

る) 豫め秤りたる金板及時計皿量を控除して水銀量とする。
 秤量後金板は煙室内で初めて徐々に後に強熱して、水銀を散せしめて、後用に供する、然し其
 都度少量宛は減量する。

備考

本方法は實際の含有量より少なき結果を得る事が多い、これは坩堝と金板との密着の完全不全によりて、
 水銀を損すのであつて、富鐵程其度が甚だしいといはれる、故に試料の性質及装置に注意して無理の操作を避け
 なければならぬ。

第十七節 ナトリウム及カリウム

鑛石としては特に認められる物はない、地球上至る處に諸鑛石と共存して居る、これ等の内岩
 鹽(NaCl)少量の鹽化加里(KCl)を含むは鑛石として主たる物である。

檢出法 焰色反應によりて容易に識別せられる。

分析法 主として用ゐられる方法は、ローレンス、スミス法といひ、鹽化アンモニウムと炭酸
 カルシウムとの混合物と共に、試料を熱して、目的の金屬を鹽化物となし、他を酸化物として分
 離し、定量法を進めて行くのである。これに就いては試薬の純粹といふことが重大條件である、
 なせなればナトリウム及カリウムの二金屬は非常に分布の廣く又夾雜し易いからである。

分析操作は細粉試料〇・五瓦を清潔な磁製皿上で約同量の鹽化アンモニウムと良く摺り混ぜる、
 次に約三瓦の炭酸カルシウムを加へ凡てを充分に混合する、この混合が不良であると、結果も不
 正確となる。これを白金坩堝に移し、磁製皿は約一瓦の炭酸カルシウムを入れて、残りし試料を
 混合拾得して、共に坩堝に加へ、三角粘土上にて、初めは小焰で、熱し、アンモニアの臭の出な
 くなりて(この際鹽化アンモニウムの白煙を發せない様にする)、温を高め終りに暗赤熱として四
 〇—五〇分間繼ける、内容物が熔融してはいけない、又鐵の量の多い、試料は炭酸カルシウムの
 混合量を増す、然れば熔融を防ぐことが出来る。熔結塊を坩堝より剝ぎ取りピーカーに入れ、坩
 堝に附着して取れない物は少量の水を加へて温め、剝離してピーカーに加へ總體を水で五〇—七
 〇 耗として加温し、粗粒は碎き、上層液は濾過し集め、残渣は數回温水で傾瀉洗滌し、濾過
 液が硝酸銀の稀薄液に白濁を生ぜない様になるまで洗ふ。濾液はナトリウム、カリウム及カルシ
 ウムの鹽化物を含む、この液をアンモニア性として純粹の炭酸アンモニウムの少し過剰を加へ、
 温め濾過し、沈澱は鹽酸の少量に溶かし、又炭酸アンモニウムをアンモニア性としたるに加へ、
 沈澱を再びせしめて、濾過し良く洗滌し、前後の濾液を全部合して、蒸發乾涸し、直焰でアンモ
 ニウム鹽を驅ひ冷し、一〇—一五 耗の水に溶かし、アンモニア水と稀酸アンモニウムとの溶

液少量を加へ一週間放置して尚ほ残れる、カルシウムを沈澱せしめ、濾過し、洗滌し、濾液は豫め秤量せられある小白金皿に取り蒸發乾涸し、直燐で加熱し、アンモニウム鹽を驅ひ、冷し、少しの鹽酸に溶かし、炭酸鹽を鹽化物に換へ、徐々に熱し、蒸發乾涸し、灼熱し、冷後秤量し、再び鹽酸で濕ほし、乾涸灼熱して秤量し、一定の重量を得るに及び白金皿量を差引してナトリウム及カリウムの鹽化物の總量とする。鹽化加里の量を秤するには次ぎに述べる方法による。

ナトリウムとカリウムとの分離 前述に於けるナトリウムとカリウムとの鹽化物含量を少量の水(五—一〇 銖位)に溶かし、磁製皿に移し入れ、鹽化白金の溶液を過剰に加へる、而して出來し沈澱が重湯煎上の加温で溶ける程度に稀釋するを最良とする、この溶液を重湯煎上(沸騰しおらざる)で蒸發乾涸し、冷後無水酒精五—六 銖を加へ、固形物を碎き、豫め無水酒精で濕ほした濾紙を通じて濾過し、沈澱は樺黄色より黄金色に濾液は無色となるまで、傾瀉法で、酒精にて洗滌し、後濾紙上に移し、磁製皿を酒精で良く洗ひ、皆濾紙を通じて流す、ナトリウムは、濾液中に、カリウムは鹽化白金加里(K_2PtCl_6)となりて沈澱する、この沈澱を八〇—九〇度で乾燥し、沈澱の大部分は豫め秤量しある、白金坩堝に揉み落し、濾紙は漏斗に挿入し、下に沈澱を入れある坩堝を受け、成るべく少量の温水で完全に附著し残れる沈澱を溶解洗入し、重湯煎上に

て蒸發乾涸し更に一六〇度に加熱し、冷後鹽化白金加里として秤量し、この重量に〇・三〇五六を乗ずれば、鹽化加里(鹽化カリウム)の量を述せし含量より差引けば、鹽化曹達(鹽化ナトリウム)の量を得られる。尙鹽化加里(鹽化カリウム)の量に〇・六三三を、鹽化曹達(鹽化ナトリウム)の量に〇・五三〇八を乗ずれば夫々酸化加里及酸化曹達の量を得。一般は酸化物の形で計算する。

備考 白金回收法 酒精濾液及加里の沈澱を合し磁製皿にて蒸發乾涸し、灼熱する、然れば灰黑色の白金海線と鹽化アルカリとなる、これを熱湯で數回洗滌して鹽化アルカリを除き、残渣を王水に溶かし、蒸發乾涸し、次に鹽酸を加へ、再三蒸發乾涸し完全に硝酸を驅ひ、少量の水に溶かして鹽化白金として貯へる、

純粹試薬の準備に就いて、鹽化アンモニウムは化學的純粹物も急激ならざる昇華法によりて精製するか、又は純アンモニア水と純鹽酸と中和したるを蒸發乾涸したるを用ふ、然し前法(昇華法)によりたるものが先づ安全である。炭酸カルシウムは方解石を鹽酸で分解し、濾過し、アンモニア水と炭酸アンモニウムとを混じり沈澱したるを良く洗ひ、鹽酸に溶かし、又沈澱せしめ、洗滌するを數回繰り返して造るか、又は化學的純粹の沈降性炭酸カルシウムを鹽酸に分解し、アンモニア水と炭酸アンモニウムとにて沈澱せしめ、洗滌事を前同様にして造るも良い。然し、アルカリ(ナトリウム及カリウム)は尙少量含有せらるゝの虞れあるため、試料に對すると同様の方

法で試薬中に含まるアルカリ量を定め置く必要はある。

第十八節 ニッケル及コバルト

鑽石としてニッケルは珪ニッケル鏡(MgNiSiO₃·H₂O)合ニッケル磁硫鐵鏡の如きもので、製煉にはこれ等及他の金屬類に附隨して産するを濃縮を用ゆ。コバルトには砒コバルト鏡(CoAs₂)輝コバルト鏡(CoAsS)及コバルト土(NiO + mMnO₂ + KFe(OH)₂)の如き類である、製煉にはこれ等及含コバルトの鐵又はスパイスを用ゐる。

檢出法 試料を鹽酸で分解し、稀釋して硫化水素を通じ濾過し、濾液を沸騰し、硝酸數滴を加へ、アンモニア水を過剰に加へ沸騰し、濾して液を二分し、二金屬を見る。

ニッケルは溶液を沸騰し、アンモニアを驅ひ、ニメチルグリオキシムの粉末を少し入れ、尙沸騰すること暫くして冷す、多量の時熱き時も冷時も赤色沈澱を生ずるが、少なき時は、熱時は黄色冷へて赤色を呈する。この反應は非常に鋭敏で、溶液中に四十萬分の一を存在するも現はる。

コバルトは前の一方の溶液を蒸發乾涸し、殘渣を白金線上にて硼砂球中に熔かし酸化焰にて熱したる時の熱時及冷時又は還元焰にて熱したる時の三場合の色は凡て美しい藍色を呈するにより

て知られる(銅は酸化焰の場合熱時は緑、冷時は藍、還元焰にては赤の色を呈す故、コバルトと混同せず)。

分析法 試料一瓦をビーカーに秤取して、稀鹽酸(一一二一三〇) 瓦を加へ分解し、尙稀硝酸

(一一二二一〇) 瓦を加へ蒸發し少容となして、強硬酸六一八 瓦を加へ熱し、硝酸及鹽酸を驅ひ、冷後水にて稀釋し、稍過剰のアンモニア水を加ふれば鐵、アルミニウムなどは沈澱する(若し滿掩の存在する時は試料を分解せる時、アンモニアにて中性とし、これに臭素水を加へ沸騰し、二酸化滿掩として沈澱し濾過し去り、この液を酸性とし臭素を驅ひたるものを用ゆるを要する)、これを濾し十分洗滌すればニッケル及コバルトは完全に溶解性アンモニア鹽となりて溶液中に入るべし、これを使用して兩金屬を定量する。

(一)ニッケル定量 前溶液を沸騰しアンモニアの過剰を殆んど驅ひ、醋酸を加へ酸性として、これにニメチルグリオキシムの一%酒精溶液の稍過剰を加へる(コバルトを多量に含む場合は總溶液の容量を少し多くし、コバルト〇・二瓦に一〇〇 瓦位にする)、アンモニア水で注意して明かに鹽基とする(過量に加へてはいけなからず)、然ればニッケルは赤色の(CH₃)₂C(NOH)(N)なる形で沈澱すること、これを豫め重量を秤り置きたる濾紙上に温き内に濾し、温水で良く洗

ひ、一一〇—一二〇度で一時間乾燥し、秤量して、沈澱の重量に〇・二〇三を乗じてニッケルの量を、又は沈澱を濾紙と共に焼き灰化し酸化ニッケルとし、この量に〇・七八五八を乗じて計算しても良い。

二) ニコバルト定量 ニッケルを沈澱し去りたる濾液及洗滌液を硝酸性として蒸發乾涸し、稀硝酸の温液に溶解し、少量の硫酸を加へ熱し、硫酸の白煙を發するに及ばしめ、稀釋して、強鹽酸五瓦を加へ、次に五〇% 醋酸中にニトロソ、ピータ、ナフトールを溶解せる新しき液を少過剰加へ、常温にて數時間置けば、ニコバルトは $[C_6H_5(NO)_2]_2O$ なる形で沈澱する、これを濾し集め、初め冷水で、次に鹽酸性液(一二%)で終に温水中で良く洗ひ、乾燥し焼きニコバルトを酸化物として、この量に〇・七八七九を乗じて算出する。

備考 本定量法ニコバルトを先きにして、ニッケルを後にするも差支へない。若しニコバルトを先にせし時は、ニッケルを見る濾液は、硝酸性として蒸發乾涸するを要する。

第十九節 モリブデン(水鉛)

鑛石として、水鉛鑛(MoS)が主要なもので、諸所には少量宛水鉛々鑛($PbMoO_4$)を産する。檢出法 細粉試料を少なき白金皿上で、數滴の強硫酸を加へ熱し、十分發煙し、冷却すれば、

第二十節 タングステン(ウチルフラム)

鑛石はウチルフラム鐵鑛($MnFeWO_4$)、重石($CaWO_4$)、フエブネライト($MnWO_4$)などは主要のもの。青色を呈する。又試料の鹽酸溶液に硫酸化加里と亞鉛粒數箇とを加へると、輝赤色を呈する。分析法 試料〇・五瓦をビーカーに秤取して、硝酸一〇瓦を加へて分解する(若し硫化鑛であれば低温で焙焼し硫黄分を驅除して置く必要がある)、次に稀釋して、アンモニア水を加へ、鐵を沈澱し、濾過して除きし、濾液及洗液を沸騰して、容量を少なくすると同時に、游離のアンモニアを驅ひ殆んど中性とし、冷後醋酸酸性となし、尙醋酸鉛一・五瓦、醋酸二—三瓦、醋酸アンモニウム一〇瓦を加へ、徐々に沸騰するとモリブデンは、モリブデン酸鉛(MoO_3Pb)となつて沈澱する、これを六時間程放置し、後濾過し、稀醋酸性醋酸アンモニウム液で洗ひ、次で稀硝酸(一・五)に沈澱を溶かし、アンモニアで中和し、再び醋酸性醋酸アンモニウム液で沈澱せしめ一晝夜放置し、濾し洗ひ、乾燥し、低温で焼き灰化して、冷し秤量する。得られたる沈澱の重量に〇・二六一六を乗じ、モリブデンとする。

注意 酸化モリブデンは非常に揮發し易いから、操作中加熱を要する場合には暗赤熱以下の温度を利用せなければならぬ。

鑛石はウチルフラム鐵鑛($MnFeWO_4$)、重石($CaWO_4$)、フエブネライト($MnWO_4$)などは主要のもの

で、其他鉛重石($PbWO_4$)銅重石($Cu_2O \cdot WO_3$)の如きがある。

検出法 試料の細粉物を重硫酸加里(酸性硫酸加里)と混じり白金皿上で熔融し、水に溶かし、アンモニアで中和し、鹽酸性として、亞鉛片を投入し、美しい青藍色を呈すればタングステン、存在を示すのである。

分析法 試料〇五瓦をドーカーに秤取し、王水五〇 銑を加へ、重湯煎上で加熱すれば、徐々に分解せられる、而してピーカー底に試料が沈降して分解せられ難き事ある場合は、時々硝子棒にて沈降物を攪拌する、又一度で分解し終らぬ時は、溶液量が一〇—一五 銑となりし頃に、再び王水五〇 銑を加へ徐熱する。分解したれば溶液を一〇—一五 銑に蒸發する、然ればタングステンは黄色の酸化物(無水タングステン酸)となつて沈澱する、これに五〇 銑の鹽酸性熱湯を加へ攪拌し、靜置し、上澄液を傾瀉法によりて濾紙を通じて捨て、又繰返して、後沈澱を濾紙上に移し、ピーカー及沈澱は微鹽酸性温湯でよく洗ひ而して、豫め秤量せられある白金皿に温溶解液(アンモニア水二〇〇 銑、水一〇〇〇 銑、鹽酸一〇 銑)一〇 銑を最初のピーカーに入れ、附著し残れる沈澱を溶かし、濾紙上の沈澱に注加し、濾過液を受ける、尙溶解液一〇 銑を同様に操作して白金皿上に集め、十分沈澱を溶解濾入し、次で溶液を重湯煎上で

蒸發乾涸し、直烙で熱し、鹽化アンモニウムを驅ひ残れる物が黄色粉(無水タングステン酸(WO_3))となりたれば、冷し秤量し白金皿量を減じて、タングステン酸とする、又これに〇・七九三二を乗すればタングステンの量となる。

急速定量法 最近急速に行はる方法は發表せられた、即ち試料の微細粉一瓦に鹽化曹達(食鹽)及炭酸カルシウムの等量と混合したるもの二瓦を良く混じ、磁製坩堝の底部に前述合劑(鹽化曹達と炭酸カルシウムと)を薄く敷きたる上加へ、蓋して、三角粘土上で、初めは徐熱し漸時に昇温し、暗赤色に一五—二〇分間程熱する(熔融してはいけない)、冷後二〇〇 銑程の磁製蒸發皿に混合物を移し、塊は硝子棒で碎き、坩堝内に附著せる物は強鹽酸を加へ熱して溶かし、磁製皿に加へる(この際炭酸カルシウムの分解で、試料の飛ぶ虞れがあるから、時計皿で蓋をして置く)而して強鹽酸四〇 銑を靜かに加へ、次で重湯煎上で蒸發する、この間時々攪拌する必要がある、而して一時間程経たれば、時計皿で蓋して、硝酸一五 銑を加へる、この時激しき反應は起るが二〇分間もすれば終る、然れば蓋を去り蒸發し、溶液が一五—一〇 銑となれば重湯煎上より下し、熱湯一五〇 銑程加へ放置し、靜置すれば、濾紙を通じて液を捨て次に二〇%の鹽酸性温湯で三回、二—三%硝酸性温湯で二回、又二%鹽酸性温湯で一回洗ひたる沈澱を溶

解液に溶かし操作する事前述の如くして、無水タングステン酸を得るのである。この方法は比較的
 多量のタングステンを含む試料に適當で、貧鑛にはいけない。
 最後に一般にタングステン鑛は普通の鑛石と異り、非常に分解しにくきものであるから、試料
 は十分細粉にして置かなければならぬ。

