

硫酸ガスとし、これを澱粉を指示薬として加えた沃度溶液に通じつゝ、沃度澱粉色の褪色するに至れば直ちに沃度標準溶液にて最初の色状の呈する迄滴下する。

- 装置: 1. 酸素清浄装置及び流量計  
2. 燃焼炉 記載略  
3. 滴定装置 沃度澱粉液を入れた二箇のガラス円筒を比色に便なる様に外光線を両瓶に平均に透光し並置する。一つは比色標準用とし他は吸収用とする。滴定には成るべくマイクロビュレットを使用する。

操作: 燃焼管内を約 1300°C に熱し比色瓶、吸収瓶には同一の任意濃度の淡青色沃度澱粉液を二分し、各々約 60~80cc 入れ吸収瓶にはキャップのガラス管の先端を挿入し置く。試料は助燃剤と共にポートに入れ磁製蓋を為して燃焼管の中央部に挿入し気密栓を施す。予熱後試料が可燃状態に至れば直ちに酸素を毎分約 1300~1500cc の割合で送入し、沃度澱粉色の褪色し終らざる内に標準比色瓶と比色しつゝ同色状を呈する迄沃度標準溶液で滴定する。褪色の進行が終れば酸素の送入を止む。次式に依り硫黄量を算出する。

$$\frac{(\text{沃度標準溶液 cc} - \text{空実験値 cc}) \times \text{力価} \times 0.01}{\text{試料 g}} = \text{S\%}$$

備考: (1) 沃度標準溶液は約 2.5g の沃化カリを約 2cc の水にて溶解しこれに昇華沃度 0.7918g を溶解し水にて 1l に稀釈する。本液 1cc は 0.0001g S に理論的に相当するが、標準鋼を用い本液の力価を検定するを要す。

(2) 吸収液、比色液は操作後これを合して攪拌後二分し澱粉の変質せざる迄引続き使用に供し得られる。この淡青色濃度は比色に便なる様任意とする。

(3) ビュレット内の標準溶液は揮発性の為、残液を暫時放置せしめたる時は棄却するを要する。

(4) 試料及び助燃剤はデジケータ中で水分を除去することが必要である。

#### IV. 結 言

現行燃焼法と比較し次の事が考えられる。

(1) 本分析法は燃焼中に滴定を完了し更に迅速であり、又吸収液を引続き使用に供し得られる為多数の試料を処理するには連続的に操作し得て便利である。

(2) ポート蓋を使用することにより、更に再現性も良好となり且つ、酸化鉄ダスト発生 of 困難も減少し、又燃焼管内の汚れ防止にも甚だ有効である。

(3) 現行燃焼法に於ける過酸化水素水の純度、又吸収率向上の為の安定剤の添加の考慮は必要としないので、試薬の準備その他は甚だ簡易である。

(4) 滴定の終点は極めて鋭敏であり標準溶液の 1~2 滴の過不足も判別し得られ、空実験値は精密に測定し得られる。

以上の諸点に於いて硫黄燃焼法は更に向上したものである。猶本法はフェロアロイ、鑄鉄、石炭、重油中の硫黄定量に同様適用せられているが、今回は主として鋼の場合に就いて実験を行つた。

#### 文 献

- 1) J. Kassler: Untersuchungsmethoden für Roh-eisen, Stahl und Ferrolegierungen., (1939) 40.
- 2) 細田: 學振 19委 (1951) No. 2326.

### (86) 各種鐵鋼のガス含有量に及ぼす熱處理並びに抽出温度の影響

(Effects of Heat Treatment and Extraction Temperature for the Gas Content of Iron and Steel.)

日立製作所安來工場冶金研究所

菊田光夫・○木村 伸

#### I. 緒 言

鐵鋼中のガス含有量は、その原料組成製鋼法等により異なることは一般に周知の事実であるが、その後の履歴例えば鍛造圧延等の熱間加工を行つた際、また実際には多くの場合使用目的に応じて熱處理を施すから、若し試料中のガスがこれ等熱處理の影響を受けるならば素材のガス含有量を以つて最終製品のガス量を云々出来ない。又ガス分析を行ふ際そのガス抽出温度によつて各ガスの抽出値が異なることは当然で、この点も詳細に究明しておく必要がある。著者等は上述の見地より各種鐵鋼について真空熔融法によるガス分析装置を用いてこれ等熱處理の影響並びにガス抽出温度の影響について検討した。その結果を報告する。

#### II. 分析装置について

分析装置の主要部分は、(1) 装置内を  $10^{-6}$  mmHg 程度の高真空となす部分、これは油回転ポンプ及び油拡散ポンプを使用。(2) 試料の加熱熔解部、W線コイルを発熱体とし輻射熱透過用二重 Mo 板円筒からなる加熱炉に黒鉛坩堝を入れ、この中へ試料を投入して加熱熔解する。(3) ガス抽出捕集部分、発生ガスは水銀拡散、噴出両ボ

