

額約40萬噸にして歐米諸國亦上表の2割内外に相當する數量を使用するものと見て大差なかるべし。

(ト)鋼製品需要額に於て歐洲は過般の大戦により荒廢又は遲延したるもの少かからざりしと雖も流石に古き國柄にして一般設備の充實せらるゝもの多きに比し廣茫たる米國は廣さの割合に人口少き關係もなきにあらざれども各方面の新設備に忙はしく年一人當に於て米國は歐洲製鐵國の2倍以上に及ぶを見るべし。

翻て本邦と米國とを比するに米國人は日本人の9人分を1人にて使用するを知る。

歐洲の上表四ヶ國の平均は0.112 匁にして本邦が少くも之と同様量を使用せんが爲めには現今の約4倍を要すべく、前記銑、鋼、生産能力に於ても亦此需要量に於ても共に本邦は今日の4倍に進展せざるべからざる計算となるなり。

(チ)本邦の鋼製品需要年額増進の大勢を一目瞭然たらしむべく別表第二に明治29年以來の本邦鋼材需要額曲線を作成し参考として文政6年釜石鐵鑛發見以來の本邦製鐵鋼に關する重要事項を併記す、本曲線も亦前掲世界銑鐵生産能力曲線の如く大體に於て二次拋物線を示すを見る、將來大正30年頃に至る迄の需要豫想額に關しては本曲線を其儘に延長したる曲線の各年縦線との交點に於て之を知るべく大正20年には約275萬噸に大正30年には約435萬噸に達することゝなるも本邦一般の産業界將來の盛衰如何により本數字は如何に變動せらるゝや容易に判定し難く只近き將來に於てのみは少くも前記1,700,000噸程度の水平線にて進むものと見らるゝを悲み更に幾年の後果して前項の如く製造力に於ても需要量に於ても今日の4倍に達するの期至るやを慮ふものなり。(大正十四年四月稿) (終)

銑鐵及び鋼中の硫黄定量法改良實驗

茂 木 武 雄

眞 野 惣 次 郎

緒 言

銑鐵及び鋼中に含有さるゝ硫黄は、銑鐵及び鋼の性質に至大の影響を及ぼすものにして、其の分析定量は重要なる問題なり。元來、鐵及び鋼中の硫黄の定量法には、容量法及び重量法の二法あり、容量法(發生法)は操作容易にして、短時間にて定量し得る長所あれ共、其の定量結果は眞の硫黄量より低値なる缺點あり。次に重量法(直接變化法)は、極正確なる結果を擧げ得るも、作業長時間に亘り操作困難にして、特殊の熟練を要する不便あり。扨て兩法を比較するに、容量法は操作容易にして短時間に結果を得る長所あるを以て、其の結果の正確を保證し得る改良を施さば、重量法に比し實用的價値大なるものと思惟せらる。然るに偶々日本化學會誌(44巻5號京都帝大足田氏)に於て、容量法にて亞鉛「アマルガム」を反應助劑として添加操作せば、結果正確なりと云ふ記事を得たるを以て

尙敷延して實驗改良を行ひたるに實用價值を有する成績を得るに至れり。

結論の大要 容量法は次の改良法に依り重量法と同様に、極正確なる結果を擧ぐることを得。即ち試料5瓦に亞鉛「アマルガム」10瓦を混和し、比重1.18の鹽酸110 耗を用ひて硫化水素を發生せしめこれを醋酸亞鉛及び醋酸カドミウムの醋酸々性溶液に吸収せしめ、規定沃度液及び規定次亞硫酸曹達液にて滴定す。尙ほ發生瓶には水素の氣流を送り、酸化を防止す。

第一 發生法（容量法）に関する概要

1 發生法の特徴と缺點 鐵又は鋼中に含有されたる硫黃の定量法として、發生法は重量法に比し操作簡單にして迅速なると、又技術の優劣に支配せらるゝ點少きが故に、何人が之れを行ふも常に結果が或範圍内に止るを以て、工業上重んぜられ且廣く行はる、然れ共重量法に比し、硫黃量の屢過少にして多く信を措くに足らずと云ふ非難は、往々耳にする所なり。尙分析につき最も權威ありと稱せらるる米國標準局に於て、標準試料に就き實驗したる發生法の結果も、次に示すが如く常に過少なり。

