

新日本製鉄(株)製品技術研究所 川村和郎 ○大坪孝至
国際電子工業(株) 大野義信

緒言 鋼中の窒素分析法として酸溶解・水蒸気蒸溜・ネスラー吸光度法が最もひろく用いられているがこれを迅速化し省力化するため電量滴定法による酸可溶性窒素定量装置を試作したのでその概略について報告する。

実験装置 水蒸気蒸溜装置はJ I Sに準じた形状で、分解フラスコ以降を石英製で、その他の部分は硬質ガラスで製作したものを用いた。電量滴定装置は国際電子工業(株)製のクーロマチックSを基本とし計測部および吸収セル部を改造したものを用いた。

測定原理 定量装置の動作原理を図1に示す。蒸溜装置①から吸収液槽②にアンモニアが導かれる。

この吸収液槽のpHはガラス電極③と比較電極によって測定されており、ここにアンモニアが流入しpHが変化すると、その変化に比例した出力電圧が制御回路に加えられる。制御回路はスイッチSW₁とスイッチSW₂⑤によってパルス状の電流で電極⑥を通して吸収液と対照液⑦を電気分解する。この電気分解によって吸収液のpHは以前に設定されていたpH値にもどる方向へ動く。1回の電解で設定pH値にもどりきれない場合はこれを繰り返す。設定pH値にもどすまでに必要とした電解パルス数はカウンターで計数表示される。蒸溜による吸収液槽の液量および濃度の変化は給排液弁⑧を動作させて補償する。

検討実験 鋼中のC.S.O等の電量滴定による定量では、試料を燃焼または熔融してガス状のC.S.Oの化合物がキャリヤーガスによって定量系に導かれるが、鋼中酸可溶性窒素の定量のさいには試料溶液からアンモニアとして窒素を分離するのに水蒸気蒸溜が必要であり、この操作ではアンモニアと共に水が溜出するためこれが定量を妨害しないよう吸収液槽のpHは7.0の近傍にしなければならない。一方、水中のアンモニウムイオンの解離は液のpHによって決まり、また装置の感度特性も吸収液の種類と濃度およびpHによって大きく変るため、この三者を満足するpHのプラトー領域を設定した。(図2参照) 電解電流は2パルスがN1μgに相当するよう設定した。

以上の条件でうすいアンモニア水および鉄鋼標準試料(JSS 366-1, JSS 367-1, JSS 368-2)を定量し、容量分析値および標準値と一致した良好な結果を得た。(定量下限2μg, 精度(σ)1μg.)

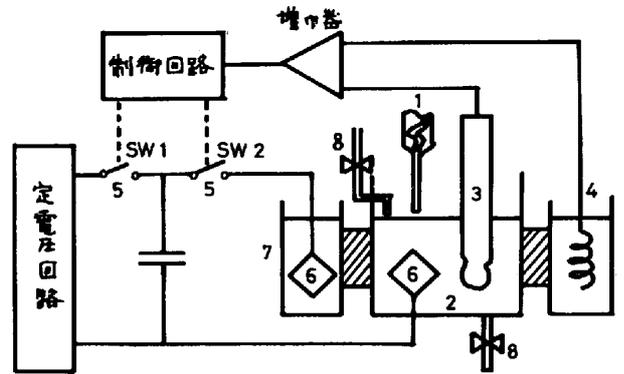


図1 測定原理図

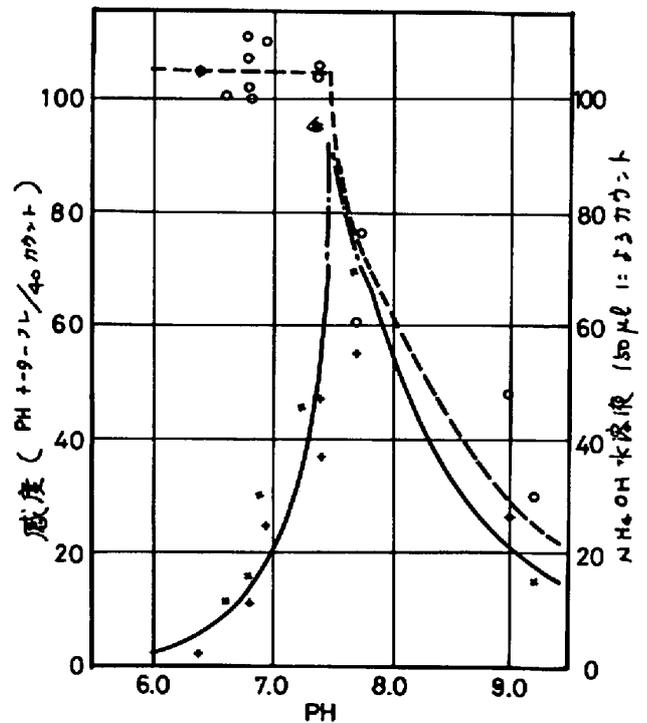


図2 pHによるカウント数と感度の変化