

低炭素高速度鋼に就て

(日本鐵鋼協會第 24 回講演大會講演 昭. 15. 10)

門 間 改 三*

ON THE LOW-CARBON HIGH SPEED STEEL

Kaizo Momma

SYNOPSIS:—The ordinary high speed steel usually contains about 0.6% carbon, while Mr. Rinpei Kikuchi has laid stress on the superiority of high speed steels with about 0.25% C. The author tried to ascertain if such temper-hardening of the low-carbon high speed steel has a mechanism similar to that of the heretofore current high speed steels. A low-carbon high speed steel containing 0.26% C, 3.08% Cr, 22.2% W and 17.5% Co was examined with reference to the change of hardness, thermal expansion and specific resistance in accordance with tempering in order to study its temper-hardening mechanism. The result revealed that the temper-hardening mechanism of the low-carbon high speed steel is quite different from that of the ordinary high speed steel; and that the matrix which causes precipitation is the martensitic over-saturated alpha-crystals while the temper-hardening is due similarly to the precipitation of carbides.

I. 緒 言

菊池麟平氏は鐵と鋼¹⁾誌上に於て高速度鋼に関する研究結果を發表せられて居る。同文中各種元素を實際切削能を基にして如何様に配合すべきかと云ふことを述べて居るが炭素量は Co 量と共に變化せしむべきもので、現在規格に於ける如く炭素量を一定に定むべきでないことを提唱して居る。又實際その研究結果に基く新高速度鋼

0.25% C, 20% W, 3.5% Cr, 16% Co, Fe Bal.

の如きものは既に商品として市販せられ優秀なる切削能を證明せられて居る。筆者は先に日本鐵鋼協會第 15 回講演大會に於て發表せる如く、高速度鋼の焼戻による龜裂及び焼戻硬化機構の研究を行ひ、高速度鋼の焼戻硬化に関する諸種の問題を解決した。同研究に於て高速度鋼と殆ど同様の組成を有するが唯炭素を含有せざるもの或は炭素含有量の低きものも、亦殆ど同様の硬化現象を呈するが、その硬化機構は全く普通高速度鋼の夫と異なる種類のものなることを指摘して置いた²⁾。

本報告は筆者の斯る考への下に新低炭素高速度鋼が果して如何なる硬化機構を有するものなりやを確めんとして行つた實驗結果である。

II. 焼戻硬度變化

試料は日本高周波重工業株式會社製にかゝる商品名

* 愛知時計電機株式會社

¹⁾ 菊池: 鐵と鋼 26 (昭. 15) 361

²⁾ 筆者: 鐵と鋼 22 (昭. 11) 425

HKI 高速度鋼と稱せらるゝものにして分析の結果次の如き化學成分を有するものを用ひた。

素材は 10mm 角棒を用ひた。

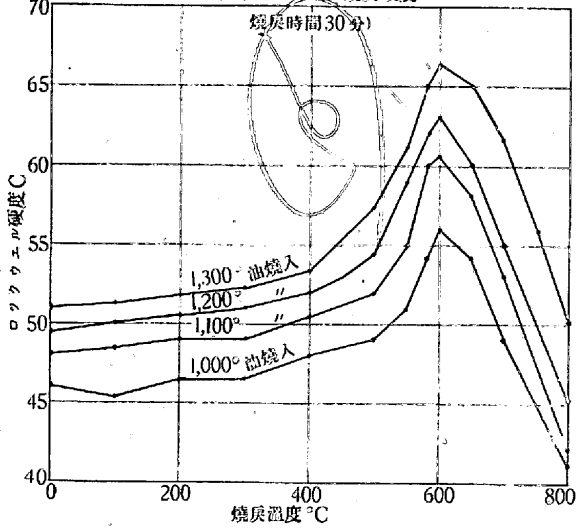
0.26% C, 0.19% Mn, 3.08% Cr, 22.21% W,
Tr Mo, 17.86% Co, Fe Bal.

焼入はエレマ爐を用ひ 1,000, 1,100, 1,200, 1,300° の 4 種類とし、各 750, 950° に充分豫熱したる後所要温度に保持し油中焼入を行つた。焼入れたる試料は 300° 以下は油中に於て、400° 以上は真空爐中に於て各温度に 30min 保持せる後爐冷する方法を用ひて焼戻を行つた。焼戻は所謂階段式とし各温度の焼戻に同一試料を繰返し使用した。硬度はロツクウエル C を用ひ各 10ヶ所の測定値の平均を採た。

