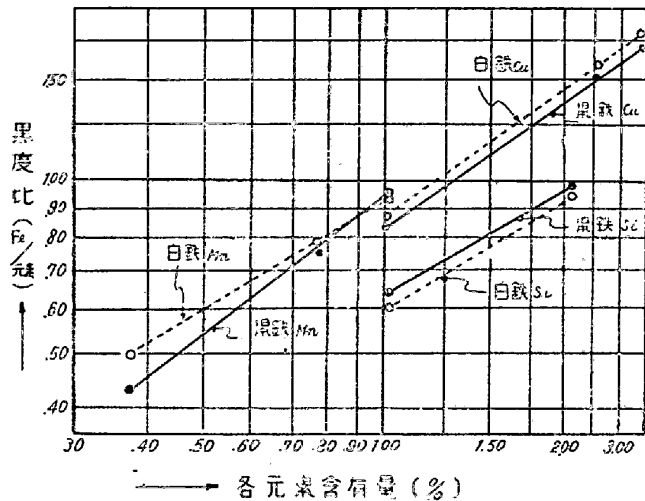


(2) 標準試料の検量曲線

同一乾板に同一条件で毎回研磨して白銑及び鼠銑の3組を各々5回宛撮影し各元素の黒度比を求め、その平均値からそれぞれの検量線を描くと第2図の如く両者は一致せず組織により異なる傾向を示すことが判る。



第2圖 白銑及び鼠銑の検量曲線(1例)

V. 定量結果

白銑と鼠銑とを類別してそれぞれの検量線によつて測定した結果は、両者共に4~7%の偏差率を示した。

VI. 結 言

分光分析に於ける銑及び鑄鉄試料調製法の簡易化とSi定量値の安定化に就いて二、三の実験を行つたが、その結果を括約すると次の如くなる。

- (1) Si 定量値の再現性不良の原因は組織による影響と考えられる。又 Mn, Cu も若干変動する。
  - (2) 化学分析による Si の定量値と分光分析による黒度比の値とは組織に対して傾向は逆である。従つて分光分析に於いてはその組織により区分して定量することが必要である。
  - (3) 熔銑の場合は金型により試料を白銑化すると好都合である。
  - (4) 鼠銑の場合はコアードリルを使用すると試料の採取が容易である。
  - (5) 焼銑、焼入等熱処理に依つて組織を変化したものも同様に、黒度比に変化があるので注意を要する。
- 尙誘導型積算電力計を使用して露出調節を行うことによつて容易に 100±2.5V の範囲内に於ける電圧の変動による黒化度の差異を抑制し微光度計も迅速に操作し得る様になつたのでその概要も併せて報告する。

(92) 磁氣水銀陰極電解装置による鐵の分離について

(Iron Separation by the Electrolytic Apparatus with Magnetic Mercury Cathodes)

住友金屬工業製鋼所技術部研究課

○桐山静男・岸 俊也

I. 結 言

我々は工場分析に於いて一つの元素の定量に際し圧倒的に多量共存せる妨害元素を予め除去するの必要に屢々遭遇する。特にその定量する元素が微量である場合、例えば Nodular 鑄鉄中の Mg, 鉄鋼中の B, 及び微量の Al の定量等に於いては多量の鉄を予め簡単に能率よく除去する事が出来れば後続操作は非常に容易になる。

従来よりこの鉄の除去に対しては(1)鉄を錯塩として抑える方法、(2)沈澱として分離する方法、(3)エーテル抽出による方法、(4)水銀陰極電解装置により電解分離する方法等が行われているが、(1)はその錯塩化の条件に種々なる難かしい問題があり、(2)は可検元素の吸着吸蔵による損失の懸念があり、(3)のエーテル分離法はその抽出能率に影響する因子が多く、これによる完全分離の困難なる事、火気の危険等何れも実際使用上種々なる難点を有している。

これに反し(4)の電解分離法はこの目的のためには鉄を完全に分離し得ると云う点に於いて最も信頼出来るものとされている。然し乍らこの電解分離法は従来より工場分析に於いて日常余り利用されておらない現状の様である。それは一つに電解能率が悪かつたからである。即ち八幡製鉄、池上博士によれば Melaven の電解装置を用いて Fe, 0.2g の電解では 70~120 分を要し(電流密度 0.16A/cm<sup>2</sup>)尙最低 0.5mg 位の Fe が残留する。Fe, 0.5g では 30 分で残留鉄は 62% であり、約 10% 以下になるには 120 分を要し 270 分を経過するも残留鉄は 1mg 以下にならぬとし且つ Fe, 0.5g 以上の如く大多量の Fe になると他の方法により予め大部分の Fe を除去した後電解法によらねばならぬと述べている。

