



始



鐵及鋼並鋼滓分析法
(迅速法)

日本學術振興會
編

東京
丸善出版株式會社

鐵及ビ鋼並鋼滓分析法
(迅速法)

日本學術振興會
編

東京

丸善出版株式會社

997
162

納
本

564.2
N77

鐵及鋼並鋼滓分析法

(迅速法)

日本學術振興會
編



丸善出版株式會社

111

111

序

本第 19 小 (特殊鋼材) 委員會第 1 分科會 (分析研究) ニ於テハ數年來
熔鋼及ビ熔滓ノ迅速分析方法ヲ研究シタ。

各委員其ノ他ハ各所ニ於テ現ニ施行シツ、アル分析方法ヲ調査シ綜合研
究ヲナシテ、其ノ最モ迅速ニシテ且ツ比較的正確ナル方法ヲ逐次ニ決定シ
茲ニ一括シ印刷スルコト、シタ。製鋼過程ニ於テ熔鋼及ビ熔滓ハ活物デア
リ時々刻々其ノ成分ハ變化スルモノデアアル。從ツテ各成分ヲ直時ニ測定シ
得ナケレバ製鋼法ノ作業ハ進歩シ得ナイノデアアル。本委員會ニ於テハ各方
法ヲ比較研究スルニ當リ分析操作所用時間ハ約 15 分間以內ヲ以テ基準ト
シタ。然シ乍ラ未ダ當初ノ目的ヲ達シ得ナイモノモ 2, 3 アツタガ之ハ學
術ノ進歩ニ伴ヒ益々良イ分析法ヲ新シク採用シ又ハ漸次本法ヲ改正シテ 1
分間デモ短縮セネバナラスト考ヘテ居ル次第デアアル。又今之ヲ公ニスルニ
當リ弘ク之ヲ利用セラレテ、本邦製鋼技術ノ改良進歩ニ資セラレンコトヲ
冀フモノデアアル。

昭和 18 年 6 月

日本學術振興會第 19 小委員會

委員長 俵 國 一

第2版ノ序

曩ニ第1版ヲ公ニスルヤ忽チニシテ品切トナリ、世ノ期待ニ背クモノ多ク遺憾ニ堪ヘザリシモ、今茲ニ第2版ヲ出スニ當リ一言述ベル。第2版ニ於テハ其ノ後各分析方法ノ更正セラレタルモノ又ハ追加セラレタルモノ即チ銅分析方法ノ如キ、或ハ新ニ決定シタル熔鋼及ビ熔滓試料採取方法、熔鋼及ビ熔滓迅速分析値許容差等ヲ追加印刷ニ附シタ。尙鋼材中ノ非金屬介在物ノ分析方法中ノ溫硝酸法ハ割合短時間ニ行ヒ得テ本邦各所ニ實用セラレモノナルニ付之ヲ添加シタ。第2版モ弘ク世ニ用ヒラレテ戰後鐵鋼製造作業ニ於テ其ノ品質改善、能率増進ノ資ニ供セラレコトヲ冀フモノデアル。

昭和20年10月

日本學術振興會第19小委員會

委員長 俵 國 一

目 次

1. 熔鋼及ビ熔滓試料採取方法	1
2. 迅速分析用熔鋼試料採取方法	3
3. 迅速分析用熔滓試料採取方法	5
4. 熔滓粘度計(金型)ニ依ル熔滓粘度測定方法	8
5. 熔鋼及ビ熔滓迅速分析値許容差	12
6. 鐵及ビ鋼炭素分析方法(迅速法)	14
7. 鐵及ビ鋼珪素分析方法(迅速法)	19
8. 鐵及ビ鋼珪素分析方法(迅速第2法)	22
9. 鐵及ビ鋼マンガン分析方法(迅速法)	24
10. 鐵及ビ鋼磷分析方法(迅速法)	26
11. 鐵及ビ鋼硫黄分析方法(迅速法)	29
12. 鐵及ビ鋼銅分析方法(迅速法)	33
13. 鐵及ビ鋼アルミニウム分析方法(迅速法)	36
14. 鐵及ビ鋼ニツケル分析方法(迅速法)	39
15. 鐵及ビ鋼クロム分析方法(迅速法)	42
16. 鐵及ビ鋼タングステン分析方法(迅速法)	44
17. 鐵及ビ鋼モリブデン分析方法(迅速法)	47
18. 鐵及ビ鋼酸素分析方法(迅速法)	49
19. 鹽基性鋼滓全鐵分析方法(迅速法)	53
20. 鹽基性鋼滓酸化第一鐵分析方法(迅速法)	55
21. 鹽基性鋼滓酸化第二鐵分析方法(迅速法)	57
22. 鹽基性鋼滓珪酸分析方法(迅速法)	58
23. 鹽基性鋼滓酸化マンガン分析方法(迅速法)	60
24. 鹽基性鋼滓ライム分析方法(迅速法)	62

25. 鹽基性鋼滓マグネシア分析方法 (迅速法)	64
26. 鹽基性鋼滓弗化石灰分析方法 (迅速法)	66
27. 鹽基性鋼滓カーバイド分析方法 (迅速法)	68
28. 酸性鋼滓酸化鐵分析方法 (迅速法)	71
29. 酸性鋼滓珪酸分析方法 (迅速法)	73
30. 酸性鋼滓酸化マンガン分析方法 (迅速法)	76
31. 酸性鋼滓ライム分析方法 (迅速法)	78
32. 鐵及ビ鋼非金屬介在物分析方法 (溫硝酸法)	80
33. 鐵及ビ鋼非金屬介在物分析方法 (溫硫酸法)	84

1. 熔鋼及ビ熔滓試料採取方法

(學振19小委第20號
昭和20年4月19日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ熔鋼及ビ熔滓分析用試料採取方法ニ之ヲ適用スル。

第2章 熔鋼試料採取方法

第2條 熔鋼分析用試料採取方法ハ次ノ通りトス。

1. 熔鋼汲取用杓子ノ容量ハ約 200 cc ノモノトスル。
2. 熔鋼汲取位置ハ爐ノ中央ヨリ手前、深サハ熔鋼ノ表面ヨリ約 10 cm トスル。

第3章 熔滓試料採取方法

第3條 熔滓分析用試料採取方法ハ次ノ通りトス。

1. 熔滓汲取用杓子ノ容量ハ約 200 cc ノモノトスル。
2. 熔滓汲取位置ハ爐ノ中心ト爐壁ノ中央トシ、熔鋼ヲ混ジナイ様ニ注意スルコトヲ要スル。

第4章 熔鋼試料採取用鑄型

第4條 熔鋼分析用試料トシテ爐内ヨリ汲出シタル熔鋼ヲ注入スル鑄型ハ次ノ通りトスル。

目 的	鑄型内徑 (mm) (横×縦×高又ハ深サ)
1. 迅速分析	40×120×40. 又ハ學振19小委第15號迅速分析用熔鋼試料採取方法ニヨル。
2. 通常分析	55×55×120, 底 40×40
3. 非金屬介在物分析	同 上
4. 熔鋼精鍊狀況検査用(金型)	同 上
5. 同 上(砂型)	35φ×110, 底 25φ
6. 酸素分析	55×55×120, 底 40×40

7. 水素分析	26φ × 75. 底 20φ
8. 同上 (切出用)	55 × 55 × 120. 底 40 × 40
9. 窒素分析	同上

第5章 熔滓試料採取用鑄型

第5條 熔滓分析用試料トシテ爐内ヨリ汲出シタル熔滓ヲ注入スル鑄型ハ次ノ通りトスル。

目的	鑄型内徑 (mm) (横×縦×高さ又ハ深サ)
1. 迅速分析	學振19小委第16號迅速分析用熔滓試料採取方法ニヨル
2. 通常分析	同上
3. 流動性試験	7φ × 200. 或ハ學振19小委第17號熔滓粘度計(金型)ニ依ル熔滓粘度測定方法ニヨル。

備考

1. 熔鋼試料ノ汲取ニ當リ其ノ深サハ浴中ニ入レタル杓子ノ長サ, 汲取時ノ柄ノ傾斜角ニヨツテ定メル。

2. 迅速分析用熔鋼試料採取方法

(學振19小委第15號
昭和18年5月1日決定)

第1章 總則

第1條 本法ハ迅速分析用熔鋼試料採取方法ニ之ヲ適用スル。

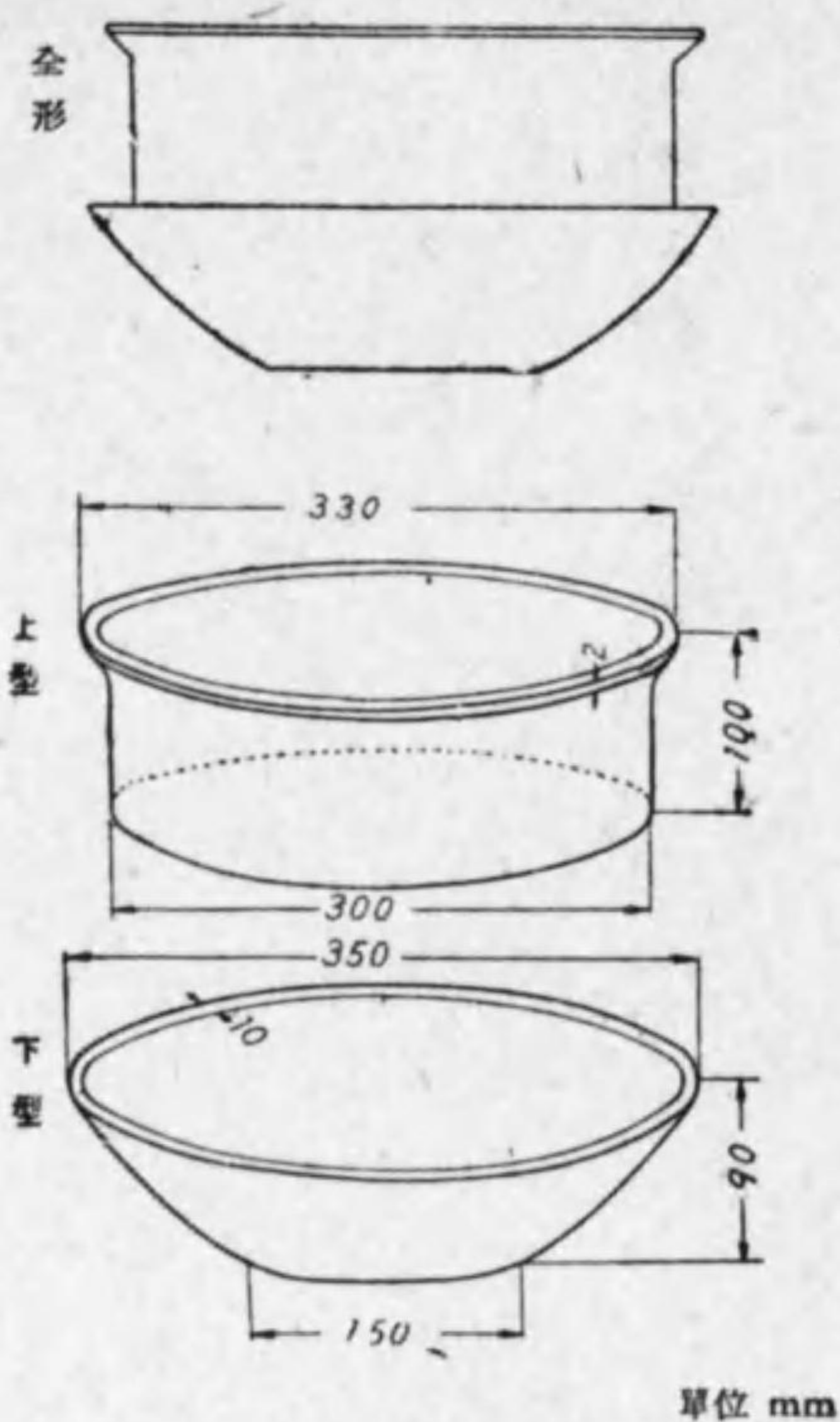
第2章 熔鋼試料採取方法

第2條 本章ノ試料採取方法ハ次ノ通りデアル。

熔鋼ヲ適當ナ柄杓ヲ汲ミ取り, 直ニ約 1m ノ高サカラ鐵製容器 (附圖參照) 中ニ滴下シ, 容器中デ飛散冷却シタル小片ヲ以テ試料トスル。

備考

1. 試料ニハ鋼滓ノ附着シナイ小片又ハ適當ナ方法デ鋼滓ヲ除去シタル小片ヲ用ヒル。
2. 試料採取所要時間ハ約 1 分間デアル。



附圖 熔鋼試料採取用鐵製容器

3. 迅速分析用熔滓試料採取方法

(學振19小委第16號
昭和18年5月1日決定)

第1章 總 則

- 第1條 本法ハ迅速分析用熔滓試料採取方法ニ適用スル。
- 第2條 迅速分析用熔滓ノ試料採取方法ハ次ノ2段トスル。
1. 熔滓ノ採取方法
 2. 分析試料調製方法

第2章 熔滓ノ採取方法

- 第3條 本章ノ熔滓採取方法ハ次ノ通りデアル。

爐内熔滓ヲ適當ナ柄杓デ 300 cc 乃至 400 cc 汲ミ取り手早ク鐵製鑄型(附圖參照)ニ注ギ込ム。暫時放置後、鐵製鑄型ヲ開キ棒狀ノ部分カラ適當量ノ鋼滓ヲ折リ取り分析試料調製ニ供スル。

第3章 分析試料調製方法

- 第4條 本章ノ分析試料調製方法ハ次ノ通りデアル。

第3條ニ依リ採取シタ試料ヲ硬度ノ高イ鋼製乳鉢又ハ碎鑄臼ヲ用ヒテ粉碎シ、標準網篩 0.15 ヲ用ヒテ篩ヒツケ、篩ヲ通過シタ粉末中ニ存在スル金屬鐵粉ハ磁石ヲ用ヒテ除去スル。金屬鐵粉分離操作ハ磁石ニ鐵粉ノ附着量ガ漸減シテ常ニ少量ガ附着スル程度トナツタ時ヲ以テ打切リトスル。

備 考

1. 爐内熔滓ノ採取ニ當ツテ鐵製鑄型ヲ使用シ得ナイ時ハ次ノ方法ニ依ツテ採取スルコトヲ得ル。
 - 1) 適當ナ長サヲ有スル冷イ鐵棒(25 mm 乃至 30 mm 丸)ヲ爐内ノ熔滓中ニ挿入シタ後直ニ引出シテ暫時放置スル。適當ナ金槌ヲ以テ鐵棒ヲ叩イテ熔滓ヲ落シ其ノ適當量ヲ採ツテ分析試料調製ニ

4. 熔滓粘度計(金型)ニ依ル熔滓粘度測定方法

(學務19小委第17號)
(昭和18年4月30日決定)

第1章 總 則

第1條 本方法ハ熔滓粘度測定用金型ニ依リ製鋼、製鉄其ノ他ノ作業中熔滓ノ粘度ヲ現場的ニ測定スルニ適用スル。

第2章 試料採取者

第2條 試料採取者ハ現場作業ニ通曉シテ測定ノ目的ヲ認知シ、且ツ試料採取ニ習熟シタ者デアルコトガ必要デアル。

第3章 粘 度 計

第3條 本粘度計ハ附圖ニ示ス様ナ鑄鐵製金型ヲ使用スル。

第4條 熔滓流動溝ハ入念ニ仕上ヲ行ヒ、表面ニ凹凸ノナイコトガ必要デアル。

第5條 粘度計特ニ流動溝ノ形狀ハ時々測定検査シ、常ニ規定ノ寸法デナケレバナラヌ。

第4章 測定上ノ一般的注意

第6條 試料採取者ハ試料採取ニ際シ圖滑ニ作業シ得ラレル様粘度計及ビ自己ノ位置ヲ豫メ定メテ置ク。

第7條 粘度計及ビ試料採取用杓ハ常ニ清潔ニシ地金屑或ハ鋼滓等ノ異物が附着シテキテハナラヌ。

第8條 粘度計ハ左右兩型ヲヨク密着サセテ水平ニ安置スル。

第9條 粘度計及ビ試料採取用杓ハ成可ク常溫ノモノヲ使用シ、高キトキハ使用前ニ水冷スル。

第10條 平均試料採取ノ際ハヨク熔鋼及ビ熔滓ヲ攪拌シ、ソノ成分ヲ一樣ニスル。

第11條 試料採取用杓ハ常ニ同一容量ノモノヲ使用シ試料ハ必ず杓ニ

熔滓粘度計(金型)ニ依ル熔滓粘度測定方法

充ス、ソノ容量ハ 900 cc ヲ標準トスル。

第12條 試料ハ常ニ爐内同一位置カラ採取スル、爐ノ形狀、大小ニヨリ採取場所ヲ一定スルコトハ困難デアルカラ大體爐ノ中央部カラ採取シ同一爐ニ於テハ一定トスル。

第13條 熔滓注入ノ際同一ノ高サカラ注入スルタメ、杓ヲ一旦金型ノ上ニ安置シ、次ニ靜カニ傾ケテ約 20 mm ノ太サデ注入スル。コノ際必ず漏斗ノ中心部ニ落下サセ周邊ニ當ラヌ様ニシテ漏斗ニ充スマデ注入スル。

第14條 試料ヲ杓ニ充シテ爐内熔滓面カラ取出ス瞬間カラ型ヘ注入シ始メルマデノ時間ハ7秒ヲ標準トスル。

試料採取者ハ充分練習シ採取カラ注入マデノ作業間ニ於テ規定時間ヲ調節スルタメ故意ニ杓ヲ停止シテハナラヌ。

第15條 注入シタ試料ノ流動長ヲ測定スル場合ハ凝固後型ヲ靜カニ横倒シトシテ上型ヲ取離ス。コノ時鋼滓破碎シテ飛散シタ場合ハソノ先端部ヲ拾ヒ溝ニ入レテ輕ク先端部ノ方ヘ移シ、ソノ止ツタ點ヲ以テ流動ノ終點トスル。

第5章 記 録

第16條 粘度測定ノ際ハ心ズ同一條件デ2回行ヒソノ平均ヲ以テ所要ノ値トスル。

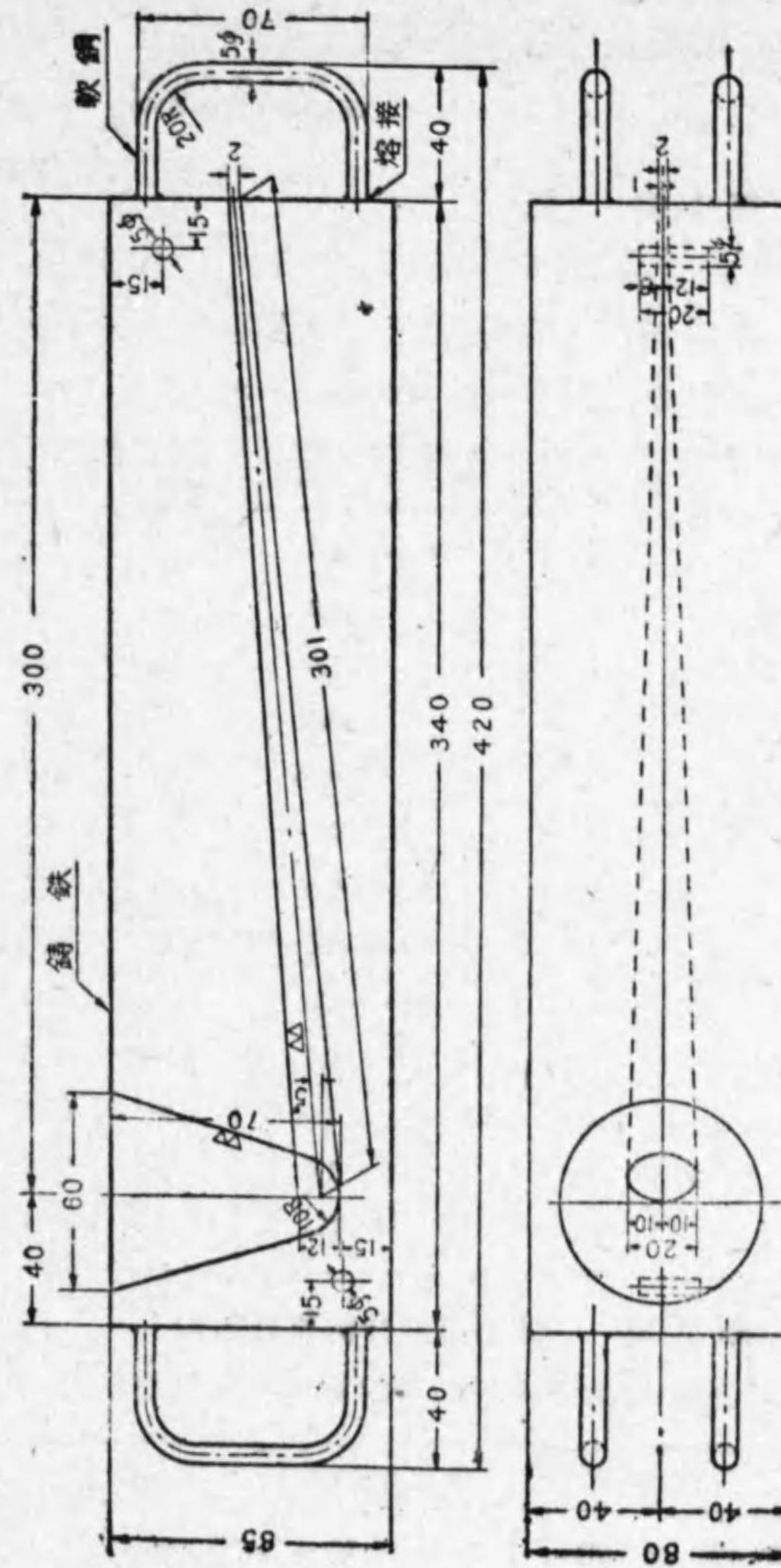
第17條 前條ノ兩測定値ノ差ガ 15 mm 以上デアル時ハソノ値ハ採用シナイデ再試験ヲ實施スル。

第18條 流動長ハ漏斗及ビ溝ノ中心線ノ支點ヲ基準トシ此ノ點カラ鋼滓ノ先端マデノ長サヲ測定シ mm 單位デ止メル。通常基準點ヲ求メルコトハ困難デアルカラ鋼滓ノ先端カラ溝ノ末端マデノ長サヲ測定シ全溝長デアル 301 mm カラソノ測定値ヲ控除シタ數值ヲ以テ所要ノ流動長トスル。

第 19 條 第 14 條前段ニ示ス注入シ始メルマデノ時間ハ測秒計ヲ測定シ、ソノ時間ヲ測定値ニ併記スルヲ要スル。

(例 200 mm (7 秒), 30 mm (8 秒))