第二十一節 チタン

鑛石は楯鑛 ($TiO_2 \cdot CaSO_4$)、チタン鐵鑛 ($TiO_2 \cdot FeO$)、ヒロースキット ($TiO_2 \cdot CaO$) などある、又酸化
 物 (TiO) として銳錐鑛、金紅石、板チタンの如きがある、一般に少量は鐵鑛に隨伴して産出する。

檢出法 試料の少量を重硫酸加里で熔融し、水に溶かし、數滴の硝酸を加へ沸騰し、これに過
 酸化水素少量を加へる、チタンあれば黄色を呈する、若し赤色なればこれに硫酸第一鐵溶液 (約
 二瓦の第一鐵明礬又は硫酸第一鐵一瓦程を 100 兊) の水に溶かせるもの (一 兊宛を加へ
 振盪すれば赤色は漸時消褪する、この際液が無色なればチタンは存在せず、在れば、黄色となる、
 然し鐵液が過剰となれば黄色も消ゆ、尙この法によりて存在の大體を知り、進んで試料溶液の鹽
 酸性物に亞鉛片を加へ、青色又は紫青色を呈せば存在の明かなる事となる。

分析法 試料 0.5 瓦に鹽酸一五 兊 を加へ分解し、次に硫酸五 兊 を加へ熱し、白煙を

舉ぐるに至り冷し、熱湯で稀釋し、濾過する、殘渣は良く熱湯で洗ふ。濾液及洗滌液は保存する
 (チタンを含む故) 殘渣は乾燥灼熱して灰化し、約五倍量の重硫酸加里を加へて、熔融し、硫酸性
 熱湯に浸解し濾過し洗滌し、前に保存せし濾液及洗滌液に加へる、而して總容量は 150—200
 兊 に止まり、又硫酸含有度は 5% とする様に注意を要する、硫酸の少なき時はチタンの沈
 澱する虞れがある。この溶液に亞硫酸適當量 (約 50 兊) を加へ、手に觸れて、堪へらる、程
 度の熱度に温むれば、鐵は皆第一鹽に還元せられる、次に 20 瓦の醋酸曹達を少量の水に溶かし
 たもの及び氷醋酸一五—二〇 (溶液 100 兊 に七—一〇 兊 の割) を加へ、二—三分
 間沸騰する、然ればチタンは絮狀の沈澱となる、尙これを重湯煎上で三十分間程遊動せしめ、靜
 置し、濾過し、初めは 5% の醋酸性熱湯で、終りに單なる熱湯で洗ひ、乾燥する、若し乾燥物が
 純白ならざれば、勿論然らずとするも、これを焼き灰化したるものに 10 倍量の炭酸曹達を加へ
 約一時間程熔融し、水に溶かし、濾過する、チタンは不溶殘渣として殘る、炭酸曹達を含む水で
 十分洗ふ。これを乾燥し、沈澱を出来る丈濾紙より離し、清潔なる時計皿上に集め、濾紙のみを
 坩堝内で灰化し、この上に沈澱を加へ、再び炭酸曹達 10 倍量で熔融し、水で浸解し、濾過し、
 炭酸曹達を含む水、次に冷水で良く洗ひ、而して沈澱を水 150—200 兊 及硫酸二〇 兊

の溶液に完全に溶かし、次で水醋酸一五—二〇 銑 及醋酸曹達二〇瓦を加へ、既述の如く二—三分間沸騰し、重湯煎上で遊動する事一時間の後静置し、濾過し、乾燥するチタンはチタン酸 (TiO₂·H₂O) となりあり、これを豫め秤量されある坩堝内で灰化し秤量し、酸化チタン (TiO₂) の量を得、これに〇・六〇〇五を乗じてチタンの量とする。

備考

チタン酸を洗滌せしむる時、炭酸瓦斯を流しながら操作すれば一層好果を得られる。

第四章 非金属

第一節 硫 黄

鑛石として硫黄分多きものは、黄鐵鑛 (FeS₂)、方鉛鑛 (PbS)、閃亜鉛鑛 (ZnS)、雞冠石 (As₂S₃)、硫安鑛 (Sb₂S₃)、輝蒼鉛鑛 (Bi₂S₃) の如き種類で、他に黄銅鑛 (Cu₂FeS₄)、硫銅鑛 (Cu₂S) あり、又自然には燒火孔邊に砂と混じて出す。

檢出法 試料の少量に炭酸曹達の二倍量を混じて、木炭上で、吹管焔で熱し、出來た小塊を、良く磨いた、銀板 (銀貨を用ゆれば適當である) 上に置き少し濕して見る、硫化鹽或は硫酸鹽の何れの場合でも、硫黄の含まる場合は其部分に黑色又は褐色の斑點を生ずる。

分析法 試料〇・五瓦 (硫化物なれば〇・二瓦) をビーガーに秤取して、硝酸一〇 銑 を加へ、徐々に熱し、發生する赤煙が稀薄となりて、鹽酸加里を少許宛一瓦程加へ、遊離して居る硫黄を全部酸化し溶解して、鹽酸五 銑 宛加へ蒸發乾固する事數回で、硝酸瓦斯を完全に追ひ、冷後又鹽酸五 銑 及冷水一〇〇 銑 を加へ溶かし、アンモニアでアルカリ性とし、炭酸アンモニウム飽和溶液一〇 銑 を加へ (鉛鐵を除くため)、沸騰し濾過し、熱湯で十分洗滌し、濾液及洗滌を鹽酸で中和する (この時メチール、オレンヂを指示薬とする)、更に鹽酸五 銑 を加へ、水で總容量を二五〇—三〇〇 銑 として、沸騰しつゝある中へ、一〇%の鹽化バリウム溶液の沸騰せるものを稀過剰に加へ、尙漸時沸騰を續け、而して沈澱を静置し、上澄液を濾紙を通じて捨て、熱湯を加へ攪拌して静置し上澄液を同じく濾紙を通じて捨て沈澱を洗ふ事二—三回して沈澱全部を濾紙に移し、良く洗ひ、濕りたる儘、豫め秤量せられある坩堝に入れ、燒いて灰化する、然れば硫黄は全部硫酸バリウム (BaSO₄) となつて存在して居る、これを秤り、其の量に〇・一三〇一七なる數を乗じて硫黄の量を算出する。

硫酸バリウムを含む時、試料を分解し、硝酸瓦斯を驅ひたる、鹽酸性液に三〇 銑 の水と鹽化アンモニウム五瓦とを加へ沸騰し、濾過し洗滌す (この濾液及洗滌液は保存して置く) 殘渣を

白金坩堝中で乾燥し、約四倍量の熔融合劑、炭酸曹達と炭酸加里との同量混合物を加へ熔融し、水で浸解し濾し、十分洗滌し、濾液及洗滌液を前に保存せし濾液及洗滌液に合して、前述の如き方法で硫黄を定量する。

注意 試料溶液一〇〇 珪に就いて、硫酸バリウムの沈澱は〇・二瓦(硫黄の〇・〇二七五四瓦)を越へてはいけない、然らざれば不精密になり易い。

第二節 磷

鑛石として磷灰石($3Ca_3P_2O_8CaF_2$)は重要なもので、其他藍鐵石($Fe_3(PO_4)_2 \cdot 8H_2O$)ウエーブライト($[Al_2(PO_4)_3]_2Al_2(OH)_6 \cdot 9H_2O$)及鳥糞などがある。

檢出法 試料を硝酸で分解し、稀釋し、アンモニアで酸性の消えざる程度即ち中和に達しない様に加へ、これを七〇度程に温め、モリブデン酸溶液(後述参照)を加へ振盪して見る、磷あれば黄色の沈澱又は液が黄色となる。

分析法 試料を磷含有の多少に應じ〇・五—二瓦を秤取し、硝酸一〇—一五〇 珪に溶解し、次に鹽酸一五 珪を加へ、蒸發乾涸し、十分熱灼して酸分を追ひ、鹽酸二〇 珪に溶かし、約六〇 濾に稀釋し、濾過し洗ふ、この濾液及洗液は保存して置く。殘渣は少しは磷を含む故坩

堝中で燒き灰化して、これの六倍量の炭酸加里曹達(炭酸曹達と炭酸加里との同量混合物)を入り、熔融し水で浸解し、鹽酸で酸性とし蒸發乾涸して、又鹽酸二 珪と水一五 珪とを加へ、可溶物を溶かし、濾過し洗滌する、砒酸は殘渣に磷は溶液中に入る、この濾過液を前の保存液と合し蒸發し、約二五 珪となりし時、硝酸三〇 珪を加へ徐熱蒸發し、皮膜を生ずる様になりて、温湯で一五〇 珪程にし、これを七〇—八〇度として、モリブデン酸溶液(後述参照)、五〇 珪を加へ攪拌し、温所に數時間放置する、然れば磷は皆 $(NH_4)_2PO_4 \cdot 12MO_3$ なる形の黄色沈澱となる(上澄液は透明となるを要す)、これを濾し温水で良く洗ふ。濾過液に一〇—二〇 珪のモリブデン酸溶液を加へ、最早沈澱せざるかを檢する必要がある。次にこの沈澱にアンモニア水を滴々に加へ溶かす、又アンモニア水(一、五)の一〇〇 珪程を濾紙を通じ溶解及洗滌するも良い、液はピーカーに受け、完全に溶解し込みたる後、約二〇〇—二五〇 珪程に水で稀釋し、これに苦土合劑(後述参照)を約二〇—三〇 珪加へ十分攪拌し、磷を磷酸マグネシウム、アンモニウム $(NH_4)_2MgPO_4$ の白色絮狀沈澱とし、尙全容の約三分の一のアンモニアを加へ攪拌し、靜置し、濾過する、沈澱は、初めアンモニア性水で、次に冷水で洗ひ乾燥し、坩堝内で燒く、この時沈澱は出来る丈け濾紙より離し坩堝に入れ置き、濾紙は沈澱附着部を内方にし

て巻き、白金線でさへ焼き坩堝に加へ、初めは徐々に熱し、アンモニアを驅ひ、次に高熱する(この際熱度高きに過ぐれば内容物が熔融し、不良果となる)、然れば焦性磷酸マグネシウム(P_2O_5 、 Mg_2)となる、この量に〇・二七八七を乗すれば、燐量は算出せられる。又〇・六三七九を乗すれば、 P_2O_5 なる形の量を得られる(アルミニウム節参照)

(イ)モリブデン酸溶液 一五〇瓦のモリブデン酸アンモニウムを一〇〇〇 銖の水に溶かし、これに稀硝酸(一一)を加へ、總體を二〇〇〇 銖とせるもの。

(ロ)苦土合劑 鹽化マグネシウム五瓦、鹽化アンモニウム七〇瓦を水にて六五〇 銖とし、濾過したるものに強アンモニア水を加へて一〇〇〇 銖とせるもの。

第三節 矽素

矽石は酸化物として地球上到る所に見出さる、純粹なものには水晶、石英稍不純として瑪瑙、玉髓等其數非常に多い、砂などは、大部分これである。尙金屬との化合物は亦非常に多く寶石類(ダイヤモンドを除く)は皆これである。

檢出法 一般は外觀によりて容易に知らるゝも、誤のないを見るには、細粉試料を六倍量の熔融合劑と熔融し、温湯に溶かし、鹽酸で酸性とし、蒸發乾涸し、尙暫く熱し、冷後鹽酸で濕ほし、

水に可溶物を溶かす、若し矽素あれば、器底に無水矽酸の砂状となつて存在するを見る。

分析法 一般試料と所謂フェロ、シリコン(矽素鐵)との分析は異なる、この二つの分析法は夫々次の様にする。

- (一)一般試料 〇・五瓦を秤取し鹽酸一〇 銖を加へ分解する(若し硫化物である時は硝酸二
- 一三 銖を加へる)、沈澱は殆んど無水矽酸である、冷後温水で稀釋し、濾過し、良く洗ひ乾燥し、白金坩堝(磁製物は絶対に用ゐてはいけない)内へ出来る沈澱を離し入れ、濾紙は燒いて灰化しこれに加へ、この約五倍量の熔融合劑を加へ熔融し、温水で浸解し、鹽酸性として蒸發乾涸し、暫く一〇〇度以上に加熱し、鹽酸五 銖で濕ほし、再び乾涸し、次に鹽酸五 銖と温水を加へ可溶性を過かし、濾過し、初めは鹽酸性温水で次に温水で十分に洗滌し、乾燥し、豫め秤量せられある坩堝(この時は磁製にても差支へなし、熔融の場合は磁器が犯されて餘分の矽素が入るからである)、内へ出来る沈澱を離し入れ、濾紙は灰化してこれに加へ、十分灼熱して、冷後秤量して、沈澱の量を知る、無水矽酸(SiO_2)としてなれば、沈澱は即ちこれである、矽素としては、この沈澱量に〇・四六九三を乗すれば良し。
- (二)フェロ、シリコン 極細未試料〇・二一〇・三瓦を秤取し、其に熔融合劑八瓦、硝酸加里(硝

石) ○五瓦を良く混じ、ニッケル坩堝(白金製にても良いが、反應激しく、犯されて損じ易き故なり、鐵製は珪素を含む虞れがある) に入れ、注意して加熱し、溢出せざる様に最後に強熱し、熔融物が平靜となりし後、尙三〇―四〇分間強熱し、冷後温湯二〇〇 兊 中に坩堝共没入して浸解し、十分溶けたれば坩堝を取り出し、良く洗ひ、洗滌液を原液に加へ、鹽酸性とする(坩堝を没入せる時鹽酸を加ふれば、ニッケルが犯さる故いけなない)、この際器底に黒色物あれば未分解の試料である、而して蒸發し液量が五〇―六〇 兊 となりたれば、磁製蒸發皿に移し、重湯煎上で乾涸し、尙一〇五―一五度に三十分間程熱し、冷後鹽酸五―一〇 兊 で濕ほし、乾涸及強熱を前の如くして、又鹽酸で濕ほし、十分間程放置し、温水で可溶物を溶かし、爐過し初めは鹽酸温水で、次に温水で十分洗ひ、乾燥し、秤量する事、一般試料の場合の如くし、珪素として算出し%を定めるのである。

第四節 石 炭

この種類には、泥炭、褐炭(亞炭)、石炭、無煙炭などあるが、分析上には如何なる種なるかは一つの参考で唯所要の性質を定むれば良いのである、一般には%によりて、(一)水分、(二)揮發分、(三)固定炭素、(四)灰分、(五)硫黄分を或は(三)と(四)とを合して骸炭(コークス)分とする事もある、其他

(六)比重、(七)發熱量位である、一般燃料としての分析は上の諸件を見れば十分性質の良否は定まる、他の目的に特別に使用する場合は夫々に必要條件を見なければならぬが、本節では燃料としての分析に止める。

(一)水分 試料一瓦を秤量瓶に秤取して、一時間一〇五―一〇一度に熱し、冷後秤量し、又一五―三〇分間熱し、冷後秤量し前後重量一定なれば加熱の前後の差を水分とする。

(二)揮發分 蓋の密著する白金製坩堝に試料一瓦を秤取し、初め二分間は少煙で、次に煙を以て坩堝を包み五分間熱し(この間揮發分は燃え盡す)、冷後其儘秤量し、加熱前後の差より水分を差引たる揮發分とする。

注意 この際揮發分及水分を去りたる重量より坩堝の重さの差引たるものは骸炭(コークス)分である。

(三)灰分 水分、揮發分を去りたる殘渣即ち骸炭(コークス)分を燒き、完全に灰としたる後、冷し秤り、坩堝量を差引たるを灰分とする。

(四)固定炭素 水分、揮發分及灰分の總%和を一〇〇より減じ、残り數を固定炭素の%とする。

(五)硫黄分 これにはエシエカ法を用ゆ、即ち細分試料一瓦を小白金皿(五〇 兊 容程)に秤取

し、硫黄酸化合劑(無水炭酸曹達一と酸化マシネシウム(マグネシヤ)二との割に混ぜしもの)一五瓦を加へ、良く混じ、尙少量上部に振りかけ、初めは徐熱し、黒色煙を擧げない様にし、漸時に昇熱し、石炭を燃す、時々白金線で攪拌すれば一層良い、内容物が十分白色或ひは淡灰色となれば冷し、温湯五〇 銖 を入れ、攪拌して、ピーカーに移し、残れるものは少量の温水でピーカー内に洗入し、これに臭素飽和水一五 銖 を加へ、漸時沸騰し、静置する、この液が必要である、上澄液を濾過し、又五〇 銖 水を加へ沸騰、静置、濾過する事二回而して殘渣も濾紙上に移し、濾過洗滌する、濾液は總體二五〇—三〇〇 銖 程にし、鹽酸三 銖 程を加へ、沸騰して臭素は逃げ、透明液となれば、沸騰せる儘にて、熱鹽化バリウム液(一〇%)を一〇—一五 銖 を注意して徐々に加へ、暫く沸騰を續ける、硫黄は硫酸バリウムとなつて沈澱する、これを静置して濾過する。これより後の操作及計算は、硫黄の節に述べたのと全然同一になれば良し。

