

## 軸受鋼のリング壓壊値等に及ぼす不純物の影響

(軸受鋼の研究 III)

(本会第 45 回講演大会にて (昭 28. 4) 講演)

出口 喜 勇 爾\*

INFLUENCES OF IMPURITIES ON THE RING CRUSHING  
VALUES ETC. OF THE BALL-BEARING STEEL

(Study on the Ball-Bearing Steel III)

*Kiyoji Deguchi*

## Synopsis:

(1) The author made clear for the first time that the properties of the ball-bearing steels are influenced by raw melting materials even when they have the same chemical compositions, C, Si, Mn, P, S & Cr as specified; that is, the samples made of the armco iron as the raw materials for melting show lower hardness after annealed, more shallow-hardened depth by Jominy test after quenched, and higher ring crushing strength in comparison with the samples made of the return-scrap in plant. (2) With the presumption that these differences of the properties would be caused by small quantity of the contained impurities, N, Ni & Cu, due to the raw materials for melting and also by Sn, Pb & As, by comparing the contents of the impurities in both samples, the author added these impurities artificially to the samples made of the armco iron as the raw material for melting and tested the relation between these added quantities and the changes of the properties. (3) According to the results tested 3 times, changing N in about 0.003~0.025%, the hardness after annealed, hardened and tempered increases a little and the ring crushing strength after hardened and tempered decreases generally with increase of N. (4) By increasing each of Ni and Cu up to about 1.0%, the transformation temperature decreases distinctly with the former, but it does not clearly with the latter. However, both of them make increase of the hardness after spheroidizing annealed. Concerning to the ring crushing value, a little increase can be seen in some of the former but monistic change is not recognized, and in the latter, some decreases or no monistic change are acknowledged. (5) According to the results tested with addition of each Sn, Pb & As up to about 1.0%, the transformation temperature increases a little by Sn & As, but is not influenced by Pb, and the hardness after spheroidizing-annealed is not influenced by Pb at all, is made a little higher by As, and is raised up most markedly by Sn. The hardness after hardened and tempered shows the inclination for a little increase in each case. The ring crushing strength decreases most remarkably by increase of Sn, and great difference in the declining extent of the crushing value is not observed between As and Pb increased until about 0.3%, but the decline of the value is seen more remarkable with As than with Pb when added more than the above. (6) The changes of microstructures by addition of the said impurities were investigated, and further electron-microscopic study or research by special etching method were carried out on some cases. (7) As mentioned above, proving with the numerical values resulted from the concrete tests that the properties of the samples made of the armco iron as the raw material for melting approach generally to those of the samples made of the return-scrap in plant when we added artificially the impurities, N, Ni and Cu, or Sn, Pb and As to the-samples from the armco iron, it made the initial step to clear the problems influenced by raw materials.

## I. 緒 言

立場から研究した。すなわち、化学成分が等しくとも、

軸受鋼に含まれる不純物の影響を主として熔解原料の

\* 日本特殊鋼株式會社

溶解原料として工場内巡環スクラップを使用した試料とアームコ鉄を使用した試料とでは、両者の諸性質に差異のあることを始めて明かにし、つきにかゝる溶解原料による影響が主として何に基因するかを明かにするためにアームコ鉄を原料とした試料に N, Ni, Cu, Sn, Pb, As を加えて人工的に汚染したものにつき試験して比較検討した。

**II. 溶解原料に工場内巡環スクラップを使用した試料とアームコ鉄を使用した試料との諸性質の比較**

1) 第1回試験

(a) 試験方法および試料

試験用高周波電気炉により 20kg 鋼塊を熔製し、これを  $\phi 50\text{mm}$  に鍛伸（鍛錬係数約 5.0）し、焼鈍したときの硬度、顕微鏡組織、鍛造して仕上げた標準寸法のリング（外径 80, 内径 60, 高さ 20mm）の焼入焼戻後の硬度、圧壊値を比較した。溶解原料として使用した工場内巡環スクラップおよびアームコ鉄の成分をつぎに示す。

種 別	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu
スクラップ	0.38	0.20	0.50			1.11	0.49	
アームコ鉄	0.05	0.03	0.08	0.003	0.015			0.02

アームコ鉄を原料として軸受鋼を熔製するには、まずアームコ鉄を溶解し、Si 約 0.2, Mn 約 0.3% となるようにシリコマンガで脱酸し、0.005~0.01% の Al で鎮静し、グラファイトで C 約 1.0% となるように加炭し、これを原鋼として使用した。しかし後程溶解した試料では、アームコ鉄および銑鉄の一部を炉に装入、送電熔落後銑鉄の残部を投入し、続いて差物をしたものもある。

試料の化学成分を第1表 No. 1, 2 に示す、

(b) 試験結果

これら両試料の変態温度を第1表に附記した。スクラップ原料の No.1 の方が  $A_c$  が若干高いのは C がわずかに低いため、 $A_r$  が低いのは含有不純物のためと考えられる。つきに、軸受鋼の球状化焼鈍方法としては不完全なものであるが、都合により 780°C 焼鈍した後のブリネル硬度をつぎに示す。No.2 の方が C が若干高いにもかゝらず硬度は約 30 だけ低い。また顕微鏡組織は、No.1 は、炭化物が比較的粗粒で縞状に分布し、No.2 は炭化物の分布均一で粒状化も No.1 よりは良好である。またリングを 850°C 油焼入、150°C 焼戻して圧壊

No.	焼鈍硬度 ブリネル	焼入硬度 HRC	焼戻硬度 HRC	リングの圧壊値 kg
1	平均 205	65.3	63.1	3,850
		65.2	63.3	3,350
		65.0	63.0	3,600
2	176	64.3	62.5	4,650
		64.3	62.0	4,350
		63.9	62.6	4,370

試験を行つたところ、No.2 は No.1 に比し焼入および焼戻硬度は少しく低く圧壊値ははるかに高い。

以上では、アームコ鉄原料の試料はスクラップ原料の試料に比し C 量が若干高かつたので、これを出来るだけ等しくした試料につき再検討した。

2) 第2回試験

(a) 試験方法および試料

前回と同様であるが、たゞ熔製した鋼塊は 8kg であり、これを  $\phi 30\text{mm}$  に鍛伸し、970°C 焼準、790°C 徐冷（約 5°/hr）して完全に球状化焼鈍を行つた。使用したスクラップおよびアームコ鉄の成分はつぎのとおりである。

種 別	C	Si	Mn	P	S
スクラップ	0.13	0.27	0.44	0.020	0.005
アームコ鉄	0.03	0.02	0.02	0.003	0.014

種 別	Cr	Ni	Cu	O	N
スクラップ	0.12	0.16	0.12	0.0081	0.0070
アームコ鉄	0.01	nil	tr	0.0333	0.0017

熔製した試料の化学成分を第1表 No. 3, 4 に示す。

(b) 試験結果

変態温度は第1表に附記したごとくスクラップ原料の試料 No.3 の方がわずかに低い。球状化焼鈍後のブリネル硬度は No.3=179, No.4=160~170 で、No.4 の方が少しく低い。参考のために清浄度を測定したところ A, B 両介在物ともに、No.3 の方が多く、平均厚さはわずかに大きいか、あるいは差が認められない。

