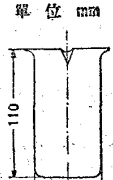
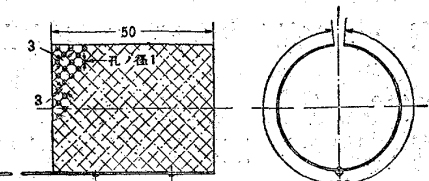
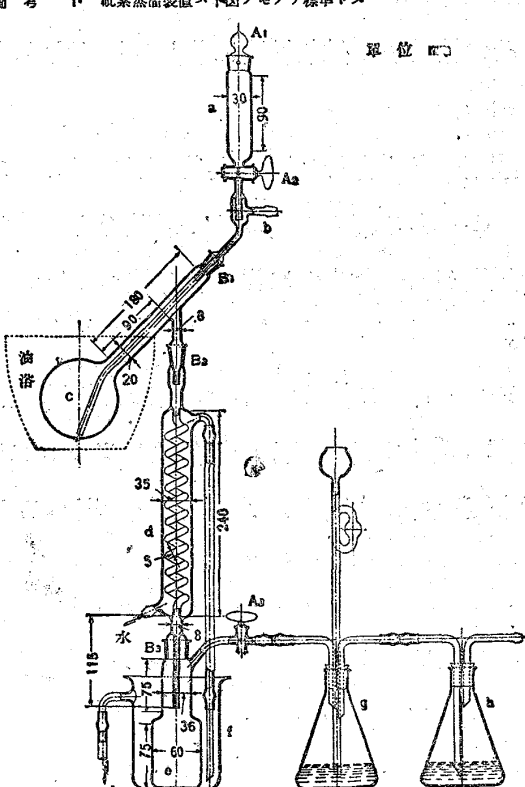


# 雜 錄

JES	日本標準規格	第54号
銅地金分析方法		類別 K1
		頁 1
第一章 総 則		
<p>第一條 本規格ハ日本標準規格第53号銅地金ノ成分檢定ニ之ヲ適用ス          第二條 銅地金分析方法ハ次ノ通りノ之ヲ區分ス</p> <p>一、電氣分銅及電氣型銅分析方法          二、上型銅分析方法          三、並型銅分析方法</p> <p>第三條 秤量及試料ノ取扱ハ次ノ各号ニ依ル</p> <p>一、秤量ニシテ檢定ヲ受ケタル天秤及分銅ヲ用キ0.1mg迄正確ニ秤量スルコトヲ要ス          但シ不純物定量ノ試料ニ對シテハ0.1g迄正確ニ秤量スルモノトス</p> <p>二、試料ハ之ヲ磁製皿ニ入れ塩化「カルシウム」ヲ入レタル「デシケーター」中ニ24時間以上放置シタル後秤量スルモノトス</p> <p>三、試料ニ鉄分カ機械的ニ混入シ来ル虞アルヲ以テ純分及鉄分ノ定量ニ供スル試料ノ秤量ニ際シ豫メ強カナル磁石ヲ以テ鉄分ヲ除去スルコトヲ要ス</p>		
第二章 電氣分銅及電氣型銅分析方法		
<p>第四條 純分定量法ハ次ノ通りトス</p> <p>試料5gヲ電解用「ビーカー」(備考1)ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ硝酸(比重1.42)70cc硫酸(比重1.84)10cc及水25ccノ混液ヲ徐々ニ加ヘ溶解セシメタル後煮沸シテ亞硝酸ヲ追ヒ出シ水ニテ約150ccニ稀釈ス</p> <p>次ニ田筒狀白金陰極(備考2)ト螺狀白金陽極ヲ用キ2箇ノ半田形時計皿ニテ覆ヒ室内ノ溫度15°C乃至30°Cニ於テ陰極ノ内外總面積1dm<sup>2</sup>ニ付0.5乃至1「アムペア」ノ電流密度ニテ電解ス</p> <p>液カ銅「イオン」ノ色ヲ失ヒタルトキ時計皿ノ下面並「ビーカー」ノ内壁及電極ノ柄ノ液面ニ露出セル部分ヲ水洗シ洗滌水ニ依リテ電解液面ヲ約0.5cm上ラシメ更ニ約30分間電解ヲ続ケ陰極ノ柄ノ新タニ液中ニ浸ラセタル部分ニ最早銅ノ附着ヲ認メナルニ至リテ電解液約1ccヲ取出シ硫化水素水又ハ黃色血油塩溶液ヲ以テ終點ヲ檢ス(備考3)電解完了後電流ヲ通シ「ナイフオン」ニテ電解液ト水トヲ置換シ電極ヨリ気泡ノ生ゼサルニ至リ陰極ヲ取出シ之ヲ「アルコホル」(備考4)ニテ洗ヒタル後五酸化燐ヲ入レタル常壓「デシケーター」中ニテ30分間以上乾燥ノ上秤量シ純分量ヲ定ム</p> <p>本分析試驗ハ2回ノヲ行ヒ其ノ成績ノ差0.015%ヲ超ヌルトキハ更ニ之ヲ繰リ返スコトヲ要ス</p>		
大正十五年六月二十三日決定		工業品規格統一調査會

JES	日本標準規格	第54号
銅地金分析方法		類別 K1
		頁 2
