

抄 錄

1) 製 鐵 原 料

 γ - $Fe_2O_3 \cdot H_2O$ の加熱試験 (R. D. Williams & J.

Thewlis: Trans. Faraday Soc., Dec. 1931, 767-71) 近年の多くの研究者は Fe_2O_3 に強磁性體のものがあるを肯定してゐる。このものは最初 Robbins (Chem. News, 1) に依つて暗示され、Malaguti, Liversidge, Welo, Posnjak 其の他多數の人が存在を認めて居る。強磁性 Fe_2O_3 を得る方法は (1) Fe_3O_4 を酸化する方法と (2) γ -含水物を脱水する 2 方法がある。著者は (2) の方法に依つた。通常の Fe_2O_3 はその結晶構造が Rhombohedral であるが、強磁性 Fe_2O_3 は Cubic である。即ち稀鹽化第一鐵溶液に $Cu(OH)_2$ を加へて水酸化鐵を沈澱し、數回傾瀉洗滌し、濾別した後 30°C にて 40 時間空氣中で酸化せしめた。このものは遊離水分 2.06% を含む γ - $Fe_2O_3 \cdot H_2O$ である。これを 200°C で 2 時間乾燥して標準試料とした。加熱試験は 200~1,000°C ± 1°C, 化學分析及び粉末法 X 線分析で組成を明らかとし、Moll 式自記ホトメーターで粒子を測定した。即ち上記方法で製造し、空氣中で酸化せしめた含水酸化鐵は、構造上 Lepidocrocite ($Fe_2O_3 \cdot H_2O$) と全く同じである。これを加熱すれば先づ Cubic の Fe_2O_3 となり、次に Rhombohedral の通常の Fe_2O_3 となる。是等の轉移點は明瞭でない。併し大體に於て L→C 250~300°C, C→R 500~600°C である。但し L=Lepidocrocite, C=Cubic Fe_2O_3 , R=Rhombohedral Fe_2O_3 .

(前田)

3) 銑 鐵 及 鐵 合 金 の 製 造

O_3 の還元並に C を含有せざる Cr-Fe 合金の製造 (H. H. Meyer, Mitteil. K. W. I. Eisenforschung, Bd. XIII, L. 17, 1931) 是は Fe の存在中に於る Cr_2O_3 の還元、Fe-Cr 合金の製造、耐蝕性、硬度等に關する實驗結果を報告せるものである。 Cr_2O_3 單獨にては 1,600°C 以下に於て H で還元することは不可能であるが、Fe 存在の下ではもつと低溫度で還元することが出来る。電解鐵粉と Cr_2O_3 を混合して H により還元を行つた結果 1,150°C に於て既に金屬狀態に還元せられて Cr が鐵中に滲入した。混合試料中の Cr_2O_3 量、還元溫度、時間等を變へて實驗した結果は第 1 表の如く、還元

溫度の上昇、還元時間の長くなるに従つて Cr の還元せられて Fe 中に入る量は増加した。原試料中の Fe と Cr_2O_3 の割合が還元にどんな影響を及ぼすかは此の實驗では確かに分らない。No. 7, 8 の比較により明らかなる如く純度高き H 瓦斯を用ふると還元率は良好となり、又 No. 11, 12 の比較により混合試料を壓縮せしものは然らざるものより還元率の悪いことも確かである。 Cr_2O_3 20%、1,350°C 11 時間還元のものは 95.2% の還元率に達し Fe-Cr 合金中の Cr は 13% となつた。又 Cr_2O_3 35% のものでは Fe-Cr 合金中の Cr は 19.1% を示した。

第 1 表

| 試料番號 | 還元溫度 (°C) | 還元時間 (時) | 試料中の Cr_2O_3 量 (%) | Fe 中に入つた Cr (%) | 還元率 (%) | 備考 |
|------|-------------|----------|----------------------|-----------------|---------|--------------------|
| 1 | 1,150 | 2 | 10 | 1.92 | 28.1 | |
| 2 | 1,200~1,250 | 1 | 30 | 1.7 | 8.0 | |
| 3 | 1,250 | 4 | " | 6.9 | 33.7 | |
| 4 | " | 50 | 5.9 | 17.2 | | |
| 5 | 1,300 | 5 | " | 4.0 | 11.7 | 黒色の酸化クロムを作る。 |
| 6 | " | 12 | 25 | 7.82 | 45.7 | |
| 7 | " | 15 | " | 8.82 | 51.5 | |
| 8 | 1,300~1,350 | 6 | " | 4.8 | 28.1 | {ボンベ中の H を洗滌して使用。} |
| 9 | " | 6 | " | 2.0 | 11.7 | {同上洗滌せざる H を使用。} |
| 10 | 1,350 | 1 | 30 | 5.3 | 25.8 | |
| 11 | " | 2 | 20 | 5.47 | 40.0 | 壓縮せるもの。 |
| 12 | " | " | " | 7.93 | 58.2 | 壓縮しないもの |
| 13 | " | 25 | 30 | 6.9 | 33.7 | |
| 14 | " | 4 | 35 | 13.5 | 56.4 | |
| 15 | " | 11 | 20 | 13.03 | 95.2 | |
| 16 | " | 11.5 | 35 | 19.1 | 79.8 | |
| 17 | " | 13 | 25 | 14.8 | 86.5 | |
| 18 | " | 13 | 30 | 7.9 | 38.5 | |
| 19 | 1,400 | 0.5 | 20 | 2.54 | 18.5 | |
| 20 | " | 1.5 | 30 | 7.5 | 36.7 | |
| 21 | " | 2 | 50 | 9.8 | 28.6 | {黒色の酸化クロムを作る。} |

次に 4×4×20mm の電解鐵片を Cr_2O_3 で包みて H による還元を行つた。その時 Cr が鐵片に滲入した厚さは、1,300°C で 8 時間處理せるものは 0.4mm で Cr の滲入部と Fe 部との境は明確である。1,400°C で 3 時間處理せるものは Cr が 0.7mm まで滲入した。

腐蝕、硬度に關する實驗を行つた結果は次の如し。電解鐵に上記の方法で Cr を滲入せしめたものは 1% HCl に對して耐蝕性は一般に略 25% を增加した。次に C を含有する Fe について Cr_2O_3 25% を混合、同様の實驗を行つた所 Fe 中の C は H の爲めに除去せられ結果 0.04~0.05% のものとなつた。又クルップ製軟鋼 C =

0.06% を 1,350°C で 12 時間同方法で Cr 添加を行へるものでは Cr の滲入層薄く 1% HCl で、粒子界面に沿ひて腐蝕せられ、0.77% 鋼を 1,250°C で 3 時間 Cr 添加を行へるものも略同様の結果を示した。然るに 1,350°C で 12 時間同様の處理を施せるものは Cr の滲入 1mm に達し 1% HCl では僅かに腐蝕せらるゝに過ぎなかつた。Cr の添加を 3~4 時間づゝ 1,350°C で 4 回繰返し行つて得たものは腐蝕に對して更に良好なる成績を示した。しかし徐冷せるものは全部 1% HCl により粒子界面に沿ひて少し腐蝕せられたが 1,300°C で 4 時間づゝ 5 回 Cr 滲透を行ひ次に 1,100~1,150°C で半時間保持し水中焼入せるものは 1% HCl には殆んど腐蝕を受けなかつた。焼入を施せるものは C の有無に關係なく耐蝕性を増加すると共に硬度も高くなつた。硬度について云へばペルバートの振子式硬度は電解鐵は 20±1 であつたが Cr 滲透を行つたものは 30.6±1.5 を示し、C 0.06% 軟鋼の如きは Cr の滲透により同硬度 60 を示すものもあつた。0.77% C 鋼の Cr 滲透せるものは 29.5~72.4 の硬度を示した。

(垣 内)

5) 鑄造作業

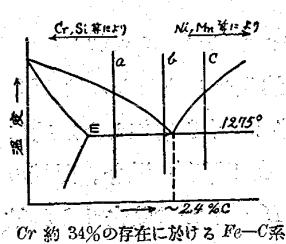
耐蝕耐熱のクロム鑄鐵 (E. Houdremont u. R. Wasmuth, Kruppsche Monatshefte, Dec. 1931) 第 1 表に示す成分の Cr 鑄鐵につき其の組織、腐蝕、温度と物理的性質の關係を實驗研究した。

第 1 表

| 試料 | C % | Si % | Mn % | Cr % |
|----|-----|------|------|------|
| a | 1.1 | 1.3 | 0.42 | 33.6 |
| b | 2.3 | 1.4 | 0.40 | 34.2 |
| c | 3.1 | 1.2 | 0.38 | 34.9 |

組織は a 試料は固溶體 (E) と少量の共晶より、b 試料は少量の固溶體 (E) と多量の共晶より、c 試料は複炭化物 ($Cr-Fe$)₃C₆ の初晶と共晶より成る。此の組織より察すれば、第 1 圖に示す如き狀態圖が考へられる。b 試料は共晶成分に近きものである。即ち若し Fe-C 系ならば共晶點は C=4.2% の點なるも Cr 約 34% を添加せられたため C 約 2.5% の點が共晶點となつたのである。

第 1 圖



第 1 圖は Fe-Cr-C 系に於て Cr=34% の線で切斷せられた面を示したもので、圖中の各線は Cr, Si 等の添加によって左方に、又 Ni, Mn 等の添加によって右方に移行する。

次に a, b 2 種の試片に

就て腐蝕試験を行つて見たが耐蝕性の一般に良好なるを認むることが出來た。此の場合使用せる腐蝕剤は HNO_3 , $H_2SO_4 + HNO_3$, SO_2 , H_3PO_4 , $C_2H_2O_2$, $C_8H_6O_3$, $NaOH$, NH_4NO_3 , $(NH_4)_2SO_4$, $Ca(HSO_4)_2$, $Ca(OCl)_2$, $FeCl_3$, KNO_3 , Na_2S , $ZnCl_2$ の諸種% の水溶液である。

a, b, c 3 試料の機械的性質は第 2 表の如く可成良好なる成績を擧げてゐる。b 試料につき 1,000°C まで各種の

第 2 表

| 試料 | 抗折力 kg/mm^2 | 撓量 mm | 破壊抗力 kg/mm^2 | 硬 度 Br. E | 比重 |
|----|------------------|----------|-------------------|--------------|------|
| a | 51.3 | 5.1 | 39.2 | 250 | 7.42 |
| b | 54.4 | 5.9 | 43.3 | 300 | 7.34 |
| c | 52.6 | 5.8 | 45.5 | 350 | — |

溫度で破壊抗力を測定した結果 500°C

に於ては 20°C に於けるよりも稍良い成績を示し、それより溫度の上昇と共に抗力を減少した。又 a, b 2 試料につき熱膨脹系數を測定した結果第 2 圖に示す如く普通鑄鐵に比し著しく膨脹率は小さい。上記の Cr 鑄鐵は "Nirostaguss"

(垣 内)

と稱せられて居る。

耐熱鑄鐵 (Foundry Trade Journal, Dec. 24, 1931)

