

## 抄 録

## —原 料—

## 焼結機上での鉄鉱石混合原料の焼結におよぼす点火条件の影響

(Gilbert MEUNIER: Stahl u. Eisen, 85 (1965) Heft. 15, p. 897~901)

円筒形の直径 330 mm の焼結試験鍋によつて点火時間、負圧、通気度、点火時導入熱量の焼結性や強度におよぼす影響が調べられた。

点火時間 (0.5-1.5min): 点火時の導入熱量が等しいとき、点火時間が長くなれば層の通気性が落ち焼結速度が遅くなることがわかった。

負圧 (125-900 mm水柱): 落下強度回転強度に対し良い点火条件は、500-750 mm 水柱であることがわかった。負圧が少なすぎるとき、燃焼ガスは完全に吸引されず点火ガスによる次の鉱層中のコークスの燃焼が妨げられる。負圧が大きすぎると熱量が急速に全層に行きわたり、熱量がフレイムフロントの形成に必要な場所に集中しない。表面温度に関しては、900 mm水柱の負圧では、500 mm 水柱の場合より低くなり、表面強度は落ち返鉱割合が多くなる。表面の 5 mm 下の層の温度を測定すると負圧が小さすぎる場合 (250-125 mm 水柱) 熱の必要な所に十分な熱の移動が行なわれないことがわかる。

全導入熱量 ( $8.4-16.2 \cdot 10^3$  kcal/min $\cdot$ m $^2$ ): 導入熱量を増加すると、焼結速度は漸減し落下強度や回転強度は上昇するが、 $12 \cdot 10$  kcal/m $^2$ min 附近で最高となりそれ以上増加しない。

焼結原料の通気性 (水分): ガスの通気性の低い場合 (水分が少ない場合) 焼結プロセスにおよぼす点火条件の影響は少ない。また一定の水分 (9%以上) で 500 mm 水柱の負圧の場合には熱量の導入量が等しいとき少ない熱量で長い時間点火したとき歩留強度に対し好ましい影響を与える。

この研究用原料に対しては、次の点火条件 (都市ガス 3800 kcal/Nm $^3$ ) が有用であった。

点火時間: 1min,

分導入熱量: 約  $12 \cdot 10^3$  kcal/min $\cdot$ m $^2$ ,

点火時の負圧: 500 mm 水柱 (満岡正彦)

## —耐 火 物—

## 電気炉壁のダイレクトボンドレンガ

(Harry M. MIKAMI: Proc Electr. Frn., 21 (1963), p. 49~72)

通常の焼成マグネシア・クロムレンガは MgO と Cr の脈石との反応によつて生じるオルソシリケートで結合するが、ダイレクトボンドレンガはペリクレス (MgO) とクロマイト [(Mg, Fe $^{II}$ )O $\cdot$ (Cr, Al, Fe $^{III}$ ) $_2$ O $_3$ ] が直接に結合しあつたものである。この2種のレンガの性質の大きな相違は、 $1260^\circ\text{C}$  における熱間破断係数でシリケート結合の  $14\sim 28$  kg/cm $^2$  に対し、ダイレクトボ

ンドは  $105.4\sim 162.5$  kg/cm $^2$  である。

ダイレクトボンドレンガはまず平炉天井に導入され、のちに電炉側壁に試みられた。能力 5~190t 電炉 35 基について側壁にダイレクトボンドレンガを使用した結果、寿命が平均 41% 増加し、著しい場合は約 50 溶解から約 400 溶解に寿命が増加した。炉の大きさと寿命増加には一定の関係はみられなかつた。使用後のレンガをスラグ線上より採取し分析すると、シリケート結合の割合が多いものほど FeO, CaO, SiO $_2$  の浸透深さは大きくかつ量も多い。長さ 343 mm のダイレクトボンドレンガを 150 t 炉で 250 溶解後、長さ 117 mm に減少し、FeO, CaO, SiO $_2$  のピークが湯面近くにあり、のち急激に減少し、深さ 38 mm で消滅しているのがわかった。シリケート結合レンガでは脈石によつて形成されるシリケートが浸透してきたスラグ中のシリケートと溶けあい、スラグの浸透を促進する。ダイレクトボンドレンガでは、シリケートがペリクレス結晶の間を浸透していた。このためダイレクトボンドレンガではシリケートの浸透率は小さくなり、このスラグの浸透率の差がレンガの消耗に影響すると考えられる。(上正原和典)