<p>備考 1. 電解用「ビーカー」ハ下圖ノモノヲ標準トス</p>  <p>單位 mm</p> <p>2. 田筒狀白金陰極ハ下圖ノモノヲ標準トス</p>  <p>單位 mm</p> <p>3. 電解時間ハ15°Cニ於テ電流約1「アムペア」ヲ用キ約15時間ヲ普通トス</p> <p>4. 「アルコホル」ハ往々遊離酸ヲ含有スルコトアルヲ以テ使用前其ノ有無ヲ檢査スルコトヲ要ス 若シ含有スル場合ニハ固體ノ苛性曹達ヲ以テ之ヲ中和シ蒸溜ノ上使用スルモノトス</p>		
<p>第五條 不純物定量法ハ次ノ通りトス</p> <p>一、砒素ノ定量          試料100gヲ容量2「リットル」ノ「ビーカー」ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ硝酸(比重1.42)</p>		
大正十五年六月二十三日決定		工業品規格統一調査會

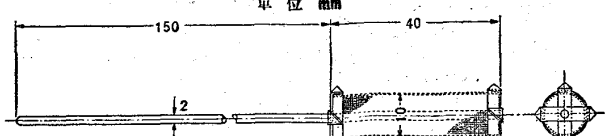
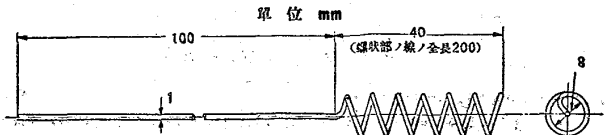
JES	日本標準規格	第54号
銅地金分析方法		類別 K1
		頁 3
<p>400ccヲ徐々ニ加ヘ之ヲ溶解セシメタル後煮沸シテ亞硝酸ヲ追ヒ出シ水ニテ1「リットル」ニ稀釈ス</p> <p>硫酸第二鉄「アモモニウム」3gヲ加ヘ攪拌溶解セシメタル後液ヲ攪拌シ「アモモニウム」水(比重0.9)ヲ徐々ニ加ヘ一旦沈澱セル水酸化銅カ將ニ溶解シ終ラマストル程度ニ達セシメ約20分間煮沸ス</p> <p>1時間間所ニ放置シタル後濾過シ「アモモニウム」水(1:50)ニテ2回洗滌シ濾液ヲ硝酸(比重1.42)ニテ酸性ト為シ再ヒ硫酸第二鉄「アモモニウム」2gヲ加ヘ「アモモニウム」水(比重0.9)ニテ前同様ニ処理ス</p> <p>斯クシテ2回ニ得タル沈澱ヲ合シテ之ヲ温塩酸(1:3)ノ成ルヘク少量ニ溶解セシメ「アモモニウム」水(比重0.9)ヲ加ヘ再沈澱ヲ行ヒ濾過シ「アモモニウム」水(1:50)ニテ2回洗滌ス</p> <p>斯クシテ得タル砒素及「アンチモン」ヲ包容セル水酸化鉄ノ沈澱ヲ温塩酸(1:3)ノ成ルヘク少量ニ溶解セシメ砒素蒸溜裝置(備考1)ノ「フラスコ」(c)ニ入レ塩化第一鉄5gト塩酸(比重1.18)60ccヲ加ヘタル後「フラスコ」ヲ備考1ノ如ク連結シ「ピッチコック」ニテ閉テタルコトニテ枝管(b)ヲ閉ス</p> <p>冷却裝置(d)及(f)ニ冷水ヲ通シ「フラスコ」ヲ油浴内ニ成ルヘク深く浸シ其ノ露出及頸部ヲ適當ノ材料ニテ覆ヒ保温ス 油浴ノ溫度ヲ125°Cニ保持シテ蒸溜シ適時油浴ヲ降下セシメ「フラスコ」内ノ液量ヲ檢シ殘液量カ約25ccトナリタルトキ漏斗(a)ヨリ塩酸(比重1.18)40ccヲ滴下シテ蒸溜ヲ続行シ殘液量カ約25ccトナルニ至ランメ再ヒ塩酸(比重1.18)40ccヲ滴下シテ蒸溜ヲ続行シ殘液量カ約25ccトナリタルトキ蒸溜ヲ終了ス</p> <p>「フラスコ」内ノ殘液ハ之ヲ其ノママ保留シ「アンチモン」定量ノ試料ニ供ス</p> <p>B<sub>2</sub>ノ連結ヲ離シ蛇管(d)ノ内壁ヲ水ニテ洗滌シ洗滌液ヲ受器(e)内ノ液ニ合シ之ヲ容量1「リットル」ノ「エルレンマイヤー」フラスコニ移シ冷却シ「フエノール」アタレン「指示薬」ヲ指示薬トシテ苛性曹達溶液(40%)ニテ中和シ之ニ硫酸(1:3)數滴ヲ加ヘ微酸性ト為シタル後重炭酸「ナトリウム」10gヲ徐々ニ加ヘ振盪シ溶解セシメ「カルシウム」液(10%)約0.5ccヲ加ヘ更ニ指示薬トシテ微粉溶液(備考2)10ccヲ加ヘ備考3ニ依リ定メタル試度溶液ニテ滴定シ次式ニ依リ砒素ノ含有量ヲ算出ス</p> <p>使用セル試度溶液10ccニ相當スル砒素量(g) × 