鑄鐵は比較的熔融點高き(約 1,150°C)地金でありそして赤熱狀態に於て相當に強度を有す。赤熱強度は硅素含有量を増加すれば共に向上す。併し鑄鐵は高溫度で用ふると所謂成長の現象を呈す。そして成長の現象は硅素と共に激しくなる。成長の現象は黒鉛に沿ひて酸化作用が内部に浸潤し即ち内部酸化に起因す。硅素が成長を助成する原因は簡単ではないが硅素は材質を脆くするから黒鉛に沿ひて出來た酸化物が冷却時に收縮に抗して及ず楔打作用に耐えかねて容易にひび割れを生ず。このひび割れは次の加熱の際に新しき間隙として酸化の進行を助長しかくの如く繰返し進行す。成長現象の起因する所黒鉛に在るを以て黒鉛が細い事及び少い事は成長酸化をなくする事に有效なり。上述硅素は成長に對して有害なる作用を來せ共他面又之と正反対の效果を有す。即ち硅素量を増す時はシリコフェライト夫自身の酸化抵抗を非常に増大す。

硅素量大にして黒鉛量少く且く微細なる鑄鐵は地質が

酸化しない事と成長の進行の道程たる黒鉛がなき事と兩々相俟つて酸化しない、成長しない鑄鐵を得らる。硅素4~10%、黒鉛細少なる鑄鐵をシラルと命名し特許鑄鐵なり。多量の鋼屑を熔銑爐で熔解し 硅素 5~6% を含有せしめそして鋼屑が 黒鉛成生核を有せざるを利用して過冷却黒鉛を結晶せしめ 即ち極めて微細なる黒鉛を有する鑄鐵とす。

シラルは酸化せず 900°C 位の温度で殆ど成長現象を起さない。加熱状態が激しくて熔融するが如きでない火床又は筋炭機金物等に用ひて有效なり。このものゝ缺點は 硅素高き爲め脆き事で 依つて急熱急冷する部分用には不適當なり。併し赤熱温度に至れば このものは柔軟性を招來しひび割れを生ずる事なし。赤熱温度以下で脆いため 造塊金型には用ひられない。同様にして重油焰等で急熱するアルミニユーム又は亜鉛熔解鍋にも不適當なり。但し電熱緩和熱鍋ならばよろし。又軟化函にも用ひて好結果なり。

シラルの脆性を除去するために 之に適量のニッケル及びクロームを加へて オーステナイト鑄鐵として韌性を來したり。このものはニクロシラルと稱し 硅素 7% にして 韌性に富みシラル同様耐熱性なり。

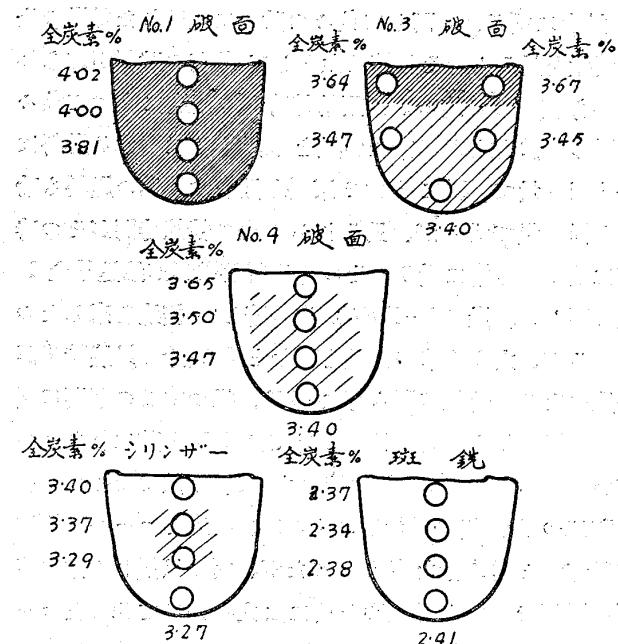
ニクロシラルは 造塊金型、熔融鍋及び軟化函に用ひて非常に好成績なり。このものは切削、鑄造共容易なり。ただこのものはニッケルを 18% も含むから高價なる缺點を有す。高價なれ共ある目的には經濟的に用ひらる。例へば完全無疵なる表皮を要求する造塊金型の如き然りとす。又このものゝ長壽はやがて安値に値ひす。

このものを安價にするために オーステナイト組織を得るに必要な最小限度のニッケル量の決定と、ニッケルの一部分を満倅を以て 置換する研究が進められておる。やがて安價なニクロシラルが出現するであらう。(S. K.)

鑄鐵中に於ける黒鉛の浮遊(Foundry Trade Journal Sep. 24, 1931, p. 198. by A. L. Norbury, D. Sc. and C. Rowley.) 鑄鐵中の全炭素量の相違:一鑄鐵でも高炭素で共晶成分以上のものは、取鍋の中で 黒鉛が所謂 キッシュとして熔銑の表面に浮上する事は、一般に知られてゐるが、シリンドラー鑄物の様に全炭素量 3.8%、硅素量 1.5% の様な共晶成分以下の低炭素のものにも、この現象のある事は未だ餘り良く知られてゐない。所が、鼠銑鐵の破面の各所から、試料を鑽で探つて、その全炭素量を分析すると、凝固時その中の黒鉛が 上昇浮遊した事實が認められるので、次の試料 No. 1 の場合には、その上部は下部より 0.27% 全炭素量の多い事が知られ、この差は破面の緻密なものに少なく、又白味がかつて幾分でも斑銑

化したものには全く認められない。鼠銑鐵の各所の全炭素量 第1圖は其等の實例で、斜線を施したのは破面の粗く黒い事を表はし、緻密なものや斑銑には之を施さない事にしたが、之等は何れも 小鎔鑄爐で作られたもので、その硅素量は No.1 1.50%、No.3 2.40%、No.4 1.66%、シリンドラー 1.70%、斑銑 1.50% で、何れもその満倅量は 2.0%、硫黃量 0.06%、磷量 0.7% 内外である。そしてこの結果は 鼠銑中の初晶黒鉛が、直接熔液から出るか、又

第1圖 鑄鐵中の成分の變化



は一度固化白銑化した後に、之が二次的に分解して出るか、と言ふ目下斯界に於ける二つの學説に對し、前者の説を支持するものと思はれる。

(K. T.)

鑄物工場に於ける微粉炭の應用 (Foundry Trade Journal November 5, 1931, p. 289.) チルドロール用反射爐に使用する事:一チルドロール熔解爐に微粉炭を利用する事は、最近著しい進歩を見せて來た。今日未だ一般にロールを作る方法は、餘程遅れて居り、從來やり來りの方法を中々變へない様であるが、之れは餘りに型に捕はれ過ぎ、進歩した現代のやり方に添はない様に思はれる。

著者が 12 舥容量の古い型の反射爐で微粉炭を用ひ、6ヶ月間試験した處次の様な面白い結果を得た。

從來この反射爐でチルドロールを熔解する時は、普通地金 1 舥に對し上等の石炭 1 舥を要し、その石炭代は 24 シリング 6 ペンス(約 12 圓)かゝつたが、微粉炭を使用し始めてから最初の 1 週間では、12 cwt. の粉炭を要したのみで、その値は 15 シリング 6 ペンス(約 7 圓 60 錢)に降つた。又操業時間も段々短縮され、澤山の試験の結果次の様になつた。

加熱時間—即ち爐の冷たい時から原料裝入に到る迄の時間—80分、この間粉炭は1分間33封度の割合で送られ、原料裝入中は更にその量を下げ、裝入時間は平均45分かゝつた。

裝入物は屑鐵と銑鐵及び破片ロールの大半で、熔解時間は裝入地金1碗に就き23分と定め、その間、燃料としては1分間43封度の粉炭を送る事にした。

斯くして熔解が一通り済み、最初の試料が取られると、それから後出銑迄平均約50分間は粉炭の供給を1分間25封度に減じた。而して色々の試験に現はれた粉炭の全消費量を見ると、それ等は主として最初の試料が取られてから出銑する迄の、所謂精鍊時間の相違に依つて色々に變る事が知られ、冷たい爐を加熱するに要する燃料は全く同一量で、更に進んで原料を熔解する爲の燃料も殆んど同一量であるが、其それから先の精鍊時間がその時に依つて非常に變り、その爲全所要燃料が鑄込地金1碗に對し、粉炭12~17cwt.迄の著しい相違を來したのであるが、之も次第に経験を積むと諸成分の燃焼状態が一定になり、精鍊時間も段々減じ、從つてこの期間に要する粉炭の量も減じ、結局今日では地金1碗に就きこの安い粉炭を用ひても僅か10cwt.で了む様になつた。勿論初めの中は微粉炭使用のものは、出來たロールの性質が稍劣ると言ふ様な事もあつたが、之は只慣れる迄の問題の問題で、6ヶ月経つた後には之を用ひて作つたロールに就き何等非難を聞かなくなつた。(K.T.)

6) 鍛鍊及び熱處理並に各種仕上法

亞鉛鍍金に生ずる白鏽の防止 (W. Imhoff, Iron Age, Jan. 21 1932 p. 232) 亞鉛鍍金の表面が腐蝕すると謂所白鏽を生成する。

此物の化學成分は亞鉛の酸化物、水酸化物及び炭酸化物であつて海水が作用したものには鹽化物もまた存在する。之等の量は腐蝕状態に依て異り例へば(イ)水分が多くも空氣、酸素、二酸化炭素等の瓦斯體が極く少量の場合には白鏽は主として亞鉛の水酸化物より成り他に少量の酸化物、炭酸化物及び其他の化合物を混ずるが(ロ)瓦斯體が多くて水分が極く少い場合に於ける白鏽は主として炭酸化物、酸化物及び鹽基性の酸化物、水酸化物である。

此の白色物は亞鉛の腐蝕に依る生成物であつて、丁度鐵鋼の腐蝕に依て生じた赤鏽びに相當するものである。而して誘蝕の原因は(1)鍍金亞鉛自身の物理的及び化學的性質(2)材質以外の誘蝕物の作用に大別される。其の中前者は亞鉛中に含まれたる鐵、アルミニウム、錫、カド

ミウム、アンチモン等に依るもので、錫を多量に混すれば白鏽を生じ易くまた酸化物其他の不純物も之を速進する。後者は空氣、水分、酸化炭素、硫黃瓦斯、其他化學溶液の作用である。

白鏽生成の機構は二段の腐蝕作用にも行はれる様である、即ち先づ水酸化物を生じ後に之が酸化物及び炭酸化物に變化するのである。一般に水は小限度までイオン化するが酸素及び二酸化炭素が共存すれば加水分解に依て正荷の水素イオン及び負荷の水酸イオンを發生する。從て先づ水分が極度のイオン化に依て水素イオン及び水酸イオンと成り水素イオンの電荷を亞鉛に與へ、亞鉛は溶解してイオン化し此の電荷を受ける。そして電荷を受けたや否や溶液より2個の水酸イオンをとり、電荷を與へた水素は瓦斯と成つて逸散する。かくて水素イオン及び水酸イオンは常に溶液中より除去せられ、遂に亞鉛が消失するか或は水分が乾燥されるに至つて止む。處で水分が乾燥した後は酸化物及び炭酸化物を生成する様に成り酸素及び二酸化炭素の作用が大なるに連れて之等の酸化物は増加し、水酸化物が減少する。