硫黃百分率	硫 黃 %	
	重量法	發生法
	0.049	0.038

蓋し斯法は其原理及び操作に於て缺點あり。即ち之等の原因を二種に區別し、(a)原理の缺點(b)操作の缺點となす。

- | | | |
|-----------|---|-------------------------------|
| (a) 原理の缺點 | } | 1) 存在する硫黃の状態の如何に關せず同一處理に基くこと。 |
| | | 2) 含有せる他の成分の影響 |
| (b) 操作の缺點 | } | 1) 試料の難易性に關することなく稀鹽酸にて處理すること。 |
| | | 2) 發生瓶中に殘溜する硫黃の放棄。 |
| | | 3) 硫黃の一部は硫化有機物となりて逃散すること。 |

上記の缺點は其の結果を過少にする最大原因なりとす。

2 鐵、鋼中に存在する硫黃の状態 鐵又は鋼中にて硫黃は遊離硫黃、硫化物及び硫酸物の形にて存在するなるべし。即硫黃と鐵と化合して生ずる硫化鐵は、固溶態又は獨立結晶となりて鐵中に均一に分布せらるゝか、或は遊離して各所に停滯す。又固溶態に於て硫黃は果して硫化鐵の形狀を取るや不明にして、急冷したる鋼は往々にして、硫黃を固溶態となす性あり。最後に硫酸の形の硫黃は特殊の場合の外、鐵鋼中に存在することなし。

3 鐵、鋼中に含有する他の成分の影響 鐵又は鋼中に比較的多量の炭素を含有するときは、發生瓶中に於て之を酸にて處理したる場合に發生したる硫化水素の一部と化合して、硫黃の有機化合物を作り易く、又遊離せられたる炭素の粒子は試料を包含して上部に浮遊し溶解することを妨ぐるを以て、斯の如き場合に注意怠らば、試料の一部は不溶の儘に發生瓶中に殘溜する恐れあり。

4 硫化水素發生率と酸度の關係 發生瓶中に於て試料を鹽酸にて處理する場合、酸の濃度稀薄ならば硫化水素の發生速度緩徐にして、酸化を容易ならしめ、又有機硫化物生成の機會を助長するが故に硫化水素の生成率従て低かるべし。之に反し酸の濃度若し濃厚ならば、其の發生速度遙に大なる可く

其の酸化の虞れも又減少すべし。然れ共酸の濃度大なる場合に於ても、固溶態をなせる硫化鐵の或物にありては、硫化水素を發生せずして遊離硫黄を生ぜんとする傾向なきにあらず。

5 實驗前に於て取るべき注意 鐵類中に含有する硫黄が固溶態として存在するときは、此等の材料に對して先づ之を燒鈍して、然る後分析に附するを良しとす。又時效を受けたる鐵材に於ても、同様顧慮すべき點あり。時效は主として鐵材の酸化を意味するものなれば、硫黄の一部は遊離狀を取れるものなり。從て此等の材料を分析せんとするに當りては、先づ之を炭素と混じ加熱し。硫黄の復舊狀態を圖るべきものなり。若しも然らざるときは、硫黄の一部は遊離狀となるか、或は硫酸に酸化せらるゝ慮あり。

第二 發生法改良に關する研究實驗

1 實驗研究の方針 本實驗研究は上記の事項に鑑み、適當なる方法を選定する方針にて行ひたり。現在行はれつゝある發生法は、其の操作に於て各所常に區々にして、之を統一せざる限り發生法は竟に甚だ煩瑣たるを免れず、濃酸の作用を有利とするも、取扱上從來の發生法は常に稀鹽酸にて種々の狀態にて存在せる硫黄に對し、一律に發生法を使用し何等の顧慮を加へざるは、其の結果の不正確となる所以なるべし。故に先づ鐵中に於ける硫黄の狀態を考察し之を處する方法及び發生法に附隨する種々の困難の如何にして、排除せらるべきかの研究に移らんとす。以下順を追て實驗の結果を述べんと欲す。

2 實驗に用ひたる試藥規定液、裝置及び方法 (a)試藥、規定液、吸收液

1) 鹽酸 比重 1.1-1.2

2) 亞鉛アマルガム：純昇汞20瓦を2-3耗大の粒狀亞鉛 500 瓦と混じ、水にて被ひ反應の終る迄振盪し、先づ鹽酸にて次に水洗乾燥したるもの。

3) $\frac{N}{30}$ 沃度溶液：純沃度 4.2307 瓦を沃化加里15瓦と混じ、水 100 耗に溶かし之を1000耗となす。

4) $\frac{N}{30}$ 次亞硫酸曹達液：結晶性次亞硫酸曹達 8.2733 瓦を適量の水に溶解し後1000耗となす。

5) $\frac{N}{30}$ 硝酸銅溶液：純銅として約 2.119 瓦強を取り之を電解し、陰極に附着したる純銅の瓦を知り、後之を硝酸にて完全に溶解し、水を加へて1000耗となす。而して次亞硫酸曹達液は、銅液に對して正確に滴定し、沃度液は次亞硫酸曹達液に對して正確に滴定し、以て完全に各々の規定液の強度を決定したり。