No.	A 介在物		B 介在物	
	清浄度	總平均厚さ $\mu$	清浄度	總平均厚さ $\mu$
3	2.6	6.9	6.9	3.4
4	1.9	6.2	5.4	3.4

つきに球状化焼鈍後両チャージのリングを 830 および 850°C  $\times 15\text{min}$  加熱油焼入、140°C  $\times 1\text{hr}$  焼戻して圧壊試験を行つたが、その際負荷方向の直径の破壊するまで

第 1 表

No.	化 學 成 分 %											ガ ス
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	Sn	Pb	As	O
1	1.00	0.24	0.48	0.038	0.038	1.43	0.45	0.23				0.0049
2	1.07	0.13	0.57	0.014	0.031	1.57	0.07	0.17				0.0053
3	1.07	0.17	0.38	0.023	0.011	1.47	0.14	0.10				0.0039
4	1.07	0.18	0.38	0.013	0.019	1.46	nil	0.05				0.0060
6	1.07	0.22	0.45	0.030	0.009	1.53						
5	1.07	0.22	0.44	0.031	0.014	1.51						
7	1.06	0.13	0.57	0.014	0.031	1.57						0.0031
8	1.08	0.28	0.35	0.014	0.013	1.56						0.0046
9	1.06	0.30	0.43	0.008	0.020	1.60						0.0044
10	1.04	0.21	0.50	0.014	0.020	1.46						0.0259
11	1.07	0.19	0.46	0.011	0.004	1.53	tr	0.06				
12	1.08	0.23	0.30	0.009	0.012	1.54	tr	0.06				
13	1.07	0.24	0.50	0.010	0.007	1.53	tr	0.07				
14	1.06	0.21	0.57	0.010	0.011	1.51						0.0025
15	1.08	0.20	0.51	0.011	0.012	1.67						0.0029
16	1.07	0.21	0.43	0.010	0.012	1.61						0.0031
17	1.09	0.21	0.46	0.012	0.012	1.63						0.0028
18	1.07	0.23	0.40	0.011	0.010	1.59						0.0014
19	1.06	0.13	0.57	0.014	0.031	1.57	0.07	0.17				0.0053
20	0.98	0.24	0.49	0.010	0.019	1.39	0.32	tr				0.0032
21	1.00	0.17	0.37	0.010	0.018	1.37	0.61	tr				0.0033
22	1.03	0.22	0.45	0.011	0.016	1.39	0.78	tr				0.0026
23	0.97	0.16	0.33	0.013	0.013	1.43	tr	0.33				0.0042
24	0.98	0.19	0.35	0.015	0.022	1.39	tr	0.63				0.0034
25	0.99	0.20	0.41	0.012	0.022	1.41	0.23	0.33				0.0023
26	1.07	0.12	0.53			1.46	0.33	0.06				
27	1.07	0.12	0.57			1.48	0.65	0.05				
28	1.05	0.16	0.60			1.53	0.71	0.06				
29	1.06	0.12	0.53			1.55	1.05	0.04				
30	1.04	0.12	0.53			1.59	tr	0.33				
31	1.08	0.14	0.58			1.46	tr	0.63				
32	1.07	0.12	0.56			1.54	tr	0.78				
33	1.06	0.21	0.57	0.010	0.011	1.51	0.05	0.04				
34	1.05	0.13	0.54	0.012	0.018	1.60	0.28					
35	1.08	0.15	0.53	0.013	0.018	1.56	0.59					
36	1.03	0.15	0.54	0.014	0.018	1.51	0.78					
37	1.04	0.19	0.56	0.013	0.019	1.56	1.00					
38	1.02	0.16	0.41	0.012	0.014	1.54		0.30				
39	1.04	0.19	0.46	0.013	0.014	1.56		0.59				
40	1.10	0.17	0.44	0.011	0.116	1.58		0.70				
41	1.09	0.23	0.49	0.011	0.013	1.48		1.04				
42	1.07	0.13	0.44	0.010	0.017	1.37						
43	1.05	0.21	0.42	0.007	0.023	1.48						
44	1.04	0.17	0.45	0.008	0.020	1.47			0.020			
45	1.05	0.21	0.51	0.008	0.018	1.52			0.068			
46	1.15	0.21	0.57	0.010	0.017	1.37			0.1			
47	1.11	0.22	0.54	0.012	0.016	1.42			0.3			
48	1.15	0.20	0.50	0.011	0.017	1.42			0.5			
49	1.06	0.20	0.52	0.007	0.022	1.47			1.0			
50	1.07	0.22	0.53	0.007	0.024	1.53				0.04		
51	1.10	0.21	0.50	0.008	0.022	1.53				0.08		
52	1.10	0.22	0.53	0.013	0.014	1.43				0.14		
53	1.12	0.20	0.54	0.011	0.013	1.45				0.3		
54	1.08	0.26	0.53	0.012	0.013	1.40				0.5		
55	1.10	0.19	0.48	0.008	0.027	1.43				1.0		
56	1.07	0.20	0.52	0.008	0.024	1.39					0.02	
57	1.09	0.21	0.48	0.008	0.026	1.43					0.05	
58	1.10	0.20	0.53	0.015	0.015	1.40					0.1	
59	1.17	0.22	0.54	0.016	0.019	1.36					0.3	
60	1.18	0.23	0.50	0.015	0.019	1.42					0.5	
											1.0	

第 2 表

量 %	変態温度 °C		備 考
	Ac	Ar	
0.0092	741~779	664~693	スクラップ原料
0.0035	745~770	685~710	アームコ鉄原料
0.0108	745~785	690~715	スクラップ原料
0.0019	750~790	698~722	アームコ鉄原料
			スクラップ原料
			アームコ鉄原料
0.0035			アームコ鉄原料
0.0056			同上+0.007% N
0.0117			同上+0.010% N
0.0157			同上+0.015% N
0.0040			アームコ鉄原料
0.0080			同上+0.008% N
0.0103			同上+0.01% N
0.0030	745~797	667~710	アームコ鉄原料
0.0078	739~785	670~692	同上+0.008% N
0.0121	744~793	672~700	同上+0.012% N
0.0165	745~786	670~700	同上+0.016% N
0.0268	737~790	657~690	同上+0.027% N
0.0035			アームコ鉄原料
0.0059			同上+0.3% Ni
0.0035			同上+0.6% Ni
0.0033			同上+0.8% Ni
0.0040			同上+0.3% Cu
0.0075			同上+0.6% Cu
0.0041			+0.2% Ni +0.3% Cu
			アームコ鉄原料+
			0.3% Ni
			同上+0.6% Ni
			同上+0.8% Ni
			同上+1.0% Ni
			同上+0.3% Cu
			同上+0.6% Cu
			同上+0.8% Cu
	745~797	667~710	アームコ鉄原料
	745~787	677~702	同上+0.3% Ni
	740~778	679~695	同上+0.6% Ni
	735~771	650~686	同上+0.8% Ni
	725~772	647~678	同上+1.0% Ni
	746~788	694~711	同上+0.3% Cu
	742~784	673~700	同上+0.6% Cu
	737~774	670~699	同上+0.8% Cu
	742~781	663~742	同上+1.0% Cu
	732~747	686~706	アームコ鉄原料
	725~750	685~710	同上+0.02% Sn
	725~747	680~705	同上+0.07% Sn
	730~752	680~710	同上+0.1% Sn
	745~763	692~712	同上+0.3% Sn
	747~765	700~715	同上+0.5% Sn
	747~760	695~720	同上+1.0% Sn
	735~750	692~707	同上+0.04% Pb
	738~760	694~710	同上+0.08% Pb
	742~758	692~708	同上+0.15% Pb
	734~757	694~707	同上+0.3% Pb
	745~760	692~710	同上+0.5% Pb
	733~756	690~723	同上+1.0% Pb
	725~750	680~707	同上+0.02% As
	735~755	685~705	同上+0.05% As
	740~768	697~712	同上+0.1% As
	745~760	695~715	同上+0.3% As
	750~760	700~720	同上+0.5% As
	758~780	705~727	同上+1.0% As

