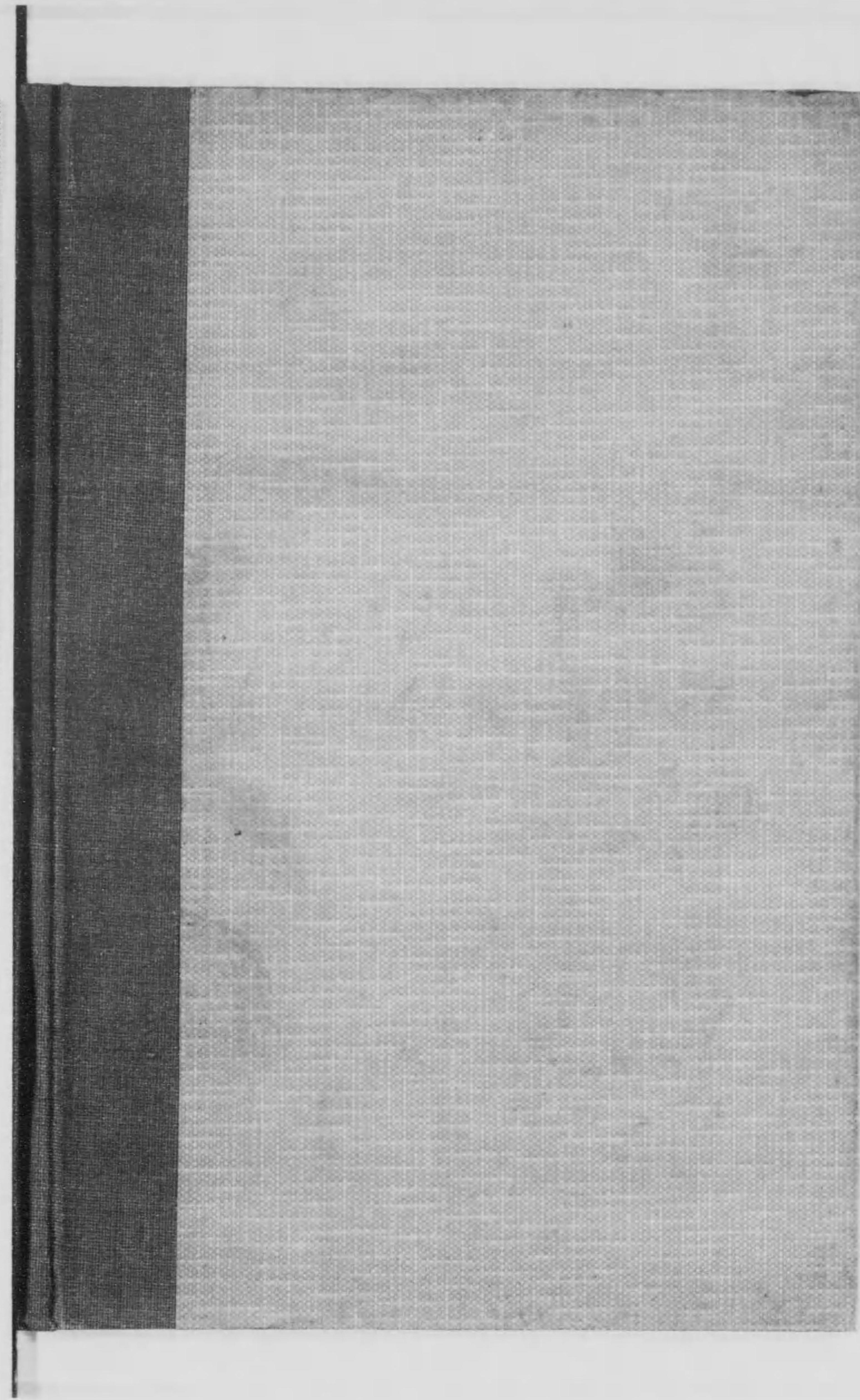


始



1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15

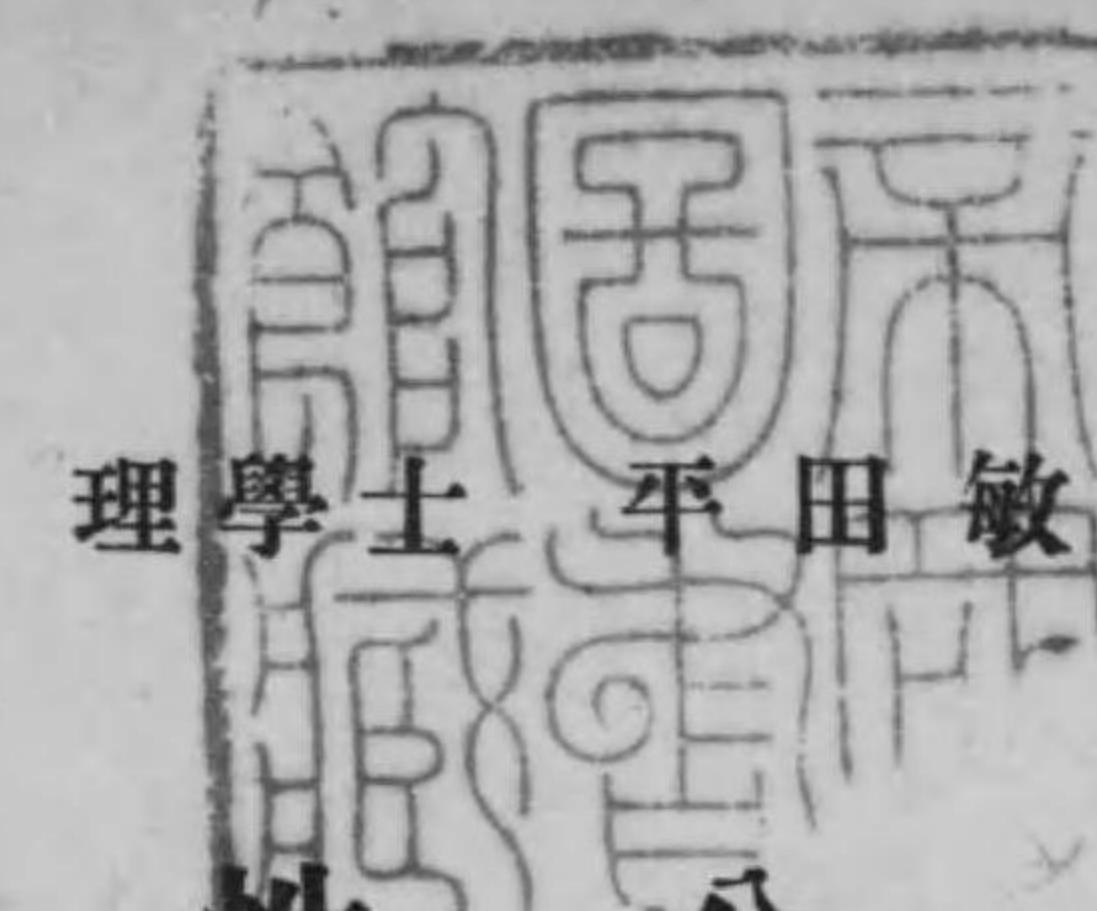


47

231

47-291

1113
1113



理學士 平田敏雄 編

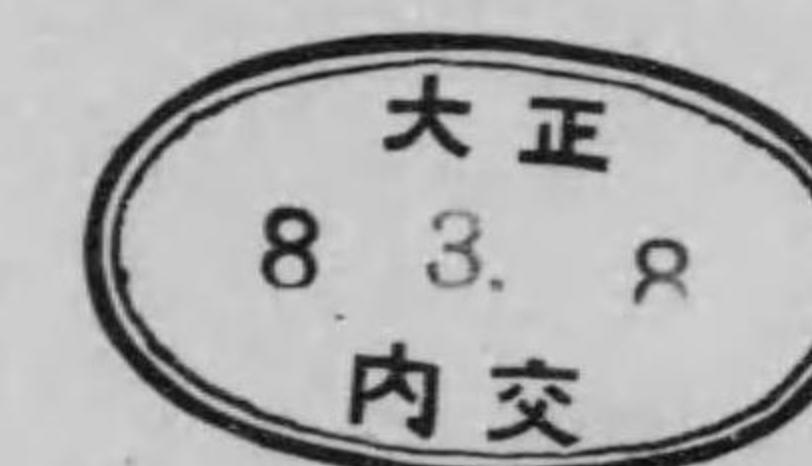
定性分析表

大正八年三月

初 版

東京

丸善株式會社



序

本書は定性分析を實行するに當り必ず參照せざる可からざるもの即ち檢體の處理法、金屬及び酸根檢出操作等を蒐集し參照に便ならしめんが爲に分類を明瞭にし出來得るだけ表として記載したるものなり。分析上の實地操作を記したる分析書中の此等の部分は實驗室に携帶するを要し實驗中絶へず參照せざる可からざるものなれば頁數多き書冊中に散在するは甚だ不便にして迅速に參照するを得ずして其搜索に多大の勞力と時間を空費せしむべし之れ本小冊子を製作したる所以なり。

本書に採錄したる分析方法は主としてフレセニウス氏定性分析書獨逸原本第十六版に據れり。

大正八年二月

編 者 識

定性分析表目次

検體處理法 第一 豊備試験

甲 固體 I 金属又は合金に非ざるもの 1頁

II 金属又は合金 5

乙 液體 6

検體處理法 第二 固體の溶解、不溶解物の處理

甲 金属又は合金に非ざるもの 7

乙 金属又は合金 10

金属分族表 11

金属検出表 13

酸根検出用溶液製法 21

溶解表 22

酸根検出操作摘要

甲 無機酸 24

乙 有機酸 27

特種分析

第一 硅酸塩の處理法 29

第二 有機物と混在せる無機物質の分析法 32

硫酸の比重表 35

塩酸の比重表 35

硝酸の比重表 36

アムモニア水の比重表 37

エチルアルコールの比重表 37

試薬調製法 38

檢體處理法 第一

豫備試験

甲 固體

I. 金屬又は合金に非ざるもの

(1) 物質を細粉状となし其少量を一端を閉むたる小硝子管に入れて徐熱せよ。

(イ) 物質は變化せず。物質は有機物、揮發物にあらず融點高きものなり。

(ロ) 物質は熔融せざるも色を變す。

| 原 色 | 熱 時 | 冷 時 | 備 考 | 推 定 物 質 |
|-----------|-------|-----|----------------|--|
| 1) 白 | 黄 | 白 | | ZnO |
| 2) 白 | 黄褐 | 灰黄 | | SnO |
| 3) 赤黄 | 褐赤 | 黄赤 | 赤熱にて融解す | PbO |
| 4) 白又は蒼黄 | 赤褐 | 蒼黄 | | Bi ₂ O ₃ |
| 5) 白又は黄白 | 暗褐 | 暗褐 | | MnO |
| 6) 褐 | 同上 | 赤褐 | | CdO |
| 7) 鮮青又は鮮綠 | 黑 | 黑 | 水蒸氣を發出す | Cu(OH) ₂ 又はCuCO ₃ Ni(OH) ₂ 又はNiCO ₃ |
| 8) 褐赤 | 黑 | 褐赤 | | Fe ₂ O ₃ |
| 9) 黄 | 暗 橙 | | 強熱にて融解す | K ₂ CrO ₄ |
| 10) 鮮赤 | 暗赤一紫黑 | 鮮 赤 | 強熱にて水銀を發出す | HgO |
| 11) 同上 | 褐 | 同 上 | 強熱にて黄色のPbOを殘留す | Pb ₃ O ₄ |

(ハ) 物質は熔融す然れども水分を發出せず強熱すれば酸素を發出す。硝酸鹽, 鹽素酸鹽。

(ニ) 物質は水分を發出す。而て多くの場合には固體は融解し水分發出後再び固化す。結晶水含有鹽, 水酸化金属, 吸着水多きもの, 分解により水を生ずるアムモニウム鹽。

注意……管壁に凝縮せる水の反應を試みよ。酸性ならば揮發性酸, 硫酸, 亞硫酸, 弗化水素, ハロゲン化水素, 酢酸等の存するなるべし。アル

カリ性ならばアムモニウム鹽なるべし。

- (木) 物質は水分を發出せず然れども熱するより爆飛す。
恐くは水分を含める鑄物なるべし。
(ヘ) 物質は氣體を發生す。其氣體の色、臭、反應、燃性の有無に注意せよ。

| 發生瓦斯 | 推定物質 | 發生瓦斯 | 推定物質 | 發生瓦斯 | 推定物質 |
|-----------------------------|--------------------------------|---|--|--------------------|---------------------------|
| 1) O ₂ | 貴金屬の酸化物 過酸化物 鹽素酸鹽 硝酸鹽 | 4) CO ₂ 5) CO (點火すれば青焰を放つ) | 炭酸鹽 亜酸鹽 蟻酸鹽 蔴酸鹽* | 9) NH ₃ | アムモニウム鹽 シヤン化物 含窒有機物 |
| 2) SO ₂ | 亞硫酸鹽 {硫化物 硫酸鹽} | 6) C ₂ N ₂ 又はHCN 7) Cl ₂ , Br ₂ , I ₂ | シヤン化金属 分解し易きハロゲン化物 水を含める硫化物 チオ硫酸鹽 | | |
| 3) NO ₂ (赤褐色) | 亞硝酸鹽 硝酸鹽 | 8) H ₂ S | | | |

* 蟻酸鹽と蔴酸鹽の別は其少量を時計皿に採り MnO₂ と混し少量の水を加へ濃硫酸を注加し CO₂ を發生すれば蔴酸鹽なり。

(ト) 昇華物を生す。

| 昇華物 | 推定物質 | 昇華物 | 推定物質 |
|--------------------|--------------|------------------|---|
| 1) 硫黃 | 單體硫黃又は化合物硫黃 | 9) 白色 | 鹽化第二水銀(熔融す) |
| 2) 沃素 | 單體沃素、沃化物、沃素酸 | 10) 白色(光輝あり) | 無水亞砒酸 |
| 3) アムモニウム鹽 | アムモニウム鹽 | 11) 白色(光輝あり針状) | アンチモンの酸化物(熔融す) |
| 4) 水銀(粒状) | 金屬水銀 | 12) 白色(揮發し難い) | 鹽化鉛(熔融して黄色液となる) |
| 5) 黒色物質(磨すれば赤色を呈す) | 硫化水銀 | 13) 白色(多は一種の臭あり) | 安息香酸、琥珀酸 |
| 6) 褐黒にして輝けるもの(砒素鏡) | 單體砒素 | 14) 白色 | サリチル酸(急に熱すればフェノールの臭を放つ) |
| 7) 熱時黄色冷時黃色又は黃赤のもの | 硫化砒素 | 15) 白色 | 蔴酸(咳を催す瓦斯を催す其少量を白金板上に取り濃硫酸數滴を加へ熱すれば多量の瓦斯を發生す) |
| 8) 熱時黄色冷時白色のもの | 鹽化第一水銀(熔融せず) | | |

(チ) 炭化す。有機物質。

注意……多くは同時に瓦斯を發生し水分を生じ其水滴は酸性又はアルカリ性なり。燒髮様の臭あれば含窒素物たるを示す。檢體は酸にて濕ほすも泡沸な起さざるも其炭化物は然らざれば之れアルカリ又はアルカリ土金属の有機酸鹽なるべし。還元し易き金属の鹽ならば往々金属粒を残すことあり。

- (2) 物質の少量を木炭窓中に入れ還元焰を以て熱せよ。物質窓中にありて泡沸し SO₂ を發生すれば硫黃又は硫化金属なるべく、砒素の臭を發すれば砒素又は砒素化合物、アムモニアを發生すればアムモニウム化合物なり。又た盛んなる燃焼を起せば硝酸鹽又は鹽素酸鹽なり。

