

抄

録

7) 鐵及び鋼の性質

砂型鑄造の鋼塊の不均質性 (A. Kriz. Iron and Steel Institute, Advance Copy. No. 10 May. 1932 p. 10) C 0.35%, Ni 2.06%, Cr 0.35% 及び Mo 0.24% を含む鋼を乾燥砂型に鑄造した。その直徑、最大の處が 1.4m、高さ 2.2m、之を縦に切斷しその空隙を検したのにパイプは全長の 60% に及んで居た。0.02 から 0.08 mm の幅の空隙が軸の方向に認められた、腐蝕により又サルファープリントに依つて組織を調べたが縦の方向に於ける偏析は幅廣く冷硬鋼塊よりも甚しい偏析が認められた。種々の個所より分析試料を採り分析を行つたが其の含有する種々の元素の最大量と最小量を示せば次の如くである。

	取鋼 (%)	最少 (%)	最高 (%)
C	0.35	0.27	0.48
Mn	0.59	0.56	0.63
Si	0.27	0.24	0.29
P	0.033	0.018	0.051
S	0.021	0.012	0.034
Ni	2.06	2.03	2.08
Cr	0.35	0.35	0.36
Mo	0.24	0.22	0.30

尙、先に研究せられた冷硬鑄鋼塊と此の砂型鑄造の鋼塊の偏析を比較して居る。(岸 本)

可鍛鑄物 (E. Söhnchen. Zeit. für die gesamte Gießereipraxis. Vol. 53. Mar. 20. 1932 p. 115~117 May. 1. 1932 p. 178~180, May. 29. 1932. p. 216~217.) 種々の可鍛鑄物の性質を比較論及したものである、第一に強度に就て論ずる爲、抗張試験、屈曲試験並びに硬度試験を行つた。獨逸で作つた種々の可鍛鑄物の抗張力並びに延伸率は次の如くである。

第 1 表

種 類	抗張力 (lbs/in ²)	延伸率 (%)
白心可鍛鑄物		
キューボラ (A)	66,000	5.4
キューボラ (B)	60,150	6.3 (黒心に變ぜんとす)
坩 堝	61,300	6.3
平 爐	61,150	5.9 (特殊の目的のもの)
電 氣 爐	71,750	6.5 (半ば黒心)
平 爐	74,250	3.3
黒心可鍛鑄物		
反射爐 (油燃燒用)	51,750	12.0
キューボラ	54,050	10.9
ブラッセルベルグ爐	63,150	19.1 (特殊可鍛鑄物)

第二に可鍛鑄物の物理的性質に就て述べる、黒心可鍛鑄物の非常に不利益なる點は 400~500° の溫度範圍に於て溫度の影響の甚だ大なる事である。従つて黒心可鍛鑄物に熔融した亜鉛を被覆せしむる事は困難となつて来る。(凡そ 500°C に於て) 鑄物は丁度此附近の溫度で頗る固く脆くなるが此困難は亜鉛鍍金をする前に 650°C に熱し急冷する事によつて除き得る。黒心可鍛鑄物で上述の溫度で處理しても尙抗張力の小なるもの並びに摩擦抵抗の小なるものは他の適當な熱處理に依つて改良する事が出来る。それは 760°C に熱し油又は水に焼入れるのであつて之に依つて望み通りの性質が得られる。白心可鍛鑄物の硬度は炭素量の如何に關係する。鋳打ちする必要のある部分には黒心可鍛鑄物の方が白心可鍛鑄物よりも結果が良

い。可鍛鑄鐵の銲接は充分な經驗と技術を要するものである。機械仕上をする點から云へば何等困難はない。銲接の結果並びに比重、收縮率等も擧げてある。

第三には著者自身の實驗の結果として特殊の物理的並びに化學的性質を述べて居る。可鍛鑄物は磁氣硬度が小である爲、電氣器具の部分品に使用せられる。即ちアマチュアールとかポール、シューズの如きに使用せられる。可鍛鑄鐵は又化學的作用に對して抵抗が強い。水中や瓦斯中大氣中などでは容易に侵されない。其他炭素、珪素、滿俺、燐及び硫黃の量が可鍛鑄鐵の機械的性質に及ぼす影響に就て言及して居る。全炭素量の低いものは、第 2 表の如く有溝衝撃

第 2 表 有溝衝撃試験値と結合炭素

有溝衝撃値 mkj/cm ²	全 炭 素 量 %	燒炭炭素量 %	結合炭素量 %
17.0	.71	.49	.22
14.4	.78	.44	.34
12.2	.96	.51	.45
11.6	.98	.30	.68
10.6	1.11	.51	.60
9.7	1.16	.41	.75
8.2	1.14	.24	.90
7.2	1.42	.50	.92
5.6	1.63	.33	1.30
4.1	2.04	.38	1.63