かくの如く本電解法は Fe の完全分離に対し長時間を要し又大多量の Fe の分離には更に能率が悪いため使用出来ない。この事は著者等の最終目的とする微光元素の定量に対し勢い試料を多く採らねばならぬ場合に適用不能となり、この定量のため Fe を能率よく完全に除去せんとする言々工場分析者にとつてはまさに致命的であ

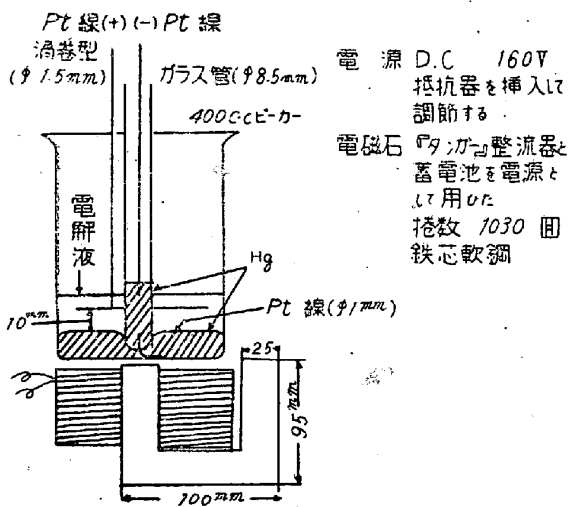
この原因として考えられる事は可検溶液中の Fe が水銀表面に附着され、更に電解の進むにつれてそこに Fe に富化された硬い Fe-Hg アマルガム皮膜を生成する、これがため電解はそれ以上進行しなくなるものと思われる。

そこで著者等は多量の鉄を一度に能率よく除去し得る電解装置の改良について検討した結果、E. J. Center による磁気水銀陰極電解装置が最も電解分離効率良好なりと思われた。そこで早速これを試作し二、三の実験を行った結果、1g の Fe を約 30 分で殆んど完全に能率よく除去し得る見透がいたので次にそれらの結果の概要を報告する。

## II. 實 験

### A. 電解装置

電解装置は第 1 図に示す如く E. J. Center の装置に準拠せるものであり、唯溶液の冷却を外部よりピーカー



第 1 図 磁気水銀陰極電解装置

第 1 表 磁気水銀陰極電解装置による鉄の電解分離効率の比較

電 解 装 置	電解液酸濃度	電 解		勵磁電流 (A)	液 温 (C°)	電解後の Hg 表面の状況	全 残 留 Fe 量	
		電流(A)	時間(分)				mg	%
従來の melaven の装置	0.034N ~1.0N	6.5	70*	—	18~20	皮膜を生ず	18.96	1.9
磁気水銀陰極電解装置	〃	6.5	30	なし	〃	皮膜を生ず	14.74	1.474
	〃	6.5	30	4~5	〃	少し皮膜を生ず	6.08	0.608
	〃	9.0	30	なし	18~25	皮膜を生ず	1.74	0.174
	〃	9.0	30	4~5	18~25	少し皮膜を生ず	1.30	0.130
	〃	13.5	30	なし	18~40	少し皮膜を生ず	trace	
〃	13.5	30	4~5	18~40	皮膜を生ぜず	Nil		

\* 水銀 2 回更新

或いは銅製容器にて行い、(原案は溶液内部に冷却管を入れる) 又永久磁石の代りに電磁石を使用した。

本装置の改良原理は水銀の下に強力なる磁石を置き溶液及び水銀を直流モータの原理に従つて互に反対方向に廻転せしめ、且つ水銀表面の Fe を吸つたアマルガムを磁石により、ピーカーの底に吸引し、常に表面が新しい水銀によつて電解され、又水銀表面の Fe の再溶解が防がれると云うものである。

### B. 電解効率に関する実験

次に本装置により鉄 1g を用いて二、三電解条件を変えて電解を行い、水銀表面の Fe-Hg アマルガム皮膜の生成状態及び電解終了時溶液中の残存 Fe 量を定量しその電解効率を実験した。その結果は第 1 表に示す。

第 1 表の結果より次の事柄が解つた。

(a) 電磁石を使用した場合は、使用しない場合よりも電解効果は大であり、水銀表面に於けるアマルガムによる皮膜の出来方が遙かに小である。

(b) 電解電流の大なる程 Fe の分離は良好となり残留 Fe 量は小になる。

(c) 電解電流の小なる程、局部的に Fe に富んだ硬い皮膜を生じ(陰極表面)、電解電流の大なる程(13A 以上) Fe は水銀中に分散するためか Fe-Hg アマルガムは軟かく流動性に富んだものになる。

(d) 本電解装置は電解電流 13.5A、30 分の電解により 1g の Fe は完全に除去出来る。

## III. 總 括

以上の二、三の実験結果に示す如く従来困難視されておつた多量の Fe の電解分離を本電解装置を用いる事に依り 1g の鉄を約 30 分(13.5A) で完全に能率よく分離する事が出来る様になつた。