焼戻硬度變化曲線は第 1 圖に示す通りである。焼入儘の硬度は焼入温度の高い程高くなつて居り、之を焼戻して行つてもその相對關係は少くとも 800° 迄は變化しない。焼戻温度が 300° 迄は硬度は殆ど變化しないが、各焼入温度のものを通じ 400° 焼戻により多少硬化の傾向を示し 500, 550, 600° の焼戻によつて著しく硬化して居る。600° を最高として焼戻が進むにつれて次第に硬度を低下して行くこと圖に示さるゝ通りである。

第 1 圖に示す焼戻硬化曲線を在來の炭素量 0.6% 程度を含有する高速度鋼の焼戻曲線と比較して見ると、曲線の模様は相當の差異を認め得るであらう。比較に便なる爲に從來の高速度鋼の焼戻硬化曲線を第 2 圖に示す。試料は 0.56% C, 19.7 W, 4.6 Cr, 7.1 Co, 1.3 V の化學成分

第1圖 低炭素高速度鋼の焼戻硬度



22730-60

を有するもので 1,300° より焼入を行ひ本研究の場合と同様各温度に 30min 宛焼戻を行たものである。今それ等を列挙して見れば次の通りである。

こゝに説明の都合上 0.6% 前後の炭素を有する在來の高速鋼を高炭素高速鋼、本研究の試料の如きものを低炭素高速鋼と呼び區別することとする。

イ. 高炭素のものは焼入硬度が高く、焼入が 1,000° の如き低温の場合でも硬度は R.C. 60 以上を有する。然るに低炭素の場合は第1圖に見るやうに約 50 以下を示すに過ぎない。

ロ. 高炭素の場合は焼入温度が高いもの必ずしも焼入硬度が高いとは云へない。マルテンサイトと残留オーステナイトの量的關係によつて或焼入温度の場合に最高となるものであるが、低炭素試料の場合は焼入温度の高い程焼入硬度が高い。

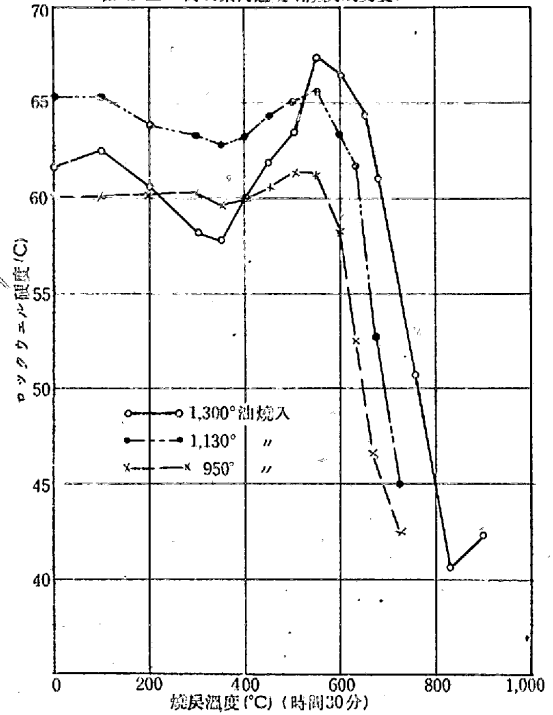
ハ. 高炭素試料では焼戻温度が約 350° に至る迄は次第に硬度を減少し、約 400° 邊より第二次硬度が顯れ始めるが、低炭素の試料に於ては斯る硬度低下が認められないで焼戻の進むにつれて次第に硬化してゐる。

ニ. 焼戻硬度の極大を示す温度は、焼戻時間を同一にすれば低炭素試料の方が約 50° 高い。

ホ. 高炭素試料では焼入温度が低い場合(例へば 1,000°)には焼戻硬化度は非常に少ないが、低炭素試料の場合には硬化度は相當に多い。即ち約 1,000° 焼入のものでも相當程度の硬化を示して居る。

以上の如く高炭素及び低炭素の兩試料の間には焼戻硬化曲線の間相當の差異を認めることが出来る。

第2圖 高炭素高速度鋼の焼戻硬度變化



III. 熱膨脹計による實驗結果

前述の通り低炭素高速度鋼の焼戻硬化曲線は高炭素のみに比して餘程様子が異なるばかりでなく、その曲線はむしろ鐵合金に於ける普通 α -型時効硬化曲線例へば $Fe \cdot IV^1$ 合金の焼戻硬化曲線或は Köster の研究による $Fe \cdot W \cdot Co^2$ 三元合金の焼戻硬化曲線と類似性を持つて居る。