試験に良好な結果を示して居る。靱性、延伸率の良否、加工の難易の點から云へば、結合炭素の無い場合が最も好ましい。珪素は可鍛鑄鐵の熱處理をなす場合に大なる影響を持ち且比重を増加するものである。燐は靱性を害するものであるが結合炭素の量が少くなるに従つて問題とするに足らなくなる。硫黃の含有量が或範圍に於て鑄鐵の黒鉛析出を妨げ可鍛鑄鐵の熱處理の際燒炭炭素の形成を遅らせる事がある。然し硫黃の影響をあまり大きく考へてはならない。

(岸 本)

ニッケルクロム珪素鑄鐵 (A. L. Norbury & E. Morgan. Iron and Steel Institute, Advance Copy. No. 9. Sept. 1932 p. 14) “Nicrosilal” と稱するオーステナイト組織の新しい鑄鐵が出来た之は殊にスケールの出来る事が少く生長も僅少である。之は Ni 18%, Si 6%, Cr 2%, 全炭素 1.8%, 滿俺 1% を含むものである。此鑄鐵は充分な靱性を持ち急激な加熱冷却をしても割れる様な事はない。在來の耐熱鋼に比べると珪素の多いのが特長である。キューボラで熔融が出来 1/8" 以下の厚さのものに鑄造する事も出来る。機械加工は容易であり電氣抵抗は 160 $\mu\Omega/cm$ である。之に銅を加へると腐蝕に對する抵抗を一層増加せしむる事が出来る。ニッケル、クロム、珪素及炭素を種々の割合に含む多數の鑄鐵に就き機械試験、膨脹率測定、成長試験を行つた結果では上に述べた組成のものが最も満足な結果を得たのである。(岸 本)

Ni-Cu-Cr-オーステナイト鑄鐵 (Tech. Publ., B-14. Bur. of Inform. on Nickel, Mond Nickel Co., London, 1933) $Ni-Cu-Cr$ -オーステナイト鑄鐵としては “Nimol”, “Ni-Resist” 等の名稱で知られてゐる。本文は “Ni-Resist” の製造及び性質を概述せるものである。

化學成分 1/4~1" のものには次の成分が採用され、2" 以上のセクションには Ni を更に 2~3% 増加し、食器材料には Cu を全

部 Ni で代用する。

	普通成分	推奨する成分		普通成分	推奨する成分
$T.C$	2.7~3.2	3.0	P	0.4	0.2
Si	1.0~2.0	1.5	Ni	12.0~16.0	14.0
Mn	0.8~1.5	1.0	Cu	6.0~8.0	7.0
S	0.12	0.1	Cr	1.5~4.0	2.0

クロムは強度並に硬度の改善に役立つを以て、耐熱性を更に必要とする時は添加量を増加する。クロムは 5~6% でクロム炭化物の爲め鑄物破面を白色とするが、同時にニッケルを増加すれば切削性に影響しない。10% Cr , 30% Ni の鑄鐵は耐蝕性強大である。

製造法 “ Ni -Resist” は普通鑄鐵とモネルメタルとの合金にクロムを添加した形態を有してゐる。前記成分の範囲内の鑄鐵は何れも配合に用ひ得るが、大體次の成分の鑄鐵を基礎とするが便である。

$T.C$ 3.3~3.5% Si 1.4~2.25% Mn 0.5~1.2% S 0.08% 以下 P 0.5% 以下
 Ni 及び Cu は各々獨立に又は Monelmetal を加へてもいい。
Henry Wiggins Co. (Millbank, London) では $N.C.C.$ 特殊合金銑を販賣してゐるが、この成分は次の如くで、この 1 部に銑鐵 3 部を配合すれば所要成分の Ni -Resist を得られる。 $N.C.C.$ は便宜上 5~7 lbs の小塊としてある。

Ni	Cu	C	Si	Fe その他
56~58%	24~26	0.5%	0.5%	殘部

鑄解法の何れを採用するとも、 Cr , Mn 等は酸化損失せらるゝ恐れある故、特別の注意を要し、出来れば湯出しの際添加して成分の正確を期する必要がある。特に Ni -Resist ではレドール添加のみに依るべきである。如何なる型式の爐も差支へないが、少量の製造には坩堝爐が便である。キューボラ添加の場合は、合金は爐の中心部に近く装入し、成分の異動なき様注意が必要である。 $N.C.C.$ 合金銑は別に瓦斯燃料の坩堝爐に鑄解し熔融せる銑鐵に加へるが便である。返し層は 25~30% を超えては成分の調整が不便となる。

Ni -Resist の鑄造縮み代は普通鑄鐵より少し多く見積り、毎時に 5/32" とするが、時に 3/16" とする場合がある。鑄造温度は幾分高くし、1,300~1,350°C とする。鑄物砂は特殊な必要はないが、凝固温度界の狭いのを注意し、アルミニウム鑄造の場合の如くする。中子押へは Monelmetal 製を用ふる。 Ni -Resist は比較的急冷では硬化しない故、鑄造後直ちに砂落しに掛けていい。

