

16. 鑄鐵に含有する窒素定量分析法に就て（第3報）

澤村 宏，津田 昌利

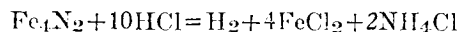
我々の本分析技術習得の程度を明らかにする爲に，第1表の如き日本標準試料(J.S.S.)の二三の合金鐵を用ひて分析を行つた．此等の窒素含有量は日鐵，八幡製鐵所永岡技師の示された分析値を幸にして知るを得たので，茲に拜借して比較分析値を第2表に示す．

第 1 表

試料名	C %	Si %	Mn %	P %	S %	Cu %	Ni %	Cr %	V %	Fe %	Ti %	Al %	W %	Mo %
ferro-V	0.06	0.35	0.13	0.046	0.032	0.12	tr.	0.02	39.61	57.44	0.07	0.69	—	—
ferro-Mo	3.19	1.85	0.10	0.050	0.054	0.10	0.09	0.24	tr.	49.73	0.03	tr.	0.038	44.63
ferro-Ti	6.80	5.21	0.82	0.059	0.015	0.06	0.02	0.11	0.11	64.89	15.52	0.49*	—	—

ferro-V は C:0.06%にして比較的分解は容易であつて，第2表に見る如く永岡氏の分析値と殆んど近似して居り，殊に永岡氏の求めた直接法によるN%と我々の測定値の和とは一致して居る．ferro-Mo は C:3.19%にして酸分解は可成り困難であつて，永岡氏は Total N %のみを直接法で求めて居る．我々は酸分解3~4hrs.にて，0.002% N，次に直接法に於て分解完全なる良い結果と信ぜられるものは0.0136% Nであつて，同氏のものよりは稍々高い値を示す．此れの詳細な實驗經過及其操作は省略するが，我々の慎重な實驗に依り求め得た T. N. 量である事を併記し度い．尙 ferro-Ti に就ては次報にゆづる．

既述の如く試料を鹽酸，例へば HCl にて溶解すれば，窒素は發生器の水素に依り還元してアンモニウム鹽に變ずる．但し茲に溶解する窒素は主として窒化鐵 (Fe_2N , Fe_4N_2 , Fe_5N_2 , Fe_3N_2 , FeN) 及び窒化アルミニウム (AlN) 等である¹⁾．例へば



此の場合，不溶性残渣中の N は Si, Ti, V, Mo 等の金屬窒化物としての窒素と考へられる．試料が鑄鐵の場合には V, Mo は殆んど皆無であるが，若干の Ti は存在する．(特に再生鑄鐵) 斯くの如き不溶性残渣の分解處理を聊か検討して見る．

Ⅰ. 學振法 此残渣を60% HClO_4 - H_2SO_4 を以て分解する事は既に第1報にも述べたが，之は所謂，酸化溶解であるが，本法が Si, Ti 等の金屬窒化物等を完全に分解し得るや否やは疑問であり，特に4價の窒化チタンの如き安定なるものは如何であらうか．本法の分解過程は先づ $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ が働き，此れにより生成されたものに HClO_4 が作用すると推定して居る．

Ⅱ. H. Kempf 法 所謂 Kieldahl 法であつて有機化合物の N 定量法が斯くの如き不溶性残渣を完全に分解する爲に Best であるとは考へられないが，少く共くⅠ)よりは Better である事は我々の實驗値に依つても明らかであつて本法に準據して，試料を鑄鐵とした場合に就き現在も尙，研究中である．

以上，第2,3報共，新しい特殊な分析法を發表する如き性質のものでは無く，纏め難度い報

第 2 表

試 料 種 別	試料量 g	HCl 分解		HCl 不溶 残渣分解		合計 T.N. %	使用せる 指 示 薬	分 析 者	備 考
		分解時 間 h.	主液中 の N %	分解方法及 び其時間 h.	残渣中 の N %				
J. S. S. ferro-V	10		0.0314	$K_2SO_4-H_2SO_4$ 時間不明	0.0304	0.0618	アリザリン スルホン酸 ナトリウム	日鐵, 永岡氏	
	10		0.0322	"	0.0267	0.0589	"	"	
	10		0.0289	"	0.0329	0.0618	"	"	
	5		0.0323	"	0.0295	0.0619	"	"	
	5		0.0329	"	0.0285	0.0614	"	"	
	5		0.0306	"	0.0317	0.0623	"	"	
	*5	2	0.035	$K_2SO_4-H_2SO_4$ 3h	0.026	0.061	Sørensen's	京 大 津田, 富田	試料を塊乳鉢にて細粉
	*5	2	0.036	"	0.026	0.062	"	"	"
	2			$K_2SO_4-H_2SO_4$ 時間不明	0.0297	0.0680	アリザリン スルホン酸 ナトリウム	日鐵, 永岡氏	
	2			"	0.0306	0.0633	"	"	
	2			"	0.0310	0.0627	"	"	
	◎2			HCl 分解を行はず直接 $K_2SO_4-H_2SO_4$ 法による分解, 時間不明		0.0616	"	"	
J. S. S. ferro-Mo	*5	3	0.0020	$K_2SO_4-H_2SO_4$ 3	?		Sørensen's	京 大 津田, 富田	不溶性残渣分解不完全
	*5	3	0.0020	3	?				"
	*5	4	0.0025	6	?				第 2 次分解後操作失敗
	◎2			HCl 分解を行はず直接 $K_2SO_4-H_2SO_4$ 法による分解, 時間不明		0.0079	アリザリン スルホン酸 ナトリウム	日鐵, 永岡氏	
	◎2			"		0.0066	"	"	
	◎2			"		0.0073	"	"	
	2			同 上, 時 間		0.0087	Sørensen's	京 大 津田, 富田	分解少々不完全
	2			"		0.0122	"	"	"
	2			"		0.0136	"	"	分 解 完 全
	2			"		0.0136	"	"	"

告ではあるが、HCl 可溶主液中の N に關しては其分析値は信用し得る正確さを有するが、HCl 不溶性残渣中の N に就ては究明す可き餘地がある。

猶、分解は C 含有量の高いものは難と思はれ、銅は鎢より容易に分析し得る様であり、不溶性残渣の分解法は $HCl O_2-H_2SO_4$ 法よりも $K_2SO_4-H_2SO_4$ 法が Better と考へられる次第である。

本研究は澤村研究室富田昭津君の終始熱心なる助力を得て行はれたものであつて、茲に厚く御禮申し上げる。

1) 第 4 報に報告の豫定。

(昭和 24 年 6 月 26 日 受理)