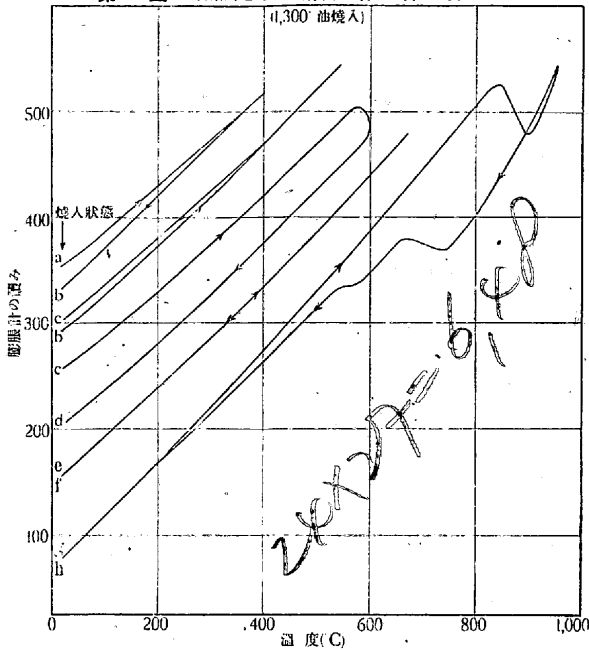
従て本高速度鋼の焼戻硬化機構は從來の所謂高炭素高速度鋼の焼戻硬化機構とは同一でないであらうことは容易に考へらるゝ所である。

筆者は先に高炭素高速度鋼の焼戻機構の説明に熱膨脹曲線を求め、これを硬度曲線と對比することにより種々の問題解決のヒントを得たのであるが、本研究の場合も先づ焼戻現象を熱膨脹計を用ひて研究して見ることとした。

試料は 5mmφ×80mm のものを用ひ、エレマ爐にて 1,300° にて油焼入を行た。熱膨脹計は本多-佐藤式を用ひ真空中で行たことは普通の通りである。加熱速度は大體 10°/10mm とし各所要温度に於ては 30min 保持せる後冷却曲線をとる様にした。これは先の硬度測定結果と本膨脹測定結果の對比に便ならしめんが爲である。第3圖はその測定結果を示すものである。圖面の都合上曲線は順次下方に移動してあるが、第1回目に 400° 迄測定したるものをその儘第2回目 550° の測定を行た。以下同様に同一試料を

¹⁾ Sykes, P: Trans. of A. I. M. E. 73(1926) 968
²⁾ Köster, W: Archiv, Eisenh. 6(1932) 17

第3圖 低炭素高速度鋼の焼戻中に於ける長さの変化



階段式に使用した。これ等の結果を見るに 400° 焼戻の場合には加熱冷却兩曲線共殆ど見るべき変化がない。唯多少冷却曲線が加熱曲線に比し稍低位にあるに過ぎない。550° 焼戻の場合も殆ど何等の変化は認められない。唯この場合は加熱曲線に比し冷却曲線が稍上位に来るだけである。次に更に 600° 迄焼戻を行つた結果を見ると、約 580° より収縮の傾向を示し、600°—30min の保持によつて著しい収縮を示して居る。斯の如く収縮したるものを冷却しても、冷却曲線には最早何等の変化も認められない。即ち焼戻硬度の最大を得べき温度に於て熱膨脹曲線は著しい収縮を來たして居ると云ふ新事實があるわけである。普通の高炭素高速度鋼の場合を比較の爲に引用して見ると、第4圖の通りである。この試料は第2圖の場合と同一のものであるが同圖に明かなる如く硬度の最大を得べき焼戻温度即ち 550° 迄加熱せる場合は、熱膨脹曲線は冷却途上に於て Ar¹ 變化に相當する著しい膨脹を伴ふものである。

この兩事實を比較して見れば低炭素高速度鋼の焼戻硬化機構は高炭素の夫に比して全く異なるものであることが了解されやう。

次に之を 680° 迄焼戻を行つても最早何等の変化も認められない。更に焼戻温度を高めれば約 840° より α-γ 變態を生じ始め約 900° で變化を完了しオーステナイトとなる。冷却曲線は圖に示す如く、本實驗の如き冷却速度の場合には約 750° より Ar₃ 變化を生じ始めて居る。