- (イ) 物質は熔融し木炭中に吸收せらるゝか又は液滴を形成するはアルカリ金属鹽なり。

- (ロ) 物質は熔融せず白色殘渣を生ず。或は一度熔融し再び白色の固體となる。其固體は恐くは BaO, SrO, CaO, MgO, Al₂O₃, ZnO, SiO₂ なるべし。SrO, CaO, MgO, ZnO は熱時は大に輝くべし又アルカリ土金属酸化物はアルカリ性を呈すべし。此等を Co(NO₃)₂ 液を以て濕し再び熱すれば Al₂O₃, SiO₂ は美青色, ZnO は綠色, Mg₃(PO₄)₂, Mg₃(AsO₄)₂ は紫色, Ca₃(PO₄)₂, Ba₃(PO₄)₂, Sr₃(PO₄)₂ は微青色を呈すべし。

- (ハ) 着色殘留物を生じ還元金属を生じ又は覆被を生す。
尙別に物質を炭酸ソーダと混じ還元焰を以て熱せよ。

| 覆被 | 金屬粒 | 備考 | 推定物質 |
|----------------------|----------|-----------------------------------|-------|
| 1) 無 | 有 | | 金又は銅 |
| 2) 有(白色) | 有又は無 | 覆被は檢體より距りたる場所に生ず其物揮發し易く蒜臭を放つ。 | 砒素 |
| 3) 有(白色) | 有(粒は脆ろし) | 覆被は檢體に近き所に生す。 | アンチモン |
| 4) 有(熱時黃) (冷時白) | | 覆被は檢體に近き所に生じ硝酸コバルトにて濕ほし熱すれば綠色を呈す。 | 亞鉛 |
| 5) 有(熱時微黃) (冷時白色) | 有(還元十分) | 覆被は檢體に接近して生じ揮發し難し金屬粒は展性あり。 | 錫 |

| 覆被 | 金属粒 | 備考 | 推定物質 |
|---------------------|--------|---------------------------|-------|
| 6) 有(黄) | 有 | 覆被は還元焰を以て熱すれば青光を放ちて揮散す。 | 鉛 |
| 7) 有(熱時暗橙黄) 冷時黄 | 有(脆) | 覆被は還元焰を以て熱すれば青色の輝なく揮散す。 | 蒼鉛 |
| 8) 有(赤褐薄層な) らば橙黄 | | 焰に色を附せず。 | カドミウム |
| 9) 有(微量なり) 暗褐 | 有(銀白色) | 若し同時に鉛アンチモン存すれば覆被は深紅色を呈す。 | 銀 |

注意……若し金屬の還元不充分なれば検體に Na_2CO_3 を混じ少量の KCN を加へて再び熱すべし KCN の代りに H-COONa を以てするも可なり。若し金屬を生ぜしときは水にて温ほしたる後木炭窓より取り出し小乳鉢にて磨し水を加へ炭末を流し去るべし。斯くて金は黄色、銅は赤色、銀は白色、亞鉛及び鉛は灰白色の板又は片として得られ蒼鉛は灰赤、亞鉛は青白、アンチモンは灰色粉末として得らるべし。銅、錫又は銅、亞鉛共存せば黄色の合金を生す。

(二) 硫化ナトリウムを生ず。検體は硫化金屬、亞硫酸鹽、硫酸鹽。

(3) 検體の少量を探り燐鹽球又は硼砂球中にて暫時熱せよ。

(甲) 検體は容易に溶解し清澄球を生す。

(イ) 着色球を生す。

| 金屬 | Cu | Co | Mn | Ni | Cr | Fe |
|-------------|------------------|--------------|----|------|------|-----|
| 燐 鹽 球 | 酸 化 焰 熱 | 青一綠 | 青 | 紫 | 赤一赤褐 | 帶赤 |
| | 冷 | 青一綠 | 青 | 紫 | 黃一赤黃 | 綠 |
| | 還 元 焰 熱 | 暗綠 | 青 | 無 | 赤 | 帶赤 |
| | 冷 | 赤(圓) | 青 | 無 | 黃 | 紫 |
| 硼 砂 球 | 酸 化 焰 熱 | 青一綠 | 青 | 紫 | 紫 | 黃一赤 |
| | 冷 | 青一綠 | 青 | 赤紫 | 赤紫 | 綠 |
| | 還 元 焰 熱 | 無一赤 (不透明) | 青 | 無 | 無 | 綠 |
| | 冷 | 赤 (不透明) | 青 | 無一微赤 | 無一微赤 | 暗綠 |

(ロ) 無色球を生す。

1) 冷時も無色透明なり。Sb, Al, K, Na, Zn, Cd, Pb, Ca, Mg. 後の五物は多量に加わればエナメル様の不透明球を生すべし Pb 多量なれば黃味を帶ぶ。

2) 少量を加ふるも冷時エナメル様白球を生す。Ba, Sr.

(乙) 検體は溶解せざるか或は僅微に溶解す。

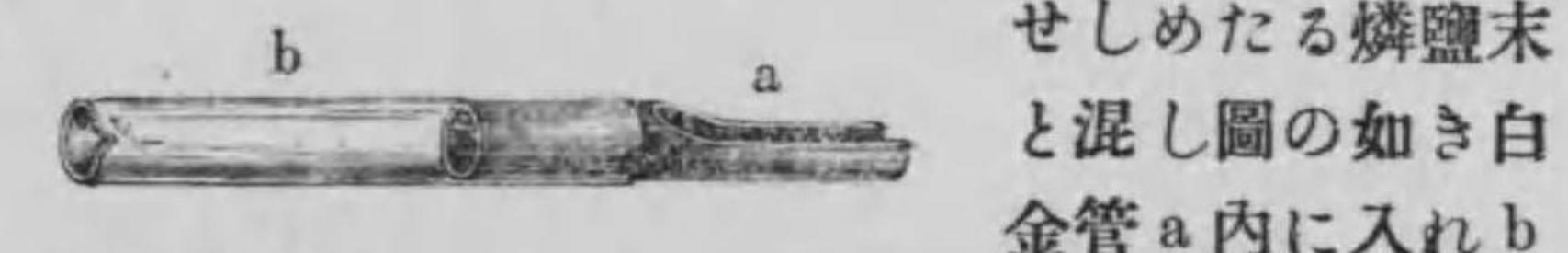
(イ) 球は冷熱共に無色なり。不溶解物は半透明にして更に酸化第二鐵を加へて熱すれば熱時は鐵真珠様を呈す。 SiO_2 .

(ロ) 球は冷熱共に無色なり酸化鐵を加へ熱するも變化なし。Sn.

(丙) 検體は全く溶解せず金屬状をなして球中に浮遊す。Au, Pt.

(丁) 検體若し礦物なれば弗素の有無を検せ。

試験法——検體を細粉とし木炭窓中にて熱し一度融解



せしめたる燐鹽末と混し圖の如き白金管 a 内に入れ b なる硝子管を挿入して吹管焰を検體に吹き付け燃燒果生物を b 管内に送れ。弗化金屬は HF を發生し刺戟臭を呈し b 管内面をつや消しとなすべし〔一度水洗して乾し見るべし〕又 b 管口より出づる氣體に濕れる蘇枋汁紙を當つれば紙は黃色を呈す。弗化金屬含有珪酸鹽は珪弗化水素酸 H_2SiF_6 を發散し蘇枋汁紙を黃變し管内に珪酸を生す。

II. 金屬又は合金

(1) 少しく醋酸を加へたる水を注加せよ。若し水素を發出すれば輕金屬の存するなり。

(2) 検體の少量を木炭窓中に入れ還元焰を以て熱せよ。As は蒜臭あり, Hg は揮發性あり; Sb, Zn, Pb, Bi, Cd, Sn, Ag

は容易に熔融して覆被を生ず; Cu は外焰を緑色となす;
Au は容易に熔融されど, Pt, Fe, Mn, Ni, Co は熔融せず。

(3) 検體を一端の閉ちたる硝子管中に入れ強熱せよ。

- (イ) 管の冷部に昇華物を生せず。Hg 存在せず。
(ロ) 昇華物を生す。Hg, Cd, As 存すべし。Hg は滴状をなし容易に Cd, As と區別せらる昇華物を生せざるも Cd, As 無しと云ふべからず。

乙 液 體

- (1) 其少量を白金皿又は磁製皿に入れ蒸發し殘渣の有無を檢せよ残渣あらば甲 I により検査せよ。
(2) リトマス紙を以て反應を檢せよ。(イ)赤變すれば遊離酸, 酸性鹽又は或正式鹽なり。其液の少量を時計皿中に取り稀炭酸ソーダ液を以て尖端を濕ほしたる硝子棒を浸せ, 若し液が清澄に止まるか若し一時濁るも攪拌により再び清澄となれば之れ酸性鹽なり若し濁か消へざれば正式鹽なり。
(ロ)リトマス青變すれば遊離アルカリ, 炭酸アルカリ, 遊離アルカリ土金属, 硫化アルカリ, 硫化アルカリ土金属, アルカリ又はアルカリ土金属の弱酸鹽。
(3) 臭を嗅きて其溶媒の水, アルコール, エーテル等なるや否を檢すべし臭氣にて不充分ならば蒸溜を施すべし若し水ならざるときは之を蒸發乾固し殘渣は甲 I により檢せ。
(4) 水溶液にして酸性なるときは其一部分を取り多量の水にて稀釋せよ白濁を生すれば Bi, Sb (時としては Sn, Pb) 存するなり。

注意……豫備試験を終へたる後は液體は直ちに別表により金属及び酸根の檢出法を行ひ固體は更に檢體の處理法第二により溶液となし然る後液體と同様に取扱ふべし。

檢體處理法 第二

固體の溶解, 不溶解物の處理。

甲 金属又は合金に非るもの

| | | | |
|----------------------------|------------------------|--|--|
| | | | (1) 1—3 瓦の粉狀物質を採り 10—30cc の水を注加し煮沸し濾別せよ。 |
| 濾液 | | | 残 渣 |
| (2) | 直ちに別表により金属の検出に従へ。 | | (3) 更に水を加へ煮沸し溶解分を除去せよ。其一小部を取りて 稀HCl を注加し清澄に溶解せば煮沸し濾過せよ。 |
| 濾液 | | | 残 �渣 |
| (4) | | | (5) 稀 HCl と煮沸せよ, 濾別せよ。 |
| 別表に従ひ(4)の作用より各金属根の検出を試むべし。 | | | 濾液 残 �渣 |
| (6) | 蒸發により同様に處理せよ。 | | (7) 水にて洗ひたる後稀 HNO ₃ を注加し熱し後水を加へ濾別せよ。 |
| 蒸發に依り王水を加へ(4)と同様に處理せよ。 | | | 濾液 残 �渣 |
| (8) | | | (9) 王水を注加し煮沸せよ。水を加へて濾別せよ。 |
| (2) | | | 濾液 残 �渣 |
| (10) | 蒸發に依り王水を加へ(4)と同様に處理せよ。 | | BaSO ₄ , SrSO ₄ , AgCl, SiO ₂ , 硅酸鹽, Al ₂ O ₃ (自然の或は灼熱を受けし) Cr ₂ O ₃ (灼熱せられたる), FeCr ₂ O ₄ , SnO ₂ (自然の或は灼熱せられたる) 或るメタ磷酸及硫酸鹽, CaF ₂ , 數種の弗素化合物, S, C. 上掲の酸の作用不充分なれば更に CaSO ₄ , PbSO ₄ , PbCl ₂ , AgBr, AgI. |
| (11) | | | (11) 煮沸水にて洗滌後次表諸酸及王水に不溶解物の處理法に従へ。 |

注意……酸根検出に就ては第二頁を見よ。

諸酸類及び王水に不溶解物處理法

| (12) 前 試 験 | | | | |
|---|---|--|--|--|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 残渣に就て均質なるか砂の如きか細粉状なるか一様に着色せるか等を観察すべし必要ならば顯微鏡を用ふよ。 | 残渣の少量を一端閉ぢたる硝子管中に熱し褐色の蒸氣を発生し黄色の昇華物を生すればSなり。 | 残渣黒色ならば多分炭素(木炭、石炭、獸炭、煤、石墨等)なるべし其少量を白金板上にて吹管を以て熱せよ燃焼すれば炭なり。石墨(其紙面に黒痕を印するにより容易に知らる)は酸素瓦斯中にあるれば燃焼し難し。 | 残渣の少量をKCNの少量と水を加へて熱し濾過し其一半にHNO ₃ を加へ酸性となし一半に(NH ₄) ₂ Sを加へよ。前者に於て白色後者に於て褐黒の沈澱を生すればAgの存在を示す。 | 4に於てKCNに不溶解の物あらば之を水にて洗滌し白色ならば(NH ₄) ₂ Sを滴下せよ之が爲残渣黒變すればPbの存在を示す。不溶解物黒色ならば醋酸を加へたる醋酸アンモニウムの濃溶液と熱し濾液にH ₂ Sを通し黒變すればPb存在す。 |

| (13) 後 試 験 | | | | |
|---|--|--|---|---|
| 鉛鹽存す | 鉛鹽無し | | | |
| (1) 物質を醋酸を加へたる醋酸アムモニウムの濃溶液と熱し鉛鹽を全部抽出し濾過せよ。 | 銀鹽存す | 銀鹽無し | | |
| (4) KCNの溶液と温め銀鹽を全部抽出し濾別せよ。 | (8) 2量のK ₂ CO ₃ 2量のNa ₂ CO ₃ 1量のKNO ₃ と混じ白金坩埚中に於て内容の確かに熔融するまで熱し厚き鐵板上に置きて放冷せよ内容物急速に冷却する爲磁製し坩埚と自然に分離す若し然らざれば坩埚中に内容物を蓋ふに至るまで水を加へ熱せよ。斯くして得たる固塊をピーケルに移し多量の水を加へ煮沸し濾過せよ。 | | | |
| 濾液 残渣 | (9) 次の試験を行へ。1) HClにて酸性としBaCl ₂ を加へよ白濁すればH ₂ SO ₄ | 溶 液 | 残 渣 | |
| (2) 1) BaCl ₂ を以てH ₂ SO ₄ を検せよ。 | (3) 水にて洗滌後銀鹽なき場合(8)に従へ。 | (5) 硝酸を生ず。溶液はBaCl ₂ を以てH ₂ SO ₄ を検せよ。 | (10) 更に煮沸水を注加して善く洗滌し洗液BaCl ₂ により白濁せざるに至るべし然る後HClを注加し濾別せよ(此際CO ₂ を發生すればアルカリ土金属存すべし)。 | 溶液 残 �渣 |
| 2) H ₂ S又はH ₂ SO ₄ によりPbを検せよ。 | (6) 磁製坩埚中にて熱しSを驅除せよ。 | (7) 銀鹽なき場合(8)に従へ。 | (11) 第二族及び其れ以下の金屬根検出を行へ。 | (12) SiO ₂ BaSO ₄ SnO ₂ 蘭備試験甲 I(2)(ハ)5により容易に検知し得らる。CaF ₂ H ₂ SO ₄ (濃)により容易に分解せられHFを發出す。 |
| 3) 20ccの水にて稀釋AgNO ₃ を以てHClを検せよ。 | | | FeCr ₂ O ₇ (黒色)粉末をNa ₂ O ₂ の等量と混じ[或は1量のKClO ₃ に3量の曹達石灰を混じたるもの8量と混じ]白金坩埚中にて約一時半熱すればCrはK ₂ CrO ₄ となり水に溶解すべし若しSnO ₂ 共存すればSnは一部錫酸カリとなり水中に溶出し來り一部は不溶解残渣中に存す後者はHClによりSnCl ₄ となる。注意一若し検體珪酸鹽なるときはアルカリ金属を有し得るが故に(8)の方法によりたるものに就てアルカリ金属を検出し難し此の場合には別表珪酸鹽の處理法に従へ。 | |
| 4) 溶液黄色を呈せばH ₂ CrO ₄ 存在すべしを確定せよ。 | | | | |
| 5) HClにて酸性とし蒸發乾固し再びHClにとかせ。残渣あらばSiO ₂ なり。尙ほ濾液に就てAl及びSnを検せ。 | | | | |