實際問題として白鏽を防止するには2様の方法がある。第1は白鏽を生成せしめる原因を可及的除去する方法で、第2は表面に被覆を施して空氣及び湿氣と絶縁する方法である。第1法では鍍金槽を乾燥するは勿論、鍍金品を山積する場合には充分乾燥して後行ふ。また熔剤が表面に残らぬ様にしないと熔剤中の鹽化亞鉛や酸類は水分に會ひて白鏽を最も生じ易い。鍍金品を貯藏するにも水氣の侵入を避け空氣の流通を良好にし日光を當る事が肝要である。第2法には脂やニス等が被覆材に用ひられてゐる。(南波)

鋼の焼入理論と實行法 (F. Wever, Arch. Eisenhüttenwes. Jan. 1932, p. 367/76) 獨逸鐵冶金協會1931年秋季大會發表、オーステナイト變態は3種の互に相異なる溫度段階に於て起る、此溫度段階たるや、比較的安定なる範圍に依りて互に區別されて居る、此觀察の結果、新しき熱處理法が出來た、其方法は、鋼をパーライド段階を超え、オーステナイトの安定狀態の所迄冷却し、段階的軟化、段階的調質、段階的焼入、各場合に應じて、其後再び加熱するか、或は、尙其以上冷却するのである、其條件としては、或る定まりたる冷却速度を考えねばならぬ、其爲に使用する種々の冷却劑の冷却性に就き研究し、其冷却劑へ投入したる試料の溫度經過を調査した。以上は本文の概要である。以下は具體的記事の一部分である。

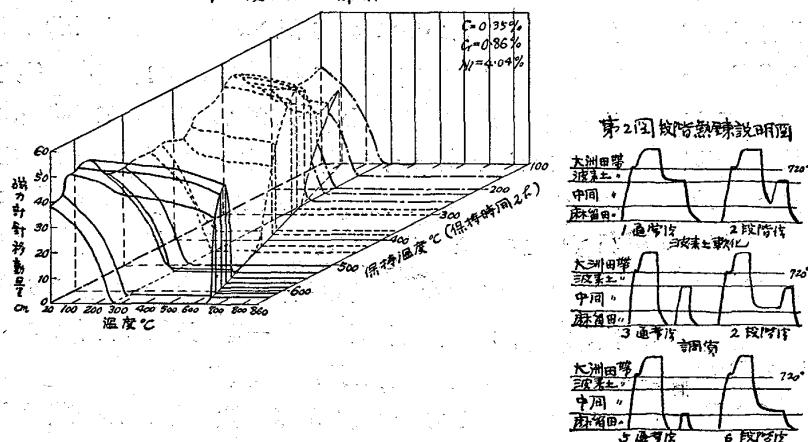
ガイゼルウイルヘルム協會鐵研究所の鋼焼入研究なる

ものは、焼入は、准安定或は不安定なる平衡の下に論述され得るといふ見地から出發して居る、其故に、1930年先づ冷却速度を増すと、 $Fe-C$ 系の變態點は如何に變化するかを明かにし、各種冷却速度に於ける狀態圖を綜合したる、立體坐標を有する模型を作つた、 A_3 點は冷却速度を増すに従ひ低下する、 A_1 は冷却速度の増加に従ひ、初めは甚だしく、後には徐々に低下するが、其後更に冷却速度を増すと、或る角度をなして折れる、マルテンサイト變態點は含炭量が増すに従ひ、初めは、一層甚だしく低下し、0.9% C 附近より徐々に低下して居る。

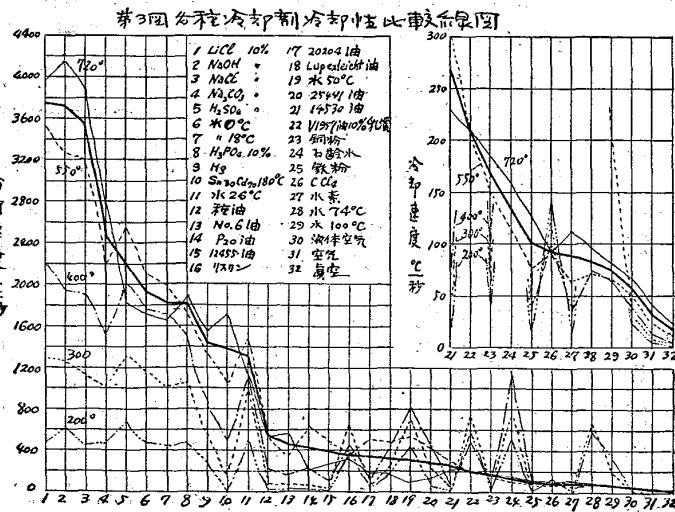
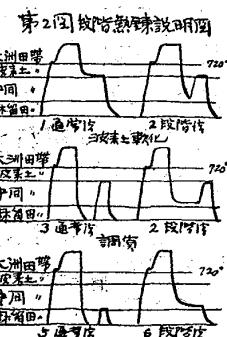
Cr を約 1% 以下含ませると A_1 變態點を抑壓したる場合、440~400°C なる溫度區域に於て、一つの新しき變態點が現はれる、其强度は冷却速度が増すに従ひ、弱くなつて行く、尙 260~100°C に於て第 3 の變態點が表はれる、其强度は、冷却速度が大となると増す。

磁力計内で棒状試料を 860°C に加熱し、電流を断ちて出来るだけ迅速に實驗溫度迄冷却し、然る後、其溫度で電流を通じて 2h 保持、其間に於ける磁性變化を調査した、第 1 圖は之を綜合したる一例である、之は $C=0.35$

第 1 図 溫度と磁性度の関係



第 2 図 各種熱處理法説明図



%、 $Cr=0.86\%$ 、 $Ni=4.04\%$ なる材料で行つたものである、650~500°C なる段階に於ては、變態は 650°C では尙極めて徐々に起り、590°C で初めて一層速がとなり、其後溫度低下に伴ひ次第に消失する、而して、530°C に於ては、長時間保持しても最早目につく程度の變態が生じない、此段階に於ける變態は、其段階内の或る溫度に保持して變態の進行を研究すると凡て初めは甚だしく緩慢で、其後比較的急に進行し、時間を充分與へるならば、次第に或る一定の値に近づかんとする傾向がある。第 2 の段階に於ける變態では、比較的急速に進行し、次第に或る限界値に近づかんとする、例へば 450°C では、保持時間 30 分で實際に於て變態は終りとなる、磁力計の針の移動量は其後 2h 遼保持して居ても 8mm に過ぎぬ、全體磁化の場合 500mm に達すべき試料であるが溫度に依り不完全にしか表はれぬ。330°C 以上では停止時間 2h では變態は未だ完了しないが、330°C 以下では 2h で略完了する、230°C では變態最大である。第 3 段階は第 1 圖では、270°C で初まつて居る、此變態の初まりは、際立ちたる折目を表はして居る、此變態は冷却速度を増しても抑壓不能である。

鋼に必要なる實際の熱處理法では、少しの例外を除き、冷却速度は、其鋼が既に第 1 次的變態段階に於て、ペーライドに轉移する程小なる速度で行ふか、或は、ペーライド變態と同時に第 2 次的變態段階をも抑壓し、オーステナイトをして先づ最初マルテンサイト變態をさせる様な高速度で冷却して居る、しかしオーステナイト組織が變態段階の中間に於て比較的安定なるが爲に、先づ臨界冷却速度以上の冷却速度を以て、ペーライト變態段階を超えて冷却し、其後種々新しき熱處理方法を行ふ事が可能となる、例へば、段階的軟化に於ては、第 2 次的變態段階迄冷却後、第 1 次的變態段階迄加熱して其所でペーライドに轉移させる、段階的調質にありては、第 2 次的變態段階に於て變態させる、段階的燒入にありては、多少一層長時間第 2 次的變態段階に保持後尙其マルテンサイト段階迄冷却するのである、第 2 圖は其線圖的説明である、上記方法の實行性に就きては、Engel 氏が最近研究して居る。

實用冷却剤としては、ペーライト變態範圍では、冷却は只變態を全く抑壓するに充

分なる程度でよく、且つ其以上にする事は益はない、マルテンサイト変態の範囲に於ての冷却速度は今日主として使用する冷却剤が與へるよりも、一層小であつて差支えない。

各種冷却剤 32 種に就き、4mm 径の Cr-Ni 球で冷却試験を行ひたる結果を、パーライト変態区域通過の冷却速度に依り配列したるもの第 3 図に示す、金屬槽爐及び瓦斯にありては、冷却性は、品物の温度と共に、指數函數的に低下する、含水冷却剤にありては、其に反して、温度が低下すると反対に著しく冷却性が増す、水蒸氣の附着が後で除がれるからである、種油、或は高沸騰點を有する礦油は高溫試料冷却には好都合である。冷却時の外側と内部との温度の變化の有様を調査する爲、50mm 径の球 3 種使用した、3 種の材質は、純鐵、共析鋼、銅である、純鐵球では、表面は既に 2 秒後に於ては約 180°C に冷却され、高温部は 37mm 内部へ後退して居る、純鐵で内外温度の差 700°C もあるが、銅球は最大 300°C である例がある。

(下井)

偏光試験による鋼鉄接部の強さの研究 (佐々木、福島、高以良、鎔接協会誌第 2 卷第 3 号 Feb. 20, 1932) 鎔接された鋼鉄の強さを論ずるに作業條件を一定と假定した場合、鎔接様式に依る強さの差違を從來 Joint efficiency と稱してゐる。此の Joint efficiency なる Factor は Single butt joint の様式に比較しての強さの割合を意味するもので鎔接しない鋼鉄に對するものでない。著者等は偏光試験に依つて鎔接部分附近に起る應力分布を明にし Joint efficiency に意見を發表してゐる。

先づ基礎的假定として (1) Deposit metal と Base metal とは彈性的に全く同一材料と見做した。(2) Deposit metal は直角二等邊三角形と考へた。(3) 直角の頂點圖 S に起る狀況の變化は著しく強さに影響するが、代表的形狀を定めることが困難であるから、S 點まで 1mm の溝を切込み、先端は多少形を變へて試験した。

試験片は 3 種の場合を選んだ。(A) 外力が兩板の鏡面に沿ひて働く場合。(B) 外力が斜に働く場合。(C) 外力の一方が板の中心線に沿ひて働く場合。尙材料は各種類共夫々 Celluloid 及び Bakelite の 2 通りで行つた。

一般に Celluloid 試験片を偏光場内で觀測すると、應力の增加と共に漸次色彩が變化するが、紅色から紫色を經て青藍色となる迄の變化は極めて急激に起り應力の僅かな變化も正確に認めることが出来る。Celluloid 試験法では丁度青藍色の表れ始めが 55.3 kg/cm^2 であることを確かめた。最大應力: σ_{\max} , F: load, T: 板の厚さ, K: 試片

の形狀に關する常數とすれば $\sigma_{\max} = K \cdot \frac{F}{T} K = \frac{55.3}{F/T}$ となり、青藍色に相當する K を求めた。

應力線圖の一例を示すと圖の如くで a は同傾曲線 b は主要應力の方向で太線は大なる方、細線は小なる方の方向を示す。(圖省略)

著者等の實驗結果より考察するに $500/K$ が諸文献による Joint efficiency に多くの場合一致してゐる。然して實際には荷重の懸り方を無視して單に鎔接様式のみを以て Joint efficiency を論することは甚だ不充分である。