試度溶液使用量(cc) × 100 = 砒素%          試料(g)</p> <p>本分析試驗ハ真空實驗ヲ行ヒ其ノ結果ニ依リ砒素含有量ヲ修正スルコトヲ要ス</p>		
大正十五年六月二十三日決定		工業品規格統一調査會

JES	日本標準規格	第54号
銅地金分析方法		類別 K1
		頁 4
<p>備考 1. 砒素蒸溜裝置ハ下圖ノモノヲ標準トス</p>  <p>單位 mm</p>		
大正十五年六月二十三日決定		工業品規格統一調査會

<b>JES</b>	日本標準規格	第54号
銅地金分析方法		類別 K 1
		頁 5
<p>(a) 漏斗「コック」兼用ノ蓋A、及「コック」A、ヲ有シテ下端ニハ枝管(b)ヲ附シタル硝子管ヲ有シシテ、ノ部分ニ於テ「フラスコ」(c)ト指合セテ依リテ気密ニ連結セラル</p> <p>(b) 枝管</p> <p>(c) 「フラスコ」(容量300cc)ノ頸ノ中部ニ45度ノ角度ニテ枝管ヲ有シシテ、ノ部分ニ於テ冷却器(d)ト指合セテ依リテ気密ニ連結セラル</p> <p>(d) 冷却器ハ内部ニ蛇管ヲ有シシテ、ノ部分ニ於テ指合セテ依リテ受器(e)ニ連結セラル</p> <p>(e) 受器ハ「コック」A、ヲ有スル枝管ニ依リテ安全装置(g)ニ連結セラル</p> <p>(f) 冷却槽ハ容量800ccノ「ビーカー」ニシテ其ノ上部ニ排水管ヲ附シタルモノ</p> <p>(g) 安全装置ハ容量300ccノ「エルレンマイヤー」フラスコヲ安全漏斗及2本ノ硝子管ヲ附シタルゴム栓ニテ気密ト為シタルモノニシテ水約100ccヲ入レ、逆流ヲ防止ス</p> <p>(h) 塩化水素瓦斯吸収瓶ハ容量300ccノ「エルレンマイヤー」フラスコヲ長短2本ノ硝子管ヲ附シタルゴム栓ニテ気密ト為シタルモノニシテ苛性曹達溶液(20%)約100ccヲ入レ、塩化水素瓦斯ヲ吸収用ニ供ス</p> <p>2. 澱粉溶液・澱粉約1gヲ瑪瑙乳鉢内ニテ細末ト為シ之ヲ少量ノ冷水ニテ練リ約1「リットル」ノ熱湯中ニテ攪拌シテ注シタル後約1分間煮沸シテ放冷シタルモノトス</p> <p>澱粉溶液ニ使用ノ部度ニテ調整スルモノニシテ沃度ノ為ニ褐色ヲ呈スルモノハ之ヲ使用スルコトヲ得ス</p> <p>3. 沃度溶液ノ調製及比率相當量ノ決定法</p> <p>(1) 沃度溶液ノ調製 沃化「カリウム」約10gト沃度2.5gト「ビーカー」ニ入レ水20ccヲ加ヘ攪拌シ沃度ヲ完全ニ溶解セシメタル後水100ccヲ加ヘ精製石棉ニテ濾過シテ容量1「リットル」ノ「メス」フラスコ中ニ入レ水ニテ1「リットル」ニ稀釈ス此ノ沃度溶液ハ約1/50ノ濃度ヲ有ス</p> <p>(2) 砒素相當量ノ決定法 昇華精製シタル砒素硫酸0.9896gヲ「ビーカー」ニ入レ温苛性曹達溶液(20%)100ccニ溶解セシメ冷却後直ニ容量1「リットル」ノ「メス」フラスコニ、移シ「フェニール」フタルイン」ヲ指示薬トシテ硫酸(1:10)ヲ加ヘ微酸性ト為シ之ニ重炭酸「ナトリウム」溶液(5%)200ccヲ加ヘタル後之ヲ水ニテ1「リットル」ニ稀釈ス 此ノ亞硫酸溶液ハ正確ニN/50ノ濃度ヲ有シ其ノ100ハ0.0007496gノ砒素</p>		