注意 本節の臭素水を加へ沸騰、濾過、洗滌せられた殘渣は、鹽酸に溶かして黒色粉が残るや否やを見る、残れば完全に石炭は燃えなかつた徴である、残らぬが良い。

次に硫黄分を特別の%として取扱ふ場合は、別であるが若し一般%に入れるならば、硫黄の%

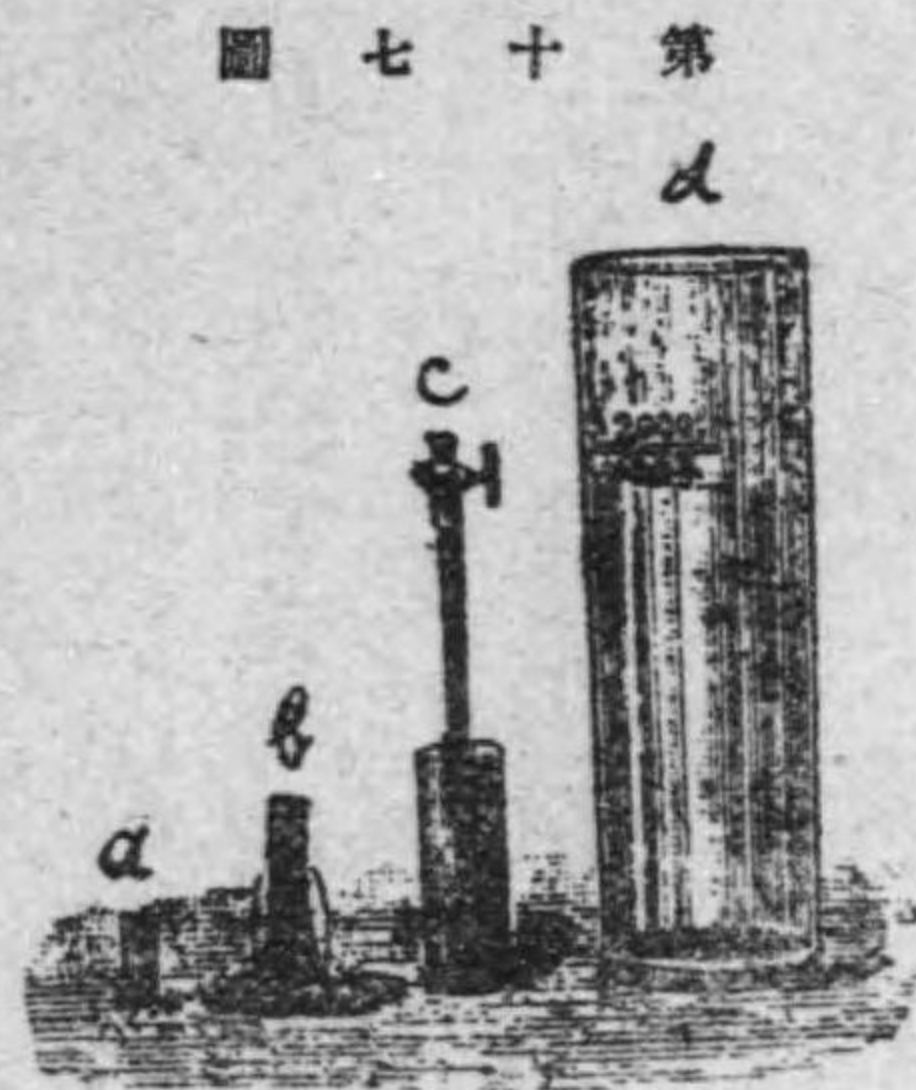
を一等分して、一つを揮發分より、他を灰分(骸炭分を見し時はこの%)より減ずる、然れば總%は一〇〇となる。

六)比重 一〇〇 銖 を測定せる容量フラスクに水(出来るなれば一五・五度の)を測定まで入れ正確に秤量し、これをAとし、次に幾分水を捨て麻實大の試料X瓦を同じフラスクに入れ約一時間程沸騰し、試料内に含まる空氣を全部驅ひ冷し、不足水を測定まで加へ(精密には、この時の温は初めて同温を要す)、秤量す、これをBとする、然れば比重は次の式で計算出来る。

$$\text{比重} = \frac{X}{X + A - B}$$

七)發熱量 一般に熱量單位は、カロリーを使用する、即ち一キロ瓦(一〇〇〇瓦)の水を攝氏一度(精密には四度より五度に)を昇す熱を一カロリー(即ち一キロ、グラム、カロリーといふ)とする。熱量を定むるには、測熱器を用ゐる、第十七圖は最も簡單な便利なもので、リユニス、トムブソン測熱器といふ、これを使用して測熱するには細末、試料二瓦と燃燒合劑(鹽酸)第十七圖加里三と硝酸加里一)二〇瓦とを良く混合乾燥し、a管に入れ、導火線(綿絲に硝石液を浸たし乾せる物)深く挿入し、b上に載せ(圖に依ればbの中央に細長き棒状の物あれど、これはaと同様の用をなす細き管を置きたるを示すのである)、而して導火線に點火し、手早くcの下部圓筒に

て完全に覆ひ（この際cの上部の栓を閉じる事を忘れていけない）、而してd圓筒内に挿入する、このdは上部の劃度まで水を入れて、其の温度を記し置く、然れば石炭は導火線により、燃焼劑に點火し、盛んに燃えて、c圓筒下部の細孔より氣泡を出し水面に進む、この間に熱は水に吸収せられる。十分燃焼せし後cの上部栓を開き圓筒内に水を導入し、これを上下し水温を一定とし、



温度を見て初めの温度と後の温度との差を昇度としこれをTとす、然れば次の式によつてカロリーは計算出来る、

$$\text{カロリー} = (T + \frac{T}{10}) \times 1,000$$

$\frac{T}{10}$ を加へるは器物のために温度の損するを補ふ意味である。

次に石炭が悪質で容易に燃えない時は揮發分固定炭素、

硫黃、灰分を知つて、次式で概算する、

$$\text{即ち カロリー} = 87.1 \times \{100 - (\text{硫黃}\% + \text{灰分}\% + \text{水分}\%)\} + 25.5 \times \text{硫黃}\%$$

右式は種々の實驗及經驗の結果より出來しものなれど、工業的の意味には不適當である。(終)

試金術

第三編 試金術

緒言

試金術は定量分析と同一意味で鑛石製鍊製産物或は貨幣の如き天然の又は人工的産物に定量操作を施して其價格を定むる方法で、これを

- (一) 濕式試金法
 - (二) 乾式試金法
- の二つに分つ。

(一) 濕式法は第二編で述べた、定量分析法がそれで、試料を酸アルカリ或は、其他の試薬に溶かし、溶液とし、其溶液に就いて、目的とする金屬或は非金屬を定量檢定するので、溶液本位である。これに依る事の出來る試料は目的物を0.01%以上を含む物即ち富鑛でなければならぬ。秤取せられる試料の分量も0.2—2瓦位で十分目的を達せられるものに限る。

(二)乾式法は試料中に含まれる目的金屬(金屬に限る)が〇〇〇一%以下の含有物に適當で所附貧鑛に對するものである。試料も一度に三―五〇瓦を秤取して、これに固體或は粉末狀の無水助劑を加へ、高熱で熔融分解して、目的とする金屬を或る特定金屬中に或は單體としての狀態に收集して、其含有量を檢定するのである。金銀鑛には實に適當の方法である。

これを定義的に概言すると

熱及適當な熔解劑(固體又は粉末の無水物)の助けによりて、試料(鑛石製鍊品、合金等)中の夾雜物又は不純物を分離し、目的物を純粹に集め、秤量檢定するのである。液體類は一切に用ゐない。

本編では金銀の試金法のみについて述べる、又一般に試金といへばこの意味に用ゐられるが普通である。

第一章 試金用装置及器具

第一節 天秤及爐

第一 天 秤

試金用天秤用な極めて微細なる物を秤量するのであるから、其装置は非常に精巧に出來て居て感應度も第二編に述べた化學用天秤よりは一層鋭敏である。本装置に屬する感應度及秤量限度は最高一〇瓦より感應は五十分の一應及最高一瓦より感應二百分の一應位のもを普通とする。

試金者は銀秤量専用として最高五瓦で感應百分の一應及金秤量専用として最高一瓦で感應二百分の一應のもの二臺を使用すれば實に便利で、且つ正確を期せられる。

装置の一般は化學用の物と同様で、分銅の性質は白金又は金(一八―二二金位)で分類は五瓦最高の物

五瓦(貳個) 壹瓦(貳個) 〇・五瓦(壹個)

〇・〇五瓦(壹個)

〇・〇〇五瓦(壹個)

及〇・〇〇〇壹瓦のライダー



(圖 一 第)

〇・貳瓦(壹個)

〇・〇貳瓦(壹個)

〇・〇〇〇貳瓦(壹個)

〇・壹瓦(貳個)

〇・〇壹瓦(貳個)

〇・〇〇〇壹瓦(貳個)

で天秤桿は化學天秤の如く百等分せられ、最端劃にライダーを掛けた時は〇・〇〇壹瓦(即ち壹厘)に當る。

壹瓦最高の物は、

- 〇・五瓦(壹個) 〇・貳瓦(壹個) 〇・壹瓦(貳個) 〇・〇五瓦(壹個)
- 〇・〇貳瓦(壹個) 〇・〇壹瓦(貳個) 〇・〇〇五瓦(壹個)
- 〇・〇〇貳瓦(壹個) 〇・〇〇壹瓦(貳個) 及 〇・〇〇〇五瓦(壹個)

で、天秤桿は少し趣を異にし、二百等分せられ、一劃が二百分の一厘に相當し、中央より百劃度目は〇・〇〇〇五瓦即ち二分の一厘二百劃度目は〇・〇〇〇一瓦即ち一厘となる様に出來て居る。然しこれに屬するものはライダーが二分の一厘即ち〇・〇〇〇五瓦なるより、他の分銅を實際表記物重量の半量の重さとしあるものがある。即ち分銅には〇・〇五瓦とせられながら實際は〇・〇二五瓦である。かゝる物は、天秤購入の際に於て注意されてあるから誤る事はないが、試金者は、これを忘却して、良く誤算に陥る事があるから、注意しなければならぬ。例へば秤量の結果分銅(表記字を元として)は總計〇・〇〇四瓦で、ライダーの方は二百分百三十五即ち〇・〇〇〇六七五瓦(〇・六七五厘)であるとする然れば秤量された物の重さは〇・〇〇四六七五瓦でなければならぬ。

いのが分銅の實際が半量なるために實量は〇・〇〇二六七五瓦である。この點は十分注意して、萬萬誤算なきを要する。

使用は注意に注意して、丁寧に扱ひ決して、粗暴であつてはならぬ。

第二 爐

この物は種類は多いが大別すると次の様になる

- 風爐
 - 不可動風爐(主として固體を加熱料とするもの)
 - 可動風爐(主として瓦斯液體を燃料とするもの)
- 試金爐
 - 不可動熔爐(主として固體加熱料を用ゐるもの)
 - 可動熔爐(加熱料の種類によりて其構造を變ずる)

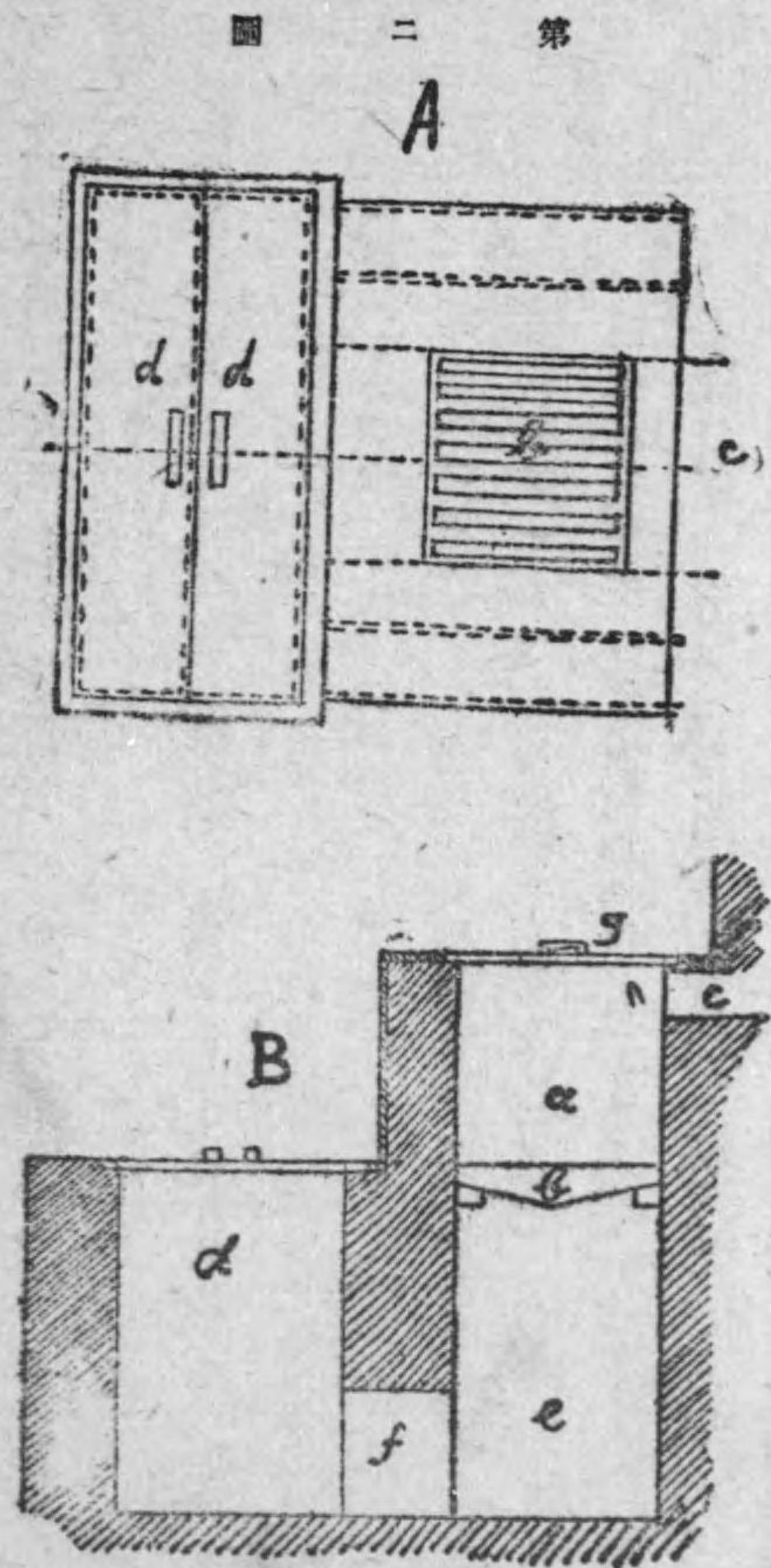
而して爐の目的は試金試料の試薬と調合せられたものを加熱熔解又は收集揮發酸化等の作用を與へる、加熱装置で

風爐は主として坩堝法による試料の熔解及鉛錠(金銀試料を熔解操作後出來し鉛塊をかくいふ金銀を含む)生成に使用せられ、焔及熱氣流が直接に利用されるので、

熔爐は皿熔解法及坩堝法の一分枝である臺付坩堝使用の熔解に使用せられて、矢張鉛錠を生成

するにあるが、焔及熱氣流で一室(焙室)を熱し間接に内部に入られたものを加熱するのである。主なる用途は、生成せられた鉛錠の灰吹操作にあるので、他の臺付坩堝の加熱の如きは例外の使用である。然し都會などの瓦斯供給設備の整へる所では焙爐で諸操作を行ふて居る。

