

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

簡単な装置でコックを加減しその細孔から水銀を連続的にその直下にある落下管中に落下せしむるのである。然しこれよりも適當の大きさの水銀粒を間歇的に落下管中に落下せしむる方が良好である事が知れてから第3圖(3)のaの部分に水銀を一度溜めbより溢出せしむる様にした。最初落下水銀量を調節するコックは第3圖(1)に示せる普通型コックに油を塗たが水銀が汚れたり、落下管に油が行つたり又コックから空気が漏洩したりするので色々研究試作の結果第3圖(3)の如き堅型コックを作りコック栓の中央に溝cを掘りその上部にグリースを塗り其の上に水銀を置き氣密とした。

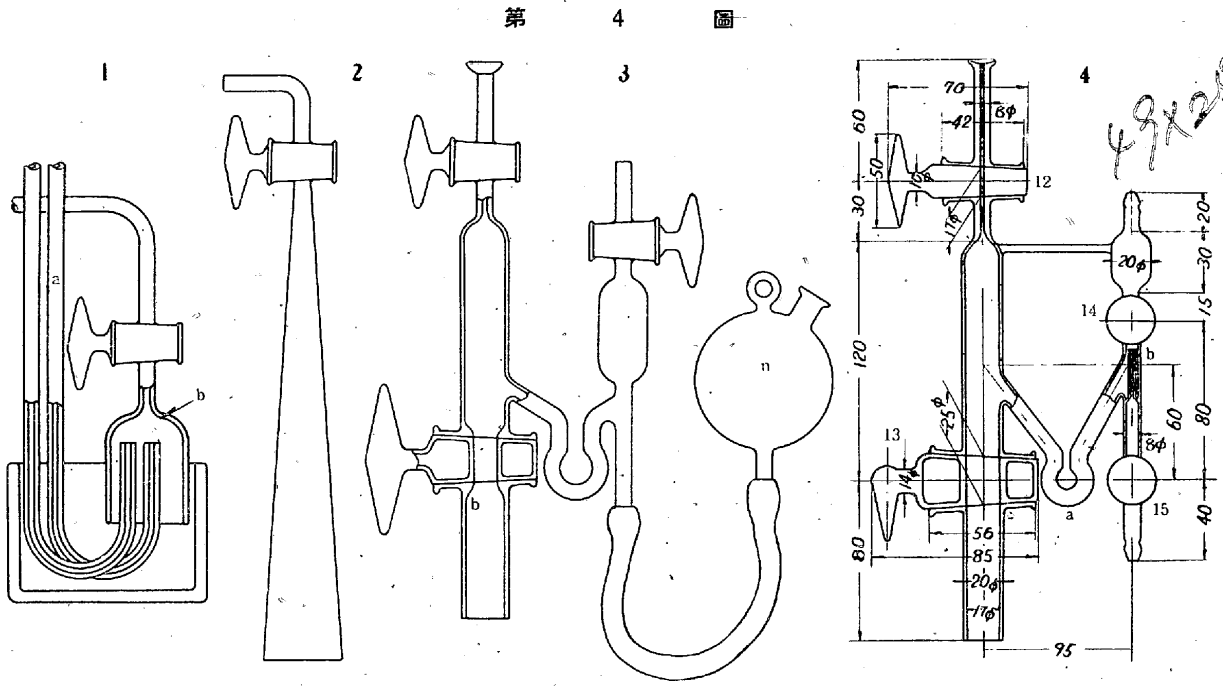
滴水水銀量の調節に関する研究 最初第3圖(4)の如く途中にコックdを入れて水銀量を調節した。水銀はaの處で混入せる空気が除かれ毛管bの先端cより落下管に滴下する。aの處を脹まして水銀の流速を遅くし空気の分離を容易にし且分離せる空気を上端毛管中に集める。然るに落下管1本では排氣速度が遅いので第3圖(5)の如く2本(或は3本)とすると各落下管に落下する水銀量は毛管先端cの徑及び形状、毛管bの内徑及びb部の高さ等に依るので各管一様に落下せしむる事が出来ない。依て第3圖(7)の如く各管に夫々コックを附し各管別々に調節するが好都合と考へて試みた。又第3圖(4)と同時に(6)を製作し試験せるに水銀に混入せる空気がaに集り次第に其の量を増し終りにbよりcに逃出す。その際水銀は間歇的に溢出するのであつて(1)及び(2)の場合の如く毛管の先端cから水銀が連続的に滴下するに比して極めて良好の結果を與へる事に氣付いた。そこで第3圖(7)を改良し長く使用せるに水銀がコックのグリースに接觸し色々前記の故障を起すのでコックの改良をなすと同時に落下管を取外して洗滌し得る様にした。又落下する水銀の一部がg管内に飛散するので案内管(第3圖(8')m)を取付け之を防いだ。コックの研究は先づグリースを使用せず水銀で氣密にするコックを試作した。第3圖(2)は其の一例である。處がコック栓の動きが悪く又nの部分に空気が残るので更に改善し栓の動きを滑にする爲にコック栓の上半にグリースを塗り溝cをつけてグリースが水銀と觸れる事を防ぎ又栓を中空としnの部分に水銀が一時溜る部分に利用し第3圖(3)コックを完成した。こゝに於て水銀吸上器の上部水銀槽にこのコックを直結し實驗せるに停電の際水銀の吸上が停止し外気が真空装置内に入り實驗を失敗せしめたので、上部水銀槽とコックとを高さ約90cmのU字管(第3圖(8)h及び