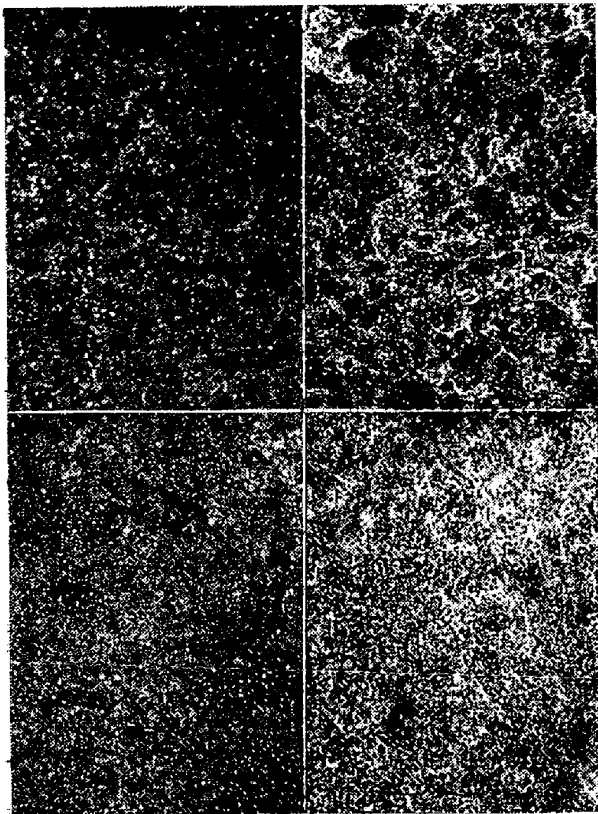
焼入温度 °C	No.	硬 度 HRC		リング圧壊値 kg	撓み mm
		焼 入	焼 戻		
830	3	64.0	62.6~63.0	3,850	0.75
		64.0	62.8~63.0	3,960	1.00
830	4	63.0~63.5	62.0~63.0	5,300	0.87
		63.0~63.8	62.0~62.8	5,160	0.93
850	3	65.0	63.8~63.9	3,420	0.63
		65.0~65.5	64.0~64.2	3,300	0.63
850	4	64.5~65.2	63.8~64.0	4,460	0.80
		64.8~65.6	63.8~64.0	4,300	0.80

の撓みをも測定した、その結果は第2表のとおりである。これによれば、No.4 は No.3 に比し、焼入焼戻硬度は若干低い傾向を示し、圧壊値はいずれの焼入温度のものでも約 1,000kg 高く、撓みはほとんど差がないかあるいは少しく大きい。圧壊試験残材の破面は 850°C 油焼入の場合は、明かに No.4 は良好なる絹状破面を呈し No.3 は破面に光沢がない。830°C 油焼入の場合には両者の差がそれほど判然としませんが、やはり No.4 の方がよろしい。

(c) 焼入焼戻試料の光学顕微鏡および電子顕微鏡組織  
 溶解原料による微量の不純物等によつて前記のようにリング圧壊値等に差が生ずるのであるから、顕微鏡組織においても当然何らかの差異が現われているのではないかと推定されるので、全圧壊試験残材の破断部近くにつき、硝酸アルコール腐蝕および電解腐蝕（電解液は無水醋酸 80cc, 60% 過塩素酸 15cc, 蒸溜水 5cc の割合、7~8 amp/dm<sup>2</sup>）して検鏡した。その一部を写真第 1 に示す。

これによれば、硝酸アルコール溶液腐蝕の組織において、No.4 の方がマルテンサイト基地の網目様組織が少しく多く現われているようであり、かゝる網目様組織の著しい方がリングの圧壊値は低いと思われるが、この場合は測定結果は逆であつて、網目様組織のわずかの差よりもマルテンサイト基地の性質の方が著しく影響していることを示す。またマルテンサイト基地に固溶しないで残存している炭化物粒は No.3 の方が多く、これは焼鈍組織において球状炭化物粒がこの方が大きかつたためであり、これがリング圧壊値を低下させる一原因と考えられる。電解腐蝕組織によれば、上記の傾向が少しく認められるところもあるが、基地に関してはあまり判然としない。

ところで溶解原料が異なろうとも炭化物粒そのものは

上段  
硝酸  
アルコール  
腐蝕下段  
電解  
腐蝕左側  
No. 3右側  
No. 4いずれも 850°C 焼入, 140°C 焼戻  
寫真第 1 ×400 (2/3縮寫)

No. 3

No. 4

いずれも 850°C 焼入, 140°C 焼戻. 硝酸アルコール  
腐蝕コロジウム膜, 一段法, JEM-4 型電子顕微鏡に  
よる 寫真第 2 ×7,500 (3/5縮寫)

異るとは考えられないが、基地のマルテンサイト組織はさらに高倍率で見れば何らかの差異があるのではなからうかと推定され、上記両腐蝕試料につき電子顕微鏡的に検討した。レプリカはコロジウム膜、一段法によりCr陰影を施し7,500倍で観察した。その一部を写真第2に示す。硝酸アルコール腐蝕試料においては、No.3はNo.4に比しマルテンサイトの針状組織が、視野によつて異るところもあるが全般的の検鏡結果では少しく粗いように思われる。しかし溶解原料によつてすべてこのようになるものか、またこの程度の電子顕微鏡組織の粗細が果してリングの圧縮値に影響をおよぼすかどうかは多数

の電子顕微鏡的試験を行つて見なければ断定出来ない。

### 3) Jominy 試験

焼入性におよぼす溶解原料の影響をさらに判然とさせるために、Jominy 試験を行つた結果およびこれらの試料を Sub-zero quench した場合も試験したので、それをも併せて報告する。

#### (a) 試料および試験方法

前回と同様にして熔製した 8kg 鋼塊の化学成分を第1表 No.5, 6 に示す。これを  $\phi 1 \frac{1}{4}$ " に鍛伸し球状化焼鈍後所定の Jominy 試験片に旋削し、つぎのように処理して試験片の水冷端よりの硬度分布および顕微鏡組織を調査した。