(一)不可動風爐 第二圖は其一例でAは平面圖Bは縦断面圖である。Bの爐身aは正方形で、内



法約一尺平方高さは、火床bより爐蓋gまで約一尺火床bより爐蓋cまで約八寸、煙道dは幅約一尺高さ二寸位で灰床e部の高さは約一尺六寸餘、通風はdの扉の開閉の大小で、fを通じて調節する、又煙道部に扉を造つても良い。爐部及び煙道、通風部等の周囲は煉瓦積として、内部に耐火粘土を塗り又は總體を耐火煉瓦積として造られる。尙これ等の外周に鐵板を張る事もある。火床には坩堝五―六個を入れ、燃料即ち加熱料は固體(石炭、木炭或は骸炭等)を用ゐる。前例は火床、其他一個であるが、實際上では一積み上げ基に一對即ち爐身、火床、灰床、通風等を二個宛を造つた方が良い。大抵は皆この一對建造をする、而して使用を交代にするのである。何れの場合にする爐の主要部の大きさは前例位の物を適當とする。

次にこの不可動風爐といふ理由は一定と場所に建造すれば自由に位置變動を爲し得ない點にある。

(二)可動風爐 不可動風爐の如く一定所に置くといふに對しての言で、絶對に不可動といふ意味ではない。通俗的に簡明すれば家庭の臺所用焔爐(炭火、瓦斯の何れにても)は一つの可動風爐である。

こゝに、獨逸ベルリン鑛山大學で使用せられるといふ、特種形の可動風爐なる物がある。其要

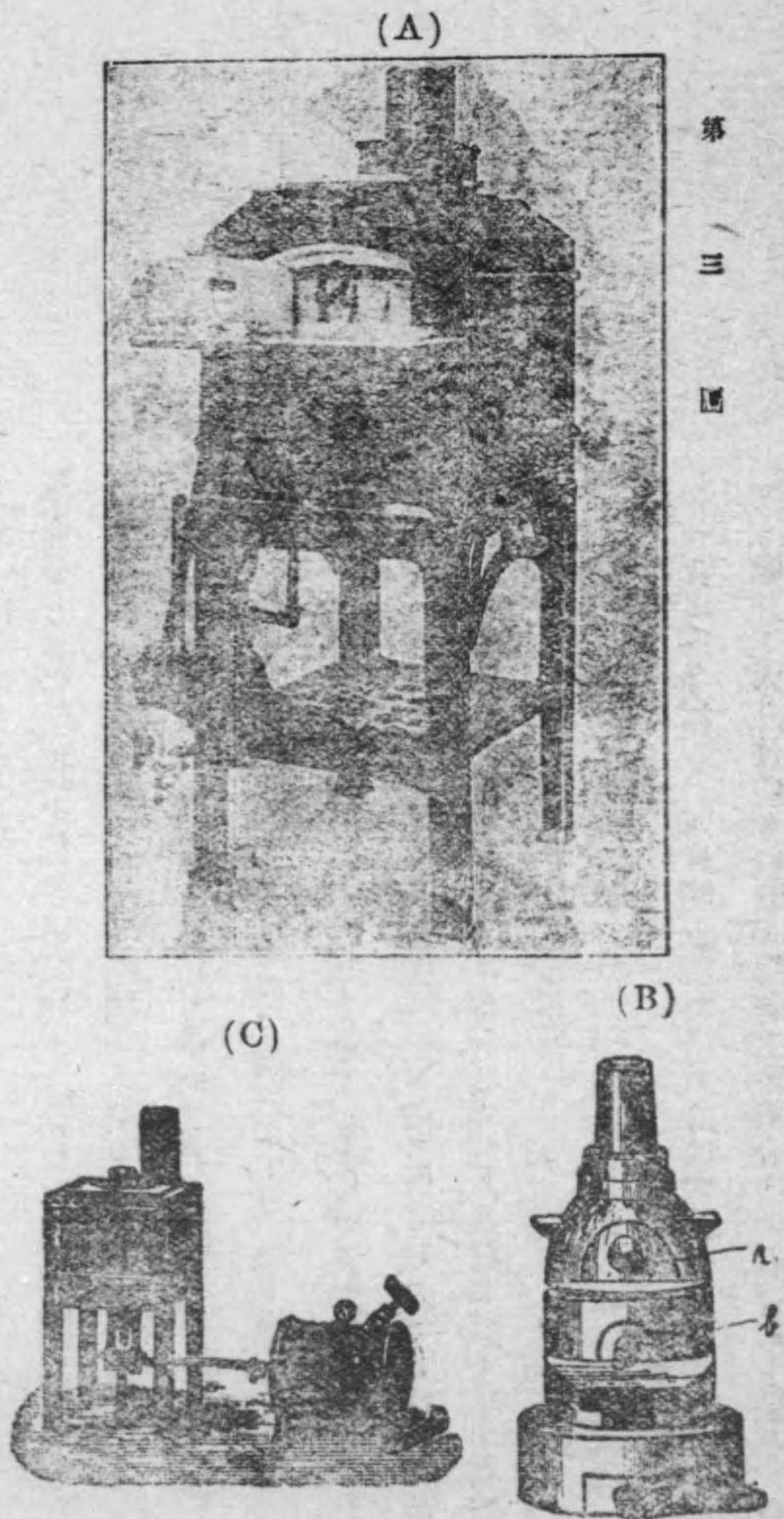
點は前例と同じ様なもので(場合には一基に一對火床等は造らるべきも)、爐身(a部)と灰床(e部)とが自由に取り換へ出来るもので前圖のf部を大とし、通風部とすると同時に灰床出入口となるのである、而して爐身は試金試料及試藥の關係で場合々に適應する性の物と換へるのである。

かゝる特種物を除いた他は大抵圓形、又は角型の粘土製又は粘土製鐵張りで、坩堝の一四個を入れ得る大きさで、一言に盡せば、冬期に使用する暖爐ストーブに類似せるものと見れば良い。加熱料は固體の外瓦斯又は液體にても使用する事が出来る。

(三)不可動熔爐。これは不可動風爐の餘熱を利用するために爐身の上方又は煙道と爐身との交點部邊を少し大きくして、そこに熔室フュル(熔室に就いては後述する)を裝置し、以て熔爐の用を辯せんとするのである、即ち實際からいへば熔爐のみの不可動物はない理で、不可動風熔爐いふべきものである。

(四)可動熔爐。これは試金者が研究室で良く使用するもので、都會などの研究的或は分析業者は特に必要とするものである。第三圖は例である。加熱料は大抵のものは利用出来る。

圖中Aは瓦斯用の熔爐で、外部は鐵板で張り、内方は耐火粘土で塗り、其中央部に熔室を裝置し



である。PPのブリーを利用して動力によつて運轉をかけ、空氣を燃焼せる瓦斯部に吹き出し燃焼を完全にすると同時に熱度を高めて、熔室を赤熱するのである。

Bは全體粘土製で加熱料は固體である。aは熔室部でbは加熱料投入口、下方の蓋は灰取り出し口である。

Cは液體加熱料用のもので、爐部大體の構造は、Aと同じである。圖の右方の圓筒形物より空氣と油との混合瓦斯を管により爐部に送出して、燃燒加熱するのである。

圖 四 第



(五)熔室(マツフル) 粘土製で大きさは一定なせいが形は第四圖に示した様で、一方口の物で、口の反對側の粘土壁の中央邊に孔積一平方時—四平方時の通氣孔を通じて居る。この物は熱のために破損し又は皿熔解法の際溢出せし熔融液のために腐蝕穿孔せられ易い故に時々、取り換への必要がある。依つて常に所要爐に適合する熔室數個を準備して置かなければならぬ。

第二節 粘土具

(一)燒皿(焙燒皿) 耐火粘土製で、大きさは大抵直徑二寸五分—四寸深さ四分—六分位のもので、熔解上不都合の鑛石、即ち硫化、砒化

圖 五 第



アンチモン化合物を焙燒して、硫黃、砒素、アンチモンを除くに使用する。

(二)熔皿(熔解皿) 第五圖はそれである。矢張粘土製で形は燒皿に類して居るが、小型で徑一寸五分—二寸五分、深さ三分五厘—五分五厘位で底部の厚さは三分以上でなければならぬ。而して各部の素質は一定に出來て居なければ、熔室で意外の失敗に終らされる事がある。用途は鑛石試料と二—三の試薬の少量混合物を熔室で熔解して鉛銨生成に使用せられる。

(三)坩堝 第六圖の普通形狀のもので粘土製である。大きさは口徑三寸高さ五寸位のもので主用物で使用の目的により、大なるも小なるもある。用途は試料と熔解劑と混じたを爐で加熱し、熔解し鉛銨生成に使用せられる。この坩堝は熔皿と異り多量の試料及熔解劑を壺内に入れる事が出來て貧鑛試金には便利である。

圖 六 第



の粘土製物は一回の使用で、捨てなければならぬが、この合金製坩堝は幾回も用ゐられ有効とせ

らる。然し一回使用せる後には、熔解鍍が完全に取れずして附著し残り、次回の使用の際にはこれが又熔解して混入する、而して金銀試金の時鍍は多少の銀分を含むといはれる故補正料として大切なものである、従つて坩堝に附著し残れるものは全量に比して極少量とはいへ、試金者の正確を期するといふ考へよりせば、實に不都合な理である。

(四) 臺付坩堝(チュツテ) 一種の坩堝變形である、このものは鑛山又は精鍊所などが坩堝を主用するに對し試験所又は研究所で熔爐を利用し坩堝熔解と同様操作をなすに主用するのである。簡便で坩堝代用に適當なのである。大さは口徑約一寸五分で下方に張れる即ち下太したよとの高さ二寸五分程の臺付である。このものは熔解皿では少過ぎ坩堝では大に過ぐといふ如き場合に適當する(然し坩堝も形に大小があるから一概に臺付坩堝が便利ともいへない)。而してこの坩堝の臺は上部を破棄せられた後蓋に利用する様に出來て居る。

注意 以上述べた燒皿以下臺付坩堝等の諸物の性質は各部一定の組成で、堅實度も不等であつてはならぬ、又火の熱度の急激な變化に碎破する様ではないけない。外界より熔室、或は風爐中の高温度に入れた時又取り出した時及赤熱中鐵挾の如き冷物で一部を挾みし折などに十分耐火度が高熱に熔融してはならない。而して組成が一定でない、熔解操作中熔融試薬

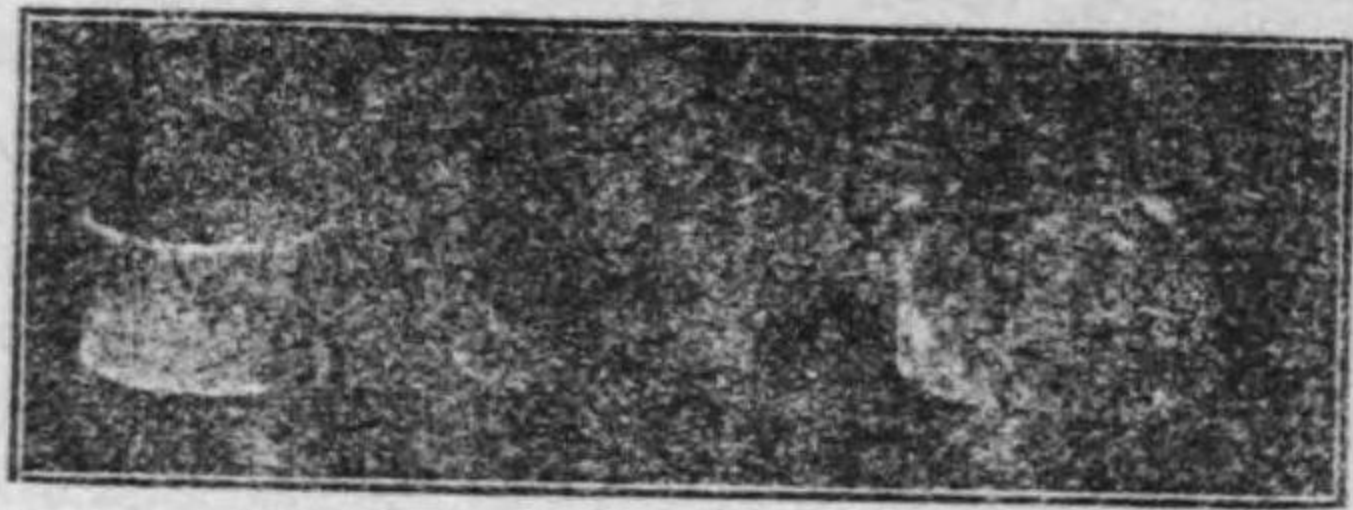
のために柔軟部が著しく腐蝕せられ場合には孔を生じ、折角の操作も失敗となる事がある。

(五) 灰皿(キニューペル) 骨灰を以て造れるもので、合金銀の鉛を、この皿内で高熱で處理すると鉛は酸化吸収せられて、金銀粒を残す、この作用を灰吹といふ、この操作法に用ゐられるのである。其形は第七圖に示す様で、大さは、高さ七―八分直徑一寸―一寸二分位の上面の深さ一分五厘―二分の皿形である。

これを造るには骨灰(馬、牛又は羊骨灰で白色又は淡灰色物)に、水(少し炭酸加里を含ました)を加へ、捏ね、約一二%(骨灰に對し)に及び濕潤が平等で握つて辛ふじて塊る位が宜しい。これを灰皿朔型機で壓搾して造る。

この機は第八圖に示す様な形で、a部に骨灰の捏ねたものを入れ、cなる柄に左右の往復運動を與ふるとPP'は回轉し、dなる壓搾槌の下の所へ骨灰を滿した孔が來る、この時bなる桿に適當な力を加へ上下に數度動かし、次に柄を左に動かし(この時Pのみ回轉する、而してPの下に、これに適合する

無底孔に一致する様になる)、bを軽く下方に壓せば、豫めP及P'板の下に受けられたる手中に成形せられた灰皿は落入する。次にb,dを上げ置き、柄を右へ動かせば、又骨灰を滿せる孔は來



第七圖

第八圖



りの良い日蔭(藏、又は物置の様な所)で少なくとも三週間以上乾燥して使用に供する。有孔板の孔は規則正しく穿ち、大きさは徑五分程で、數は一板に五〇位を適當とする。

灰皿は造る間に朔型及壓搾槌dの汚損によつて、亂れた形(殊に皿部の周)のものを出す、かゝる時に出來し灰皿は碎きてaに入れ、而して朔型槌を布で拭い清めて、次で造り方にかゝらなければならぬ。形の亂れた灰皿はいけない。

尙灰皿朔型機には、一箇の大形骨灰板に四箇の皿部を造れるものもある、其他機の構造によつて種々と變化さす事も出来る、然しかゝる物は普通用ゐない。

次に灰皿は試金銀上に缺く事の出來ないもので、これを造る事に就いて條件が種々ある、即ち

(一) 灰皿は製造せられた後可成徐々に乾燥せなければならぬ(前述せる乾燥方はこの意味に適當する)、而して使用の前に十分灼熱して、尙殘れる水分、揮發分を除いて置かなければ、實際上鉛錠熔融の時發生する瓦斯のために飛跳損失を來す場合がある、この灼熱は焙室の時赤熱の時より初めて一〇—二五分で十分である。

(二) 灰皿は白色を呈して決して、動物又は植物炭を含んで居てはならぬ、然らざれば、これがため焙燒の時酸化吸収せられた鉛が、還元せられ而して炭酸瓦斯を發生し、内容物を飛跳損失さす事(一)の場合の様になる憂ひがある。

(三) 灰皿は適當の堅さ(これは經驗の結果で一概に言へないが、前述した第八圖の灰皿朔型機を使用する場合にはり桿を強く三—四回急激に上下動する位で目的に適當する堅さである)を持つて居て、粉の大きさは八〇目篩を通した位が良い。若し灰皿が密實に過ぎると熱のために裂け易く又酸化鉛を吸ふ時間が多くなり、従つて銀を損する機が多い、又反對に粗であまりに多孔であると、酸化鉛を吸ふ事早く、これに伴ふて金銀を吸はれ損失となる。

(四) 灰皿は赤熱せられた時何等の變化を受けず、且つ裂け又は瓦斯を發生せず、尙骨灰の不純

含有質と熔融して一種の鍍の如き物を生成する様ではないけない、熔融物の出来る時は、操作中鉛を被覆して進行を防げる。

(五) 灰皿は重量三〇—四〇瓦位で、この上に置かれる鉛錠の重量より重いが良い、然らざれば鉛は吸収され盡さない。

以上は十分注意せられるべき點である。

尙現今は骨灰の代用として建築用のセメントを用ゆ。廉價で得易いのと、骨灰より酸化鉛の吸收力の大なるを賞せられる、故に漸時に擴く用ゐられる様である。このセメント灰皿に對する要件は、凡て骨灰灰皿と同一として良し。