k管)にて連結し水銀を水銀槽から直接コックに送らずこのU字管を通す事にした。これで上部水銀槽が大氣壓になるも真空装置内に空気が入る心配がなくなった。かくの如くして最後に完成したのが第3圖(8)(8')である。この装置に於て長時間連続運轉を行ふとiに極めて僅であるが空気が集る。この空気は運轉を適宜斷續する事に依り容易に除去する事が出来る。

其後の研究で落下管は2本で差支へない事が明かになつたので3本使用する事をやめた。又落下管上端の接手は内管を數耗以上長くレグリースは主として上半に塗り落下水銀がグリースに觸れる事を完全に防いだ。

ガス捕集器 水銀落下管を水銀と共に落下せるガスは水銀槽中に倒立せるガス捕集器(第9圖i)に集まる。實驗の最初はガスの壓が大で送り込まれるガスの氣泡は大であるが壓の減少と共に氣泡も小さくなつて硝子壁に附着し易くなり捕集器の上部コック(12)の下に集り難くなる。傾いて居る内壁に附着し勝である。従て壁に附着するガス氣泡を出来る限り減少せしめ且附着したものは適當な操作でコック(12)の下に集合せしめ得る如き構造とする事が必要である。最も簡単な捕集器は第4圖(1)の構造であるがこれでは目的が達せられぬので種々研究の結果第4圖(4)の捕集器を完成した。落下管から出た氣泡は垂直に上昇しコック(13)を通過しコック(12)の下に集る。コック(13)の孔はガラス管の内徑に同一にし氣泡が附着するを防いだ。又壁に附着せる氣泡を集めるにはコック(13)を閉じて水銀溜n₃(第9圖)を下げ捕集器内を真空とする。壁に附着せる氣泡は上昇してコック(12)の下に集る。次にコック(13)を開く時は水銀が急に管内に上昇しコック(12)より下の壁に附着せる氣泡を管内に送り込みコック(12)の下部に集合させる。この外コック(13)はコック(12)の下に集合したガスをガス分析装置に送る時に必要である。第4圖(4)aの彎曲及びbの二重管は分析ガスを分析装置に送る際水銀溜(第9圖n₃)のゴム管より空気が來るのを防ぐ爲に工夫したものでコック(14)はこの氣泡を抜く爲に又コック(15)は操作を容易にする爲に取付けたのである。

ガス捕集器に関する研究 最も簡単な第4圖(1)の場合に於ては落下管aを水銀と共に落下せる小氣泡は漏斗状の肩部bに附着し具合が悪いので、漏斗を長くしガスが途中に止まらぬ様に圓錐形にし、コックの孔が其の頂點になる様に第4圖(2)を製作した。然しやはりガスの小氣泡が附着



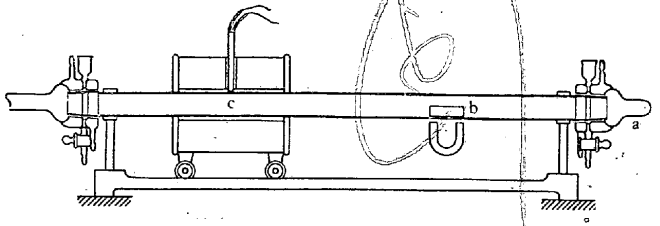
し之を取去る事が出来なかつたので、捕集管内を適當に減壓し得る様第4圖(3)の如く捕集管の下部に大型コックを取付けその開閉と平準球nの上下に依て目的を達する様にした。然し大型コックの下肩bの部分にガスの小氣泡が附着するので更に大型とし第4圖(4)の如くコック栓孔とガラス管内壁とがコックを開いた時完全な一つの圓筒をなす様に製作した。尙平準球 n を上下する際ゴム管より空氣が入る虞れがあるので之を防ぐ工夫をした。

