

Fig. 1. Calibration curves.

を定量した結果を示せばつぎのごとくであつた。

ボイラー用鋼板	6種	0.010~0.018%
国産不銹鋼	4種	0.13 ~0.15 %
輸入不銹鋼	2種	0.07 ~0.08 %
国産銑鉄	4種	0.009~0.021%
輸入銑鉄	2種	0.003~0.005%

IV. 結 言

(1) 不銹鋼中の微量 Co を精度よく定量できる方法を確立するために種々検討した結果、2-nitroso-1-naphthol による吸光光度法が十分それらの条件を満足できることがわかり、その分析方法を確立した。

(2) 本法によれば炭素鋼はもちろん、不銹鋼中の微量 Co を 0.001% 以内の精度で定量できる。

文 献

- 1) 19 委-4709 (1957)
- 2) Lewis J. Clark : Anal. Chem., Vol. 30
- 3) Almond : Anal. Chem., Vol. 25
- 4) John H. Yoe and Charles J. Barton Ind. En Chem. Anal. Ed. Vol. 12
- 5) Feigl : Chemistry of Specific, Selective, and Sensitive Reaction.

(62) 鉄鋼中の窒素の迅速定量法について

On the Rapid Determination of the Nitrogen in Iron and Steel.

Seiichi Yamazaki, et alii.

八幡製鉄所 技術研究所

理博 池上卓穂・工博 武井格道・○山崎精一

I. 銑鉄・特殊鋼など酸不溶解残渣が多い場合。

この場合残渣をアスベストあるいはロ紙でろ過すると目につまつて、いちじるしくろ過時間が長びくことがあ

る。またアスベストの使用量が多いときには残渣分解時に流動性がなくなつて分解不十分となつたり、分解後の液を蒸溜フラスコに移しにくい。ロ紙を使用するとブランクが高くなるので試料を 5g から 10g に増さねばならないので分解が長びく。これらの欠点をなくするために遠心分離法を採用した。残渣の遠心分離を完全にするためには Winkler<sup>1)</sup> などの方法を改良して HCl(1+1)60 ml で試料を分解する際にあらかじめ BaCl<sub>2</sub>10% 溶液 8 ml を加えておき、残渣によく浸ませたのち濃硫酸 8 滴を加え攪拌して遠心分離を行えばよいことを見出した。試料分解後、溶液を遠心管に移したり、また遠心分離後、上澄液を蒸溜フラスコに、残渣を分解フラスコに移す時間(洗淨水で洗いこむので水分を蒸発し除去するのに時間を要する)を省くため、試料の分解および残渣の分解を遠心管の中でおこなう Winkler<sup>1)</sup> などの方法を採用した。ただしこのため遠心管の底をやゝ平にし、これに吸収管とロート付のコンデンサーを摺合せた装置を用いた。なお遠心管の容量が小さく試料の分解時に溢れでおそれがある場合を考慮して、Fig. 1 のような装置を製作した。

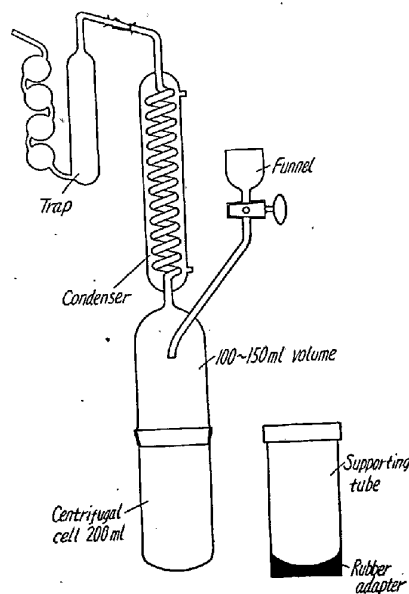


Fig. 1. Modified centrifugai cell.

以上によつて時には 1 時間以上も要した残渣の分離が 10 分間で簡単に出来、分析値も従来法のものと同様でなく、とくに白試験値はロ紙やアスベストを用いないので非常に低下した。たとえば筆者らの実験では、ロ紙、グーチ用アスベスト、および遠心分離法を用いた場合の白試験値はそれぞれ 0.09~0.15mg, 0.05~0.06mg, および 0.02~0.03mg, であつた。遠心分離法とロ紙分離法による分析例は Table 1. のとおりである。

Table 1. Determination of nitrogen in various steels and pig iron by centrifuge method and filter paper method.