Ni -Resist の切削 完全にオーステナイトより成れば軟質で切削は容易であるが、切削速度を大とすれば表面硬化を起し、マルテンサイトを生じ、切削が困難となる。故に速度を遅くして切り込みを深くするがいい。特に切削困難な場合は 950°C に 15 分間程加熱し、壓風又は油中に急冷すれば困難が除かれる。

銲接 電弧、アセチレン何れでも可能。銲接棒は Ni -Resists 又は Monelmetal を用ひ、鋼又は鑄鐵棒は用ひない。

Ni -Resist の性質 Ni -Resist は結晶粒微細な灰銑鐵に類似の性質を有し、キューボラ鑄鐵は抗張力 15 $tons/in^2$ 以上、伸びは 2~3% を示す。硬度は Cr 量に關係するが、ブリネル 180 が普通で、 Cr 量に依り 120~500 の間に在る。比重 7.6, 熱膨脹 18×10^{-6} (常溫~600°C), 熱傳導率 0.08, 600°C 30 日間の加熱で結晶粒成長 0.4% を示し、強度は 3% の損失を示すに過ぎない。450°C に於ける抗張力は 2% の損失、700°C では 50% の損失を示す。

オーステナイト鑄鐵として
次の電磁氣的性質がある。
(前 田)

透磁率	1.03~1.05
殘留磁氣	0
比電氣抵抗	135~140 $mohm/cm^2$
溫度係數	0.00045 (0~100°C)

コバルト高速度鋼の熱處理 (Metal Progress, April,

1933) 此の熱處理法は American Society for Steel Treating の Recommended Practice Committee に依つて最近推奨せられた方法である。表に示す鋼の成分は現今一般に用ひられて居るコバルト高速度鋼の略全體を包括して居る。

コバルト高速度鋼の組成

	炭素	Cr	W	Co	Mo	V
No. 1	0.65~0.80	3.5~4.5	12.5~14.5	3.5~5.0	0.40~0.50	1.5~2.0
No. 2	0.65~0.80	3.5~4.5	17.5~18.5	3.5~5.0	0.40~0.50	0.75~1.5
No. 3	0.65~0.85	3.5~4.5	17.5~18.5	6.0~9.0	0.40~0.80	1.0~2.0
No. 4	0.65~0.85	3.5~4.5	17.5~21.0	10.0~13.0	0.40~0.80	0.75~1.5

焼入れ硬化を行ふ前に鍛練と焼鈍とを行ひ、之れを機械仕上げする。其れには先づ徐々に然も均等に約 1,150°C まで加熱する。900°C 以下になつたならば割れを生ずるから鍛練してはならない。鍛練後は空中冷却しないで、徐冷せしむる様に藁灰の如きものの中に埋めねばならぬ。然らざる時は鍛練に依る歪の爲に冷却に際しては割れを生ずる。次に焼鈍を行ふには重量比で約 1% 位の木炭末を混じたる雲母粉末で詰め、之を 900~950°C に加熱し、鋼の内部迄一様に熱せらるゝのを待つて、然る後出來得る限り徐々に爐中冷却する。

次に焼入れ硬化を施すのであるが、先づ 800~830°C の温度迄は徐々に然も均等に加熱する。此の温度に鋼の内部迄完全に加熱せられたならば、別に用意して置いた高温爐に遷す。此の場合豫熱温度或は其れ以上の温度に餘り長く置く時は鋼は脱炭し易いから注意を要する。若し大型の工具の焼入れをする場合には豫熱を二重に施す事が望ましい。即ち第一の豫熱温度は 620~700°C, 第二の豫熱温度は 830~870°C とす。高温爐に遷した後は No. 1 に相當する鋼は 1,270~1,300°C に、No. 2, 3, 4 に相當する鋼は 1,300~1,330°C の焼入れ温度迄急速に加熱するを要す。若し此の温度に長く保つ時は著しく脱炭し、又結晶粒の成長を來す。焼入れは只爐から空中に取り出すのみか、或は空氣を吹き付けるか、或は油に焼入れるか何れかを選ぶ。斯の如き方法で 150°C 以下迄冷却すべきであるが併し 40°C 以下に下つてはならない。若し 40~150°C の間に保ち得る設備のない場合には直ちに之を焼戻する事を要す。焼入れには前記の外に熔融したる鹽類か鉛を 550~600°C に保ち、此の中に焼入れてもよい。此の鹽類或は鉛に焼入れしたる場合には、其の焼入れ浴に 15 乃至 30 分間置いてから空中に取り出して靜に冷却する。斯の如く處理せられた鋼も亦空中或は油中に於て冷却せられた時と同じく焼戻しをする。