(i) 830°C × 20min 一端水冷

(ii) 同上後 140°C × 1hr 焼戻

(iii) 830°C × 20min 一端水冷, 30min 後液体空气中に 1hr 浸漬

(iv) 同上 (iii) を 140°C × 1hr 焼戻

(v) 860°C × 20min 一端水冷

(vi) 同上, 30min 後液体空气中に 1hr 浸漬

#### (b) 試験結果

前節 (i) の試験結果を第1図 (A) に示す。水冷端における両試料の硬度差はあまり判然としないが、スクラップを溶解原料とした No.5 の方が水冷端よりいずれの距離においても硬度が大であつて、HRC 40 以上を示すのは No.5 では  $8/16$ "、No.6 では  $5.5/16$ " である。つぎにこれを (ii) (iii) (iv) のごとく処理した場合いずれもこれにより硬度はあまり変わらないので、No.5, 6 の比較は第1図 (A) に示したのと大差がない。ところで (v) のごとく焼入温度を上げた場合の No.5, 6 の比較を第1図 (B) に示す。これを Sub-zero quench した場合の各試料の硬度変化は、それぞれ同図 (C) (D) に示すごとく、水冷端に近き部分においては両試料ともに 830°C 焼入の場合よりも Sub-zero quenching による硬度の増加が多い、けだし焼入温度が上昇したために残留オーステナイトの量が多くなり、従つてそれが Sub-zero quenching によりマルテン化する量も多くなつたためである。なお水冷端近傍における Sub-zero quenching による硬度増加率は No.6 の方が大きい、このように硬度が増加してもなおかつ No.5 に比し硬化深度の浅いことは同図 (E) に比較図示したとおりである。

### 4) 小括

以上述べたところによれば、軸受鋼の諸性質は、単に規格に定められた化学成分 C, Si, Mn, P, S, Cr のみなら

### III. N の影響

#### 1) 第1回試験

Nを添加するには、電解MnをNH<sub>3</sub>気流中で加熱して窒化し、N約8.65%の窒化Mnを作り、これをNの母合金として使用した。熔製した8kg鋼塊の成分を第1表No.7~10に示す。これら8kg鋼塊をφ30mmに鍛伸後、球状化焼鈍を行つた場合の硬度はつぎのとおりであつて、N含量が増せば焼鈍硬度は少しく増すことが知られる。焼鈍後の顕微鏡組織はNがこの程度に増しても大差が認められない。

No.	焼鈍硬度 ブリネル	焼入 HRC	焼戻 HRC	リング(φ78×65 ×高15mm)圧壊値
7	174~179	64.5	62.7	1,450
8	179~183	64.7	63.0	1,600
9	179~183	65.3	63.3	1,500
10	183~187	65.0	63.7	1,450

つぎに標準寸法および外径78、内径65、高さ15mmの2種のリングを作製し、850°C油焼入、150°C焼戻して圧壊試験を行つたところ、前者では焼入操作に不備の点があつたため後者のみの平均値を前表にあげた。これによればN含量増加により、焼入焼戻後の硬度はわずかに増加の傾向を示すが、圧壊値には一元的の傾向が認められない。

#### 2) 第2回試験

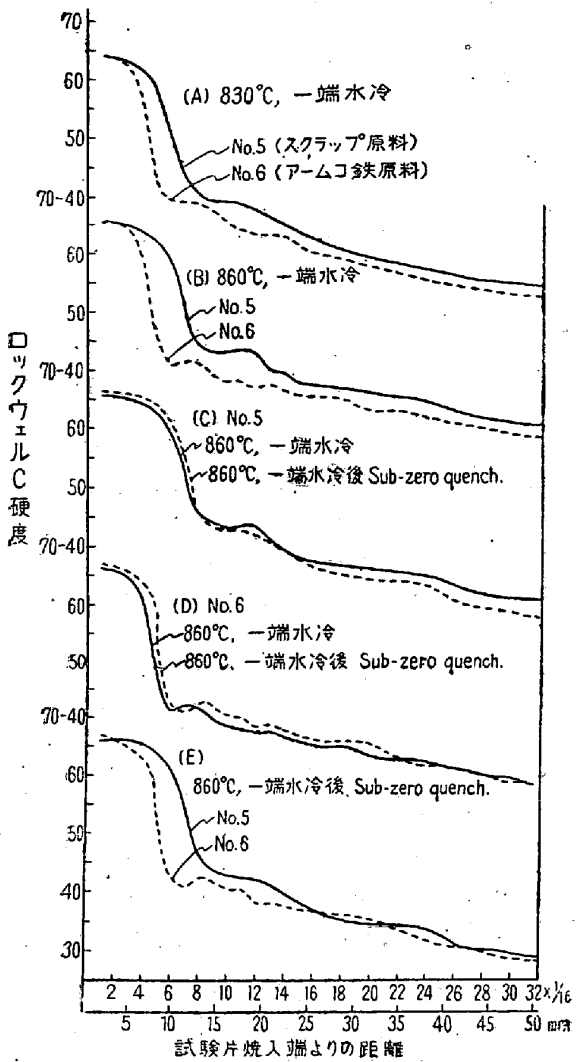
第1回と同様にして第1表No.11~13につき試験した結果をつぎに示す。

No.	焼鈍 HRB	焼入 HRC	焼戻 HRC	リング圧壊値 kg	撓み mm
11	87~88	66.2~66.5 66.0	64.1~64.6 63.5~64.3	5,730 5,600	1.50 1.23
12	88~89	65.6~66.0 65.8~66.0	63.4~64.0 63.1~63.3	4,760 4,480	0.85 1.15
13	89~90	65.5~65.7 64.5~64.9	63.3~63.4 63.0~63.5	4,580 4,370	1.30 0.75

これによれば球状化焼鈍後の硬度はN含量が高くなるごとくわずかながら高くなる傾向があるようである。標準寸法のリングを840°C油焼入、150°C焼戻したものではN含量が増すとわずかに圧壊値が低下するようであるが、撓みには一元的の影響は認められない。

#### 3) 第3回試験

前2回の試験結果が必ずしも一致しないので、さらに再試験した。ただし今回はNの母合金には窒化フェロクロムを使用した。これは最大5mm程度に粉碎したフェ



第1図

ず、溶解原料により、従つて溶解原料の差に基因する少量の不純物等により、影響されることを知る。すなわち溶解原料にアームコ鉄を使用した試料は工場内巡環スクラップを使用した試料に比し、焼鈍硬度は低く、焼入硬化深度は浅く、リングの圧壊値は高い。元来これらの試験は数年前から行つていたものであつて、当時工場製品のリングの圧壊値は規格の4,000kg以下のものが多くその原因を検討した結果、戦後のスクラップの不良という点に基因するところ大であると考えざるを得なかつた。

さて上記した不純物としてはNo.1および2, No.3および4を比較することにより、N, Ni, Cuをあげることが出来る。よつてアームコ鉄を原料とした試料にこれらを単独にそれぞれ適量添加した場合の影響を前後3回試験した、けだし添加量少量のためそれによる影響の一元的変化傾向が判然とし難いからである。この外にSn, Pb, Asの影響をも検討した。