第 20 條 本法ニ準ジテ測定ガ出来ヌ場合ハ其ノ狀況、又測定結果ニ影響スルト認メラレル狀況ハ其ノ旨ヲ測定結果ニ附記スルヲ要スル。



単位 mm

附圖 熔滓粘度計

5. 熔鋼及ビ熔滓迅速分析値許容差

(準則19小委第21號
昭和20年4月19日決定)

第1章 總 則

第1條 本規定ハ熔鋼及ビ熔滓成分ノ迅速分析ニ之ヲ適用スル。

第2章 熔鋼迅速分析値許容差

第2條 熔鋼迅速分析値ノ許容差ハ次ノ通リトスル。

成 分	目標含量(%)	許 容 差 (%)
1. 炭 素	0.2—0.4	± 0.02
2. 珪 素	0.3	± 0.02
3. マ ン ガ ン	1.0	± 0.03
4. 磷	0.05	± 0.003
5. 硫 黄	0.05	± 0.003
6. 銅	0.3	± 0.02
7. ニ ツ ケ ル	0.5—2.0	± 0.03
8. ク ロ ム	0.5—2.0	± 0.03
9. タ ン グ ス テ ン	0.5—2.0	± 0.05
10. モ リ ブ デ ン	0.5	± 0.02
11. ワ ナ チ ウ ム	1.0	± 0.03
12. ア ル ミ ニ ウ ム	1.0	± 0.02
13. 砒 素	0.6	± 0.03

第3章 熔滓迅速分析値許容差

第3條 熔滓迅速分析値ノ許容差ハ次ノ通リトスル。

成 分	目標含量(%)	許 容 差 (%)
1. 全 鐵 (酸 化 期)	20	± 1.0
2. 全 鐵 (還 元 期)	3	± 0.3

3. 珪 酸	15	±	1.5
4. 酸 化 マ ン ガ ン	10	±	0.3
5. ラ イ ム	40	±	2.0
6. マ グ ネ シ ヤ	10	±	1.0

- 備 考

許容差(%)ハ其ノ成分含有量(%)ニ十或ハ一デアル。

例ヘバ熔鋼中ノマンガング 0.55% ナル試料ニ於テ其ノ迅速分析値ハ 0.52乃至0.58% 範圍内デアルコトヲ要スルノデアル。

6. 鐵及ビ鋼炭素分析方法 (迅速法)

(準則19小委第15號
昭和17年5月27日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鐵及ビ鋼ノ炭素分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鐵及ビ鋼炭素分析方法

第2條 本章ノ炭素分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ酸素氣流中デ加熱シ、炭素ヲ燃燒シテ炭酸ガストスル。之ヲ酸素ト共ニビュレットニ捕集シテ全ガスノ容積ヲ測定シ次ニ炭酸ガスタ吸收除去シテ後、殘留ガスノ容積ヲ測定シ、其ノ減容積カラ炭素量ヲ算出スル。

2. 装置 (附圖参照)

(1) 酸素清淨装置

本装置ハ酸素中ニ含有スル炭酸ガス又ハ有機性ガス等ヲ除去シ且ツ酸素ヲ清淨スルコトヲ目的トスルモノデアツテ、クロム酸飽和硫酸(硫酸比重 1.82)、苛性カリ溶液(33%)、ソーダ石灰等ヲ適宜使用スル。

(2) 燃 燒 爐

燃燒爐ハ内徑約 3 cm 長サ 20 cm 乃至 25 cm ノ管狀電氣爐ヲ用ヒ其ノ中央部ニ於テ長サ約 10 cm 一定溫度ニ保チ得ルモノトスル。爐ニハ其ノ兩端ニ約 10 cm づツ突出シ得ル長サノ磁製燃燒管(内徑約 2 cm)ヲ挿入スル。又管中ニ挿入サレル磁製ポートノ位置ノ後方爐端ニ相當スル附近ニ石棉ヲ數 cm ニ亙ツテ填メル。

(3) ガス分析装置

燃燒爐カラ出タ酸素及ビ炭酸ガスノ冷却管(C)、硫酸ヲ微酸性ト

シタ食鹽溶液(26%)ヲ入レタビュレット(D)、水準管(E)、ビュレット内ノガス溫度ヲ測定スル爲ノ溫度計(F)及ビ苛性カリ溶液(33%)ヲ入レタ炭酸ガス吸收瓶(G)カラナル。

3. 分析操作

前各號ニ記載シタ装置ヲ連結シ燃燒管ヲ熱シテ其ノ溫度ヲ 1000°C 乃至 1100°C ニ上昇シビュレット及ビ炭酸ガス吸收瓶中ノガスタ除去シテ溶液ヲ標線ノ位置迄上昇サセ、コック(A)ヲ閉ヂテ置ク。

試料 1g ヲ豫メ灼熱シテ有機物等ヲ除去シタ磁製ポートニ秤取シ、之ニ鉛丹約 1g ヲ加ヘテ能ク混和スル。之ヲ豫メ所定ノ溫度ニ加熱シテアル燃燒管ノ中央部ニ挿入シ、直ニ氣密ニ栓ヲ爲シ酸素ヲ通ジナガラ 1 分乃至 2 分間放置スル。燃燒管内ノ溫度ガ一定トナツタ後コック(A)及ビコック(B)ヲ開キ燃燒管カラ出タ炭酸ガス及ビ酸素ノ混合ガスタビュレット(D)ニ導ク。酸素ハ 90 秒間ニビュレット(D)内ニ混合ガス約 200 cc ヲ捕集シ得ル程度ニ送入スル。

ビュレット(D)ノ目盛ノ最下部近ク迄混合ガスタ捕集シテ後酸素ノ送入ヲ止メコック(A)及ビコック(B)ヲ閉ヂ約 1 分間放置シテ混合ガスノ容積ヲ測定スル。

次ニコック(B)ヲ開キビュレット(D)内ノ混合ガスタ炭酸ガス吸收瓶(G)ニ送り込メ炭酸ガスタ吸收シテ後殘留ガスタビュレット(D)ニ戻シ、約 1 分間放置シ殘留ガスノ容積ヲ測定スル。同一ノ操作ヲ繰返シ炭酸ガスタ完全ニ吸收シタコトヲ確メテ後其ノ減容積ヲ炭酸ガスタシ次式ニ依リ附表 I ノ補正因數(f)ヲ用ヒテ炭素量ヲ算出スル。

$$\frac{V_1 \times 0.05}{\text{試料}(g)} \times f = \text{炭素}\%$$

但シ V_1 = 測定シタ炭酸ガスノ容積 (cc)

$$f = 0.3872 \times \frac{B - b}{273 + t}$$

B = 氣壓 (mmHg) 讀取値 = 溫度及ビ重力補正ヲ施セル値

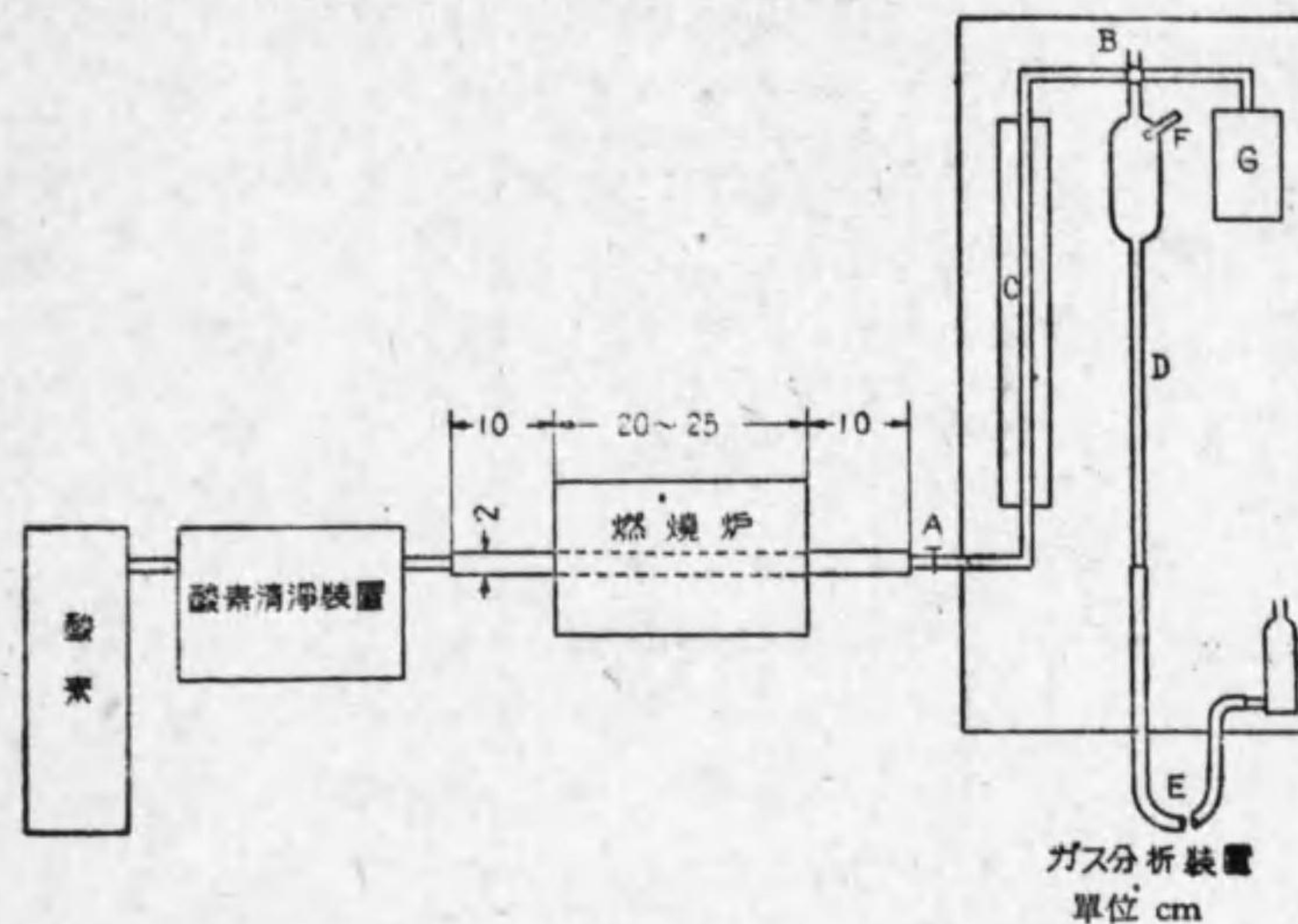
t = ビュレット内ガスノ溫度 (°C)

$b = t^{\circ}\text{C}$ = 於ケル水ノ蒸氣壓 (mmHg)

備考

1. 試料ニ油類ノ附着ヲ認メタ時ハアルコール及ビエーテルデ之ヲ洗滌除去シタ後乾燥スル。
2. 硫黄含有量ノ多イ試料ヲ分析スル場合ニハ燃燒管中ニ石綿ノ代リニ白金石棉又ハ酸化鐵石棉ヲ填メル。
3. 試料中ニ鉛丹ヲ混和シナイ場合ハ燃燒溫度ヲ 1100°C 乃至 1200°C ニ上昇スルコトヲ要スル。
4. 鉛丹ハ其ノ 1g = 對スル空實驗値ガ, 0.2 cc 以下ナルコトヲ要スル。
5. 操作後ニ試料ノ酸化ガ完全デアツタカ否カラ確メルコトヲ要スル。
6. ビュレット内ニ入レル食鹽溶液 (2%) ニハメチルレッド溶液ヲ加へ、之ガ酸性反應ヲ呈スル迄硫酸ヲ滴加シタモノトスル。
7. ゴム管ハ炭酸ガスヲ吸收スル虞ガアル故裝置ノ各接続ニハガラス管ヲ用ヒ、其ノ兩端ハ互ニ密接サセテゴム管デ之ヲ保持スル。
8. 附表 I ハ溫度 16°C 氣壓 760 mmHg 蒸氣壓 11 mmHg ノ場合 (此時ノ CO_2 1 cc ハ炭素 0.0005 g = 當ル) ヲ基準 ($f=1$) トシ V_1 cc ヲ此ノ場合ノ容積 (cc) = 換算スル補正因數デアル。
9. 炭素量算出ニ際シテ附表 II ヲ使用スルコトヲ得ル。
10. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	1
燃 燒	3 — 5
炭 酸 ガ ス 吸 收	2 — 3
計 算	1
計	7 — 10



附 圖 鐵及ビ鋼炭素分析方法(迅速法)裝置

附表 I 鐵及ビ鋼炭素分析値(迅速法)補正因数(f)表

温度 mm Hg	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
740	1.022	1.017	1.013	1.009	1.004	1.000	0.996	0.991	0.987	0.983	0.978	0.974	0.969	0.964	0.960	0.955	0.950	0.946	0.941	0.936	0.931	0.926	0.921	0.916	0.911	0.905	0.900	0.895	0.889	0.883	0.878	0.872	0.866	0.859	0.853	0.847
742	1.025	1.020	1.016	1.012	1.007	1.003	0.999	0.994	0.990	0.985	0.981	0.976	0.972	0.967	0.962	0.958	0.953	0.948	0.943	0.939	0.934	0.929	0.924	0.918	0.913	0.908	0.903	0.897	0.892	0.886	0.880	0.874	0.868	0.862	0.856	0.849
744	1.027	1.023	1.019	1.014	1.010	1.006	1.001	0.997	0.992	0.988	0.984	0.979	0.974	0.970	0.965	0.960	0.956	0.951	0.946	0.941	0.936	0.931	0.926	0.921	0.916	0.910	0.905	0.900	0.894	0.888	0.883	0.877	0.871	0.864	0.858	0.851
746	1.030	1.026	1.021	1.017	1.013	1.008	1.004	0.999	0.995	0.991	0.986	0.982	0.977	0.972	0.968	0.963	0.958	0.953	0.949	0.944	0.939	0.934	0.929	0.924	0.918	0.913	0.908	0.902	0.897	0.891	0.886	0.879	0.873	0.867	0.861	0.854
748	1.033	1.028	1.024	1.020	1.015	1.011	1.007	1.002	0.998	0.993	0.989	0.984	0.979	0.975	0.970	0.966	0.961	0.956	0.951	0.946	0.941	0.936	0.931	0.926	0.921	0.916	0.910	0.905	0.899	0.893	0.888	0.882	0.876	0.869	0.863	0.856
750	1.036	1.032	1.027	1.022	1.018	1.014	1.009	1.005	1.000	0.996	0.992	0.987	0.982	0.978	0.973	0.968	0.964	0.959	0.954	0.949	0.944	0.939	0.934	0.929	0.924	0.918	0.913	0.907	0.902	0.896	0.890	0.884	0.878	0.872	0.866	0.859
752	1.038	1.035	1.030	1.025	1.021	1.016	1.012	1.008	1.003	0.999	0.994	0.990	0.985	0.980	0.976	0.971	0.966	0.961	0.957	0.952	0.947	0.942	0.936	0.931	0.926	0.921	0.915	0.910	0.904	0.898	0.893	0.887	0.881	0.874	0.868	0.861
754	1.041	1.037	1.032	1.028	1.024	1.019	1.015	1.010	1.006	1.001	0.997	0.992	0.988	0.983	0.978	0.974	0.968	0.964	0.959	0.954	0.949	0.944	0.939	0.934	0.929	0.923	0.918	0.912	0.907	0.901	0.895	0.889	0.883	0.877	0.870	0.864
756	1.044	1.040	1.035	1.032	1.026	1.022	1.018	1.013	1.009	1.004	1.000	0.995	0.990	0.985	0.981	0.976	0.971	0.966	0.962	0.957	0.952	0.947	0.942	0.936	0.931	0.926	0.920	0.915	0.909	0.903	0.898	0.892	0.886	0.880	0.873	0.866
758	1.047	1.042	1.038	1.034	1.029	1.025	1.020	1.016	1.011	1.007	1.003	0.998	0.993	0.988	0.984	0.979	0.974	0.969	0.964	0.959	0.954	0.949	0.944	0.939	0.934	0.928	0.923	0.917	0.912	0.906	0.900	0.894	0.888	0.882	0.875	0.869
760	1.050	1.045	1.041	1.036	1.032	1.027	1.023	1.019	1.014	1.010	1.005	1.000	0.996	0.991	0.987	0.982	0.977	0.972	0.967	0.962	0.957	0.952	0.947	0.942	0.937	0.931	0.926	0.920	0.914	0.909	0.903	0.897	0.891	0.884	0.878	0.871
762	1.052	1.048	1.043	1.039	1.034	1.030	1.026	1.021	1.017	1.012	1.008	1.003	0.998	0.994	0.989	0.984	0.979	0.974	0.970	0.965	0.960	0.954	0.949	0.944	0.939	0.934	0.928	0.923	0.917	0.911	0.905	0.899	0.893	0.887	0.880	0.874
764	1.055	1.051	1.046	1.042	1.037	1.033	1.028	1.024	1.019	1.015	1.010	1.006	1.001	0.997	0.992	0.986	0.982	0.977	0.972	0.968	0.962	0.957	0.952	0.947	0.941	0.936	0.931	0.925	0.919	0.914	0.908	0.902	0.896	0.889	0.883	0.876
766	1.058	1.053	1.049	1.044	1.040	1.036	1.031	1.027	1.022	1.018	1.013	1.008	1.004	0.999	0.994	0.989	0.985	0.980	0.975	0.970	0.965	0.960	0.955	0.949	0.944	0.939	0.933	0.928	0.922	0.916	0.911	0.904	0.898	0.892	0.885	0.879
768	1.061	1.056	1.052	1.047	1.043	1.038	1.034	1.029	1.025	1.020	1.016	1.011	1.006	1.002	0.997	0.992	0.987	0.982	0.977	0.973	0.967	0.962	0.957	0.952	0.947	0.941	0.935	0.930	0.924	0.919	0.913	0.907	0.901	0.894	0.888	0.881
770	1.064	1.059	1.054	1.050	1.046	1.041	1.037	1.032	1.028	1.023	1.018	1.014	1.009	1.004	1.000	0.994	0.990	0.985	0.981	0.975	0.970	0.965	0.960	0.955	0.949	0.944	0.938	0.933	0.927	0.921	0.916	0.910	0.903	0.897	0.890	0.884
772	1.066	1.062	1.057	1.053	1.048	1.044	1.039	1.034	1.030	1.025	1.021	1.016	1.012	1.007	1.002	0.997	0.993	0.988	0.983	0.978	0.973	0.968	0.962	0.957	0.952	0.946	0.941	0.935	0.930	0.924	0.918	0.912	0.906	0.899	0.893	0.886
774	1.069	1.065	1.060	1.056	1.051	1.047	1.042	1.037	1.033	1.028	1.024	1.019	1.014	1.010	1.005	1.000	0.995	0.990	0.985	0.980	0.975	0.970	0.965	0.960	0.954	0.949	0.943	0.938	0.932	0.926	0.921	0.915	0.908	0.902	0.895	0.888

註 本表ハ26%食鹽水ヲビュレット内
ニ用ヒタル場合ニモ適用スルコト
ヲ得ル。

表中ノ氣壓ハ水銀氣壓計ノ讀取値ニ溫度及ビ重力補正ヲ行ツタ値デアル。
溫度及ビ重力補正值ハ次ノ如クデアル。

溫度 °C	0~6	7~14	15~22	23~31	32~38	39~40
補正值(mmHg)	-1	-2	-3	-4	-5	-6

本表使用例 1cc CO₂=0.05% C (試料採取.1g)
例ハバ ビュレットノ讀取値 0.605 (C%), 室温 25°C, 氣壓讀取値 760 mmHg デアツタ場合ハ
760-4 (溫度及ビ重力補正值)=756
0.605 (C%)×0.952 (補正因数)=0.576 即チ炭素量ハ 0.58% デアル。

7. 鐵及ビ鋼珪素分析方法 (迅速法)

(學部19小委第11號
昭和16年7月26日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鐵及ビ鋼ノ珪素分析方法 (迅速法) ニ之ヲ適用スル。

第2章 鐵及ビ鋼珪素分析方法

第2條 本章ノ珪素分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ鹽酸及ビ少量ノ硝酸デ加熱分解シ、溶液ヲ蒸發シタ後稀釋シテ遠心分離機ノ圓錐形容器ニ移シ回轉シテ珪酸ヲ沈澱サセ、其ノ容積カラ珪素量ヲ推定スル。

2. 試 料

鐵又ハ鋼ノ塊カラ適宜ノ方法デ酸ニ溶カシ易イ小片ヲ採取シテ試料トスル。試料採取量ハ1gトスル。

3. 分 析 操 作

試料ヲカセロールニ秤取シ、鹽酸(1:1)約10ccヲ加ヘテ加熱スル。大部分分解シタトキ硝酸(比重1.24)約1ccヲ加ヘテ完全ニ分解サセ、更ニ十分ニ鹽酸ノ蒸氣ヲ發生スルニ至ラセ之ニ鹽酸(比重1.18)約5ccヲ加ヘテ殆ド乾涸マデ蒸發シ、鹽酸(1:1)約5cc及ビ水約15ccヲ加ヘ僅ニ加熱シテ溶解スル。之ヲ遠心分離機ノ圓錐形容器ニ移シテ適當時間回轉シ、珪酸ヲ沈澱サセテ此ノ容積ヲ讀ミ、珪酸ノ容積ト珪素量トノ關係曲線ニ依ツテ珪素量ヲ定メル。