## —製 鉄—

## 高炉操業および品質管理への溶銑、溶滓温度の利用

(J. C. BESICH: Blast Furn. & Steel Plant, 53(1965) 3, p. 227~230)

溶銑炉操業状況を厳しく規制するための因子として、溶銑湿度、溶滓湿度を利用することができる。本稿は、US Steel, South Works での実例を述べたものである。理論的に、溶滓の脱硫能は高温ほど大で、銑滓中 S% と温度の間には直線の関係があり、また溶銑 Si 量は高温ほど還元が進行し、増加する。一方銑滓の流動性はその融点、組成で決定されるので、温度のほか組成も制御せねばならない。

溶銑温度の情報を利用するためにはある種の基礎条件および方針の確立が必要である。最低コークス比を得るためには、最高熱風温度で操業する方法を考えねばならない。炉況制御のための調整は第 1 に送風中水分の一定範囲への調整、第 2 に溶銑、溶滓温度によるコークス比の調整により行なわれる。この基礎的調整因子の決定について、温度測定方法を調査し、出銑初期および末期の 1/3 の時期の温度が最も有意義なことが知られ、初期温度目標  $2660^\circ\text{F}$  とすべきことが明らかになった。通常の操業状態では出銑末期温度が  $20^\circ\text{F}$  上昇する。流出銑滓温度は初期出銑温度より  $80^\circ\text{F}$  高い。

実際の経験と測温データから標準作業を考案した。これは装入物、銑鉄、銑滓組成、炉令にしたがい適宜調整して適用する。

温度測定データを利用することにより銑鉄品質が向上し、Si が規格に合格する割合は 15%、S が規格に合格する割合は 30% 増加した。コークス比も低下している。

溶銑，溶滓温度の測定値は通常操業時のほか，休風，吹入れなど特殊操業条件の場合にも有効である。再吹入を容易にするため休風前特殊な装入物を要し，かつ休風前出銑温度 2700°F が必要である。吹入時には炉温を急速に上昇させる必要があり同時に必要量，成分の銑鉄を製造せねばならず，一方装入量増加時期の決定が適正でないと吹入期間を長びかせ不利である。溶銑温度が 2700°F を越えた場合のみ装入量を増すことができ，この状態は Si 含有量では判断できない。

これらのほか保持時間の決定，溶銑頭熱，組成からの溶製鋼種の調整などに有効であり，溶銑，溶滓温度による制御はより完全な溶銑炉操業への指針たりうるものである。(河合重徳)

**フェロアロイの性質—酸素含有量の分析的および検鏡的の評価方法** (J. W. FARRELL et alii: Proc. Electr. Furn. 21 (1963) p. 98~111)

フェロアロイ中の酸素含有量を酸溶解による化学分析法，面積率点算による検鏡法，真空溶融によるガス分析法およびハロゲン化法によつて調査した。

点算法による測定値は測定者間で誤差があるが，低 C-Ferro-Cr の 11 ロットから 2 組の試料を 20g ずつ取つた場合，平均変動率は 0.03 vol% であつた。また 64 ロットの試料を 3 人で測定した結果，面積率による酸化物介在物の vol% と真空溶融法によつて求めた酸素量とが直線関係を示した。 $y = 3.67x + 0.0097$  ( $x$ : 真空溶融法で求めた酸素量， $y$ : 点算法による酸化物介在物量) 相関係数は 0.933 で各点の 87% が線上にのる。しかし電解 Cr，電解 Mn で酸素が固溶体になつている場合は検鏡法で測定できない。電解 Cr (99% Cr) 圧延材では介在物を検鏡できないが真空溶融法では酸素量 0.45% が存在していた。そこでこの試料を 732°C，1hr 真空加熱すると，酸素含有量には変化は無いが，酸化物介在物が現出された。低 C および中 C-Ferro-Mn は検鏡法で測定できるが，高 C-Ferro-Cr，14% Si-高 C-Ferro-Cr，14% Si-高 C-Ferro-Cr および Ferro-Cr-Si (40% Cr, 44% Si) は酸化物介在物の量が少なく，細かく分散しているので検鏡法で測定しにくい。

酸化物介在物の化学的分離法に酸溶解法，ハロゲン化法がある。酸溶解法では炭化物，窒化物が酸化物に含まれる場合がある。ハロゲン化法は試料上に乾燥  $Cl_2$  ガスを 600~800°C，数 hr 通じ，金属相をハロゲン化して除去する方法で，Fe，Si，Cr，Mn，Ti，Cb，W および B に使用される。しかしハロゲン化の間に酸化物が形態を変える恐れがあり，この方法も絶対的でない。Brメタノール法は試薬の選択性により少量の合金に限定される。(上正原和典)