第 3 表

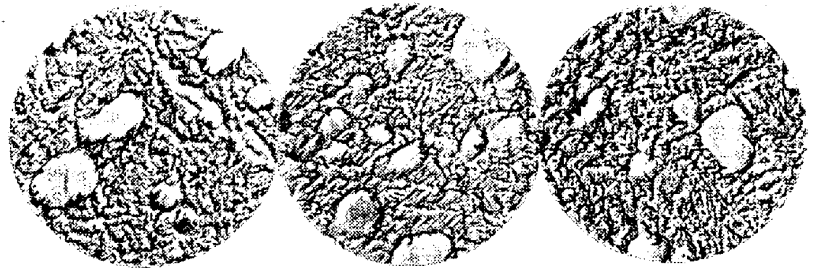
No.	焼鈍硬度 ブリネル	840°C 油焼入, 160°C 焼戻			830°C 油焼入, 145°C 焼戻		
		焼入硬度	焼戻硬度	壓壊値 kg	焼入硬度	焼戻硬度	壓壊値 kg
14	166	66.0~66.2	63.6~64.3	5,000	62.5~63.7	60.6~61.5	4,920
		66.2~66.5	63.3~64.0	5,000			
		64.5~64.7	62.7	4,250			
15	170	65.7~66.0	63.3~63.5	3,840	62.7~63.7	61.2~62.2	4,150
		65.5~66.2	63.2~63.6	4,150			
		66.0~66.3	64.0~64.2	3,630			
17	174	66.3~66.8	64.2~64.4	4,100	64.3~64.9	62.0~63.0	3,980
		66.5	63.7~64.3	3,500			
18	179	96.6	64.6~64.7	3,760	63.8~64.9	62.7~63.6	4,170

ロクロムを  $N_2$  気流中で約  $1,200^\circ C$  に 6hr 加熱窒化したもので N 約 1.5% を含有している。試料の化学成分を第 1 表 No. 14~18 に示す。なお同表に附記したごとく変態温度におよぼす N の一元的影響は認められない。

焼鈍硬度はかなりばらつきがあるが、概略の平均値は第 3 表に示すとおりであつて、一般に N 量が増すと硬度は少しく増すようであり、標準寸法のリングの圧壊値は N 含量が増すほど少しく低下するようである。

さて今回は N 含量が顕微鏡組織におよぼす影響を詳細に検討するために、圧壊試験残材の全試料につき、各種倍率にて光学顕微鏡組織をしらべた。これによれば、N 0.0030% の No. 14 はマルテンサイトの均一なる組織であるが、N 含量が増すと網目状組織が少しく残存しているような組織を示す傾向があり、これが圧壊値を低下させる一原因とも考えられる。とこで軸受鋼に N を添加するとき、一部は基地に、一部は炭化物中に固溶するが、硬度を増加させるのは主として基地にとけこんでいる N によると考えられる。焼入温度においては多数の炭化物、従つて炭化物中に固溶している N もオーステナイト中にとけこむ故に、焼入状態においては基地の  $\alpha$  マルテンサイト中に固溶している N 量と残存炭化物中に固溶している N 量との比は焼鈍状態におけるそれよりも著しく大きいはずである。しかるに焼入硬度は N 量の増加によりあまり著しい変化が認められないのは、マルテンサイトの硬度が非常に高いために少量の N による影響は現われ難いのであろう。つぎにこれを  $150^\circ C$  前後に焼戻し、 $\alpha$  マルテンサイト  $\rightarrow$   $\beta$  マルテンサイトに際し固溶している N も一部窒化物（炭化物と固溶体をなし）として基地に析出するはずであるが、これは光学顕微鏡によつては認め得ないので、電子顕微鏡的に検討して見た。

レプリカは 2 段法（ポリスチロール、Al）により Cr



No. 14

No. 16

No. 18

いずれも  $840^\circ C$  焼入,  $160^\circ C$  焼戻, 硝酸アルコール腐蝕  
ポリスチロール Al, 二段法, JEM-4 型電子顕微鏡による  
寫眞第 3  $\times 7,500$  (3/5 縮寫)

陰影を施して  $7,500$  倍\* で観察した。写真第 3 はその代表的なものを示す。これによれば炭化物粒に関しては各試料ともほとんど差異が認められず、炭化物粒の表面に微点がうすく認められるがこれはレプリカ作製の途中で機械的に生じたものと考えられる。各試料の基地のマルテンサイト組織もあまり差異を認めることは出来ない、たゞ N の多い No. 18 では特にマルテンサイトの針のところどころに微点が多いが、これを低温焼戻の際に析出した窒化物と断定することは困難である。

#### 4) 小 括

以上 3 回試験した軸受鋼におよぼす N の影響を総合して考えれば、N 含量が増加すると焼鈍硬度はいずれの場合も少しく増し、リングの圧壊値は第 1 回試験では一元

\* この際光学顕微鏡組織と電子顕微鏡組織とを比較するために  $500$  および  $1,000$  倍程度でも寫眞を撮つた。たゞし電子顕微鏡の倍率は中間レンズの電流 (mA) で決定されるが、この兩者の關係は、低倍率になると曲線が垂直に立つて来て  $1,000$  倍以下では精密な倍率調節は困難であるので撮影した寫眞より逆に倍率を決定した。その結果によれば、炭化物粒は  $500$  倍以下の低倍率でもよく認められ、基地のマルテンサイト組織は  $1,000$  倍近くでかなり認められるようになり、低倍率の電子顕微鏡寫眞は光学顕微鏡寫眞とよく似ていることが確認された。

第 4 表

No.	硬 度		リング 圧壊値 kg	平試験 片の圧 折力 kg	
	焼 鈍 ブリネル	焼入, HRC			焼戻, HRC
26	166	65.0~66.8	63.5~64.5	4,000	
	179	66.8~67.5	64.5~65.5	5,650	
27	179	65.2~66.0	63.0~64.0	4,400	
	179	64.5~66.0	64.5~65.0	4,430	
28	179	65.0~66.0	63.0~64.0	4,600	
	187	65.0~65.5	63.0~64.0	5,730	
29	187	65.0~65.5	63.2~63.8	5,760	
30	179	65.0~65.5	64.8	4,000	
31	187	65.5~66.0	63.5~64.5	3,700	
	187	64.5~65.2	63.5~64.0	3,900	
32	187	64.5~66.0	64.5~65.0	3,670	
	187	65.0~66.5	63.0~63.5	3,900	
33	166	66.0~66.2	63.6~64.3	5,000	7,150
		65.6~65.7	62.7~63.5		6,900
34	170	65.5	62.6~63.1	6,100	6,540
		65.3~65.6	63.4~63.7		7,100
35	174	65.2~65.5	62.5~62.7	4,170	6,350
		65.0~65.2	62.2~62.5	5,420	7,550
36	177	66.0~66.8	63.6~63.7	4,500	6,700
		66.3~66.5	63.5~63.7	4,630	6,870
37	187	66.3	63.0~63.1	4,600	6,400
		66.5~66.8	63.3~63.6	5,820	7,220
38	170	66.0~66.6	63.6~63.8	5,100	8,000
		66.5~66.7	63.2~63.7		6,600
39	174	66.3~66.7	63.6	5,300	7,880
		66.0~66.2	63.4~63.7	4,140	7,450
40	179	65.9~66.8	63.9~64.0	3,800	6,900
		66.7~67.0	63.6~64.0	3,400	6,650
41	183	66.0~66.3	63.5~63.6	4,050	6,850
		66.7~66.9	63.6~63.9	3,930	6,680