備 考

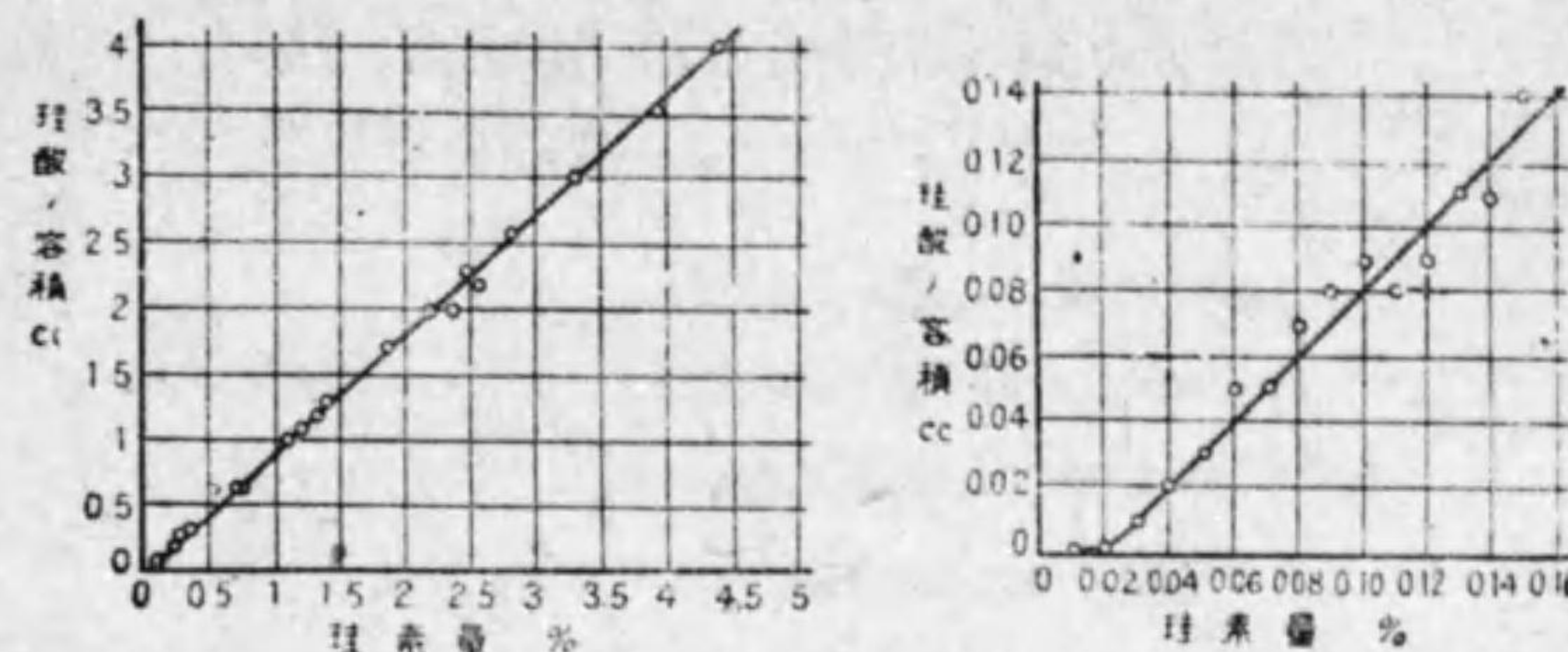
1. 分析ヲ行フ際ハ豫メ珪素量既知ノ試料ニツイテ實驗シ、附圖Iニ示ス如ク、遠心分離機ニヨル結果ト珪素量トノ關係圖ヲ作リコレヲ使用シテ試料ノ珪素量ヲ推定スル。使用スル遠心分離機ハ少クモ毎分

1000以上ノ回轉數ヲ有スルモノガ必要デアル。(52頁参照)

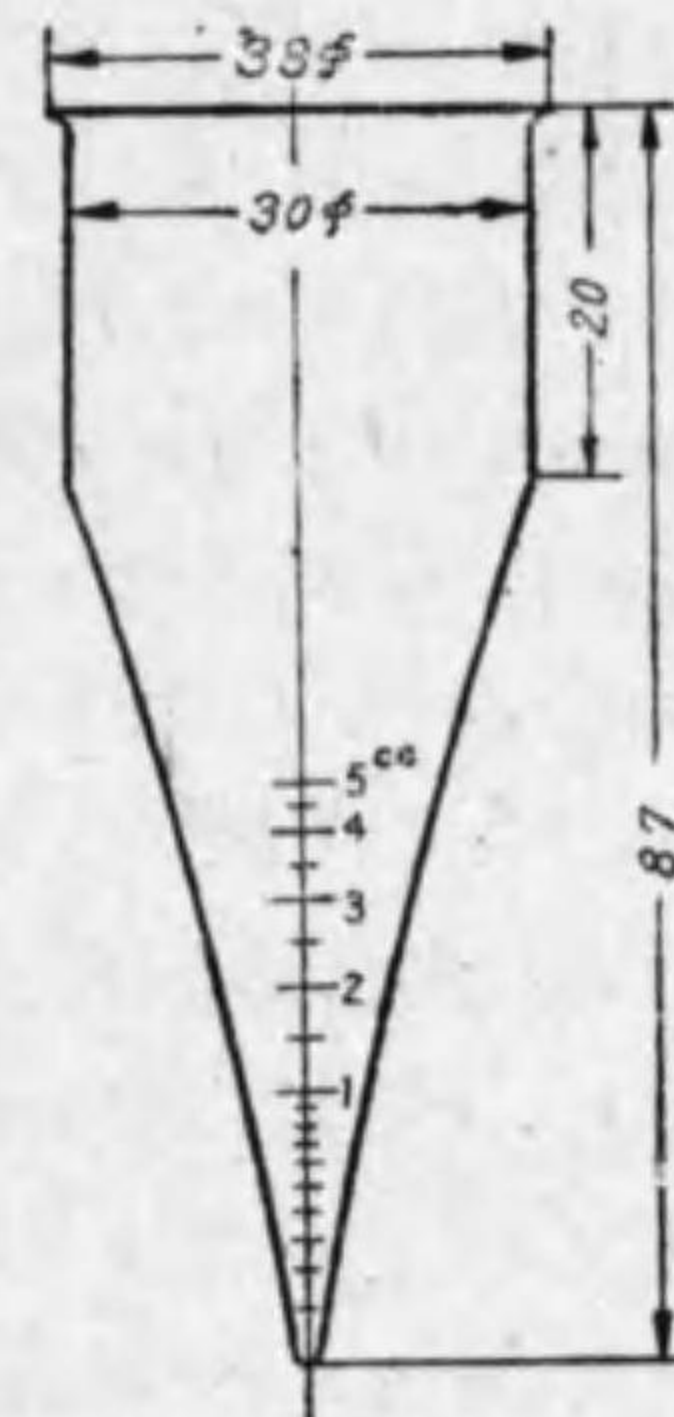
2. 圓錐形容器ハ附圖IIニ示ス如ク沈澱ノ容積ヲ能ク讀ミ得ル目盛ヲ附シタモノトスル。
3. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

分 析 操 作		所要時間(分)
試 料 採 取		0.5
試料ヲ分解シ蒸發溶解後圓錐形容器ニ移スマデ		12—16
遠 心	1000 回轉ニナルマデ	1
	1000 回轉ノマ、	1
分 離	電流ヲ絶チテ静止マデ	1
沈澱ノ容積ヲ讀ミ曲線カラ珪素量ヲ推定		0.5
合 計		16—20

4. 試料ノ種類ニ依ツテハ次ニ示ス如ク操作スルヲ得ル。試料ヲピーカーニ採取シ、過鹽素酸(60%)約20cc、硝酸(比重1.24)約2cc及ビ鹽酸(比重1.18)約2ccヲ加ヘ、加熱シテ分解シ更ニ白煙ノ發生スルニ至ル迄蒸發スル。次ニ少量ノ水ヲ加ヘテ稀釋シ、之ヲ遠心分離機ノ圓錐形容器ニ移シ、以下第2條3ノ如ク操作シテ珪素ヲ定量スル。所要時間ハ大體10分乃至15分間デアル。



附圖I 沈澱容積ト珪素量トノ關係曲線



(單位 mm)

附圖II 圓錐形容器

8. 鐵及ビ鋼珪素分析方法 (迅速第2法)

(學務19小委第15號
昭和18年9月27日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鐵及ビ鋼ノ珪素分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鐵及ビ鋼珪素分析方法

第2條 本章ノ珪素分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ硝酸デ處理分解シ弗化水素酸及ビ鹽化カリヲ加ヘテ珪弗化カリヲ沈澱サセル。沈澱ヲ濾別シ之ヲ苛性ソーダ標準液デ滴定スル。

2. 分 析 操 作

試料 3g ナビーカーニ秤取シ硝酸(1:1)約 60ccヲ加ヘ加熱分解スル。之ニ鹽素酸カリ約 1gヲ加ヘ約 5分間煮沸シテコロイド狀ニ分散シタ炭素ヲ酸化シテ分解スル。之ヲ冷水デ冷却シタ後少量ノ冷水ヲ用ヒテ溶液ヲ白金皿ニ移シ鹽化カリ約 5g 及ビ弗化水素酸(40%)約 10ccヲ加ヘ攪拌シテ珪弗化カリヲ沈澱サセル。少量ノ濾紙バルブヲ加ヘ再ビ攪拌シタ後數分間冷水デ冷却シテ沈澱ヲ沈降サセル。

濾過用圓錐ヲ使用シテ吸引濾過シ鹽化カリ溶液(20%)ヲ約 10回洗滌シタ後、沈澱ヲ濾紙ト共ニ圓錐フラスコニ移シ温水約 50ccヲ加ヘ能ク振盪シテ濾紙ヲ破壊スル。之ニフェノールフタレイン溶液 3滴乃至 4滴ヲ加ヘ N/5 苛性ソーダ標準液デ滴定シ次式ニ依ツテ珪素量ヲ算出スル。

$$\frac{N/5 \text{ 苛性ソーダ標準液使用量 (cc)} \times 0.140}{\text{試料 (g)}} = \text{珪素 \%}$$

備 考

1. 珪素含有量特ニ多キカ又ハ少ナキ試料ニ在リテハ試料秤取量ヲ適宜

調節スル。

2. 硝酸(1:1)ニ溶解シ難キ試料ニアリテハ硫酸(1:4)約 60ccニ溶解シ沈澱生成ノ際ニアルコール約 5ccヲ加ヘ沈澱ヲ完全ナラシメル。
3. 本法ヲ實施スルニ際シテハ試料ヲ使用シナイデ分析操作ノ項ニ準ジテ空實驗値ヲ求メテ置キ珪素量算出ニ際シテ之ヲ控除スルコトヲ要スル。
4. 珪弗化カリノ沈澱生成ニ際シテハ白金皿ノ代リニベークライト、エポナイト製品等ヲ使用シ得ル。
5. 弗化水素酸(40%)ハ其ノ約 100cc中ニ鹽化カリ約 10gヲ加ヘテ攪拌シタ後1夜靜置シ、濾過シテ其ノ濾液ヲ使用スルコトヲ要スル。
6. 吸引濾過ニ際シテハ布片又ハ硬質濾紙片等ヲ濾過用圓錐ニ代用シ得ル。
7. N/5 苛性ソーダ標準液ノ調製

苛性ソーダ 8.0gヲ水約 500ccニ溶解シ水酸化バリウム飽和溶液約 2ccヲ添加シタ後水ヲ加ヘテ 1lニ稀釋スル。本標準液ノ N/5

ニ對スル力價ハフェノールフタレインヲ指示薬トシ、安息香酸ヲ用ヒテ檢定スル。

8. フェノールフタレイン溶液ノ調製
フェノールフタレイン約 1gヲアルコール(90%)約 500ccニ溶解スル。

9. 本分析操作ノ所要時間ハ大略右表ノ如クデアル。

操 作	所要時間 (分)
秤 量	1
試 料 分 解	3
酸 化	5
冷却, 沈澱生成	3
靜 置, 冷 却	5
吸 引 濾 過	3
沈澱溶解, 滴定	3
計	23

9. 鐵及ビ鋼マンガン分析方法 (迅速法)

(準則19小委員15號
昭和17年5月27日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鐵及ビ鋼ノマンガン分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鐵及ビ鋼マンガン分析方法

第2條 本章ノマンガン分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ硝酸デ分解シ觸媒トシテ硝酸銀ヲ加ヘタ後過硫酸アンモンヲ加ヘテ煮沸シ、マンガンヲ過マンガン酸ト爲シ、冷却後亞硫酸ソーダ標準液デ滴定スル。

2. 分 析 操 作

試料 0.2 g ヲ圓錐フラスコニ秤取シ硝酸(1:1)約30 cc ヲ加ヘ加熱分解シ、尙暫時加熱ヲ繼續シテ亞硝酸ガスヲ驅除スル。溫湯約50 cc ヲ加ヘテ稀釋シ硝酸銀溶液(0.5%)約10 cc ヲ加ヘ、次ニ過硫酸アンモン溶液(20%)約10 cc ヲ加ヘテ加熱ヲ繼續シ、約1分間煮沸シテマンガンヲ過マンガン酸ト爲ス。

冷水ヲ加ヘテ液量ヲ約150 cc ニ稀釋シタ後冷水ヲ用ヒテ溶液ガ室溫以下トナル迄冷却スル。直ニ亞硫酸ソーダ標準液デ速ニ滴定シ次式ニ依ツテマンガン量ヲ算出スル。

$$\frac{\text{亞硫酸ソーダ標準液使用量(cc)} \times \text{亞硫酸ソーダ標準液1ccノマンガン相當量(g)} \times 100}{\text{試料(g)}} = \text{マンガン\%}$$

備 考

1. マンガンノ含有量多キ試料ニ在リテハ試料ニ硫酸、硝酸及ビ磷酸ノ混酸約30 cc ヲ加ヘテ加熱分解シ以下第2條2ニ準ジテ處理シマン

ガン量ヲ算出スル。

2. クロムノ含有量多キ試料ニ在リテハ次ノ方法ニ依ル。

試料 0.2-0.5 g ヲ小型ビーカーニ採リ鹽酸(1:4)約5 cc 及ビ過鹽素酸(6%)10 cc ヲ加ヘ加熱溶解シ砂浴上ニテ蒸發シ過鹽素酸ノ濃厚ナル白煙ヲ發生スルニ至ラシメ之ニ鹽化ナトリウム0.5-1gヲ少量宛加ヘ加熱シテクロムヲ鹽化クロミルトシテ完全ニ揮散セシム。クロム含有量ニ應ジ鹽化ナトリウムノ使用量ヲ加減スルモノトス。冷却後混酸(備考4)約15 cc ヲ加ヘ溫湯約50 cc ニテ稀釋シ硝酸銀溶液(10%)約5 cc ヲ加ヘ、次ニ過硫酸アンモン(20%)約10 cc ヲ加ヘテ加熱ヲ繼續シ約1分間煮沸シテマンガンヲ過マンガン酸トナス以下第2條2ニ準ジテマンガンヲ定量スル。

3. 亞硫酸ソーダ標準液ノ調製

無水亞硫酸(As₂O₃)0.85 g ヲ採取シ水約150 cc 及ビ無水炭酸ソーダ約3gヲ加ヘテ溶解シ、炭酸ガスヲ約3分間通ジテ飽和サセタ後水ヲ1lニ稀釋スル。本標準液ノマンガン相當量ハ標準鋼ヲ採リ第2條2ニ準ジテ操作シタ後本液ヲ滴定シ次式ニ依ツテ算出スル。

$$\frac{\text{標準鋼ノマンガン含有量(\%)} \times \text{標準鋼採取量(g)}}{\text{亞硫酸ソーダ標準液使用量(cc)} \times 100} = \frac{\text{亞硫酸ソーダ標準液1ccノマンガン相當量(g)}}{1}$$

4. 硫酸、硝酸及ビ磷酸ノ混酸調製

水約500 cc 中ニ硫酸(比重1.84)約100 cc ヲ加ヘ冷却シタ後磷酸(比重1.7)約125 cc 及ビ硝酸(比重1.42)約250 cc ヲ加ヘル。

5. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所 要 時 間 (分)	
	クロムヲ含マヌ試料	クロムヲ含ム試料
試料秤量	1	1
クロム除去	0	7-12
酸化冷却	6-10	6-10
適定計算	1-2	1-2
計	8-13	15-24

10. 鐵及ビ鋼燐分析方法 (迅速法)

(學探19小委第15號
昭和17年5月27日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鐵及ビ鋼ノ燐分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鐵及ビ鋼燐分析方法

第2條 本章ノ燐分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ硝酸デ分解シ過マンガン酸カリ溶液ヲ加ヘテ酸化シタ後モリブデン酸アンモン溶液ヲ加ヘテ燐モリブデン酸アンモンヲ沈澱サセル。此ノ沈澱量ヲ標準試料ノ沈澱量ト比較シテ燐量ヲ推定スル。

2. 分 析 操 作

試料 1g ヲ圓錐フラスコニ秤取シ硝酸(1:1)約 40cc ヲ加ヘテ加熱分解シ、過マンガン酸カリ溶液(2%)約 5cc ヲ加ヘテ煮沸シテ二酸化マンガンノ沈澱ヲ生ズルニ至ラセル。次ニ硫酸第一鐵ノ小結晶ヲ少量ヅ、加ヘテ振盪シ二酸化マンガンノ沈澱ヲ溶解シタ後暫時煮沸シテ過剩ノ第一鐵ヲ酸化スル。アンモニア水(比重0.9)ヲ徐々ニ加ヘテ溶液ガ濃赤色トナル迄中和シタ後硝酸(比重1.42)約 5cc ヲ加ヘ、水ヲ加ヘテ液量ヲ約 100cc ト爲シ約 60°C ニ加温スル。之ニ豫メ約 60°C ニ加温シテアルモリブデン酸アンモン溶液約 40cc ヲ加ヘ約 5分間激シク振盪スル。別ニ標準鋼 1g ヲ採取シ試料ノ場合ト同様ニ處理シテ生ジタ沈澱量ト試料カラ生ジタ沈澱量トヲ比較シテ燐量ヲ推定スル。

備 考

1. クロム、ニツケルノ如キ有色イオンヲ生ズル元素ヲ多量ニ含有シナイ試料ニ在リテハ次ノ如ク操作スルコトヲ得ル。

試料 1g ヲビーカーニ採リベビツトヲ使用シテ硝酸(比重1.20) 30cc ヲ加ヘテ加熱分解シ、尙引續キ暫時煮沸シテ亞硝酸ガスヲ驅除スル。之ニ過マンガン酸カリ溶液(20%)約 5cc ヲ加ヘ煮沸シテ二酸化マンガンノ沈澱ヲ生ズルニ至ラセル。溶液ヲ能ク振盪シナガラ過酸化水素(3%)ヲ滴加シテ二酸化マンガンノ沈澱ヲ溶解スル約 3分間煮沸シテ過剩ノ過酸化水素ヲ驅除シタ後冷水ヲ用ヒテ液温ガ室温以下トナル迄冷却スル。之ニワナヂウム酸アンモン溶液約 10cc ヲ加ヘ、次ニ水ヲ加ヘテ液量ヲ約 60cc ニ稀釋シ更ニビベツトヲ使用シテモリブデン酸アンモン溶液 10cc ヲ加ヘル。之ヲ 100cc メスフラスコニ移シ、標線迄水ヲ加ヘテ後振盪スル。別ニ標準鋼 1g ヲ採取シ試料ノ場合ト同様ニ處理シテ得タ溶液ヲ標準液トシテ比色ヲ行ヒ燐量ヲ算出スル。

2. 試料ニ硝酸(1:1)ヲ加ヘテ加熱分解シタ際ニ黒鉛、酸化タングステン等ノ沈澱ヲ認メタ場合ハ之ヲ濾過シ、溫硝酸(1:10)デ洗滌シ其ノ濾液ヲ過マンガン酸カリ溶液(2%)デ處理シ、以下第2條2ニ準ジテ處理シテ燐量ヲ推定スル。
3. ワナヂウムヲ含ム試料ニ在リテハ第2條2ニ準ジテ處理シモリブデン酸アンモン溶液ヲ加ヘル時液温ヲ 30°C 以下トシ硫酸第一鐵溶液(5%)約 10cc ヲ加ヘテワナヂウム酸ヲ還元スル。之ニ液温 30°C 以下ノモリブデン酸アンモン溶液約 40cc ヲ加ヘ約 5分間激シク振盪シ、30°C 以下ノ處ニ靜置シタ後沈澱量ヲ比較スル。
4. モリブデン酸アンモン溶液(沈澱量比較用)ノ調製
モリブデン酸アンモン約 40g ヲ水約 300cc 及ビアンモン水(比重0.9)約 80cc ニ溶解シ、之ヲ少量ヅ、硝酸(1:1)約 600cc 中ニ注加スル。此ノ際硝酸ハ絶エズ振盪スルコトヲ要スル。
5. モリブデン酸アンモン溶液(比色用)ノ調製

モリブデン酸アンモン約 150 g = 適量ノ水ヲ加ヘテ加熱溶解シタ
後水ヲ加ヘテ液量ヲ約 1 l = 稀釋スル。

6. ワナヂウム酸アンモン溶液ノ調製

ワナヂウム酸アンモン約 24 g ヲ温湯約 500 cc = 溶解シ之ニ硝酸
(1:1) 約 20 cc 及ビ水ヲ加ヘテ液量ヲ約 1 l = 稀釋スル。

7. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所 要 時 間 (分)	
	沈澱量比較法	比 色 法
試 料 秤 量	1	1
試 料 分 解	2	2
酸 化	3	3
還元其ノ他試薬添加	4	4
振盪、比較(比色)等	6—8	3—5
計	16—18	13—15

11. 鐵及ビ鋼硫黃分析方法(迅速法)

(學檢19小委第15號
昭和17年5月27日決定)

第 1 章 總 則

第 1 條 本法ハ鐵及ビ鋼ノ硫黃分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第 2 章 鐵及ビ鋼硫黃分析方法

第 2 條 本法ノ硫黃分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ酸素氣流中デ高温ニ熱シ全硫黃ヲ酸化シテ亞硫酸ガス等ト爲
シ、之ヲ過酸化水素溶液中ニ捕集シタ後苛性ソーダ標準液デ滴定ス
ル。

2. 装 置 (附圖 I 及 ビ II 參照)

(1) 酸素清淨裝置

本裝置ハ酸素中ニ含有スルガス硫黃定量ニ有害ナルモノヲ除去シ酸
素ヲ清淨且ツ乾燥スルヲ目的トスルモノデアツテ、クロム酸飽和硫
酸(硫酸比重 1.82)ヲ入レタ洗瓶、ソーダ石灰又ハソーダ石棉ヲ填
メタ塔及ビ硫酸(比重 1.84)ヲ入レタ洗瓶ヲ順次連結シタモノトス
ル。

(2) 燃 燒 爐

燃燒爐ハ長サ約 30 cm, 管ノ内徑約 3 cm ノ管狀電氣爐トスル。
爐ニハ長サ約 65 cm, 内徑 2 cm 乃至 2.5 cm ノ磁製燃燒管ヲ挿入
シ、後方爐端カラ約 3.5 cm 突出サセ、管ノ先端ニ硬質ガラス製キ
ヤップヲ嵌メ、ガラスキヤップハバネデ爐壁ニ緊メ着ケル。

3. 分 析 操 作

前各號ニ記載シタ裝置ヲ連結シテ燃燒管ヲ熱シ、其ノ溫度ヲ約
1100°C ニ上昇シタ後、試料 1.6 g 及ビ燃燒補助劑トシテ無水硼酸

(B_2O_3) 0.5 g を入レテ磁製ボートヲ燃燒爐ノ中央部ニ挿入シ氣密ニ栓ヲスル。直ニ毎分約 40 cc ノ割合デ酸素ヲ送入シ、之ヲ吸收液約 70 cc 入レテ吸收瓶中ニ導キ硫黄ノ燃燒ニ依ツテ生ジテ亞硫酸ガス等ヲ吸收サセル。燃燒完了後5分乃至 10 分間後ニ酸素ノ送入ヲ止メ、吸收瓶ヲ取外シテ吸收液ヲ圓錐フラスコニ洗ヒ移シ、アリザリンスルホン酸ソーダ又ハメチルレツド溶液 3 滴乃至 5 滴ヲ加ヘ N/100 苛性ソーダ標準液ヲ滴定シ次式ニ依ツテ硫黄量ヲ算出スル。

$$\frac{N/100 \text{ 苛性ソーダ標準液使用量 (cc)} \times 0.016}{\text{試料 (g)}} = \text{硫黄\%}$$