#### 無 C Ferro-Cr の製造法

(Shunji KURIYAMA et alii, Proc. Electr. Furn. 21 (1963), p. 297~310)

Ferro-Cr 中の C 量におよぼす影響のうち，主原料，副原料など種々の要因について，2<sup>2</sup> 型直交配列表を使つて調査した。電極 C の影響を除外するため高周波炉を使つて実験した。a) 石灰石: 関係式  $y = 0.0982x + 0.0051$  ( $x$ : 石灰石中の C%， $y$ : 製品中の C%) がえられた。石灰石中の C% を 0.05% 以下にすると製品の

C は 0.010% 以下になる。b) Si-Cr: 石灰石の影響を大きく受け，石灰石中の C が 0.1% 以下のとき  $y = 0.199x + 0.0049$  ( $x$ : Si-Cr 中の C%， $y$ : 製品中の C%) がえられた。c) ルツボ: マグネシアライニング中の C% を  $x$ ，製品中の C% を  $y$  とすると，石灰石を通常に焙焼した場合  $y = 0.577x + 0.050$ ，石灰石を硬焼すると  $y = 0.299x + 0.0068$  がえられた。石灰石と Cr 銑石と混合し，ソーダ塩を添加して 850°C 以上で焙焼すると大量の C が除去され，石灰石中の C の影響が減少できた。

真空溶解炉 (能力 5kg) で低 C-Ferro-Cr の製造実験を行ない，高 C (約 0.05%) -Ferro-Cr を溶解した場合，脱炭速度は急速で，30min 以上で C は 0.01% 以下に減少するのがわかつた。Ferro-Cr 銑石を真空溶解すると，Si が増すにつれ，[O]量は減少し，Si 約 0.8% でかなりの脱酸効果がえられた。同様に Si が増すにつれ介在物量も急減した。また Si 量が増すと含有する  $N_2$  量も減少するという相関関係もえられ，Si 0.8% のとき [N]は約 0.014% となつた。したがつて真空精練においては，真空度と Si 量とを調節して，高品位の無 C-Ferro-Cr が製造できる。(上正原和典)

## — 鑄 造 —

### 鋼の凝固過程

(F. C. LANGENBERG et alii: Blast Furn. & Steel Plant 53) 1965) 10, p. 938~947)

本稿は，普通造塊，連鑄，圧力鑄造，消耗電極溶解，の凝固過程につき概説し，最後に Crucible Steel 社における最近の研究プログラムについて述べている。

通常の鋼塊鑄造は経験的に実施されており，凝固状況の制御は限られた範囲でしか実施できない。

組成的過冷現象に関する理論は，凝固過程に生ずる現象をかなり満足に説明できる。樹枝状凝固の場合樹枝間部にマイクロ偏析を生ずるが，マクロ偏析より軽微である。鑄造状態の表面部の柱状晶の凝固状況が鋼塊全面に適用できれば組織は均一になるが凝固時に制御しうべき要因は少ない。鋼塊凝固の間，同一条件を維持することは困難であるが，発熱性鑄型などで凝固速度を下げ，一定にする試験が行なわれている。この方法は熱間加工性を損い，良好な結果は得られていない。

鋼塊頭部保温法が種々検討され，歩留を改善しているが，偏析を問題にする場合には押湯，鋼塊形状を平行的に検討することが必要である。電子計算機により鋼塊の健全性などの予想が可能になつたが，偏析に関する予測の方法はない。鋼塊の特徴の一つは鑄造組織であるが，結晶粒度に影響する要因は鑄物関係で知られているのみである。

連続鑄造の場合，凝固は定常的に進行する。鑄型内での冷却はギャップ形成の前後で大幅に変化し，形成までの時間は鑄込速度，鑄型材質および熱伝導度，冷却水流速，鑄込温度，鑄型振動，潤滑などで変化する。連続鑄造とならび圧力鑄造が急速に普及しつつある。この方法の特長は歩留および表面品質の向上で，黒鉛鑄型を使用する。凝固過程は非定常状態で進行するが，凝固過程の計算は鑄物関係のデータを用いて可能である。冷却速度

が大で偏析は少ない。消耗電極アーク溶解は特異な凝固過程を示す。鋳型周辺部近傍には急激な温度勾配があるが、アークによる過剰の熱を除去せねばならず、表面近傍の凝固はむしろおそい。比較的均一な大型鋼塊が製造できるが、外部条件の変化が組織に影響するので変化を最少に維持せねばならない。