本熱膨脹測定結果を第1圖の焼戻硬度曲線と對比して見るに 550° 焼戻の場合には硬度は相當に上昇して居るに拘

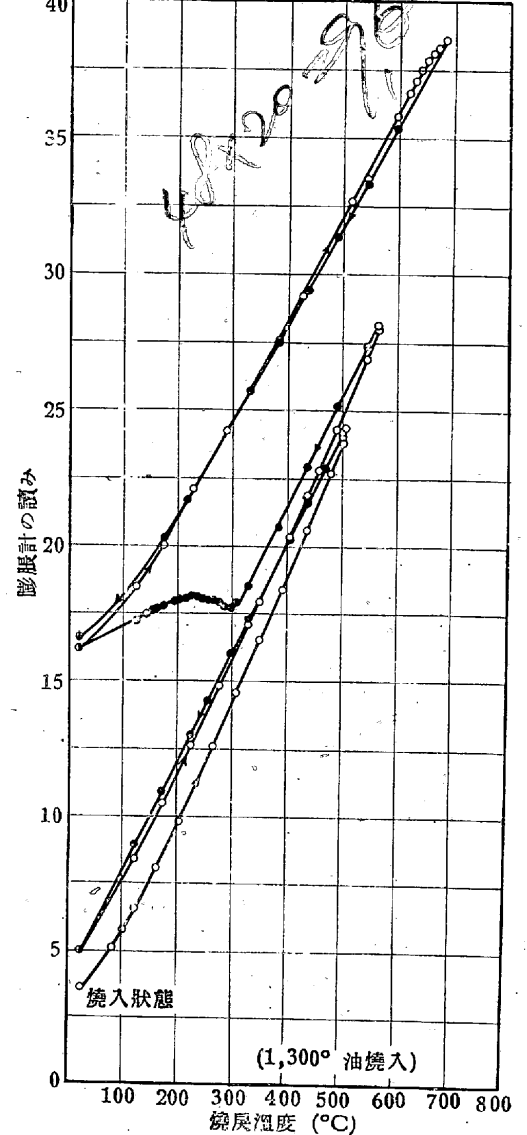
はらず、膨脹曲線上には何等變化が認められないこと及び 600° 焼戻の場合には著しい収縮を伴ふこと及び 900° 以上に於ては確かにオーステナイト組織を有すべき鋼種なることが明かとなつた。これ等の結果より見るに、少くとも 500° 迄の焼戻硬化は熱膨脹試験の結果よりしてはそ

の原因を探知し得ないものであり 600° 焼戻の場合には収縮を作て居る點より見て、その硬化は少くとも残留オーステナイトに關係を有する變化でないことは明かである。従てその焼戻硬化機構は在來の高速度鋼と同一に考へることは出來ない。

IV. 電氣抵抗測定による研究

前述の通り焼戻熱膨脹の測定結果よりしては、焼戻硬化機構の説明は出來ない。從來筆者の提唱せる如く焼入の如く急激なる變化を受けたる鋼は γ-晶と α-晶の結晶形の變化と溶解化合物の濃度變化とが相伴ひ得ない場合が多い。従て斯る場合には焼戻現象の研究には電氣抵抗變化を測定し之を硬度及び熱膨脹變化と對比することによつてその現象の眞相を掴み得る場合が多い。斯る意味から焼戻途中の變化を電氣抵抗の測定によつて研究した。

