

日本學術振興會第19小委員會，鐵鋼迅速分析方法

鐵及び鋼中の窒素定量方法(第2法)

昭和26年2月6日決定

1. 要 旨

試料を硫酸で分解し過酸化水素水で酸化し、次に苛性ソーダで微アルカリ性として水酸化鐵を沈澱させる。遠心分離後この溶液を分取し、ネスラー試薬を加えて發色させ、プルフリッヒ光度計にて吸光度を測定し、豫め作製してある檢量曲線から窒素量を求める。

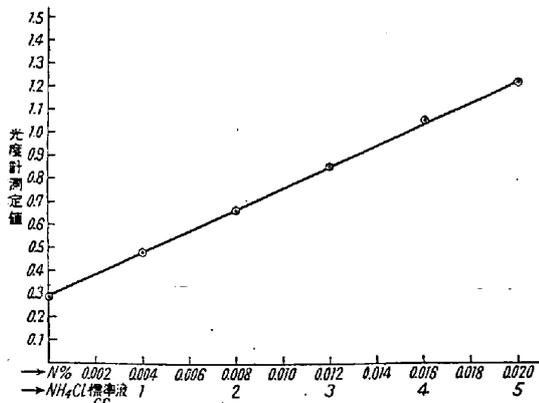
2. 分析操作

試料 0.5gr を 100 cc ビーカーに採取し硫酸(1:5)約 10 cc を加えて加熱分解した後過酸化水素水(30%)約 1cc を加えて酸化し、引続き約 2 分間煮沸して過剰の過酸化水素を完全に分解する。冷却後苛性ソーダ溶液(20%)で中和し、なおその 1~2 滴を過剰に加えて微アルカリ性にする。これを 100 cc メスフラスコに移し水を標線迄加えて稀釋する。全溶液を沈澱と共に遠心分離管に移し毎分 2000 回轉で約 10 分間遠心分離を行い、メスピペットを用いてその上澄液 50 cc を 100 cc メスフラスコ中に分取し硫酸(1:5)數滴で中和後苛性ソーダ溶液(20%) 1~2 滴を加えて微アルカリ性とし、ネスラー試薬約 7 cc を添加し、振盪して發色させる。水で 100 cc に稀釋し振盪後 2~3 分間放置しその溶液の一部をプルフリッヒ光度計 5 cm 測定槽に移し、 S_{45} フィルターを使用して吸光度を測定し、豫め作製してある窒素檢量曲線によつて窒素量を求める。

備 考

1. 本法は炭素鋼中の窒素 0.03% 以下の試料に適用する。
2. 本方法に於ては空實驗値の尠い試薬を使用することが必要である。
3. ネスラー試薬調製 沃度カリ約 50 gr を水(アンモニア不含)に溶解し、鹽化第二水銀飽和溶液を少しづつ滴加して振盪しても溶解しない沈澱が僅かに生成するに至らせる。これに苛性ソーダ溶液(36%)或は苛性カリ溶液(50%)約 400 cc 加え、次に水を加えて約 1 l に稀釋し、靜置後その上澄液を使用する。
4. アンモニヤを含まぬ水の調製 硫酸(1:11)を蒸溜する。
5. 過酸化水素水の調製 過酸化水素水(30%)に硫酸を加えて硫酸(3N)溶液として減壓蒸溜を行う。
6. 鹽化アンモン標準液の調製 鹽化アンモン 1.9095gr を秤取し水(アンモニア不含)に溶解して 1 l に稀釋する。ピペットを用いてこの溶液 10 cc を 500 cc メスフラスコに分取し標線迄水で稀釋する。この溶液 1 cc は窒素 0.01 mg に相當する。
7. 窒素檢量曲線(附圖参照)の作製 硫酸(1:5)約 10 cc を 100 cc ビーカーに採り暫時煮沸後、過酸化水素水(30%) 1 cc (濃度が低下している場合は、これの相當量)を加えて再び煮沸し硫酸白煙が発生する迄濃縮して過酸化水素水を完全に分解除去する。冷却後注意して水を加え、約 10 cc とし、これに鹽化アンモン標準液を一定の差にて添加し(2~10 cc)、苛性ソーダ溶液(20%)で中和し、なお 1~2 滴過剰に加えて微アルカリ性にする。これを 100 cc メスフラスコに移し水で 100 cc に稀釋して遠心分離管に移し以下本分析操作に準じて操作し、各々の吸光度を測定して檢量曲線を作製する。發色時溶液中に存在する鹽化アンモン標準液 1 cc は窒素大約 0.004% に相當する。但し窒素含有量 0.020% 以上の試料にありては次の如く操作して檢量曲線を作製する。1200°C で 2 時間水素還元した電解鐵粉 0.5gr を 100 cc ビーカーに秤取し、硫酸