Specimens		Centrifuge method				Filter paper method			
		Sample taken (g)	Nitrogen (%)			Sample taken (g)	Nitrogen		
			In solution	In residue	Total		In solution	In residue	Total
Titanium treated steel	A	5	0.0048	0.0017	0.0065	10	0.0048	0.0019	0.0067
	B	5	0.0022	0.0050	0.0072	10	0.0021	0.0049	0.0070
Boron treated steel	A	5	0.0025	0.0039	0.0064	10	0.0015	0.0053	0.0068
	B	5	0.0012	0.0037	0.0049	10	0.0010	0.0039	0.0049
18% Chromium steel	A	5	0.0155	0.0147	0.0302	10	0.0115	0.0187	0.0302
	B	5	0.0182	0.0120	0.0302	10	0.0135	0.0157	0.0292
13% Chromium steel	A	5	0.0203	0.0010	0.0213	10	0.0216	0.0003	0.0219
	B	5	0.0224	0.0011	0.0235	10	0.0232	0.0004	0.0236
Pig iron	A	5	0.0017	0.0029	0.0046	10	0.0016	0.0034	0.0050
	B	5	0.0017	0.0036	0.0053	10	0.0023	0.0030	0.0053

## II. 炭素鋼の場合

この場合は一般に残渣処理が不要なので、1の場合にくらべ迅速であるが、なお試料調製、分解、蒸溜の各段階に検討を加え一層の迅速化を図った。試料調製は堅型ボール盤の使用条件を検討した結果、柄にかける荷重 5 kg 回転数 230 r. p. m (ドリル径 20 mm φ, 刃先角度 130°) で表皮を含む最初 15 秒間の試料は捨て、つぎの 1 分間の試料をとり、鋼製乳鉢で 15 秒破碎した場合に溶解しやすい形 (試料の厚み 0.1~0.25 mm) の試料の必要量が、最も迅速に得られた。試料の溶解は、試料 5 g を HCl (1+1), HCl (3+2), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1+6), および HClO<sub>4</sub>60% (1+1) で溶解した結果、ふたをしないビーカー中で、試料を HClO<sub>4</sub>60% (1+1) で煮沸溶解した場合が最も迅速であり、HClO<sub>4</sub>60% のように生成した NH<sub>4</sub><sup>+</sup> が酸化されて低値を与えるおそれもなく、現行 J I S 法の 13~18 分から 4 分 30 秒に短縮できたが、念のため試料分解後、引続き鉄塩の析出にいたるまで強熱を経続して NH<sub>4</sub><sup>+</sup> の酸化について実験したがほと

んど無視できる程度であつた。実験結果はつぎのようである。

たゞし HClO<sub>4</sub> 中には通常の白試験 (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) では検出されない N—O 化合物が存在する場合があつて、試料の溶解時には NH<sub>4</sub><sup>+</sup> に還元されて高値を与えることがあるので、あらかじめ N 含量既知鋼 (標準試料) を用いて、ブランクテストを行い、N—O 化合物の含まないものを使用しなければならない。

蒸溜には加熱蒸溜法を改良した新型迅速蒸溜装置を用いた。本装置の特徴は蒸溜速度を迅速化するため、ガラス管の径を 15 mm に広げる (昭和 11 年決定学振法は 8 mm 現行 J I S 法は 10 mm) とともに、アルカリの一部が蒸溜されるのを防ぐため、球室を増やして計 3 個とした (J I S 型は 2 個)。つぎに蒸溜フラスコの加熱を能率的に行うため、フラスコヒーター (700W) を使用して常時これを固定し、蒸溜の度毎に装置から外して廃液を捨てることなく、吸引トラップを用いて廃棄するように製作し、またすり合せ部分の数を現行 J I S 法の装

Table 2. Effect of further boiling with HClO<sub>4</sub> 60% (1+1) after dissolution of sample on nitrogen determination.

Specimen	Sample taken (g)	HClO <sub>4</sub> (1+1) boiling duration		Nitrogen (%)	Nitrogen (%)	
		For dissolution	For further boiling	Found	Determined by J I S method	
Carbon steel	5	4 mn	20 <sub>s</sub>	—	0 <sub>s</sub>	0.0099
		〃	—	—	30 <sub>s</sub>	
		〃	—	1 mn	0 <sub>s</sub>	
		〃	—	1 mn	30 <sub>s</sub>	
		〃	—	1 mn	45 <sub>s</sub>	