乙 金属又は合金

| | | | |
|--|--|--|--|
| (1) 硝酸(比重1.2)と共に熱し同容の水を加へ濾別せよ。 注意……餘り多量の水を加ふれば Bi の沈澱を來すべし。 | | | |
| 溶液 残 渣 | | | |
| (2) | (3) 溫水にてよく洗滌せよ。 | | |
| 直ちに別表により金属の検出に従へ(燃酸の有無に注意すべし) | (イ) 金属状 (ロ) 白色粉状 $\text{SnO}_2, \text{SbO}_2$ | (ハ) 白色輕粉 SiO_2 | (ニ) 黒色非金属状 C. |
| (4) 王水に溶解し Au 及び Pt の検出をなせ。(金属検出第二表(14)参照) | (5) 一種のみ存するときは木炭窯中にて Na_2CO_3 と KCN を混じ熱して檢すべし。 (6) 硝酸着鉛は硝酸に溶解し難く且つ Pb Cu 等も $\text{SnO}_2, \text{SbO}_2$ の中に含まれることあり然る場合には此沈澱を約四量の $(\text{Na}_2\text{CO}_3$ 1量と S 1量の混合物)と混じ磁製坩堝中に入れ蓋をなし灼熱し冷却後水にて煮沸し濾過せよ。 | (11) 此際(ロ)に掲げある金属を混入するか故に洗滌後其一部に就き(ロ)(5)の如く取扱ひ金属を檢すべし。 (13) 若し金属の存するを知れば(ロ)(6)の方法を施し SiO_2 を溶液とし(10)に就て SiO_2 の存否を知れ。 | (13) 純Cならば白金板上にて熱すれば全く燃へ去るべし (14) 若し殘灰を生ずれば其状態に従ひ(イ)(ロ)(ハ)により檢せよ。 |
| 残渣 溶液 | | | |
| (7) 洗滌後 HNO_3 に溶解し(2)の如く處理せよ。 | (8) 黄色のアルカリ性溶液を HCl にて酸性とせよ。 | | |
| 不溶解物 | 溶液 | | |
| (9) As Sn Sb の検出を行へ。 | (10) 蒸發乾固し SiO_2 の検出をなせ。 | | |

金属分族表

次の分析表を適用せんには其溶液は中性又は弱酸性たるべし若しアルカリ性ならば稀硝酸を以て酸性とせよ。アルカリ性液を中和するに當り沈澱を生じ更に稀硝酸を加ふるも沈澱之に溶解せざれば之を濾別し濾液に就て次表を適用せよ。沈澱は固體の溶解法に従ひ處理せよ。

| HCl の數滴を加へ若し沈澱を生ずれば過剰に加へよ。 | | |
|---|---|--|
| 沈澱 | 濾 | 液 |
| AgCl, HgCl, PbCl_2 , 之を二回冷水にて洗滌し洗水は濾液に加へ沈澱は第一表に従ひ分析すべし。注意…洗液を濾液に加ふるに當り白濁を生すれば Sb, Bi, Pb 又はメタ錫酸存在す。 | 濾液の一小部を取りて之に H_2S を充分に通じ而して少しく温めよ。若し沈澱を生ずれば濾液を同様に處理せよ。濾過後濾液を水を以て稀釋し更に H_2S を通じ温めよ。 注意……沈澱(甲)は強酸性溶液より完全に沈澱せず。 As_2S_3 は熱せらるゝにより H_3AsO_4 よりも沈澱す。 | |
| 沈澱 | 濾 | 液 |
| (甲) $\text{CuS}, \text{PbS}, \text{HgS}, \text{Bi}_2\text{S}_3, \text{CdS}.$ (乙) $\text{As}_2\text{S}_3, \text{Sb}_2\text{S}_3, \text{SnS}, \text{AuS}, \text{PtS}_2.$ | 濾液を煮沸して H_2S を驅除したる後次法により不揮発性有機物、蔥酸、珪酸、磷酸の存否を檢し前三物質の存在を知るときは溶液に稀硝酸を加へて蒸發乾固し更に熱灼して有機物、蔥酸を分解せしめたる後稀鹽酸にて數回抽出せよ。此際不溶解の殘渣らば SiO_2 なり。抽出液は其一部分を探りて赤血鹽を以て Fe^{++} の存否を檢し若し存すれば硝酸を加へて煮沸し總て Fe^{+++} に變すべし。 | |
| 有機物、蔥酸、珪酸、磷酸の檢出。溶液の一小部を探り二分せよ。 | | |
| 第一液 第二液 | | |
| 溶液を白金板上にて灼熱す之により炭化すれば不揮発性有機物の存する證なり。 | 溶液を磁製坩堝蓋中に入れ蒸發乾固し尙少しく熱し強鹽酸を滴下して温ほし次で水を加へ煮沸して濾過せよ。 | |
| 残渣 | 濾液(二分せよ) | |
| SiO_2 なり | 第一液 硝酸を加へて蒸發乾固し水に溶解しモリブデン酸アムモニウムを以て磷酸を檢せよ。 | 溶液を蒸發乾固し炭酸ソーダの濃溶液と煮沸し濾過し醋酸を以て酸性とし鹽化カルシウム溶液を加へよ白色沈澱を生ずれば蔥酸の存在を證す。 |

| | | |
|--|---|--|
| 酸、クロム 酸、硫酸、 遊離鹽素の 存在せる爲 なり。尙温 液にて析出 するときは フェリシヤ ン化水素な り。クロム 酸の存する ときは溶液 色は赤黄よ り綠にフェ リシヤン化 水素の存す るときは青 色に變す故 に硫黃の色 も白色に見 へざるべし。 | 次に多量の NH_4Cl と NH_4OH を加へて $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ を加へ煮沸し濾別せよ。 | |
| | 沈 濁 | 濾 液 |
| 甲 燒酸な きとき。 $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, CoS , NiS , FeS , MnS , ZnS . $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 含有 の水にて洗滌 後第三表甲に 従ひ分析せよ。 | [若し濾液褐色を呈すれば NiS が $(\text{NH}_4)_2\text{S} + \text{NH}_4\text{OH}$ に少しく溶解する 性あるが爲なり斯る場合には稀鹽酸を 注加して酸性となし之を濾別し濾液を NH_4OH にてアルカリ性とせよ。又濾 液中に多量のアムモニウム鹽を含める ときは $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ による沈澱を防止す るにより斯る疑あるときは一度液を蒸 發乾固し灼熱してアムモニウム鹽を驅除 し残物を稀鹽酸に溶解し更にアムモニ ア水を加へてアルカリ性とせよ。] 濾液に $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ を加へ温めよ。 注意..... Ca , Sr , Ba の量微なるときは $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ は沈澱を生すること困難な り。故に微量を検せんと欲せば $(\text{NH}_4)_2$ CO_3 を用ひず溶液の一部に $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ の少量を加へよ潤滑を生せば微量のBa 存するなり。 | 溶 液 |
| 第三族 | 乙 燒酸存 するとき。 $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, CoS , NiS , FeS , MnS , ZnS , $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$, $\text{Sr}_3(\text{PO}_4)_2$, $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 含有 の水にて洗滌 後第三表乙に 従ひ分析せよ。 | 溶 液 |
| 沈 濁 | 濾 液 | 溶 液 |
| 第四族 | CaCO_3 , SrCO_3 , BaCO_3 . 温水にて洗滌後第 四表に従ひ分析せ よ。 | K , Na , NH_4 , Mg の化合物。 第五表に従ひ分析せ よ。 |
| 第五族 | | |

金屬検出 第一表

第一族金屬の分離

 PbCl_2 (白色), AgCl (白色), HgCl (白色).

(1) 沈澱を二回冷水にて洗滌せる後煮沸水を注加して溶解分を抽出せよ。

| 濾 液 | 沈 濁 |
|--|---|
| PbCl_2 . | AgCl , HgCl . |
| (2) 液を三分して 次の確定試験を行へ | (3) 稀アムモニア水を注加せよ。 |
| 1) 稀硫酸を注加 すれば白色沈澱 を生す。 | $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}$. |
| 2) クロム酸カリ を加ふれば黄色 沈澱を生す。 | (4) (5) (3)に於て沈澱黒變するによ り水銀の存在せるを知る。 確定さんと欲せば之を王水に溶 解し蒸發して過剰の酸を去り水 にて稀釋後二分し次の試験を施 こせ。 |
| 3) 硫化水素を通 すれば黒褐色の 沈澱を生す。 | 1) 稀硝酸を加へ て酸性となせば 白色凝乳様の沈 澱を生す。 |
| 4) 沈澱を木炭窩 中に於て融薬と 共に還元焰にて 熱すれば軟き金 屬粒を生す。 | 2) 溶液を蒸發乾 固し木炭窩中に 於て融薬と共に還 元焰にて熱すれば 輝ける金属粒を生す。 |
| | 1) 鹽化第一錫の溶解を加ふれば 白色一黑色沈澱を生す。 2) 磨ける銅板を浸せば水銀は之 に附着し指頭を以て磨すれば銀 白色の鏡を生す。 |

金屬検出 第二表

第二族金屬の分離

甲. CuS (黒色), PbS (黒), HgS (黒), Bi_2S_3 (黒), CdS (黄)。乙. As_2S_3 (黄), Sb_2S_3 (赤黄), SnS (黒褐), SnS_2 (黄), AuS (褐黑),
 PtS_2 (褐一黒)。

(1) 温水にて洗滌せよ。沈澱の一小部を取り試験管内にて黄色硫化アムモニウムを加へ振盪後暫時加温せよ。沈澱之が爲に全く溶解し去れば甲部の金属存在せず故に全沈澱は直ちに(10)に従ひ分析せよ。若し残物存するあらば全沈澱を黄色硫化アムモニウムを以て上掲の如く取扱ひたる後濾別せよ。

殘 留 物

 CuS , PbS , HgS , Bi_2S_3 , CdS .

(2) 温水にて洗滌し稀硝酸を加へ共に煮沸し濾別せよ。

| 残渣 | 濾液 |
|--|--|
| HgS. | Cu(NO ₃) ₂ , Pb(NO ₃) ₂ , Bi(NO ₃) ₃ , Cd(NO ₃) ₂ . |
| (3) 稀鹽酸に少量の鹽酸カリを加へたるものと共に熱し其溶液を蒸発して過剰の酸及び鹽素を除去したる後鹽化第一錫溶液等を以て水銀の存否を検せよ。第一表(5)参照。 | (4) 濃硫酸の少量を加へ蒸發し冷却後水にて稀釋せよ。 |
| 沈澱 | 濾液 |
| PbSO ₄ | CuSO ₄ , Bi ₂ (SO ₄) ₃ , CdSO ₄ . |
| (5) | (6) アムモニア水を過剰に加へよ。 |
| 醋酸アムモニウムに溶解しクロム酸カリを加ふれば黃粒なり。純なれば磁製皿上にて熱すれば何等の殘物を止めず。 | 沈澱 濾液 |
| 第一表(2)参考。 | Bi(OH) ₃ Cu(NH ₃) ₄ SO ₄ |
| (6) | (7) Cd(NH ₃) ₄ SO ₄ |
| 1) 白色沈澱を洗滌したる後濾紙と共に吸墨紙の上に暫時置きて水分を去りし後時計皿上に採り出來得るたゞ少量の鹽酸に溶解したる後水を以て稀釋せよ着鉛存すれば白濁を起すべし。 2) アムモニア水の存在に於て少量の過酸化水素水を加へ温むれば沈澱は黃變すべし。 | (8) 濾液青色を呈すれば銅の存する證なり。 1) 溶液の一部にシャン化カリを加へて青色を消し然ち後硫化水素を通すれば黃色沈澱を生すれば更にカドミウムの存するを證す。 2) 溶液の殘部に醋酸を加へて酸性となし黃血鹽を加へよ錫の存するときは赤色沈澱を生じカドミウムの存するときは白色沈澱を生す。 3) 銅の存せざるときは鹽酸にて酸性となしたる後硫化水素を通すればカドミウム存すれば黃色沈澱 CdS を生す。 4) 鹽酸にて酸性とせる液に硫化水素を通じて得たる沈澱を洗滌後シャン化カリウムの溶液中に投すれば CuS は溶解しそれ CdS は殘存すべし。 |
| (7) | |
| (8) | |
| (9) | |
| 沈澱 | 濾液 |
| (NH ₄) ₃ AsS ₄ , (NH ₄) ₃ SbS ₄ , (NH ₄) ₂ SnS ₃ . | |
| (10) 溶液に稀鹽酸を加へ酸性となせ。濾液は必要なし。 | |
| 沈澱 | 濾液 |
| As ₂ S ₅ , Sb ₂ S ₅ , SnS ₂ , AuS, PtS ₂ . | |
| (10) | 温水にて洗滌後炭酸アムモニウムの冷液を以て抽出せよ。 |

| 溶 液 | 残 渎 | 溶 液 | 残 渎 |
|--|---|--|-------------------------|
| (NH ₄) ₃ AsS ₄ , (NH ₄) ₃ AsO ₄ . | Sb ₂ S ₅ , SnS ₂ , AuS, PtS ₂ . | (12) 強沸鹽酸に溶解せよ。 | |
| (11) 稀鹽酸を加ふれば再び As ₂ S ₅ の黄色沈澱を生す。之を少量の鹽酸カリを加へたる鹽酸と熱し溶解せしめ蒸發により過剰の酸と鹽素を去りし後マグネシヤ合劑を加ふれば白色の沈澱を生すべし。 | SbCl ₃ , SnCl ₂ . | (13) 蒸發皿中に移して蒸發し少 量となし水にて稀釋し白金片と 亞鉛片とを上端にて連結せしめ 他端を此液中に下すべし。 アンチモンは黒粉となりて主 に白金板面に附着し錫は海綿状 となりて主に亞鉛片に附着す。 析出せる金屬アンチモン及び 錫は次に強鹽酸と煮沸すれば錫 は溶解しアンチモンは殘存すべ し故に溶液は蒸發して過剰の酸 を去りたる後鹽化第二水銀を加 ふれば白色一黒色の沈澱を生すべ し。 | AuS, PtS ₂ . |
| | K ₂ PtCl ₆ | (14) 王水に溶解し鹽化 カリを加へて蒸發乾固せ る後酒精を加へて抽出せよ。 | AuCl ₃ |
| | (15) 黄色の晶質な り少量の 温水に溶 解し鹽酸 及び鹽化 第一錫を 加ふれば 赤色を呈 す。 | (16) 溶液 黄色を呈 す酒精を 蒸發によ り驅除し 水を加へ 次に硫酸 第一鐵を 加へて温 むれば青 色を呈し 漸次赤褐色の金粉を沈澱す。 | |
| | | | |

金屬檢出 第三表 甲

第三族金属の分離 (磷酸の無き場合)

$\text{Al}(\text{OH})_3$ (白色), $\text{Cr}(\text{OH})_3$ (灰綠), CoS (黒),
 NiS (黒), FeS (黒), MnS (肉色), ZnS (白).