最近実験室的に凝固過程を検討する試みが行なわれ、偏析に影響すると考えられる要因を独立に変化させ、例えば樹枝状凝固時の樹枝間隔に対する凝固速度、Fe-Cr系におけるC<sub>T</sub>含有量の影響などが調査されている。

(河合重徳)

### 一 性 質 一

#### 中合金鋼におけるマルテンサイト生成の kinetics に およぼすオーステナイト化条件の影響

(A. S. SASTRI et al.: J. Iron & Steel Inst. 203 (1965) 2, p. 138~145)

マルテンサイト生成の kinetics は、オーステナイト化条件によつて影響をうけることが多くの実験によつて明らかにされている。本研究は、いろいろなオーステナイト化処理をした場合に、マルテンサイト変態の kinetics を支配すると考えられる因子の役割を明らかにすることを目的としている。

用いた試料は Ni-Cr-Mo 鋼 (En 23 および En 30A 鋼) である。マルテンサイト変態の kinetics は電気抵抗の測定によつて行なつた。オーステナイト化処理として

1. オーステナイト化温度を 800~1200°C の範囲で変えた。
2. オーステナイト化の時間を数 sec 以上で変えた。
3. 高温でオーステナイト化し、一旦低温に保持した後急冷するダブルオーステナイト化処理を行なつた。
4. 変態域 (約 700~750°C) を徐熱して加熱速度を変えた。

えられた結果は

(1) オーステナイト化温度を高くすると、Ms 温度は高くなり、マルテンサイト生成の初期「速度」は減少する。

(2) オーステナイト化の時間が短かいと、Ms 温度は低下し初期変態速度は増加する。この効果は、オーステナイト化温度が低いほど著しい。

(3) ダブルオーステナイト処理では高温に相当する Ms がえられた。

(4) オーステナイト化の際に変態域を徐熱すると、Ms は急熱の場合よりもいくらか高くなつた。一方、オーステナイト結晶粒度は加熱速度によつて影響をうけなかつた。

(5) いろいろなオーステナイト化処理による Ms の変化は、オーステナイト結晶粒度によるよりも、おもにオーステナイトの欠陥構造によると結論される。オーステナイト化加熱の際の変態による体積変化によつて、比較的高い密度の格子欠陥がオーステナイト中に導入されると考えられる。そしてこれらの欠陥はオーステナイト化の時間と温度の関数に従つて除去されると考えられる。マルテンサイト embryo の数と大きさおよび embryo の伝播は、オーステナイトの転位密度によつて影響をうけると考えられる。転位密度が高いと、Ms 温度は低くなりマルテ

ンサイト変態の初期速度は大きくなる。

(中島宏興)

#### Fe-Mo-C 合金のクラスターの形成と析出

(J. J. IRANI et alii: J. Iron & Steel Inst.(U.K.), 203 (1965) 8, p. 826~833)

Fe-4%Mo-0.2%C 合金を基礎合金とし、カーバイド形成元素である Nb, Ta, Ti, Cr および非カーバイド形成元素である Au, Ni, Pd, Sn をおのおの微量添加して溶製した。1250°C×4hr 溶体化処理後、水冷し、さらにマルテンサイト化を完全にするため、液体窒素中でサブゼロ処理をした。これを 500~700°C で時効し、かたさ測定、カーボン抽出レプリカおよび薄膜の電子顕微鏡観察を行なつた。

基礎合金を 500~700°C に時効した場合、針状の Mo<sub>2</sub>C が析出する前に、フェライト地の(100)面に Mo のクラスターが形成される析出前段階が存在する。クラスターは最高のかたさになるまで存在し、円板状で時効時間とともに直径が 300~600Å まで大きくなり、数も増大する。厚さは数原子幅のものであろう。Mo<sub>2</sub>C は過時効の段階になつてから析出する。電子線を α-Fe の [001] 方向に平行にあてた場合、電子回折像にストリークがみられ、[100]方向と [010]方向に非対称にのびているが、クラスターの形成により α-Fe の空間格子が膨張したためである。活性化エネルギーをかたさから求めると Mo の拡散の活性化エネルギーに等しかつた。