電氣爐及び石英管

試料を石英管に入れ電氣爐で加熱するのに横型と縦型の方式が考へられる。

横型の場合は第5圖に示した。aの蓋を去りbの位置に試料を入れる。cの場所を電氣爐で加熱する。石英管内が排

第 5 圖

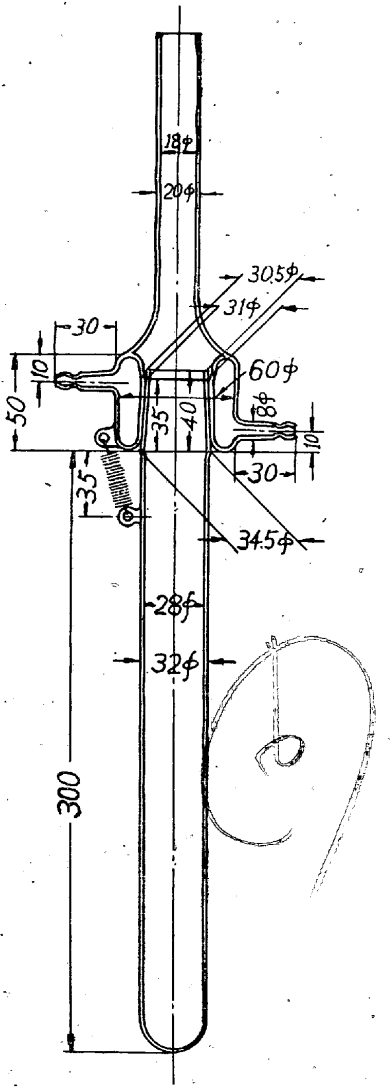


氣せられたる後試料を b より c の位置に移し分析を行ふ。縦型の場合は第6圖に示した。石英管を上方より吊しバネにて止めるので場所を占むる事も少く至極簡便であり、且充分氣密を保つ事が出来る。ガラス管との接手は水冷式としグリースから揮發分の出る事を防ぎ且グリースが軟くな

り石英管に入らぬ様に製作してある。試料を加熱する時電氣爐を下方より上方に移動させるが之も横型より遙に容易である。

電氣爐は横型の際はシジレット爐も使用したが縦型の際はニクロム線或は白金線抵抗電氣爐外徑 11cm 高さ 20cm 素焼管内徑 4cm の大きさのもので加熱した。小型電氣爐であるから之を上下して固定する事は容易である。爐の電流の調節は變壓器或はスライダック 10 A 型で行たが抽出時間が2時間位になるので自動調節器を使用せば便である。温度は白金・白金ロジウム線或は卑金屬熱電對で測定した