前記の如き方法で焼入れ硬化せられたものを更に硬度の高きものとする爲に 570°C に焼戻す。而して此の温度には其のものの大きさに従て 1 乃至 3 時間保つ。次に之を再び 300~350°C に第二の焼戻し操作を施す時は、始めの硬度を減ずる事なく靱性に富んだものが得られる。

コバルト工具鋼は焼入れ操作中に、其のコバルト含有量に比例して脱炭する傾向がある。此の爲に焼入れしたる後は常に其の表面は研磨せねばならない。鍛練操作の爲に脱炭した所の表面を、鍛練焼鈍の後即ち焼入れ硬化を施す前に研磨する事は頗る必要なり。之を注意して行ふと脱炭の程度を輕減せしめる。研磨機は適當なる硬さと廻轉速度とを選ばなければならない。若し餘り目の細い硬いものを用ひ又廻轉速度が速いと、研磨の途中に割れを生ずる危険がある。研磨の際水を用ふる事は又割れを招くから避けなければならない。
(小 田)

鉄鋼の腐蝕試験に於ける腐蝕生成物の除去法 (T.

J. Finnegan & R. C. Corey: Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 5, Mar. 1933, 89) 長さ 4~5cm の炭素鋼線を HCl の皿上に懸垂し、144 時間放置後、その腐蝕生成物を次の方法で除去し比較した。

- 1) 鋼線ブラシで磨滅除去
 - 2) 15% H_2SO_4 及び 5% Barretts No. 20 Pickling Compound の溶液で洗滌
 - 3) 40g 枸橼酸を 100cc のアムモニアに溶解し、猶過剰のアムモニアを加へた溶液で洗滌
 - 4) 20% $NaOH$ に亜鉛末を加へた溶液で洗滌
- 1) のブラシ法では腐蝕膜の除去は極めて不完全であるが、2)~3) 法で洗滌後の肌は金属光澤を示して良好である。4) は最も結果がよい。最初の除去処理後更に 15 分間操作を繰り返した結果、4) 法では既に除去完全な事が次表で示される。4) 溶液の詳細は Cou-
not & Chaussain: Compt. rend 194, 1932, 1823 に記載がある。

方法	第 1 回清淨		第 1 回清淨 1 分間 mg/cm^2	差
	除去量%	mg/cm^2		
1) ブラッシ	5.59	15.25	—	—
	0.20	0.52	—	—
	0.32	0.84	—	—
2) 硫酸	11.52	31.07	31.46	0.39
	11.86	31.91	32.49	0.58
	8.91	23.64	23.84	0.20
3) 枸橼酸 アンモン	8.73	22.08	22.48	0.40
	8.03	19.57	19.64	0.07
	8.79	21.83	21.83	0
4) 苛性ソー ダー亜鉛	9.37	25.38	25.39	0
	11.18	30.17	30.17	0
	12.05	31.91	31.91	0

処理時間を延長した際の除去量は次の如く、4) 法は最も理想的である。

方法	60 分後	90 分後	180 分後
2)	0.0012g	0.0013	—
3)	0.0005	—	0.0009
4)	0.00006	0.00006	0.00008

(前 田)

8) 非鉄金属及合金

眞鍮熔解用の熔剤 (W. Fröhlich, Metal Industry, N. Y. Mar. April, 1933) 眞鍮の熔解及び鑄造に際して一般に使用せられる熔剤を分類すれば次の如し。

- (1) 熔解操作の促進剤としての熔剤。
- (2) 酸化及び爐内瓦斯の保護。
- (3) Fe , Al , 砂、酸化物、ガス等の不純物を除去するための熔剤。
- (4) C , Mn 等の如き還元を目的とする熔剤。

種々特殊な熔剤が市場に出て居るが、ガラスや砂で C を含有する熔剤は反射爐、大電気爐、油燃焼爐に、又硼砂、硼酸は坩堝熔解に使用せられて居る。此の外木炭、骸炭或ひは是等に鹽化苛里を混合せるもの等も時々使用せられて居る。

木炭及び骸炭；一木炭、骸炭を使用する時には是が酸化亜鉛と混合せられ湯の表面に緻密質な通気性のない層が形成せられ、而もこの層は非常に流動性が良い。此の場合木炭及び骸炭は微粉状で使用せねばならない。此の炭素と酸化亜鉛との混合層を通じ酸化亜鉛の接觸作用によつて空気中の酸素を湯に運ぶと云ふ説もあるが炭素の反応性を考慮せばその心配の無い事は明である。

酸化物除去を目的とせる硼砂及び硼酸；一是等は酸化亜鉛と直接作用するのみならず、爐内瓦斯より湯を保護し又は是等を含有する鍍金は SiO_2 , CaO , Al_2O_3 等を吸収する能力を持つて居る。尙 Zn の