的の変化傾向が認められないが、一般に低下するようで N約 0.008~0.010% 含有すると約 1,000kg も低下している場合がある。

焼鈍組織はNがこの程度にましても一般にはほとんど変化なく、焼入焼戻後の組織はN量が増すと網目状組織が少しく残存しているようであり、焼入後の 150°C 焼戻による  $\alpha \rightarrow \beta$  マルテンサイトの変化に際して析出すべき窒化物は電子顕微鏡によつてもはつきりと確認することは困難である。

#### IV. Ni, Cu の 影 響

##### 1) 第 1 回 試 験

第 1 回は単に球状化焼鈍後の硬度および組織におよぼす Ni, Cu の影響を試験した。第 1 表 No.19\*~25 にそれらの成分を示すごとく、C量に差異があつて厳密な比較は出来ない。これらの硬度を示せばつぎのとおりである。

No.	ブリネル硬度
19	192
20	196
21	196
22	207
23	196
24	196
25	196

これによればごく概略の傾向としては、アームコ鉄を原料としこれに Ni, Cu を増した場合、いずれも約 0.6% 程度までは球状化焼鈍後の硬度にはほとんど影響がないが、組織は Cu 0.6% にもなると球状化や不完全のようである。Ni がさらに増して約 0.8% になると硬度は少しく高くなり組織も球状化不完全を示す。

##### 2) 第 2 回 試 験

試料の化学成分を第 1 表 No.26~32 に示す。Cu 1.0% 添加試料はC量が少しく高いので省略した。球状化焼鈍後の硬度は第 4 表に示したごとく、Ni が増すほど増加し、Cu によつても少しく増加する。

鍛造によつて作製した標準寸法のリングを 840°C 油焼入、140°C 焼戻して硬度、圧壊値を測定した結果は第 4 表のとおりである。これによれば圧壊値は、Ni の増加により増加の傾向にあり特に Ni 1.0% も入ると相当高い値を示し、Cu の増加によつては 0.8% 程度まではわずかに低下の傾向を示すようであるがほとんど変化がないとも見られる。なお平 10×20×長さ55mm 試片を作つて圧折試験を行つたが、この場合はリングの圧壊試

験結果と必ずしも一致した変化傾向を示さなかつた。

##### 3) 第 3 回 試 験

試料の化学成分を第 1 表 No.33~41 に示す。変態温度は同表に附記したごとく、Ni の増加によつては Ac, Ar とともに判然と低下し Ni 1.0% 添加によつて Ac は約 20°C だけ低くなり、Cu の増加によつては 1.0% 程度までは判然とした低下を示さないようであつて、H. Cornelius<sup>1)</sup> 川口氏<sup>2)</sup> の研究結果と概して一致する。球状化焼鈍後の硬度は第 4 表に示したごとく、Ni, Cu いずれの増加によつても同程度の増加を示す。つぎに標準寸法のリングを 840°C 油焼入、160°C 焼戻して圧壊試験した結果をも同表に示した。これによつて見れば圧壊値は、Ni の増加によつて若干減少するようでもあるがむしろ元的の影響がないと考えられ、Cu の増加によつては明かに少しく減少する。なおこれらの各チャージより鍛造により平試験片を作製し、リングと同一熱処理を施して後圧折試験を行つた結果を同表に附記したが、これによれば平試験片の圧折力は Ni, Cu の増加により概してリングの圧壊値と近似した変化傾向を示す。

##### 4) 小 括

\* No. 19 は No.2 と同一試料



以上述べた軸受鋼におよぼす Ni, Cu 各約 1.0% までの影響を総合的に考察すれば, 変態温度は Ni の増加により判然と低下し (Ni 約 1.0% で Ac 約 20°C だけ低下), Cu の増加によつてはあまり判然とした低下は認め難いようである, 球状化焼鈍後の硬度は Ni, Cu いずれの増加によつても増加する. リングの圧壊値および平試験片の圧折力は, Ni の増加によつて若干増加するものもあるが一元的な変化傾向は認め難いようであり, Cu の増加によつては若干減少するか, あるいは一元的な傾向は認め難いようである.

V. Sn, Pb, As の 影 響

工場製品の軸受鋼中に Sn, Pb, As が不純物として幾何含有されているかは, 軸受鋼中のこれら微量の分析法がまだ確立されていないために, 精確に知ることは困難であるが, しかしかゝる不純物の混入される可能性は考えられる.

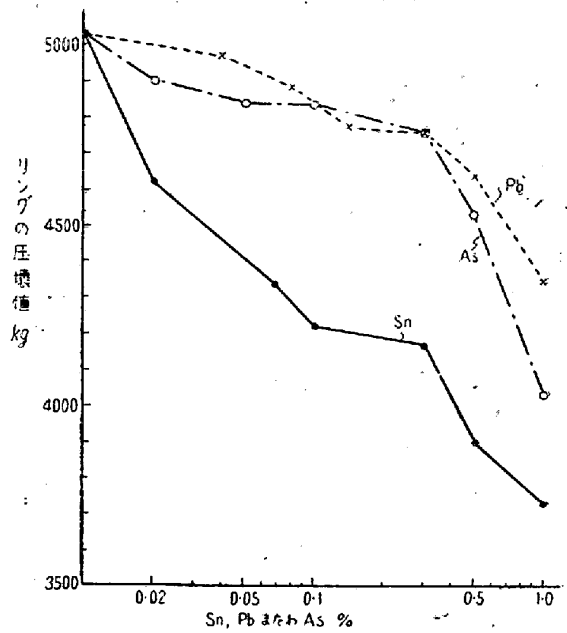
1) 試 料

前記の諸例と同様に, アームコ鉄を原料とし, これらを各単独に添加した場合の影響を検討した. 最初はごく少量添加しただけでおく予定であつたが, 添加による影響の傾向がはつきりしないためにいずれも 1.0% 程度まで添加した. 熔製した 8kg 鋼塊の化学成分を第 1 表 No. 42~60 に示す. たゞし Sn, Pb, As はすべて添加量を示す.

2) 試験結果

変態温度は第 1 表に附記したごとく, Sn, As の増加によつて若干上昇するが, Pb によつては影響が明かでない.  $\phi 30\text{mm}$  鍛伸試料を球状化焼鈍した後の硬度を第 5 表に示す. これによつて見れば, Pb は全然硬度に影響をおよぼさない. As の増加によつては硬度はやゝ増加し 1.0% でブリネル硬度約 20 だけ増す. Sn の増加によつては硬度の増加が最も著しく, 0.5% 添加でブリネル硬度約 20, 1.0% で約 50 だけ増加している. これらの顕微鏡組織を見ると, Sn, Pb の増加によつては球状炭化物の大きさおよび分布状態がわずかに不均一となる傾向が認められるようであるが, それはきわめてわずかであつて, 特に Sn 1.0% によつて硬度が上昇している割合には組織に変化のないのは, この程度の Sn はフェライトに固溶して基地の硬度を増加させるためであろう (平衡状態図では常温で約 10% まで Sn を固溶). As を添加した場合は上記 Sn, Pb に比しさらに影響が少い.