微量の元素を 0.06at% 添加すると、最高のかたさになるのに要する時間は短縮し、かたさは上昇する。この場合も Mo<sub>2</sub>C は過時効の段階まで存在せず、クラスターが強度に効果をおよぼしていると思われる。Nb, Ta, Au, Ni を含む合金では電顕像にクラスターをみる事ができた。かたさに対し Nb, Au の効果が著しく、Au を添加した合金では 500°C で 575Hv であり、Nb では 520Hv である。過時効の段階で Au はかなりかたさが降下するのに対し、Nb はあまり降下しない。これは NbC が針状の Mo<sub>2</sub>C の間にこまかく析出しあまり粗大化しないためである。これらの元素は、クラスター形成の核として、または界面に吸収されることによつて作用すると思われる。かたさから活性化エネルギーを求めると Mo の活性化エネルギーに等しく、強化機構はすべて Fe-Mo-C 合金と同じである。Fe との原子半径の差異による影響を調べたが明白な結果は得られなかつた。

さらに Fe-4%Mo, Fe-4%Mo-0.01wt% Au の低炭素合金について調べたが、これも時効によつてかたさを高め、Au を添加するとさらに高くなる。

500~700°C で時効すると、Fe<sub>3</sub>C→クラスター→Mo<sub>2</sub>C→MoC と変化する。

(沼田英夫)

焼入れおよび焼入後時効した 0.02% 炭素鋼の抗張試験 (B. ARONSSON: Jernkontorets Annaler 149 (1965) 2, p. 49~71)

低炭素鋼のフェライト域からの焼入後の時効現象については多くの研究がなされており、透過電顕や内部摩擦の測定などで論じられているが、かなり混乱していることと、時効の機械的性質におよぼす影響などには触れていない。そこで本研究では焼もどし時効後の抗張力試験を室温、低温で行なつた。とくに下降伏点におよぼす結

晶粒度の影響などについても検討した。

まず過去の研究を見ると、焼入時効材の時効現象に対しては侵入型元素であるC、NのうちCの方が大きな影響を与えるものと考えられる。150°C時効以上では炭化物は $\{100\}_\alpha$ に析出する板状のセメンタイトであるが、より低温では同上面に析出する $\epsilon$ 炭化物である。一方 $\alpha''$ - $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ とか $\text{Fe}_{20}\text{C}_9$ という説もある。本実験ではC0.02%、N0.0018%の炭素鋼を用い3.1 $\phi$ の焼なまし線材に種々の熱処理を行なつたものでテストした。

降伏点および抗張力の結晶粒度依存性を715°C焼入、77°C、191°C時効を行ない、抗張試験片は薄膜透過電顕でも検討した。-196°Cにおける降伏および抗張応力は熱処理の如何にかかわらず同一であるが、20°Cと-77°Cでは異なる。すなわちオーステナイト化されたものおよび徐冷材の比較において、焼入や焼入時効されたものは粗粒材が細粒材よりも強度が大である。焼入直後では粗粒材の応力-歪曲線は鋸歯状になる。これは固着転位周辺の粒間元素のスニークの再配列によるものと考えられる。焼入時効による $\alpha$ 鉄の強化機構は複雑で本研究ではOrowanの方程式は微少炭化物の分散した試料の降伏応力のすべてに適用されるであろうことを証明した。しかし粗粒炭化物の試験では変形の様相は純粋多結晶の $\alpha$ 鉄と似ており、転位は適当な引張歪を与えるとセル構造を呈する。そしてこのような場合にはOrowanの方程式は成り立たなくなる。(中村信夫)

遅れた破壊試験における試験片中水素含有量におよぼす諸要因について

(K. LOUNAMAA: Jernkontorets Annaler 149 (1965) 2, p. 72~83)

スウェーデン鉄鋼協会共同研究会では従来の遅れ破壊のデータにかなりのバラツキがあつたので、そのバラツキの要因を取除くための検討を行なうことになり、本研究はその一環としてなされたものである。試料は調質された0.5%炭素鋼、それにC約0.3%で、これにCr1.2~12%、Ni0.5~4.2%含む強じん鋼などを用い、水素添加は $\text{H}_2\text{SO}_3$  25 ml/l 溶液中  $1.17 \times 10^{-2}$  A/cm<sup>2</sup>の電流密度で約10minで行ない、その後カドミニウム鍍金を行ない、これを低温加熱して水素を試料中に均一に分散させるというやり方が基本である。試料の形状は8.5 mm  $\phi$   $\times$  32 mm l、ノッチ角度60°でR0.2 mmである。水素分析法は真空抽出法を用い全抽出ガスおよびその白金フィルター拡散処理により水素除去後の圧力差により検出した。抽出温度を250、400、700°Cの3段階に変え、抽出時間30 minで同一試料の水素分析を行なつたところ250°Cと400°Cのものは約0.1 ml/T.P.ではほぼ等しいが700°Cではやや多くなる。いずれも再現性はないが本研究の目的からして250°Cを最適とした。水素添加の条件としての電流や時間の多少の差は遅れ破壊に大きな影響はない。それは50~200 mA  $\times$  10 min程度では $\text{H}_2$ 吸収に大差がないからであつて、それでも時間を30 minにすると差が出てくる。不純物として液中に砒素や硫化物のイオンがあると $\text{H}_2$ 吸収が多くなるので、これらを一定に押えることはバラツキをなくす大事な要因である。試料の表面状態も問題で電解研磨面が機械仕上面の不整を直す意味からも良い。 $\text{H}_2$ 拡散処理の加熱温度は100°Cよりも150°Cがよい。