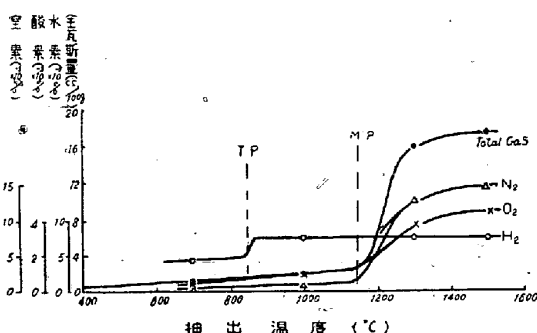
第 1 表 瓦斯含有量に及ぼす熱處理の影響 (高速度鋼 1500°C 抽出値)

抽出瓦斯	熱處理		850~900°C		850~900°C		850~900°C		850~900°C	
	燒	鈍	燒	鈍	燒	鈍	燒	鈍	燒	鈍
Total Gas (cc/100g)	17.11		18.89		20.19		15.39		12.60	
H <sub>2</sub> (%)	0.00037		0.00005		0.00005		0.00004		0.00004	
O <sub>2</sub> (%)	0.0038		0.0077		0.0088		0.0068		0.0059	
N <sub>2</sub> (%)	0.0139		0.0118		0.0139		0.0092		0.0094	

ノブにより速やかに抽出ガス溜に捕集する。この容量はマックレオード真空計により算出する。(4) 分析装置部分、吸収剤として五酸化磷、アスカライト、酸化剤として CuO を用いている。

### III. 抽出温度の影響

試料を前述分析装置によつて加熱しガスを抽出する際の温度を低温度より階段的に種々変えて、その抽出温度とその温度に於ける所の各ガス抽出量との関係を求めたもので、その一例を示すと第 1 図の如くである。



第 1 図 瓦斯抽出温度と抽出瓦斯量の関係 (高速度鋼焼鈍材)

即ち全ガス量について見ると試料の熔融点以下では極く僅かづきの抽出量であり、加熱温度が上昇するに従い漸増するが熔融点以上で急激に抽出量が増加してくる。又抽出温度が高い程その温度に於ける抽出量は短時間で saturate する。これを各ガスについてみると、水素は何れも変態点以上に加熱すれば完全に抽出されるが、酸素窒素は熔融することによつて抽出量が急増し、酸素は 1500°C でも尚不充分であり尚残存しているものと思われる、又窒素について炭素鋼の場合は 1500°C で殆んど抽出されるが特殊鋼では尚不完全である。これ等は特殊鋼に於いて各種合金元素の影響による氧化物、或いは窒化物の分解が尚不充分の故ではないかと考えられる。尚 Cr の高いもの程窒素含有量が高い傾向にある。

### IV. 熱處理の影響

各鋼種の試料をそれぞれ實際使用目的に応じた各種の

熱處理を施し、それ等各種熱處理を行つたものについて上述の分析装置により 1500°C でガスを抽出し含有量を求め、ガス含有量に及ぼす熱處理の影響について検討した。その一例を示すと第 1 表の如くである。

即ち第 1 表の結果から、水素窒素は油焼入或いはこれを焼戻した場合いづれも減少するが、酸素の場合は油焼入によつて増加し焼戻によつても同様減少している。

### V. 結 言

以上実験結果を要約すると

(1) 真空熔融法ガス分析装置を用いて各種鉄鋼のガス含有量に及ぼす熱處理並びに抽出温度の影響について検討した。

(2) ガス抽出温度と抽出ガス量の関係については、水素は変態点以上の加熱で完全に抽出されるが、酸素、窒素は熔融点以上の加熱で抽出量急増し 1500°C でも尚充分ではなく若干ガスが残存しているものと思われる。

(3) 熱處理の影響については、素材を焼入することにより酸素が増加の傾向を示し特に水焼入の際は水素も共に増加するが窒素は減少の傾向にあり、これ等を更に焼戻その他の再熱處理すれば何れのガスも減少の傾向にあることが判明した。

## (87) 鋼中金属アルミニウム, アルミナ, 窒化アルミニウムの分離定量法に就いて

(Determination of Metallic Aluminum, Alumina and Aluminum Nitride in Steel.)

日本鋼管 K.K. 川崎製鐵所技術研究所

工〇井樋田睦・川野 稔

土田正治・後藤静男

### I. 緒 言

アルミ脱酸鋼の諸性質を調べるには、その中の金属アルミニウム、窒化アルミニウム、及びアルミナの三者を