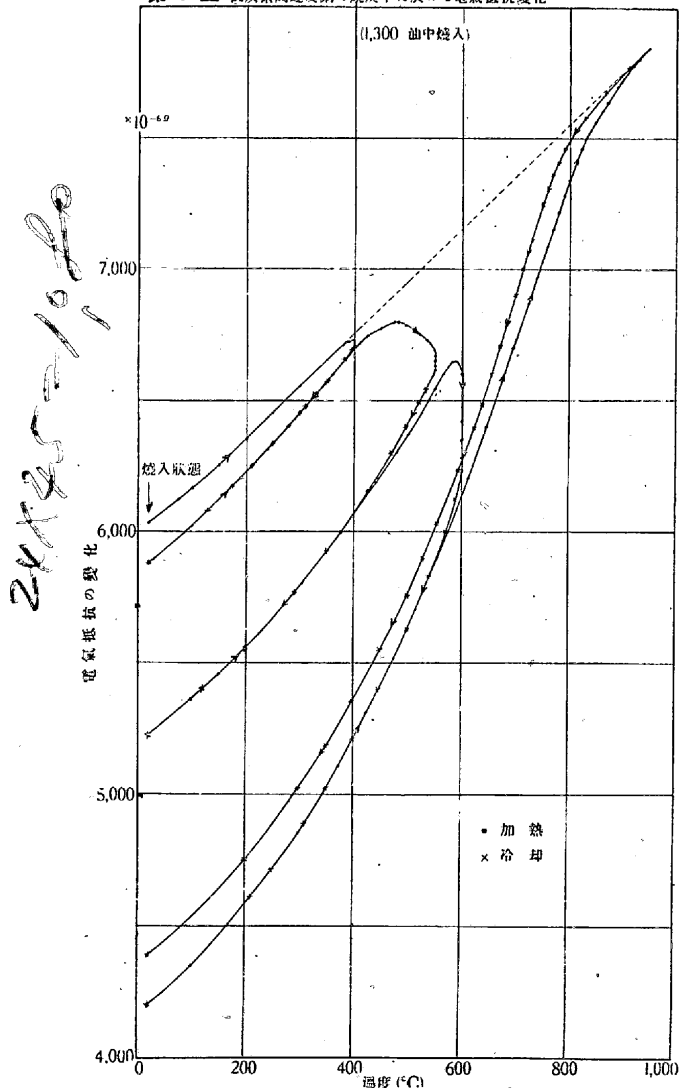
第4圖 高炭素高速度鋼の焼戻中に於ける長さの変化



試料は 5mm φ 100mm のものを使用し、両端より 10mm の個所に抵抗を測定すべき導線を熔着した。抵抗測定は電位差計を用ひ、試料に通ずる電流は常に正確に 1A とした。勿論測定は真空中に於て行ひ、加熱速度は熱膨脹計による測定の場合と對比し得るためなるべく同一条件になるやう注意した。

第5圖はその測定結果を示すものである。400° 迄焼戻の場合は 390° 邊より多少収縮の傾向を示し 400° に 30mm 保持する間に尙多少の抵抗減少を來す。

第5圖 低炭素高速度鋼の焼戻中に於ける電氣抵抗變化



從て冷却曲線は加熱曲線に比し多少下位に來る。次に同一資料を更に 550° 迄焼戻して見ると、圖に示さるゝ様に約 410° 邊より多少抵抗の減少傾向を示し 490° を極大として次第に抵抗の著しい減少を來す。550°--30mm の保持により更に抵抗の減少を示してゐる。從てこの場合は冷却曲線は加熱曲線に比し遙かに低い抵抗値を示して常溫に來てゐる。これを更に繰返し 600° 迄焼戻すと圖に示す通り殆ど前の冷却曲線と相一致する加熱曲線を示すが 600°—

30mm 保持する間に非常に著しい抵抗の減少を來してゐる。この 600° に於ける抵抗の著しい減少は前圖熱膨脹曲線の 600° に於ける著しい収縮と相對應するものである。この場合冷却曲線は何等特別の變化の認められないなだらかな曲線であるが 550° 焼戻の場合の火に比し曲線の傾斜が急激になつてゐる。次に更にこれを 950° 迄加熱する場合の曲線は圖に示す通りで、何等特別の變化がない。α-γ 變態による抵抗値の變化は熱膨脹曲線の場合に對應して少しの變化が認められる丈である。冷却曲線に就ても特記すべきことはないが、抵抗値は加熱の場合に比し多少上位に來てゐる。

これ等の結果を通覽するに、焼入状態の電氣抵抗は焼戻されたものに比し著しく高い値を有してゐる事實を認める。尙又前述の通り 550° 焼戻の場合には、硬度は相當に上昇してゐるに對し熱膨脹曲線には何等の變化も認め得なかつたが、電氣抵抗の値は 550° の焼戻によつて著しく低下してゐること及び 600° の焼戻の際は膨脹曲線に現れる収縮に對應して電氣抵抗が著しく低下すると云ふ事實を知り得た譯である。

V. 顯微鏡試驗

1,300° より焼入れたる儘の試料を檢鏡せる結果を第6圖(A)に示す。組織は高炭素高速度鋼の場合に比し炭化物の存在は遙に少く、且その形狀も小さい。然し乍ら前者の場合と同様に焼入儘のものは5%硝酸アルコール溶液によつては腐蝕が非常に困難である。又所謂マルテンサイト組織等も殆ど認め得ない状態にある。之を 600° に焼戻したものは第6圖(B)の寫眞に示す通りで焼入儘のものに比し腐蝕程度も遙に容易である。この場合は所謂マルテンサイト組織を認め得る様になることは高炭素高速度鋼の場合と同様である。

VI. 結果の考察

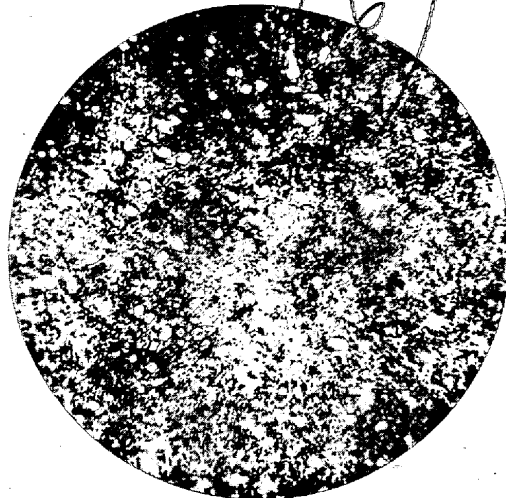
以上の如く低炭素高速度鋼の焼戻現象を種々の實驗法によつて研究せる結果を綜合し、その焼戻硬化機構を考察することとする。