大正十五年六月二十三日決定		工業品規格統一調査會

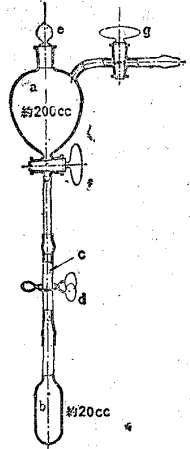
<b>JES</b>	日本標準規格	第54号
銅地金分析方法		類別 K 1
		頁 6
<p>含有ス 上記ノ亞硫酸溶液250ccヲ容量500ccノ「エルレンマイヤー」フラスコニ入レ水ニテ150ccニ稀釈シ重炭酸「ナトリウム」5gヲ加ヘ溶解セシメタル後沃化「カリウム」溶液(10%)0.5ccヲ加ヘ澱粉溶液10ccヲ指示薬トシテ上記ノ沃度溶液ニテ滴定シ次式ニ依リ沃度溶液1ccニ相當スル砒素ノ量ヲ定ム <math>0.0007496 \times 25</math> 沃度溶液使用量(cc) = 沃度溶液1ccニ相當スル砒素量g</p> <p>本決定法ニテ空滴定ヲ行ヒ其ノ結果ニ依リ砒素相當量ヲ修正スルコトヲ要スニ、「アンチモン」ノ定量</p> <p>砒素定量試験ニ於テ「フラスコ」(c)内ニ残留シタル液ヲ試料トシテ同一装置ヲ用キ冷却器(d)ニ冷水ヲ通シ漏斗(a)ヨリ硝酸(比重1.7)70ccト硫酸(比重1.84)60ccトヲ滴下ス 次ニ油浴ノ温度ヲ上昇セシメ約190°Cニ保テ漏斗(a)ヨリ硝酸(比重1.18)ヲ毎分60滴ノ割合ニテ滴下シテ蒸溜シ硝酸(比重1.18)100ccヲ滴下シテ終リタルキ直ニ枝管(b)ヲ塩化水素瓦斯発生装置(備考1)ニ連結シ塩化水素瓦斯ヲ「フラスコ」ニ送入スルコト約1時間ニテ蒸溜ヲ終了ス Bノ連結シタル蛇管(d)ノ内壁ヲ水ニテ洗滌シ洗滌液ヲ受器(e)内ノ液ニ合シテ容量500ccノ「ビーカー」ニ移シ之ニ重炭酸「カリウム」0.5gヲ加ヘ蒸発シ過剰ノ硝酸ヲ追ヒ出シ液量約100ccニ達セシメ次ニ之ニ酒石酸1gヲ加ヘ溶解セシメタル後「アモニア」水(比重0.9)ヲ以テ液ヲ略中和シテ之ニ硫酸5gヲ加ヘ水ニテ100ccニ稀釈シ約90°Cニ保テ之ニ硫化水素瓦斯ヲ約20分間通シタル後熱湯100ccヲ加ヘ稀釈ス更ニ之ヲ約10分間硫化水素瓦斯ヲ通シ加熱ヲ止メ液ノ冷却セルニテ硫化水素瓦斯ヲ通ス 斯クシテ生シタル沈澱ヲ濾過シ硫化水素ヲ含ム硝酸溶液(1%)ニテ洗滌シ更ニ硫化水素ヲ含ム硝酸(1:50)ニテ完全ニ洗滌ス 此ノ沈澱ヲ黄色硫化「アモニウム」溶液(備考2)ノ液ハ少量ニテ溶解セシメテ磁製坩堝中ニ入レ徐々ニ蒸発乾涸シタル後硝酸(比重1.42)數滴ヲ加ヘ残渣ヲ濕キテ加熱乾涸ス更ニ之ヲ約750°Cニ灼熱シテ恒量ニ達セシメ四酸化「アンチモン」(Sb<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)トシテ秤量シ次式ニ依リ「アンチモン」ノ含有量ヲ算出ス <math>79.19 \times Sb_2O_4 (g)</math> 試料(g) = 「アンチモン」%</p> <p>備考 1. 塩化水素瓦斯発生装置ハ容量1「リットル」ノ「フラスコ」ニ沃化「ナトリウム」50gト硝酸(比重1.18)200ccトヲ入レ50ccノ分液漏斗、安全漏斗及「コック」ヲ</p>		