6) 醋酸亞鉛と醋酸カドミウムの混合吸收液

酸性吸收液	{	醋酸カドミウム	5瓦
		醋酸亞鉛	45瓦
		水 醋 酸	50耗

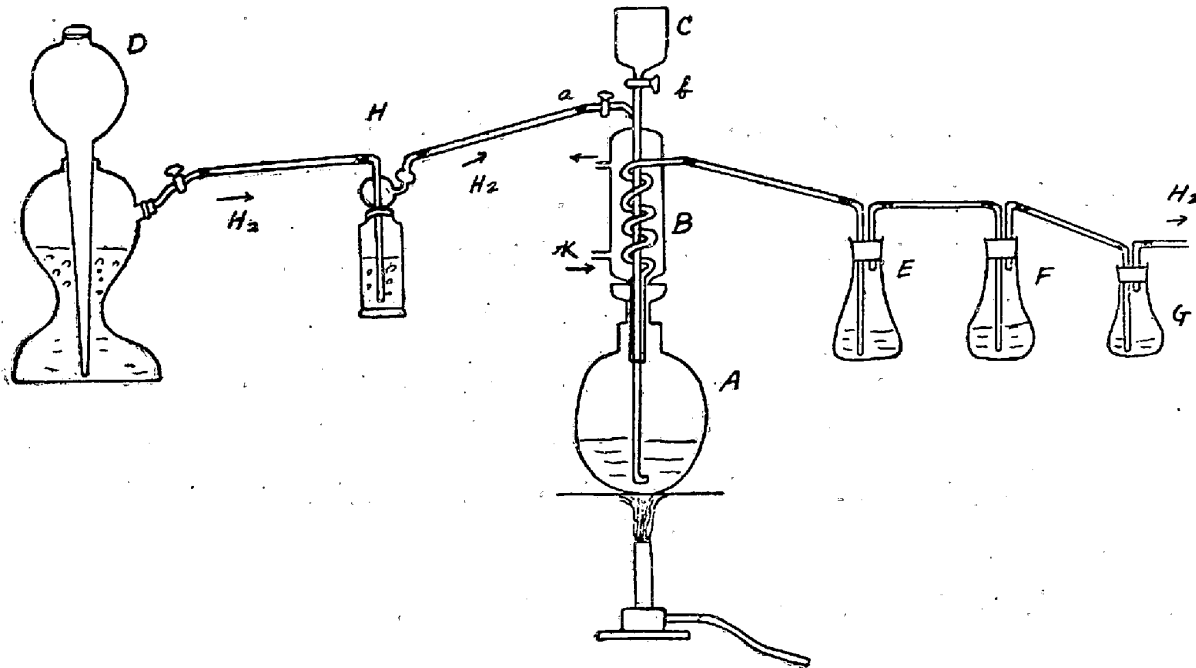
上記の諸試藥の瓦量に水を加へて1000耗となし、濾過して使用したり。

7) 澱粉液 澱粉 5 瓦を水1000耗に溶解し、煮沸し冷後使用す。

注意 試薬、規定液、吸収液中に於て水とあるは蒸溜水のことなり。

(b) 装置 装置は下圖に示すが如し。

A 硫化水素發生瓶 B 冷却器 C 酸の滴下漏斗 E 洗滌瓶(蒸溜水を入れ主とし鹽酸氣を捕捉するも硫化水素は成可く吸収せざるを期す。而し乍ら常に硫化水素の微量吸收せらるゝ故に、後で吸収瓶と同様處理す。)



F 第一吸収瓶 吸収液70耗 G 第二吸収瓶 吸収液40耗 D 水素發生装置 H 水素瓦斯洗滌瓶

(c) 實驗方法 試料5瓦或は之と亞鉛アマルガム約10瓦を發生瓶 A 中に秤入して混和し、發生瓶中の空氣を排除する爲に水素氣流を送入し、約三分にして硝子栓 a を閉ちて水素氣流を絶ち、然る後鹽酸を滴下漏斗より注入す、(硝子栓 b を開いて注入終了の際は之を閉づべし。)