第 6 圖

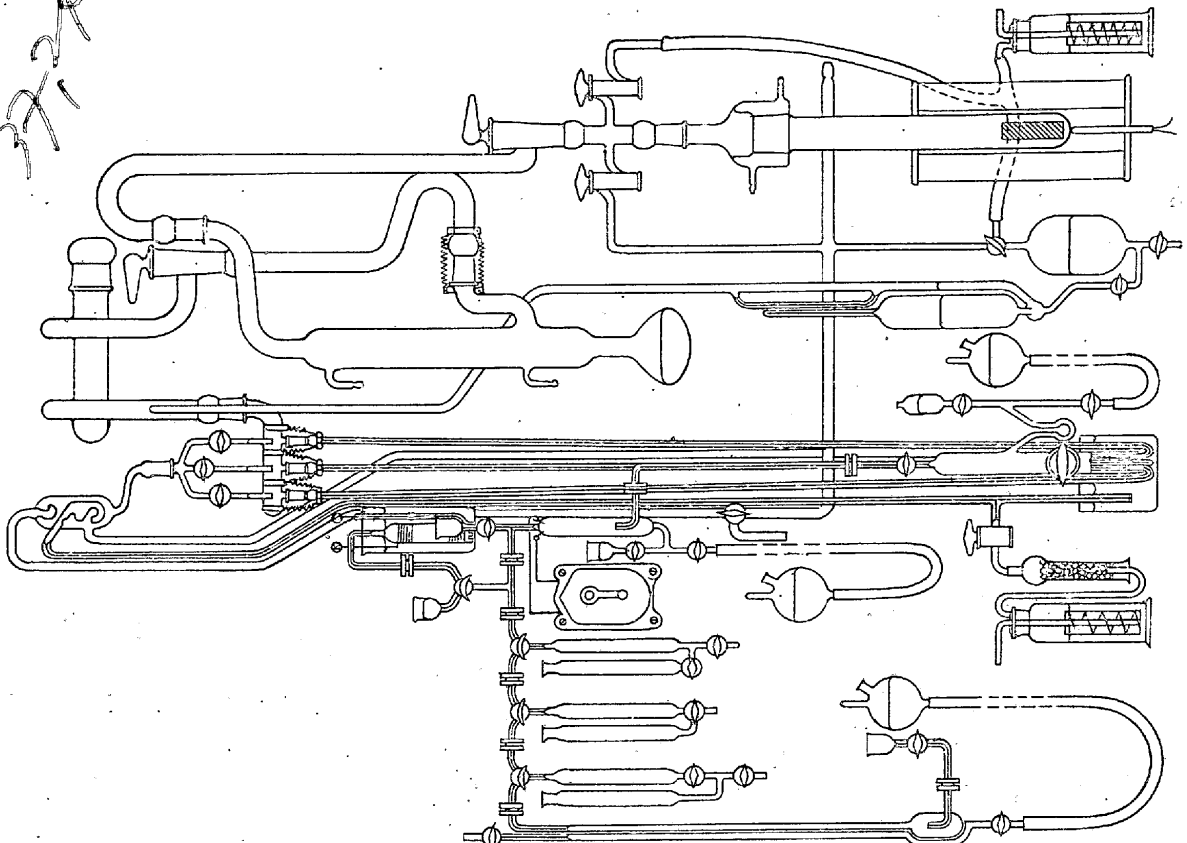


水銀擴散ポンプ及びマクラウド壓計

水銀擴散ポンプ 鋼製ポンプ

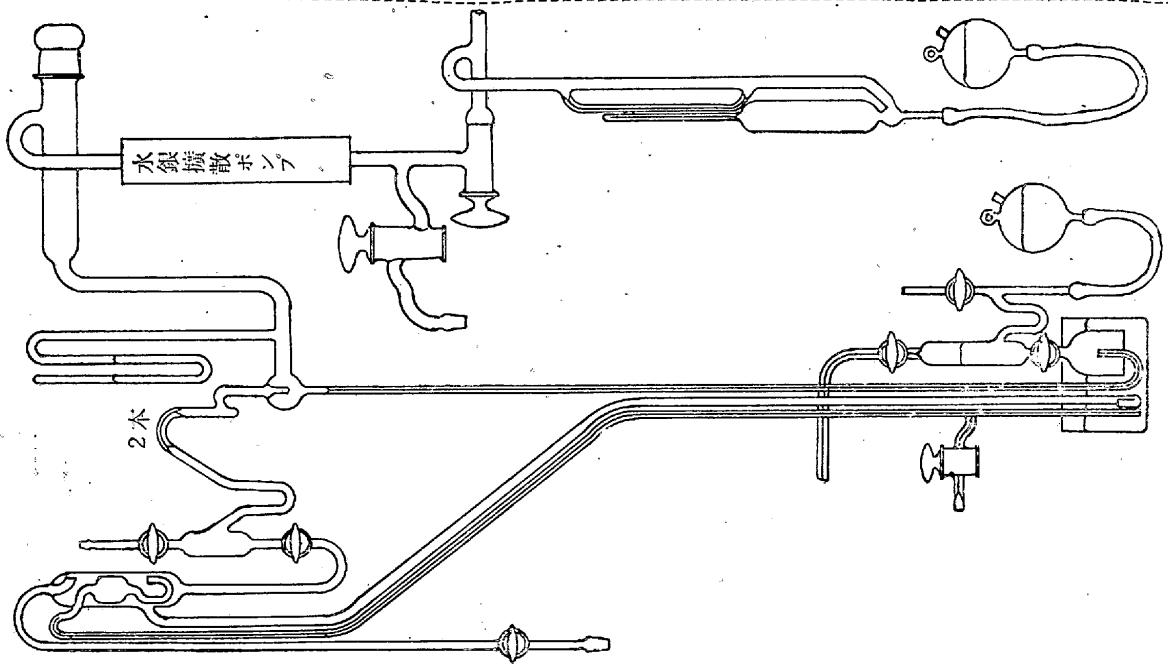
よりガラス製ポンプが遙に軽く、据付にも場所を要せ

76449 = 37,24
3

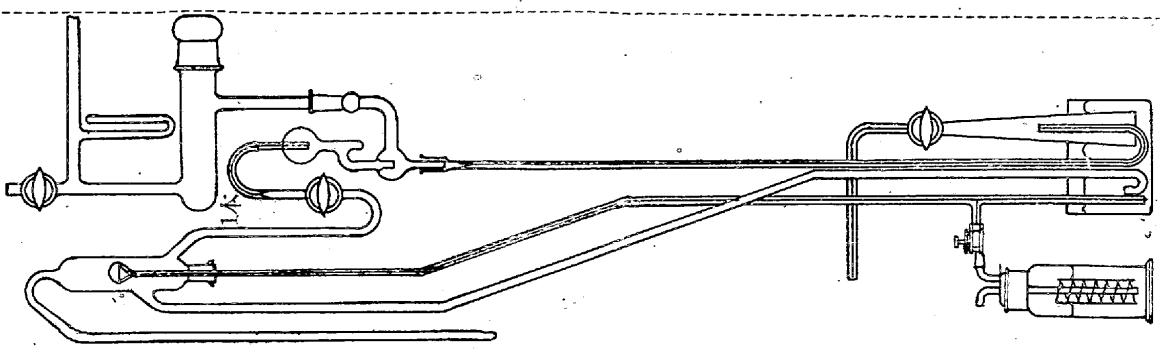


第 7 圖

2

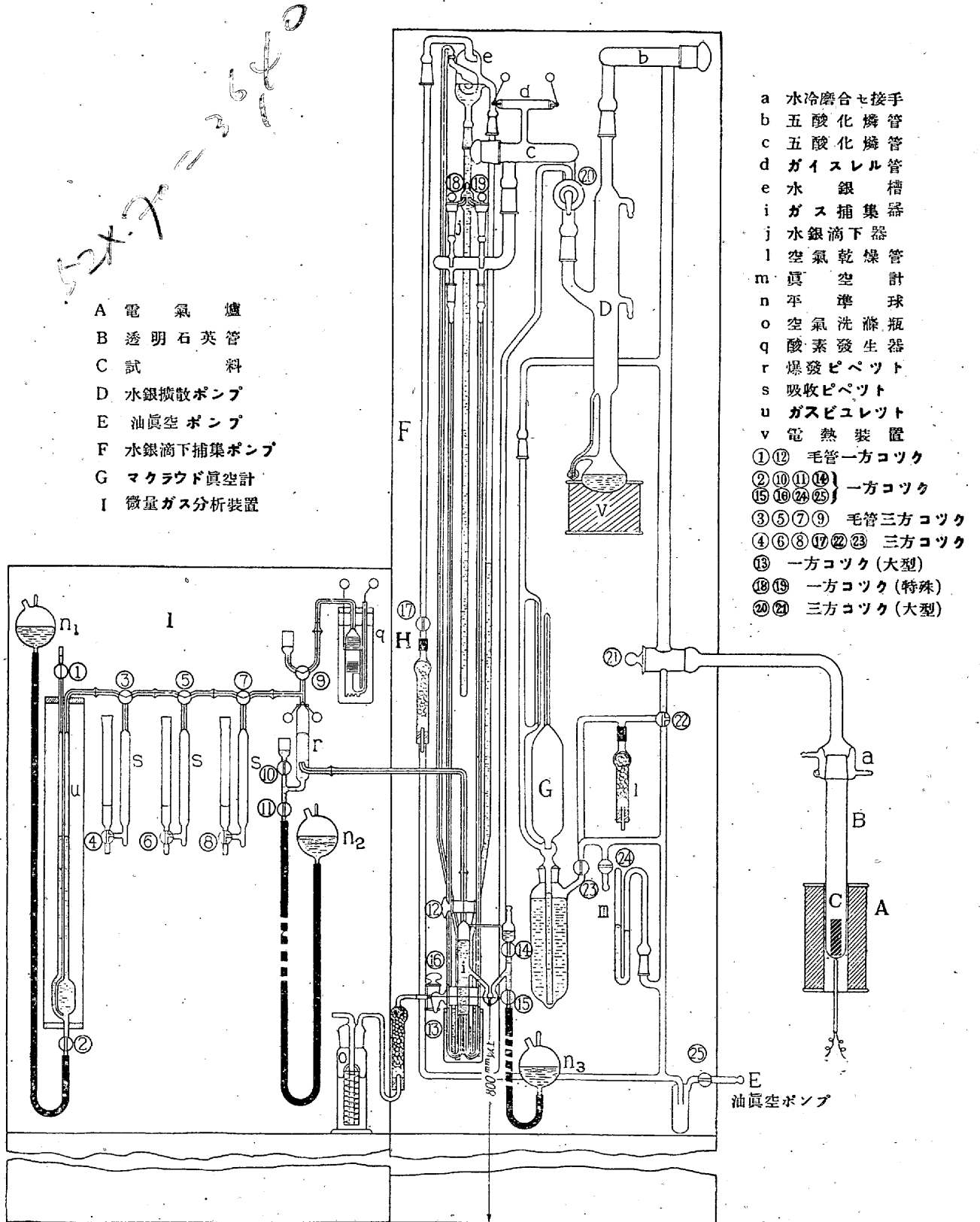