現在当所に於いては主として鉄鋼中の微量 Al, Mg,

B等の定量に於ける Fe の分離に實用しその電解効率を従来より約 10~20 倍向上せしめ、分析能率をあげている。

### (93) 非金属介在物電解法に於ける炭素鋼線材の黑色残渣(電解残渣)について

(Black Residues i. e. Electrolytic Residues from Carbon Steel Wire Rod in Electrolysis of Non-Metallic Inclusions)

日本針布株式会社技術部 木内昭季

#### I. 緒言

先に著者は炭素鋼線材を硫酸法によつて処理した際生ずる黑色残渣を国産、外国産の種々線材についてその量を測定し、比較し、元素分析をなし、更にそれが如何なる化合物として存在するか若干検討し、その結果を第1報、第2報、第3報として報告したが、鉄鋼非金属介在物測定に用いられる電解法(学振法)によつて炭素鋼線材を処理した場合に生ずる黑色残渣(電解残渣)について同様検討した処硫酸法の場合に比較して異なる結果が得られた。即ち国産、外国産線材共硫酸法より多くの残渣が得られた。

#### II. 電解残渣量の測定

##### 1. 試料

試料は第1報、第2報と同じく、即ち C 0.5~0.6%, Mn 0.66~0.83%, 形状は径 5.5m/m, 長さ 250~300 m/m の Rod の鋼片を用いた。

##### 2. 実験方法

##### A. 白金極板から落ちた電解残渣中の鉄片の分離

電解装置及び電解溶液は学振法の電解法と全く同じで、唯異なる点は銅極の代りに白金極を使つたことである。一定時間電解を行い電解が終つたならば清浄なる別

の U ビーカーに電解鋼片を移し、電解液はそのビーカーに注意しながら傾斜法にて電解残渣と共に移し、これによつて白金極板から剝離し落ちた鉄片を分離した。鉄片は重いので分離は容易であつた。この鉄片の量を知るために No. 5A 濾紙にて濾し取り、クエン酸アンモン 2% 溶液にて 2~3 回、水にて数回洗滌後、95% アルコールにて 2 回洗い、乾燥秤量したるに第1表に示すようにその量は無視し得ない量であることがわかつた。従つて必ず傾斜法にて電解残渣と鉄片との分離を行つた。

##### B. 測定方法

電解の装置及び操作は学振法と全く同じで炭素鋼片 1~5 本を用い、これを陽極とし、白金板を陰極とし電圧 1V にて 1.0~3.2Amp の電流を通じて電解を行つた。電源はセレン整流器より得た。電解は数時間続けた。

鋼片は別の U ビーカーに移し、このビーカーに電解に使用した電解液と共に電解残渣を傾斜法によつて静かな流し込み、白金極板から剝離して落ちた鉄片を出来るだけ丁寧に除去した。この鉄片は棄却した。次に鋼片に附着している残渣は鋼片を電解溶液の中に入れ置き、液中にて鋼片と鋼片とを摺合せて剝離し、後拇指と食指を用いて剝脱した。電解後試料表面に附着している電解残渣の剝離は鋼片 1~2 本を同時に陰極に使用した時には学振法の電解法のように指摘で行い得たが鋼片 3~4 本以上を同時に陰極に用いる時には高炭素鋼線材の場合には残渣は固く附着して拇指と食指を用いて剝離さず事が困難であり、且つ多くの時間を要したので電解液中にて鋼片と鋼片とを摺合せて剝離し、大部分の残渣を剝脱し、残る部分は指頭で剝離した。

残渣は重量既知の濾紙に濾別し、クエン酸アンモンの 2% 溶液にて数回洗滌し、次に水で洗い最後に 95% アルコールにて 2 回洗つた。この残渣は濾紙共にテックス製容器(重量既知)に入れ 170~200°C にて真空加熱乾燥をし、同じようにして測つた上述の重量既知の濾紙の重さを引いて残渣量を第報の方法によつて求め第2表

第 1 表

試料記號	電解中に溶解した鋼片量 (g)	白金板から落ちた鉄片量 (g)	試料記號	電解中に溶解した鋼片量 (g)	白金板から落ちた鉄片量 (g)	試料記號	電解中に溶解した鋼片量 (g)	白金板から落ちた鉄片量 (g)
スエーデン			國産			國産		
SF	22.0	0.156	I	10.2	0.020	6 G	8.9	0.028
SG	15.4	0.202	I	14.4	0.084	7D2	16.1	0.260
SG	23.3	0.243	I	19.8	0.246	7D5	17.5	0.208
SI	17.2	0.189	M	8.8	0.026	7D6	17.3	0.173
SI	24.3	0.062	M	12.3	0.119	7 J	18.0	0.022
SI	19.2	0.152	M	23.2	0.278			
SN	17.2	0.086	V	9.3	9.020			