つぎに鍛造によつて作製した標準寸法のリングを 850



第 2 図

°C 油焼入, 150°C 焼戻して圧壊試験した結果を第 5 表に示す. なお圧壊値の変化のみを対数目盛にて第 2 図に示す. これによれば Sn, Pb, As いずれも添加量が増すと硬度はわずかに増加の傾向を示し, リングの圧壊値は減少し, 撓みもまた減少の傾向を示す. これらの中で Sn の影響が最も著しい. すなわち標準試料 No. 42 の圧壊値概略 5,000kg に対し, Sn 0.1% 添加で 4,220kg, 1.0% で 3,730kg, また No 42 の撓み約 1.2mm に対し Sn 0.3% で 1.0mm, 1.0% で 0.7mm 程度となる. しかしこれは以前に弁用鋼あるいは構造用特殊鋼に対し Sn の影響を試験した場合の靱性の低下に比しその影響が著しくないのは, 試料そのものが高硬度低靱性のためであろう. Sn のつぎに著しい影響をおよぼすのは As であつて, As 0.1% 程度では圧壊値は 4,800kg を示しまた低下もそれ程著しくないが 1.0% では C 量が若干高くなつてはいるが, 4,000kg に低下している. 川口氏<sup>3)</sup>が軸受鋼におよぼす As の影響を研究された結果もこれと同様の傾向を示している. 元来 As の影響は軟鋼に対してはよく研究されており, 衝撃値は As 0.2% までは影響なく, As 0.4% で少しく低下するといわれるが, 第 2 図において As 0.3% 以上で圧壊値が急激に減少するのは, 軸受鋼においても基地は Cr 炭化物 poor 故に概して軟鋼に対する As の影響と同様に考えてよいと思われる. Pb は, 焼鈍硬度に対する場合と異なり, 圧壊値に対してはかなりの影響をおよぼし, 0.3% までは As と同程度の圧壊値および撓みを示すが, 1.0% では As の場合よりは少しく高く 4,300kg を示す.

第 5 表

No.	硬 度		リング壓壊値 kg		撓み mm	備 考	
	焼鈍, フリネル	焼入, HRC	焼戻, HRC	測定値			平 均
42	179	64.5~65.0	62.4~63.0	5,000	5,030	1.33	—
		64.0~65.4	62.0~63.2	4,980		1.20	
		63.3~64.9	62.6~63.0	4,960		1.10	
		64.0~64.9	62.4~62.9	5,180		1.00	
43	179	64.0~65.4	62.4~63.0	4,730	4,620	1.25	Sn 0.02%
		64.2~66.0	63.0~63.5	4,660		1.02	
		63.9~64.9	62.0~62.5	4,460		1.00	
44	179	63.9~65.5	62.0~63.2	4,530	4,340	1.20	Sn 0.068
		64.9~65.4	63.1~63.5	4,140		0.90	
45	183	64.2~65.0	62.8~63.4	4,220	4,220	1.40	Sn 0.1
46	187	66.0	63.5~64.8	4,070	4,170	0.80	Sn 0.3
		66.0	64.0~64.2	4,260		0.82	
47	197	66.0~66.5	64.0~64.5	4,400	3,900	0.76	Sn 0.5
		66.0~66.5	63.5~64.0	3,400		0.70	
48	229	65.5~66.5	64.5~65.0	3,750	3,730	0.70	Sn 1.0
		66.0~66.5	64.0~64.8	3,700		0.72	
49	179	64.0~65.2	62.4~63.4	4,910	4,970	1.40	Pb 0.04
		64.4~65.0	62.9~63.2	5,020		1.03	
50	179	63.8~65.2	62.7~63.4	4,950	4,880	1.30	Pb 0.08
		64.1~65.4	62.6~63.4	4,800		1.10	
51	179	64.5~66.4	62.3~62.9	4,730	4,770	1.83	Pb 0.14
		65.1~66.1	63.4~64.0	4,800		0.93	
52	179	65.5~66.5	63.5~63.8	4,750	4,750	0.90	Pb 0.3
53	179	64.5~65.0	62.5~63.0	4,560	4,630	0.90	Pb 0.5
		65.0~65.5	63.0~63.5	4,700		0.95	
54	179	65.0~65.5	63.0~63.5	4,630	4,340	0.93	Pb 1.0
		65.0~66.0	63.0~63.5	4,050		0.82	
55	179	64.4~65.3	62.2~63.3	4,870	4,900	2.15	As 0.02
		64.0~65.4	62.5~63.2	4,930		1.23	
56	183	64.2~66.0	63.0~63.9	4,700	4,835	1.09	As 0.05
		65.4~65.9	62.8~63.5	4,970		1.23	
57	183	64.2~65.4	62.1~63.2	4,830	4,830	0.95	As 0.1
58	183	65.0~65.5	63.0	4,450	4,750	0.95	As 0.3
		64.5~65.0	63.0~63.5	5,050		0.95	
59	187	65.0~65.5	63.0~63.5	4,870	4,530	0.92	As 0.5
		65.0~66.0	63.5~64.0	4,180		0.80	
60	197	65.5~66.0	63.0~63.5	4,000	4,030	0.80	As 1.0
		65.8~66.0	63.5~64.0	4,050		0.80	

焼入温度を 830°C とした場合にも概略これと同様の変化傾向を示した。

このように Pb, As 特に Sn はリングの圧壊値等に対

しかなりの影響をおよぼすから、顕微鏡組織上の影響を検討するために圧壊試験残材全部に対し詳細に検鏡したが、一元的の影響は判然とは認められなかつた。特に

PbはFeに対し全然固溶しないから金属Pbが分離して見えるはずであるので、つきのごとき特殊腐蝕法によつた。

(a) Heat-tinting, すなわち仕上研磨した顕微鏡試料をPbの熔融温度より少しく高い各温度に加熱後研磨面を鏡する。組織中のPb相が熔融しているために、Pbの存在を知ることが出来るはずである。

(b) 苛性ソーダ溶液をセロハン紙にひたして顕微鏡試料の研磨面にあてるとPbが溶けて $Pb^{++}$ が生ずる。これを $H_2S$ 水溶液にひたすと $PbS$ の黒色沈澱が生ずるので、Pbの存在を鏡確認することが出来るはずである。