而して骨灰製もセメント製も共に一回使用にて捨てられるのである。然し鉛を吸収して居ないところを集めて(セメント及骨灰の何れも)、灰皿製造原料とする事が出来る。

第三節 器具

(一) 匙。これは普通の形状で金屬製の物が良い。試料と試薬との秤量混合などの際角質製のもの或は有機物を入れ或は濕氣のために調合物を附着する不便があるが、金屬製物は乾燥も直火で行ひ得従つて角質物の様な欠點は起らない。尙分量匙といひ、一掬ひ何瓦など、概量を得られる

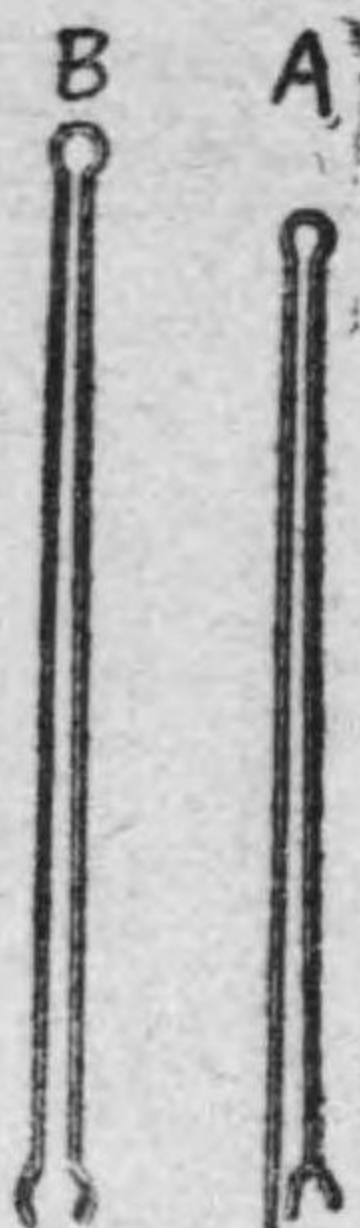
もの、又藥刀スマナエラといひ鐵(上等物は鋼葉の幅六分長さ八寸程の柄付で、塊を切り碎くに用ゐる、且つ匙の用をもなすもある。

圖九第



(二) 坩堝挾。鐵製の第九圖の如き形をして居る物で、幅五分厚さ一分位の棒で造り、長さ二尺程である。爐中に坩堝を出し入れするに用ゐる。

圖十第



二尺程で棒の大きさは(一)のものと同様である。一端は圖の如く徑約一寸五分位の半圓形とし他端は直棒として置く。使用法は半圓形部を皿の下方に入れ、他方の棒で皿の縁を抑へ以て熔皿を保持し、熔室への出し入れを

する。これこれで臺付坩堝を取扱ふ事が出来る。

(四) 灰三挾。第十圖のBは、これを表はす、鐵製で大きさは(三)と同様である。これは灰皿の胴を保持するのである而してこの大きさは灰皿の周より少し小さい位が良い。

(五) 灰搔。第十一圖の様な形で徑三分程長さ二尺程の鐵棒に徑約一寸五分程の半圓鐵板を付した



圖一十第
もので、熔室内に敷く骨灰の掻きならし又は火床の灰落しなどに用ゐられる。

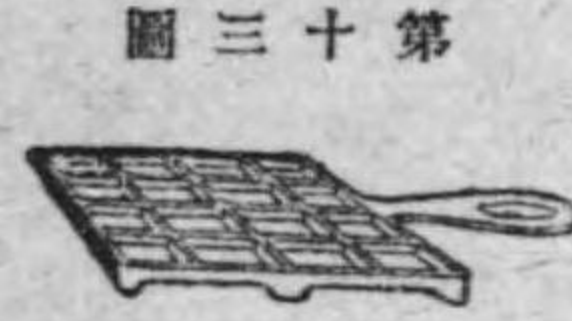
(六) ^{インゴット、モールド} 型 第十二圖は其一例である、鐵製で、厚さ一寸五分—二寸幅六寸長さ七寸五分—八寸程のものに徑約一寸深さ一寸二分—一寸五分位の孔を規則正しく穿ちあるものである、其他の形のものには厚さ二寸五分幅二寸長さ五寸位の鐵板に徑約一寸五分深



圖二十第

二寸程の孔を二箇穿ち、尙この鐵板に柄を付したのものもある。これ等の鑄型は使用する時孔内壁に紅柄又は白壺を塗つて乾燥して置き、熔皿、坩堝又は臺付坩堝の熔融物を流し込み、鉛錠を沈積固化するに用ゐる。取り出す時は型を槌で強く擣げば良い。

は型を槌で強く擣げば良い。



圖三十第

(七) 灰皿盆 第十三圖はこれで、薄き鐵板製である。大きさは種々あるが、所要の大きさの鐵板上に鐵板で高さ五分で一寸五分角位の格子を造つたものである。操作後の鉛錠又は灰皿を混同せしめない様に持運ぶに便である。

(八) 鐵砧 これは大小の二種必要で試金の際得られた金銀含有鉛錠を擣き、鍍を除くと同時に方形とするに用ゐる大形(銀冶場に用ゐる手工鐵砧の小形(高さ八寸砧

面三寸に七寸位の(一)ものと灰吹操作(後述する)後得られた金銀粒の微細物を擣く砧(鋼製の高さ一寸五分平方位大抵箱入となりあり)のものとの二つである。



圖四十第

(二) 銀粒挾 第十四圖はこれである。挾部は十分完全に接著し尖端部は一層注意を要する、これは灰皿上に出來し微量の金銀粒を堅く挾みて取るに用ゐられる。

(三) 其他
(一) 火消壺 風爐に残りし火は火床及灰床より掻きたし爐前で水を掛け消すが良い、然し可動熔爐にて火を瓦斯又は液體に取るものは給瓦斯栓を閉ぢて消すも、固體物は通風孔を閉ぢ或は火消壺を利用する。

(ロ) 水桶 熔室又は火床に於て赤熱せられた鐵器具類を急に冷し又は急發せし不慮の火を消すために、

(ハ) 灰壺 灰床より取り出せし物、或は試金操作後の鍍又は坩堝熔皿或は灰皿の廢物及破碎物の如き投捨すべき物を收容する。

(ニ) 鍍 風爐灰其他破捨物の體積せるものを掬取するために準備して置く。

(ホ) 塵取及手筈 熔室内又は爐周を掃き清むるため。

(ヘ) 紅柄捏ね壺及筆 坩堝、熔皿、灰皿又は臺付坩堝等赤熱せらるべきものに符號を記し一般の日常品では熱のために消える紅柄はかゝる憂ひなし) 又は鑄型の孔内に紅柄を塗るに用ゐるために準備するのである。紅柄は水で適當の乳劑として用ゐる。

第二章 試金用試藥

試金は、小器内で、種々な作用を爲すのであるから、試藥も從つて其種類が多い、又一の試藥で數種の作用に應用せられるものもある。次に試藥類の表別を示す。

(イ) 還元劑 木炭、小麥粉、酒石($C_2H_4K_2O_6$) 酒石乳($C_2H_4KO_6$) 砂糖($C_{12}H_{22}O_{11}$)

澱粉($C_6H_{10}O_5$)

(ロ) 酸化劑 空氣 密陀僧(PbO) 鉛丹(Pb_2O_3) 硝石(NO_2K) 鹽酸加里(ClO_2K)

(ハ) 熔解劑

(一) 酸性熔解劑

硅砂(SiO_2) 硼砂($N_2B_2O_7 + 10H_2O$) 硼砂硝子(硼砂無水物) 硼酸(BO_2H_3)

重硫酸加里($HKSO_4$)

(二) 鹽基性熔解劑

重碳酸曹達(重曹) 無水碳酸曹達 炭酸加里 密陀僧 螢石(弗化石灰)

(ニ) 脫硫劑 空氣 鐵 木炭 硝石 密陀僧

(ホ) 硫化劑 硫黃 金屬硫化物

(ヘ) 收集劑 鉛(金銀)

(ト) 分解及揮發劑 木炭 黑鉛 炭酸アンモニウム

(チ) 掩蔽劑 食鹽 硼砂硝子

大體右表に盡されてある。これ等の物を順次作用及應用を説くと。

1) 還元剤の作用 a なる金属の酸化又は其他の複化合物より a 金属が収集された時、金属は還元されたといふ。

還元剤は、この作用を起さず使用されるのである、即ち還元作用をする試薬をいふのである。一般に化学的には或る一化合物中の酸素の全部又は一部が除かれ、或は水素の添加された時の事を還元といふ。試金上ではこの還元作用が必要である。

(一) 木炭 これは、最も普通に用ゐられるもので、粉末とせられ或は目的に依つては粗粒で使用される事もある。

(二) 小麦粉 これも容易に得られるもので一般に良く使用せられる。澱粉も同様の作用である。

(三) 酒石 この物は(一)(二)の物の様に強い力は表さないが、除々に還元さす必要の際應用せられる。酒石乳、砂糖も、この意味に適するものである。

以上の物は強作用或は軟作用であるかは容易に知られるが、其試金上に表はれる還元力なるものを檢定して置かねばならぬ。然し一方から考へて價格の點も考慮せなければならぬ。還元力を檢定するには大抵次の様にして定められる。

密陀僧

還元剤

無水曹達

砒砂

食鹽被掩

(1)	六〇 _g	(木炭)	一 _g	二 _g	二 _g	深さ1/2吋
(2)	同右	(酒石)	三	二	二	同右
(3)	同右	(小麦粉)	二	二	二	同右

右の夫々の調合を良く混和して、坩堝に入れ、十分に熔融して、豫め紅柄又は白壺を内面に塗つてある、鑄型に流し込み、鉛錠を造り、秤量(清潔な上皿天秤で十分である)する。而してこの結果の重量が夫々に、

(1) 二九瓦 (2) 二四瓦 (3) 二六瓦

であつたとする、然れば還元力は夫々の使用せられた試薬の瓦數で除した商を以て定める。即ち

(1) 木炭は 二九

(2) 酒石は $24 \div 3 = 8 \dots \dots \dots$ 八

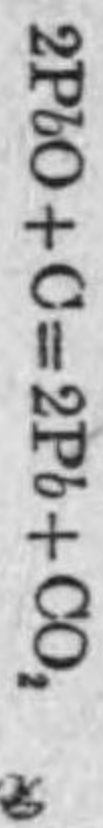
(3) 小麦粉は $26 \div 2 = 13 \dots \dots \dots$ 一三

である。木炭の純料物は、正密の試験の結果は三四・五であるが、右の結果と大差のあるは不純物の關係である。

要するに還元は試薬中の炭素を利用するので、夫々の還元力によつて使用量を定めるのである

(112)

又この場合の化學的變化は次式で解せられる。



ロ) 酸化劑の作用 試料中に含まれる、不純物或は不用物を酸化して、試金に好都合の物に變化するのである、即ち難溶性の不純物を可溶性とし或は硫黃、砒素、アンチモンなどの有害物を、酸化發散せしむるなどの働きをする。

この場合硫黃、砒素、アンチモンを除く使用は、一面には脱硫劑と見る事が出来る。作用の點還元と全然反對である。

(一) 空氣 これは日常目撃する事で、焙燒は空氣で酸化作用をするものである。

(二) 密陀僧 この物は黄色粉で、金銀試金には缺く事の出来ない物である。試料と共に熔融する時は自體に持つ酸素を遊離して、他物を酸化するのである、而して其作用は隠かに進む、又過剰の密陀僧は試料中の不用物を可熔鍍とする。

(三) 鉛丹 これは赤色粒で密陀僧よりは酸化力強大であるため、往々必要の金屬を酸化する事がある、故に餘り用われない。

尙鉛は銀を含むことが普通であるから、金銀の試金に用ゐるものは、含銀量を検査して置か

ねばならぬ、其方法は次の様にする、即ち

鉛酸化物

四瓦

無水曹達

二瓦

酒石

二瓦

(硼砂硝子 少量振り掛け)

右の混合物を熔解皿に入れ熔解し、鉛錠(熔解操作後出來し、鉛塊を斯くいふ)を還元力檢定の如く造り、鍍を髒いて除き、灰皿上で熔室内で高熱し、鉛を酸化除去(一部は揮發大部分は灰皿に吸収せらる)して、銀粒を得、秤量して定める。大抵の場合は〇・〇〇〇七%である。

(四) 硝石 無色の結晶物である、強力な酸化劑で、脱硫作用もする、坩堝試金法では廣く應用せらる。この硝石は低温で亞硝酸加里と酸素とに、高温で亞硝酸瓦斯と酸化加里とに分解する。硝石の酸化力は實驗の結果一瓦毎に鉛錠の四瓦を酸化減少する即ち四の力を持つとせられて居る。

ハ) 熔解劑 この物は試薬の作用で(1)不溶解性を分解して、他の新しき結合可溶性物とし、必要金屬と混合若しくは結合する他物を熔解又は分離し(2)金屬を一箇所に集める様にし又は合金を造る。(場合には合金となるを防ぐ)。これ等の作用の關係より(一)酸性(二)鹽基性の二種に別ける。

(113)

(一) 酸性熔劑の作用

金屬の酸化物炭酸化合物又は土質物なる鹽基性試料の熔解に用ゐる。

(a) 矽砂 必要なもので、透明石英又は白砂を粉末とせるもの、又は鉛、砒素を含まない硝子粉などを用ゐる。

化學的にいふと、無水珪酸である。實際上鹽基性試料を熔解する時、矽砂が不足であれば容器(熔皿、坩堝、臺付坩堝)の内壁が腐蝕される、鹽基度の強き程甚だしく、場合には壁を破られる事がある、又過剰の時は難熔性を造る憂ひもある。従つて共存する鉛と合したために鉛錠を減ずる。

(b) 硼砂又は硼砂硝子 白色結晶物である硝子の方は結晶物を焼いて無水物として、粉細したものである、実際には硼砂硝子を多く用ゐる。このものは酸性及鹽基性の兩作用が出来る。

(c) 重硫酸加里 無水物は白灰色の結晶塊である。難熔の礬土、過酸化鐵などを熔かすに便である。

(二) 鹽基性熔劑の作用

酸性試料即ち珪酸質に富んだ物に混入するのである。

(a) 重炭酸曹達及無水炭酸曹達 この二者は熔劑として、必要な物で、重炭酸曹達(重曹)は焙焼中に炭酸瓦斯及水分を失ふて無水炭酸曹達となる、而して價も廉であるから廣く用ゐられ

る。又木炭或は小麦粉と混じり所謂黑色熔劑とする時に單獨の場合よりも一層好良の結果があるといはれる。本劑は鹽基性熔劑の他に脱硫作用もある。

加里鹽は高價のため餘り用ゐられない。

(b) 螢石 效力の大な熔劑でカルシウム、バリウムなどのアルカリ土金屬の硫酸又は磷酸鹽を可熔性鎂とするに重用せられる。

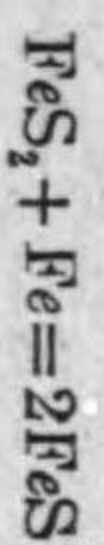
(c) 密陀僧 酸化劑の節に述べた如く一部は還元せられて金屬鉛となるも過剰の物は鹽基性熔劑として作用し珪酸其他金屬の難熔性を可熔性鎂とする。

(二) 脱硫劑の作用 硫化物は試金上殊に金銀試金には有害であるから、試料が斯るものである時は、この硫黄分を除かなければならない。然らざれば結果が不正確となり易い。即ち硫黄分を揮發するか又は他の害なき形に換へるのである。又一面からいふと硫黄の還元力(硫黄が酸化せられる場合酸素を取るから還元性を持つ)となるのである)を酸化して破壊するのである。

(一) 空氣 試料が硫化物である時、この粉末を焙焼すれば、空氣は作用して硫黄を酸化し大部分は亞硫酸瓦斯となつて除去せらる(一部は硫酸となり残る)、即ち脱硫はせられる。

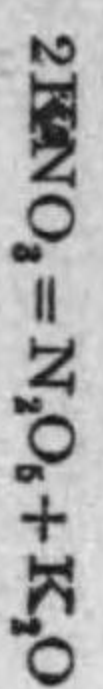
(二) 鐵 これは又同時に鹽基性熔劑である。實際上坩堝法で徑約1/8吋の鐵釘又はこれに相