蒸發損失を防止する効果もあつて、若し又 Zn 量多き材料を処理する際には Al の添加によつて其の效力を助長することが出来る。硼酸に重炭酸曹達を混合して熔剤とすることもある。普通 1:3 の割合に混合せられ、熔剤装入量は總装入物の 0.25~1.0% である。硼酸及び硼砂に燒曹達或は苛性加里曹達を混合して使用することもあつて混合の目的は是等の脱硫作用を利用するに在る。混合すべき曹達又は苛性加里曹達の量は湯中の S 量によつて決定せられ又硼砂と硼酸の割合は操業条件によつて決定すべきものであるが是れは非常にむづかしい事である。故に寧ろ次の様な方法を採用する方が好都合である。即ち熔解並に過熱期間には硼砂、硼酸鍍金を用ひ次に湯出前脱硫の目的で木炭粉と燒曹達を混合したもので前の鍍金を置換すれば目的が達せられる。その最適条件は湯が浅く、高温で且つ木炭粉と燒曹達を同容積に混合せるものを用ふることである。尙木炭は充分乾燥せるものなるを要す。

湯被覆用の硝子；一湯面被覆の目的に安價で效果的なものとして硝子屑又は之に砂を混じたものが用ひられて居る。砂のみでは融點高く且つ融體となりても流動性悪きため適當なる熔剤とはならない。硝子は珪酸鹽、酸化物等の強力な溶剤で且つ木炭粉と混合する時は Zn 蒸氣の蒸發損失を防止するに大なる效力がある。坩堝熔解を行ふ際は坩堝の底に装入して置けば良い。是に利用する硝子は瓶屑が良く殊に綠色のものが有効である。硝子屑を充分に得られない地方では砂 50% を加へたものが安價で利用せられて居る。

炭酸鹽熔剤；一 Na , K の炭酸鹽も亦熔剤中に混合せられ兩者を同時に添加せば何れか一方のみの時より溶解力が大となる。斯様な熔剤は金属酸化物、硫黄、硫化物に對する吸収力大なるも爐材、坩堝を腐蝕する缺陷がある。従つて Fe , S , As 等の除去に際してのみ利用せられる。 Pb を多量含有する眞鍮を取扱ふ場合には熔剤中に硼砂や硼酸を用ふことなく、その代りに蠟石 $[Mg_3H_2(SiO_3)_4]$ 石英粉を混合すると良い結果が得られる。

食鹽；一食鹽は歐洲大陸でよく用ひられて居る熔剤で金属酸化物の良好なる溶解剤であると同時に湯面の保護層となる。效力は硼砂、硼酸に劣るけれども安價である所から坩堝熔解に用ひられて居る。之は Cu , Zn , Sn , Sb , Bi の多い眞鍮の熔解に適し、 Zn 30~35% の眞鍮熔解には寧ろ硝子鍍金が有効である。脱酸のために多量の燐銅を使用せる場合には食鹽、燒曹達、石膏粉等を等量に混合せる熔剤を使用すれば良いが黒鉛製坩堝を使用する場合には燒曹達を使用してはいけない。

還元性熔剤；一最も普通には重硫酸加里を木炭と共に 100 lbs の湯に對して 1~4 oz を用ふる。使用法は坩堝の底に 1 lb の木炭と重硫酸加里の半量を装入し、次に金属装入物を入れて熔解し、最後に重硫酸加里の殘量を使用すれば良い。装入物中に屑金を多く混合せる際は重硫酸加里を多く使用するのであるが湯 100 lbs に對して 4 oz を使用すれば殆んど凡ての場合に満足な結果が得られる。尙湯面を保護するために硼砂、硼酸、食鹽、石膏粉等も同時に使用せられる。重硫酸加里使用の際は湯に S が少し入るから鑄造前に燒曹達で湯を洗滌する必要がある。酸化性熔剤としては窒化物、 MnO_2 , PbO , Pb_3O_4 が用ひられる。 Pb_3O_4 は 650 lbs の湯に對して 0.5% 位用ふれば良い。

不純物の除去；一合金元素を酸化する事なく、 Al , Si , Fe 等を除去するには普通硫酸加里が用ひられる。普通の熔剤を用ひて熔解してから鍍金を除去し、硫酸加里を振り播けば良い。此の方法の缺點は矢張湯に S の入ることであるが普通級の眞鍮には差支なき程度

で、又若し S を除去する必要がある際は燒曹達と木炭と混合劑で洗滌すれば良い。裝入物中の Fe は Fe_2C を造つて製品の旋削性を悪くするから之を作らせない様に、又存在せる Fe_2C を分解する様にせねばならない。この目的には石英粉と燒曹達の等量混合劑を裝入物の約 3% 使用すれば良い。先づ 2/3 を金屬と共に裝入し熔解後殘量を加へて過熱し鐵滓を 2~3 分間湯内に攪拌沈澱せしめ、次に燐銅で湯を洗滌するのである。又 Fe 除去には燒曹達 65~75%、窒化加里 25~15%、石英粉 10~5% の混合熔劑を使用することもある。(垣内)