備考

1. 試料ハ出來得ル限り薄片ヲ使用スル。
2. 磁製ボートハ豫メ酸素氣流中デ燃燒溫度ニ約 30 分間熱シテ後デシケーター中ニ保存スル。
3. 試料燃燒ノ際燃燒補助劑ヲ加ヘナイデ操作スルコトヲ得ル。但シ此ノ場合燃燒溫度ヲ 1150 乃至 1200 °C トスルコトヲ要スル。
4. 無水硼酸ノ調製
硼酸(分析用)ヲニツケル・ルツボニ入レテ約 300 °C ニ熱シテ乾燥シ、次イデ 400 °C 乃至 500 °C ニ加熱熔融シテガラス狀トスル。冷却後磁製乳鉢ヲ用ヒテ粉末ト爲シ無水磷酸(P_2O_5)ヲ入レテデシケーター中ニ保存スル。硼酸中ニハ硫黄分ヲ含有スルコトガアル故斯ル場合ハ再結晶法ニ依ツテ硫黄分ヲ除去スル。
無水硼酸(B_2O_3)ハ使用前ニ空試験ヲ行フコトヲ要スル。

5. 吸收液ノ調製

純粹ナ過酸化水素水(30%)約 3.5 cc ヲ採リ之ニ水ヲ加ヘテ約 1 l ト爲シ約 0.1% ニ稀釋スル。本液ハ微量ノ酸ヲ含有スルコトガアル故稀釋液ノ一定量ヲ採リ、苛性ソーダ標準液ヲ滴定シテ含有スル酸

ノ量ヲ知り、其ノ結果ニ依ツテ母液ヲ正確ニ中和シテ貯藏スル。本液ハ 60 cc ヲ採ツテ使用シ之ニ酸化銅煤トシテ鹽化第二銅($CuCl_2 \cdot 2H_2O$) 0.0085 g ヲ水約 1 l ニ溶解シテ溶液約 10 cc ヲ添加スルガヨイ。觸媒使用ノ場合ハ其ノ混合液ニツイテ空試験ヲ行フコトヲ要スル。

6. N/100 苛性ソーダ標準液ノ調製

苛性ソーダ 0.4 g ヲ水約 500 cc ニ溶解シ、水酸化バリウム飽和溶液約 1 cc ヲ添加シテ後水ヲ加ヘテ 1 l ニ稀釋スル。本標準液ノ力價ハフェノールフタレインヲ指示藥トシ安息香酸ヲ用ヒテ檢定スル。

7. アリザリンスルホン酸ソーダ溶液ノ調製

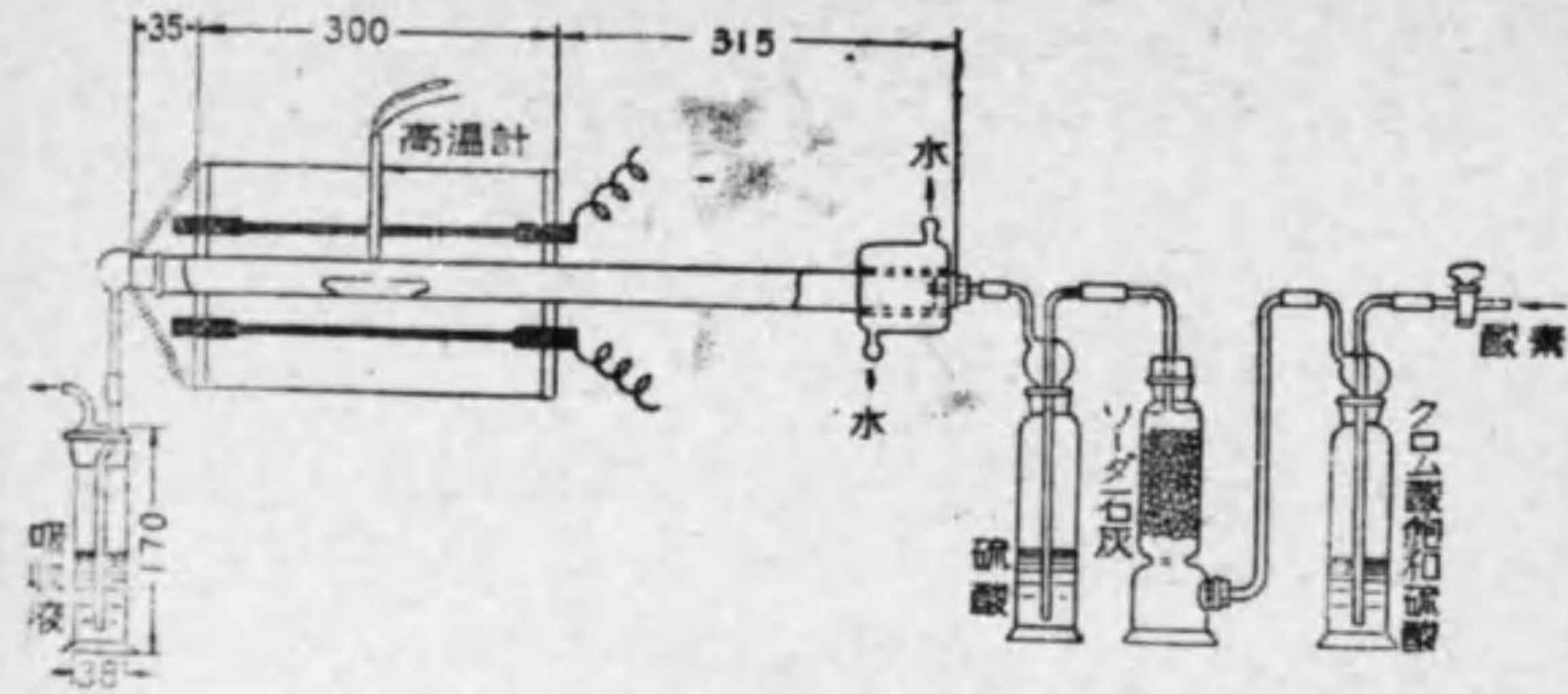
アリザリンスルホン酸ソーダ約 0.2 g ヲ水約 100 cc ニ溶解スル。

8. メチルレツド溶液ノ調製

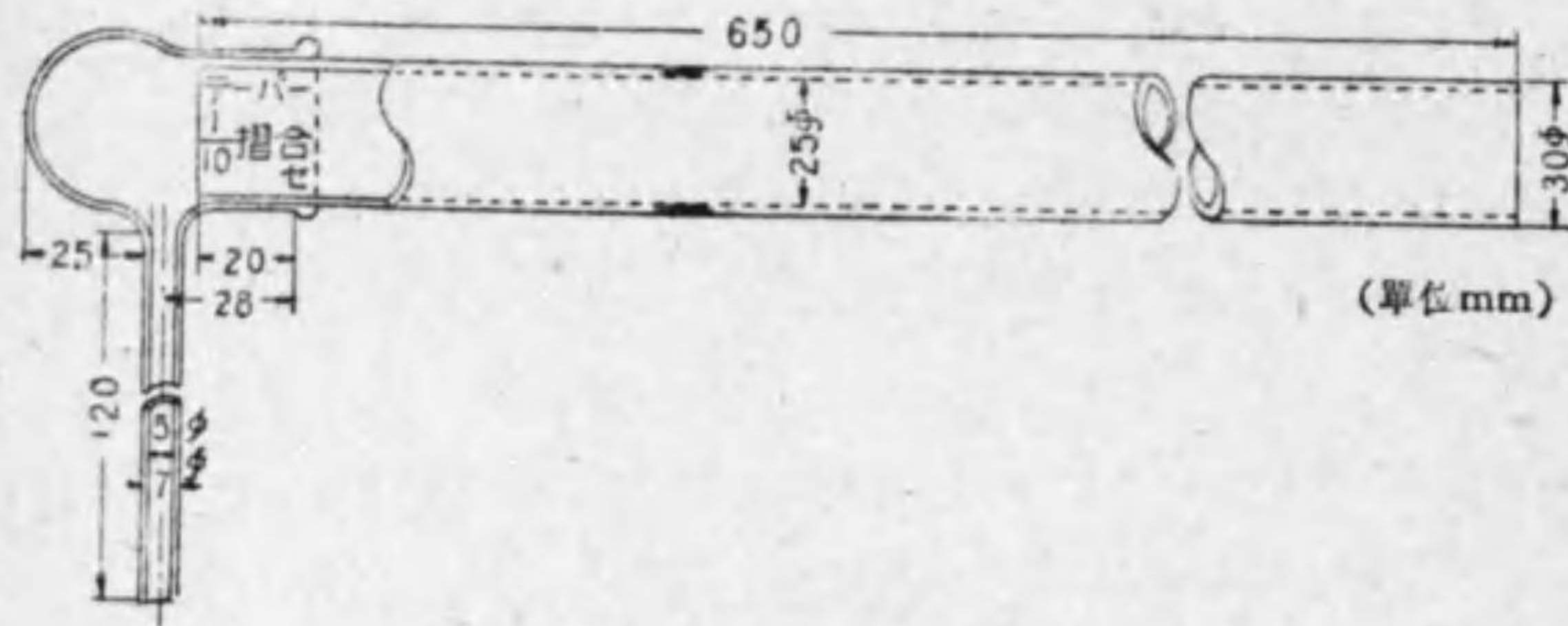
メチルレツド約 0.02 g ヲアルコール(60%)約 100 cc ニ溶解スル。

9. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	2
燃 燒, 其 ノ 他	10
滴 定, 計 算	2
計	14



附圖 I 鐵及ビ銅硫黃分析方法(迅速法)裝置 (單位mm)



附圖 I 燃焼管詳細圖

12. 鐵及ビ銅銅分析方法(迅速法)

(學報19小委第15號
昭和19年5月1日決定)

第1章 總則

第1條 本法ハ鐵及ビ銅ノ銅分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鐵及ビ銅銅分析方法

第2條 本章ノ銅定量方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要旨

試料ヲ硫酸ニ分解シ硫化水素水ヲ加ヘタ後濾過シ、殘渣ヲ硝酸ニ溶解シ炭酸ソーダヲ加ヘテアルカリ性ト爲シ、シアンカリ標準液ヲ滴定スル。

2. 分析操作

試料 1乃至 3g ヲビーカーニ秤取シ濃硫酸(1:5) 100乃至 150ccヲ加ヘテ加熱分解スル。之ニ飽和硫化水素水約 2ccヲ加ヘ攪拌シテ暫時靜置後吸引濾過シ溫湯ヲ以テ數回洗滌スル。濾紙ヲ開イテ殘渣ヲ元ノビーカーニ移シ、尙溫硝酸(比重 1.42) 3乃至 5ccヲ濾紙上カラ注加シテ銅ヲ溶解シ、溶液ヲビーカー中ニ合セル。溶液ヲ加熱シテ亞硝酸ガスを驅除シタ後炭酸ソーダ溶液(10%)ヲ加ヘテアルカリ性トシ、約 60°Cニ加温シ、シアンカリ標準液ヲ滴定シ次式ニ依ツテ銅量ヲ算出スル。

$$\frac{\text{シアンカリ標準液使用量(cc)} \times \text{シアンカリ標準液} \times 100}{\text{試料(g)} \times \text{1ccノ銅相當量(g)}} = \text{銅\%}$$

備考

1. 硫酸ニ依ツテ分解シ難キ試料ニ在リテハ次ノ如ク操作スルコトヲ得ル。

試料 1g ヲビーカーニ採リ鹽酸及ビ硝酸ノ混酸(鹽酸 3, 硝酸 1,

水 4) 約 40 cc ヲ加ヘテ加熱分解シ室溫程度迄冷却後酒石酸溶液 (50%) 約 20 cc ヲ加ヘ、次ニ苛性ソーダ溶液 (10%) ヲ滴加シテ溶液ヲ弱アルカリ性トナシ、更ニ其ノ過剩約 5 cc ヲ加ヘル。溶液ヲ攪拌シナガラオキシソルホン酸溶液約 5 cc ヲ徐々ニ加ヘテ暫時攪拌後靜置スル。沈澱ヲ吸引濾過シ溫湯ヲ用ヒテ洗液が無色トナル迄洗滌スル。次ニ濾紙上カラ溫硫酸 (1:5) ヲ注加シテ沈澱ヲ溶解シ溫湯ヲ用ヒテ洗滌シ其ノ溶液及ビ洗液ハビーカー中ニ受ケル。之ニメチルレッド溶液 3 乃至 5 滴ヲ加ヘ N/10 ブロム酸カリ標準液ヲ以テ滴定シ次式ニ依ツテ銅量ヲ算出スル。

$$\frac{N/10 \text{ ブロム酸カリ標準液使用量 (cc)} \times 0.052}{\text{試料 (g)}} = \text{銅 \%}$$

2. シアンカリ標準液ノ調製

シアンカリ 5 g ヲ水ニ溶解シテ 1 l トスル。本標準液ノ銅相當量決定ハ次ノ如クシテ行フ。純銅 0.02 g ヲビーカーニ採リ硝酸 (比重 1.42) 約 3 cc ヲ加ヘテ加熱分解シ、亞硝酸ガスヲ驅除シ水ヲ加ヘテ液量ヲ約 20 cc ト爲シ、炭酸ソーダ溶液 (10%) ヲ加ヘテアルカリ性トスル。以下第 2 條 2 ニ準ジテ處理シタ後本標準液ヲ滴定シ次式ニ依ツテ銅相當量ヲ決定スル。

$$\frac{\text{純銅採取量 (g)}}{\text{シアンカリ標準液使用量 (cc)}} = \frac{\text{シアンカリ標準液}}{1 \text{ cc ノ銅相當量 (g)}}$$

3. 試料ヲビーカーニ秤取シ、之ニアルミニウム板約 1 g ヲ加ヘテ後溫硫酸 (1:5) 100 cc 乃至 150 cc ヲ加ヘテ加熱分解スル時ハ次ニ硫化水素飽和水約 2 cc ヲ添加スル操作ヲ省略スルコトヲ得ル。
4. 吸引濾過ニ際シテハ布片又ハ硬質濾紙片等ヲ濾過用圓錐ニ代用シ得ル。
5. 試料ヲ硫酸處理後其ノ殘渣ヲ硝酸ヲ以テ溶解シタ時溶液中ニ有機物ニ依ル着色ヲ認メタ時ハ鹽素酸カリ 0.5 乃至 1 g ヲ加ヘ暫時加熱シ

テ有機物ヲ分解スルコトヲ要スル。

6. シアンカリ標準液ヲ以テ滴定スル場合ニ第二鐵ノ存在ニ依ツテ終點ノ判定ガ困難ナ虞ガアル時ハ豫メアンモニア水ヲ加ヘテ之ヲ除去スルカ或ハ弗化ソーダ溶液 (4%) 10 乃至 15 cc ヲ加ヘテ第二鐵鹽ニ依ル影響ヲ除クコトヲ要スル。
7. N/10 ブロム酸カリ標準液ノ調製
純ブロム酸カリ 2.7837 g, ブロムカリ約 12 g 及ビ苛性カリ約 1 g ヲ水ニ溶解シテ 1 l トスル。
8. オキシソルホン酸溶液ノ調製
オキシソルホン 2 g ヲ氷醋酸 10 cc ニ溶解シ水ニ稀釋シテ 100 cc トスル。
9. メチルレッド溶液ノ調製
メチルレッド 0.2 g ヲ (0 cc ノアルコールニ溶解シ水ニ 100 cc ニ稀釋スル。
10. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

シアンカリ滴定法

操 作	所要時間 (分)
試料秤量	1
試料分解	10
沈澱濾過	2
沈澱溶解	3
炭酸ソーダ添加	1
加 温	2
滴 定、計 算	2
計	21

オキシソルホン法

操 作	所要時間 (分)
試料秤量	1
試料分解	5
冷 却	2
沈澱生成	4
濾 過	2
沈澱溶解	2
滴 定、計 算	2
計	18

13. 鐵及ビ鋼アルミニウム分析方法 (迅速法)

(準据19小委第15號
昭和19年1月15日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鐵及ビ鋼ノアルミニウム分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鐵及ビ鋼アルミニウム分析方法

第2條 本章ノアルミニウム定量方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ鹽酸及ビ硝酸ノ混酸デ處理分解シ、酒石酸ヲ加ヘタル後アンモニア水ヲ加ヘテ弱アルカリ性トスル。シアンカリヲ加ヘテニ亞硫酸ソーダヲ加ヘテ第二鐵ヲ還元シ、オキシシヲ加ヘテアルミニウムヲ沈澱セシメ之ヲ濾別シ、沈澱ヲ鹽酸ニ溶解シタル後臭素定量法ニ依ツテアルミニウムヲ定量スル。

2. 分 析 操 作

試料 0.5 g ヲ秤取シ鹽酸及ビ硝酸ノ混酸約 40 cc ヲ加ヘ加熱分解スル。之ニ酒石酸溶液(50%) 約 10 cc ヲ加ヘ更ニアンモニア水(比重 0.9) ヲ滴加シテ中和シタル後尙其ノ過剩約 10 滴ヲ加ヘテ弱アルカリ性トナシ、室溫トナル迄冷却シタル後シアンカリ溶液約 25 cc ヲ加ヘル。更ニ亞硫酸ソーダ溶液(10%) 約 10 cc ヲ加ヘ十分振盪シ、約 70°C ニ加温シテ第二鐵鹽ヲ第一鐵鹽ニ還元スル。之ニオキシシ溶液約 7 cc ヲ加ヘ引續キ暫時加温シテ、アルミニウムノオキシシ化合物ヲ沈澱サセル。濾過用圓錐ヲ使用シテ吸引濾過シ、温湯デ 2 乃至 3 回洗滌スル。沸騰鹽酸(1:2) 約 40 cc ヲ少量宛加ヘテ沈澱ヲ溶解シ、温湯デ數回洗滌シタル後溶液ヲ流水デ冷却シ之ニメチルオレンジ溶液(0.1%) 數滴ヲ加ヘ、次ニ溶液ノ赤色ガ消失シテ僅ニブ

ロムノ着色ガ現レル迄 N/10 ブロム酸カリ標準液ヲ加ヘ、更ニ其ノ 1 乃至 2 cc ヲ過剩ニ加ヘル。之ニヨードカリ溶液(10%) 約 10 cc ヲ加ヘ過剩ノブロム酸カリニ依ツテ遊離シタルヨードト澱粉ヲ指示薬トシテ N/10 テオ硫酸ソーダ標準液ヲ滴定シ次式ニ依ツテアルミニウム量ヲ算出スル。

$$\frac{(N/10 \text{ ブロム酸カリ標準液使用量 (cc)} - N/10 \text{ テオ硫酸ソーダ標準液使用量 (cc)}) \times 0.0225}{\text{試料 (g)}} = \text{アルミニウム \%}$$

備 考

1. 吸引濾過ニ際シテハ布片又ハ硬質濾紙片等ヲ濾過用圓錐ニ代用スルコトヲ得ル。
2. 鹽酸及ビ硝酸ノ混酸ノ調製
鹽酸(1:1) 約 300 cc ニ硝酸(1:1) 約 100 cc ヲ混ズル。
3. 酒石酸溶液(50%) 約 10 cc ノ代リニクエン酸溶液(50%) 約 10 cc ヲ使用シ得ル。
4. シアンカリ溶液ノ調製
シアンカリ溶液(20%) 約 100 cc ニアンモニア水(比重 0.9) 約 1 cc ヲ加ヘテ保存スル。
5. 第二鐵鹽ヲ還元スル場合ニ使用スル亞硫酸ソーダハ純良ナルモノヲ使用スルコトヲ要スル。
亞硫酸ソーダ溶液ヲ加ヘル代リニ硫化水素ヲ約 5 分間通ジテ第二鐵鹽ヲ還元スルコトヲ得ル。
6. オキシシ溶液ノ調製
オキシシ約 2 g ヲ氷醋酸約 10 cc ニ溶解シ、水ヲ加ヘテ約 100 cc ニ稀釋スル。其ノ 1 部ヲ分取シアンモニア水(1:1) ヲ滴加シ白色沈澱ノ少量ガ不溶解ノ儘殘存スルニ至ル迄中和シタル後、加熱シテ沈澱ヲ溶解シ直ニ濾過シテ其ノ濾液ヲ使用スル。

オキシソ液ハ試料中ノアルミニウム豫想含量ニ對シ約2割過剩ニ加ヘル。

7. N/10 ブロム酸カリ標準液ノ調製

純良ナブロム酸カリ 2.7837 g, ブロムカリ約 12 g 及ビ苛性カリ約 1 g ヲ適量ノ水ニ溶解シ 1 l メスフラスコニ移シ水ヲ標線迄稀釋スル。

8. N/10 チオ硫酸ソーダ標準液ノ調製

結晶チオ硫酸ソーダ 25 g ヲ水ニ溶解シ 1 l ニ稀釋スル。
本標準液ノ力價ハ前號 N/10 ブロム酸カリ標準液ニ依ツテ檢定スル。

9. 澱粉溶液ノ調製

可溶性澱粉約 1 g ヲ少量ノ冷水ヲ練リ、約 1 l ノ熱湯中ニ攪拌シナガラ注入シタ後約 1 分間煮沸シテ放冷スル。

10. クロムヲ含ム試料ニ在リテハアルミニウムノオキシソ化合物沈澱ガ多少着色スルコトアルモ本分析上ニハ大ナル支障ハ及ボサナイ。

11. ヨードカリ溶液並ニ亞硫酸ソーダ溶液ハ使用ニ臨ミテ調製スルヲ要スル。

12. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	1
試 料 分 解	5
酒石酸等ノ試薬添加	3
第二鐵鹽ノ還元	7
沈 澱 生 成	5
濾 過 洗 滌	4
沈澱ノ溶解並ニ冷却	4
滴 定 計 算	3
計	32

14. 鐵及ビ鋼ニツケル分析方法(迅速法)

(標準19小委第15號)
(昭和17年5月27日決定)

第 1 章 總 則

第 1 條 本法ハ鐵及ビ鋼ノニツケル分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第 2 章 鐵及ビ鋼ニツケル分析方法

第 2 條 本章ノニツケル分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ鹽酸及ビ硝酸ヲ分解シ酒石酸ヲ加ヘ、次ニアンモニア水ヲ加ヘテ溶液ヲ弱アルカリ性トシ、ヨード銀ヲ指示薬ト爲シシアンカリ標準液ヲ滴定スル。