斯くするときには試料又は亞鉛アマルガムは漸次溶解すると同時に、硫化水素は發生すべし。

而して反應衰弱するや之を加熱して促進せしめ、逆流の恐れある場合は水素を送り、又反應の終期に再び水素氣流を送入して、發生瓶中に残れる硫化水素を驅逐すべし。是等全操作に要せらるゝ時間は、試料の溶解難易により、30分乃至1時を要す。斯くの如くして硫黃の約全量は硫化水素とならしめ、之を吸収瓶に於て吸收せしめ、之と同時に發生する過剰の鹽酸氣は洗滌瓶に捕捉するにあり。以上の如くして吸収瓶又は洗滌瓶中に吸收せしめたる硫化水素は吸收薬と化合して、硫化物或は硫化水素水として存在す。之に過剰の規定沃素液を加へ振盪し、澱粉液を指示薬として加へたる后、規定次亞硫酸液にて滴定す。但し第二吸収瓶には普通の場合には、硫化物の沈澱を見ることなし。

d 實驗に使用したる鹽酸量其の他次の如し。

鹽酸 比重	試料 瓦	亞鉛ア マ ルガム 瓦	鹽酸 の 量 瓦	濃鹽酸に換 算した量 瓦	鹽酸 比重	試料 瓦	亞鉛ア マ ルガム 瓦	鹽酸 の 量 瓦	濃鹽酸に換 算した量 瓦
1.1	5	1	150	75	1.18	5	—	80	70
〃	〃	10	200	100	〃	〃	10	110	100
1.15	〃	—	160	75	1.2	〃	—	70	70
〃	〃	10	150	112	〃	〃	10	100	100

3 各實驗に於ける成績比較 實驗其の一 米國標準局標準銑鐵(硫黄分 0.048%)を試料となし、比重 1.1の鹽酸を使用して亞鉛アマルガムの作用に就て試驗したり。

硫黄分實驗値(%)		硫黄分實驗値(%)	
亞鉛アマルガム を加へざる場合	亞鉛アマルガム を加へたる場合	亞鉛アマルガム を加へざる場合	亞鉛アマルガム を加へたる場合
0.035	0.038	0.035	—
0.034	〃	平均 0.035	0.038
0.036	—		

即ち亞鉛アマルガムの存在に於て 0.003% の高き結果を見たるも、其の眞値(0.048%)に比すれば實驗値甚だ低し。

備考 此の實驗に於て洗滌瓶を用ひず。

實驗其の二 比重 1.15の鹽酸を使用して前實驗と同様に行ひたり。

硫黄分實驗値(%)		硫黄分實驗値(%)	
亞鉛アマルガム を加へざる場合	亞鉛アマルガム を加へたる場合	亞鉛アマルガム を加へざる場合	亞鉛アマルガム を加へたる場合
0.041	0.041	0.042	—
0.040	0.042	平均 0.041	0.042

即ち鹽酸の濃度少し高まれば結果は前より良好なり。

實驗其の三 比重 1.18の鹽種を用ひて前實驗同様に行へり。

硫黄分實驗値(%)		硫黄分實驗値(%)	
亞鉛アマルガム を加へざる場合	亞鉛アマルガム を加へたる場合	亞鉛アマルガム を加へざる場合	亞鉛アマルガム を加へたる場合
0.040	0.048	—	〃
0.041	〃	平均 0.041	0.048

即ち鹽酸の比量 1.18のものを用ひ、亞鉛アマルガムを添加せば、實驗値は其の眞値と全く同様なり。

實驗其の四 比重 1.20の鹽酸を用ひて前實驗同様に行ひたり。

硫黄分實驗値(%)		硫黄分實驗値(%)	
亞鉛アマルガム を加へざる場合	亞鉛アマルガム を加へたる場合	亞鉛アマルガム を加へざる場合	亞鉛アマルガム を加へたる場合
0.035	0.041	平均 0.036	0.041
0.037	—		

即ち鹽酸の濃度高きに過ぐれば結果寧ろ低し。

實驗其の五 重量分析の結果(直接酸化法)

硫黄(%)	0.048	0.049	0.048	平均 0.048
-------	-------	-------	-------	----------

即ち米國標準局の結果と同様なり。次に同一試料につき米國標準局の實驗値を示さん。

米國標準局檢定表

重量法硫黃%	容量法硫黃%	重量法硫黃%	容量法硫黃%
0.050	0.038	0.048	—
0.048	—	0.050	—
0.047	—	0.051	—
0.048	—	平均 0.049	0.038
0.050	—		