9) 化學分析

容量法に依る石炭並に骸炭中の硫黃迅速定量法

(E. L. Skau & I. L. Newell: Ind. Eng. Chem. Anal. Edi. 5, 1933, 180) 米國材料試驗協會、鑛山局、瓦斯協會等の規格は石炭中の硫黃を酸化し、硫酸バリウムとして秤量する方法で、結果は極めて正確であるが、少くとも 2 時間又は一夜放置して沈澱を完成せしむを要し、迅速定量には甚だ困難する。著者は新しいベンチデン法の試験を行ひ、標準法としての bomb-washing 法や Na_2O_2 法 (A. S. T. M. Standard, Pt. II, 1930, 689) Eschka 法との比較せる結果、迅速法として充分の精度を有することを確めた。定量方法は次の如くである。

所要試薬は飽和 Benzidine Hydrochloride 溶液 (Eastman Kodak 會社製品を 8% の割合に水と混和し、數日間折々振盪しつゝ放置後濾過せるもの) 飽和 Benzidine Sulfate 溶液 (上記の飽和液に硫酸の小過剰を加へ、硫酸ベンチデンの沈澱を充分水洗後、過量に水と混和したるもの、使用前濾過し用ふる) 及び標準苛性曹達液 (0.0624 N とすれば、試料 1g の時 1cc は 0.1% S に相當する) で、ベンチデン兩溶液は褐色瓶に貯へる。此の外指示薬としてはフェノールフタレイン (0.5g を 50% のアルコールの 100cc に溶解せるものを用ふる。

定量操作 60 メッシュの試料 1g を (S 多き時は減ず) ポンプコロリメーターの tray に秤取し、次で點火線を調節し、下方のカップに數 cc の水を盛る。ポンプに酸素を徐々に満たし、20~30 氣壓とし、冷水中にポンプを裝置し、點火後 5 分を経て取り出し、1 分間以内に壓力を下げ、ポンプ内の全面を硫酸ベンチデンの飽和液で注意して洗滌する。洗液は 100~150 cc の如くし、250 cc のビーカーに取る。これに斷えず攪拌しつゝ飽和 Benzidine Hydrochloride 液 60 cc を徐々に加へ、沈澱を靜置沈降せしめて直ちに小型濾紙で濾別する。此の際沈澱は硫酸ベンチデンで充分洗滌する。沈澱は濾紙と共に原ビーカーに返し、水 100 cc を加へ、棒を以て濾紙を破壊する。これを 1cc のフェノールフタレイン液を指示薬とし、0.0624 N の $NaOH$ で滴定する。終點の直前、液は一度煮沸し、終點を決定する。

品名	工業分析				硫 黃 %			
	水分	揮發分	固定炭素	灰分	Na_2O_2 法	Bomb-Washing 法	本法	Eschkai 法
骸 炭	0.82	2.90	88.11	8.17	0.66	0.65	0.67	—
	0.61	3.20	86.77	9.42	0.90	0.86	0.91	—
	0.18	2.05	89.62	8.15	0.43	0.42	0.45	—
無 煙 炭	2.04	4.94	80.31	12.71	0.49	0.43	0.48	—
	2.79	7.63	72.54	17.04	0.39	0.37	0.39	—
半瀝青炭	1.44	15.89	71.90	10.77	—	3.60	3.64	3.60
	1.57	15.83	76.35	6.25	—	0.88	0.94	0.94
瀝 青 炭	1.85	35.67	51.50	10.98	—	3.81	3.89	3.81
	2.49	34.98	59.02	3.51	—	1.07	1.11	1.09

定量結果は附表の如くで、極めて精度は高い。所要時間は 30~40 分で、Eschka 法の 4~5 時間、 Na_2O_2 法並に Bomb-Washing 法の 2.5~3 時間に比すれば極めて迅速である。發熱量測定と並行的に行へば更に便である。(前 田)

銅中の微量アンチモニーの定量 (B. Park & E. J. Lewis: Ind. Eng. Chem. Anal. Edi. 5, 1933, 182) 過剰の銅鹽溶液中より少量のアンチモニーの除去は煩雜な長時間の處理を要するが、實際には數方法が行はれ、就中水酸化第二鐵の沈澱に伴はしめるが最良とされてゐる。Blumenthal 氏 (Z. anal. Chem. 73, 1928, 33) は $KMnO_4$ 及び $MnSO_4$ を銅の酸性溶液に加へ、 MnO_2 の沈澱中に Sb を伴はしめる方法を用ひた。殊に Cu の 25~100g 中に 50mg の Sb を含む程度でも、2 回の沈澱處理で完全に Sb を落し得る。著者は該法を幾分改良し、次の如く行つて微量の Sb をスペクトル分析した。