先づ焼戻硬度曲線と熱膨脹曲線を比較してみよう。400° 焼戻の場合は膨脹曲線に何等の變化もないがこの場合は硬度上昇も亦僅少であるから暫く措き 550° 焼戻の場合を見るに硬度は相當明かなる上昇を示してゐるにも拘はらず熱膨脹曲線には殆ど見る可き變化がないことは前に指摘せる

第6圖 低炭素高速度鋼の組織



(A) 1,300°, 油焼入 × 400



(B) 1,300°, 油焼入; 600°~30mn 焼戻 × 400

通りである。即ちこの焼戻硬化は體積變化を伴はざる如き種類のものであるから残留オーステナイトのマルテンサイト化等とは全く別種の硬化である筈である。所が電気抵抗曲線を見ると明かに 550° で著しい抵抗の低下を示してゐる。従てその硬化原因は過飽和化合物の析出と考へれば最も容易に諸現象を説明し得られる。又 600° 即ち焼戻硬度の極大を得るべき温度に於ては熱膨脹曲線は著しい収縮を示してゐる事實がある。普通高速度鋼の場合には最高硬度を得る迄焼戻を行つた場合はその冷却途上に於て Ar' 變化に相當する異状膨脹を示してゐたことは既に示した通りである。従てその硬化現象には残留オーステナイトが關係を持てゐることは明かである。この事實より見るに低炭素高速度鋼の焼戻硬化現象には残留オーステナイトは何等關係を有しないことが判明するであらう。

今焼入状態が或過飽和状態にある場合を考へてみよう。之を焼戻すれば析出變化の爲に電気抵抗値は次第に減少し硬度は次第に上昇すべき筈である。所が析出量が未だ不充分である場合には體積には認むべき變化のないことは當然で 550° 焼戻の場合は正にこの状態と考へればよい。焼戻が更に進むと析出が進行するから更に抵抗の低下を來たし硬度の上昇を示し、體積も収縮を來すことは考へ得られる所である。600° 焼戻の場合が丁度この状態に相當するものである。

然らばその析出の母體たるべき過飽和状態は果して何であらうか。高炭素高速度鋼の場合には残留オーステナイトがその母體であつた。然し本研究の場合には残留オーステナイトがその母體であると考へられないことは前述の通りである。次に普通の時効鐵合金の場合即ち α -晶内に於ける化

合物の溶解度が温度によつて著しく異なることに起因する時効現象の場合を考へて見ることにする。筆者が先に行つた研究結果¹⁾によると高速度鋼と同一成分で唯炭素のみを含有せざる試料即ち

20% W, 5% Cr, 7% Co, 殘餘 Fe.

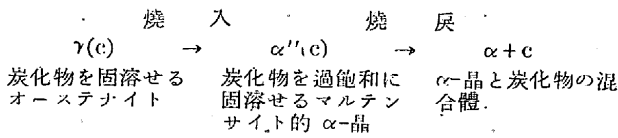
の如き成分よりなる合金を 1,300° より焼入を行ひ、各温度に焼戻す場合を見ると硬度變化の有様及び焼戻膨脹曲線の有様等全く本研究の場合と相類似する結果を示してゐる。然し乍らその場合は焼入の前後を通じて α -晶の場合で、檢鏡の結果によるも明かに α -晶型の時効特徴を有してゐることが判る。然し本研究の場合は熱膨脹試験の結果より見ても明かに γ -晶の存在を認め、又 600° 焼戻のものも明かにマルテンサイト組織を示してゐるから、その焼戻硬化機構は上記無炭素試料の場合と同様に考へることは出來ない。

既述の通り、本鋼が 900° 以上に於ては γ -晶であること、焼戻曲線に於ては残留オーステナイトのマルテンサイト化の如き變化の認められざるに拘はらず 600° 焼戻のものが明かにマルテンサイト組織を示して居ること等より判斷して、その時効母體は γ -晶より焼入して得られたる化合物を過飽和に固溶する α -晶であると考へなくてはならない。即ち炭化物の溶解度の異なる γ -晶より焼入を行ふ場合に結晶形は焼入途中に於て $\gamma \rightarrow \alpha$ の變化を完了するが、先に固溶し居たる炭化物は析出に或時間を要するためその儘 α -晶内に固溶せられて過飽和 α -晶を得る。このマルテンサイトの過飽和 α -晶を普通の α -晶と區別する爲に $\alpha''(c)$ なる記號を以て表すこととすれば、この $\alpha''(c)$ -晶