(1) 沈澱を $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 含有の水にて洗滌せる後冷稀鹽酸を加へ溶解分と不溶
解分とに分かつべし。

| 不溶 解 分 |
|--|
| CoS , NiS . (FeS 微量) |

(2) 王水に溶解し蒸發により過剰の酸及び鹽素を驅除せる後アムモニア水
を加へアルカリ性となし煮沸せよ。

| 沈 漬 | 濾 液 | | |
|--|---|---|---|
| Fe(OH) ₃ | | Co(NH ₃) ₆ Cl ₂ , Ni(NH ₃) ₆ Cl ₂ . | |
| (3) 鹽酸に溶解し黃血鹽を以て検せよ。 | (4) 溶液を蒸発乾固し尙灼熱してアンモニウム鹽を驅除せる後水に溶解し亞硝酸カリと醋酸を加へ暫時放置せよ。 | | |
| 沈 漬 | 濾 液 | | |
| K ₃ Co(NO ₂) ₆ (黄色) | NiCl ₂ | (6) (イ) 荷性ソーダを加ふれば綠色沈殿を生ず。 (ロ) 硼砂球中にて熱すれば青色を呈す。 | (6) (イ) 荷性ソーダを加ふれば綠色沈殿を生ず。 (ロ) 硼砂球中にて熱すれば酸化焰にて堇色(熱時)又は褐色(冷時)を呈す。 |
| 別 法 | | | |
| | | (4') (4)に於て亞硝酸カリと醋酸を加ふる代りにシヤン化カリを加へて生ぜる沈殿の再溶解するに至らしめ荷性カリを加へ次で臭素を漸次滴下すれば | |
| 沈 漬 | 濾 液 | | |
| NiO ₂ (黒) | (6') 蒸発乾固し硼砂球にてコバルトの存否を檢せよ。 | (5') 洗滌後硼砂球の反応を見よ。 | |
| 溶 解 分 | | | |
| | | AlCl ₃ , CrCl ₃ , FeCl ₂ , MnCl ₂ , ZnCl ₂ . | |
| | | (7) 硝酸を加へて煮沸し第一鐵鹽を第二鐵鹽となし蒸發又は荷性ソーダを加へて過剰の酸を去りたる後粉状炭酸バリウムを加へて熟混し炭酸瓦斯の發出無きに至るべし。 | |
| 沈 漬 | 濾 液 | | |
| Fe(OH) ₃ , Cr(OH) ₃ , Al(OH) ₃ , BaCO ₃ (過剰の)。 | MnCl ₂ , ZnCl ₂ , BaCl ₂ . | (13) 硫酸を加へてバリウムを硫酸バリウムに變じ之を濾別し濾液に過剰の荷性ソーダを加へ温めよ | |
| 濾 液 | 残 渣 | | |
| NaAlO ₂ | Fe(OH) ₃ , Cr(OH) ₃ , BaCO ₃ . | (10) 乾燥後固體炭酸ソーダに少量の硝石を加へたるものと共に白金板上に熔融し水にて抽出せよ。(クロム多) | |
| (9) 鹽酸を加へて酸性となしアムモニア水を加へてアル | | (14) 白色のものなれど | (15) 硫化水素を通 |

| カリ性とせば白色沈殿を生すればAl(OH) ₃ なり。 | ければ融塊黄色なり。 | も直ちに酸化し褐變す。 |
|---|---|---|
| K ₂ CrO ₄ | Fe(OH) ₃ , BaCO ₃ . | 確定試験 イ) 此沈殿を乾燥後固體炭酸ソーダと共に白金板上に熱すればZnOに變するを以て熱時は黄色に冷時は白色の物質となる。 |
| (11) クロム存すればクロム酸カリとして存するが故に黄色なるべし溶液を硝酸にて酸性となし醋酸鉛を加ふればクロム酸鉛の黄色沈殿を生す。 | (12) 鹽酸に溶解し黃血鹽を以て第二鐵鹽の存否を檢せ。 〔BaCO ₃ は考ふる必要なし。〕 | 確定試験 ロ) 乾燥せる沈殿を硼砂球中にて酸化焰を以て熱すれば紫色を呈し還元焰を以て熱すれば無色となる。 |
| | | |

金属検出 第三表乙

| 第三族金属の分離 (磷酸の存する場合) | | |
|---|--|--|
| Al(OH) ₃ , Cr(OH) ₃ , CoS, NiS, FeS, MnS, ZnS (第三族金属) Ba ₃ (PO ₄) ₂ , Sr ₃ (PO ₄) ₂ , Ca ₆ (PO ₄) ₂ , Mg ₃ (PO ₄) ₂ (第四族第五族金属) | | |
| (1) 沈殿を(NH ₄) ₂ S含有の水にて洗滌し冷稀塩酸を加へ溶解分と不溶解分とに分つべし。 | | |
| 残 渣 | 溶 液 | |
| CoS, NiS, FeS(微) | AlCl ₃ , CrCl ₃ , MnCl ₃ , FeCl ₂ , ZnCl ₂ , BaCl ₂ , SrCl ₂ , CaCl ₂ , MgCl ₂ , H ₃ PO ₄ . | (3) 溶液を煮沸し硫化水素を驅除し必要あらば濾過し濾液を二分し次の検査を行へ。 |
| (2) 第三表甲(2)の如く處理せよ。 | 1 | 2 |
| | (4) 稀硫酸を加へ温めよ。 | (7) 稀硝酸を加へ煮沸し冷却後其一部分を探り黄血鹽又は硫青酸カリを加へて第二鐵の存否を檢せよ。 |
| | 沈 漬 濾 液 | 残液は漸次鹽化第二鐵を加へ〔其程度は其溶液の一部を時計皿上に採りアムモニア水を加ふれば褐色沈殿を生じ始むるまで〕炭酸ソーダを加へて過剰の酸を中和し終りに約十倍容の水を加 |
| | SrSO ₄ , BaSO ₄ , CaSO ₄ , | (6) 等容又は二倍 |

| | | |
|--|---|--|
| (5) 溫水にて洗滌後固體炭酸カリと混じ熔融し炭酸鹽に變じ第四表に從ひ分析せよ。 | 容の酒精を加へよ。之によりて白色沈澱が生ずれば CaSO_4 なり(5) | 沈澱 へ清澄なる液に粉状炭酸バリウムを少し過剰に加へて磨し炭酸瓦斯の發生なきに至らしめ静置し上澄液無色とならしめ濾過せよ。 |
| | | 沈澱 溶液 Fe(OH)_3 , Al(OH)_3 , Cr(OH)_3 , FePO_4 , BaCO_3 . |
| | | (9) 稀鹽酸を加へて沸煮し炭酸瓦斯を驅逐したる後アムモニア水及び硫化アムモニウムを加へよ。 |
| | (8) 第三表甲(8)の如くに處理せよ。但し鐵及びバリウムは考ふる必要なし。 | 沈澱 濾液 MnS , ZnS . (10) 洗滌後稀鹽酸に溶解し〔若し少量の不溶解物あらば CoS , NiS なり第三表甲(2)の如く處理せよ〕苛性ソーダを加へ温めよ。 |
| | | 沈澱 濾液 Mn(OH)_2 , Na_2ZnO_2 (11) 第三表甲(14)に従ひ分析せよ。 |
| | | (12) 第三表甲(15)に従ひ分析せよ。 |

金属検出 第四表

| 第四族金屬の分離 CaCO_3 , SrCO_3 , BaCO_3 . | | |
|--|--|---|
| (1) 沈澱を少しくアムモニアを加へたる水にて洗滌し出來得るだけ少量の稀硝酸に溶解し蒸發乾固して硝酸及び水分を驅除し速かに栓付瓶に入れ無水エーテルと無水アルコールの等容積混合物(容積にて5—10倍)を注加し時々振盪して1—2時間の後濾別せよ。 | | |
| 溶液 | 沈澱 | 渣 |
| $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$. | $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$. | |
| (2) 稀硫酸を加へよ白色沈澱を生ずれば CaSO_4 なり。 注意……(1)に於て其處置宜敷を得ざれば(2)に於てストロンチウムの混入を來し SrSO_4 の沈澱を生じ CaSO_4 と誤認することあり。アルコール及びエーテル混合液に硫酸を注入したる際多量の沈澱を生すれば CaSO_4 なり其量微なるときは SrSO_4 の疑あり若し斯る疑あらばアルコール及エーテル混合液に適量の水を加へ蒸發しエーテル及びアルコールを除き數滴のアムモニア水及び一瓦の固體硫酸ナトリウムを加へ熱し沸騰せしめ濾過し濾液に數滴の醋酸を注加し酸性を呈せしめ然る後硫酸アムモニウムの數滴を加へよカルシウム存すれば(微量なれば暫時の後)沈澱を生ず。 | (3) 残留物は70—100倍の水と共に熱し溶解せしめ必要あらば濾過し溶液に數滴の醋酸を加へて酸性たらしめ煮沸しクロム酸カリを加へ液色黃變するに至らしめ更に煮沸せよ。之により尚醋酸の臭あらば尚ほクロム酸カリを加へよ。 | |
| 沈澱 | 濾液 | |
| BaCrO_4 . (無色) | $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$. | |
| 確定試験 沈澱をよく洗滌したる後濃鹽酸に浸せる白金線頭に附着し無色焰中に置けば綠焰を生す。 | (4) 溶液にアムモニア及び炭酸アムモニウムを加へよ白色沈澱は SrCO_3 なり。 注意……エーテルとアルコールの混液にての抽出不充分ならば $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ は殘留物中に存し(4)に於て白色沈澱となり SrCO_3 と誤認されることあり。故に之を區別するには最初 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ による沈澱を(1)の如く稀硝酸に溶解する代りに稀鹽酸に溶解し蒸發乾固し水三容アルコール一容の混合物の1—2cc中に溶解し數滴のクロム酸カリを注加し沸騰せよ。ストロンチウム存すれば暫時にして粉状黃色沈澱を生すべし。 確定試験、沈澱をよく洗滌したる後バリウムの場合と同様に無色焰中に置けば輝ける紅色を呈す。 | |

金属検出 第五表

第五族金属の分離
Mg, Na, K, NH₄.

Mg の検出 (1) 炭酸アムモニウム、硫酸アムモニウム及磷酸アムモニウムを以てアルカリ土金属の痕跡を除去せる溶液の一部に就て塗化アムモニウムを加へ次でアムモニア及び磷酸ナトリウムアムモニウムを加へ若し直に沈澱を見ざれば硝子棒を以て試験管壁を擦り暫時放置すべし。品質沈澱を生ずればマグネシウム存す。

注意……沈澱は $Mg(NH_4)_2PO_4 \cdot 6H_2O$ にして常に品質なり故に此際の沈澱少量にして綿の如き状を呈すればマグネシウムによる沈澱にあらずして $Al(PO_4)$ なり。之れアルミニウムの存せるとき第三族及び第四族金属分離の際餘り多くアムモニアを加へたるが爲なり蓋磷酸アルミニウムは水酸化アルミニウムよりアムモニアに難溶なるが爲なり。磷酸アルミニウムは磷酸マグネシウムと異なり醋酸に不溶なり故に綿状沈澱は濾別し醋酸を注加し其濾液に〔其濾液は硫酸アムモニウム又は磷酸アムモニウムにより潤滑を生すべからず〕アムモニア及び數滴の磷酸ナトリウムアムモニウムを加へよ若しマグネシウム存すれば品質沈澱を生べし。

NH₄ の検出 (2) 原試料若し固體ならは其少量を若し液體と共に存すれば更に其液の一部を加へ生石灰と混じて磨し其發生する氣體の臭が NH_3 にして温れる赤色リトマス紙を青變し又は鹽酸に浸したる硝子棒を其氣體に觸れしむれば白煙を生ずれば NH_3 の存するなり。小ビーカー中に磨りたる後時計皿の凸面に温ひたる姜黃紙又は赤色リトマス紙を附着したるものにて蓋ひ置けば極めて微量の NH_3 も検出し得べし。

K 及び Na の検出 (3) (1)に保留しある液を蒸發乾固し灼熱し〔白金坩堝蓋、白金板上にて〕アムモニウム鹽を驅除せる後残渣を二分して次法を試みよ。

(イ) 鹽酸にて温せる白金線上に附して焰色反応を檢し黄色焰を生ぜばナトリウムの存する證なり。
(ロ) 少量の水に溶解しクロル白金酸 H_2PtCl_6 を加へよ黄色沈澱 K_2PtCl_6 を生ずればカリウム存す。又た(イ)と同様に直に残渣に就て試み Soluble Blue X の溶液を通じナトリウムの黄色を吸收せしめて見に赤紫色の焰を生ずればカリウム存すべし。

(ハ) 醋酸を以て酸性にしたる溶液に次記の試薬を加ふれば〔黄色を呈するまで〕黄色品質の沈澱を生ずればカリウム存す。試薬一亞硫酸ソーダの 10% 液 2cc に 10% の硝酸コバルト液 5—6 滴を加へ更に稀醋酸 1cc. を加へて得たる橙黄色液。

別法 次法を施さんと欲せば(1)に保留しある液より NH_4 と Mg を除去したるものたるべし即ち(1)液を蒸發乾固灼熱してアムモニウム鹽を驅除し残物を水に溶解しバリタ水又は石灰水を加へて強アルカリ性たらしめ煮沸し濾過して $Mg(OH)_2$ を去り濾液に硫酸アムモニウム又は磷酸アムモニウムを加へて Ba 又は Ca を沈澱し去り濾液を再び蒸發乾固灼熱しアムモニウム鹽を驅除し残渣〔此際残渣なければ K 及び Na 化合物無し〕を水に溶解し溶液を二分せよ。

(イ) 溶液の一半に酸性酒石酸ナトリウムを加へよ若しカリウム存すれば酒石 $KHC_4H_4O_6$ の白色沈澱を生す。
(ロ) 溶液の他半は酸性なるかアルカリ性なるかを確かめ酸性ならば炭酸カリを以て中和せる後酸性ヒロアンチモン酸カリウム $K_2H_2Sb_2O_7 \cdot 6H_2O$ 溶液を加ふればナトリウム存れば直ちに或は少時の後白色品質の沈澱を生す。硝子棒を以て容器壁を摩すれば沈澱の生成を促進す。

酸根検出用溶液製法

酸根検出法は金属根検出後に行ふものなれば既發見の金属根と其検體の溶解の有様により「溶解表」(第二二頁)より豫め如何なる酸根の存すべきかを考ふべし。

甲. 検體既にアルカリ金属鹽にして水に可溶なるとき。

(1) 直ちに酸根検出表(第二四頁)に従ひ進むべし。

乙. 検體は水に可溶なるもアルカリ金属以外の金属を含めるもの。(2)炭酸ソーダ液を充分に加へ煮沸し金属を沈澱し其濾液を用ひよ。然れども検液酸性にして炭酸ソーダの爲に中和さる迄に沈澱を生せば溶液には酸に可溶なるも水に不溶なる化合物の存在を示し求むる酸根も共に沈澱し去らるゝの恐あり斯る場合には其金属の本性により酸液に H_2S を通し金属を硫化物として除去するか或は炭酸ソーダにて中和し溶液と沈澱とに分かち其沈澱を再び濃厚なる炭酸ソーダと煮沸し濾過し濾液は前の液と合し酸根の検出に用ゆべし。