2. 分 析 操 作

試料 0.5 g ヲ圓錐フラスコニ秤取シ鹽酸(1:1)約 20 cc 及ビ硝酸(比重 1.42)約 5 cc ヲ加ヘテ加熱分解シ、煮沸シテ亞硝酸ガスを驅除スル。冷却後酒石酸溶液(40%)約 25 cc 及ビ硫酸(1:1)約 10 cc ヲ加ヘタ後、アンモニア水(1:1)ヲ注意シテ添加シ大部分ノ酸ヲ中和シ、次ニ硝酸銀標準液 2 cc ヲ加ヘテ鹽化銀ノ沈澱ヲ生成サセル。溶液ヲ攪拌シナガラ鹽化銀ノ沈澱ガ溶解スル迄アンモニア水(1:1)ヲ滴加シ、更ニ其ノ過剩約 10 滴ヲ加ヘテ溶液ヲ弱アルカリ性トシ、冷水ヲ室温以下ニナルマデ冷却スル。之ニヨードカリ溶液(2%)約 2 cc ヲ加ヘヨード銀ヲ沈澱サセタ後、能ク攪拌シナガラシアンカリ標準液ヲ滴定シ其ノ 1 滴ニ依ツテ溶液ノ潤濁ガ消失シタ點ヲ終點トスル。シアンカリ標準液ヲ加ヘ過ギタ處ノアル場合ハ再ビ硝酸銀標準液ノ少量ヲ加ヘテヨード銀ヲ沈澱サセタ後、前同様ニシアンカリ標準液ヲ滴定シ次式ニ依ツテニツケル量ヲ算出スル。

$$\left[\frac{\text{シアンカリ標準液使用量 (cc)} \times \left(\frac{\text{硝酸銀標準液ノ對スル力價}}{\text{硝酸銀標準液使用量 (cc)} \times \text{シアンカリ標準液ノ對スル力價}} \right) \right] \times \left[\frac{\text{シアンカリ標準液 1 cc ノニツケル相當量 (g)} \times 100}{\text{試料中ノ銅含有量} \times 0.80 (\%)} \right] = \text{ニツケル\%}$$

備考

1. ニツケルノ含有量が少ク且ツ銅ノ含有量モ明デナイ試料ハ次ノ如ク操作スルコトヲ得ル。
試料 1g ヲ採リ第 2 條 2 ニ準ジテ分解シ酒石酸溶液 (40%) 約 25 cc ヲ加ヘ残渣ヲ認メタ時ハ濾過シテ温湯デ洗濯スル。
水ヲ加ヘテ液量ヲ約 200 cc ト爲シ、アンモニア水 (1:1) ヲ加ヘテ弱アルカリ性トシタ後醋酸ヲ滴加シテ弱酸性トスル。次ニ溶液ヲ沸騰點近ク迄加温シテ之ニ試料中ノニツケル豫想含量 0.01 g ニ付チメチルグリオキシム溶液約 10 cc ヲ徐々ニ加ヘ、次ニアンモニア水 (1:1) ヲ滴加シテ中和シ更ニ其ノ約 5 cc ヲ過剰ニ加ヘ約 1 分間溶液ヲ攪拌シテニツケルチメチルグリオキシムヲ沈澱サセル。
沈澱ヲ濾過シ温湯デ洗濯シテ沈澱ヲ濾紙ト共ニ磁製ルツボニ移ス。之ヲ注意シテ徐々ニ加熱シテ濾紙ガ灰化シタ後ニ暫時灼熱シテ冷却後秤量シ次式ニ依ツテニツケル量ヲ算出スル。

$$\frac{\text{酸化ニツケル (NiO) (g)} \times 78.6}{\text{試料 (g)}} = \text{ニツケル\%}$$

2. 本法ハコバルトヲ含有スル試料中ノニツケル定量ニハ應用デキナイ。
3. クロム 2% 以上ヲ含有スル試料ニハ酒石酸溶液 (40%) 約 50 cc ヲ添加スルコトヲ要スル。
4. シアンカリ標準液ノ調製
シアンカリ 5g 及ビ苛性カリ約 5g ヲ水ニ溶解シテ 1l トスル。本標準液ノニツケル相當量ハ標準試料ヲ採リ第 2 條 2 ニ準ジテ操作シ

タ後本標準液ヲ滴定シ次式ニ依ツテ算出スル。

$$\frac{\left(\frac{\text{標準銅ノニツケル含有量} (\%)}{\text{標準銅ノニツケル含有量} (\%)} + \frac{\text{標準銅ノ銅含有量} \times 0.80}{\text{標準銅ノ銅含有量} (\%)} \right) \times \text{採取量 (g)}}{\left(\frac{\text{シアンカリ標準液使用量 (cc)} \times \left(\frac{\text{硝酸銀標準液ノ對スル力價}}{\text{硝酸銀標準液使用量 (cc)} \times \text{シアンカリ標準液ノ對スル力價}} \right) \right) \times 100} = \frac{\text{シアンカリ標準液 1 cc ノニツケル相當量 (g)}}{\text{ニツケル\%}}$$

本標準液ハ不安定デアル故使用前ニニツケル相當量ヲ檢定スル。

5. 硝酸銀標準液ノ調製

硝酸銀 5.8g ヲ水ニ溶解シテ 1l トスル。本標準液ノシアンカリ標準液ニ對スル力價ハ次ノ如クシテ檢定スル。

シアンカリ標準液一定量ヲ圓錐フラスコニ採リ水ヲ加ヘテ約 200 cc ニ稀釋シヨードカリ溶液 (2%) 約 2 cc ヲ加ヘ、能ク攪拌シナガラ硝酸銀標準液ヲ滴定シ、溶液中ニ微ニ濁濁ヲ生ズルニ至ツタ點ヲ終點トスル。

6. チメチルグリオキシム溶液ノ調製

チメチルグリオキシム約 10g ヲアルコール約 1l ニ溶解スル。

7. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	1
試 料 分 解	2—4
試 薬 添 加、冷 却	24—31
滴 定、計 算	3—4
計	30—40

15. 鐵及ビ鋼クロム分析方法(迅速法)

(學檢19小委第15號
昭和17年5月27日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鐵及ビ鋼ノクロム分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鐵及ビ鋼クロム分析方法

第2條 本章ノクロム分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ硫酸デ分解シ觸媒トシテ硝酸銀ヲ加ヘ、更ニ過硫酸アンモンヲ加ヘテ、クロムヲ酸化スル。次ニ硫酸第一鐵標準液ヲ加ヘテ之ヲ還元シ、過マンガン酸カリ標準液デ逆滴定スル。

2. 分 析 操 作

試料 1g ヲ圓錐コラスコニ秤取シ硫酸(1:5)約 50 cc ヲ加ヘ加熱分解スル。分解後硝酸(1:1)約 10 cc ヲ加ヘ約 1 分間煮沸シテ第一鐵ヲ酸化シ亞硝酸ガスヲ驅除スル。溫湯ヲ加ヘテ液量ヲ約 150 cc トシタ後硝酸銀溶液(0.5%)約 10 cc 及ビ過硫酸アンモン溶液(20%)約 10 cc ヲ加ヘ、煮沸シテクロムヲクロム酸ニ酸化スル。約 2 分間煮沸ヲ繼續シテ過硫酸アンモンヲ分解シタ後、鹽酸(1:3)約 5 cc ヲ加ヘ約 3 分間煮沸スル。過マンガン酸ニ依ル色又ハ二酸化マンガンノ沈澱ガ尙殘存スル時ハ鹽酸(1:3)ヲ更ニ 2 cc 乃至 3 cc 加ヘ、煮沸シテ之等ヲ完全ニ分解シ、發生シタ鹽素ヲ驅除スル。冷水ヲ用ヒテ室溫以下トナル迄冷却シタ後水ヲ加ヘテ液量ヲ約 250 cc ニ稀釋スル。N/10 硫酸第一鐵アンモン標準液ヲ加ヘテ重クロム酸ニ依ル橙赤色ガ消失シタ後尙約 5 cc ヲ過剩ニ加ヘル。直ニ過剩ノ硫酸第一鐵アンモンヲ N/10 過マンガン酸カリ標準液デ滴定シ次式ニ依ツテクロム量ヲ算出スル。

$$\frac{(N/10 \text{ 硫酸第一鐵アンモン標準液使用量(cc)} - N/10 \text{ 過マンガン酸カリ標準液使用量(cc)}) \times 0.173}{\text{試料 (g)}} = \text{クロム\%}$$

備 考

1. タングステン又ハワナヂウムヲ含有スル試料ハ硫酸(1:5)約 50 cc 及ビ磷酸(比重 1.7)約 5 cc ヲ加ヘテ加熱分解シ、殘渣ヲ生ジタ時ハ之ヲ濾別シ、以下第 2 條 2 ニ準ジテクロムヲ定量スル。
2. 試料ヲ硫酸(1:5)デ分解シ硝酸デ酸化シタ際黑鉛等ノ殘渣ヲ認メタ時ハ之ヲ濾別スル。
3. N/10 硫酸第一鐵標準液ノ調製
結晶硫酸第一鐵アンモン 40 g ヲ適量ノ水ニ溶解シ之ニ硫酸(1:1)約 100 cc 及ビ水ヲ加ヘテ 1 l ニ稀釋スル。本標準液ノ N/10 ニ對スル力價ハ使用ノ都度 N/10 過マンガン酸カリ標準液デ檢定スル。
4. N/10 過マンガン酸カリ標準液ノ調製
過マンガン酸カリ 3.2 g ヲ水約 800 cc ニ溶解シ 2 晝夜乃至 3 晝夜放置シタ後石綿ヲ用ヒテ濾過シ水ヲ加ヘテ 1 l ニ稀釋スル。本標準液ハ褐色瓶ニ貯藏シ N/10 ニ對スル力價ハ修酸ソーダヲ用ヒテ檢定スル。
5. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	1
試 料 分 解	4—6
酸 化 滴 定	14—17
計 算	1
計	20—25

16. 鐵及ビ鋼タングステン分析方法(迅速法)

(準則19小委員15號
昭和17年5月27日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鐵及ビ鋼ノタングステン分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鐵及ビ鋼タングステン分析方法

第2條 本章ノタングステン分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ過鹽素酸デ分解シ、蒸發シタ後タングステン酸ヲ濾別シ、之ヲ苛性ソーダ標準液ニ溶解シ次ニ鹽酸標準液ヲ逆滴定スル。

2. 試 料

試料ハタングステン含有量ニ應ジ次表ノ標準ニ從ツテ採取スル。

タングステン含有量%	採取量 g
10 以上	0.5
5 以上 10 未満	1.0
5 未満	2.0

3. 分 析 操 作

試料ヲビーカーニ秤取シ豫メ 70°C 乃至 80°C ニ加温シテアル過鹽素酸(60%) 約 50 cc ヲ加ヘ、加熱分解シ引續キ加熱蒸發シテ、過鹽素酸ノ白煙ガ發生スルニ至ツタ後尙約 3 分間加熱ヲ繼續スル。少シク冷却後之ニ鹽酸(1:1) 約 25 cc 及ビ溫湯約 80 cc ヲ加ヘテ可溶性物質ヲ溶解シ、細密濾紙及ビ濾過用圓錐ヲ使用シテ吸引濾過シ、鹽酸(8:1000) デ 5 回、次ニ水デ 1 回洗滌スル。沈澱ヲ濾紙ト共ニ元ノビーカーニ移シ N/10 苛性ソーダ標準液ヲタングステン酸根

當量以上ニ加ヘ濾紙ヲ十分破壊シタ後加温シテ沈澱ヲ溶解スル。次ニフェノールフタレイン溶液 3 滴乃至 4 滴ヲ添加シ過剩ノ苛性ソーダヲ N/10 鹽酸標準液ヲ滴定シ次式ニ依ツテタングステン量ヲ算出スル。

$$\frac{(N/10 \text{ 苛性ソーダ } N/10 \text{ 鹽酸標準液}) \times 0.92}{\text{標準液使用量(cc)} - \text{液使用量(cc)}} = \text{タングステン\%}$$

試 料 (g)

備 考

- 過鹽素酸デ分解シ難キ試料ハ王水(鹽酸 3, 硝酸 1) 15 cc 乃至 20 cc ヲ加ヘテ加熱分解シ過鹽素酸(60%) 約 50 cc ヲ加ヘ加熱蒸發シテ過鹽素酸ノ白煙ガ發生スルニ至ツタ後尙約 3 分間加熱ヲ繼續シ以下第 2 條 3 ニ準ジテ操作スル。
- 吸引濾過ニ際シテハ布片又ハ硬質濾紙片等ヲ濾過用圓錐ニ代用シ得ル。
- N/10 苛性ソーダ標準液ノ調製
苛性ソーダ 4.0 g ヲ水約 500 cc ニ溶解シ水酸化バリウム飽和溶液約 1 cc ヲ添加シタ後水デ 1 l ニ稀釋スル。
本標準液ノ N/10 ニ對スル力價ハフェノールフタレインヲ指示薬トシ、安息香酸ヲ用ヒテ檢定スル。
- N/10 鹽酸標準液ノ調製
鹽酸(1:1) 16 cc ニ水ヲ加ヘテ 1 l ニ稀釋スル。本標準液ノ N/10 ニ對スル力價ハ前項 N/10 苛性ソーダ標準液ヲ用ヒテ檢定スル。
- フェノールフタレイン溶液ノ調製
フェノールフタレイン約 1 g ヲアルコール(90%) 約 500 cc ニ溶解スル。
- 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

鐵及ビ鋼タングステン分析方法(迅速法)

操 作	所要時間(分)
試料秤量	1
分解並ニ蒸發	5—7
鹽酸及ビ温湯添加	1
濾過洗滌	9—12
滴	3—4
計	19—25

17. 鐵及ビ鋼モリブデン分析方法(迅速法)

(學檢19小委第15號)
(昭和17年5月27日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鐵及ビ鋼ノモリブデン分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鐵及ビ鋼モリブデン分析方法

第2條 本章ノモリブデン分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ硫酸及ビ硝酸デ分解シ蒸發シタ後残渣ヲ硫酸及ビ鹽酸ノ混酸デ溶解スル。之ニ硫青化カリ、鹽化第一錫及ビエーテルヲ加ヘ、振盪シテ得タエーテル層ノ着色ヲ、同様ニ處理シテ得タ標準試料ノ着色ト比較シ、モリブデン量ヲ推定スル。

2. 分 析 操 作

試料 0.5 g ヲビーカーニ秤取シ硫酸及ビ硝酸ノ混酸(水 3, 硫酸 1, 硝酸 2) 約 5 cc ヲ加ヘ加熱分解シ、引續キ加熱シテ硫酸白煙ガ盛ニ出ルニ至ル迄蒸發シテ硝酸ヲ驅除スル。冷却後硫酸及ビ鹽酸ノ混酸(水 15, 硫酸 5, 鹽酸 1) 約 30 cc ヲ加ヘ加熱シテ可溶性物質ヲ溶解スル。冷水ヲ用ヒテ冷却後、少量ノ水デ分液漏斗中ニ洗ヒ移シ、硫青化カリ溶液(5%) 約 5 cc 及ビ鹽化第一錫溶液約 15 cc ヲ加ヘ約 1 分間能ク振盪スル。之ニエーテル約 30 cc ヲ加ヘ更ニ約 30 秒間能ク振盪シタ後靜置シテ硫青化モリブデンヲエーテル層中ニ溶解サセル。溶液ガ 2 層ニ分レタ後下層ノ酸液ヲ除去シ、分液漏斗内ニ殘留シタエーテル溶液ヲ比色管ニ移ス。

別ニ標準試料 0.5 g ヲ採リ試料ト同時ニ同一操作ヲ行ツテ得タエーテル溶液ヲ他ノ比色管ニ移シ兩液ノ着色度ヲ比較シテモリブデン量

ヲ推定スル。

備考

1. ニツケル、クロム等ノ如キ着色溶液ヲ生ズル元素ノ多量ヲ含有シナイ試料ハ次ノ如ク操作スルコトヲ得ル。

試料 0.5 g ヲ採リ第2條2ニ準ジテ分解シ、蒸發殘渣ヲ硫酸及ビ鹽酸ノ混酸(水 15, 硫酸 5, 鹽酸 1) 約 30 cc ヲ加ヘテ處理シタ後、溶液ヲ 250 cc **メスフラスコ**ニ移シ水ヲ加ヘテ標線迄稀釋スル。

此ノ溶液 20 cc ヲ 100 cc **メスフラスコ**ニ分取シ之ニ硫酸(1:1) 約 10 cc, 硫酸化カリ溶液(5%) 約 5 cc 及ビ鹽化第一錫溶液約 10 cc ヲ加ヘ、振盪シテ鐵イオンニ依ル色ガ消失シタ後水ヲ加ヘテ標線迄稀釋シ其ノ 20 cc ヲ比色管ニ分取スル。

別ニ標準試料 0.5 g ヲ採リ試料ト同時ニ同一操作ヲ行ツテ得タ溶液 20 cc ヲ他ノ比色管ニ分取シ、兩液ノ着色度ヲ比較シテモリブデン量ヲ推定スル。

2. モリブデン分離ニ際シテハエーテルノ代リニ正醋酸ブチルヲ使用スルコトヲ得ル。

3. 鹽化第一錫溶液ノ調製

鹽酸(比重 1.18) 約 200 cc ヲビーカーニ入レ湯煎上デ加温シナガラ結晶鹽化第一錫約 250 g ヲ少量ヅツ加ヘテ溶解シタ後水ヲ加ヘテ約 1 l ニ稀釋スル。本溶液ニハ少量ノ錫片ヲ入レ褐色瓶中ニ保存スル。

4. 本分析操作ノ所要時間ハ大略右表ノ如クデアル。

操 作	所要時間 (分)
試 料 秤 量	1
分 解, 蒸 發	5—8
蒸發殘渣ノ溶解 還 元	28
エーテル 分 離	4—5
比 色, 計 算	2—3
計	40—45

18. 鐵及ビ鋼酸素分析方法(迅速法)

(標準 19 小委第 9 號
昭和 16 年 5 月 3 日決定)

第 1 章 總 則

- 第 1 條 本法ハ鐵及ビ鋼ノ酸素分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第 2 章 鐵及ビ鋼酸素分析方法

- 第 2 條 本章ノ酸素分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

熔融試料ニ過剩ノアルミニウムヲ加ヘ、試料中ノ酸素ヲアルミナトナシ、之ヲ迅速ニ分離、秤量シテ酸素量ヲ算出スル。

2. 試 料

熔融試料約 1.5 kg ヲ適當ナ柄杓デ汲出シ、之ニ純良ナルアルミニウム約 15 g ヲ迅速ニ挿入シテ溶解シ、徑約 50 mm 高サ約 85 mm ノ丸型又ハ之ニ準ズル角型ニ鑄造スル。凝固後直ニ鑄型カラ拔取り鑄塊ノ側面中央部カラ稍底部ノ個所ヲ適當ナ螺錐デ穿孔シ、注意シテ鐵肌等ノ混入ヲ避ケ、可及的細片ノ削屑ヲ採取スル。分析試料ノ秤量ハ約 4 g トスル。

3. 分析操作(附圖 I 及ビ II 參照)

試料ヲ 500 cc 圓錐フラスコニ秤取シ、之ニ硝酸(1:1) 約 60 cc ヲ注意シテ加ヘ、激シイ反應ガ稍終止シタ後、之ニ鹽酸(比重 1.18) 約 10 cc ヲ加ヘ分解ヲ完成サセル。溶液ハ直ニ附圖 I ニ示ス容器ニ移シ、附圖 II ニ示ス遠心分離機ヲ用ヒテ殘渣ヲ沈降サセ、上澄液ヲ廢棄スル。殘渣ハ無灰濾紙ヲ用ヒ、注意シテ吸引濾別シ温鹽酸(1:1) デ洗滌シ、更ニ混酸(鹽酸 1, 弗化水素酸 1, 水 8) デ 3 回洗滌後温鹽酸(1:1) デ鐵イオンヲ認メナクナル迄洗滌スル。