第三 結 論

以上の實驗結果を綜合表示すべし。

第 二 表

番號	鹽 酸		亞鉛アマ ルガム	硫 黃 百 分 率			分析結果とし て示さるる量
	比重	使用量 匁		發生瓶内	吸収瓶内	總 量	
1	1.10	150	—	0.010	0.036	0.046	0.036
2	〃	200	10	—	0.038	—	0.038
3	1.15	100	—	0.011	0.042	0.053	0.042
4	〃	150	10	0.004	0.042	0.046	0.042
5	1.18	80	—	—	0.041	—	0.041
6	〃	110	10	0.004	0.048	0.052	0.048
7	1.20	70	—	—	0.037	—	0.037
8	〃	100	10	—	0.041	—	0.041

第 三 表

米國標準局檢定表		本 質 驗	
重量法	發生法	重量法	發生法
0.049	0.038	0.048	0.048

此表に依り次の結論を得るなり。

a) 鹽酸の濃度は比重 1.18 のもの最良なり。即この酸度にては硫化水素の發生率最大にして、有機硫化物の發生率最小なること想像し得べし。鹽酸の濃度過大（比重 1.2）となれば成績却つて低下す。之は濃度過大の酸は其の溶解速度小なるに起因すべし。鹽酸の濃度過小（比重 1.1）の場合は成績最劣なり。而るに一般に容量法にては、此の濃度の鹽酸を用ひつつあり。此の點改良の要あり。

b) 亞鉛アマルガムの存在は有效なり。亞鉛アルガム存在すれば、發生機の水素を多量に發生し、従つて硫化水素の生成率を大ならしむる效果あるものと認めらる。

c) 發生瓶内の殘留硫黃は重量法にて測定したるものなり。表に示すが如く發生瓶内にて必ず少量の硫黃殘留し、其の狀態は遊離硫黃及び硫酸根なるべし。尙注目すべきは亞鉛アマルガム存在の場合（0.004%）は、存在せざる場合（0.010%）に比し、硫黃殘留量小なり。此の事實より考ふるも亞鉛アマ

ルガムは硫黄の硫化水素として發生を促進する作用あることを知り得るなり。

d) 硫黄總量は米國標準局檢定表の硫黄量より大なることあり。米國標準局の結果は先づ眞價なりと見做し得るを以て、容量法は此の硫黄量過大なる點に於て一缺陷ありと云ふべし。此の硫黄總量過大の原因は、尙實驗研究を経ざれば明言不可能なれ共、吸収液に作用する硫化水素以外の物質（例へば砒北水素等）の作用に由るべしと思考せらる。

但し發生瓶内の硫黄は、普通の分析作業にては定量せざるを以て、硫黄量過大の缺點を分析結果として示さるゝ黄硫量には、直接影響することなし。

e) 結局發生法に於ても亞鉛アマルガム10瓦を試料に混じ、比重 1.18 鹽酸110耗を用ひて分解を行へば、重量法と同様に眞の硫黄量を定量し得るなり。（大正十四年三月）（終）

薄鋼板の延伸率に就て

奥 隆 富
三 村 善 之 亮

第 1 節 緒 言

薄鋼板の抗張試験を正確に行ふことは困難なりとは一般に稱へらるる所なり。元來薄鋼板は之が器具、機械に作らるるに當りて、多くの場合冷間加工に依るを以て主として其の材料に對して吟味せらるるは屈曲、折疊に耐ゆる性質なり、従つて5耗以下の薄物には抗張試験を行はざるを普通とす。されども近時機械は益々精巧となり航空、造船等の材料は軽くして且つ強く撃突にも耐へざる可からず。依つて抗張試験を行ひ抗張力と同時に延伸率をも正確に知ることを必要とするに至れり。本編に述べんとする所は余等が鋼板(炭素鋼)の抗張試験に従事中試験方法の改善に努力し又其試験結果により薄物試片の局部的異質、厚さ、形狀、幅、標點距離、壓延方向等と延伸率との關係に就て論じ薄鋼板の物理的性質を明瞭にせるものなり。其目的とする所は薄鋼板製造業者、検査員並に需要家諸彦の参考に資し特に此種品質規格制定者の注意を惹かんとするにあり、試験に供したる試料は凡て八幡製鐵所製品なり。

第 2 節 抗張試験装置

抗張試験に當り試験片が左右前後の振れなく眞直の位置に保たれ徐々に力を加ふるは重要條件なり。然るに實際に於ては試験機の構造、試片の形狀其他種々なる原因に依り理想通り行ふは困難なり。本研究に於ては是等の故障の最も少なきローゼンハウゼン式 5 噸及 25 噸試験機の一部を改造し薄物試験の専用となせり。試験機の構造は第 1 圖に示すが如く A の回轉と共に B は兩側の圓柱に添ひて降下す、従つて引張力は駒 C 及 D に摺まれたる試験片を通じて F の尖端に働き G の凹面を押し其の