嘗する線を中央部に挿入して熔解する時に鐵は試料中の硫黄と合し全部第一硫化鐵となり續いて鹽基性熔解劑と合して可溶性鍍となり試金の目的は達せられる。この場合の反應は次式の如くである。



(三)木炭 脱硫作用は木炭の還元作用で、硫酸鹽が硫化物となり、この物が熱氣流のために酸化せられて、亞硫酸瓦斯となり飛散し、金屬は酸化物となるのである、即ち二段の作用が起つて脱硫が完全するのである。

(四)硝石 この物の分解で出た酸素が、金屬硫化物を酸化して脱硫するのである、然しこの場合酸化カリウムの出来るために硫黄の一部は硫酸加里となつて残る、而して硝石の分解順序は次式の様になる。



この遊離した酸素が作用するのである。



(五)密陀僧 高熱が硫化物と作用して硫黄を酸化して飛散さし、自體は金屬鉛となる、この場合の化學作用は次の如くなる。



(ホ)硫化劑の作用 金銀試金以外で銅鉛などの金屬を鍍中に集める目的で使用する場合に應用せられるので、試薬としては硫黄、金屬硫化物である。

(ハ)收集劑の作用 定量目的の金屬を一所に集める作用をさすものである、要するに一合金の生成である。

(一)試金鉛 金銀鍍試金に必要缺くべからざるもので、微粒状又は葉片状となつて居る。一般に純粹鉛といはれるも金銀試金に用ゐる際は、含銀量を檢定して置かねばならぬ。この方法は密陀僧檢定の場合も同一で熔解皿に鉛二瓦無水曹達二瓦とを混じ入れ上面に硼砂硝子少量を振

りかけ、熔解し鉛錠を造り、灰皿で鉛を除き銀粒を秤量して%を定めるのである。大抵〇・〇〇七—〇・〇〇〇八%を含む。

(ト)分解及揮發劑の作用 試料中に含まれる有害物を除くために使用せられる物である、一面から考へると已に述べた脱硫劑と重複する様であるが、其とは少し意味を異にする點がある。

(一)木炭及黒鉛 培燻操作の際に硫酸鹽又は砒化、鉍化物を分解し、硫黃、砒素、アンチモン
の如きを酸化し揮發し又は揮發し易き新物質に變ずる作用をする、即ち還元、酸化の兩作用を
するのである。

(二)炭酸アンモニウム 硫酸鹽殊に硫酸銅の如きを焙燻に際し、金屬を炭酸鹽とし、硫酸根と
アンモニウムと合し揮發せしむるのである。

(チ)掩蔽劑の作用 坩堝法の場合及容器が熔融飛跳するを防ぐために試料調合物の表面に厚く敷
く物である。

(一)食鹽 成る可く硫酸鹽を含まない物を、一度焼いて用ゐる、この物は容易に熔解し、比重
も軽いから表面に浮びて、還元せられた金屬類、其他有用質を直接空氣に觸れさせない。

(三)硼砂硝子 食鹽の代用に時々用ゐられるのである。

第三章 試金操作法(金銀)

第一節 鑛石の存在及檢出法

(一)鑛石としては存在の豊富な物でない。

金は主として石英質に富んだ所に出る。而して自然金として出るが主で往々に合金を造つて居
る事もある。又白金屬元素(イリヂウム、オスミウムの如き)、銅、銀、鉛、蒼鉛及水銀など、伴
出する。尙砂金は河床の砂中より出る。

銀は金と同じく自然銀として炭出するが多くは硫化銀で、尙砒素、アンチモン、銅、鐵、水銀
等と結合して出る。何れも銀鑛の主要物である。或は方鉛鑛、閃亜鉛鑛、黃銅鑛、礦鐵鑛、黃鐵
鑛等の内に夾雜して出る。

(二)檢出法

(イ)金 一般に金は極微量を含むもの故に乾式試金法を利用して見るを最も便とし又其を以て定
量も終るからである。然し濕式に依る事も出来る。即ち試料粉末一〇〇瓦を磨り合せ完全な共栓
瓶に入れ純粋なエーテルと臭素とを混ぜる液(ビーカーを冷水中に浸し、初め臭素の少量を入れ、

次にエーテル一滴宛を加へる)を滴々に落とし、全體が一様の濕潤となつてから、二時間程動搖する(臭素は瓶内に瓦斯となつて満ちる)。次に水五〇銖を加へ栓して、又時々振盪しながら二時間程放置し、濾過し、而して濾液が五分の一容となるまで、蒸發し、少量の臭素を加へ、これを試験管に入れ、第一鹽化錫液を少し過剰に加へ、白紙上に立て上方より見る。この時金があれば、其分量の多少によつて紫赤色又は淡紫色となる。若し試料が硫黃、砒素、アンチモンなどを含んで居た時には一度焙燒するを要する。

銀。金と同様に乾式法に依つても良いが、濕式では鑛石粉末をビーカーに取り(貧鑛の場合は粉末を撈掛け法により主要成分を集め)硝酸で處理して、蒸發乾固し、冷後稀硝酸(一、二)を加へ沸騰して濾過する、若し液が透明でなかつたならば再三濾し透明とする。この濾液に稀鹽酸を靜かに加へ、二液の接觸部に白濁を生じたれば銀は存在する證である。

撈掛け法とは容量二五〇—四〇〇銖の鉢(蒸發皿、木椀、塗椀の如きもの)に試料粉末一匙を入れ水を加へ攪拌し透りながら水を流すと同時に輕質物を除き又水を入れ、同様に操作し金屬化合物の如き重き物を殘すのである。殘物が少なれば新しき試料を追加しても良い。

合金。試金石(上等の基石)の清淨面に數條痕を附し、これに稀硝酸を滴下して見る、この時線

が初め白色なりしに、これが消へ黄色又褐色となる場合は、金は存在すべく、若し依然輝白色なれば大抵は白金である。又滴下硝酸溶液に青色味があれば銅の存在するのである。この硝酸液に稀鹽酸を靜かに加へ、白濁が出たれば銀がある證である。

第二節 試料の性質と試薬調合及溶解法

第一 試料の性質

試料の状態が如何であるかは兎に角、豫め性質を知つて置く必要がある、然らざれば試薬を如何に調合すべきか不明となる、この豫察をする事は重大條件である。

豫察するに試料が塊狀又は粗粒狀であれば熟練によつて肉眼又は眼鏡で知る事が出来る又粉狀で黒色味あれば、恐らく硫化物であるといふ事が察せられる然し正確とは行かぬ、かゝる時は撈掛け法により主要物を集めて見る事が第一である。而して豫察によつて置くべき點は次の諸件である、それによつて調合は定まる。

- (一) 試料中の非金屬は如何な形か即ち硫化、砒化又は炭酸か或は酸化物、硅酸質か
- (二) 試料中に含まる、金屬は目的物以外には鐵、銅、鉛、亞鉛か或は是等の混合か
- (三) 試料に混在する岩石質は酸性か鹽基性か

上述の諸點の側知より試薬の配合は選定せられる。

第二 試薬調合及熔解法

試料が比較的富鑛で著量の硫黄砒素又はアンチモンを含まなければ皿熔解法により得（假りに貧鑛であるとするも、この方法によるを便とする物は多數の熔解皿を用ゐる出來た鉛錠を再三熔解合一すれば試料の多量を用ゐし事に一致し來る、而して鉛錠も最初硬質脆質の惡しき物も良質物とする利のある代りに、手数の繁雜な缺點はある）。

試料が貧鑛である場合で有害質を多く含まない時は坩堝法によるを便とする、これ多量の試料を用ゐる一度にて鉛錠を得、再熔解などの繁がない。

試料は凡て少なくとも八〇目篩を通ずる程度の粉末とし、秤量は上皿天秤で十分である、即ち多量の試料中微量の檢定をするのであるから誤差の導入は少ない。

(一) 皿熔解法

最も簡單な酸化熔解法で、凡ての鑛石に適する、而して坩堝法に不適當である亞鉛、銅、砒素、アンチモンを含む、試料に應用して非常に都合が良い。又坩堝法の様一度に多量の試料を用ゐないから、比較的富鑛でなければならぬ（然し既述の様に多數の鉛錠を造り再熔解で合一すれば

貧鑛にも適する）。

操作は試料三―五瓦に金屬鉛（試金鉛）五〇瓦（硫黄、石灰、亞鉛及砒素を含むものには七〇瓦）を取り、半量を試料と混じ、残りを混合物の上に振りかけ、次で硼砂硝子二―三瓦を一面に振りかけ、特に鉛と皿との接觸部に多くする。而して熔室（内部には厚さ二分程に骨灰を敷いておく）に入れ熱する。皿の大きさは調合物の量に關係するが、大抵徑約二―三吋位の物で良い。又試料が鹽基性物なれば少量の硅砂を硼砂硝子に混じる、（然し硅砂が多ければ難熔となり、少なければ皿が犯される）。

次で、皿を熔室に入れて、室の入口には木炭の大塊の完全に燃焼せる物を置き（これは蓋の開閉によりて、外氣の浸入するを熱するためである、若し外氣が直接に入る時に皿内の熔融物が飛跳して損失を來す事がある、）而して蓋をする。室内の温の昇るに従ひ内容物は熔融し初め、一〇―一五分もすれば、完全に熔ける、この時蓋を少し開き空氣を十分に通ずる。然れば酸化作用は進行し來り、皿と試料との接觸部に鍍は流れ、漸時に増量し、中央部に出來る圓形状の物（これを俗に「眼」といふ）を小さくし遂に覆ふるに至る、これを以て酸化作用は終つたのである。温度は大抵六五〇―八〇〇度位である、而してこの酸化作用の間に有害な硫黄、砒素、アンチモンな

どは飛散する。

所謂「眼」が鍍のために覆はれた後熔室を閉じ、約五分間程熱し、次で皿を熔皿挾で取り出し、軽く遙り、豫め準備せられた鑄型(内面に紅柄又は白壺を塗れる)に流し込み、冷し、鑄型を幅き流入物を取り出し、金砵上で、鐵槌で軽く幅き鍍を除く傍立方形とし、刷子で良く掃き鍍を除く。出来た鉛錠の重量は二〇―二五瓦を適當とする、然しこの程度の鉛錠を造る積りで二〇瓦以下を得た時は多少の銀は損せられたと思ふて良い。

この時鉛錠が硬質又は脆質であつたれば、再熔解法をする。

再熔解操作は鉛錠(一箇の場合)に少量の鉛(約一〇瓦)と硼砂硝子少量の振り掛けをなし、上述同様に熔解するのである。同一試料より二箇の鉛錠を造りありたればこれを合一して少量の硼砂硝子を振りて熔かせば良い。

良炭の鉛錠(軟性の)なれば、直に灰吹法を行ふ。こゝに注意すべきは、鉛錠が金銀を多く含むと硬質となる事である。

最後に最初使用した、試金鉛及密陀僧の重量を記して置かねばならぬ、而して不純物として含まれる銀量を算出して其結果を訂正するのである。

尙黄鐵鍍などには金屬鉛を振りかける代りに、密陀僧を用ひれば良く、又鹽化銀、亞鉛を含む試料には大型の皿を用ひて熔解中に飛跳する虞れに備へる。

次に熔解後出来た鍍の色で目的以外の金屬の如何なる場合が含まれて居るかを察する事が出来る(この點は坩堝法の場合にも應用出来るは明かである)。即ち

銅 多量の時は暗綠色少なければ淡綠色

鐵 多量なれば黑色少なき時は暗褐色

コバルト 紫青色

ニッケル 黑色

マンガン 暗褐色又は淡紅色

鉛 樺黄色又は淡黄色

(二)坩堝法(臺付坩堝)

皿熔解法と異り、一度に多量の試料(二〇―五〇瓦)を用ゐるから、手数も少なく且つ誤差の導入も少ないから、出来ことなれば、凡ての試料に應用する方が良い。然し往々出来鉛錠が不良で再熔解を必要とする事がある。これは例外に屬すべきものである。又皿熔解に不適當な石灰石、重

晶石などを含む所謂難熔性試料には、試薬の多量を用ゐられる點より、良い結果が得られる、其
他有益であるから飛跳の虞れある物にも良い。

熔解操作の際坩堝法は小容器内で熔融、酸化、還元、脱硫を完全にするのであるから、加熱法
及び試薬の調合が大切である。加熱の際、熔爐を用ゐる場合は別として、風爐では直接火床上に
坩堝を置く時は、通風の際冷気で坩堝底を冷し、熔融の不完全を起す故に、火床に二寸四方高さ
一寸五分程の煉瓦臺を造り、この上に坩堝を載せ炭又は骸炭を臺下より詰めて燻る燻然れすば總
體に熱は均一に廻はり熔解は完全する、又温度の關係で熔融中飛跳或は溢出で内容物の損失の虞
れある場合は通風を加減して温度を調節して、これを防ぐ。

試薬の調合は鑛石の性質によつて變化する、然らざれば折角の分析結果も不正確に終る。次に
鑛石は

(A) 硫黃、砒素、アンチモンの如きを含まない。

硅鑛、酸化鑛、炭酸鑛

(B) Aと反對に

硫化鑛 砒化鑛 鉍化鑛

の如き大別し、Aの方は酸性劑を主とし、Bの方は鑛石は大體は還元性であるが、試薬はAの
物に比して場合により複雑となる(この性質は豫察によつて知るのである)。

(A)に屬する鑛石に對する調合

鑛石	二〇元	(1)	二〇元	(2)	二〇元	(3)	二〇元	(4)	二〇元	(5)	二〇元	(6)
無水曹達	二五		二〇		一五		二〇		二〇		三〇	
硼砂硝子	三	一〇—一五	七	一五—一〇	八	三〇	一〇	三〇	二〇	三〇	一〇	三〇
密陀僧	三〇	四〇	六〇	三〇	七五	四〇	一〇	四〇	一〇	四〇	一〇	三〇
硅砂	—	〇—一	二—三	三	二	七五	四〇	一〇	四〇	一〇	四〇	一〇
酒石	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
小麥粉	三	—	四—五	—	一・五	—	—	—	—	—	—	—
上の表に於て												

(1)は一般硅鑛に對する物、

(2)は石灰石を含む物(但し少量含有は主成分に關係して調合する)。

(3)は酸化鐵の多量を含む物、即ち可溶性鐵にするに便するため密陀僧を多く用ゐる。
 (4)は酸化鐵の(3)に比し少なき物、而して鉛を減じて曹達を多くせるは鐵を曹達鹽に換へるためである、又(3)の物も還元劑を多く用ゐるが、これは(4)と反對で鐵が多いから分量の關係からいふと(4)の方が多い。

(5)は焙燒銅(一—二%含有)に應用するもので、銅の還元を可成的少なくし、鐵とするために、密陀僧及曹達を多く用ゐる。

(6)は若土、礬土を含む鑛石に用ゐる、而してこれ等を鐵とするため砒砂を多くする。尙五〇瓦の試料を用ゐんとする時は、前表を利用して換算するのである、其方法は

密陀僧 此れは二〇—二五瓦の鉛錠を造るに必要な量を除いた他を鐵生成などに利用するのであるから、この點を注意して計算する。鉛錠に必要な密陀僧量は約二五瓦と見て良し。さて二〇瓦の或る試料に對する密陀僧所要量をPとすれば、即ち

$$(P-25) \times 2.5 + 25 = X$$

Xは求むる密陀僧量である。

こゝに注意すべきは、2.5なる數で、これは或る試料二〇瓦を五〇瓦とせる時の倍率即ち

$$50 \div 20 = 2.5$$

である、一般的に或る試料a瓦をb瓦とする時は

$$a \div b = n$$

で良し。

還元劑 此れは前表(4)の場合を除き〇・五—一瓦も増せば良し。(4)は還元を多くするのであるから二—三瓦も添加すれば十分である、要するに本劑は密陀僧との關係もある故に手加減を要する、即ち熟練に待たねばならぬ(試藥節を参照し還元力を知り、密陀僧所要量を還元に必要な量を減じた残りに二・五を乗せば良し)。

其他の試藥には凡て二・五を乗せば良し。

(1)と(6)との例を示せば

(1)の鑛石試料を五〇瓦とせる時

鑛石	20 × 2.5 =	五〇瓦
無水曹達	25 × 2.5 =	六三瓦
硼砂硝子	3 × 2.5 =	八瓦

密陀僧	(30-25) × 2.5 + 25 =	三八瓦
硅砂		〇
酒石		〇
小麥粉	3+1 =	四瓦
(6)の鑛石試料を五〇瓦とせる時		
鑛石	20 × 2.5 =	五〇瓦
無水曹達	30 × 2.5 =	七五瓦
硼砂硝子	10 × 2.5 =	二五瓦
密陀僧	(40-25) × 2.5 + 25 =	六三瓦
硅砂	6 × 2.5 =	一五瓦
小麥粉	2 + 0.5 =	二瓦五