大正十五年六月二十三日決定		工業品規格統一調査會

<b>JES</b>	日本標準規格	第54号
銅地金分析方法		類別 K 1
		頁 7
<p>硝子管ヲ附シタルゴム栓ニテ気密ト為シタルモノニシテ使用中ハ分液漏斗ヨリ硫酸(比重1.84)ヲ毎分120滴ノ割合ニテ滴下スルモノトス</p> <p>2. 黄色硫化「アモニウム」溶液ノ調製 「アモニア」水(比重0.9)50ccニ洗滌硫酸5gヲ加ヘ硫化水素瓦斯ヲ約2時間通シテ得タル溶液ヲ水ニテ約300ccニ稀釈シ濾過ス</p> <p>三. 砒素ノ定量 試料100gヲ容量2「リットル」ノ「ビーカー」ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ硝酸(比重1.42)400ccヲ徐々ニ加ヘ之ヲ溶解セシメ水100ccヲ加ヘテ煮沸ス 硫酸(比重1.18)1ccヲ加ヘタル後水ニテ700ccニ稀釈シ液ヲ攪拌シテ之ニ「アモニア」水(比重0.9)ヲ少量ヲ徐々ニ加ヘ少量ノ水酸化銅ノ沈澱ヲ存留スルニ至リ一夜温所ニ放置シタル後濾過シ冷水ニテ2回洗滌ス 此ノ沈澱ヲ濾紙ト共ニ「ビーカー」ニ移シ硝酸(1:5)20ccヲ加ヘ數分間煮沸後濾過シテ酸化銀ヲ分離シ硝酸(1:20)ニテ數回洗滌シ斯クシテ得タル濾液ニ硫酸(比重1.84)5ccヲ加ヘ之ヲ熱シ硫酸ノ白煙ヲ発生スルニ至リ之ヲ冷却シタル後水300ccニ稀釈シ冷却後濾過シ硝酸(1:20)ニテ數回洗滌ス 此ノ濾液ヲ「メチルオレンジ」ヲ指示薬トシテ苛性曹達溶液(10%)ニテ中和シ炭酸「ナトリウム」溶液(5%)10ccト消化「カリウム」溶液(1%)10ccトヲ加ヘ約60°Cニ加熱スルコト約30分間ノ後生成シタル炭酸鈣ヲ沈澱ヲ濾別シ炭酸「アモニウム」溶液(5%)ニテ5回洗滌ス 此ノ沈澱ニ硝酸(1:5)20ccヲ注キ之ヲ溶解シ硝酸(1:20)ニテ數回洗滌シ其ノ濾液ヲ濾前上ニテ蒸発乾涸シ硝酸(比重1.18)0.5ccト水10ccトヲ加ヘ加熱シ清澄液ト為シ更ニ水ニテ150ccニ稀釈シ約2時間放置後定量用濾紙ニテ濾過シ温水ニテ3回洗滌ス 此ノ沈澱ニ硝酸(1:2)ヲ注キ之ヲ溶解シ其ノ濾液ヲ磁製坩堝中ニ入レ蒸発乾涸シ更ニ暗赤色ニ灼熱シ恒量ト為シ四酸化砒素(Bi<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)トシテ秤量シ次式ニ依リ砒素ノ含有量ヲ算出ス <math>89.70 \times Bi_2O_4 (g)</math> 試料(g) = 砒素%</p> <p>四. 鉛ノ定量 試料50gヲ容量1「リットル」ノ「ビーカー」ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ硝酸(比重1.42)</p>		
大正十五年六月二十三日決定		工業品規格統一調査會