一體鎔接された鉄の強さを原鉄の強さの % で表したもののが眞に吾人の必要とするところである。今これを Actual joint efficiency とすれば Actual joint efficiency = $\alpha \times \beta$ とすべきである。(こゝに α 鎔接様式のみに關するもの β は鎔接結果の良否、即ち鎔接部そのものの強さに關するもの) 従つて普通用ひられてゐる Joint efficiency は α に相當するものであるが、 α は Single butt joint の時 100% にして其の他の場合は 100 以上になることが出來ない。然るに普通の Joint efficiency は往々 100 以上になるのであつて甚だ不明瞭である。故に $\alpha \beta$ を以つて Actual Joint Efficiency とすることは何人も異論のない所であると思ふ。

(岡田)

電弧鎔接に及ぼす瓦斯の影響 (井口、岡田、鎔接協会誌第 2 卷第 3 号 Feb. 20, 1932.) 金屬電弧鎔接法に於いて大氣中の酸素、窒素等が鎔接地金中に含まれ酸化物、窒化物を形成し鎔接地金を脆弱ならしむる事は既に知られてゐるところである。

著者等は中空の電解鐵鎔接棒を用ひ其の保持端より酸素、窒素、水素、炭酸瓦斯等を一定の速度で供給しつゝ鎔接を行ひ瓦斯の影響を見たのである。

被鎔接材としては炭素 0.21% の軟鋼板を用ひ瓦斯供給量は水素を除き 1 分間 $400 \sim 500 \text{ cm}^3$ 水素の場合は電圧上昇の爲に $200 \sim 300 \text{ cm}^3$ を供給した。

斯くて得た試験片に對し窒素分析、硬度試験、抗張力試験、アイゾット衝擊試験、時效硬化試験及び顯微鏡試験を行つた。其の結果は次表の如くであり、水素を通じ

| 電極並に 通過瓦斯 | 窒素 % | ブリネ ル硬度 | ロツク ウエル 硬度 B'スケ ール | 抗張力 kg/mm^2 | アイゾッ ト衝擊值 $\text{m}-\text{kg}$ |
|--------------|----------------|------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------------|
| 裸 棒 | 瓦斯通 せざ ず | 0.080 | 89 | 70 | 42.8 |
| 被覆棒 | 酸素 | 0.040 | 80 | 69 | 40.1 |
| 同 | 窒素 | 0.072 | 77 | 69 | 40.6 |
| 同 | 水素 | 0.018 | 70 | 67 | 40.7 |
| 同 | 炭酸 | 0.034 | 80 | 68 | 41.5 |

たものは窒素量甚だ少く、アイゾット衝擊試験値は格段の好成績を示してゐる。時效硬化は大體窒素量の函数と

考へられるのであつて、裸棒の場合最高値を示し、水素を通したもののが最低値を示した。

顯微鏡組織は裸棒の場合及び被覆棒で窒素を通じた時は窒化物の針状組織を表はすが、酸素及び炭酸瓦斯を通じた場合は粒状の酸化物が多量に存在するのである。水素を通じた時は酸化物及び窒化物が甚だ少量である。

(岡田)

7) 鉄及び鋼の性質

Mn 含量多き鋼の機械的性質 (P. Bardenheuer u. G. Schitzkowski, Mitteil. K. W. I. Eisenforsch. Bd. XIII 1931, Lief. 20) *Mn* 1~3% で炭素含有量中位の鋼に就き機械的性質、熱處理の影響及び鍛冶鋼、鑄鋼の-20°~+100°C 間に於ける機械的性質と温度の關係等に關する實驗を行つた。試験片の成分は第1表の如きものである。

第1表

| 鍛錬せるもの | | | 鑄造せるもの | | | | |
|--------|------|------|----------------|------|------|------|------|
| 番號 | C% | Si% | Mn% | 番號 | C% | Si% | Mn% |
| 1 | 0.18 | 0.16 | 0.92 | I | 0.13 | 0.17 | 0.90 |
| 2 | 0.19 | 0.18 | 1.85 | II | 0.18 | 0.19 | 1.83 |
| 3 | 0.18 | 0.13 | 2.58 | III | 0.18 | 0.20 | 2.52 |
| 4 | 0.31 | 0.17 | 1.01 | IV | 0.25 | 0.27 | 1.08 |
| 5 | 0.34 | 0.23 | 1.95 | V | 0.26 | 0.18 | 1.72 |
| 6 | 0.27 | 0.24 | 2.61 | VI | 0.26 | 0.14 | 2.62 |
| 7 | 0.42 | 0.16 | 1.08 | VII | 0.39 | 0.19 | 0.95 |
| 8 | 0.44 | 0.15 | 1.75 | VIII | 0.37 | 0.17 | 1.85 |
| 9 | 0.37 | 0.21 | 2.83 | IX | 0.39 | 0.18 | 2.53 |
| | | | K ₁ | 0.24 | 0.35 | 0.70 | |
| | | | K ₂ | 0.22 | 0.23 | 1.71 | |

熱處理は次の方法を採用した。

(A) 900°C で5時間熱して空冷し、次に 680~710°C で8時間熱した後爐内で徐冷。(B) 900°C で5時間熱して水に焼入し再び 680~710°C で8時間熱した後爐内冷却。(C) 900°C で5時間熱した後 Ar_1 より少し高き温度にて熱入した。實驗結果は次の如し。

鍛錬せるもの:—(A) 及び (B) の熱處理を施せるものは (C) の熱處理を施せるものより一般に機械的性質は良好なる成績を示した。常温に於ては *Mn* 2% 以下の鋼は一般に彈性限、降伏點、抗張力、断面收縮率、伸長率、衝撃抗力は相等大である。更に *Mn* 多き鋼は抗張力、降伏點は一層高きも 断面收縮率、伸長率、衝撃抗力が低下する。硬度は *Mn* 2% 以上のものは *Mn* 2% 以下のものより著しく高い。一般的に最も良好なる機械的性質を示せるは試料 2, 5, 8 である。次に A の熱處理を施せるものに就き -20°C, 0°C 及び 100°C に於て試験を行い、常温試験 (20°C) の結果と合せて 温度の影響を比較した。降伏點、抗張力は 温度の上昇と共に幾分低下し、伸長率は

此の温度範囲では殆んど影響を受けない。断面收縮率は 温度により多少變化し、多くのものは 常温に於て最高値を示した。尙衝撃抗力は 温度の高い程大となつた。

鑄造せるもの:—鑄放しのものは *Mn* 1% 以上の鋼は伸長率、断面收縮率、衝撃抗力は 非常に小さい値を示したが試料 II, V, VIII は熱處理 (A) によつて良い成績を得ることが出來た。硬度は 鑄放しのものも熱處理を爲せるものも共に *Mn* 2% 以上のものは高い値を示した。次に 热處理 (A) を施せる試料に就き、-20°, 0°, 100°C に於ける機械的性質の試験を行ひ 常温試験 (20°C) の結果と合せて 温度の影響を見た。抗張力、降伏點は 温度の上昇と共に低下し、伸長率、衝撃抗力は 少しく上る。一般的に云ふと *Mn* 1.83%, 1.72% の鋼は *Mn* 0.9%, 1.08% の鋼に比し 機械的性質は 良好である。

是等の實驗結果より見るに、熱處理は A の方法が最も良く又成分から云ふと C 0.15~0.3%, *Mn* 1.7~1.9% の構造用鋼が最も良好なる機械的性質を有してゐる。

(垣内)

高炭素鋼のマルテンサイト組織 (H. Hanemann & H. J. Wiester, Arch. Eisenhüttenwes. Jan. 1932 p. 377/82) ベルリン工業大學承認學位論文抜萃、同大學相工學會發表、低融點の金屬槽爐中で急冷すると高炭素鋼に均質オステナイト及び針状マルテンサイトを認める事が出来る、秩序立ちたる焼戻に依りて、0.8~1.7% C の鋼のマルテンサイト結晶の初まり及び進行経過を組織學上から研究し、磁氣測定を補つて結果の確實なるを證明した。高炭素鋼では、オーステナイトは 200°C 以下では、マルテンサイト生成の初め迄は著しく安定である、溫度が高くなるとマルテンサイトに變らずに直接、地鐵と炭化鐵とに分解する、マルテンサイト結晶の初まる溫度は、含炭量に依り相違するが、一定の値を持つて居る、其後の進行狀態は、各溫度に於て、オーステナイトとマルテンサイトとが平衡を保持して居る、而して此々から γ へ變化するのは 冷却速度に無關係である、斯くして、マルテンサイト生成は マルテンサイトが地鐵と炭化鐵とに變化するのと事實上趣を異にし、別な特有の法則に從ふ現象である。之だけが此論文の概要である、以下は具體的叙述の一部分である。

マルテンサイト生成研究を變態點圖示に依りて高炭素鋼の區域内に於て行ふのは 次の理由に依り困難とされて居る、即ち低温でしかも冷却曲線の著しく彎曲せる部分で研究せねばならぬ爲である、其故に 1929 年 Gebhard, Hanemann, Schrader の 3 氏の發表せるマルテンサイト狀態圖に於ける γ 相のマルテンサイトが α 相なるマル

テンサイトに對しての飽和曲線は推定で畫きたるものである、本論文では之を新方法に依りてマルテンサイトの起り初め及び進行経過を正しく組織學上から研究した。

新方法といふのは試料を低融金屬の槽爐中に投じて行ふもので次の根據から導き來れるものである、即ち α 鐵と炭化鐵とに γ 固溶體が變化する溫度は冷却速度を増すに従ひ、其れに應じて約 550°C 迄低下させる事が出来る、然る時は終にパーライトは非常に微細なる粒子となりトルスタイト組織を現はすに至る、此限界を超ゆる時は、パーライト結晶は一般に抑壓されて、オーステナイトは著しく低溫度に至つてマルテンサイトに變化する、其限界以上に於ては、最も烈しき急冷を行ふ迄の範囲に亘つて凡てマルテンサイトが現はれる、斯くして他の合金成分を含まぬ炭素鋼にありても室內溫度迄冷却してオーステナイト組織を分解させないで保つ事は不可能でない、即ち約 550°C から以下でオーステナイト組織の生成の初まる迄の範囲の溫度では、オーステナイト組織が大層安全なる區域を有する事は想像出来る、此溫度區域を明かにする爲に次の如き條件の冷却剤を使用する、即ち其冷却剤に於ては、變態點附近の冷却速度を充分大ならしめると同時に、マルテンサイト析出に至る迄の溫度に於て、冷却を停止して其儘に保持し得る如きものでなくてはならぬ、之には低溫熔融點を有する鉛合金、例へば、ウッド合金の如きものが適當である、之は熱傳導率が大でしかも凝固點が低い、斯かる槽爐に投入するとパーライトの生成は全く抑壓され、しかも試料は槽爐溫度に保持されるからマルテンサイトが出來ない儘である、此方法は1929年既に Lewis 氏は $0.8\% \text{C}$ の鋼に應用して居るが本實驗では尙高配合の炭素鋼に適用し、秩序正しく研究した。