丙. 検體水に不溶解なるも酸又は王水に溶解するとき。

(3) 検體を細粉とし 3—4 倍量の融薬と混じ白金皿中にて灼熱し水にて抽出し其溶液を用ゆべし。(4) 検體細末を強炭酸ソーダ溶液と熱し〔減水を補ひつゝ暫く熱す〕其濾液を用ひても可なり。(5) 硫化水素により沈澱する金属鹽ならば検體細末を水中に懸在せしめ之に H_2S を通じ濾別後煮沸し H_2S を驅除して用ひよ。

丁. 検體は水は勿論諸酸及び王水にも不溶のとき。(6) 不溶物處理法(第九頁)によるべし。

注意……1) H_2S は還元剤なるが故に之を使用するときは酸根の或種は變性するを免れず。例へば $KClO_3$ は H_2S により KCl と H_2SO_4 を生ずる如し。2) 或酸根は(3)の如く強熱さるときは或は酸化を受け或は分解するものあり故に斯る恐れあるときは(4)又は(5)によるを可とす。3) アルカリ土金属及びアルミニウムの磷酸鹽は(3)及び(4)により分解不充分なるが故に此等金属の存するときは検體を HNO_3 に溶解して特に磷酸の検出を行ふを可とす。若し珪酸鹽及び砒酸鹽存すはれ鹽酸を用ゆべし。

溶 解

| | Ag ⁺ | Hg ⁺ | Pb ⁺⁺ | Hg ⁺⁺ | Bi ⁺⁺⁺ | Cu ⁺⁺ | Cd ⁺⁺ | As ⁺⁺⁺ | Sb ⁺⁺⁺ | Sn ⁺⁺ | Al ⁺⁺⁺ |
|---|-----------------|-----------------|------------------|------------------|-------------------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|------------------|-------------------|
| AsO ₄ ^{'''} | 2 | 2 | 2 | 2 | .. | 2 | .. | .. | 2 | .. | .. |
| AsO ₃ ^{'''} | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | .. | .. | 2 | .. | 2 |
| BO ₃ ^{'''} | 2 | .. | 2 | .. | 2 | 2 | 2 | .. | .. | 2 | 2 |
| Br' | 3 | 6 | 5 | 1 | 4 | 1 | 1 | 1 | 4 | .. | 1 |
| Cl' | 3 | 6 | 5 | 1 | 4 | 1 | 1 | 1 | 4 | 4 | 1 |
| CN' | 6 | .. | 2 | 1 | .. | 2 | 2 | .. | .. | .. | .. |
| CO ₃ ^{''''} | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | .. | .. | .. | .. |
| CrO ₄ ^{''} | 2 | 2 | 6 | 4 | 2 | 1 | 2 | .. | 2 | 2 | .. |
| F' | 1 | .. | 2 | 1 | .. | .. | .. | .. | .. | .. | .. |
| Fe(CN) ₆ ^{'''} | 3 | 2' | 4 | .. | 2' | 3 | 2 | .. | .. | 2 | .. |
| Fe(CN) ₆ ^{''''} | 3 | 2' | 2 | .. | 2' | 6 | 2 | .. | .. | 3 | .. |
| O''; OH' | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 5 | 2 | 2 | 2,3 |
| I' | 3 | 2 | 4 | 2 | 2 | .. | 1 | 1 | 4 | 1 | 1 |
| NO ₃ ' | 1 | 4 | 1 | 4 | 4 | 1 | 1 | 1 | .. | 1 | 1 |
| PO ₄ ^{'''} | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 4 | 2 | 2 |
| SiO ₄ ^{''} | 2 | 2 | 2 | 2 | .. | 2 | 2 | .. | .. | .. | 2 |
| SO ₄ ^{''} | 4 | 4 | 6 | 1 | 4 | 1 | 1 | .. | 2 | 4 | 1 |
| SO ₃ ^{''} | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 1 | 1 | .. | 2 | 4 | 2 |
| S'' | 2 | 2' | 2 | 2' | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | .. |
| SCN' | 3 | 2 | 2 | 4 | .. | 4 | 4 | .. | .. | .. | .. |
| C ₂ O ₄ ^{''} | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | .. | 2 | 2 | 2 |

注意……上掲酸根の K⁺, Na⁺, NH₄⁺ の鹽は總て水に可溶性なるが故に

表 (無機鹽)

| Cr ⁺⁺⁺ | Fe ⁺⁺⁺ | Fe ⁺⁺ | Co ⁺⁺ | Ni ⁺⁺ | Mn ⁺⁺ | Zn ⁺⁺ | Ba ⁺⁺ | Sr ⁺⁺ | Ca ⁺⁺ | Mg ⁺⁺ |
|-------------------|-------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| .. | 2 | 2 | 2 | 2 | .. | .. | 2 | 2 | 2 | 2 |
| 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 4 |
| 1,5 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 1,5 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| .. | .. | 6 | 6 | 6 | 2 | 2 | 4 | 1 | 1 | 1 |
| .. | .. | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| 2 | 1 | .. | 2 | 2 | 4 | 1 | 2 | 4 | 4 | 1 |
| .. | .. | .. | .. | .. | .. | .. | 6 | 6 | 6 | 2 |
| .. | 1 | 3 | 3 | 3 | 3 | 2 | 4 | .. | 1 | 2 |
| .. | 6 | 3 | 3 | 3 | 2 | 6 | 4 | 1 | 1 | 1 |
| 2,3 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 1 | 1 | 4 | 2 |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 3 | 3 | 5 | 1 |
| 1 | 1 | 2 | 2 | 2 | 2 | 1 | 2 | 2 | 1 | 1 |
| .. | .. | 2 | 2' | 2' | 2 | 2 | 2 | 1 | 1 | 5 |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 4 | 4 | 2 | 2 | 2 | 4 | 2 | 2 | 2 | 2 | 4 |

之を省けり。

- 1 水に容易に溶解す
- 2 王水に溶解す
- 3 酸及び王水に不溶解
- 4 水及び酸の何れにも希溶解す
- 5 水に希溶解し酸に容易く溶解す
- 6 酸に溶解し離し

酸根検出操作摘要

甲. 無機酸

[アルカリ金属鹽となり水に可溶のものとす]

(1) 溶液を多數の部分に分かち次法を試みよ。

甲部(2) (1)液若し Na_2CO_3 の多量を含みアルカリ性ならば稀硝酸を加へて略ば中和し之に反し酸性ならば石灰水又は苛性ソーダにて中和し $\text{BaCl}_2 + \text{CaCl}_2$ を加へて濾別せよ。

沈澱(白色)..... BaSO_4 , BaCrO_4 , BaSiO_3 , CaF_2 , $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$, $\text{Ba}_3(\text{AsO}_3)_2$, $\text{Ba}_3(\text{AsO}_4)_2$, $\text{Ba}(\text{BO}_2)_2$, $\text{Ca}(\text{COO})_2$, BaS_2O_3 , BaCO_3 , BaSO_3 .

但し B(OH)_3 , HF は稍多量に存するときのみ沈澱す。

(3) 沈澱を稍多量の鹽酸と振盪せよ。不溶解分は BaSO_4 , CaF_2 なり。

各別試験

H_2SO_4 (4) (3)の不溶解分の一部を採り純炭酸ソーダ(固體)と混じ木炭窓中に於て還元焰(酒精燈を用ひるを可とす)を以て熱し硫化物となし磨ける銀板上に置き之を温ほし其黒變するを見よ。

注意.....炭酸ソーダ中には往々硫酸鹽を含むものあり。

HF (5) (イ)白金皿中に入れ濃硫酸と混じ温め硝子腐蝕の實驗を行へ。 (ロ)白金皿中にて SiO_2 と混じ濃硫酸と共に熱すれば空氣中にて強く發煙する珪化水素 H_2SiF_6 を發出す。

H_2CrO_4 (6) (イ)(1)液を醋酸にて酸性となし醋酸鉛を加ふれば黄色沈澱を生す。 (ロ)(1)を鹽酸にて酸性となしアルコールと亞硫酸ソーダを加へ H_2CrO_4 をクロム化合物とし金屬検出法を行へ。

H_2SiO_3 (7) (1)液を鹽酸にて酸性となし蒸發乾固し一時間以上 125°許りに熱し強鹽酸を以て温ほし加温後水と共に煮沸せよ。白色殘渣を止むれば珪酸なり。弗化水素水に溶解又は燐鹽球中珪酸核の生ずるを見よ。

H_3PO_4 (8) (1)液を硝酸にて酸性となし其少量をモリブデン酸アムモニウムの溶液に加へよ。磷酸あらば冷液にて黄色沈澱を生す。

H_3AsO_4 (9) (イ)(8)に於て熱すれば黄色沈澱を生す。 (ロ)鹽酸にて(1)液を酸性となし 70° 許に温め硫化水素を通すれば黄色沈澱を生す。 [(ロ)は H_3AsO_3 との區別とならず]

H_3AsO_3 (10) (1)液を鹽酸にて酸性となし磨ける銀板を投じ熱すれば鐵黑色の被覆物を銅片上に生す。 H_2SO_3 の存するときは同様の

現象を生ずるにより然るときはマーシュ氏法を試みよ。 H_3AsO_4 無ければ(9)(ロ)を試みよ。

B(OH)_3 (11) (イ)(1)を鹽酸にて酸性とし姜黃紙を浸し 100° にて乾燥すれば葡萄酒赤色を呈す。

注意..... HClO_3 , H_2CrO_4 , HI , HNO_2 , HBr の存在は本反應を妨止す此等を除去するには HClO_3 は Na_2CO_3 を加へて熱灼するにより, H_2CrO_4 は SO_2 により還元するにより, HI 及び HBr は Ag_2SO_4 により, HNO_2 は H_2SO_4 を加へ熱するにより除去せらる。

(ロ) 酸性液にアルコールを加へ點火すれば綠焰を生す。

$(\text{COOH})_2$ (12) (2)の沈澱に H_2SO_4 と MnO_2 を加へ熱すれば CO_2 を發生す。

$\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (13) (イ)(1)液に H_2SO_4 を加へ熱すれば SO_2 を發生し硫黃乳を生す。 (ロ) H_2SO_4 と同時に亞鉛片を加ふれば H_2S を發生す。

H_2SO_3 (15) (イ)(1)の沈澱に鹽酸を注加せば SO_2 を發生す之を時計皿中の石灰水中に導けば白濁を生す。(2)の沈澱を過酸化水素水を以て振盪したる後此試験を施せば石灰水を白濁することなし(CO_2 との別)。 (ロ) H_2SO_4 と Zn を(1)液に作用せしむれば H_2S を發出す。

H_2CO_3 (16) (2)の沈澱に鹽酸を注加せば CO_2 瓦斯を發生す。 SO_2 と區別せよ(15)参照。(1)液製造に Na_2CO_3 を用ひしことは原試料を用ゐよ。

乙部(17) (1)溶液を硝酸にて酸性とし煮沸し瓦斯を驅除し後 AgNO_3 を加へて濾別せよ。

注意.....(1)液若しアムモニウム鹽の多量を含有すれば苛性ソーダを充分に加へて熱し NH_3 を驅出すべし。

沈澱..... AgCl (白色), AgBr (淡黃), AgI (黃), AgCN (白), AgCNS (白), $\text{Ag}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ (橙黃), $\text{Ag}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ (白), $\text{Ag}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (暗赤)。

各別試験

HCl (18) (17)の沈澱を乾かし濃 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ と共に蒸溜し其發生瓦斯をアムモニア水中に導けば黃色を呈す。

HI (19) (1)液に CS_2 と少量の鹽素水を加へよ CS_2 液は紫色となる。

注意.....本反應は HCN の存在により妨害せらる故に HCN の存するときは(17)の沈澱を灼熱し AgCN を分解し更に Na_2CO_3 と

混して灼熱し其浸出液をとり HNO_3 にて酸性とし (19) を試むべし。

HBr (20) (16) に於て鹽素水を多量に加へ沃素による色を消失せしむるも尙ほ黃褐色を呈すれば HBr 存するなり。

注意 (19) の注意と同様の注意を要す。又た H_2SO_3 と $CuSO_4$ を加へて HI を CuI とし除去し置き然る後 (20) を試みよ。

$H_3Fe(CN)_6$ (21) (1) 液を鹽酸にて酸性となし $FeSO_4$ を加ふれば青色沈澱を生ず。

$H_4Fe(CN)_6$ (22) (1) 液を鹽酸にて酸性となし $FeCl_3$ を加ふれば青色沈澱を生ず。

$HCNS$ (23) (22) に於て沈澱を生ぜず血赤色を呈す。

注意 若し $H_4Fe(CN)_6$ と共存し赤色の認め難きときは (1) 液を鹽酸にて酸性となしエーテルを加へて振盪し其エーテル層に就て $FeCl_3$ を以て試みよ。

HCN (24) (1) 液を $NaOH$ にてアルカリ性となし $FeCl_3$, $FeCl_2$ を加へ暫時煮沸し鹽酸にて酸性となせば青色沈澱を生ず。

注意 若し $H_3Fe(CN)_6$, $H_4Fe(CN)_6$ と共存するときは (1) を鹽酸にて酸性とし充分に $FeCl_2$, $FeCl_3$ を加へ最早沈澱の生ぜざるに至り暫時放置し上澄液に就て前記の操作を施こせ。或は (1) 液に H_2SO_4 と $CaCO_3$ を加へて熱し發出瓦斯 $HCN + CO_2$ を黄色硫化アモニウム溶液中に導き $(NH_4)CNS$ となし (23) を試みよ。

丙部 (25) (1) 液を硫酸にて酸性となし三分して次法を試みよ。

$HClO_3$ (26) 濃硫酸數滴を時計皿中に入れ (1) 液を蒸發して得たる少量の固體試料を加へよ鮮黄色を呈すれば $HClO_3$ 存在す。

注意 本反応は爆発する恐あれば固體試料は極めて少量を加へよ。

HNO_3 (27) (イ) 等容の濃硫酸を加へ冷却後試験管壁に添ひて静かに $FeSO_4$ の濃液を注加せよ、二液の接面に褐黑色の層を生すれば HNO_3 存在す。

注意 $HClO_3$, H_2CrO_4 , HI , HBr , HNO_2 の存在は本反応を妨害す、甲部 (11) の [注意] により此等を除去すべし。

(ロ) 中性溶液に $FeSO_4$ を加ふれば弱褐黃色を呈せず醋酸にて酸性とするも黒褐色を呈せず。 (HNO_2) との別。

HNO_2 (28) (27) (イ) に於て赤褐色の瓦斯を發出して其反応を呈し (ロ) に於て積極的結果を示すべし。

酸根検出操作摘要

乙. 有機酸 (無機酸の存在に於て)

[酸は總てアルカリ金属鹽なりとす]