500g の銅試料を濃鹽酸で煮沸し、蒸溜水で洗滌後濃硝酸に溶解し、充分煮沸して赤煙を除き、水を加へて 2l とし、アムモニアを僅かに沈澱を認める迄加へ、再び硝酸の少量に溶解し煮沸する。次に 3% の過マンガン酸加里液 10cc を加へ 5 分間煮沸し、更に 5% の結晶硫酸マンガン液 15cc を加へ 10~20 分間煮沸を続け、火を去り一夜靜置する。上澄液を去り、沈澱はアスベストで濾別し、充分水洗する。濾液は更に上記の如く處理して沈澱を濾別する。兩者の沈澱は 50cc の濃鹽酸に溶解し、400cc に稀釋し、アムモニアで中和し、濃鹽酸 10cc を加へ、硫化水素を通じて沈澱を生ぜしめ、更に一夜靜置後アスベストを通じて濾過する。この硫化物の沈澱は水洗後、漏斗を通じて濃硝酸に溶解し、更に濃鹽酸、温水の順に處理し、溶液は蒸發して 10cc とする。これより 1/10~1/5cc の正確に採り、黒鉛電極の端部に加へ、100°C に乾燥後、50v. 10~12A で弧光を發せしめてスペクトル分析を行ふ。この方法で 1 千萬部の銅中 2 部のアンチモニーを定量し得る。Commercial Cu 中の Sb は 0.001~0.00002% の間に在る。米國 Lake Superior 地方の自然銅中の Sb は次の如く定量されてゐる。

産 地	Cu %	産 地	Cu %
Ahmeek 鑛山	<0.00002	Osceola 鑛山	<0.00002
Champion 鑛山	<0.00003	Guincy 鑛山	<0.00002

(前 田)

セレン酸法に依る銅中のゲルコニウムの定量 (S.

G. Simpson & W. C. Schumb: Ind. Eng. Chem. Anal. Edi. 5, 1933, 40) セレン酸 (Selenic Acid) 法を最初に銅に應用したのは Smith 及び James 兩氏 (J. Am. Chem. Soc. 42, 1920, 1764) で、これを鑛石に用ひたは本文の著者等 (J. Am. Chem. Soc. 53, 1931, 5921) である。鑛石の場合に比して銅は、鐵の過剰が存在する爲めに豫めエーテル分離を行ふ必要がある點が異なる。銅中の元素は次の如く分離する。

Fe , 鹽化物溶液をエーテル法で分離すれば、2 回の操作で略完全である。

Mo , 6 價なれば鹽化物よりエーテルで 80~90% が分離されるが、第二鐵鹽が存在すれば 100% 分離し得る。

C, Si, W , 溶液を蒸發、脱水し濾別すれば完全である。

P , 一部は磷酸ゲルコニウムとして珪酸殘渣中に入るが、炭酸アルカリで熔融し、酸處理すれば宜い。

$Ti, Al, Cr, V, Co, Ni, Cu, U$, 過酸化水素を含む酸性溶液より亞セレン酸ゲルコニウムを沈澱せしむれば、1 回で大部分は分離され

るが、再沈澱を行へば完全に分離される。

以上の如く他成分の分離は Th の外は極めて容易である。鐵の分離に用ふるエーテルはアルコール不含品を用ひ、デルコニウム沈澱の際の酸性度は鹽酸で $0.3 N$ 以下の必要がある。定量操作は次の如く行ふが宜しい。

鋼試料 $3g$ を $40cc$ の濃鹽酸に溶解し、少量の硝酸を加へて酸化し蒸發乾涸する。残渣は $6 N$ の鹽酸で潤し、再び充分乾涸せる後、 $6 N$ 鹽酸 $30cc$ と温水の $50cc$ で處理して濾過する。残渣及び濾液は各々次の如く處理する。

濾液 乾涸近く迄蒸發し、 $6 N$ 鹽酸 $40cc$ を加へ、2 回エーテルで鐵の分離を行ふ。次に完全に蒸發乾涸し、 $12 N$ 鹽酸 $12cc$ に溶解し、水を加へて $400cc$ とし、煮沸近くに加熱して 5% の過酸化水素水 $15cc$ を加へた後 10% のセレン酸溶液 $20cc$ を加へて靜置し沈澱を完成せしめる。濾別し、温水で洗滌し、次に記す残渣よりの沈澱と合する。