1



第 9 圖 (2)

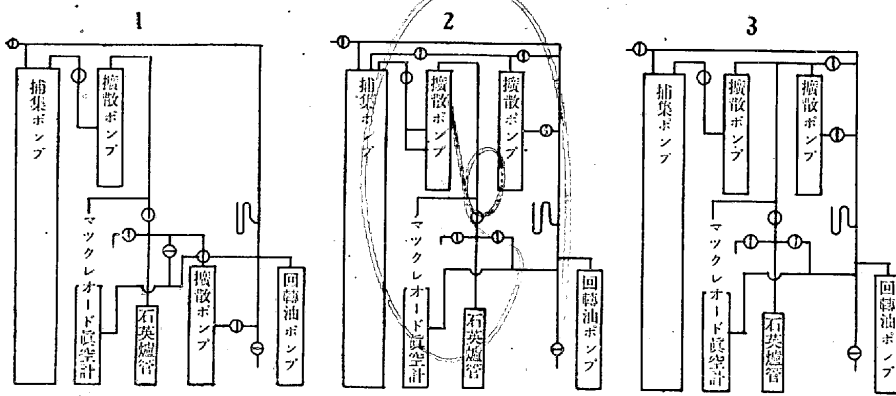
鐵及鋼水素定量(真空加熱法)裝置 約 1/10



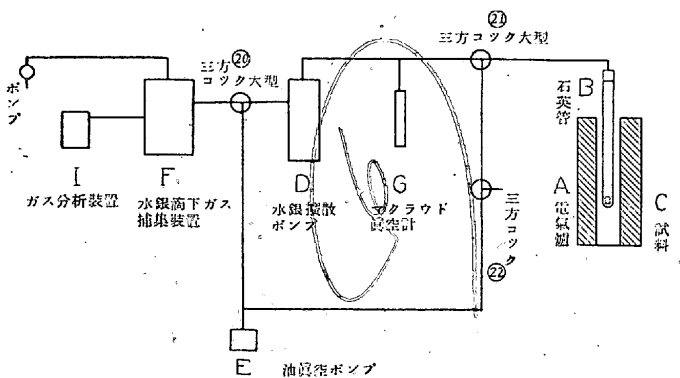
- A 電 氣 爐
- B 透 明 石 英 管
- C 試 料
- D 水銀擴散ポンプ
- E 油真空ポンプ
- F 水銀滴下捕集ポンプ
- G マクLeod真空計
- I 微量ガス分析装置

- a 水冷磨合せ接手
- b 五酸化燐管
- c 五酸化燐管
- d ガイスレル管
- e 水銀槽
- i ガス捕集器
- j 水銀滴下器
- l 空氣乾燥管
- m 真空計
- n 平準球
- o 空氣洗滌瓶
- q 酸素發生器
- r 爆發ピペット
- s 吸收ピペット
- u ガスピュレット
- v 電熱装置
- ①② 毛管一方コック
- ②⑩⑪⑭ 一方コック
- ⑮⑯⑳㉑ 一方コック
- ③⑤⑦⑨ 毛管三方コック
- ④⑥⑧⑬⑲⑳㉑ 三方コック
- ⑬ 一方コック(大型)
- ⑱⑲ 一方コック(特殊)
- ⑳㉑ 三方コック(大型)