$C=1.6\%$ の試料に就き變化の模様を記述すると次の如くである、先づ $1,150^{\circ}\text{C}$ から水中冷却を行ふと、オーステナイトの地に鮮明なるマルテンサイトが介在する不均質組織となるが、後 100°C で焼戻して行ふと鮮明なる針状は黒色となる、 100°C に長く保持すると γ 相から δ 相に變化する、 250°C 迄は大體斯かる現象を呈するが、 250°C となるとオーステナイトは初めて α 鐵と炭化鐵とに分解する、尙 300°C では δ 相も亦 α 鐵と炭化鐵とに分解する、若しも此試料を水中に冷却せずに 160°C の槽爐へ投入し、5分間保持後迅速に室內溫度の水中で冷却すると、直接高溫から水中へ投入して出來たるマルテンサイト組織と同じ組織を表はす、此事は 160°C に於て、オーステナイトは尙全く不變狀態にあることを證明するものである、 γ 針状析出は室內溫度迄冷却する時初めて生ずるも

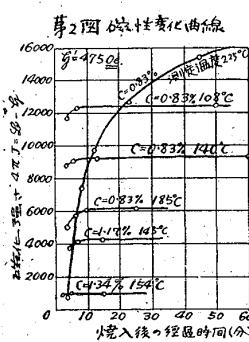
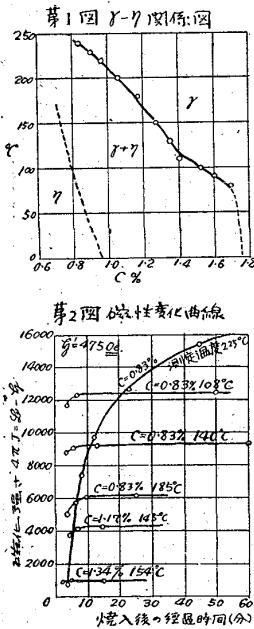
のである、黒色の δ 針状の出現を以てマルテンサイト折出の初めと考へる事が出来る、 $1.6\% \text{C}$ の鋼にありては、此溫度は 90°C である、試料を 90°C で 24h 保持して黒色針状が漸く少量表はれるに至つた、其以下の溫度では、鮮明なる針状が混じ來り黒色のものと恰も異なりたる物質の如く現はれる、此析出初めの溫度は $1.69\% \text{C}$ では 89°C 、 $0.83\% \text{C}$ では 240°C なる結果を得て居る、故に $1.69\% \text{C}$ のもので研究して組織の経過を一層明瞭ならしめ得た、 100°C で、 75h 置いてもオーステナイトは少しも分解しなかつた、 γ 相析出は全斷面一様に行かぬから、 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ の程度の差異は免れぬが、第1圖の如き狀態圖を得た、約 $1.4\% \text{C}$ の所では 100°C 附近で曲線方向が變化する。

$1.52\% \text{C}$ の試料を 130°C の槽爐に投じ、10分間保持後水中冷却のものはロックウェル硬度 C 目盛で 49.6、空中冷却で 48.7、珪藻土中冷却で 49.4、事實上同様と云ひ得る、オーステナイトが α 鐵と炭化鐵とに分解すると硬度が高くなる事次の如くである、 $1.52\% \text{C}$ の試料を $1,150^{\circ}\text{C}$ から水中冷却を行ひたるまゝの硬度は、ロックウェル C 硬度 48.7、之を 200°C で 10 分間保持すると 51.6 となり、又 250°C で 1.5h 保ちたるものは 60.5 となつた、炭化鐵が著しく微細となるからであらう。

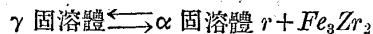
上記顯微鏡試験補足として磁氣測定を行つた、試料は、 $C=0.83, 1.17, 1.34\%$ 、徑 5.5mm 、長さ 100mm 、之を電爐、窒素氣中で A_3 以上に加熱、槽爐中へ投入した、槽爐は測定溫度よりも $10\sim 15^{\circ}\text{C}$ 高きものである、磁力變化線圖は其2圖に示す、外側磁場の強さはエルスタッド單行で行つた。
(下井)

3) Fe-Zr 系狀態圖 (R. Vogel u. W. Tonn, Archiv. Eisenhüttenw. Jan. 1932) Fe-Zr 系の平衡に關し冷却曲線、組織等より圖の如き平衡狀態を知ることが出來た。Fe-Zr 系中には Fe_3Zr_2 なる化合物と 2 つの共晶點あり、 Fe_3Zr_2 の熔融點は $1,640^{\circ}\text{C}$ である。共晶點は Zr = 16%、 $1,300^{\circ}\text{C}$ の點と Zr = 88%、 $1,356^{\circ}\text{C}$ の 2 點である。b 點は Zr 0.7%、F 點は Zr 7% で F 點の溫度は $1,335^{\circ}\text{C}$ 。即ち δ 固溶體 F は $1,335^{\circ}\text{C}$ で次の如き變化を起す。

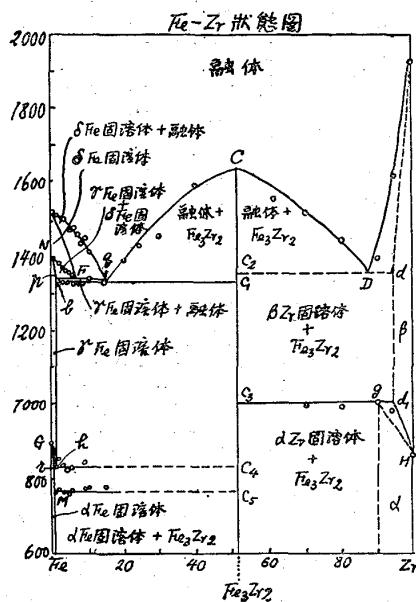
δ 固溶體 F \rightleftharpoons 融體 g + γ 固溶體 p



次に Fe の $900^{\circ}C$ に於ける變態は Zr の添加によりて降下し、 $Zr 0.3\%$ に於て既に $835^{\circ}C$ まで降下す。然れ共 $780^{\circ}C$ に於ける Fe の磁氣的變化は Zr の添加によりて影響を受けない。 rC_4 の溫度に於ては γ 固溶體は Zr 含量の小なる α 固溶體と Fe_3Zr_2 に分解す。即ち次の如し。



Zr の變態點は $862^{\circ}C$ であるが、 Fe の添加により變態溫度は昇り $Fe 5\%$ に於て $1,000^{\circ}C$ に達す。 βZr は Fe



を 5% まで、 αZr は 10% まで固溶體として含有することが出来る。 $Zr 52\% \sim 95\%$ 間では $1,000^{\circ}C$ に於て次の如き變化をなす。



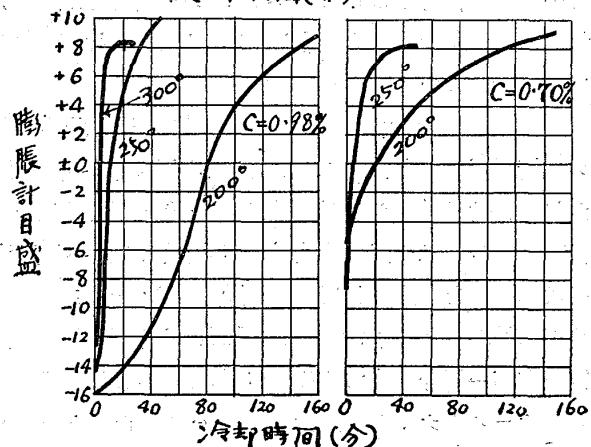
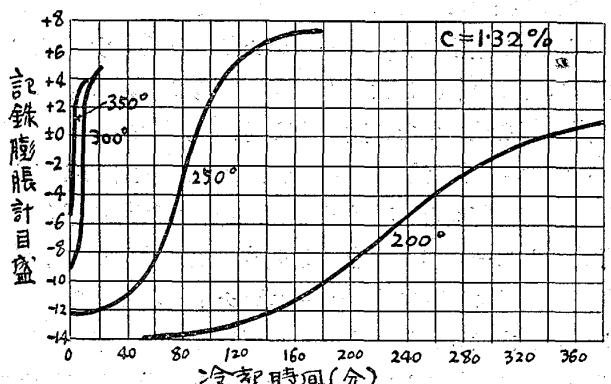
(垣 内)

オーステナイト・マルテンサイト變態と鋼冷却硬化理論 (S. Steinberg, Arch. Eisenhüttenwes. Jan. 1932 p. 383/5) ウラル金屬協會發表、1923 年松下氏及び 1929 年 Lewis 氏の研究に依ると、炭素鋼中の過冷オーステナイト組織は、 $300 \sim 200^{\circ}C$ で一時的安定狀態を保持する、之よりしてオーステナイト變態現象は、一定の溫度に於て、或は徐冷中に於て觀測及び研究が出来る、本研究に於ては、一定の溫度に於ける、並に徐冷漸降溫度の際のオーステナイト變化の進行狀態を明かにした、之には、含炭量、溫度、冷却速度を變じて研究した。 $C=0.7$, 0.98 , 1.32% のものを使用した。尙之に伴つて時效を研究したが之は既に 1931 年の St. u. E. p. 911/3 に發表してある。

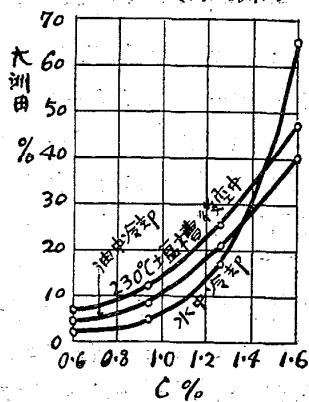
先づ膨脹計で研究した、試料は徑 $5mm$, 長さ $45mm$, 之を Ac_3 以上から、 350 , 300 , 250 , $200^{\circ}C$ なる鹽槽中へ投じ迅速に膨脹計を使用し 變態經過を自動的に記録した、

鹽槽溫度から後の冷却は、空中或は高溫油槽中で行つた、前者では、 $200^{\circ}C$ から $100^{\circ}C$ 迄の冷却に約 2 分を要し、後者は約 30 分要する、第 1 圖は其記錄の一部である、上記鹽槽に入れたまゝであると、其溫度で 2~3 時間はオーステナイト組織を保持するが、其後徐々に變化する、圖にある如く變態は初めは徐々に、後急速度で變化し、後次第に變化が 小となつて消える、變態の速度は、鹽槽溫度の上昇と共に増す、含炭量增加に従ひ 減少する、此現象は冷却の速さに依りて止める事は出來ぬ、又オーステナイトが變態を初める溫度は 冷却速度に無關係で、含炭量に關係する、即ち $1.3\% C$ では約 $130^{\circ}C$ から、 $0.98\% C$ では約 $230^{\circ}C$ から、 $0.7\% C$ では約 $280^{\circ}C$ から初ま

第 1 圖 變態經過曲線記錄



第 2 圖 残留オーステナイト



る、之は 1930 年 Wever & Engel 兩氏の發表と一致して居る、兩氏の使用したる冷却速度は、 $100\sim3,000^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ で、著者が本研究で使用したるものは $0.5\sim0.01^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ である。而して $1.32\% \text{C}$ のものでは、 0°C 以下 $30\sim40^{\circ}\text{C}$ 遠達しないと變態が完了せぬが、 $0.98\% \text{C}$ のものでは、 $40\sim50^{\circ}\text{C}$ で全く終つて居る。