(1) 溶液を三分し次の試験を行へ

甲部 (2) 溶液をアムモニア水にて弱アルカリ性となし NH_4Cl 及び $CaCl_2$ を加へ硝子棒を以て試験管壁を磨し或は強く振盪し二時間許り放置せよ。

| 沈澱 | 濾液 | |
|---|--|---|
| 酒石酸カルシウム, 燐酸カルシウム, 蔗酸カルシウム等。 | (4) 更に少量の $CaCl_2$ を加へたる後三倍容の酒精を加へ密栓し數時間なるべく冷所に放置せよ。 | |
| 沈澱 | 濾液 | |
| (5) 沈澱を酒精を以て洗滌したる後水に浮べ鹽酸を少しく注加し必要あらば濾過しアムモニアを加へてアルカリ性たらしめ煮沸せよ溶液は専アルカリ性たるべし。 | (11) 煮沸して酒精を去り HCl にて中和し $FeCl_3$ を加へて濾過せよ。 | |
| 沈澱 | 濾液 | |
| 枸橼酸カルシウム。 | (7) 更に酒精を加へ數時間冷所に放置し濾過せよ。 | (甲) 紫色を呈す。サリチル酸鐵 |
| (6) 確定試験。 | (8) 酒精を以て洗滌し乾燥し濾紙より別から強 HNO_3 2cc に溶解し水浴上にて乾燥し更に強 HNO_3 2cc を加へ蒸發すること三回に及ぶべし之により琥珀酸は變化せざるも林檎酸は酸化せられて修酸に變す。殘物を Na_2CO_3 溶液と煮沸し濾過し濾液を二分せよ。 | (乙) 少量の赤味を呈す |
| HCl に溶解し熱しアムモニア水を注加し $AgNO_3$ の少粒を加へ徐熱すれば銀鏡を生ず若し急熱すれば黒色の銀粉を分離す | 琥珀酸カルシウム, 林檎酸カルシウム 暫時熱し後冷せば鐵は鹽化鐵となり溶解し安息香酸は白色結晶粉となり析出せらるべし。 | (13) 之れ多量に存する蟻酸又は醋酸の爲めなり之を煮沸し生する沈澱は HCl を滴下し溶解せしめ數倍容の水を加へよ。紫色彩を呈す |
| (ロ) 其沈澱 | 1 2 (9) 醋酸 (10) 鹽酸に | 確定試驗 微量の鹽酸と處理せよ。 |

| | | | | |
|---|--|--|-----------------|--------------------|
| に濃硫酸 に少量 (1:100)の レゾルチ ンを加へ たるもの を注加し 熱すれば 葡萄赤 色を呈す。 | 酸にて 酸性と なし CaCl_2 を加へ熱し 液滴を 加へて 沈澱を 生ずれば 赤色を 呈す。 確定試験 沈澱を酒精 にて洗滌し 水に浮べ稀 硫酸を加へ エーテルを 加へ振盪し 其エーテル 層を蒸發せ しむれば殘 渣は琥珀酸 なり。 注意……若 し林檎酸よ り生ずる藤 酸の存せざ るとときはア ルカリ性溶 液を精密に HClにて中 和し FeCl_3 (FeCl_3 は稀 アムモニア 水を加へ赤 褐色の清澄 液として用 ひよ)な加 ふれば赤褐 色の沈澱を 生す。 | て殆んど中 和し其弱ア ルカリ性液 に CaCl_2 を 過し濾液に 酒精を加へ よ白色沈澱 を生ずれば 琥珀酸カル シウム。 確定試験 沈澱を酒精 にて洗滌し 水に浮べ稀 硫酸を加へ エーテルを 加へ振盪し 其エーテル 層を蒸發せ しむれば殘 渣は琥珀酸 なり。 注意……若 し林檎酸よ り生ずる藤 酸の存せざ るとときはア ルカリ性溶 液を精密に HClにて中 和し FeCl_3 (FeCl_3 は稀 アムモニア 水を加へ赤 褐色の清澄 液として用 ひよ)な加 ふれば赤褐 色の沈澱を 生す。 | れば煤を發 して燃焼す。 | すれば サリチル 酸鐵。 |
| 乙部(14) 溶液若し酸性ならば NaOH にて中和し蒸發乾固し其殘渣を試験管に採り酒精を加へ同容の濃 H_2SO_4 を加へ煮沸せよ之により醋酸エチルの臭を放てば醋酸なり。 | | | | |
| 丙部(15) 溶液を HCl を加へて弱酸性となし HgCl_2 を加へて熱せよ白色の HgCl の沈澱を生ずれば蟻酸なり。 確定試験 (15)の液に HgNO_3 を加ふれば白色沈澱 HgCHO_2 を生じ暫にして水銀の析出により灰色となる熱すれば其還元完全なり。 | | | | |

特種分析第一

珪酸鹽の處理法

注意……検體の珪酸鹽なるや否は豫備試験 甲 I(3)(乙)によろべし。珪酸鹽は其甲種なると乙種なるとにより處理法を異にする。検體の何づれに屬するかは次法によりて知らる。検體を出來得る丈け細末となし HCl を注加し煮沸せよ。若し検體之が爲に分解せられすれば更に別試料を採り水 1 濃 H_2SO_4 の混合物と永く熱せよ。検體尙未だ分解せられずば乙種なり分解せらるれば甲種なり。分解せられたるや否は概ね其外觀等により知らる即ち着色液を生すること、ガラス棒にて攪拌すれば重くして軋る粉末及び膠狀綿状又は細粉狀の珪酸の析出により知らる。分解の完全なるや否は殘留物全部を水洗後 Na_2CO_3 溶液と煮沸して析出したる珪酸を溶解し去りて其殘渣を檢すべし。

甲 種 (酸により分解せらるるもの)

(イ) HCl 又は HNO_3 にて分解せらるゝもの。
(1) 細粉狀とする検體を少量の水を以て泥狀となし稍濃厚なる HCl (又は HNO_3) を注加して沸點近くまで熱して全部分解すべし。次に溶液の少量を分取し置きたる後【純素検出の爲】殘部は全部蒸發乾固し尙ほ 100° 少し以上に熱して冷後 HCl (又は HNO_3) にて温ほし水を加へ暫時温めよ。次に濾別せよ。

| 濾液 | 殘渣 | |
|--------------------------|---|--|
| | 濾液 | 殘渣 |
| (2) 一般分析法に従ひ金屬の検出を行へ。 | SiO_2 (不純) 時としては TiO_2 , BaSO_4 , SrSO_4 , Al_2O_3 を含めり。此等は次法により檢すべし。 | |
| | (3) 残渣を白金皿中に採り HF と H_2SO_4 を注加し熱し SiO_2 を SiF_4 とし揮散し去るべし。次に残渣を灼熱し KHSO_4 を加へ熔融し冷後水にて抽出せよ。 | |
| | 濾液 | 殘渣 |
| | Al_2O_3 , TiO_2 . | BaSO_4 , SrSO_4 . |
| | (4) 溶液を更に水を以て稀釋し長く煮沸すれば TiO_2 は析出す。濾別せよ。 | |
| | 濾液 | 殘渣 |
| | (5) アムモニア水を以て Al の検出を行へ。 | TiO_2 |
| | | (6) H_2SO_4 に溶解し H_2O_2 を加ふれば橙黄色を呈す。 |

(ロ) HCl により分解せられざるも濃 H_2SO_4 により分解するもの。

(7) 細粉検體を濃 H_2SO_4 3 水 1 の混合物と混じ蒸發し H_2SO_4 の大部分を驅出し去り殘物を HCl と熱し水を加へて稀釋し濾別せよ。

| 濾液 | 残渣 |
|------------------------------|-------------------------|
| (8) 一般分析法に従ひ第二族以下の金屬検出を行ふべし。 | (イ)(1)の残渣と同様(3)の操作を施こせ。 |

(9) 酸根検出は乙種の如くすべし。

(10) 此種の珪酸鹽は他の酸根及び非金屬を含有することあり次記の試験必要なり。

- 1) 炭酸鹽及び硫化金屬の有無。
- 2) C 又は有機物の有無。
- 3) H_2SO_4 , H_3PO_4 , H_3AsO_3 , H_3AsO_4 の有無。此等は(イ)(1)に保存しある液に就て H_2SO_4 は $BaCl_2$ を以て H_3AsO_3 , H_3AsO_4 は冷及温(70°)液に H_2S を通じ, H_3PO_4 は HNO_3 を加へて蒸發乾固し HNO_3 を加へ $(NH_4)_2MoO_4$ を以て検すれば可なり。
- 4) $B(OH)_3$ 。白金フオイル中にて検體を融薬と共に融解し水にて抽出し濾液を HCl にて弱酸性とし姜黃紙を以て検すべし。
- 5) Cl^- 。検體を硝酸に溶解し $AgNO_3$ を加へよ。
- 6) F^- 。豫備試験甲 I (3)丁又は一般酸根検出法によるべし。

乙種 (酸により分解せられざるもの)

| (イ) | (ロ) | (ハ) |
|---|--|---|
| <p>アルカリ金属以外の金屬及び珪酸の検出法。</p> <p>(1) 細粉状検體を四倍量の融薬と共に白金坩堝中にて熔融し泡沸の止まる迄熱し一部は酸根検出の爲に保存し残部は水を加へ煮沸し更に過剰の HCl を加へ蒸發し乾固し甲種(イ)(1)の如く處理すべし。</p> <p>(2) 第一法……細粉状検體を五倍量の BaF_2 又は CaF_2 或は三倍量の NH_4F と混じ濃 H_2SO_4 を加へて白金皿中にて攪拌し長時間徐熱し終りに強く熱して H_2SO_4 の大部分を驅除し殘物を水を加へて煮沸し $BaCl_2$ を加へ沈澱の最早生ぜざるに至らしめ次に石灰乳を加へ其後は第一法の如くすべし。</p> <p>(3) 第二法……細粉状検體を3—4倍量の $BaCO_3$ 2倍量の $BaCl_2$ と混じ半時間白金坩堝中にて灼熱すべし。次に水を加へて温め更に少量の石灰乳を加へ煮沸し濾過し濾液に $(NH_4)_2CO_3$ とアムモニアを加へ第一法の如く處理すべし。</p> <p>(4) 第三法……細粉状検體を3—4倍量の $BaCO_3$ 2倍量の $BaCl_2$ と混じ半時間白金坩堝中にて灼熱すべし。次に水を加へて温め更に少量の石灰乳を加へ煮沸し濾過し濾液に $(NH_4)_2CO_3$ とアムモニアを加へ第一法の如く處理すべし。</p> | <p>アルカリ金属の検出法。</p> <p>(2) 第一法……粉状検體を白金皿中にて水を加へて泥状となし HCl と HF を注加し徐々に温め珪酸鹽を全部分解せしむべし。次に H_2SO_4 を加へ蒸發し HCl, H_2SiF_6 及び大部分の H_2SO_4 を驅除し冷後水を加へ煮沸し $BaCl_2$ を少し過剰に加へアルカリ性を呈するまで石灰乳を注加せよ。更に煮沸し濾別し濾液に $(NH_4)_2CO_3$ とアムモニアを加へ沈澱するものを全部沈澱せしめ濾液に就て K 及び Na を検せ。</p> <p>(2) 第二法……細粉状検體を五倍量の BaF_2 又は CaF_2 或は三倍量の NH_4F と混じ濃 H_2SO_4 を加へて白金皿中にて攪拌し長時間徐熱し終りに強く熱して H_2SO_4 の大部分を驅除し殘物を水を加へて煮沸し $BaCl_2$ を加へ沈澱の最早生ぜざるに至らしめ次に石灰乳を加へ其後は第一法の如くすべし。</p> <p>(3) 第三法……細粉状検體を3—4倍量の $BaCO_3$ 2倍量の $BaCl_2$ と混じ半時間白金皿中にて灼熱すべし。次に水を加へて温め更に少量の石灰乳を加へ煮沸し濾過し濾液に $(NH_4)_2CO_3$ とアムモニアを加へ第一法の如く處理すべし。</p> | <p>酸根の検出法。</p> <p>HCl, HF, $B(OH)_3$, H_3PO_4, H_3AsO_3, H_3AsO_4, H_2SO_4,</p> <p>(5) (1)に於て保留しある融塊をとり水を加へ煮沸し濾別し濾液に就て常法により検出すべし。即ち液を六部に分かち次法を施こせ。</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) HCl……溶液を HNO_3 にて酸性とし $AgNO_3$ を加へよ。 2) $B(OH)_3$……姜黃紙を以て驗せ。 3) HF……溶液を HCl にて酸性とし次にアムモニアを加へてアルカリ性となし煮沸し濾液に $CaCl_2$ を加へて放置し沈澱 CaF_2 を取り乾燥し常法の如く硝子腐蝕の實驗を行へ。 4) H_2SO_4……溶液を HCl にて酸性とし $BaCl_2$ を以て常法の如く検せ。 5) H_3AsO_3, H_3AsO_4……酸性液として H_2S を常温及び 70° の液に通せよ。 6) H_3PO_4……溶液を HNO_3 にて酸性とし $(NH_4)_2MoO_4$ を以て検せ。 |

特種分析 第二

有機物と混在せる無機物質の分析法

無機物質分析の際検體が有機物を混せるが爲に普通の分析を施こし難きこと多し例へば色素の存在して沈澱の色を隠蔽し或は膠質物の存在により濾過を困難ならしめ或はベンキ或は漆の中の無機顔料の如く顔料其物は溶解性なるも其細末が多量の樹脂質等に囲繞せられて容易に溶液となし得ざるが如し然かも有機質と混在せる無機成分の検定は屢々必要に迫らるゝものなり。次に記せるは多數の場合に適用し得べき方法たり分析者宜しく其各個の場合に應じ其適當なるものを用ゆべし。

(1) 物質は水に溶解されども溶液は着色又は粘性のもの。

(イ) 溶液の一部に鹽酸と少量の $KClO_3$ を加へ水浴上で熱すべし之により未だ脱色又は粘性を失わば更に少量づゝ $KClO_3$ を添加すべし。目的を達したる後は尙ほ熱して鹽素臭の消失するに至らしめ水にて稀釋し冷後濾別すべし。濾液に就て第二族以下の金属を検出すべし。水銀鹽は上記の操作を受くるも尙ほ一部蛋白質と化合し不溶解の状となすが故に斯る場合には溶液を先づ數時間鹽酸と共に逆流冷却器を附したる瓶内にて熱し然る後上記操作を施こすべし。

(ロ) 溶液の一部は硝酸を加へ煮沸し濾液に就て Ag と K の検出を行ふべし。

(ハ) Al 及び Cr は不揮發性有機物の存在により硫化アムモニウムによる沈澱を妨止せらることあり故に此等金属を確實に検出せんには溶液の一部を固体 Na_2CO_3 及び Na_2O_2 (又は $KClO_3$) と混じ此混合物を少しづゝ熱せる坩埚中に投じて焼くべし。冷後水にて抽出し溶液はクローム酸及びアルミニン酸の検出を行ひ残物はアルミニウムの検出を試むべし。

(ニ) 溶液の一部に就て KOH を加へて NH_3 の検出を行へ。

(ホ) 溶液の一部は透析を施し酸根の検出及び金属の酸化の度合(例へば鐵は F_e^{II} なるか或は F_e^{III} なるか)を定むべし。

(2) 物質は水に不溶解なるか又は僅かに溶解す。 検體を水と煮沸し濾過し濾液若し著色せば(1)(イ)の方法により脱色し常法に従ひ分析すべし。残留物は其性質に従ひ次法によろべし。

(甲) 残留物は脂肪状又は樹脂状なるとき。 脂肪及び樹脂は石油エーテル等適宜の溶媒(但し水と混ぜざるものな可とす)を以て抽出し去り其溶媒を残渣と分かち先づ水と共に振盪し次に鹽酸又は硝酸を加へたる水にて振盪し其水溶液は常法に従ひ分析すべし。 エーテル等に不溶解の残物は(乙)の如く取扱ふべし。

(乙) 残留物は木纖維の如きものなり。

(イ) 残留物中酸に溶解する成分は鹽酸、硝酸、王水を以て溶出し常法により分析すべし。若し王水にも溶解せざるものあらば之を燒きて其残渣を王水に不溶解物の處理法(第八頁)に従ひ分析すべし。

(ロ) 可なり灼熱するも其儘又は炭素の爲に還元せられて飛散し去る恐の無き金属化合物を検するには水に不溶解の残渣を探りて磁製又は白金皿中にて熱して灰化し其灰分を鹽酸及び少量の硝酸と温め水にて稀釋し其溶液に就て常法により分析して可なり。若し残渣あらば不溶解物處理法に従ひ取扱ふべし。