窒素定量用檢量線例



1 cc (濃度が低下している場合は、これの相當量)を加えて再び煮沸し硫酸白煙が発生する迄濃縮して過酸化水素水を完全に分解除去する。冷却後注意して水を加え、約 10 cc とし、これに鹽化アンモン標準液を一定の差にて添加し(2~10 cc)、苛性ソーダ溶液(20%)で中和し、なお 1~2 滴過剰に加えて微アルカリ性にする。これを 100 cc メスフラスコに移し水で 100 cc に稀釋して遠心分離管に移し以下本分析操作に準じて操作し、各々の吸光度を測定して檢量曲線を作製する。發色時溶液中に存在する鹽化アンモン標準液 1 cc は窒素大約 0.004% に相當する。但し窒素含有量 0.020% 以上の試料にありては次の如く操作して檢量曲線を作製する。1200°C で 2 時間水素還元した電解鐵粉 0.5gr を 100 cc ビーカーに秤取し、硫酸

(1:5) 約 10 cc を加えて加熱溶解後、これに鹽化アンモン標準液を一定の差にて添加し(2~20 cc)、更に過酸化水素水(30%) 1 cc を加えて再び煮沸し過剰の過酸化水素を完全に分解する。冷却後苛性ソーダ溶液(20%)で中和し以

下前記の操作に準じて檢量曲線を作製する。

8. 使用する試薬は全操作過程についての空實驗を平行に行つて補正することが必要である。

9. 操作中の使用器具は常に鹽酸で清淨にしたものを用うる。必要あらば試料もまたエーテル洗滌を行い、秤量に際しては直接手指を觸れてはいけない。

10. 本分析操作の所要時間は大略次表の如くである。

操 作	所 要 時 間 (分)
分 解	5~13
酸 化 (過 酸 化 水 素)	2~3
冷 却	1
中 和	1
稀 釋, 遠 心 分 離	13
分 液, ネスラー試薬添加	2~3
發 色, 放 置, 測 定 計 算	3~5
計	27~39

文 献

- 19 委 1727, 廣田委員, 扶桑金屬工業株式會社(細田, 桐山, 成川)
 19 委 1790, 廣田委員, 扶桑金屬工業株式會社(細田, 桐山, 成川)
 19 委 1792, 廣田委員, 扶桑金屬工業株式會社(細田, 桐山, 成川)
 19 委—2066, 笹部委員, 日本鋼管株式會社(高野, 井樋田, 後藤)
 19 委—2235, 菊池委員, 日本鋼管株式會社(高野, 井樋田, 後藤)

— 昭和 27 年 3 月 號 論 說 豫 告 —

- | | |
|---|------------------|
| 1. コークス爐操業の一考案..... | { 長谷場七郎
中原 實 |
| 2. 爐壁の溫度傳導度を實測する一方法..... | 中村 元和 |
| 3. CaO-SiO ₂ -FeO 系 CaO-SiO ₂ -Al ₂ O ₃ 熔融スラッグ構成分
の活量計算..... | 松下 幸雄 |
| 4. 特殊鑄鋼の研究 (X) | 三ヶ島秀雄 |
| 5. 鑄鐵製電氣抵抗體の研究..... | { 岡本 正三
岡田 厚正 |
| 6. ガスタービン翼用耐熱鋼に関する研究 (II) | 出口喜勇爾 |