次に金屬組織學的研究を行つた、冷却の仕方は略前記同様である、それによりて 2 種の組織が出来る、一つは一定の溫度で冷却したる結果生じ、他は漸降溫度に依る結果のものである、兩者同質のものであるが、前者は大なる槍形の美しき黒き針となつて現はれ、後者は通常のマルテンサイトである、前者は $200\sim300^{\circ}\text{C}$ の一定溫度に保持したる爲に出来たるマルテンサイトが其際伴ふ焼戻影響を受けたことになる。

硬化せる鋼中の殘留オーステナイトを決定する事は磁力計で行つた、之には、 $C=0.62, 0.96, 1.22, 1.30, 1.60\%$ の炭素鋼を使用した、試験片は徑 3mm 、長さ 60mm 、之を A_3 以上から水、油、 230°C の鹽槽へ投入後空中或は高溫油中冷却を行つた、其結果は、第 2 圖に示す、 $1.6\% \text{C}$ は例外として一般には急冷により變態を促進させる、 $C=1.6\%$ の鋼は急冷に依りオーステナイトの過冷を大ならしめる、之は 1929 年 Mauer & Schroeter 兩氏の發表と一致する、斯くしてオーステナイトの變態を促進する爲には、低炭素鋼では急冷し、約 1.4% 以上の高炭素鋼では徐冷がよい。

1929 年 Hanemann 氏の發表に依れば、此變態を相の平衡關係から證明して居るが、過冷範圍に一定の溫度が無く、結晶現象と過冷現象との整然たる説明が此場合困難である、且つ固體擴散現象が氣體よりも一層迅速に行はれる事を假定せねばならぬ點等から考へて、1926 年及び 1928 年 Tammann & Scheil 兩氏の發表せる内力説の方が一層合理的である事が本研究からして認められる、オーステナイトの熱膨脹はオーステナイトのよりも 1.5 倍大である。
(下井)

Ni-Cr, Fe-Cr, Ni-Cr-Fe 耐熱合金の熱膨脹
(P. Hidnert: Bur. Stand., J. Res. Dec., 1931, 1,031-1066) 供試料は $0\sim77\% \text{Ni}$, $5\sim27\% \text{Cr}$, $0\sim82\% \text{Fe}$ の成分で約 35 種、測定範圍は $20\sim1,000^{\circ}\text{C}$ 、溫度、化學成分、熱處理等が膨脹係數に及ぼす影響を明らかとしてゐる。測定装置は同標準局 Sci. Paper No. 524 記載のもと同様である。

ある溫度範圍内では Ni-Cr 合金 ($\text{C}-20\% \text{Cr}$) の膨脹係數は大體近似する。 Fe-Cr 合金では Cr, C 量、溫度等の影響が甚だしい。 Ni-Cr-Fe 合金では、組織と密接な

關係がある。殊に相の變態が影響する。 $700\sim800^{\circ}\text{C}$ では炭化物の析出に依つて一般に膨脹率は減少する。平均線膨脹係數は次の如くである。
(前田)

| 成 分 | 合 金 | | |
|---------------------------------------|----------------|----------------|-------------------|
| | Ni-Cr | Fe-Cr | Ni-Cr-Fe |
| Ni | 76.8-77.0 | — | 1.3-70.1 |
| Cr | 19.3-20.4 | 17.0-24.6 | 4.9-26.7 |
| Fe | — | 74.0-81.7 | 6.6-74.7 |
| $20^{\circ}\sim60^{\circ}\text{C}$ | 13.1-13.8 | 9.7-10.5 | 8.8-18.5 |
| $20^{\circ}\sim100^{\circ}\text{C}$ | 13.0-13.6 | 10.0-10.6 | 8.7-18.4 |
| $20^{\circ}\sim200^{\circ}\text{C}$ | 13.3-14.0 | 10.3-10.8 | 9.1-18.4 |
| $20^{\circ}\sim300^{\circ}\text{C}$ | 13.3-14.3 | 10.6-11.1 | 10.7-18.6 |
| 膨脹係數 ($\times 10^{-6}$) | 13.9-14.5 | 10.9-11.4 | 11.0-18.8 |
| $20^{\circ}\sim400^{\circ}\text{C}$ | 14.7-15.1 | 11.2-11.7 | 11.3-18.9 |
| $20^{\circ}\sim500^{\circ}\text{C}$ | 15.3-15.7 | 11.3-11.9 | 11.5-19.1 |
| $20^{\circ}\sim600^{\circ}\text{C}$ | 15.8-16.2 | 11.6-12.1 | 11.8-19.2 |
| $20^{\circ}\sim700^{\circ}\text{C}$ | 16.2-16.7 | 12.0-12.5 | 12.2-19.5 |
| $20^{\circ}\sim800^{\circ}\text{C}$ | 16.7-17.2 | 12.5-13.1 | 12.7-19.9 |
| $20^{\circ}\sim900^{\circ}\text{C}$ | 17.2-17.8 | — | 13.1-20.6 |
| $20^{\circ}\sim1,000^{\circ}\text{C}$ | — | — | — |

平面偏光々線に依る金屬及び鑛石の檢鏡法 (F. F. Osborne: Can. Min. Met. Bull., Jan. 1932, 1-13)
多くの金屬及び鑛石は不透明なる故、造岩鑛物に一般に適用される透過光線に依る光學的檢鏡法は役立たない。反射光線に依つて金屬及び鑛石の研磨面を檢鏡する方法は 19 世紀初期より發達し、Brewster, Airy, McCullagh, Jamin, Séarmont 氏等の研究がある。1900 年以後 Königsberger 氏は 5 回に亘つて偏光々線に依る檢鏡方法を發表し Endell 及び Hanemann 氏も異方性鑛物の檢鏡装置を考案し、特に Hanemann 氏 (Stahl u. Eisen, 1914, 1797; Z. anorg. Chem., 88, 1914, 265) は鋼中の數相の光學的性質を測定してゐる。F. E. Wright 氏は異方性檢出法の詳論 (Proc. Am. Phil. Soc. 58, 1919, 401) をなし、Schneiderhöhn 教授は多數の金屬鑛物に適用し、Glaser 氏は偏光に線下の色の比較を、Sachs 氏 (Z. Metallk. 17, 1925, 299) は金屬への適用法を述べてゐる。最近の報告は Sampson 氏 (Econ. Geol., 24, 1929, 412) Orcel 氏 (Compt. Rend. 187, 1928, 1055) Berek 氏 (Z. Krist., 76, 1931, 396) 等である。直角の投射方向で、屈折率の差に依る異方性の影響は等軸晶系に属さない不透明物質の適當な研磨面を檢鏡すれば觀察出来る。一般に透明鑛物に對すると同様に考へ得るが、多くの金屬鑛物は、種々の色の光線に對する屈折率が判明してゐない缺點がある。赤鐵鑛に就ては次の如くである。(Försterling: Neues Jahrb. Min. B. B 25, 1908, 359)

| | | | |
|-------------------|------|------|------|
| 赤 | 黃 | 綠 | 青 |
| ω | 3.05 | 3.11 | 3.17 |
| ϵ | 2.87 | 2.88 | 2.92 |
| $\epsilon-\omega$ | 0.18 | 0.23 | 0.25 |

觀察の方法の次の 2 方法があるが、I 法は特別の裝置を要し餘り實際的でない。

I. ニコル 1 個に依る法。

- a) Königs berger 法 (Savart 板を要す)
- b) Wright 法 (König-Martens Photometer を要す)
- c) Orcel 法 (Photo-electric Cell を要す)
- d) Berek-Schneiderhöhn 法 (Photometer-Ocular を要す)

II. ニコル 2 個に依る法。

- a) 直交ニコル法
- b) 補整法
 - (i) キャップニコル回転法
 - (ii) 硝子板回転法

異方性検出には II 法が便で就中、a) は最も簡単である。直交ニコルの状態とせる時、試片を回転しても光度の変化は少ない。併しニコルを直交より幾分回転した状態に置けば変化は明瞭である。偏光面の回転の角度を定量的に測定するのは重要であるが現在特殊なものにしか適用出来ない。この爲めには、Biot-Soleil 板、Wright biquartz-wedge 板、又は Bertrand 對物鏡等を用ふる。

(ii) 法に就て著者の用ひた方法は $n=1.520$ の硝子板を鑽石顯微鏡のアナライザ部に代入し、これを回転する方法である。硝子板が鏡筒の軸に對する傾斜角を増加すれば、ある範囲内で偏光面の極大回転角が得られる。即ち ω を偏光面の回転量とし、 i を投射角 r を屈折角とすれば $\cot \omega = \cos^2(i-r)\cot A$ 、 A は硝子板とニコルの振動方向との角である。著者の装置では $i=45^\circ$, $r=27^\circ 43'$, $\sin i / 1.520 = \sin r$, 従つて $\omega=0.912\cot A$ となる。 A が 90° 又は 0° の時は偏光面の回転が起生しない。即ち硝子板装置に依つてアナライザを移動することなく回転角の検出が可能である。

使用される顯微鏡はライツ・MOP 型が便であるが、プリズム式バーチカルイルミネーターを使用せる爲め若干の缺點がある。圖は著者の装置である。

異方性の検出は腐蝕、色其他に於て相似な相を検定するに便である。例へば黃鐵礦と白鐵礦の如き、又輝銅礦

の變態の如きである。金屬の結晶方向、双晶等の検定にも役立つ。例へばアンチモニ、錫等の固化する際はその冷却面の直角の方向に六方晶が併立するを知る如きである。等方性金屬結晶のあるものは歪を受けて弱異方性を呈する場合があるがこの検定も容易である。

(前田)

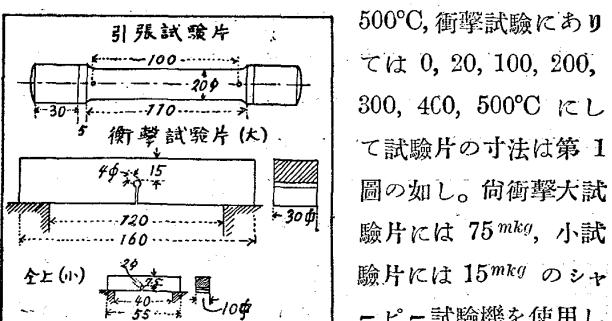
低合金鑄鋼の高温に於ける機械的性質 (F. Körber, u. A. Pomp, Mitteil. K. W. J. Eisenforschung Bd. XIII. Lief. 20, 1931) 第1表に示す成分の試料に就き次の如き熱處理を施した後、抗張試験及び衝撃試験を行つた。熱處理の順序は (1) 950°C で 3~4 時間加熱 (2) 550°C 迄急冷 (3) 溫度を 650°C に上昇して 3 時間この溫度に保ちたる後爐中冷却を行ふ。

第 1 表

| 試料 記號 | Mn % | Cr % | Ni % | Mo % | V % | W % |
|----------|---------|---------|---------|---------|--------|--------|
| A | 1.15 | — | — | — | — | — |
| B | 1.80 | — | — | — | — | — |
| C | 0.49 | — | — | — | — | 0.93 |
| D | 0.56 | — | — | — | — | 0.87 |
| E | 0.40 | — | — | — | 0.28 | — |
| F | 0.32 | — | — | — | 0.27 | — |
| G | 0.62 | — | — | 0.51 | — | — |
| H | 0.46 | — | — | 0.50 | — | — |
| I | 1.03 | — | — | 0.57 | — | — |
| K | 0.87 | — | — | 0.48 | — | — |
| L | 0.43 | 0.52 | 1.50 | — | — | — |
| M | 0.45 | 0.56 | 1.06 | — | — | — |
| N | 0.46 | 1.06 | — | 0.51 | — | — |
| O | 0.50 | — | 2.52 | 0.40 | — | — |
| P | 0.51 | 0.66 | 1.86 | 0.36 | — | — |