<b>JES</b>	日本標準規格	第54号
銅地金分析方法		類別 K 1
		頁 8
<p>200ccヲ徐々ニ加ヘ之ヲ溶解セシメ電熱器ニテ輕ク煮沸シ完全ニ亞硝酸ヲ追ヒ出シタル後水ニテ700ccニ稀釈ス 白金陰極(備考1)ト白金陽極(備考2)トヲ用キ陰極ヲ廻轉シテ電解ス先ツ約10分間電流0.5「アンペア」ヲ通シタル後約6「アンペア」ニ高メ約30分間後陽極ヲ取換ヘタル後尙電解ヲ続ケ約10分ニテ陽極ヲ取換ヘ陽極ニ附着物ナキニ至リタルトキヲ終點トス 「ビーカー」内ノ殘液ハ之ヲ其ノママ保留シ硫酸定量ノ試料ニ供ス 陽極取換ヘ際ニ電流ヲ通シタルママ洗滌液ヨリ徐々ニ水ヲ注キテ水洗シテ引上ケルコトヲ要ス 陽極ノ附着物ヲ數滴ノ濃酸化水素ヲ加ヘタル硝酸(比重1.42)ニ溶解セシメテ湯煎上ニテ蒸発乾涸ス 之ニ硝酸(比重1.42)250ccヲ加ヘ溶解セシメタル後水ニテ1500ccニ稀釈シ螺旋狀白金陰極(備考3)ト円筒狀白金陽極(備考2)トヲ用キ0.1「アンペア」ニテ電解スルコト約2時30分間ノ後前同様ニ陽極ヲ取換ヘ之ニ附着物ナキニ至ラシム(備考4) 附着物ノ着ケタル陽極ヲ水ヲ以テ次ニ「アルコール」ニテ洗滌シ約200°Cニ於テ約15分間乾燥シタル後之ヲ「デシケーター」内ニテ放冷ノ上秤量シ附着物ノ量ヲ求ム 附着物ヲ過酸化鉛ト看做シ次式ニ依リ鉛ノ含有量ヲ算出ス <math>86.6 \times 過酸化鉛(g)</math> = 鉛%</p> <p>備考 1. 白金陰極ハ下圖ノモノヲ標準トス 單位 mm </p> <p>2. 円筒狀白金陽極ハ純分定量用円筒狀白金陰極(純分定量法備考2)ヲ使用ス 3. 螺旋狀白金陰極ハ下圖ノモノヲ標準トス 單位 mm </p>		
大正十五年六月二十三日決定		工業品規格統一調査會

JES	日本標準規格	第54号
		類別 K 1
銅地金分析方法		頁 9
<p>4. 陽極附着物ノ色ニ依リ若シ含有スル炭アリト認ムル場合ニハ再電解ニ付スルモノトス</p> <p>五、硫黄ノ定量</p> <p>鉛ノ重量ヲ經リタル溶液ヲ試料トシ同筒狀白金陰極(純分定量法備考2)ト蝶狀白金陽極トヲ用キ攪拌シツツ之ヲ電解シ完全ニ銅ヲ陰極ニ附着セシメタル後陽極ヲ取去リ炭酸「ナトリウム」0.5gヲ加ヘ溶液ヲ蒸發濃縮ス 此ノ場合濃縮シタル溶液中ニ銅ノ残留セルヲ認メタルキハ小容量ニテ電解ヲ行ヒ之ヲ完全ニ除去スルコトヲ要ス</p> <p>溶液カ殆ト蒸發乾涸シタルトキ塩酸(比重1.18)10ccヲ加ヘ時計皿ニテ覆ヒ注意シツツ蒸發乾涸シ再ヒ塩酸(比重1.18)10ccヲ加ヘ蒸發乾涸シ硝酸塩ナキニ至ラシム之ヲ塩酸(比重1.18)10ccト水100ccトニテ溶解セシメ「アムモニア」水(1:10)ニテ中和シ之ニ塩酸(1:1)100ヲ加ヘ酸性ト為シ水ヲ約200ccニ稀釈ス之ヲ約70°Cニ加熱シ攪拌シツツ徐々ニ過酸化「バリウム」溶液(20%)10ccヲ加ヘ硫酸「バリウム」ヲ沈澱セシメ一晝夜放置ス 