残渣 残渣は白金坩堝中に灰化し、弗酸で珪酸を除き、炭酸曹達で熔融し、温水で處理し濾過する。残渣は炭酸曹達の稀薄溶液及び温水で洗滌する。この残渣は灼熱灰化せる後重硫酸カリで熔融し、 $100cc$ の稀硫酸性の温水に溶解し、次でアンモニア性として濾過し、温水で洗ふ。沈澱は $6 N$ 鹽酸の $25cc$ に溶解し、水を加へて $400cc$ とし、沸騰點近く迄加熱し、上掲の如く過酸化水素及びセレン酸でデルコニウムを沈澱せしめる。兩者の沈澱は合して $6 N$ 鹽酸の $25cc$ に溶解し、稀釋して $400cc$ とし、(酸に悉く溶解せず白色残渣を見ることあり。鹽基性亞セレン酸デルコニウムなれば差支へなし) 過酸化水素及びセレン酸で再沈澱を行ふ。沈澱は濾別し、注意して乾燥、灼熱、灰化を行ひ、 ZrO_2 として秤量する。

鹽化デルコニールを添加し定量した著者の結果は次表に示す如く W を含む場合の外極めて正確である。チタニウムの比色定量はデルコニウムの沈澱後は行ひ難く、液を 2 分して行ふが宜い。

添加物	Zr 検出量		
	0.15% Zr 添加	0.38% Zr 添加	1.92% Zr 添加
—	0.15	0.38	1.92
$Ti^{IV}Al^{III}$	0.16	0.36	1.91
$Ti^{IV}Al^{III}UO_2^{II}VO_3-$	0.16	—	—
$Ti^{IV}Al^{III}Cr^{III}VO_3-$	0.14	0.36	1.92
$Ti^{IV}Al^{III}Cr^{III}VO_3-$	0.16	0.39	1.94
$UO_2^{II}Co^{II}Cu^{II}Ni^{II}$			
$Ti^{IV}Al^{III}UO_2^{II}VO_3-$	0.21	0.44	—
$WO_4^{--}MoO_4^{--}$			
$WO_4^{--}MoO_4^{--}$	0.18	0.49	2.49
WO_4^{--}	0.16	—	2.54 (前田)

沃度法に依る炭素鋼及び滿侖鋼中の非金属包含物の定量 (T. R. Cunningham & R. J. Price: Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 5, 1933, 27) 沃化第一鐵法は Eggertz 氏の原法では鐵の加水分解と不溶性化合物を生ずる缺點ある爲め、枸橼酸アンモンを添加しなくては好果を得られない。Willem 氏の改良法 (Archiv. 1, 1928, 665) では MnO の回収率は 60% を超えない缺點がある。著者の方法は次の如くする。

沃化第一鐵液の調製

<0.03% Si の普通炭素鋼削屑 $5g$ に $25cc$ の冷水、枸橼酸アンモン $4g$ 及び純沃度 $30g$ を加へ、氷水中に振盪して溶解し、更に $30g$ の沃度を加へ振盪機に掛けて溶解し濾過する。この全量は $75cc$ 以内とし鋼の $5g$ に用ふる量に定める。

定量操作

鋼試料 $5\sim 10g$ に沃化第一鐵液の對應量を加へ、氷水中に浸漬して發熱せざる如く振盪し、次に緩徐な廻轉速度で振盪機に掛け、 $11cm$ の無灰濾紙で濾別し、 $18\sim 20$ 回 2% の枸橼酸アンモンの冷液で洗滌する。試料が高珪素の場合は更に 5% の苛性ソーダ及び温水で洗滌する。残渣は $1,000^\circ C$ に灼熱灰化して秤量する。秤量後炭酸ソーダの $1g$ で熔融し、酸に溶解して液を 2 分し、一部より蒼鉛酸—亜砷酸法でマンガンを定量し、他の一部は鹽化アンモンを加へ、アンモニアで沈澱して $Fe_2O_3 + Al_2O_3$ の含量を重量法で測り、更に鹽酸に溶解し、鹽化第一錫で還元し、過滿侖酸加里で鐵を滴定し、その差よりアルミニウムを求める。

枸橼酸アンモンは鐵の加水分解、磷酸第二鐵の沈澱等を阻止する作用がある。試料中の硫化物は分解して硫黃を遊離し、窒化物、 Cr 及び V の炭化物は分解されず残渣に入る。 P, S は残渣中に檢出されない。

著者がアームコ鐵に $2FeOSiO_2, 2MnOSiO_2, FeOMnOSiO_2$ 等に相當する成分の滓 5 種を加へその回収率を測つた結果は次表に示す。 Al_2O_3 の回収率は甚だ高く満足すべきものである。

添加物	残渣の分析			回収率		
	SiO_2	Fe	Mn	SiO_2	Fe	Mn
$2FeOSiO_2$	32.80	45.51	—	97.8	99.4	—
$2MnOSiO_2$	27.93	1.96	47.78	96.4	97.5	98.7
$FeOMnOSiO_2$	28.72	12.01	37.60	97.7	98.7	98.9
"	30.22	23.09	25.85	97.9	99.9	99.8
"	31.41	34.45	13.11	98.1	99.2	99.0

(前 田)