の如くなる。而して凡て二―三分厚に食鹽被覆をする。
 Aに屬する試料の處理は右に示した表を標準にすれば大抵の物に適當である。
 坩堝へは試料の性質を知りて試藥量も知れるを凡て上皿天秤で秤り入れ、金屬製匙で十分攪拌

して、總體を均一とし外壁を軽く掻き、凡體を落ち付け上面へは食鹽被して、爐に入れ、熔融解をする。凡體が熔け坩堝の中央部も均一に赤熱せられたれば、尙三〇―四〇分間熱し、爐より坩堝狭で取り出し、器壁を軽く打ちて金屬粒を全部沈降せしめて、鑛型に流し込むか、又は其儘冷却して坩堝を破碎しても良い。若し熔融した刹那反應急激で飛跳又は溢出の虞れある時は溫度を降すために通風を少なくする。

出來し鉛錠は二〇―二五瓦で、軟質でなければならぬ、若し試料の性質上脆質又は硬質(金銀の多きは別である)時は皿熔解法の節で述べし様にして再熔解をする、而して灰吹法を行ふ。

(B)に屬する鑛石に對する調合

鑛石自身が還元性を帯びて居るから、これを利用して鉛錠を造る。而してこれに屬する鑛石の還元力を表示すると次の様である(鑛石の純粹物一分が密陀僧を金屬鉛とする分の數)

鑛石名	方鉛鑛	閃亞鉛鑛	輝鉍鑛	閃滿俺鑛	黃銅鑛	硫砒鐵鑛	黃鐵鑛
密陀僧	Spb 三	Szn 七	Ssb 六	S.Mn 七	S.CuFe 七	FeAsS 七	FeS 九―十一

依つて鑛石を二〇瓦秤取し試金せんとする時、含有硫化物が黃銅鑛で四〇%即ち八瓦含まるとする、然ればこれが密陀僧を還元して造る鉛は五六瓦で、所要量よりも三一瓦過剩となる、故に

これを試薬の作用によつて除かなければならぬ。其に對する操作方法に種別を生ずる、即ち

- (イ) 焙焼法 (ロ) 硝石法 (ハ) 鐵線法

これである。

(イ) 焙焼法

鑛石を焙焼して硫黄、砒素、アンチモンを酸化揮散せしめて、残りを酸化物とし還元性を破壊する、即ち上述したB)に屬する鑛石をA)に屬する物に變化し、而して酸化金屬及含有量に應じて、A)節に述べた試薬調合を選定して操作するのである。換言すれば鑛石試料が初めよりA)に屬する物とし、其第一段操作として焙焼法を加へたものと考へて良い。

この方法は金を主とし銀の正確を餘り重とせない折り、又は貧金銀鑛に應用せられる、然し操作の際注意すれば普通銀鑛にも適する。何んとなれば温度の加減で銀が酸化して揮散するからである。

焙焼操作法は所要の試料(二〇—五〇瓦)を秤取して、鐵製又は粘土製の焙焼皿(豫め紅柄又は白壺を内面に塗つて乾燥したもの)に擴く薄く敷き焙室内に入れ始めは低温で徐々に昇温して暗赤熱にして、時々内容物を攪拌し空氣に接觸する面を變ずる。皿は試料攪拌の際溢出しない程度

の大きさの物を用ゐる。又試料の性質によつて熔結し易いものがあるから、注意しなければならぬ(熔結した場合は取り出して、冷し、乳鉢で粉末として再焙焼すれば良い、然し正確は保證し難い)。尙焙焼効果の表はれんとする時飛跳するものがあるから攪拌の場合を除いて同大の皿で覆ふて置くと良い。

焙焼の進行中は焙室内で上方に白煙の擧るを見又皿を取り出し臭ふて見ると盛んに亞硫酸瓦斯となつて出て來るのが知れる(一部は硫酸鹽となるが、この硫黄の除去法は試薬説明の節に述べた即ち炭酸アンモニウムを混じて焼く)。

温度は七〇〇度位で十分である、銅鑛の如きは六〇〇度で良い。又銀の損失を防ぐには七〇〇度以下に保たなければならぬ。

焙焼の終つた時は熱時に皿内容物より亞硫酸瓦斯の出るを感じない。少しでも感せば尙焼くのである。

焙焼が不完全で硫黄が残つて居れば、次の操作に支障を來す、即ち硫化物となり鍍を造り金を抱持して鍍と共に損失する。

特に注意せなければならぬのは、砒素、アンチモンの如きも前述した操作で、大抵は散ずるが

場合には As_2O_3 、或は Sb_2O_3 なる形となつて残る事がある。かゝる時は木炭又は小麥粉を少量混じて二回焙焼する、然れば還元と酸化とが順次起つて皆飛んで除かれる。焙焼が終つたれば皿を取り出し冷し、酸化鑛として、(A)の節に述べた試薬調合を選ぶのであるから、次の操作は繰り返す要はない。

(ロ) 硝石法

熔解中に調合した硝子の作用で硫黄分を酸化して大部の還元性を破り、一部は殘して鉛銻生成に利用する。この方法はイロハの三法中最も簡潔で、著量の銅、亜鉛、アンチモンを含むものよりも良質の鉛銻を得られる。

然し使用する硝石量の或る限界を過ぎると銀を酸化して損失する虞れがある、かゝる場合は焙焼法に譲るか、或は試料を減じることである、試料を減ずると誤差の導入を増す事となり不可である。この使用限度は二五瓦でこれ以上は不結果となる。

次に方法の缺點は密陀僧を全還元力に相當する丈用ゐる、即ち過量になるので坩堝を犯されのが甚だしいのと(然し、密陀僧量は酸化劑で作用し、殘された還元力に相當する丈使用すれば良いと考へられるも、實驗によれば、全還元力に相當するよりも、〇・二一〇・五程過劑に用ゐるを良好

とせられて居る)、操作前に試料毎に還元力を檢定する繁雜がある。

還元力檢定法

試料三一五瓦に就いて行ふ。即ち

試料	無水曹達	密陀僧	硼砂硝子	食鹽被覆
(a)	三瓦	二瓦	六〇瓦	深さ二—三分
(b)	五瓦	七瓦	六〇瓦	同 右

この混合物を坩堝に納めて十分熔融し鉛銻を造つて、其重量を見る。而して(a)は一七瓦(b)は二七瓦あつたとすれば、還元力は夫々に

(a)は $17 \div 3 = 5.7$ (b)は $27 \div 5 = 5.4$

で、一分に就いて(a)は五・七(b)は五・四の力と定める。この數は一般的に上表の試薬に試料の瓦を混じ、鉛銻X瓦ありたりとすれば、還元力は $X \div 3$ で計算せられる。

これを試料に就いて定め硝石使用量を定める。

試薬調合法 計算本位で説明すれば、

(a) 硝石。或る試料の還元力檢定の結果一がの鉛を還元する即ち試料一瓦がの瓦の鉛銻を造るとすれば、硝石の酸化力は、實驗の結果によれば、一が鉛の四、即ち硝石一瓦毎に鉛四瓦を酸

(136)

化する故に、

$$[S \times a (\text{所要試料全量の全還元力}) - 2g (\text{所要鉛錠量})] + 4 = X \dots (\text{所要硝石量})$$

右の式中鉛錠量二三とせるは密陀僧二五瓦より鉛を二三瓦程得られるからである。

(b) 密陀僧 全還元力(使用試料の)に一・二を乗せし瓦數或は硫酸分の多きものには鍍の生成に消化せられる事が多いために一・五を乗じたもの、數を瓦で取る。
この場合無水曹達を少し多く取ると密陀僧が節約出来るといふ。

(c) 無水曹達 還元力の低いものには試料量の二倍量の高いものには同量を用ゐる。而して曹達一・五は密陀僧二・五程に相當して、この割合で密陀僧が節約出来るも、(b)に述べた所要密陀僧の全量の二・三・五割位で其以上はしけない。又硫酸を含む試料には節約せないがよい。

(d) 無水硫酸(硫酸) 密陀僧が一度還元せられて又酸化せられたものを、この添加硫酸と試料中の硫酸とで鍍するのである。故に試料中に含まれた硫酸分を控除して不足分を加へるのである。然らざれば坩堝が腐蝕せられる。又曹達を多く加へれば良いと考へらるも、これは誤で、試料中の硫黄分は硝石で酸化せられ硫酸となり曹達と合して硫酸曹達を造り表面に浮き用をなさない。すれば添加すべき硫酸の量は如何に概算すれば良いか。即ち密陀僧三・八は硫酸の一

に相當するから、これを以て次の式で算出する。

$$[R (\text{所要密陀僧全量}) - 2g (\text{密陀僧生成密陀僧量}) + a (\text{試料中全硫酸量}) \times 3.8] + 3.8 = X \dots$$

(所要硫酸量)

試料が硫酸を含む場合は不用である、又必要としても最高量八瓦位である。

(e) 硝石 試料量の三分の一―二量を用ゐればよい。硫酸の少ない試料に硫酸の代用に、これを少し多量に用ゐてもよい。

(f) 食鹽 (a)―(e)の諸物を十分に混合し坩堝に入れ、上面に食鹽で被覆する。

以上は概算法であるが、大抵正確と期してよい。

一例を取つて計算する。或は試料二〇瓦を秤取して、試金せんとするに、検定の結果還元力三三・五とする、然れば

硝石量 九瓦 即ち $(20 \times 3 - 23) + 4 = 9.25$

密陀僧 七二瓦 $20 \times 3 \times 1.2 = 72.0$

無水曹達 四〇瓦 還元力普通故に二倍量

硫酸 五瓦

(137)

172 - (25 + 20 × 0.35 × 3.8) + 3.8 = 4.84

硼砂 硝子 一〇—八瓦

右の量を良く混じり坩堝に納め食鹽被覆して熔解する。

熔解の際は初め徐々に熱して熔融にまで進める、而して、硝石混入の物は良く溢出し、ために失敗に終らす事が多い。故に反應の進行中は、溫度を降らす様に通風孔を小さくして、溢出を防がなければならぬ。反應終れば溫度も少し高め、尙一〇—一五分間熱して、取り出し、型に流し込み鉛錠を取るのである。この時鉛錠の重量が豫定より少ない時は多少銀は失はれたかの疑を生ずる。

鉛錠の質良く又相當の重量あれば次の操作なる灰吹法を行ふ。

(ハ)鐵線法

この本法は銅、アンチモン、亞鉛、砒素を含まない鑛石に適當である。多量の曹達と熔融して鹽基性鍍を造り、同時に挿入せられた鐵線で硫化物を、第一硫化鐵とし、この第一硫化鐵を鹽基性鍍に熔解するのであつて、硫黃の大部は鍍中に入る(一部は亞硫酸瓦斯又は硫酸曹達となる)。而して金銀は密陀僧の還元によつて出來た鉛に收集せられて、器底に沈む。

又密陀僧は已述せし凡ての場合と異り鉛錠生成に必要な量を用ゐるに止める。還元は完全にひとせられて居る。尙試料が鉛の化合物である時は密陀僧の添加に注意せなければならぬ。

試金調合は

(a) 密陀僧 二〇—二五瓦

試料が鉛鍍であれば含有量の見當をけつて、この量に對して、不足の密陀僧を加へる、即ち二〇—二三瓦の鉛錠を得られる様にせなければならぬ。一例すれば試料二〇瓦を處理するとし含鉛量三〇%とする、然れば含鉛全重量は六瓦(60 × 0.3)である、故に不足の密陀僧一三—一八瓦を加へれば良い。又含鉛量非常に多いものは試料量を減せなければならぬ(純方鉛鍍は八七%の鉛を含む)。

(b) 無水曹達 試料の約二倍量

(c) 硅砂 試料の十分の一—二を用ゐる。硅酸を五〇%以上も含むものには添加を要しない。

(d) 鐵線 大鐵釘(徑約1/8吋のもの)或はこれに相當の鐵線を一一四本を用ゐる。

上述の割合で試藥(鐵線を除く)と混合し坩堝に入れ、鐵線を所要數丁字形に曲げて、曲部を上方として、試藥中に挿入して置き(食鹽被覆はする)、火床上に載せて熱する。

鐵線の曲部は露出させおかねばならぬ。

熔解操作は已述した、注意でし、熔解後四〇―五〇分間もして、鐵線を坩堝挾で揚げて見る。

この時浸積部に金屬鉛粒が付著して居れば完全に分解した證である。若し、液面部の鐵線が非常に腐蝕せられて居る時は、鐵線の不足である、場合には反應の急激のために鐵線が液面部で腐蝕折斷せられて器底に落ちる事もある。故に熔融した初めに、鐵線を揚げて見ても腐蝕度が大きければ二―三本を追加して所要時間熔かすのである。然れば良果を得られる。

分解が完全したれば鐵線を少し揚げ軽く觸き、付著金屬粒を落し、熔解鍍で洗ひ引き揚げ、而して型に坩堝内容物を流入して鉛錠を造る。鉛錠量は二三瓦前後を最も良い。然し本場合は往々銅或はアンチモン等のために、硬質又は脆質となり易いから、再熔解の必要を生ずる。

(三) 折衷法

鍍、粗銅或は粗製諸金屬中の金銀を検定するに適する。

其方法は細破試料二〇―三〇瓦を大フラスコ(一立容以上)に秤取し稀硝酸(一、二或は一、三)を四〇〇―五〇〇銑を徐々に加へ(金屬の種類によつては激しく反應する故)、加熱せずに分解し、尙未分解物が残れば少量宛硝酸を加へ辛ふじて完全に分解する、場合には少し加熱しても

良い(鍍の如きには)、又初め徐々に加へ加熱せざるは金が溶けるのを防ぐためである。而して亞硝酸瓦斯を驅除するために硝子管を挿入して空氣を吹き込み清透液とする。

次に食鹽飽和液少量宛を加へ、最早白濁を生せない様になつてから尙一―二銑を加へ(過剰となるべからず)、良く攪拌して一晝夜間放置する、而して完全に鹽化銀を沈降せしむ。

若し微量の含銀である時は硫酸二―四銑と飽和醋酸鉛液一〇銑とを加へ良く攪拌して放置しておく、然れば銀は全部鉛の沈澱と沈む。而して濾過する、若し濾液が濁りあれば、再三濾して透明濾液となるまで行ふ。

沈澱は金粉、鹽化銀(硫酸鉛)である。これを空氣乾燥器で乾かし、熔解皿に少く折りて入れ熔室内で熱し、黒燒きとする(白色又は灰白色としてはいけない)。これに試金鉛八瓦密陀僧四五瓦を混じ入れ、上部に研砂硝子三―四瓦を振りかけて、熔室で熔融熔燒して、鉛錠の七―八瓦を造り、これを灰吹法により金銀粒として秤量するのである。

第三節 灰吹法

皿熔解或は坩堝法などによつて得られた、適當重量の鉛錠を金砒土で觸いて鍍を除き立方形とし、刷毛で掃き而して柔軟な質の物であつたれば、これを灰皿(試金用粘土具の節に詳述せし注

意により造られた物)に載せ、熔室内で強熱し、鉛を酸化吸収或は揮發せしめて、目的の金銀粒を造る。この操作を灰吹法といふ。

灰吹操作法は乾燥した灰皿を一度必ず赤熱せられて居る熔室(内部には骨灰を二分位の厚さに敷いて置く)で少なくとも一〇分間焙焼し、尙保有せられる水分及其他の揮發或は不純物を完全に焼く、然らざれば鉛錠が熔融の際飛跳する事が往々あつて損失を來す。十分焙焼せられたれば、立方形に幅いて造り而して刷子で鍍を掃き除かれた鉛錠を灰皿挾で持つて皿の上に載せ、熔室口には燃焼しつゝある木炭塊を置き室は閉ぢて置く(木炭を置くは溫度調節のためである)。溫度の昇るに従ひ、鉛は熔け上面は皮膜のため灰色を呈するも、適當の溫に達すると皮膜は揮發し去つて光輝を放つ、これを「冴え」と稱し鉛は盛んに揮發せる時である、又灰皿にも吸収せられる、金銀は其作用を受けず、依然として殘つて居る。鉛は漸々に減少して行く、この時熔室の入口を少し開いて空氣(入口の木炭で熱せられた)を浸入すると盛んに作用は進んで見らく鉛は少なくなかり、遂に内容物が球形となる、而して色は白くなる。然れば溫度を少し昇して殘れる鉛を成るべく早く驅除する。この時銅、亞鉛、アンチモンなど含まれる時は白色とはならない、然し微量の際は妨げがない。この焙焼中の溫度は鉛の吸収及揮發中は七〇〇—七五〇度で、最後の場合は