此ノ沈澱ヲ「スウエーデン」濾紙(00番11cm)又ハ之ト同等品2枚ニテ濾過シ塩酸(1:400)ニテ5回洗滌後温水ニテ洗滌シ洗液ニ炭素「イオン」ヲ認メタルニ至ラシメ之ヲ容気浴槽内ニテ乾燥ス</p> <p>沈澱ヲ出来得ル限リ濾紙ヨリ分離シ濾紙ハ之ヲ燒キテ坩堝中ニテ完全ニ灰化シ之ニ沈澱ヲ加ヘ灼熱シ恒量ニ至ラシメ硫酸「バリウム」(BaSO<sub>4</sub>)トシテ秤量シ次式ニ依リ硫黄ノ含有量ヲ算出ス</p> $\frac{13.74 \times \text{BaSO}_4 (\text{g})}{\text{試料} (\text{g})} = \text{硫黄} \%$ <p>本分析試験ニ於ケル加熱ノ総テ電熱ニ依ルモノトス</p> <p>六、鉄ノ定量</p> <p>試料50gヲ容量500ccノ「ビーカー」ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ硝酸(比重1.42)70cc、硫酸(比重1.84)100cc及水250ccノ混液ヲ徐々ニ加ヘ溶解セシメ煮沸後同筒狀白金陰極ト蝶狀白金陽極トヲ用キ攪拌シツツ約60°Cニ於テ電解シ銅ヲ除去ス</p> <p>溶液ヲ蒸發濃縮シタル後之ヲ磁製皿ニ移シ更ニ蒸發シ最後ニ強熱シ遊離ノ硫酸ト大部分ノ酸性硫酸「アムモニウム」トヲ追ヒ出シ冷却後之ニ塩酸(比重1.18)10滴ト水100ccヲ加ヘ溶解シ「ビーカー」ニ移シ硫化水素瓦斯ヲ飽和セシメ濾過シ飽和硫化水素水ニテ洗滌シ濾液ヲ蒸發シテ30ccニ濃縮ス</p> <p>之ニ飽和臭素水5ccヲ加ヘ煮沸シ臭素ヲ全部追ヒ出シタル後塩化「アムモニウム」1gヲ加ヘ更ニ「アムモニア」水(比重0.9)ヲ稍過量ニ加ヘテ水酸化鉄ヲ沈澱セシメ之ヲ約10分間煮沸後濾過シ温「アムモニア」水(1:50)ニテ洗滌ス</p>		
大正十五年六月二十三日決定	工業品規格統一調査會	

JES	日本標準規格	第54号
		類別 K 1
銅地金分析方法		頁 10
<p>此ノ沈澱ヲ塩酸(1:2)ニ溶解シ「アムモニア」水(比重0.9)ヲ稍過量ニ加ヘ再ヒ水酸化鉄ヲ沈澱セシメ之ヲ約10分間煮沸後濾過シ洗液ニ炭素「イオン」ヲ認メタル迄温「アムモニア」水(1:50)ニテ洗滌ス</p> <p>濾紙上ノ水酸化鉄ヲ温硫酸(1:10)約50ccト温水約100ccトニテ完全ニ溶解洗滌シ其ノ溶液ヲ冷却ス</p> <p>還元装置(備考3)ノ瓶(b)及ゴム管(c)ヲ連結シ之ニ水ヲ充テシ次ニ分液漏斗(a)ニ少量ノ水ヲ入レ「コック」(f)ヲ開キタルマゴム管(c)ヲ分液漏斗(a)ノ下端ノ硝子管ニ挿入シゴム管(c)ヲ壓シ硝子管中ノ空氣ヲ完全ニ水ト置換セシメ「ピンチコック」(d)及「コック」(f)ヲ閉テ(e)ヨリ亞鉛「アマルガム」(備考1)約200gト前ニ得タル鉄溶液トヲ流入ス</p> <p>次ニ過「マンガシ」酸「カリウム」炭酸ヨリ溶液ト硫酸(比重1.84)トニテ洗滌シタル炭酸瓦斯ヲ「コック」(g)ヨリ透入シ分液漏斗(a)内ノ空氣ヲ全部追ヒ出シ直ニ(e)及「コック」(g)ヲ閉テ數分間置シ振盪シ數分間放置シタル後「コック」(f)ヲ少シク開キ亞鉛「アマルガム」ノ細粒ヲ落下シ水ト置換セシメ同時「ピンチコック」(d)ヲ開キ「アマルガム」ヲ瓶(b)ニ移ス</p> <p>斯クシテ最後ノ「アマルガム」カ「コック」(f)ヲ流下シタルトキゴム管(c)ヲ指ニテ壓シ「アマルガム」上ノ溶液ヲ悉ク「コック」(f)ノ上ニ至ラシメ「コック」(f)ヲ閉テ溶液ト「アマルガム」トヲ完全ニ分離ス 