殘渣ハ濾紙ト共ニ豫メ秤量シタ白金ルツボニ移シ、乾燥後灼熱灰化

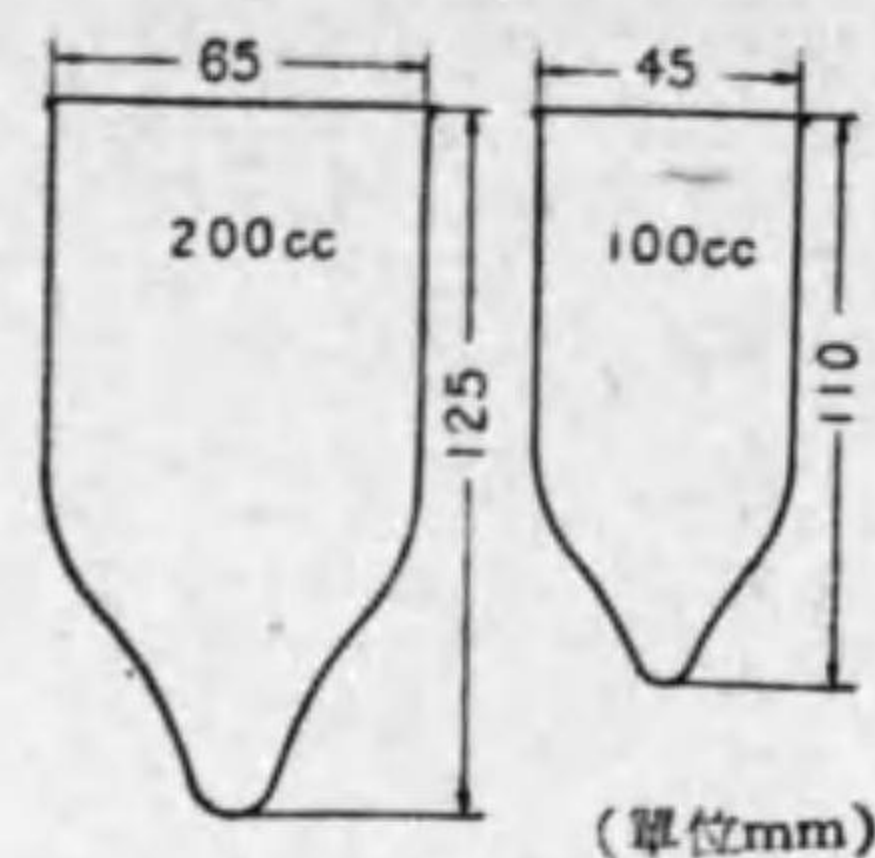
シ、デシケーター中ニ暫時靜置シテ秤量シ、次式ニ依ツテ酸素量ヲ算出スル。

$$\frac{\text{残渣ノ重量(g)} \times 0.47}{\text{試料重量(g)}} \times 100 = \text{酸素\%}$$

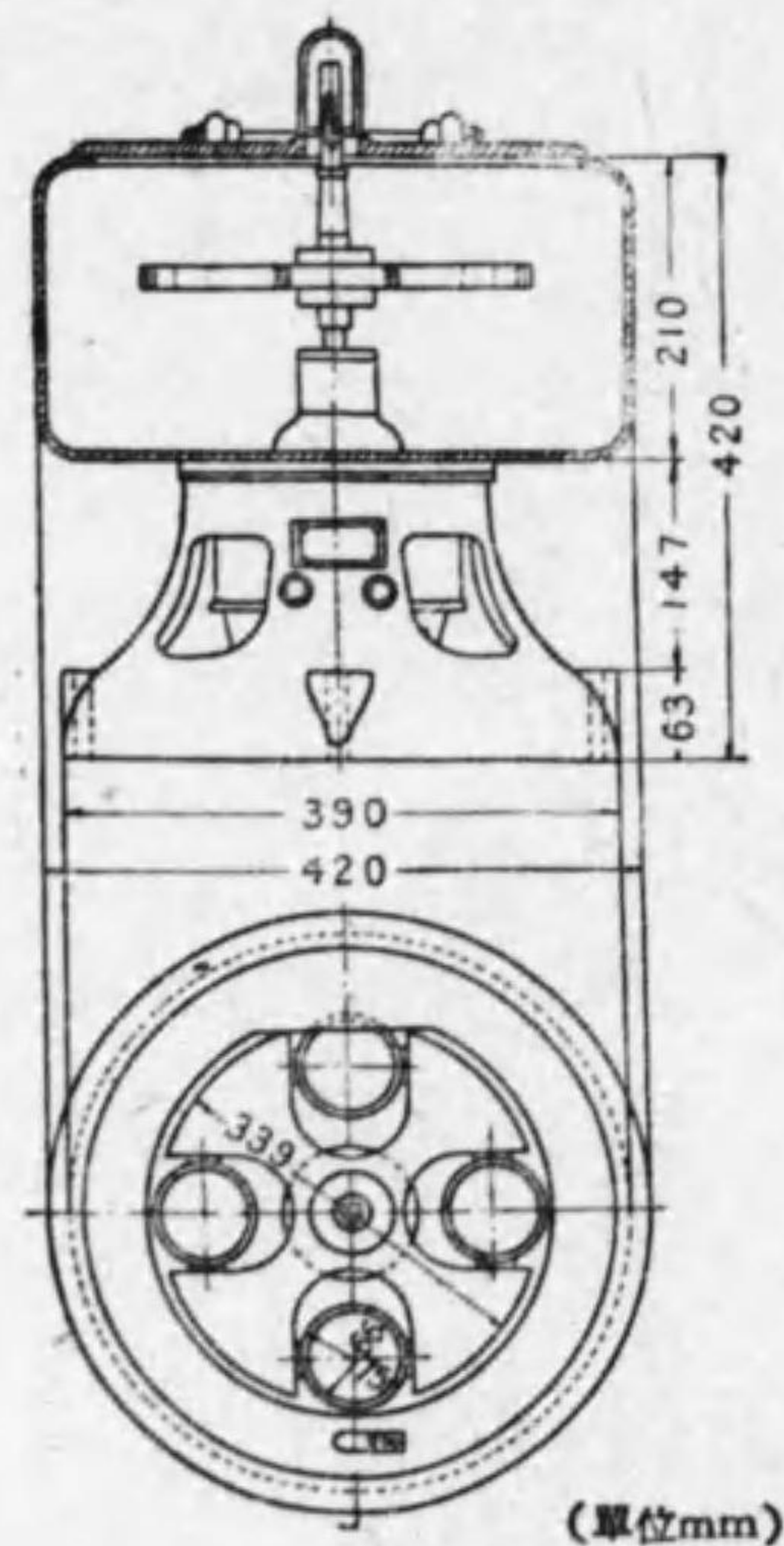
備考

- 炭素、マンガン、クロム、モリブデン等ヲ比較的多量ニ含有スル試料デ、酸ニ依ル分解ガ困難ナ場合ハ特ニ次ノ操作ヲ行フコトガ必要デアル。
残渣ヲ遠心分離機デ沈降サセ上澄液ヲ廢棄シタ後、残渣ヲ温硝酸(1:1)デ150ccノビーカーニ洗ヒ落シ、更ニ硝酸(1:1)ヲ注加シテ液量ヲ約40ccトスル。次デ加熱シテ沸騰シ、飽和過マンガン酸カリ溶液ヲ過剰ニ加ヘ約1分間加熱スル。之ニ鹽酸(比重1.18)及ビ過酸化水素水(3%)ノ適量ヲ加ヘ明澄液トナシ濾過スル。以下第2條3ニ準ジテ操作スル。
- 炭素ヲ比較的多量ニ含ム試料ノ場合ハ、硝酸(1:1)デ分解ノ際、豫メ過硫酸アンモン10g乃至15gヲ加ヘル。
- 試料ノ秤取量ハ其ノ酸素含有量ニ應ジ4g乃至10gトスルヲ得ル。但シ此ノ場合使用スル試薬ノ量ハ秤取量ニ應ジ適當ニ増加スルコトガ必要デアル。
- 酸處理後尙黑色異物ノ殘存スルトキハ強力ナ磁石ヲ以テ除去スルヲ要スル。
- 空實驗値ハ特ニ多量ノアルミニウムヲ添加シタ場合ノ外考慮スル要ハナイ。
- 分析裝置ノ標準ハ附圖ニ示ス如クデアル。遠心分離機ハ最高回轉數毎分3000回トシ、交流1/4馬力ノ電動機ヲ附屬スル。之ニ容量100cc又ハ200ccノガラス製容器4個ヲ使用スル。
- 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所 要 時 間 (分-秒)	
	標 準 法	酸ニ依ル分解困難 ナ場合
試 料 秤 量	0-15—0-30	0-15—0-30
分 解	2-0—3-0	2-0—5-0
遠 心 分 離	3-50	3-50
過 マ ン ガ ン 酸 處 理	—	3-0—4-0
濾 過 洗 滌	3-30—4-30	3-30—4-30
灼 熱 灰 化	2-0	2-0
冷 却	1-30	1-30
秤 量	0-25—0-40	0-25—0-40
計	13-30—16-0	16-30—22-0



附圖 I 遠心分離用容器



附圖 I 遠心分離機

19. 鹽基性銅滓全鐵分析方法(迅速法)

(學報19小委第16號
昭和17年5月27日決定)

第 1 章 總 則

第 1 條 本法ハ鹽基性銅滓ノ全鐵分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第 2 章 鹽基性銅滓全鐵分析方法

第 2 條 本章ノ全鐵分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ鹽酸デ處理分解シ鹽化第一錫溶液ヲ加ヘテ第二鐵ヲ還元シ、
鹽化第二水銀飽和溶液ヲ加ヘテ過剩ノ鹽化第一錫ヲ酸化シ之ニ硫酸
マンガン溶液ヲ加ヘ過マンガン酸カリ標準液デ滴定スル。

2. 分 析 操 作

試料 0.5 g ヲビーカーニ秤取シ鹽酸 (1:1) 約 15 cc ヲ加ヘ加熱分
解シタ後引續キ加熱蒸發シテ液量ヲ約 5 cc トスル。次ニ少量ノ溫
湯ヲ以テビーカー内壁ノ鹽化鐵ヲ洗ヒ落シビーカーヲ振盪シナガラ
鹽化第一錫溶液ヲ滴加シテ、溶液中ニ鹽化第二鐵ノ着色ヲ認メナク
ナツタ後、更ニ其ノ過剩 1 滴ヲ加ヘ冷水ヲ用ヒテ十分ニ冷却スル。
之ニ鹽化第二水銀飽和溶液約 5 cc ヲ一度ニ加ヘテ能ク振盪シ、硫
酸マンガン溶液約 20 cc ヲ加ヘ、水ヲ加ヘテ液量ヲ約 200 cc ト爲
シ振盪シナガラ N/10 過マンガン酸カリ標準液デ滴定シ次式ニ依ツ
テ全鐵量ヲ算出スル。

$$\frac{N/10 \text{ 過マンガン酸カリ標準液使用量 (cc)} \times 0.559}{\text{試料 (g)}} = \text{全鐵\%}$$

備 考

1. 鹽化第一錫溶液ノ調製

鹽酸 (比重 1.18) 約 200 cc ヲビーカーニ入レ盪煎上テ加温シナガ
ラ結晶鹽化第一錫約 100 g ヲ少量ヅ、加ヘテ溶解シタ後水ヲ約 1 l

ニ稀釋スル。本溶液ニハ少量ノ錫片ヲ入レ褐色瓶中ニ保存スル。

2. 硫酸マンガン溶液ノ調製

結晶硫酸マンガン約 90 g ヲ水約 200 cc ニ溶解シ磷酸(比重 1.7)約 175 cc ヲ加ヘ、此ノ混合液ニ硫酸(比重 1.84)約 175 cc ヲ徐々ニ注加シ、冷却後水ヲ加ヘテ約 1 l ニ稀釋スル。本溶液ハ調製後 3 日乃至 4 日經過シタモノヲ使用スル。

3. N/10 過マンガン酸カリ標準液ノ調製

過マンガン酸カリ 3.2 g ヲ水約 800 cc ニ溶解シ、2 日乃至 3 日靜置シタ後石綿ヲ以テ濾過シ水ヲ加ヘテ 1 l ニ稀釋スル。本溶液ハ褐色瓶中ニ貯藏シ其ノ力價ハ蔭酸ソーダヲ用ヒテ檢定スル。

4. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	1
試 料 分 解	5
還 元、稀 釋	4
滴 定、計 算	1
計	11

20. 鹽基性鋼滓酸化第一鐵分析方法(迅速法)

(學報 19 小委第 16 號
昭和 17 年 5 月 27 日決定)

第 1 章 總 則

第 1 條 本法ハ鹽基性鋼滓ノ酸化第一鐵分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第 2 章 鹽基性鋼滓酸化第一鐵分析方法

第 2 條 本章ノ酸化第一鐵分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ炭酸ガス氣流中デ鹽酸デ處理分解シ硫酸マンガン溶液ヲ加ヘ、過マンガン酸カリ標準液デ滴定スル。

2. 分 析 操 作

試料 0.5 g ヲ圓錐フラスコニ秤取シ鹽酸(1:1)約 15 cc ヲ加ヘ圓錐フラスコ内ニ炭酸ガスヲ通ジナガラ加熱分解シ、引續キ加熱蒸發シテ液量ヲ約 5 cc トスル。水ヲ以テ圓錐フラスコ内壁ノ鹽化鐵ヲ洗ヒ落シ、硫酸マンガン溶液約 20 cc 及ビ水ヲ加ヘテ液量ヲ約 200 cc ト爲シ、振盪シナガラ直ニ N/10 過マンガン酸カリ標準液デ滴定シ次式ニ依ツテ酸化第一鐵量ヲ算出スル。

$$\frac{N/10 \text{ 過マンガン酸カリ標準液使用量 (cc)} \times 0.718}{\text{試 料 (g)}} = \text{酸化第一鐵 \%}$$

酸化第一鐵トシテ存在スル鐵量ハ次式ニ依ツテ算出スル。

$$\text{酸化第一鐵 \%} \times 0.777 = \text{酸化第一鐵トシテ存在スル鐵 \%}$$

備 考

1. 試料ヲ鹽酸(1:1)デ、處理分解スルトキ鹽化第一鐵ガ酸化サレル處ノ尠イ時ハ圓錐フラスコ内ニ炭酸ガスヲ通ズル操作ヲ略スルコトヲ得ル。
2. 硫酸マンガン溶液ノ調製

結晶硫酸マンガン約 90 g ヲ水約 200 cc ニ溶解シ磷酸(比重 1.7) 約 175 cc ヲ加ヘ、此ノ混合液ニ硫酸(比重 1.84) 約 175 cc ヲ徐々ニ注加シテ冷却後水ヲ加ヘテ約 1 l ニ稀釋スル。本溶液ハ調製後 3 日乃至 4 日經過シタモノヲ使用スル。

3. 過マンガン酸カリ標準液ノ調製

過マンガン酸カリ 3.2 g ヲ水約 800 cc ニ溶解シ 2 日乃至 3 日靜置シタ後、石綿ヲ以テ濾過シ水ヲ加ヘテ 1 l ニ稀釋スル。本溶液ハ褐色瓶中ニ貯藏シ其ノ力價ハ尿酸ソーダヲ用ヒテ檢定スル。

4. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	1
試 料 分 解, 蒸 發	5—7
滴 定, 計 算	2—3
計	8—11

21. 鹽基性銅滓酸化第二鐵分析方法(迅速法)

(學檢 19 小委 第 16 號
昭和 17 年 5 月 27 日 決定)

第 1 章 總 則

第 1 條 本法ハ鹽基性銅滓ノ酸化第二鐵分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第 2 章 鹽基性銅滓酸化第二鐵分析方法

第 2 條 本章ノ酸化第二鐵量ハ次式ニ依ツテ算出スル。

$$\left(\frac{\text{全鐵}\% - \text{酸化第一鐵トシテ存在スル鐵}\%}{\text{酸化第一鐵トシテ存在スル鐵}\%} \right) \times 1.43 = \text{酸化第二鐵}\%$$

22. 鹽基性銅滓珪酸分析法 (迅速法)

(學部19小委第16號
昭和18年1月16日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鹽基性銅滓ノ珪酸分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2條 鹽基性銅滓ノ珪酸分析方法(迅速法)ハ次ノ2種トスル。

1. 弗化物ヲ含有シナイ鹽基性銅滓ノ珪酸分析方法
2. 弗化物ヲ含有スル鹽基性銅滓ノ珪酸分析方法

第2章 弗化物ヲ含有シナイ鹽基性銅滓ノ珪酸分析方法

第3條 本章ノ珪酸分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ硝酸及ビ過鹽素酸デ處理分解シ、蒸發シテ珪酸ヲ不溶解性トシタ後濾別シ、灼熱シテ秤量スル。

2. 分 析 操 作

試料 0.5 g ラビーカーニ秤取シ硝酸(比重 1.42) 約 5 cc 及ビ過鹽素酸(60%) 約 20 cc ヲ加ヘ加熱分解シ、引續キ加熱シテ過鹽素酸ノ白煙ガ盛ニ發生スルニ至ル迄蒸發スル。少シク冷却後溫湯約 50 cc 及ビゼラチン溶液(1%) 約 5 cc ヲ加ヘ、加熱シテ煮沸スルニ至ツタ後濾過用圓錐ヲ使用シテ吸引濾過スル。溫鹽酸(1:10) デ洗滌シ、沈澱ヲ濾紙ト共ニ白金或ハ磁製ルツボニ移シテ灼熱灰化スル。少シク冷却後殘渣ヲ時計皿ニ移シテ秤量シ次式ニ依ツテ珪酸量ヲ算出スル。

$$\frac{\text{珪酸ノ重量 (g)} \times 100}{\text{試料 (g)}} = \text{珪酸\%}$$

第3章 弗化物ヲ含有スル鹽基性銅滓ノ珪酸分析方法

第4條 本章ノ珪酸分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ硝酸及ビ過鹽素酸デ處理分解シ、蒸發シテ珪酸ヲ不溶解性トシタ後濾別シ、灼熱シテ秤量スル。

2. 分 析 操 作

試料 0.5 g ラビーカーニ秤取シ硝酸約 2 g 及ビ水約 2 cc ヲ加ヘ、加温シテ能ク混和シタ後硝酸飽和過鹽素酸(60%) 約 15 cc ヲ加ヘ加熱分解スル。引續キ加熱シテ過鹽素酸ノ白煙ガ盛ニ發生スルニ至ル迄蒸發シタ後少シク冷却スル。之ニ溫湯約 50 cc 乃至 75 cc ヲ加ヘ、加温シテ可溶性殘渣ヲ溶解シ直ニ濾過用圓錐ヲ使用シテ吸引濾過シ溫鹽酸(1:10) デ洗滌スル。沈澱ヲ濾紙ト共ニ白金或ハ磁製ルツボニ移シテ灼熱灰化スル。少シク冷却後殘渣ヲ時計皿上ニ移シテ秤量シ次式ニ依ツテ珪酸量ヲ算出スル。

$$\frac{\text{珪酸 (g)} \times 100}{\text{試料 (g)}} = \text{珪酸\%}$$

備 考

1. 吸引濾過ニ際シテハ片布又ハ硬質濾紙片等ヲ濾過用圓錐ニ代用シ得ル。
2. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所 要 時 間 (分)	
	弗化物ヲ含 マナイ試料	弗化物ヲ 含ム試料
試 料 秤 量	1	1
分 解、蒸 發	6	13
濾 過、洗 滌	5	5
灼 熱、灰 化	5	5
放 冷、秤 量	6	6
計	23	30

23. 鹽基性鋼滓酸化マンガン分析方法 (迅速法)

(學振19小委第16號
昭和17年5月27日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鹽基性鋼滓ノ酸化マンガン分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鹽基性鋼滓酸化マンガン分析方法

第2條 本章ノ酸化マンガン分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ硝酸及ビ磷酸ノ混酸デ處理分解シ、硝酸銀及ビ過硫酸アンモンヲ加ヘ煮沸シテマンガンヲ酸化シ、冷却後亞砒酸ソーダ標準液デ滴定スル。

2. 分析操作

試料 0.1g 乃至 0.2g ヲ圓錐フラスコニ秤取シ硝酸及ビ磷酸ノ混酸(水 1, 硝酸 2, 磷酸 1) 約 25 cc ヲ加ヘ加熱分解スル。溫湯ヲ加ヘテ液量ヲ約 100 cc ト爲シ觸媒トシテ硝酸銀溶液 (0.5%) 約 10 cc ヲ加ヘ、更ニ過硫酸アンモン溶液 (20%) 約 10 cc ヲ加ヘテ加熱シ、約 1 分間煮沸シテマンガンヲ過マンガン酸ニ酸化スル。水ヲ加ヘテ液量ヲ約 150 cc ト爲シ、冷水ヲ用ヒテ室溫以下トナル迄冷却シテ後亞砒酸ソーダ標準液ヲ速ニ滴定シ次式ニ依ツテ酸化マンガン量ヲ算出スル。

$$\frac{\text{亞砒酸ソーダ標準液使用量(cc)} \times \text{亞砒酸ソーダ標準液 1 cc ノ酸化マンガン相當量(g)}}{\text{試料 (g)}} \times 100 = \text{酸化マンガン\%}$$

備 考

1. 亞砒酸ソーダ標準液ノ調製

無水亞砒酸 (As_2O_3) 0.85 g ヲ採リ水約 150 cc 及ビ無水炭酸ソーダ

約 3g ヲ加ヘテ溶解シ、炭酸ガスヲ約 3 分間通ジテ飽和サセテ後水ヲ加ヘテ 1/1 ニ稀釋スル。

本溶液ノ酸化マンガン相當量ハ標準炭素鋼 1g ヲ秤取シ第2條2ニ準ジテ處理シ本標準液ヲ滴定シ次式ニ依ツテ算出スル。

$$\frac{\text{標準炭素鋼ノマンガン含有量(\%)} \times \text{採取量(g)} \times 1.29}{\text{亞砒酸ソーダ標準液使用量(cc)}} = \frac{\text{亞砒酸ソーダ標準液 1 cc ノ酸化マンガン相當量(g)}}{\text{試料 (g)}}$$

2. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試料秤量	1
試料分解	3 — 4
酸化冷却	3 — 5
滴定計算	1
計	8 — 11

24. 鹽基性銅滓ライム分析方法 (迅速法)

(學振19小委第16號
昭和16年5月27日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鹽基性銅滓ノライム分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鹽基性銅滓ライム分析方法

第2條 本章ノライム分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ鹽酸デ處理分解シ酒石酸ヲ加ヘタ後アルカリ性ト爲シ、蓚酸アンモンヲ加ヘテ蓚酸石灰ヲ沈澱サセル。之ヲ濾別シ硫酸ニ溶解シテ過マンガン酸カリ標準液デ滴定スル。

2. 分 析 操 作

試料 0.1 g ヲビーカーニ稱取シ鹽酸(比重1.18)約 10 cc ヲ加ヘ加熱分解スル。溫湯ヲ加ヘテ液量ヲ約 150 cc ト爲シ酒石酸溶液(10%)約 10 cc ヲ加ヘ溶液ヲ攪拌シナガラアンモニア水(比重0.9)ヲ滴加シテ弱アルカリ性トスル。之ニ溫蓚酸アンモン飽和溶液約 20 cc ヲ加ヘ約 3分間煮沸シ、溫所ニ放置シテ蓚酸石灰ヲ沈澱サセル。濾過用圓錐ヲ使用シテ吸引濾過シ溫湯デ洗滌後沈澱ヲ濾紙ト共ニ元ノビーカーニ移ス。溫湯約 200 cc 及ビ硫酸(1:1)約 10 cc ヲ加ヘ攪拌シテ蓚酸石灰ヲ溶解シ、遊離シタ蓚酸ヲ N/10 過マンガン酸カリ標準液デ滴定シ、次式ニ依ツテライム量ヲ算出スル。

$$\frac{N/10 \text{ 過マンガン酸カリ標準液使用量 (cc)} \times 0.280}{\text{試料 (g)}} = \text{ライム\%}$$

備 考

1. マンガン含有量ノ多イ試料ハ之ヲ鹽酸デ分解シ、液量ヲ約 150 cc ト

シタ後酒石酸溶液(25%)約 20 cc ヲ加ヘルコトヲ要スル。

2. 吸引濾過ニ際シテハ布片又ハ硬質濾紙片等ヲ濾過用圓錐ニ代用スルコトヲ得ル。
3. N/10 過マンガン酸カリ標準液ノ調製
過マンガン酸カリ 3.2 g ヲ水約 8.0 cc ニ溶解シ 2 日乃至 3 日靜置シタ後石綿ヲ用ヒテ濾過シ水ヲ加ヘテ 1 l ニ稀釋スル。本溶液ハ褐色瓶中ニ貯藏シ其ノ力價ハ蓚酸ソーダヲ用ヒテ檢定スル。
4. 弗化石灰又ハカーバイドヲ含有スル試料ハ別ニ之等ヲ定量シテライム量ヲ補正スルコトヲ要スル。
5. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試料秤量	1
試料分解	1
沈澱生成	5
濾過洗滌	3
滴定計算	3
計	13

25. 鹽基性銅滓マグネシア分析方法 (迅速法)

(學振19小委第16號
昭和17年9月14日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鹽基性銅滓ノマグネシア分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鹽基性銅滓マグネシア分析方法

第2條 本章ノマグネシア分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ硝酸デ處理分解シマンガン、鐵、カルシウム等ヲ除去シタ後、
磷酸アンモンヲ加ヘ、磷酸アンモンマグネシウムヲ沈澱サセテ濾別
シ、之ヲ N/10 鹽酸標準液デ滴定スル。