八〇〇—八五〇度位に及ぼす(然し大抵は七五〇度以下で十分である、而して不熟練の間は高温にせないが良い、然らざれば鉛と同時に銀も失はる憂ひがある)。然れば球形物は非常に透みたる色となる、この際出来るだけ早く(時間なれば一分間以内)に熔室の比較的低温の所に引き出し、冷す。金のみを目的とする物は五—一〇分内で良い。この時外部に出すと急に冷えるため金銀粒の沸散する事がある、これを「花振り」といふ。このために銀粉を失ひ正確を期せられなくなる事がある。この現象は粒の重量五毛以下の場合に起る事が少ないが以上になれば起り易い。故に普通一般に粒の大小に拘らず、急に外部に出し冷すを避けたが良い。詰り粒内の高温と外部の低温との平衡が破れて内部より吹き出すのである、原因は銀が固化せんとする時に多量の酸素(約二〇倍餘)を吸収し、固化と同時に急に吹き出すためであるとせらる。金はかくなる事は少ない。若しも粒が大きい、急に外に出さずとも「花振り」の危険を防ぐには、底部の美しき、廢物灰皿を同溫に熱し、これで蓋し外部に出す、然れば安全である。少し降溫さして、外に出して冷す、時には外で水を掛け冷す事もある。

灰皿が冷却したれば、粒を銀粒挾で引き放し、底面の灰に附著せし所を刷子で掃き、小金砧上に置き、小鐵槌で幅き扁平として、眼鏡で尙灰の附著せるや否やを検し、而して料量するのであ

る。若し灰皿上に粒が肉眼で認められぬ場合には眼鏡で見ると、然れば有無を知る事が出来る。

又灰皿は冷却後酸化鉛の吸収せられた部分は淡褐色であるが、鉛錠中に不純金属の混せし時は夫々に特有の色を呈する。即ち

銅が多き時は黒色少量の時は暗緑色で、鐵は黒色である。

五鉛、アンチモンの多い時は灰皿に裂目を生じ又は破壊する事がある。

灰吹操作中に銀金を損失する事は多いか少ないかは別とし普通である。故に正確を期待する時は補正をせなければならぬ、詳細に云へば試金鉛或は密陀僧中の含銀分(使用量に對する)を計算して實際得られた、金銀粒より控除し、尙灰吹法の降灰皿に吸収せられたものを回収して、追加するのである。この灰吹操作中には銀の幾分は揮發するも、温度が適當に調節せられたなれば揮發せずと見て差支はない。こゝでは試金鉛或は密陀僧中の使用量に對する含銀量の計算及訂正法は後述の計算法の節に譲り、灰皿吸収せられたものに關する訂正操作を説明する。

灰吹操作中の金銀損失に就いて

損失量は温度が操作中適當であつたとしても、鉛錠及合金銀の量又は焙燒時間其他灰皿の良否に關して、一定した標準は得られない。普通に鉛錠二〇—二五瓦程で含銀が一瓦のものは焙燒一

時間の操作で大抵一毛前後の損失であるといはれる、然らば銀の〇・五瓦が鉛錠の二〇—二五瓦中に含まれたものは焙燒一時間で前に比例して、損失〇・五毛前後なれどかくいふ事は出来ない、むしろ多量の損失となる、これは即ち含銀量に關係する事少なく、焙燒の時間と灰皿の性質に歸因するものと見られる。試金術の著述には種々研究結果を表示せられる、故にこれ等を標準に利用するも良いが、出来る事なれば、試金執行者が自分の適當として常に使用する鉛錠標準量に、諸種の量の純銀を含有せしめ、實際的に損失量を算出して標準を造つたが良い。即ち夫々の試金者が日々に使用する爐又は灰皿には一種の所謂「くせ」があつて、理論的の標準には一致しないからである、金は銀に比し含有非常に少ないから、損失量はないとしてよい。

次に灰皿に吸収せられた損失量回收法を述べる、これは廢灰皿の鉛吸收部を集め(二箇分又は多數に同種試料を灰吹せし時は數箇分の)、坩堝法により、下に示す調和で鉛錠を造り、灰吹して金銀粒を秤り、而して使用鉛(試金鉛又は密陀僧)の含銀量を控除し、集めし灰皿數で除し最初得られた金銀粒より控除する。試薬調合は左に、

灰	皿	二箇以上	密陀僧	一〇〇瓦
硼砂硝子		四〇瓦	無水曹達	三〇瓦

小 麥 粉

二 瓦

食 鹽 被 覆

灰皿に吸収せられた銀回收に密陀僧を多く用ゐるは密陀僧中の不純銀と比較的大粒を造る目的である。

第四節 秤量、分金及計算法

第一 秤量法

灰吹法の結果得られた金銀粒を刷子で掃き、小金砵上で犒き扁平とし、目鏡で清められしかを檢し、試金天秤で秤量するのである。

試金天秤使用法は第一章の天秤及爐の節で、詳述したから別に必要はないが、天秤に最高五瓦で感應百分の一毛までと最高一瓦で感應二百分の一までのものとの二種に就いて主に述べ他に感應極限五十分の一毛のもの、ある事を記して置いた。實際上では感應極限度百分の一及二百分の一毛までの二種を準備するを適當とする。而して、一方は、(五瓦最高物)を金銀合粒を他方(一瓦最高)のを金(分金せられた)を秤量する専用と供すると良い。秤量物は直接に皿上に置いて良し。尙重複するが、使用は十分鄭重で、決して手荒い事があつてはならぬ、非常に鋭敏な感應のものであるから、鈍り易い。最初秤量した金銀合粒量より金量を控除した量が銀量となる。

第二 分金法

金銀合粒の秤量後、酸で銀分を溶解し、残りし金分を洗滌乾燥して、收集する事を分金法といふ。秤量はこの金分を金秤量用と定めた天秤皿に移してするのである。

この分金操作の準備として、酸の選定及其良否其他合粒の金銀の分量比の大體を知る必要がある。

(イ)酸の選定 銀溶解には濃硫酸を用ゐる事があるが、取扱ひ上不便で又危険を伴ひ易いから、大抵は硝酸を使用する。

硝酸を使用すると定めた時これが不純物を含まぬか、又は濃度(これは普通強硝酸で比重一・四二の物なれば良い)を檢せなければならぬ。不純物としては、鹽酸及硫酸のないのを要件とする特に鹽酸は禁物でこれの存在するため金を犯されて溶かされる事がある。

(a)鹽酸の存否 硝酸の一〇銚を取り試験管に入れ、これと同量の水で稀釋して、硝酸銀液の二―三滴を落して見るこの時白濁を生せば不純硝酸である(白濁は不純物としての鹽酸存在を證する鹽化銀である)。

(b)硫酸の存否 硝酸二〇銚を一〇〇銚の水で稀釋し沸騰し、これに硝酸バリウムウ溶液の一銚

を加へ、一晝夜間放置し、底部に白色沈澱を認めなければ良質とする。

(ロ) 金銀の分量比。これは合粒に就いて正確に知る事は六ヶ敷いが、合粒の色澤が白色味か或は黄色味かによつて大體を定めるので、金多ければ黄色味の勝は明な事である。而して分金の際銀の多い場合は良いが、金の多い時は溶解不完全で往々に銀を残し或は金を溶解する機会を多くするのである、故に實際上では合粒を秤量せし後不足銀分を追加して熔融し合粒を改造して分金操作にかける。然れば非常に良果を得られるのである。この金銀の分量比は如何なる程度が最良かといへば、金四に銀一である。然し合粒又は改造合粒が正確に、この割合に一致する様には不可能であるが、この考へで操作して銀の多くなる位が良い。

合粒の改造に就いては、試金の結果得られた粒が黄色味で金分多しと知れば、秤量後、概略の不足銀も算定秤取し、合粒と共に二―三瓦の試金鉛葉で包み焙室で灰吹法を行ひ新しき合粒としてこれを分解して金分を取るのである。又豫察で銀分が多いとしても溶解操作に掛けし時、氣泡の發生少なきものは、銀の不足を知らずのである、かゝる際は直に溶解を止め粒を洗滌し、坩堝普通の磁製)内で焼いて乾燥し秤量し、不足の銀分の概量を添加し、前同様に試金鉛の二―三瓦の薄葉で包んで灰吹法により銀分を増して改めて溶解する。かく銀分を増すは、溶解操作と相待つ

て金が粉状とならずして、秤量操作の際便利であるからである。

試金試料を溶解及灰吹して合粒を造る時比較的金の富饒で、又金のみを目的とするものは、この時に或は灰吹操作の際に少し、銀を追加する又銀も共に必要なものには一方は銀を添加せず他方に溶解或は灰吹の際銀分を添加し、銀を添加せざりし方は得られた粒を秤量して金銀合粒の重量とし、他方は分金後金分を秤量して、而して金銀合粒として得し重量と差引して銀量を得るのである。

(ハ) 分金操作。秤量を終へ金銀合粒或は其改造物を分金フラスコ(これは硝子製で口径二―四分底徑一吋、高さ四吋程の長圓錐形で口より約一吋下方の外側に徑一吋位の圓形縁を付した物)容量約一五銖に分金用稀硝酸(強硝酸(檢定の結果純良の物)の一を水一に稀釋液)の五―八銖の沸騰せる中に入れる。然れば一〇―一五分もすれば分解は終る、若し不完全と思へば酸を一に水二とのものと換へて繼續する、この稀硝酸の一、一及一、二物を沸騰せしめ置き、分金するは實際上非常に効果の良いもので、硝酸の冷液より加熱して分金せし時は金が粉状になり易いも、これによれば、かゝる事なく銀の非常に多いもの、例へば金一に銀五〇〇のものも粉状とならないのである。合粒を分金せんとする時粒を扁平としたものを一度木炭上で吹管で熱し燒鈍してする事も

あるが、行はずとも差支へはない。金は黒色或褐色である。
 分解終れば酸液(液は銀を含む故保存する)を捨て熱湯で數回傾斜洗滌し、十分に洗ひ、最後に水を満たし金燒坩堝(普通の礦製)で蓋し急に轉倒して金燒坩堝に受け暫く靜止すれば、金は重き故皆下に落ちる、若し残れば少し遙れば良い。凡て金分が落下した後分金フラスク中へ金分を隔らさない様に靜かに外氣を導入し水が金燒坩堝に満ちた時指點で分金フラスクの口を覆ひ、取り去る。而して金燒坩堝中の水は出来る丈多く水を傾斜して捨て残れる水分は徐々に熱して蒸發し乾燥すれば金は褐色又は黒色の儘残る(若しメツケルパーナー又は吹管で強熱すると黄金色となる)。これを金秤量専用の試金天秤皿に受け入れる(金燒坩堝を傾斜して軽く搖けば強熱して黄金色としたものも容易に入る、刷子など用ゐるは反つて損失を來す)。而して秤量して金の重量とする。金燒坩堝底に黒色斑點を殘せば最初の洗滌不完全のために硝酸銀を殘せし證となる。
 金燒の際素燒の坩堝を用ゐる事がある、この場合は金分を燒き乾かす時、素燒中に浸入した水分のために金分を飛跳さしたために損失する虞れを起す、然し水分を十分捨てた後、アルコールを少量入れ、これに點火して乾燥すれば良い。

第三 計算法

普通は矢張%で計算する、而して金銀は他の一般金屬に比して含有率が非常に少ないから特に銀は百分中に何%又金は百萬分中に何%とする事がある。次に一例を示す。

熔解及灰吹の結果

秤取試料	A 瓦	試金鉛(或は密陀僧)	P 瓦
金銀合粒重量	a 瓦	金分重量	b 瓦

(灰吹法の際の損失量回收に就て)

灰皿(a箇)の回收量	c 瓦	試金鉛(或は密陀僧)	Q 瓦
------------	-----	------------	-----

而して試金用鉛劑中の含銀分を一瓦に就てリ瓦とする。然れば

$P \times y = i$ 最初灰吹法の際に導入過剩銀分

$Q \times y = k$ 回收灰吹法の際に導入過剩銀分

$(C-K) + a = i$ 灰皿一箇に就ての回收銀量

依つて

銀の% = $\{a + i - (b + j)\} + A \times 100 = a'$

金の% = $b + A \times 100 = b'$

上例は試金全操作が完全で、補正も十分注意せられて居るものである。(尙正確には溶解の際に出来し鍍に就いても銀の包含有無を検せなければならぬ)。

又銀萬分中或金百萬分中とする計算は

$$\text{銀萬分中}\% = a' \times 10,000 + 100 = a' \times 100$$

$$\text{金百萬分中}\% = b' \times 1,000,000 + 100 = b' \times 10,000$$

と改算すれば良し。

大抵の計算に於ては、試料は多量で、目的物は微量(普通十萬分毫前後)であるより、誤差の導入極微量であるから、試金用鉛劑(試金鉛又は密陀僧)中の含銀を訂正する外、灰皿よりの回收及尙進んでの鍍中の回收は等閑に付して十分である。

特種計算法「アッセイトン」

これは英米國で金銀品質を定めるに用ゐる單位で、一噸に就いて何オンスの金銀量が含まるかを見るのである、この計算法の大要及百分率との關係は次の様である。

米國噸(二〇〇〇ポンド)に就いてを述べれば

$$1 \text{ 噸} = 2000 \text{ ポンド}$$

一ポンド	七〇〇〇グレイン
一噸	一四、〇〇〇、〇〇〇グレイン
一オンス	四八〇グレイン

の關係を有して居る一噸と一オンスは $14,000,000 \div 480 = 29,166$

故に噸とオンスとの比は二九一六六と一とである、換言すれば、鑛石二九一六六瓦中に一瓦の

目的金屬があつたれば、この鑛石は一アッセイトン、オンスである若し目的物が二瓦ありたれば

二アッセイトン、オンスである。アッセイトンの單位を二九・一一六〇瓦とすれば目的物は〇・〇

〇一瓦でアッセイトンオンスとなる。

英國の噸(二二四〇ポンド)に換算すれば 一アッセイトンは三二六六六瓦とである。

前と同様に單位を降せば三二・六六六〇瓦と〇・〇〇一瓦

百分率物をアッセイトン分に換算するには次の如くする。

例、二〇瓦の試料が三・五瓦即ち〇・三五%の品位なれば

米國のアッセイトンとして

$$20:29.1660 :: 3.5 : x \quad x = 29.1660 \times 3.5 \div 20 = 5.1050$$

即ち 五・一〇五〇アッセイトン、オンスとなり

英國のアッセイトンとして

20 : 32.6660 :: 3.5 : x = 32.6660 × 3.5 ÷ 20 = 5.7150

即ち 五・七一五〇アッセイトン、オンスとなる。

備考

以上述べた事で金銀試金操作(乾式法)は出来る、而して坩堝法の節に臺付坩堝の使用法は述べなかつたが是は研究室の様な所で便利で鑛業の經營所では或は不適當かも知れぬ。臺付坩堝は熔室で熔解するに良い。然し坩堝を碎き臺部を蓋に利用すれば風爐にも應用出来る。而して一般に内容物を食鹽被覆をするが、熔解物の飛跳は常に起り易いものでないから、臺付坩堝は被覆なしでする事もあり、又容量少ないから、試料及試薬の量が坩堝法と皿溶解法の間位に當る。然し坩堝として小型もあるから一概に言へない。大阪の造幣局では熔爐によりて主として熔解に坩堝及臺付坩堝を使用して居る、坩堝は用ゐない、又試料は二〇瓦を程度として居る。

試 金 術 終

大正九年十一月十五日印刷
大正九年十一月二十日發行

(定價 金壹圓五拾錢
送料 金拾貳錢)

編輯兼發行者 小野 崎 三 平
東京市麴町區富士見町五丁目九番地

印刷者 中 島 丑 之 助
東京市京橋區宗十郎町十五番地

印刷所 會社 東 京 國 文 社
東京市京橋區宗十郎町十五番地

東京市麴町區富士見町五丁目九番地

發行所 採鑛冶金學講習會

振替口座東京四三四六〇番

322
279

Handwritten scribbles

終