置に比較して 1/2 に減じて機械的破損を少くするとともに蒸溜時間の短縮をはかった結果、JIS 型よりも 1~2 分短縮した。

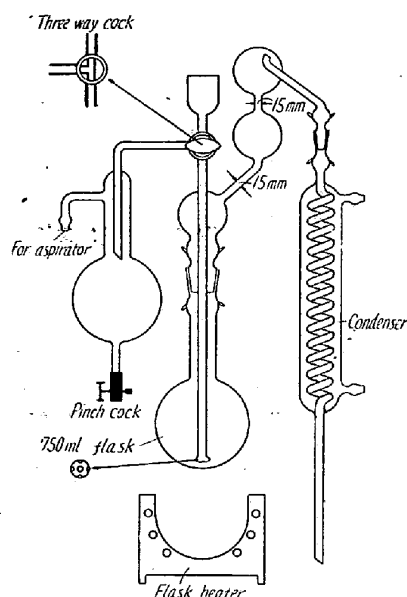


Fig. 2. Distillation apparatus.

以上を総合して試料調製にとりかかってから分析完了までの所要時間を従来の 45~75 分から約 20 分に短縮した。以上は滴定法の場合であるが、 $HClO_4$  60% (1+1) 溶解法を水蒸気蒸溜—吸光光度法(ネスラー試薬による)に応用したところ、滴定法に比べて試料が少なくて済むので、試料調製時間、試料溶解および蒸溜が滴定法よりも短縮されたため、分析所要時間 12~13 分 30 秒とさらに迅速化され結果もまた良好であった。ただし吸光光度法は使用する蒸溜水はとくに精製されたものを使用する必要があり、また光電光度計および自動電圧調整器を必要とするが滴定法はそれらを要しない利点がある。

文 献

- 1) H. J. Winkler and B. B. Bach. British Cast Iron Assoc. Research and Development 4 (1953) 553-9 (Research Report No. 356) : Chem. Abstr. 47 (1953) 11075
- 2) 学振 19 委—2507. 日本鋼管 (高野, 井樋田)
- 3) H. Kempf u. K. Abresch: Arch. Eisenhüttenw., 17 (1943) 119—124

(63) 永久磁石材料の機械加工性について

On the Mechanical Workability of Permanent Magnet Materials.

Yasuo Kimura

東京計器製造所 工博 木 村 康 夫

I. 緒 言

永久磁石材料は残留磁束密度と抗磁力がともに高く、しかも最大磁気エネルギーが大きいことが望ましい。抗磁力は磁氣的硬さとも呼ばれ一般に抗磁力が高い永久磁石材料は機械的に硬い。それに反して抗磁力が低い高導磁率材料は機械的に軟いという通則がある。その結果通常永久磁石材料は硬く機械加工がむずかしいことが工業的には問題となつている。機械加工しやすく、しかも抗磁力が高いという永久磁石が最も望まれる。この目的に合った磁石には Cunife, Cunico, Vicalloy などがある。現在使用されている永久磁石材料を金属組織学的に分類し、機械加工性とは直接関係はないが機械的性質として硬さと磁性との関係を考察することにする。

抗磁力は介在物の存在および内部応力によつて増加する。磁石材料には析出、変態を利用した磁石合金もあるし、また磁性材料を微粉末として磁区回転機構が主役を演ずるような微粉末磁石もある。一般に永久磁石材料は次のグループ、(1) 組織変態型磁石合金、(2) 析出硬化型磁石合金、(3) 規則格子変態型磁石合金、(4) 微粉末磁石に分類される。ここではこのうち(4)を除いた3グループについて考察することにする。

II. 組織変態型磁石合金

焼入硬化磁石鋼と冷間加工による  $\gamma$ - $\alpha$  変態型磁石合金とに更に分類される。

(1) 焼入硬化磁石鋼

鋼を変態点以上の温度から水または油に焼入れると高温で安定なオーステナイトがマルテンサイトに変態する。この焼入による組織変化にともない抗磁力が上昇する。Cr 鋼, W 鋼, KS 鋼, MT 鋼などがこれに属する磁石鋼である。この場合抗磁力は残留オーステナイトの量の平方根とともに増加し、実験的に(1)式より示される。

$$H_c(v) = H_c(0) \sqrt{(1-v)} \dots \dots \dots (1)$$

ここで  $H_c(0)$  は材質により定まる常数である。残留オーステナイトの地に強磁性相が分散析出していることによつて抗磁力が増加する。最大磁気エネルギーは残留オーステナイトが約 1/3 存在しているときにえられる。

機械的硬さは残留オーステナイトの減少とともに増加するが強磁性相がマルテンサイトか、フェライトか組織によつて非常に異なる。マルテンサイトを生ぜしめなければこのグループに属する合金の大部分は熱間加工が可能である。