最後に実際の遅れ破壊実験を $\text{H}_2$ 含量0.019~0.154 ml/T.P.、硬度Hv 515~530の4種類の試料で80 kg/mm<sup>2</sup>応力下で行ない、かなり再現性があつた。さらに熱処理の如何が大きく $\text{H}_2$ 吸収やその結果としての遅れ破壊値(時間および最小破壊応力)に影響することも確かめた。(中村信夫)

## 一分 析

### アンチモンの吸光光度定量

(R. M. MATULIS et alii: Anal. Chem. 37 (1965) 11, p. 1391~1395)

微量のSbを定量する目的でモリブデン青による新しい感度の良い吸光光度定量法を開発した。

### 試薬

モリブデン酸溶液:  $\text{Na}_2\text{MoO}_4$  溶液 (5%) 240 ml,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  溶液 (1M) 800 ml および  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1+3) 80 ml を混合し、これに水を加えて2 lとする。

### 操作

100 ml メスフラスコに1 ml以下の $\text{Sb}^{3+}$ を含む $\text{H}_2\text{SO}_4$ 酸性溶液をとり、20~40 mlの水を加える。フェノールフタレインを指示薬としてNaOH溶液(0.5M)で中和する。アスコルビン酸溶液(5%)1.00 mlを加え直ちにモリブデン酸溶液50.0 mlを加える。標線まで水を加え、25 $\pm$ 1°Cで30min保持し、725 m $\mu$ における吸光度を測定する。

### 検討

pHの影響: 呈色溶液のpHは1.32~1.44の範囲で最高の吸収が得られた。よつて、pHを1.38を中心に調節することとした。本文の操作で処理すると、この付近のpHになる。

$\text{Na}_2\text{SO}_4$ の濃度: 大過剰の $\text{Na}_2\text{SO}_4$ の共存は呈色の安定性を大にし再現性を良好にする。また、空実験も小になる。実験の結果1M $\cdot$  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 溶液20 ml/100 ml以上使用すればよいことがわかつたので、本法では21 mlを使用することとした。

還元剤: 従来、 $\text{SnCl}_2$ 、第一鉄イオン、硫酸ヒドラジン、ヒドロキノンなど多くのものが使用されているがアスコルビン酸が最も呈色反応が迅速であり、かつ増大させることを見いだし、これを使用した。

妨害成分: Ag, Pb, Ba, Srなどは不溶性の沈殿を生じ、Bi,  $\text{ClO}_3$ ,  $\text{IO}_4$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_7$ ,  $\text{SiO}_3$ , Ta,  $\text{HPO}_4$ なども大きな影響をおよぼし、それぞれ妨害となる。

応用: NBS 54d Sn基ベアリングメタル0.5062 gを濃 $\text{H}_2\text{SO}_4$  20 mlで分離したのち、Scherrerの蒸留装置へ移し、 $\text{H}_3\text{PO}_4$  5 mlを加える。 $\text{CO}_2$ ガスを通じながらHCl 75 mlを加え1~2 hr 150°Cに加熱し、Sbを蒸留分離する。

蒸留液を250 mlにうすめる。このうちより0.5 mlを分取し、以下上記操作にしたがつて処理しSbを定量する。

この4回の分析の平均値が、0.72 p.p.m Sbであつた。NBSの検準値は0.71 p.p.m Sbであるから、相対偏差は1.4%となる。

この方法は0.02~1.6 p.p.m範囲のSbの定量に適する。分子吸光係数は $1.1 \times 10^5$ である。応用の一例を上記に示したが、良好な結果が得られた。(若松茂雄)