2. 分 析 操 作

試料 0.5 g ヲピーカーニ採取シ、水約 2 cc ヲ加ヘテ濕シ、ガラス
棒デ攪拌シナガラ硝酸(比重 1.42) 約 5 cc ヲ加ヘ約 1 分間加温シ
テ分解スル。鹽素酸カリ約 1.5 g ヲ少量宛加ヘ、更ニ硝酸(比重
1.42) 約 2 cc ヲ加ヘ加温シテ酸化マンガンヲ沈澱サセル。温湯ヲ
加ヘテ液量ヲ約 150 cc トシ、鹽化アンモン溶液(20%) 約 20 cc
ヲ加ヘ、アンモニア水(比重 0.9) ヲ滴加シテ溶液ヲ弱アルカリ性
トスル。之ニ溫蓆酸アンモン飽和溶液約 20 cc ヲ加ヘ約 2 分間煮
沸シタ後温所ニ放置シテ水酸化鐵、蓆酸石灰等ヲ沈澱サセル。濾過
用圓錐ヲ使用シテ吸引濾過シ、温湯デ洗滌シ、濾液ヲ圓錐フラスコ
ニ集メル。之ニ磷酸アンモン溶液(20%) 約 20 cc ヲ加ヘ能ク攪拌
シテ磷酸アンモンマグネシウムヲ沈澱サセル。

濾過用圓錐ヲ使用シテ吸引濾過シ、アンモニア水(1:20) デ洗滌シ
最後ニアルコールデ 2 回洗滌スル。濾紙上ノ沈澱ヲ水デ元ノ圓錐

フラスコニ洗ヒ移シメチルレッド溶液 3 滴乃至 5 滴ヲ加ヘ N/10

鹽酸標準液デ滴定シ次式ニ依ツテマグネシア量ヲ算出スル。

$$\frac{N/10 \text{ 鹽酸標準液使用量 (cc)} \times 0.202}{\text{試料 (g)}} = \text{マグネシア\%}$$

備 考

1. 吸引濾過ニ際シテハ布片又ハ硬質濾紙片等ヲ濾過用圓錐ニ代用シ得ル。
2. メチルレッド溶液ノ調製
メチルレッド約 0.02 g ヲアルコール(60%) 約 100 cc ニ溶解スル。
3. N/10 鹽酸標準液ノ調製
鹽酸(1:1) 16 cc ヲ採リ水ヲ加ヘテ 1 l ニ稀釋スル。本標準液ノ
N/10 ニ對スル力價ハ力價既知ノ N/10 苛性ソーダ標準液ヲ用ヒテ
檢定スル。
4. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	1
硝酸及鹽素酸カリ處理	3
鐵及ピライム除去	13
沈 澱 生 成	10
濾 過、洗 滌	10
滴 定、計 算	4
計	41

26. 鹽基性銅滓弗化石灰分析方法 (迅速法)

(準則19小委第16號
昭和17年5月27日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鹽基性銅滓ノ弗化石灰分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鹽基性銅滓弗化石灰分析方法

第2條 本章ノ弗化石灰分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ醋酸デ處理分解シテ濾過シ、濾紙上ノ残渣ヲ鹽酸デ處理シテ弗化石灰ヲ溶解スル。之ニ酒石酸ヲ加ヘ更ニアンモニア水ヲ加ヘテ弱アルカリ性ト爲シ、蓆酸アンモンヲ加ヘテ蓆酸石灰ヲ沈澱サセル。沈澱ヲ濾別シ硫酸デ溶解シタ後過マンガン酸カリ標準液デ滴定スル。

2. 分析操作

試料 0.5 g ヲビーカーニ秤取シ 1 滴乃至 2 滴ノ水ヲ加ヘテ濕シタ後醋酸 (1:3) 約 30 cc ヲ加ヘ、加熱分解シ引續キ加熱ヲ繼續シテ乾潤近クナル迄蒸發スル。之ニ醋酸 (1:3) 約 30 cc ヲ加ヘ加熱シテ可溶性物質ヲ溶解シ、溫湯約 100 cc ヲ加ヘテ稀釋後濾過スル。溫湯デ洗滌後溫鹽酸 (1:1) デ濾紙上ノ残渣ヲ元ノビーカーニ洗ヒ込ミ、之ヲ加熱シテ弗化石灰ヲ溶解スル。溫湯ヲ加ヘテ液量ヲ約 150 cc ト爲シ酒石酸溶液 (10%) 約 100 cc ヲ加ヘ、溶液ヲ攪拌シタガラアンモニア水 (比重 0.9) ヲ滴加シテ弱アルカリ性トスル。溫蓆酸アンモン飽和溶液約 20 cc ヲ加ヘ約 3 分間煮沸後溫所ニ放置シテ蓆酸石灰ヲ沈澱サセル。之ヲ濾過シ溫湯デ洗滌後沈澱ヲ濾紙ト共ニ元ノビーカーニ移ス。溫湯約 200 cc 及ビ硫酸 (1:1) 約 10 cc

ヲ加ヘ攪拌シテ蓆酸石灰ヲ溶解シ、遊離シタ蓆酸ヲ N/10 過マンガン酸カリ標準液デ滴定シ次式ニ依ツテ弗化石灰量ヲ算出スル。

$$\frac{N/10 \text{ 過マンガン酸カリ標準液使用量 (cc)} \times 0.390}{\text{試料 (g)}} = \text{弗化石灰\%}$$

備 考

1. 過マンガン酸カリ標準液ノ調製

過マンガン酸カリ 3.2 g ヲ水約 800 cc ニ溶解シ 2 日乃至 3 日靜置シタ後石綿ヲ用ヒテ濾過シ水ヲ加ヘテ 1 l ニ稀釋スル。本溶液ハ褐色瓶中ニ保存シ其ノ力價ハ蓆酸ソーダヲ用ヒテ檢定スル。

2. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試料秤量	1
試料分解, 蒸發	7—8
醋酸處理, 濾過	5—6
鹽酸處理, 沈澱ノ生成	24—29
濾過, 滴 定	11—16
計	48—60

27. 鹽基性鋼滓カーバイド分析方法 (迅速法)

(準則19小委第16號
昭和17年5月27日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鹽基性鋼滓ノカーバイド分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鹽基性鋼滓カーバイド分析方法

第2條 本章ノカーバイド分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ食鹽溶液及ビ鹽酸デ處理シ、發生シタアセチレンヲ發煙硫酸ニ吸收サセテ其ノ減容積カラカーバイド量ヲ算出スル。

2. 装置 (附圖参照)

試料分解瓶(A)、漏斗(B)及ビ試料分解瓶中ノガスヲガスビュレット中ニ移シ入レル爲ノ導管(C)ヲ連結スル。試料分解瓶(A)ハ能ク乾燥シテ置キ且ツ試料ノ分解ヲ容易ニスル爲ニ乾燥シタガラス棒(長さ約2.5cm)數本ヲ入レテ置ク。

3. 分析操作

試料2gヲ試料分解瓶(A)中ニ採リ漏斗(B)ノコックヲ閉ヂ、導管(C)ノ先端ニガスビュレットヲ接続シ、試料分解瓶(A)中デ發生シタガスハガスビュレット中ニ通ジ得ル如クシテ置ク。漏斗(B)カラ食鹽飽和溶液約10ccヲ加ヘテ能ク混和シ、更ニ鹽酸(比重1.18)約10ccヲ加ヘ靜ニ振盪シ、試料ヲ分解シテアセチレンヲ發生サセル。

試料ノ分解ガ終ツタ後試料分解瓶(A)中ニ漏斗(B)カラ食鹽飽和溶液ヲ注入シテ試料分解瓶中ノガスヲ全部ガスビュレット中ニ移シ入レル。ガスビュレットヲ装置カラ取離シ、之ヲ苛性カリ溶液(33

%)ヲ充シタガスビュレットニ連結シテ發生ガス中ニ混ジタ炭酸ガスヲ吸收除去シタ後殘留スル全ガスノ容積ヲ測定スル。

次ニガスビュレットヲ發煙硫酸ヲ充シタガスビュレットニ連結シテアセチレンヲ吸收サセル。再ビ苛性カリ溶液(33%)ヲ充シタガスビュレットニ連結シテ、ガス中ニ混ジテ來タ無水硫酸ヲ吸收除去シタ後殘留ガスノ容積ヲ測定シ、其ノ減容積ヲアセチレントシ次式ニ依ツテカーバイド量ヲ算出スル。

$$V \times \frac{P-W}{760} \times \frac{273}{273+t} = V_0$$

$$\frac{V_0 \times 0.286}{\text{試料}(g)} = \text{カーバイド}\%$$

但レ $V = t^{\circ}C$ = 於ケルアセチレンノ容積 (cc)

$W = t^{\circ}C$ = 於ケル水蒸氣壓 (mm)

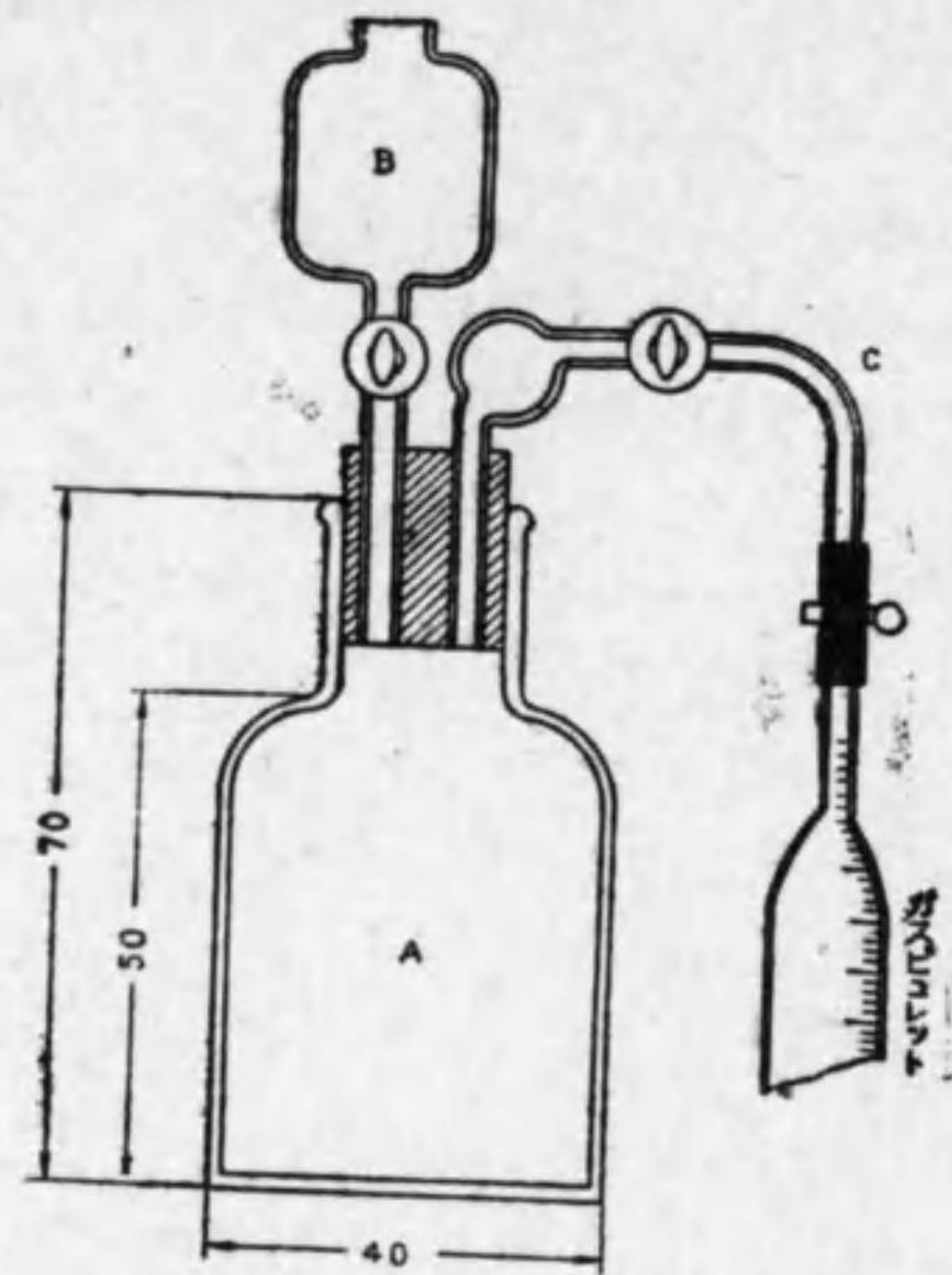
P = 氣壓 (Hgmm)

t = 室温 ($^{\circ}C$)

備 考

- 水ヲ作用サセル事ニ依ツテ全カーバイドヲ分解シ得ル試料ハ、食鹽飽和溶液約10cc及ビ水約20ccヲ加ヘテカーバイドヲ分解シ此ノ時ノガス容積ノ増量ヲガスビュレットニ依ツテ測定シ、之ヲ直ニアセチレントスルコトヲ得ル。
- 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	1
試 料 分 解	1—2
ガス容積測定, 吸收	4—6
計 算	1
計	7—10



(単位mm)

附圖 鋼滓カーバイド分析(迅速法)装置

28. 酸性鋼滓酸化鐵分析方法(迅速法)

(準則19小委第16號
昭和18年5月1日決定)

第1章 總則

第1條 本法ハ酸性鋼滓ノ酸化鐵分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 酸性鋼滓酸化鐵分析方法

第2條 本章ノ酸化鐵分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要旨

試料ニ熔融合劑ヲ混ジテ熔融シ、之ヲ水及ビ鹽酸デ處理シ、鹽化第一錫ヲ加ヘテ鐵ヲ還元シ、更ニ鹽化第二水銀飽和溶液ヲ加ヘテ過剩ノ鹽化第一錫ヲ酸化シ、N/10 重クロム酸カリ標準液デ滴定スル。

2. 分析操作

試料 0.5 g ナニツケル・ルツボニ入レ之ニ約 5 g ノ熔融合劑(炭酸ソーダ1, 過酸化ソーダ1)ヲ加ヘ能ク混和シタ後加熱熔融スル。少シク冷却後之ヲビーカーニ移シ、沸騰水約 50 cc ナ加ヘテ熔融塊ヲ抽出シ、ニツケル・ルツボヲ取出シ少量ノ溫湯及ビ鹽酸(1:1)デ之ヲ洗滌スル。次ニ加溫シ溶液ヲ攪拌シナガラ鹽酸(比重 1.18)ヲ徐々ニ加ヘテ溶液ヲ酸性ト爲シ酸化鐵等ヲ溶解スル。

加熱ヲ止メ溶液ヲ攪拌シナガラ鹽化第一錫溶液ヲ滴加シテ第二鐵ヲ還元シ、第二鐵イオンノ着色ヲ認メナクナツタ後更ニ其ノ過剩1滴ヲ加ヘ、冷水ヲ用ヒテ十分ニ冷却スル。之ニ鹽化第二水銀飽和溶液約 5cc ナ一度ニ加ヘ、能ク攪拌シテ過剩ノ鹽化第一錫ヲ酸化スル。更ニ硫酸及ビ磷酸ノ混酸約 30 cc 及ビチフェニルアミン溶液 3 滴乃至 4 滴ヲ加ヘ N/10 重クロム酸カリ標準液デ滴定シ、溶液ガ濃紫色ヲ呈スルニ至ツタ點ヲ終點トスル。酸性鋼滓中ノ酸化鐵ハ次式ニ依ツテ酸化第一鐵トシテ算出スル。

$$\frac{N/10 \text{ 重クロム酸カリ標準液使用量 (cc)} \times 0.719}{\text{試料 (g)}} = \text{酸化率\%}$$

備考

1. 鹽化第一錫溶液ノ調製

鹽酸(比重1.18)約200ccヲビーカーニ入レ湯煎上デ加熱シナガラ、結晶鹽化第一錫約100gヲ少量ヅ、加ヘテ溶解シタ後水ヲ加ヘテ約1lニ稀釋スル。本溶液ニハ少量ノ錫片ヲ入レテ褐色瓶中ニ保存スル。

2. 硫酸及ビ磷酸ノ混酸調製

水約760cc中ニ硫酸(比重1.84)約120ccヲ加ヘ、冷却シタ後磷酸(比重1.7)約120ccヲ加ヘル。

3. N/10 重クロム酸カリ標準液ノ調製

重クロム酸カリ4.904gヲ水約200ccニ溶解シ、之ヲ1lメスフラスコニ移シ、水ヲ加ヘテ標線迄稀釋スル。本標準液ノ濃度ハ正確ニN/10デアル。

重クロム酸カリハ分析用又ハ再結晶法ニ依ツテ精製シタモノヲ乾燥状態ニ保存スルコトヲ要スル。

4. チフェニルアミン溶液ノ調製

チフェニルアミン約1gヲ硫酸(比重1.84)約100ccニ溶解スル。

5. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試料秤量	1
熔 融	2
抽 出、還 元	4
冷 却、試 薬 添 加	4
滴 定、計 算	1
計	12

29. 酸性銅滓珪酸分析法(迅速法)

(學檢19小委第16號
昭和18年5月1日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ酸性銅滓ノ珪酸分析法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 酸性銅滓珪酸分析法

第2條 本章ノ珪酸分析法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ニ熔解合劑ヲ混ジテ熔融シ、次ニ硝酸及ビ過酸化水素水ヲ處理シテ溶解シ、鹽化カリ及ビ弗化水素酸ヲ加ヘテ珪弗化カリヲ沈澱サセ、之ヲ濾過、洗滌後苛性ソーダ標準液ヲ滴定スル。

2. 分 析 操 作

試料0.1gヲ白金ルツボニ秤取シ、之ニ1g乃至2gノ熔融合劑(炭酸カリ2, 硼酸1)ヲ加ヘテ能ク混和シタ後加熱シテ3分乃至4分間熔融スル。冷却後白金ルツボヲビーカーニ移シ之ニ温水約40cc, 硝酸(比重1.42)約10cc及ビ過酸化水素水(3%)數滴ヲ加ヘ加温シテ熔融塊ヲ溶解スル。白金ルツボヲ取出シ攪拌棒ヲルツボノ内外壁ヲ擦ツタ後温水ヲ洗滌シ冷水ヲ十分冷却後白金蒸發皿ニ移シ、弗化水素酸(40%)約5ccヲ加ヘテ攪拌シ更ニ鹽化カリ約5gヲ加ヘテ珪弗化カリヲ沈澱サセル。濾紙バルブ少量ヲ加ヘ再ビ攪拌シタ後數分間冷水ヲ冷却シテ沈澱ヲ沈降サセル。濾過用圓錐ヲ使用シテ吸引濾過シ鹽化カリ溶液(20%)ヲ約10回洗滌シタ後、沈澱ヲ濾紙ト共ニ圓錐フラスコニ移シ温水約50ccヲ加ヘ能ク振盪シテ濾紙ヲ破壊スル。之ニフェニールフタレイン溶液3滴乃至4滴ヲ加ヘN/5 苛性ソーダ標準液ヲ滴定シ次式ニ依ツテ珪酸量ヲ算出スル。

$$\frac{N/5 \text{ 苛性ソーダ標準液使用量 (cc)} \times 0.300}{\text{試料 (g)}} = \text{珪酸\%}$$

備考

1. 本法ヲ實施スルニ際シテハ試料ヲ使用シナイ儘第 2 條 2 ニ準シ操作シテ空實驗値ヲ求メテ置キ、珪酸量算出ノ場合ニ之ヲ控除スルコトヲ要スル。
2. 試料ノ分解ニ使用スル熔融合劑ニソーダ鹽類ヲ使用スルト珪酸量ハ低値トナル虞ガアル。
3. 珪弗化カリノ沈澱生成ニ際シテハ白金皿ノ代リニベークライト、エボナイト等ノ製品ヲ使用シ得ル。
4. 弗化水素酸ノ精製
弗化水素酸(40%) 約 500 cc 中ニ鹽化カリ約 10 g ヲ加ヘ攪拌シタ後 1 夜靜置シ、濾過シテ其ノ濾液ヲ使用スルコトヲ要スル。
5. 吸引濾過ニ際シテハ布片又ハ硬質濾紙片等ヲ濾過用圓錐ニ代用シ得ル。
6. N/5 苛性ソーダ標準液ノ調製
苛性ソーダ 8.0 g ヲ水約 500 cc ニ溶解シ、水酸化バリウム飽和溶液約 2 cc ヲ添加シタ後水ヲ加ヘテ 1 l ニ稀釋スル。本標準ノ N/5 ニ對スル力價ハフェノールフタレインヲ指示薬トシ安息香酸ヲ用ヒテ檢定スル。
7. フェノールフタレイン溶液ノ調製
フェノールフタレイン約 1 g ヲアルコール(90%) 約 500 cc ニ溶解スル。
8. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	1
熔 融	4
溶 解, 沈 澱 生 成	5
冷 却, 靜 置	5
濾 過, 洗 滌	4
滴 定	2
計	21

30. 酸性鋼滓酸化マンガン分析方法 (迅速法)

(學檢19小委第16號
昭和18年5月1日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ酸性鋼滓ノ酸化マンガン分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 酸性鋼滓酸化マンガン分析方法

第2條 本章ノ酸化マンガン分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ニ熔融合劑ヲ混ジテ熔融シ、之ヲ水及ビ硝酸デ處理シテ後硝酸銀及ビ過硫酸アンモンヲ加ヘ煮沸シテマンガンヲ酸化シ、冷却後亞砒酸ソーダ標準液デ滴定スル。

2. 分 析 操 作

試料 0.1g 乃至 0.2g ナニツケル・ルツボニ入レ之ニ約 10 倍量ノ熔融合劑(炭酸ソーダ 1, 過酸化ソーダ 1)ヲ加ヘ能ク混和シテ後加熱熔融スル。少シク冷却後之ヲピーカーニ移シ沸騰水約 70ccヲ加ヘテ熔融塊ヲ描出シ、ニツケル・ルツボヲ取出シ少量ノ温水デ之ヲ洗濯スル。硫酸(1:4)約 35cc 及ビ過酸化水素水(3%)數滴ヲ滴加シテ酸化鐵、酸化マンガン等ヲ溶解シ、暫時煮沸シテ過剩ノ過酸化水素ヲ驅除スル。之ニ硫酸及ビ磷酸ノ混酸約 40ccヲ加ヘテ更ニ硝酸銀溶液(0.5%)約 20cc 及ビ過硫酸アンモン溶液(20%)約 10ccヲ加ヘ1分乃至2分間煮沸シテマンガンヲ過マンガン酸ニ酸化スル。少シク冷却後之ニ水約 50ccヲ加ヘ、冷水ヲ用ヒテ室溫以下トナル迄冷却シ亞砒酸ソーダ標準液デ速ニ滴定シ次式ニ依ツテ酸化マンガン量ヲ算出スル。

$$\frac{\text{亞砒酸ソーダ標準液使用量(cc)} \times 1 \text{ccノ酸化マンガン相當量(g)}}{\text{試料(g)}} = \text{酸化マンガン\%}$$