第 8 圖



第 9 圖 (1)



ず可搬式装置を組立てる上に優れて居る。更に内部を容易に検査し得る便もある。然し排氣側の圧が 1mm 以上となると働かなくなる點が鋼製ポンプの 20~40mm に比して劣て居るが、水素分析に於ては一時に水素が試料より放出せられるのでないから性能の早いポンプを使用するに及ばぬ。本分析装置には細長い Volmer 式 3 段水銀擴散ポンプを改良して取付けた。ガラス製擴散ポンプは往々極めて小孔があるので使用する時注意を要する。

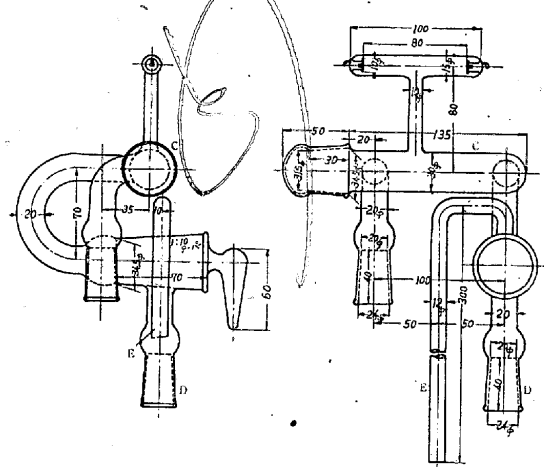
マクラウド 壓計 装置の組立に便なる細長き型を選んだ下部水銀溜は徑約 60mm 高さ約 200mm 毛管の内徑約 0.8mm 長さ約 16mm 上部の圓筒は内徑約 55mm 高さ約 200mm で約 10^{-6} mmHg 迄測定し得られる。この構造では多量の水銀を要するので少量ですむものを目下設計中である。實驗當初には下部水銀槽の代りに水銀溜をゴム管にて連結しこれを上下したので不便であつたのみならずゴム管より空氣が入る處れあつたので第 9 圖 G の式を採用する事にした。極めて簡単な構造で而も目的が充分達せられ好結果が得られたのである。

水素分析装置の組立に関する研究

水素分析装置全體を組立てるに先立ち先づ抽出装置、ガス捕集装置の各部分を組合せて豫備的に第 7 圖(1)を組立

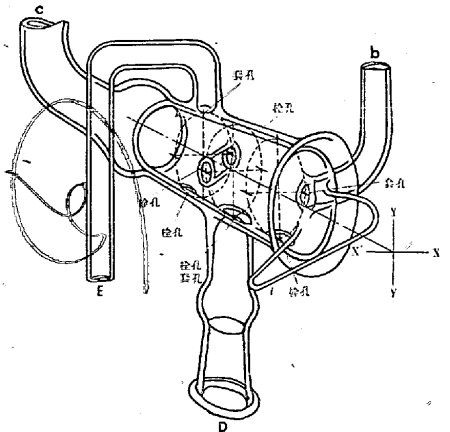
てた。各部分の連結にゴム栓、ゴム管、ピセイン等を使用した。次に水銀吸上器やガス捕集器を改良し水銀落下管を 2 本とし排氣速度をよくしたのが第 7 圖(2)の構造である。更に排氣能率を高める爲落下管 3 本を有するものを組立てた。他方ガス分析装置の研究も相當進んだのでガス抽出捕集装置とガス分析装置とを組合せ石英爐管を縦型に改め第 7 圖(3)に示す水素分析装

第 10 圖 コック栓の位置で C と D 或は D と E 或は C と E が通ずる様に出て居る。



置の全装置を組立てた。然るに石英管其他の部分の排氣が遅いので第 8 圖(1)(2)(3)の擴散ポンプ 2 個使用する配列も考慮したが差當り擴散ポンプを 1 個とする第 7 圖(3)の装置に就き研究を進め更に各部を改良し現在使用して居る第 9 圖の装置を製作した。尙第 10 圖に示せるコック