この両方法をPbを添加した焼鈍および焼入焼戻の全試料につき行つて見たが、Pbの定量的変化を判然と認めることは困難であつた。

## VI. 考 察

以上アームコ鉄を原料とした試料にN, Ni, Cu, Sn, Pb, Asを加えて人工的に汚染し、これらの不純物の添加量とそれによる諸性質の変化との関係を試験したが、これらの添加は一般に溶解原料にアームコ鉄を使用した試料の諸性質を、工場内巡還スクラップを使用した試料のそれに近ずける。故に溶解原料にアームコ鉄を使用してもこれに、工場内巡還スクラップを使用した試料に含有されているN, Ni, CuあるいはSn, Pb, Asと等しい量だけこれらの不純物を人工的に添加してやれば、前記のごとき溶解原料に工場内巡還スクラップを使用した試料の性質と等しい性質を示すにいたるはずである。しかし、実際にこのような試料を溶解して試験してみると、(第1表には省略)溶解原料による諸性質の差異を小さくすることは出来るが一致させることは困難である。これはこれらの不純物が両者間の差異をきたす一原因をなしてはいるが、これのみがすべての原因ではないことを示すのであろう。この点に関してはさらに研究を進める必要があり、また軸受鋼中のかゝる微量の不純物の分析方法が確立していないことも本問題を究明する上の障害をなしている。しかし要するに軸受鋼の諸性質は、規格に定められた化学成分が等しくとも、溶解原料により差異のあること、しかしてこれは含有不純物としてN, Ni, CuあるいはSn, Pb, Asが一原因をなしていることを具体的試験結果の数値をもつて示し、もつてかゝる問題を明かにする糸口を始めて作つたことをこゝに報告する次第である。

## VII. 總 括

以上述べたところを要約すればつきのとおりである。

1) 軸受鋼の諸性質は規格に定められた化学成分C, Si, Mn, P, S, Crが等しくとも溶解原料により影響される、すなわち溶解原料にアームコ鉄を使用した試料は工場内巡還スクラップを使用した試料に比し、焼鈍硬度は低くJominy試験による焼入硬化深度は浅くリング圧壊値は高いことを始めて明かにした。

2) つぎにかゝる諸性質の差異は何に基因するかの問題に対し溶解原料に由来する少量の含有不純物すなわちN, Ni, Cuに基因し、またSn, Pb, Asによることを推定し、アームコ鉄を原料とした試料にこれらの不純物を人工的に添加汚染して添加量と諸性質の変化との関係を試験した。

3) Nを概略0.003~0.025%間に变化させて5回試験した結果によれば、Nの増加により焼鈍および焼入焼戻後の硬度は少しく増加し、焼入焼戻後のリングの圧壊値は一般に減少する。

4) Ni, Cu各約1.0%まで増加した場合、変態温度は前者では判然と低下するが後者では判然とせず、球状化焼鈍硬度は両者とも増加し、リング圧壊値は前者では若干増加するものもあるが一元的傾向は認められず後者では若干減少するか、あるいは一元的傾向は認められない。

5) Sn, Pb, As各約1.0%まで添加して試験した結果によれば、変態温度はSn, Asにより若干上昇するがPbによつては影響が明かでなく、球状化焼鈍硬度はPbによつては全然影響されず、Asの増加によつてはやゝ増加し、Snの増加によつて最も著しく増加し、焼入焼戻後の硬度はいずれでもわずかに増加の傾向を示す。リングの圧壊値は、Snの増加によつて最も著しく低下し、As, Pbによつては、約0.3%までは低下の程度に大差がないが、これ以上ではAsによる方が低下著しいようである。

6) これらの不純物の添加による顕微鏡組織の変化を調べ、あるものではさらに電子顕微鏡的に、あるいは特殊腐蝕法によつて検討した。

7) かくのごとくアームコ鉄を溶解原料とした試料に不純物としてN, Ni, CuあるいはSn, Pb, Asを人工的に添加汚染するときは、溶解原料にアームコ鉄を使用した試料の諸性質は、一般的に工場内巡還スクラップを使用した試料のそれに近づくことを具体的試験結果の数値をもつて示し、かゝる溶解原料に関する問題を明かにする端緒を始めて作つた。

最後に本研究は渡辺前社長在世中より行つて来たものであつて、その御鞭撻を謝し、今回の発表を許可された

る大河原社長，種々御指導下されし玉置研究部長，村上武次郎先生に深甚の謝意を表します。また試料の溶解，ガス分析で御協力下されし森脇，沢の両氏に御礼申し上げます。また熱心に実験を遂行した松本，中島，佐藤，倉林，井山の諸君の労を多とする。(昭 29—1 月寄稿)

## 文 献

- 1) Kupfer im technischen Eisen (1940), 5
- 2) 電気製鋼, 22 (1951), 186
- 3) 同上, 23 (1952), 165

## 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

(昭和 28 年 10 月本会講演大会にて講演)

井樋田 睦\*・川野 穰\*・土田正治\*・後藤静男\*

### DETERMINATION OF METALLIC ALUMINIUM, ALUMINA AND ALUMINIUM NITRIDE IN STEEL

*Mutsumi Ihida, Atsushi Kawano, Shoji Tsuchida and Shizuo Goto*

## Synopsis:

When 1g of steel (Al content < 0.2%) is dissolved with 20cc of dilute  $H_2SO_4$  (1+9) and 5cc of  $H_2O_2$  (30%) metallic Al and AlN in steel dissolve completely simultaneously with iron matrix, while  $Al_2O_3$  remains in residue. According to Beeghly's research, AlN in steel is not dissolved at all with Ester-Halogen reagents and is found quantitatively in the residue.

The authors, on the basis of these properties, have determined metallic Al, AlN and  $Al_2O_3$  in steel separately.

It requires about three hours in case of applying this method and the results obtained have shown good reproducibility. Then, some investigations applying this determination method, have been made on metallic Al,  $Al_2O_3$  and AlN in Thomas steel.

## 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分離定量するのが重要な問題であり，その確実な定量法が久しく要望されていた。鋼中のアルミニウム，或はアルミナ，又最近には窒化アルミニウムを個々に定量する試みは文献にも見られるが，この3者を同時に系統的に分離定量した結果は殆んど見られないようである。又従来の諸方法を個々に用い，上述の三成分を別個に定量しようとするれば，出来ないことはないが，多くの試料を必要とし，又操作も非常に煩雑になり長時間を要し甚だ実用性に乏しい。

著者等はこれ等の点を考慮して種々の考察と検討を加えた結果，少い試料で比較的簡単に又短時間にこの三者を分離定量することが出来，又その精度も良好な方法を

確立することが出来た。

尙此の分析法を用い，社製トーマス鋼中の金属アルミニウム，アルミナ，窒化アルミニウムに就いても二，三検討した。これ等の結果を報告する。

## II. 分析操作及び装置

分析操作の詳細及び装置の一部は既に報告してある(本会第 46 回講演大会講演大要<sup>1)</sup>)ので重複を避け本報告にはその要旨だけを述べる。

## (1) 窒化アルミニウム (AlN)

H. F. Beeghly<sup>2)</sup> の方法に進じたものである。

試料に臭素及び醋酸メチルを加えて約 70°C でこれ等の溶媒を還流し乍ら分解し，グーテ増焔で吸引濾過し，醋酸メチルで洗滌する。残渣を乾燥後塩酸中で数分加熱

日本鋼管 K.K., 川崎製鐵所. 技術研究所