(ハ) アムモニアの検出は残渣を苛性カリと處理すべし。

(3) 物質は濾別し難く溶媒と分別し難き場合。

此場合には(2)の水に不溶解分の處理法に従ふべし。(2)(乙)(ロ)を施行するには先づ弱く熱して炭化せしめ之れを水にて抽出し其溶液を分析し尙ほ残渣は更に強く熱して灰化し別に分析する方好都合のこと多し。

(4) 一般の場合に廣く應用し得る方法。

有機質と混ざる物質の金属根を検出するには E. Millon 氏の提出せる一般方法あり次の如し——物質を細片状となし口の附しあるレトルト中に入れ約四倍の純濃硫酸を注加し徐熱し物質の溶解又は分解するに至リレトルトの口より漏斗管を以て少量づゝ濃硝酸を注入し温度を徐々に上昇せしむべし。此操作は混在せる鹽化物を分解せんが爲にして約半時間を要す。此操作終れる後レトルトの内容物を白金皿に移して熱し最初に黒き硫酸か次第に脱色し橙黄又は赤色となり更に濃煙を發して揮散し始むるに至るべし。然る後尙ほ少量の硝酸を時々注入すれば液色は次第に消ゆべし然れども更に之を熱すれば再び黒色を呈すべきが故に硝酸は十分に加へ熱するも少しも色の顯れざるに至らしめ然る後熱灼して硫酸を驅出し白色の残渣を得常法に従ひ分析すべし。

Millon によれば此時注意して餘り強く熱灼せざれば砒素又は水銀化合物と雖も少しも飛散せず残渣中に止まるなれど検體は鹽化物を多く含むものにありては正しからず。

(5) 混在有機質が膠質のとき。

此場合には透析法を應用して容易に無機成分を分かち得ることあり。試料の種類によれば直ちに又は鹽酸と熱したる後又は鹽酸と $KClO_3$ との混合物と熱したる後透析法を施こすべし。

(6) 織物、毛氈等中の砒素の検出。 次法によるを便とす。

(甲) 検體の 20—30 瓦を取り細かく刻み其内容約 500cc のレトルトに入れ比重 1.19 の純鹽酸 100cc を注入すべし。 レトルトは頭を斜に上方に向わしめ其上端を少しく曲げてリーピッヒ冷却器の管口にゴム栓を用ひて挿入しリーピッヒ冷却器には二口を有する受器を附し受器の一口は硝子管を以て

ペリゴット管〔U字管の下部両側は球状に膨くれ球より以下の曲れる部分は細管となれるもの〕に連らねべし受器は700ccの内容を有するものにして之に200ccの水を充たしめペリゴット管にも水を入れ全部氣密に連結すべし尙ほ受器は水を充てたる皿中に浸し冷却せしむべし。一時間の後鹽化第一鐵の飽和溶液5ccをレトルト中に注入して内容を熱すべし過剰の鹽化水素の驅出せられたる後強く熱して内容物を煮沸し蒸溜し内容物の強く泡起するに及ぶべし。然る後冷却し1.19の鹽酸50ccを加へ再び蒸溜すべし。有機物質により褐色を呈する蒸溜液はペリゴット管の内容と合し水を加へて600—700ccとなし液は最初は温かくしてH₂Sを通すべし。

十二時間の後褐色の有機物質の大部より成れる沈澱をアスペストにより濾別し〔活栓附の漏斗管を用ひ漏斗頸にアスペストをゆるやかに詰めて濾過すべし〕沈澱を洗ひ活栓を閉ぢ1.19の鹽酸に臭素を溶解したるもの數粒を沈澱上に注ぎ時計皿を以て漏斗を蓋ひ約半時の後活栓を開きて溶液を硝子瓶中に流し去り漏斗中の残渣は數回1.19の鹽酸にて洗滌し洗液は硝子瓶中に流入せしめ然後硝子瓶中の内容物に鹽化第一鐵を充分に加へ上記蒸溜レトルトの小形のものに入れ上記の如く再び蒸溜し多分の液を溜出せしめ尙ほレトルトに1.19の鹽酸50ccを注加し今一度蒸溜し溜出液はペリゴット管の液と混し水を加へて500—700ccとなし上掲の如くH₂Sを通し臭素を硫化物として沈澱すべし。

(乙) 試品1量に無水炭酸ソーダ2量硝酸ソーダ2量を混じ〔織物の如きは之を細片となし兩者の濃溶液に浸し乾燥す〕之を少量の硝酸ソーダを融解して保てる磁製坩堝中に少量づゝ投入し必要ならば時に少量の硝酸ソーダを添加すべし。此方法により有機物質は燃焼し去るべし冷却後坩堝の内容物を温水に溶解し濾過し濾液は硫酸を炭酸ガス、亞硝酸ガス及び硝酸を全部驅逐するに充分なるたけ加へ蒸發し(最初は水浴上にて穩に)硫酸の白烟の發出するまでに及ぶべし。冷却後水を加へ稀釋し其溶液は直ちにMarsh氏法により検するか或は鹽酸数滴を加へてH₂Sにより沈澱せしむべし。

(丙) 多くの場合には上掲の方法より簡単なる次法を用ひて足れり。試品を細切し18—24時間50—100瓦の純25%硫酸と混じ50—60°に温むべし尙ほ未だ色素全く溶出せずば25%の硫酸100瓦に對し3—5瓦の硝酸(比重1.24)を添加し加温を繼續すべし。次に溶液を濾過し残物を洗滌し洗水と合して200ccとなし其溶液20cc宛とりてMarsh氏法を試みよ。但し硝酸を使用したるときは溶液は一度蒸發して硝酸を驅除したる後に於てすべし。

硫 酸

15°C に於て

[4°C の水 = 1]

| 比 重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一 中 の 瓦 量 | 比 重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一 中 の 瓦 量 |
|-------|---------------------------|-----------|--------|---------------------------|-----------|
| 1.020 | 3.03 | 30.9 | 1.510 | 61.59 | 936.2 |
| 1.040 | 5.96 | 64.0 | 1.540 | 63.43 | 976.8 |
| 1.060 | 8.77 | 93.0 | 1.560 | 65.09 | 1015.3 |
| 1.080 | 11.60 | 125.3 | 1.580 | 66.71 | 1054.0 |
| 1.100 | 14.35 | 157.9 | 1.600 | 68.51 | 1096.2 |
| 1.120 | 17.01 | 190.5 | 1.620 | 70.32 | 1139.2 |
| 1.140 | 19.61 | 223.5 | 1.640 | 71.99 | 1180.6 |
| 1.160 | 22.19 | 257.4 | 1.660 | 73.64 | 1222.4 |
| 1.180 | 24.76 | 292.1 | 1.680 | 75.42 | 1267.0 |
| 1.200 | 27.32 | 327.8 | 1.700 | 77.17 | 1311.9 |
| 1.220 | 29.84 | 364.0 | 1.720 | 78.92 | 1357.4 |
| 1.240 | 32.28 | 400.3 | 1.740 | 80.68 | 1403.8 |
| 1.260 | 34.57 | 435.6 | 1.760 | 82.44 | 1450.9 |
| 1.280 | 36.87 | 471.9 | 1.780 | 84.50 | 1504.1 |
| 1.300 | 39.19 | 509.5 | 1.800 | 86.90 | 1564.2 |
| 1.320 | 41.50 | 547.8 | 1.810 | 88.30 | 1598.2 |
| 1.340 | 43.74 | 586.1 | 1.820 | 90.05 | 1638.9 |
| 1.360 | 45.88 | 624.0 | 1.830 | 92.10 | 1685.4 |
| 1.380 | 48.00 | 662.4 | 1.840 | 95.60 | 1759.0 |
| 1.400 | 50.11 | 701.5 | 1.8405 | 95.95 | 1766.0 |
| 1.420 | 52.15 | 740.5 | 1.8410 | 97.00 | 1785.7 |
| 1.440 | 54.07 | 778.6 | 1.8415 | 97.70 | 1799.1 |
| 1.460 | 55.97 | 817.2 | 1.8410 | 98.20 | 1807.9 |
| 1.480 | 57.83 | 855.9 | 1.8405 | 98.70 | 1816.6 |
| 1.500 | 59.70 | 895.5 | 1.8400 | 99.20 | 1825.3 |

鹽 酸

15°C に於て

[4°C の水 = 1]

| 比 重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一 中 の 瓦 量 | 比 重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一 中 の 瓦 量 |
|-------|---------------------------|-----------|-------|---------------------------|-----------|
| 1.005 | 1.15 | 11.6 | 1.105 | 20.97 | 231.7 |
| 1.010 | 2.14 | 21.6 | 1.110 | 21.92 | 243.3 |
| 1.015 | 3.12 | 31.7 | 1.115 | 22.86 | 254.9 |
| 1.020 | 4.13 | 42.1 | 1.120 | 23.82 | 266.8 |
| 1.025 | 5.15 | 52.9 | 1.125 | 24.78 | 278.8 |
| 1.030 | 6.15 | 63.3 | 1.130 | 25.75 | 291.0 |
| 1.035 | 7.15 | 73.4 | 1.135 | 26.70 | 303.0 |
| 1.040 | 8.16 | 84.9 | 1.140 | 27.66 | 315.3 |
| 1.045 | 9.16 | 95.7 | 1.145 | 28.61 | 327.6 |
| 1.050 | 10.17 | 106.8 | 1.150 | 29.57 | 340.0 |

| 比重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一中の瓦量 | 比重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一中の瓦量 |
|-------|---------------------------|-------|-------|---------------------------|-------|
| 1.055 | 11.18 | 117.9 | 1.155 | 30.55 | 352.9 |
| 1.060 | 12.19 | 129.2 | 1.160 | 31.52 | 365.6 |
| 1.065 | 13.19 | 140.5 | 1.165 | 32.49 | 378.5 |
| 1.070 | 14.17 | 151.6 | 1.170 | 33.46 | 391.5 |
| 1.075 | 15.16 | 163.0 | 1.175 | 34.42 | 404.4 |
| 1.080 | 16.15 | 174.4 | 1.180 | 35.39 | 417.6 |
| 1.085 | 17.13 | 185.9 | 1.185 | 36.31 | 430.3 |
| 1.090 | 18.11 | 197.4 | 1.190 | 37.23 | 443.1 |
| 1.095 | 19.06 | 208.7 | 1.195 | 38.16 | 456.0 |
| 1.100 | 20.01 | 220.1 | 1.200 | 39.11 | 469.3 |

硝 酸

15°C に於て

[4°C の水 = 1]

| 比重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一立中の瓦量 | 比重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一立中の瓦量 |
|-------|---------------------------|--------|-------|---------------------------|--------|
| 1.030 | 5.5 | 56.7 | 1.280 | 44.41 | 568.4 |
| 1.040 | 7.26 | 75.5 | 1.290 | 45.95 | 592.8 |
| 1.050 | 8.99 | 94.4 | 1.300 | 47.49 | 617.4 |
| 1.060 | 10.68 | 113.2 | 1.310 | 49.07 | 642.8 |
| 1.070 | 12.33 | 131.9 | 1.320 | 50.71 | 669.4 |
| 1.080 | 13.95 | 150.6 | 1.330 | 52.37 | 696.5 |
| 1.090 | 15.53 | 169.3 | 1.340 | 54.07 | 724.5 |
| 1.100 | 17.11 | 188.2 | 1.350 | 55.79 | 753.1 |
| 1.110 | 18.67 | 207.2 | 1.360 | 57.57 | 783.0 |
| 1.120 | 20.23 | 226.6 | 1.370 | 59.39 | 813.6 |
| 1.130 | 21.77 | 246.0 | 1.380 | 61.27 | 845.5 |
| 1.140 | 23.31 | 265.7 | 1.390 | 63.23 | 878.9 |
| 1.150 | 24.84 | 285.7 | 1.400 | 65.30 | 914.2 |
| 1.160 | 26.36 | 305.8 | 1.410 | 67.50 | 951.8 |
| 1.170 | 27.88 | 326.2 | 1.420 | 69.80 | 991.2 |
| 1.180 | 29.38 | 346.7 | 1.430 | 72.17 | 1032.1 |
| 1.190 | 30.88 | 367.4 | 1.440 | 74.68 | 1075.4 |
| 1.200 | 32.36 | 388.3 | 1.450 | 77.28 | 1020.6 |
| 1.210 | 33.82 | 409.2 | 1.460 | 79.98 | 1067.7 |
| 1.220 | 35.28 | 430.4 | 1.470 | 82.90 | 1218.6 |
| 1.230 | 36.78 | 452.4 | 1.480 | 86.05 | 1273.5 |
| 1.240 | 38.29 | 474.8 | 1.490 | 89.60 | 1335.0 |
| 1.250 | 39.82 | 497.8 | 1.500 | 94.09 | 1411.3 |
| 1.260 | 41.34 | 520.9 | 1.510 | 98.10 | 1481.3 |
| 1.270 | 42.87 | 544.5 | 1.520 | 99.69 | 1515.0 |

アムモニア水

15°C に於て

[4°C の水 = 1]

| 比重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一立中の瓦量 | 比重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一立中の瓦量 |
|-------|---------------------------|--------|-------|---------------------------|--------|
| 0.998 | 0.45 | 4.5 | 0.938 | 16.22 | 152.1 |
| 0.996 | 0.91 | 9.1 | 0.936 | 16.82 | 157.4 |
| 0.994 | 1.37 | 13.6 | 0.934 | 17.42 | 162.7 |
| 0.992 | 1.87 | 18.2 | 0.932 | 18.03 | 168.1 |
| 0.990 | 2.31 | 22.9 | 0.930 | 18.64 | 173.4 |
| 0.988 | 2.80 | 27.7 | 0.928 | 19.25 | 178.6 |
| 0.986 | 3.30 | 32.5 | 0.926 | 19.87 | 184.2 |
| 0.984 | 3.80 | 37.4 | 0.924 | 20.49 | 189.3 |
| 0.982 | 4.30 | 42.2 | 0.922 | 21.12 | 194.7 |
| 0.980 | 4.80 | 47.0 | 0.920 | 21.75 | 200.1 |
| 0.978 | 5.30 | 51.8 | 0.918 | 22.39 | 205.6 |
| 0.976 | 5.80 | 56.6 | 0.916 | 23.03 | 210.9 |
| 0.974 | 6.30 | 61.4 | 0.914 | 23.68 | 216.3 |
| 0.972 | 6.80 | 66.1 | 0.912 | 24.33 | 221.9 |
| 0.970 | 7.31 | 70.9 | 0.910 | 24.99 | 227.4 |
| 0.968 | 7.82 | 75.7 | 0.908 | 25.65 | 232.9 |
| 0.966 | 8.33 | 80.5 | 0.906 | 26.31 | 238.3 |
| 0.964 | 8.84 | 85.2 | 0.904 | 26.98 | 243.9 |
| 0.962 | 9.35 | 89.9 | 0.902 | 27.65 | 249.4 |
| 0.960 | 9.91 | 95.1 | 0.900 | 28.33 | 255.0 |
| 0.958 | 10.47 | 100.3 | 0.898 | 29.01 | 260.5 |
| 0.956 | 11.03 | 105.4 | 0.896 | 29.69 | 266.0 |
| 0.954 | 11.60 | 110.7 | 0.894 | 36.37 | 271.5 |
| 0.952 | 12.17 | 115.9 | 0.892 | 31.05 | 277.0 |
| 0.950 | 12.74 | 121.0 | 0.890 | 31.73 | 282.6 |
| 0.948 | 13.31 | 126.2 | 0.888 | 32.50 | 288.6 |
| 0.946 | 13.88 | 131.3 | 0.886 | 33.25 | 294.6 |
| 0.944 | 14.46 | 136.5 | 0.884 | 34.10 | 301.4 |
| 0.942 | 15.04 | 141.7 | 0.882 | 34.95 | 308.3 |
| 0.940 | 15.63 | 146.9 | 0.880 | 35.60 | 313.3 |