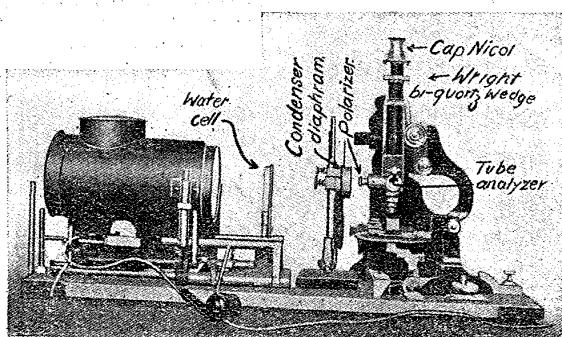
全試料を通じ $C=0.17\sim0.4\%$, $Si=0.32\sim0.62\%$

試験溫度は抗張試験にありては 20, 300, 350, 400, 450



500°C, 衝撃試験にありては 0, 20, 100, 200, 300, 400, 500°C にして試験片の寸法は第 1 圖の如し。尙衝撃大試験片には 75 mkg, 小試験片には 15 mkg のシャーピー試験機を使用した。是等の試験結果は次の如し。

(a) 抗張試験 弾性限 (但し殘留伸長 0.2%) は溫度の上昇と共に低下し、一般に常溫より 300°C までの低下度は $300\sim500^\circ\text{C}$ 間の夫れよりも大である。併し試料 O 及び P は 300°C までの彈性限低下は僅少である。常溫に於ける彈性限の高さは試料 A (38.7kg/mm^2), O (37.9kg/mm^2) 及び P (42.5kg/mm^2) 等で、 500°C に於ては一般に $14.3\sim20.1\text{kg/mm}^2$ なるにも拘らず試料 O, P は約 30kg/mm^2 の値を示した。抗張力は常溫より 300°C までは其の低下度



第 2 表

| 試 料 | A | B | C | D | E | F | G | H | I | K | L | M | N | O | P |
|------------|----------|------|----------|------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 彈性限 (500°) | 0.30 | 0.37 | 0.30 | 0.30 | 0.28 | 0.28 | 0.33 | 0.34 | 0.36 | 0.36 | 0.31 | 0.29 | 0.35 | 0.42 | 0.39 |
| 抗張力 (20°) | | | | | | | | | | | | | | | |
| 順 位 | 10/11/12 | 3 | 10/11/12 | | 14/15 | | 8 | 7 | 4/5 | | 9 | 13 | 6 | 1 | 2 |

少なく 300~500°C 間に於て急に低下す。常温に於ける試料 O, P の抗張力は夫々 71.1kg/mm^2 , 81.1kg/mm^2 , 500°C に於ては夫々 44.3kg/mm^2 , 50.9kg/mm^2 を示した。他の試料は常温では $50\sim60 \text{kg/mm}^2$, 500°C では $27.1\sim42.1 \text{kg/mm}^2$ の間の値を示した。伸張率は 2, 3 の例外を除き 300°C に於ては常温の場合よりも短く、300°C 以上に於ては高くなる。次に弾性率は常温では $20,590\sim21,420 \text{kg/mm}^2$ で温度の上昇するに従つて其の値を低下する。

(b) 衝撃試験 0°C から 100~300°C までは温度の上昇に従つて衝撃抗力を急激に増し、それ以上の温度になると再び低下する。常温に於ける衝撃抗力は、大試験片は $2\sim9 \text{mkg/cm}^2$, 小試験片は $1.7\sim9 \text{mkg/cm}^2$ にして、試料 A, L, N は高き値を示し、H が最低値を探り、500°C では A, L, N が高き値を示した。

(c) 評價 (500°C に於ける弾性限 (残留伸長 0.2%)) / (20°C に於ける抗張力) の値を基礎として上記の諸合金鑄鋼を評價すると第 2 表の結果が得られる。

(垣 内)

8) 非 鐵 金 屬 及 合 金

M. V. "C" Al-Si 合金 (L. E. Benson, Metallurgy, Jan. 1932) 此の合金は Metropolitan-Vickers Electric Co. の特許品で數年來同社の自家用に使用せられてゐたが最近市場に出る様になつた。從來の Al 軽合金と性質の比較をすれば次の如し。

| 合 金 | 抗張力 t/in^2 | 伸長率 % | 比重 | 電 气 傳導度 | 熱膨脹 $\times 10^4/\text{°C}$ | 熱傳導度 cal/cm/sec |
|---------------------|-----------------|----------|------|------------|--------------------------------|-----------------------------|
| M. V. "C" | 10.0 | 10 | 2.68 | 45 | 0.217 | 0.45 |
| 2L5 (13% Zn, 3% Cu) | 10.5 | 4 | 3.1 | 35 | 0.255 | 0.32 |
| 2L8 (12% Cu) | 9.0 | 1 | 2.9 | 40 | 0.264 | 0.38 |
| 3LII (8% Cu) | 7.0 | 2 | 2.8 | 40 | 0.246 | 0.39 |

上記の値は砂型鑄造の試験材に關するものである。尙特殊な熱處理を要するものは費用の點より比較から除外したのである。M. V. "C" の抗張力 $10t/in^2$ は最大値を採つたものでなく更に高い値を示すこともある。尙この合金は充分の延性及び韌性を具備し、比重は他のものに比して最も小さく、電氣的或は熱的性質も優良である。アルミニウムを主成分とする軽合金は澤山のピンホールを生ずる所の缺點を持つてゐるが、M. V. "C" は全く

之を生ぜず、完全なる鑄物を作ることが出来る。且優良なる耐蝕性を具へてゐる。

(垣 内)

9) 化 學 分 析

ベリリウム鑄石中のベリリウムの定量法 (F. G. Hills; Ind. Eng. Chem. Analyt Edi. Jan. 15, 1932, 31) 次の 3 方法があるが、(2) 及び (3) を併用せるが良好である。

(1) Beryllium Developing Corp. 法

炭酸曹達にて熔融し、水にて抽出、更に殘渣を同様に繰り返す事 3 回にて最後の殘渣を重硫酸加里にて熔融し、水に溶解して清澄溶液とする。是にアムモニアを加へ Fe , Be を沈澱せしめ濾別し、沈澱は鹽酸に溶かし再びアムモニアで沈澱せしめる。沈澱は濾別、乾燥、灼熱し、 Fe 及び Be の酸化物の合量として秤量せる後、更に鹽酸に溶かして Fe を定量し、兩者の差を Be 量とする。原鑄が著明量の Mn を含む時はアムモニアを加へて得た沈澱は稀硝酸に溶解し、小容量に蒸発し、濃鹽酸 $10cc$ を加へ、鹽酸加里にて沈澱せしめる。この濾液に就て上法の如く行ふ。 Mn 量少なる時は比色に依る。但しアムモニアにて水酸化物を沈澱せしむる際メチールレッドの 0.02% アルコール溶液の數滴を加へ、次にアムモニアを滴下し、黃色に變じた時止め、2 分間煮沸し濾別すれば Mn は殆んど沈澱中に混入しない。この理由は溶液の pH 値が最も理想的に近い爲めである。

(2) Parsons 法

前法の水酸化物の沈澱は稀鹽酸に溶かし、稀アムモニアを注意して加へ中性に近からしめ、 $10gr$ の重曹を加へ水にて $100cc$ に稀釋し、急熱して 30 秒煮沸し濾別する。沈澱は 10% の溫重曹液で洗滌し、溫稀鹽酸に溶解する。この操作を 2 回繰り返し、5~10cc 無色の硫化アムモンを加へ攪拌し、靜置し Fe の沈澱を濾別する。濾液は鹽酸にて弱酸性とし煮沸して CO_2 を驅逐し、アムモニアにて弱アルカリ性とし煮沸後ベリリウム水酸化物を濾別する。沈澱は 2% 硝酸アムモンにて洗滌し、燒きて灰化し BeO として秤量する。混在せる微量の Mn は比色法で検定する。

(3) 8-Hydroxyquinoline 法

酢酸で弱酸性とした溶液に 8-ハイドロキシギノリン液を加へ Be_2 を溶液に、 Al を沈澱せしめ、濾液にアムモニアを加へ Be_2 を沈澱せしめ濾別し焼いて BeO として秤量する。この方法には (2) 法を結合し、 Fe の分離後 (3) 法の如く操作するが良好である。

定量例は次の如くである。 (前田)

| 試 料 | (1) 法 | | (2)+(3) 法 | (3) 法 |
|-----------------|-----------|------------|---------------------------|-------|
| | Mn 分離後 | Mn 分離せず | | |
| 7.8% B_2O_3 | 7.7% | 8.3% | 7.83% | 8.00% |
| 0.077% B_2O_3 | — | — | { 0.081 0.077 0.075 | 0.07 |
| 綠柱石 | 12.6 | — | 12.6 | — |

真鍮、青銅中の硫黄の迅速定量法 (J. O. Cooney; Ind. Eng. Chem. Analyt. Edi. Jan. 15, 1932, 33) 鹽化銅アムモニア液 ($CuCl_2 \cdot 2NH_4Cl + 2H_2O$ の 1 に水 3 を加へ鹽酸 5% を加へたるもの、使用量は金屬の 1gr に就き試薬 12gr を含む割合とする) を 5gr の試料に加へ徐熱し、硫化物 C , Sb , Bi の外を悉く溶解したる後、石錦上にて急速に濾別し、5% HCl 及び水で洗滌する。殘渣はアスペストと共にビーカーに採り、2 倍量の濃硝酸と、飽和臭素水 10cc を加へ煮沸して Br を驅逐し、更に水を加へて 2 倍量に稀釋しアスペスト上にて急速に濾過する。濾液には 0.5gr の重曹を加へて蒸發乾固し、硝酸を驅逐し、次に鹽酸 5cc, 水 25cc を加へ煮沸して硅酸を濾別し、濾液に 10% の鹽化バリウムを加へ、硫酸バリウムを沈澱せしめる。試料中に Pb , Sb 等を含む時は硅酸の濾別前に粒状亞鉛を加へ、重金属を悉く沈澱せしめる。全操作は 1 時間以内で、成績は良好である。

(前田)

ニッケル鑄鐵中のニッケルの定量 (H. W. Keeble; Iron & Steel Ind., 4, 1931, 389/90) 鹽酸性又は硫酸性溶液に過剰の青化加里を加へ、ニッケルを可溶性複青化物とし、過剰の青化加里を標準硝酸銀にて滴定する方法である。此の際滴定に費された硝酸銀は同様に複鹽となる故、豫め沃度加里を加へ沃化水銀の生成するを見て終點とする。反応は次の如し。

1. $NiCl_2 + 2KCN = Ni(CN)_2 + 2KCl$
2. $Ni(CN)_2 + 2KCN = Ni(CN)_2 \cdot 2KCN$
3. $AgNO_3 + KCN = AgCN + KNO_3$
4. $AgCN + KCN = AgCN \cdot KCN$