第 11 圖 栓の握り l の位置が X の時は C と E が通じ b 及び D が遮断せらる。l の位置が Y の時は D, E, b 及び c がいづれも遮断せらる。l の位置が X' の時は D と C とが通じ E 及び b が遮断せらる。l の位置が Y' の時は D と E とが通じ b と c とが通ずる。更に b と D とが装置を通じて連絡する。



20 の代りに第 11 圖のコックを用ひると排氣時間が早くなるが相當大形になる缺點がある。油真空ポンプを更に 1 個使用し H に連結しコック 17 より水銀吸上用空氣を引出

す時は水銀を吸上げながら爐管を排氣し得るので著しく時間を節約する事が出来る。

本装置に依る鋼の水素分析操作及び分析結果に就ては追て発表の豫定である。

本研究は日本學術振興會第 19 小委員會依委員長はじめ委員各位の多大なる御援助、研究補助並に當研究室助手中村良夫氏、同白石眞三郎氏其他の諸氏の熱心なる實驗の結果完成せるものである。茲に謹んで感謝の意を表する。

鐵及鋼水素分析装置(第3報)

分析操作及び分析結果

宗宮尚行・中村良夫・白石眞三郎*

APPARATUS FOR THE DETERMINATION OF HYDROGEN IN IRON AND STEEL BY THE VACUUM HEATING METHOD, III. PROCEDURE AND RESULTS OF ANALYSIS

Takayuki Somiya, Yoshio Nakamura and Shinzaburo Shiraishi

SYNOPSIS:—The procedure of the analysis and the results of the analysis of steel specimens were described.

第1報及び第2報(本誌, 第27年第3號, 184頁, 第5號293頁.)に於て報告せる分析装置を使用し實驗する際の操作並に試料を分析せる結果を次に報告せん。

装置の組立操作

装置各部分を重クロム酸カリを硫酸に加へたる洗滌液で洗滌し次に水でよく洗ひ乾燥し接手にグリースをつけながら枠に無理のない様に取付けスプリングにて締め又コックにもグリースをつける。第2報第9圖のb及びcには P_2O_5 を入れたポートを入れる。擴散ポンプや真空計に水銀を入れて取付ける。

真空用グリースは市販品より揮發分を除去せるものを多少温め軟くして使用し且氣泡の生ぜざる様に注意して塗る。毛管コックに塗る時は塗り過ぎて孔を塞がざる事が必要である。水銀は硝酸にて洗滌し次に蒸溜精製せるものを使用した。

装置の氣密試験

氣密試験 装置の組立が終れば空氣の漏洩があるや否やを試験する。

真空油ポンプに依る試験 水銀捕集ポンプ迄 第2報第9圖 B-コック 21-b-D-コック 20-コック 25-E を通する様にコック 20 及び 21 を開く。又コック 23 を開きコック 24

を閉ちコック 25 を開きコック 22 は圖の如く上下のみに通する様に即ち 21-22-E となし油真空ポンプを働かせ真空計 m の水銀面の差が殆ど無くなりたる時コック 25 を閉ち。暫時放置して空氣漏洩の有無を検査する。漏洩なきを認めたる時は水銀滴下ガス捕集装置の下部水銀槽に水銀を満しコック 17 及び吸上管下部コック 16 を閉ちコック 18 及び 19 を開き c を E に連絡する様にコック 20 を調節す。即ち c-20-E となしコック 25 を開く。大型コックを回轉する時は熱い風をコックに吹き當て、グリースを軟くしたる後靜かに回轉し横線の残らざる様に注意する。油真空ポンプで排氣しコック 25 を閉ち真空計 m にて前と同様に真空を試験する。これ等の試験で真空計 m の水銀面の位置が變る時は接手、コック等のグリースの塗り方やスプリングに依る締め方が不充分であるか或はガラス管に小孔がある爲である。これ等の漏洩箇所はテスラコイルにて容易に探知する事を得る。接合部の不良な時はグリースをベンゼンにて除去して塗りなほす。又ガラスの小孔のある場合は融着する。もし不可能な場合はグリース、ワックス、セメント等にて小孔を充填し再び真空試験を行ふ。完全に真空が保たるゝを確めたる後次の操作に移る。

コック 25 を閉ちコック 17 を外氣に連續せしめ乾燥空氣を靜かに e 及び j に入れ水銀を下部水銀槽に戻した後コック 16 を開き次にコック 17 及び 25 を回轉して油真空ポンプに連結する。下部水銀槽の水銀はコック 16 より入

* 東京帝國大學工學部工業分析化學研究室