エチルアルコール

15°C に於て

[15°C の水 = 1]

| 比重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一立中の瓦量 | 比重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一立中の瓦量 |
|-------|---------------------------|--------|-------|---------------------------|--------|
| 0.985 | 9.2 | 90.6 | 0.885 | 64.8 | 573.5 |
| 0.980 | 13.1 | 128.4 | 0.880 | 66.9 | 588.7 |
| 0.975 | 17.3 | 168.7 | 0.875 | 69.0 | 603.8 |
| 0.970 | 21.4 | 207.6 | 0.870 | 71.1 | 618.6 |
| 0.965 | 25.1 | 242.2 | 0.865 | 73.2 | 633.2 |

| 比重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一立中の瓦量 | 比重 | ペルセント (重量) (溶液=100) | 一立中の瓦量 |
|-------|---------------------------|--------|--------|---------------------------|--------|
| 0.960 | 28.6 | 274.6 | 0.860 | 75.3 | 647.6 |
| 0.955 | 31.7 | 302.7 | 0.855 | 77.4 | 661.8 |
| 0.950 | 34.6 | 328.7 | 0.850 | 79.4 | 674.9 |
| 0.945 | 37.3 | 352.5 | 0.845 | 81.5 | 688.7 |
| 0.940 | 39.9 | 375.1 | 0.840 | 83.5 | 701.4 |
| 0.935 | 42.4 | 396.4 | 0.835 | 85.4 | 713.1 |
| 0.930 | 44.8 | 416.6 | 0.830 | 87.4 | 725.4 |
| 0.925 | 47.1 | 435.7 | 0.825 | 89.3 | 736.7 |
| 0.920 | 49.4 | 454.5 | 0.820 | 91.2 | 747.8 |
| 0.915 | 51.7 | 473.1 | 0.815 | 93.0 | 758.0 |
| 0.910 | 53.9 | 490.5 | 0.810 | 94.8 | 767.9 |
| 0.905 | 56.1 | 507.7 | 0.805 | 96.5 | 776.8 |
| 0.900 | 58.3 | 524.7 | 0.800 | 98.2 | 785.6 |
| 0.895 | 60.5 | 541.5 | 0.795 | 99.78 | 793.3 |
| 0.890 | 62.6 | 557.1 | 0.7936 | 100 | 794.3 |

試薬調製法

五規定試薬

酸類

- 稀硫酸 $\text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 5\text{N}$.
1 Vol. [濃硫酸 ($d = \frac{15}{4} = 1.84$) 26 N] + 5 Vol. [水]。
- 稀硝酸 $\text{HNO}_3 \cdot 5\text{N}$.
5 Vol. [濃硝酸 ($d = \frac{15}{4} = 1.42$) 16 N] + 11 Vol. [水]。
- 稀鹽酸 $\text{HCl} \cdot 5\text{N}$.
1 Vol. [濃鹽酸 ($d = \frac{15}{4} = 1.16$) 10 N] + 1 Vol. [水]。
- 稀醋酸 $\text{CH}_3\text{COOH} \cdot 5\text{N}$.
1 Vol. [冰醋酸 (m.p. 10°C) 17 N] + $2\frac{1}{2}$ Vol. [水]。

塩基類

- 苛性カリ $\text{KOH} \cdot 5\text{N}$.
280 gr. [固體] + [水] → 1立。
- 苛性ソーダ $\text{NaOH} \cdot 5\text{N}$.
200 gr. [固體] + [水] → 1立。
- アムモニア水 $\text{NH}_4\text{OH} \cdot 5\text{N}$.
1 Vol. [濃アムモニア水 ($d = \frac{15}{4} = 0.88$) 20 N] + 3 Vol. [水]。

鹽類

- 硫化アムモニウム $(\text{NH}_4)_2\text{S} \cdot 5\text{N}$.
600 cc. [5 N アムモニア水に H_2S を飽和す] + [5 N アムモ

ニア水] → 1立。市販のものに水に加へ三容積とすれば略之に近し。

硫化アムモニウム $\text{NH}_4\text{Cl} \cdot 5\text{N}$.

267.5 gr. [固體] + [水] → 1立。

炭酸アムモニウム $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot 5\text{N}$.

200 gr. [固體] + 350 cc. [5 N アムモニア水]

+ [水] → 1立。

醋酸アムモニウム $\text{CH}_3\text{COONH}_4 \cdot 5\text{N}$.

385 gr. [固體] + [水] → 1立。

一規定試薬

下記の量(gr)に水を加へ1立とせよ。

| | 當量 |
|--|-------|
| 硫酸アムモニウム $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ | 66.1 |
| シアン化カリウム KCN | 65.1 |
| 鹽化バリウム $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | 122.2 |
| フェロシヤン化カリウム $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 105.5 |
| 硫酸銅 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | 124.9 |
| フェリシヤン化カリウム $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ | 109.7 |
| 鹽化第二鐵 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 90.4 |
| 醋酸ナトリウム $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 136.1 |
| 磷酸ナトリウム $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ | 119.4 |
| チオシヤン酸カリウム KCNS | 97.2 |
| 醋酸鉛 $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 189.6 |
| 鹽化白金 $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 160. |
| クロム酸カリウム K_2CrO_4 | 97.1 |
| 鹽化第一錫 $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | |
| 112 gr. [固體] + 200 cc. [5 N 鹽酸] + [水] → 1立。少量の錫片を加へ置け。 | |

マグネシヤ合剤 $[\text{MgCl}_2, \text{NH}_4\text{Cl}, \text{NH}_4\text{OH}]$.

{68 gr. [$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] + 165 gr. [NH_4Cl] + 300 cc. [水]} + 300 cc. [5 N アムモニア水] + [水] → 1立。

種々の濃さの試薬

| | |
|--|----------------------|
| 炭酸ソーダ $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. | 2 N |
| 286 gr. [固體] + [水] → 1立。 | |
| 草酸アムモニウム $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. | $\frac{\text{N}}{2}$ |
| 40 gr. [固體] + [水] → 1立。 | |

| | | | | |
|--------------|---|-------------------|---|-----------------------|
| 硝 | 酸 | 銀 | AgNO_3 | $\frac{\text{N}}{5}$ |
| | 3.4 gr. [固體] + [水] | \longrightarrow | 100 cc. | |
| 鹽化 | 第二水銀 | | HgCl_2 | $\frac{\text{N}}{5}$ |
| | 27 gr. [固體] + [水] | \longrightarrow | 1立。 | |
| 石 | 膏 | 水 | CaSO_4 | $\frac{\text{N}}{30}$ |
| | 飽和せるもの。 | | | |
| ビロアンチモン酸カリウム | | | $\text{K}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | |
| | 飽和せるのも。 | | | |
| 臭 | 素 | 水 | Br_2 | $\frac{\text{N}}{2}$ |
| | 飽和せるもの。 | | | |
| 鹽 | 素 | 水 | Cl_2 | $\frac{\text{N}}{5}$ |
| | 飽和せるもの。 | | | |
| 融 | 藥 | | $\text{K}_2\text{CO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$ | |
| | 53 gr. [Na_2CO_3] + 69 gr. [K_2CO_3] | | | |
| モリブデン酸アムモニウム | | | $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ | |
| | (150 gr. [固體] + [水] \longrightarrow 1立) + 1000 cc HNO_3 [$d \frac{15}{4} = 1$] | | | |
| | 數日間放置濾過。 | | | |

發行所

東京市日本橋區通三丁目
大坂市東區博勞町四丁目
京都市三条通麩屋町西入
福岡市三條通大坂第一七三番
仙臺市上西町西入
郵便振替貯金口座福岡第五〇〇〇〇番
(郵便振替貯金口座東京第七四番)
郵便振替貯金口座東京第七四番
郵便振替貯金口座東京第五番

丸丸丸丸丸
善善善善善
會株會株會株會株
社式社式社式社式
仙福京大 株
臺岡都阪 式
支支支支會
店店店店社

正價金六拾五錢
郵稅金八錢

平田敏
丸善株式會社
右代表者

役山崎信
大久保秀次

東京市日本橋區通三丁目十四、十五番地
東京府北豐島郡巢鴨町三丁目十番地
東京市京橋區築地二丁目十七番地

株式東京築地活版製



大正八年三月五日印刷
大正八年三月八日發行
著者　　發

定性分析表

無機製造工業化學

上卷

菊判洋裝
一冊
正圖細
說價版數
金金六百
合五九餘十
圓種頁

卷四種類

機有製造工業化學

裝 洋 半
開 一

上圖版壹百餘種
正價金參圓參拾錢
郵稅金拾八錢
卷

機製造工業化學

第三編 裝洋牛
第三編 機械化
壓搾機
人造粉
菜糖

| | | | | | |
|-------------------|----------|-------------|----------|----------------|----------|
| 卷 | 正價金參圓參拾錢 | 卷 | 正價金參圓五拾錢 | 卷 | 正價金參圓 |
| 郵稅金 | 拾八錢 | 郵稅金 | 拾八錢 | 郵稅金 | 拾八錢 |
| 石鹼 | 第四編 | 脂肪酸及びグリセリン | 第五編 | 液體脂肪酸及 樹脂工業 | 第七編 |
| 護謨代用品 | 第八編 | ベイント・假漆及び漆 | 第六編 | 第一三編 | 圖版壹百五十餘種 |
| 酵母 | 第二編 | セルロイド | 第七編 | 鞣皮 | 圖版壹百五十餘種 |
| 紗絲 | 第二五編 | 第二二編 | 第八編 | 第一二編 | 圖版壹百五十餘種 |
| 木材乾溜 | 第四〇編 | 織維素總論 | 第九編 | 第一一編 | 圖版壹百五十餘種 |
| 化學藥品 | 第一七編 | 第一八編 | 第一九編 | 第一三編 | 圖版壹百五十餘種 |
| 附錄 | 第一編 | 澱粉糖及び果糖 | 第一九編 | 第一一編 | 圖版壹百五十餘種 |
| アスファルト及び地蠟(附セレシン) | 第三六編 | 製紙工業 | 第一九編 | 第一一編 | 圖版壹百五十餘種 |
| 木材乾溜 | 第四一編 | ガラリット及びペークラ | 第一九編 | 第一一編 | 圖版壹百五十餘種 |
| 色素 | 第四二編 | 葡萄酒及び菓實酒 | 第一九編 | 第一一編 | 圖版壹百五十餘種 |
| 染色術 | 第四三編 | 石炭瓦斯 | 第一九編 | 第一一編 | 圖版壹百五十餘種 |
| 化學藥品 | 第四四編 | イ | 第一九編 | 第一一編 | 圖版壹百五十餘種 |

工業電氣化學

及鹽素製造臭素及沃度化合物の電解○食鹽溶液の電解により苛性曹達
中卷第四編極に於ける金屬の電解的折離○陽極に於ける金屬の電解的折離○電鍍及鑄電術○水溶液の電氣冶
金○第五編金屬の行為○電氣分析○電氣還元並に酸化：總論○熔融鹽の電解：總論○熔融鹽の電解工業
下卷第六編電氣化學：總論○電氣熱を應用せしる製造工業○第八編空素工業：熱
業緒言○空氣硝石の製造○電氣熱を應用せしる製造工業○第九編オゾーン製造工
業總論○オゾーンの用途

分析化學原理

第一編 分析法概要○第二編 簡易定量試験○第三編 容量分析法
○第四編 一般定量分析○第五編 瓦斯ノ容量分析法○第六編 照表○第七編 瓦斯ノ製法、壓搾瓦斯ノ使用法、水ノ蒸餾法裝置及化學薬品ノ目錄○附錄

第一章 イオノン教規に基く分析化學上の原理。第二章 化學分析操作に必要な種々の原理○第三章 陽イオノンの特有なる化學的反應。第四章 陰イオノンの特有的反應。

21113
目書業工行發社會式株善丸

| | |
|---|--|
| 工學博士 安永義章氏校閱 舊製鐵所技師 菊判 洋裝 全一冊 | 機械設計實用表 正價金貳圓七拾五錢郵稅金拾八錢 工學博士 田中不二氏著 四六倍判洋裝二冊出版 |
| 工學博士 加藤成一氏著 獨逸工學士 高田釜吉氏 工學士 岩崎清氏共著 蒸汽々罐及汽機 正價金貳圓參圓郵稅各金拾八錢 | 應用力學 正價第一編金貳圓廿錢郵稅各金拾八錢 工學博士 加藤與五郎氏著 工學士 丹羽重光氏著 機構學 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 工學士 加藤成一氏著 土木須用公式 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 佐々木恒太郎氏編 土木 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 工學博士 荒川文六氏著 再荒川電氣工學 正價上卷金貳圓八拾錢郵稅金拾八錢 下卷金四四四各金拾八錢 海軍機關中佐 中條清三郎氏著 改鑄山測量術 正價金參圓參拾錢郵稅金拾八錢 工學博士 香村小錄氏 工學博士 今泉嘉一郎氏共著 試金術 正價金貳圓參拾錢郵稅金拾八錢 工學士 山口義勝氏編 正價金四圓八錢郵稅金拾八錢 |
| 工學博士 加藤與五郎氏著 工學士 丹羽重光氏著 機構學 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 工學士 加藤成一氏著 土木須用公式 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 佐々木恒太郎氏編 土木 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 工學博士 荒川文六氏著 再荒川電氣工學 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 下卷金四四四各金拾八錢 海軍機關中佐 中條清三郎氏著 改鑄山測量術 正價金參圓參拾錢郵稅金拾八錢 工學博士 香村小錄氏 工學博士 今泉嘉一郎氏共著 試金術 正價金四圓八錢郵稅金拾八錢 | 機械設計實用表 正價金貳圓七拾五錢郵稅金拾八錢 工學博士 田中不二氏著 四六倍判洋裝二冊出版 |
| 工學博士 加藤與五郎氏著 工學士 丹羽重光氏著 機構學 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 工學士 加藤成一氏著 土木須用公式 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 佐々木恒太郎氏編 土木 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 工學博士 荒川文六氏著 再荒川電氣工學 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 下卷金四四四各金拾八錢 海軍機關中佐 中條清三郎氏著 改鑄山測量術 正價金參圓參拾錢郵稅金拾八錢 工學博士 香村小錄氏 工學博士 今泉嘉一郎氏共著 試金術 正價金四圓八錢郵稅金拾八錢 | 機械設計實用表 正價金貳圓七拾五錢郵稅金拾八錢 工學博士 田中不二氏著 四六倍判洋裝二冊出版 |
| 工學博士 加藤與五郎氏著 工學士 丹羽重光氏著 機構學 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 工學士 加藤成一氏著 土木須用公式 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 佐々木恒太郎氏編 土木 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 工學博士 荒川文六氏著 再荒川電氣工學 正價金貳圓五拾錢郵稅金拾八錢 下卷金四四四各金拾八錢 海軍機關中佐 中條清三郎氏著 改鑄山測量術 正價金參圓參拾錢郵稅金拾八錢 工學博士 香村小錄氏 工學博士 今泉嘉一郎氏共著 試金術 正價金四圓八錢郵稅金拾八錢 | 機械設計實用表 正價金貳圓七拾五錢郵稅金拾八錢 工學博士 田中不二氏著 四六倍判洋裝二冊出版 |

26.1^o.15

47
231

終