1gr の試料を 1l のビーカーに採り濃 HCl 10cc, HNO_3 (比重 1.2) 10cc 及び水 20cc を加へ徐熱分解し、更に煮沸して赤煙を放出せしめる。冷後水を加へて 2 倍に稀釋

し濾別する。濾液は 500cc のメスフラスコに受けアムモニア (比重 0.88) の 5cc を加へ大體中和し、冷後 $N/20$ KCN 液を加へる。(1% Ni の試料に對し 16cc) 次にアムモニア 25cc を加へ、鐵を沈澱せしめる。更に水を加へ 500cc とする。これを 1l のビーカーに移し、鐵の沈澱が沈定せる後、上澄液 250cc を採り、10% 硫酸アムモニア及び 4% 沃度加里液各 10cc を加へ、混合後 $N/20$ 硝酸銀で滴定するのである。操作は極めて簡単で迅速なる定量法として甚だ便である。 (前田)

磷酸鹽岩石並に含磷酸中の弗素の定量法 (D. S. Reynolds & K. D. Jacob: Ind. Eng. Chem. Analyt. Edi. Oct. 15, 1931, 366-370) 磷酸物、石灰等に富むものは數回炭酸アルカリで熔融しても含有弗素の全部を水に可溶性なものとなし難い。例へば弗素 35.7mg を含む電氣爐滓 1gr を 5gr の Na_2CO_3 で熔融しても、弗素の 85.8% を可溶性に變じ得るに過ぎない。この原因は不溶性の弗化磷酸鹽を必然的に生成する故である。熔融後の殘渣を硝酸で處理しても、90% 以上の回収は困難である。從來の發生法は一般に結果が低く、信頼し難い。著者的方法は次の如くで殊に含磷酸に適當してゐる。

100 メッシュ以下に粉碎せる試料 1gr を白金坩堝に採り 2gr の Na_2CO_3 及び 0.5gr の SiO_2 を加へ、900~950°C で 1 時間熔融する。平爐滓、電氣爐滓の如く硅酸物の多い試料は、その 1gr に對し 5gr の Na_2CO_3 で熔融する。融塊は冷後、50~70°C の水と共に蒸氣浴上に一晝夜放置して浸出せしめる。次に上澄液を去り、殘渣は硝子棒にて碎きつゝ 1~2% の Na_2CO_3 の 50cc を加へ、15 分間蒸氣浴上で攪拌し、400cc のビーカーに濾別し 5~6 回温水で洗滌する。濾液は上澄液と合し、50~75cc 迄蒸發する。これを A 液とする。弗素は大部分 A 液中に含まれる。一方殘渣は温水でビーカーに吹き落し、全量を 50cc とし、濃硝酸 3g を加へ、0.5~1 時間攪拌する。猶殘渣あればこれを濾別し、 Na_2CO_3 を加へ溶融し、水にて浸出しこれを A 液に加へる。

上記の硝酸性溶液には冷後 5% の蔴酸溶液 50cc を加へ、10% Na_2CO_3 を滴下し、メチールオレンジに依つて液を中性とし蔴酸石灰を沈澱せしめる。1 分間煮沸後濾別し、沈澱は冷水にて洗滌する。濾液には 4cc の濃硝酸と 10cc の飽和過満蔴酸加里溶液を加へ蒸氣浴上で加熱する。液の色が消失せば更に過満蔴酸加里を添加し、褐色沈澱を生ぜしめる。次に過剰の酸を Na_2CO_3 の小粒を投じつゝ中和し、更に 2gr を過剰に加へる。この際沈澱が僅が着色せる時は更に過満蔴酸加里を滴下し、暗褐色の沈澱とする。この液は煮沸し、攪拌し、直ちに濾過し、

沈澱は4~5回1% Na_2CO_3 の温溶液で洗滌する。濾液は前記のA液に加へ全量を250ccとする。

斯くて得た溶液は煮沸しつゝ酸性硝酸亜鉛溶液の25ccを注意して加へ、急速に濾別し、濾液が400ccに達する迄洗滌する。沈澱は廢棄する。濾液はメチールレッドを指示薬として硝酸にて中和し、中和點に至るに従ひ煮沸する。次にアムモニア性酸化亜鉛溶液の25ccを加へ、蒸発して全量を50~75ccとする。静置後、沈澱を濾別し、冷水にて洗滌する。沈澱は廢棄する。濾液には2滴のブロモフェノールブルーを指示薬とし、稀硝酸にて弱酸性とし、次に稀苛性曹達を丁度アルカリ性となる迄加へ、次で10% $NaCl$ を3cc稀鹽酸(1:1)2ccを加へ、更に硝酸鉛の小粒を5gr加へ蒸氣浴上で加熱する。硝酸鉛が溶解した後醋酸曹達の小粒を5gr加へ、0.5時間攪拌し、蒸氣浴上で加熱する。次に4~24時間室温にて放置し、濾別する。沈澱は初め冷水、次にクロール弗化鉛の飽和溶液にて4~5回、最後に冷水にて洗滌する。沈澱は濾紙と共にビーカーに入れ、100ccの稀硝酸(1:19)にて洗ひ落し、沈澱が溶解し、濾紙がパルプ状となる迄加熱する。次に0.1規定の硝酸銀が僅かに過剰となる迄加へ、0.5時間蒸氣浴上で加熱し、時折攪拌し、暗所に放冷し濾別する。冷水にてよく洗滌する。濾液には5ccの鐵明礬溶液を加へ、過剰の銀を0.1規定の硫青化加里液で滴定する。この銀量を初め硝酸銀として添加せる銀量より減ずればその差は弗素と結合せる量である。これより弗素を算出する。0.1規定の A_2NO_3 は0.00190grのFに相當する。定量結果の一例は附表の如くで、發生法に比して良好である。(前田)

| 試料(1grとす) | 本法 F. mg | 發生法 F. mg |
|--|----------|-----------|
| $Ca_3(PO_4)_2$ 0.7gr + CuF_2 0.0821gr | 36.9 | 35.4 |
| Florida州產燐灰石 | 36.8 | 36.2 |
| | 35.7 | 11.6 |
| 酸性電氣爐滓 { | 35.1 | 15.0 |
| | 35.7 | 18.7 |
| 鹽基性螢石滓 { | 11.9 | 9.4 |
| | 10.9 | 9.2 |

電解法によるコバルトの迅速定量法(D. H. Brophy: Ind. Eng. Chem., Analyt. Edi., Oct. 15, 1931, 363) 磁石用銅、タンクステンガーバイド工具等に適用し得べき迅速法で所要時間は約30分である。電解液は、 NH_4OH 50cc, NH_4Cl 5gr, $NaHSO_4$ 0.3~0.4grとし、これを全量80~100ccに稀釋せるものを用ふる。白金製の廻轉アノードと白金ロヂウムのカソードを用ひ、電流密度は4~7アンペア、アノードの廻轉數は毎分800~1,000廻轉とする。重硫酸曹達を含む電解液は電着物中に硫黃を混ぜる事があるが、本法の如くその量少く且つ短時間の場合には無視する事が出来る。電解液は、コバルト量100~160mg毎に、0.3grの重硫酸曹達を要すが實際は幾分多い方が良い。電解開始後20分で液が無色の場合は更に50~20mgの重硫酸曹達を加へる。80~15mgのコバルト量の時は電解液に0.1~0.5mgのゼラチンを添加する。定量成績は附表の如くである。電解後電着物を

稀硝酸に溶解し、煮沸して過剰の酸を去り、鹽化バリウムで硫酸物を検定したがその量は痕跡附近である。コバルトはPhenyl-Thiohydantoic Acidで沈澱し、濾過し、燒きて酸化物とし更に水素にて還元して金屬として秤量して比較した。工場に於ける迅速定量法としては容量法に比して所要時間短かく良好である。

| ゼラチン 添加量 mg | コバルト 添加量 mg | コバルト 検出量 mg | 誤 差 mg |
|-------------------|-------------------|-------------------|-----------|
| 0.1 | 12.5 | 12.9 | + 0.4 |
| 0.5 | 31.3 | 31.5 | + 0.2 |
| 0 | 74.7 | 74.5 | - 0.2 |
| 0 | 100.1 | 100.4 | + 0.3 |
| 0 | 161.7 | 162.0 | + 0.3 |

鐵の影響として硝酸鐵を加へた結果は別表の如く、殆んど無視し得る程度である。コバルトはPhenyl-Thiohydantoic Acidで沈澱せるものを硝酸+鹽酸、又は鹽酸にて溶解せるものを加へた。(前田)

| $Fe(NO_3)_3$ 添加量 mg | コバルト 添加量 mg | コバルト 検出量 mg | 誤 差 mg |
|---------------------------|-------------------|-------------------|-----------|
| 50 | 22.0 | 22.1 | + 0.1 |
| 100 | 27.0 | 27.1 | + 0.1 |
| 1,000 | 22.5 | 22.5 | 0 |

過沃素酸曹達酸化法に依る満俺の容量分析(H. H. Willard & J. J. Thompson: Ind. Eng. Chem. Analyt. Edi. Oct. 15, 1931, 299~401) 30mg迄の満俺の磷酸又は硫酸性溶液を過沃素酸曹達 $NaIO_4$ で過満俺酸物に酸化し、標準硫酸第一鐵溶液で滴定する方法である。磷酸を用ふればCrの小量は影響しないが、一般にCr, Ce鹽化物の存在しない場合に應用出来る。Cr不含の鐵及び銅に對してはその1grを探り、4ccの濃硫酸及び25ccの水に溶かし、1ccの硝酸を加へ煮沸し、赤煙を驅逐する。これを50~75ccに稀釋して85%磷酸の3ccと0.3grの $NaIO_4$ を加へ、15分間徐々に煮沸して満俺を酸化し、水を加へて150ccとし、冷後 $Hg(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$ の4~5grを小量の水に溶かせるを加へ、アスペストにて急速に濾別する。濾液は過剰の標準硫酸第一鐵溶液を盛れるビーカーに受け、直ちに標準過満俺酸加里液を以て過剰の硫酸鐵を逆滴定する。Cr 0.1%附近迄の試料の場合は磷酸は15ccを加へ、磷酸水銀の沈澱を防止する爲め小量の硫酸を加へる。

満俺青銅に對してはその1grを3ccの濃硝酸、10ccの磷酸、7~8ccの水に溶かし前同様に行ふ。液の色に依つて滴定に不便な時は電位差滴定法又はAlphazurineを指示薬として行ふ。(Z. anal. Chem., 77, 1929, 125 參照) 定量例は附表の如し。(前田)

| 試 料 | 使用酸 | Cr 含量 | Mn 含量 | Mn 検定量 |
|------------------------------------|-----|-------|-------|--------|
| B. S. Steel No. 10 ² | 磷酸 | 0.01% | 1.13% | 1.136% |
| " | 硫酸 | 0.01 | 1.13 | 1.138 |
| B. S. Cast Iron No. 4 ² | 磷酸 | 0.016 | 0.897 | 0.890 |
| " | 硫酸 | 0.016 | 0.897 | 0.898 |
| B. S. Mn Bronze No. 62 | 磷酸 | — | 1.59 | 1.61 |