストピース鋼箔:窒素7.0%)による17回の繰り返し分析精度は、標準偏差0.13%, 変動係数2%という結果であった。

(4) JIS法との比較 テストピース鋼箔を用いてアンモニア電極法とJIS法の比較分析を行ったところ分析値に差は認められなかった。結果を表3に示す。又、分析所要時間は、10～20試料/1時間と非常に短縮された。

表3 比較分析結果

試料	N(%)	
	アンモニア電極法	JIS法
N0.1	6.9	7.3
.2	7.1	7.0
3	8.2	8.4

4. 結言

実体と共に処理されたテストピース鋼箔を用いることにより、窒化層中の窒素の分析法としてアンモニア電極法の適用は可能である。このアンモニア電極法では、繊細・複雑な蒸留装置が不要であり、操作も簡便・迅速化され、ライン管理に適している。