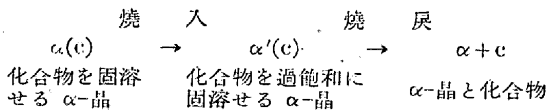
¹⁾ 鐵と鋼 22 (昭, 10) 425

は過飽和状態であるから電気抵抗値は大きく、これを焼戻せば次第に時効硬化を示し同時に電気抵抗値の低下を來すことは勿論である。この場合結晶形は既に α -型であるから硬化に伴って體積變化は存在しない筈であるが、析出の最も盛な時に收縮を示すこともこれ亦容易に考へらるゝ所である。600° 焼戻の場合に體積の收縮を示してゐるのはこれに該當する現象である。又焼入の儘の組織が腐蝕され難いのは過飽和固溶體である爲で、之を 600° に焼戻し、炭化物の微粒子の析出せるものは容易に腐蝕せられることも首肯し得る所である。

以上の如き説明を圖示すれば次の様になる。即ち



普通の時効合金例へば $Fe-W$ 系のものゝ如き場合を同様に圖示して見れば



即ち同じ過飽和 α -晶を得るにしても、この場合は焼入の前後を通じて α -晶であつて、その間に結晶形の變化のない場合である。今こゝにこの過飽和 α -晶を區別の爲に $\alpha'(c)$ なる記號を用ひて表示することゝすれば、本研究の場合の過飽和 α -晶は γ -相より焼入れて得られたもので所謂マルテンサイトの過飽和 α -晶でその來歴を全く異にするわけであるから、區別の爲に $\alpha''(c)$ なる記號を用ひて表はしたわけである。従て焼戻による時効硬化現象を見る場合には、兩者共に過飽和 α -晶より化合物の析出することによる變化であるから、全く類似の變化を示すべき筈で、本質的には何等差異なかるべき筈である。前述の通り本鋼の焼戻に關する諸現象が無炭素鋼の場合と全く類似せることは、斯る意味から容易に了解せられやう。

又筆者は先に日本金屬學會誌(寄書欄¹⁾)に於て焼入の途中に於て $\gamma \rightarrow \alpha$ の變化は完了するが化合物はその儘 α -晶内に過飽和に固溶する如き場合には若し焼入途中の變化を電気抵抗的に測定せば殆ど變化が認められないであらうことを述べ K.S. 鋼に就て實際その測定を行た。本研究の場合に於ても第 5 回電気抵抗曲線中に點線にて示す如く γ -晶の抵抗値と焼入れて得られたる過飽和 α -晶即ち $\alpha''(c)$ の抵抗を結で見ると、唯滑かなる溫度による抵抗値の減少に

相當する曲線を得る丈である。この點より見るも γ -晶より焼入して過飽和 α -晶を得てゐることを間接に證明せられたことゝなるわけである。

本研究に於ては唯單に低炭素高速度鋼の焼戻硬化機構を明かにしたのみで、その實際切削能に關しては何等觸れる所がなかつた。この點に關しては筆者は何等云ふべき意見を待たないが、本研究の結果より見て次の如き諸點が切削工具としての條件に叶つて居ると見ることが出来るであらう。即ち

イ. 硬度の最大を得べき焼戻溫度が在來の高速度鋼に比し約 50° 高いこと、元來高速度鋼が優秀なる切削能を有する一つの大きな原因は高溫度迄その硬度を保持することであつて高溫度の低いと云ふことはその第二次硬化が析出硬化である爲である。従てその最高硬度を得べき焼戻溫度は高い程高速度鋼として具備すべき條件を満足する筈である。

ロ. 又焼戻硬化度合を見るに、低炭素高速度鋼の方が在來のものに比しその度合が大であることも上記の如き理由から考へると高速度鋼としての適性を示すものと考へて良からうと考へられる。

ハ. 普通高速度鋼は炭化物が相當大きな粒子として多數存在してゐるが低炭素のものは炭化物の粒子が細かくその數も少い。従て双つきの良否、双コボレ等の問題から見て良好な結果を與へるのでないかと考へられる。米國等に於ては全然炭素を含有しない $Fe-W-Co$ 合金の高速度鋼を數年前より實際使用してゐるらしい¹⁾。勿論この場合は組成から云ても本研究の場合とは全く異なるものであるが、従來の高速度鋼に比し、焼戻溫度が更に高くその組織も在來の高速度鋼の様に不溶解な第一次晶の存在は全然認めないものである。