備 考

1. 硫酸及ビ磷酸ノ混酸調製

水約 760cc 中ニ硫酸(比重 1.84)約 120ccヲ加ヘ、冷却シテ後磷酸(比重 1.7)約 120ccヲ加ヘル。

2. 亞砒酸ソーダ標準液ノ調製

無水亞砒酸(As_2O_3) 0.85gヲ秤取シ水約 150cc 及ビ無水炭酸ソーダ約 3gヲ加ヘテ溶解シ炭酸ガスヲ約 3分間通ジテ飽和サセテ後水ヲ加ヘテ 1lニ稀釋スル。

本標準液ノ酸化マンガン相當量ノ決定ハ次ノ如クシテ行フ。標準炭素鋼 1gヲ秤取シ硝酸及ビ磷酸ノ混酸(水 1, 硝酸 2, 磷酸 2)約 25ccヲ加ヘ加熱分解スル。之ニ溫湯ヲ加ヘテ液量ヲ約 100ccト爲シ硝酸銀溶液(0.5%)約 20cc 及ビ過硫酸アンモン溶液(20%)約 10ccヲ加ヘ以下第2條2ニ準ジテ處理シ、本標準液デ滴定シ次式ニ依ツテ酸化マンガン相當量ヲ算出スル。

$$\frac{\text{標準炭素鋼ノマンガン含有量(\%)} \times \text{採取量(g)} \times 1.29}{\text{亞砒酸ソーダ標準液使用量(cc)}} = \text{液 1ccノ酸化マンガン相當量(g)}$$

3. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	1
熔 融 抽 出	7
酸 化 冷 却	5
滴 定 計 算	1
計	14

31. 酸性鋼滓ライム分析方法 (迅速法)

(準則19小委第16號
昭和18年5月1日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ酸性鋼滓ノライム分析方法(迅速法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 酸性鋼滓ライム分析方法

第2條 本章ノライム分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ硫酸及ビ弗化水素酸デ分解シ、鹽酸、硝酸、酒石酸及ビアンモニア水デ處理シタ後、蓆酸アンモンヲ加ヘテ蓆酸石灰ヲ沈澱サセル。沈澱ヲ濾別シ、之ヲ硫酸ニ溶解シテ過マンガン酸カリ標準液デ滴定スル。

2. 分 析 操 作

試料 0.3 g ヲ白金皿ニ採リ硫酸(1:1) 3滴乃至4滴ヲ加ヘテ濕シ、弗化水素酸(40%) 約4ccヲ加ヘ注意シテ加熱シ、珪酸ノ大部分ヲ揮散サセルト共ニ硫酸白煙ガ殆ド發生シナクナル迄蒸發スル。鹽酸(比重1.18) 約5cc及ビ少量ノ温水デ殘渣ヲピーカーニ洗ヒ移シ、加熱溶解シ更ニ少量ノ硝酸(比重1.42)ヲ滴加シ引續キ加熱シテ亞硝酸ガスヲ驅除スル。温水ヲ加ヘテ液量ヲ約100ccトナシ之ニ酒石酸溶液(10%) 約15ccヲ加ヘタ後アンモニア水(比重0.9)ヲ加ヘテ溶液ヲ弱アルカリ性ト爲シ、溫蓆酸アンモン飽和溶液約20ccヲ加ヘ約2分間煮沸シ、暫時溫所ニ放置シテ蓆酸石灰ヲ沈澱サセル。

次ニ濾過用圓錐ヲ使用シテ吸引濾過シ溫湯デ洗滌シタ後沈澱ヲ濾紙ト共ニ元ノピーカーニ移ス。溫湯約200cc及ビ硫酸(1:1)約10ccヲ加ヘ攪拌シテ蓆酸石灰ヲ溶解シ、遊離シタ蓆酸ヲN/10過マンガ

ン酸カリ標準液デ滴定シ次式ニ依ツテライム量ヲ算出スル。

$$\frac{N/10 \text{ 過マンガン酸カリ標準液使用量 (cc)} \times 0.280}{\text{試料 (g)}} = \text{ライム\%}$$

備 考

1. 試料ヲ硫酸及ビ弗化水素酸デ處理分解スルトキ、硫酸白煙ガ殆ド發生シナクナル迄蒸發スルコトガ緊要デアルガ過熱シナイ様ニ注意スルコトヲ要スル。鐵分含有量多イ試料ハ此ノ蒸發操作ニ依ツテ鹽酸ニ溶解シ難イ殘渣ヲ少量生ズルコトガアルガライムノ分析値ニハ殆ド影響ヲ及ボサナイ。
2. 吸引濾過ニ際シテハ布片又ハ硬質濾紙片等ヲ濾過用圓錐ニ代用スルコトヲ得ル。
3. N/10 過マンガン酸カリ標準液ノ調製
過マンガン酸カリ 3.2 g ヲ水約 800 cc ニ溶解シ 2日乃至3日靜置シタ後石綿ヲ用ヒテ濾過シ水ヲ加ヘテ 1l ニ稀釋スル。本標準液ハ褐色瓶中ニ貯藏シ N/10ニ對スル力價ハ蓆酸ソーダヲ用ヒテ檢定スル。
4. 本分析操作ノ所要時間ハ大略次表ノ如クデアル。

操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	1
分 解 處 理	5
沈 澱 生 成	6
濾 過、洗 滌	5
滴 定、計 算	1
計	18

32. 鐵及ビ鋼非金屬介在物分析方法 (溫硝酸法)

(學第19小委第16號
昭和16年5月3日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鐵及ビ鋼ノ非金屬介在物ノ分析方法(溫硝酸法)ニ之ヲ適用スル。

第2章 鐵及ビ鋼非金屬介在物分析方法

第2條 本章ノ非金屬介在物分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ溫硝酸ニ溶解シ炭化物ヲ處理分解シタル後、不溶性ノ酸化物ヲ濾過秤量シ非金屬介在物トシテ定量スル。

2. 装 置 (附圖參照)

試料容器ハ底部ニ數箇ノ小孔ヲ有スル磁性又ハ硝子製ノ皿デ之ヲ取扱フニハ硝子棒ヲ作ツタ釣手ヲ用ヒル。試料ノ溶解ニハ容量約3lノビーカーヲ使用スル。

3. 分 析 操 作

試料約100gヲ試料容器ニ秤取シ硝酸(1:3)約1.500ccヲ入レタルビーカーニ浸漬シテ加熱シ試料ノ分解ガ激シクナリタル後、30分乃至60分間90°C附近ニ保ツテ大部分ノ試料ヲ溶解サセル。次ニ試料容器ヲ吊リ出シテ容器及ビ未溶解試料ヲ洗滌シ、殘存スル試料ヲ乾燥秤量シテソノ重量ヲ初メノ重量ヨリ扣除シテ試料溶解量トスル。未溶解試料及ビ容器ヲ取り出シタル溶液ニアンモニア水(1:3)約500ccヲ攪拌シツツ徐々ニ加ヘテ過剩酸ノ大部分ヲ中和シ、更ニ冷水約1lヲ加ヘ攪拌シテ5時間以上靜置スル。次ニ上澄液ヲサイフォンニテ注意シテ傾瀉シ去リ殘渣ト溶解液ノ一部ヲ500ccノビーカーニ洗ヒ移シ液量ヲ約300ccトナシ、硝酸(比重1.42)約15cc

ヲ加ヘ暫時靜置シテ再ビ上澄液ヲ去ツテ約150ccトスル。更ニ硝酸(比重1.42)約10ccヲ加ヘ約80°Cニ加熱シテ、飽和過マンガン酸カリ液約30ccヲ加ヘソノ溫度ニ15分乃至20分間保テ炭化物等ヲ分解シタル後、過酸化水素水ヲ加ヘテ酸化マンガンヲ分解シ冷水約150ccヲ加ヘ3時間以上靜置スル。

上澄液ヲ注意シテ出來ルダケ傾瀉シ去リ、若シ炭化物ノ殘存スルトキハ上記ノ處理ヲ繰リ返ス。又殘渣中ニスケール等ノ混入スル時ハ磁石ヲ用ヒテ分離スル。次ニ水ヲ加ヘテ約150ccトナシ約80°Cニ加熱シテ鹽酸(比重1.18)約15ccヲ加ヘ約15分間ソノ溫度ニ保テ冷水約150ccヲ加ヘテ3時間以上靜置スル。再ビ上澄液ヲ去リ水ニテ約150ccトナシ、炭酸ソーダ溶液(5%)ヲ少過剩ニ加ヘテアルカリ性トナシ、約80°Cニ約10分間保ツテシリカゲルヲ溶解シ水約150ccヲ加ヘテ3時間以上靜置スル。上澄液ヲ去リ水ニテ約100ccトナシ鹽酸(比重1.18)約10ccヲ加ヘテ約15分間加熱シテ水酸化鐵ヲ溶解シタル後水約100ccヲ加ヘテ暫時靜置スル。上澄液ノ一部ヲ傾瀉シ去リ殘渣ヲ無灰濾紙ニテ濾過シ温水、溫鹽酸(1:4)及ビ温水ノ順ニ洗滌シ乾燥後灰化シ低温ニ灼熱シテ秤量シ、次式ニ依リテ非金屬介在物ノ含量ヲ算出スル。

$$\frac{\text{非金屬介在物ノ重量 (g)}}{\text{溶解試料 (g)}} \times 100 = \text{非金屬介在物 (\%)}$$

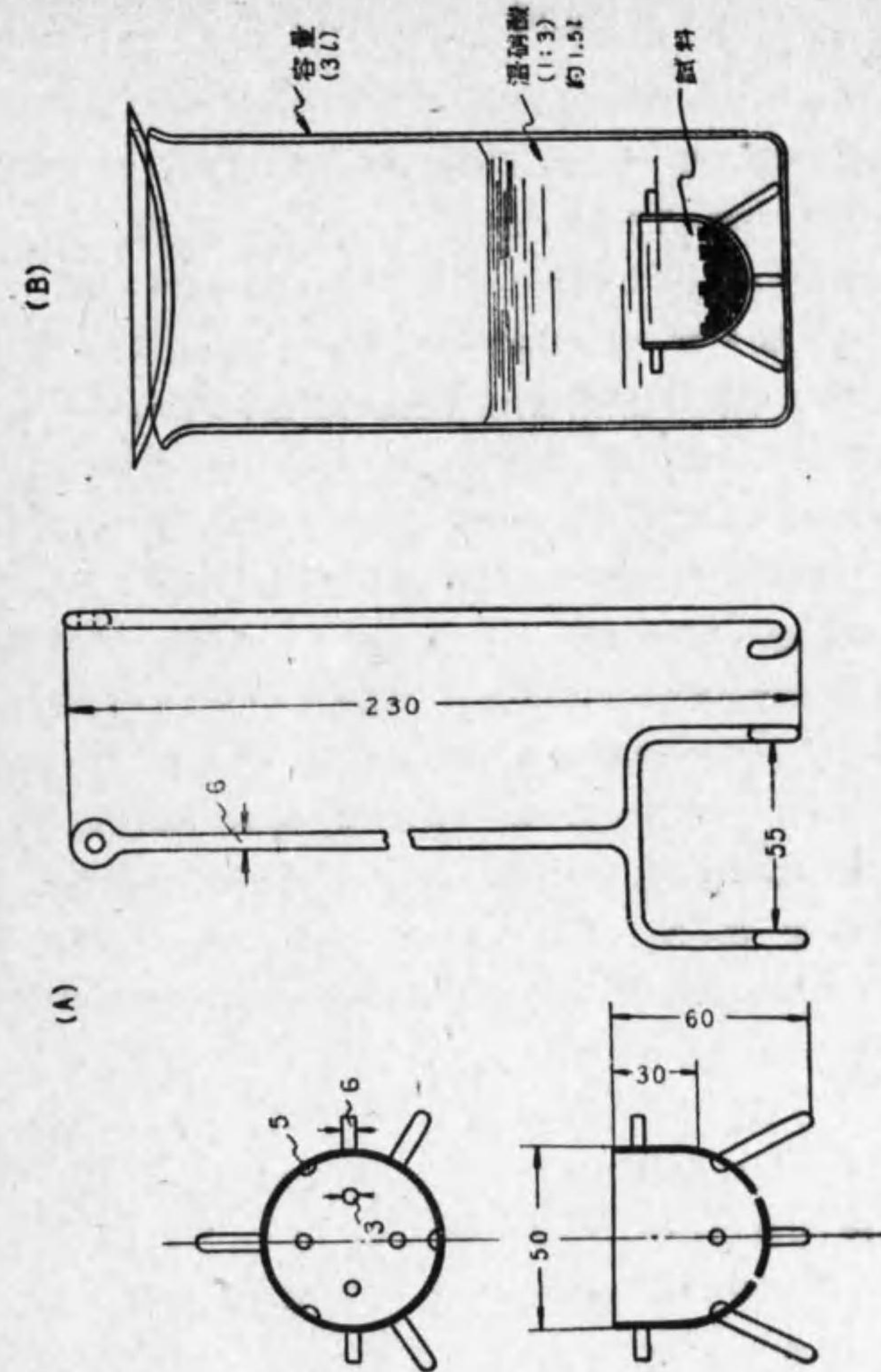
備 考

1. 試料ハナルベク70g以上ヲ溶解サセルモノトスル。測定セントスル試料ヲ細斷シテ一片ノ重量3g乃至10gトナシ全部デ約100gヲ調製スル。試片ニハスケールソノ他ノ不純物ノナイコトガ必要デアル。
2. 小片試料ヲ採取シ難キトキハ削粉試料ヲ用フルコトガ出來ルガ分時結果ニソノ旨併記スルヲ要スル。但シ削粉ノ場合ニハ硝酸ヲ特ニ加

熱スルコト無ク試料ヲ少量宛投入シテ溶解スルカ、或ハ溫硫酸ニテ溶解スルヲ可トスル。

3. 本法ハ低炭素鋼及ビ低合金鋼ノ大部分ニ適用サレルガ、硝酸ニテ溶解シ難キ試料例ヘバ高炭素鋼又ハクロム鋼ノ如キ場合ニハ溫硫酸ニテ溶解スルヲ可トスル。
4. 摘出シタル非金屬介在物ヲ檢鏡セントスルトキハ濾過ノ際適當ノ方法ヲ少量ノ平均殘渣ヲ分取スルモノトスル。
5. 非金屬介在物ノ平均組成ハ別ニ定ムル分析方法ニ依リ分析スル。
6. 迅速ニ非金屬介在物ノ含量ヲ測定セントスルトキハ炭化物處理後ノ操作ヲ次ノ如ク行フコトガ出來ル。但シコノ方法ニ依リタルトキハ分析結果ニ迅速處理ト附記スルヲ要スル。

過マンガン酸カリ處理ニ依リテ炭化物ヲ分解シ酸化マンガンヲ還元シ、冷水約 150 cc ヲ加ヘテ約 4 時間靜置シタル後上澄液ヲ傾瀉シ去リ、混在スルスケール等ヲ磁石ニテ分離シ之ニ鹽酸(比重1.18)約 15 cc 及ビ水約 80 cc ヲ加ヘテ約 80°C ニ約 15 分間加熱シテ直ニ無灰濾紙ニテ濾過シ、溫鹽酸(1:3)、溫水、溫苛性ソーダ溶液(3%)、溫水、溫鹽酸(1:3)及ビ溫水ノ順ニ能ク洗滌シテシリカゲル及ビ水酸化鐵等ヲ除去シタル後灰化灼熱シテ非金屬介在物ヲ秤量スル。



器 容 解 溶 試 附 圖

33. 鐵及ビ鋼非金屬介在物分析方法 (溫硫酸法)

(學振19小委第16號
昭和16年5月3日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鐵及ビ鋼ノ非金屬介在物ノ分析方法 (溫硫酸法) ニ之ヲ適用スル。

第2章 鐵及ビ鋼非金屬介在物分析方法

第2條 本章ノ非金屬介在物分析方法ハ次ノ通りデアル。

1. 要 旨

試料ヲ溫硫酸ニ溶解シ炭化物ヲ酸化劑ニテ處理分解シ得タル不溶性ノ酸化物ヲ濾過秤量シ非金屬介在物ヲ定量スル。

2. 装 置 (83頁附圖參照)

試料容器ハ底部ニ數個ノ小孔及ビ三脚ヲ有スル硝子又ハ磁器製ノ皿デ、之ヲ取扱フニハ釣手狀ニ作ツタ硝子棒 (A圖) ヲ用ヒル。試料ノ溶解ニハ容量 3l ビーカー (B圖) 又ハ同容積ノ廣口圓錐フラスコヲ使用スル。

3. 分 析 操 作

試料約100gヲ秤取シテ試料容器ニ入レ。豫メ硫酸(1:7)約1.5lヲ入レタル圓錐フラスコ又ハビーカーニ入レテ浸潤シ湯煎上ニテ加熱シツ、溶解ヲ行フ。溶解中液温ハ90°Cヲ超ニザル様ニ注意シ、時々容器ヲ吊リ上ゲ試料ノ70%乃至80%ヲ溶解サセル。

次ニ試料容器ヲ吊リ出シ其ノ儘ビーカーニ移シ、容器並ニ殘存試料ヲ水ニテ洗滌シ洗液及ビ殘渣ヲ元ノフラスコニ合スル。未溶解試料ヲアルコールニテ洗滌シタル後、乾燥秤量シ初メノ重量ヨリ控除シテ溶解試料量トスル。

フラスコ中ノ溶解液ヲ流水ニテ冷却シ、之ニアンモニア水(1:3)約

500ccヲ攪拌シツ、徐々ニ加ヘ過剩酸ノ大部分ヲ中和シ、更ニ水約1lヲ加ヘテ攪拌シ殘渣ヲ沈降スル迄靜置スル。

次ニ上澄液ヲサイフォンニテ注意シテ去リ、殘渣ト溶解液ノ一部ヲ容量500ccノビーカーニ洗ヒ移シ硫酸(1:1)約15ccヲ加ヘ、殘渣ヲ靜置セシメ其ノ上澄液ヲ去リ液量ヲ約150ccトスル。

之ニ硫酸(1:1)約10ccヲ加ヘ約80°Cニ加熱シ、飽和過マンガン酸カリ溶液約30ccヲ加ヘ其ノ温度ニテ15分乃至20分間保持シ、炭化物ヲ分解セシメタル後過酸化水素水ヲ滴加シテ酸化マンガンヲ分解スル。之ヲ15分乃至20分間加熱シテ液中ノ過酸化水素ヲ驅出シ水約150ccヲ加ヘ殘渣ヲ沈降スル迄靜置セシメル。若シ此ノ際炭化物ノ殘存スル時ハ過マンガン酸處理ヲ繰リ返ス。又殘渣中ニスケール等ノ混入スル時ハ磁石ヲ以テ分離スル。

次ニ上澄液ヲ注意シテ出來ルダケ除去シ、水ヲ加ヘテ約150ccトナシ、約80°Cニ加熱シテ鹽酸(比重1:18)約15ccヲ加ヘ約15分間該温度ニ保持シタル後、水約150ccヲ加ヘ殘渣ヲ沈降スル迄靜置セシメル。

再ビ上澄液ヲ去リ水ヲ加ヘテ液量ヲ約150ccトナシ、炭酸ソーダ溶液(5%)又ハ苛性ソーダ溶液(3%)約20ccヲ加ヘテアルカリ性トナシ、80°C乃至90°Cニ約10分間加熱シタル後水約150ccヲ加ヘ沈澱ヲ沈降スル迄靜置セシメル。

次ニ上澄液ヲ出來ルダケ除去シ水ヲ加ヘテ約100ccトナシ、之ニ鹽酸(比重1.18)約10ccヲ加ヘ加熱シテ水酸化物ヲ完全ニ溶解シ、水約150ccヲ加ヘテ暫時靜置セシメル。

更ニ上澄液ノ一部ヲ去リ無灰濾紙ニテ濾過シ、温水、溫鹽酸(1:9)及ビ温水ノ順ニテ能ク洗滌シタル後濾紙及ビ殘渣ヲ白金坩堝ニ入レ灼熱灰化シ冷後秤量シ次式ニ依リ非金屬介在物ノ含量ヲ求ムル。

$$\frac{\text{非金属介在物ノ重量(g)} \times 100}{\text{溶解試料(g)}} = \text{非金属介在物(\%)}$$

備考

1. 残渣量ハ一般ニ僅少ナルヲ以テ溶解量ハ成ル可ク 70g 以上トスル。試料ハ骰子狀或ハ長方形ニ細斷シ其ノ一片ノ重量ヲ 8g 乃至 15g トナシ一回ノ採取量ヲ約 100g トスル。各試片ノ表面ニスケール其ノ他ノ不純物ノ附着シタル時ハ研磨又ハ洗滌シテ清淨ニスルコトハ必要デアアル。
2. 試料ノ溶解時間ハ鋼種ニヨリテ異ナリ、2 乃至 3 時間長キハ數時間ヲ要スルモノガアル。此ノ間溶解酸ノ水分蒸發シテ酸濃度大トナリ反應緩慢トナルヲ以テ、恆ニ溶解狀況ニ留意シ適宜水ヲ補給スルコトハ必要デアアル。
3. 試料中ニクロム又ハタングステン等ノ特殊元素ヲ多量ニ含ム時ハ是等ノ酸化物ハ残渣ニ隨伴スルコトガ屢々アル。此ノ際ハ適當ノ方法ニテ是等元素ヲ分離スルコトハ必要デアアル。
4. 本法ハ主トシテ高炭素鋼、クロム鋼、ニツケル・クロム鋼、ニツケル・クロム・タングステン鋼及ビニツケル・クロム・モリブデン鋼等ニ適用サレル。
5. 非金属介在物ノ組成ハ別ニ定ムル分析方法ニ依ツテ分析スル。

鐵及ビ鋼中鋼淨分析法(迅速法) (定價金拾參圓(稅共))

昭和二十一年八月十五日印刷

昭和二十一年八月二十日發行

~~~~~  
著作権所有  
~~~~~

著者	日本學術振興會
	東京都京橋區京橋二丁目八番地 第一生命保險相互會社京橋分館内
發行者	丸善出版株式會社
	代表者 荒川 實
	東京都京橋區銀座三丁目四番地
印刷所	文祥堂印刷株式會社
印刷者	佐藤保太郎
	東京都神田區淡路町二丁目九番地
配給元	日本出版配給株式會社

發行所

東京都京橋區京橋二丁目八番地
第一生命保險相互會社京橋分館内

丸善出版株式會社

會員番號 A113002

564.2

564.2-N77ウ

77



1200500746767



終