斯る點より見ても不溶解な炭化物粒子が存在することは必ずしも切削に必要な條件とは考へられない點もある。

VII. 總 括

本研究によつて知り得たことを要約すれば次の通りである。

1) 低炭素高速度鋼は焼入硬度は在來のものに比し餘程低いが約 600° の焼戻によつて最高硬度が得られ、その値は在來のものと同様となる。従て焼戻による硬化度は

¹⁾ 筆者: 日本金屬學會誌 2 (昭, 14) 150

¹⁾ Sykes, P: Metal Progress 23 (1933)

遙かに高いこととなる。

2) 最高硬度を得べき温度迄焼戻したる場合には寧ろ體積の收縮を來す。在來の高速度鋼と最も異なる點である。

3) 焼戻状況を電氣抵抗によつて研究すると、焼戻硬化の起る温度では抵抗値が次第に低下する。

4) これ等の研究結果より判斷し、本高速度鋼は焼入によつて結晶形は $\gamma \rightarrow \alpha$ の變化を完了するが、炭化物は其儘 α -晶中に過飽和に固溶せられたる所謂マルテンサイトの過飽和状態を得る。この過飽和状態が焼戻による析出硬化

の母體であることを知た。

5) 顯微鏡組織は在來の高速度鋼に比し炭化物が少く、その粒子も細い。

6) 本低炭素高速度鋼が切削工具として適當なりやと云ふ點に關して二、三の考察を行た。

終りに本研究の遂行に當り種々便宜を與へられたる日本高周波重工業株式會社菊池麟平、關谷甚四郎の兩學士に謝意を表すと共に、測定に協力せられたる足羽博文、橋本康一の兩君の勞を謝す。

鐵及鋼水素分析装置(第2報)

ガス抽出捕集装置

宗宮 尚行*

APPARATUS FOR THE DETERMINATION OF HYDROGEN IN IRON AND STEEL BY THE VACUUM HEATING METHOD, II. GAS COLLECTING APPARATUS

Takayuki Somiya

SYNOPSIS:—In the previous report (Journal, Iron and Steel Institute, Japan, XXVII, No. 3, pp. 184~190) the modified Orsat gas micro-analysis apparatus for the determination of hydrogen in iron and steel was informed. In the present report, the heating furnace of the steel specimen and the pumping and collecting equipments of the gas from the specimen was described.

The quartz tube in which the steel specimen had been placed, was heated by the wire-wound furnace. The gas issued from the specimen was pumped by a threestage mercury diffusion pump of glass and then collected by a mercury drop pump in a collecting vessel. When the gas collection was complete, it was transferred to the gas analysis apparatus for determination.

鐵及鋼水素分析装置第1報(本誌、昭和16年3月184~190頁)に吸収法燃焼法に依る微量ガスの分析装置を報告した。本報告に於ては試料を加熱して發生するガスを抽出捕集し之をガス分析装置に送る迄の装置即ち(1)試料加熱装置(2)ガス抽出捕集装置に就き研究せる結果を述べん。

ガス抽出捕集装置

ガス抽出捕集装置はガス抽出用水銀擴散ポンプ及びガス捕集用水銀滴下ガス捕集装置並に之等の附屬品よりなる。之等は木板或は適當な枠に取付け實驗に便ならしむると同時に移動運搬し得られる様にした。又装置各部はなるべく分解が出来て運搬、掃除、修理、取換等に便にした。次に各部分に就き説明せん。

爐より水銀擴散ポンプに至る導管 この導管は太く短く彎曲のない程抵抗が少く早く高真空に達する。真空ポンプ

を排氣さるべき容器とを長さ2m 外徑20mm 内徑17mm のガラス管で連結せる場合の排氣速度は兩者を直結せる場合の約1/10である。然し本装置に於ては固態の鐵から水素を抽出するのて相當時間を要するから導管の抵抗が多少増加してもガラス細工が比較的容易な細いガラス管(外徑約20mm)を使用する事にした。

水銀擴散ポンプと水銀滴下ポンプとの連結管 水銀滴下ポンプの排氣速度の方が遙に遅いから兩者を出来る限り接近せしめて連結しその間に存する空間を出来る限り減少せしむる事が必要である。

硝子管や装置の繼目 之等が充分に融着して居らぬと眼に見えぬ程度の小孔が存在し真空が得られぬ事がある。特にテックス等の軟化點融點の高いガラスの場合には細工の時使用した金具類の跡が針狀の孔として残り見出し難い事が屢ある。

真空コック 真空装置のコックは磨合せの上等のものを

* 東京帝國大學工學部工業分析化學研究室