分液漏斗(a)内ノ溶液ハ「コック」(f)ヲ通シ濾紙ヲ以テ容量500ccノ「エルレンマイヤー」フラスコ中ニ速ニ濾過シ分液漏斗(a)ノ内壁及濾紙ヲ硫酸(1:10)ニテ洗滌ス</p> <p>此ノ溶液ヲ(備考2)ニ依リ定メタル過「マンガシ」酸「カリウム」溶液ニテ滴定シ次式ニ依リ鉄ノ含有量ヲ算出ス</p> $\frac{\left[ \frac{\text{使用セル過「マンガシ」酸「カリウム」} (\text{g})}{\text{溶液} 100 \text{cc} \text{ニ相當セル數}} \right] \times \left[ \frac{\text{過「マンガシ」酸「カリウム」} (\text{cc})}{\text{溶液} 100 \text{cc} \text{ニ相當セル數}} \right] \times 100}{\text{試料} (\text{g})} = \text{鉄} \%$ <p>備考</p> <p>1. 亞鉛「アマルガム」ノ製法</p> <p>容量200ccノ「エルレンマイヤー」フラスコニ精製シタル水銀450gト純粹ナル亞鉛約10gトヲ入レ硫酸(1:10)ノ少量ニテ覆ヒ湯煎上ニテ加熱シ時々振盪シ固形亞鉛ヲ消失シタル後冷却シ保存ス</p> <p>2. 過「マンガシ」酸「カリウム」溶液ノ鉄相當量決定法</p> <p>純硫酸「ナトリウム」0.1gヲ容量400ccノ「ビーカー」ニ入レ約80°C乃至90°Cニ熱シタル水約200ccヲ加ヘ溶解セシメ之ニ硫酸(1:1)10ccヲ加ヘ液温ヲ60°Cニ保テツツ約N/50ニ調整セル過「マンガシ」酸「カリウム」溶液ニテ徐々</p>		
大正十五年六月二十三日決定	工業品規格統一調査會	

JES	日本標準規格	第54号
		類別 K 1
銅地金分析方法		頁 11
<p>=測定シ微赤色ヲ帯ヒタルトキヲ終點トス</p> <p>硫酸「ナトリウム」0.1gハN/50過「マンガシ」酸「カリウム」溶液74.63ccニ相當シ其ノ100ハ0.001117gノ鉄ニ相當スルヲ以テ次式ニ依リ使用過「マンガシ」酸「カリウム」溶液100ニ相當セル鉄ノ量ヲ定ム</p> $\frac{0.001117 \times 74.63}{\left[ \frac{\text{過「マンガシ」酸「カリウム」溶液} (\text{cc})}{\text{溶液} 100 \text{cc} \text{ニ相當セル數}} \right]} = \text{使用セル過「マンガシ」酸「カリウム」} (\text{g})$ <p>3. 還元装置ノ下図ノモノヲ標準トス</p>  <p>第三章 上型銅分析方法</p> <p>第六條 純分定量法ノ次ノ通りトス</p> <p>試料5gヲ容量500ccノ「ビーカー」ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ硝酸(比重1.42)700、硫酸(比重1.84)1000及水2500ノ混液ヲ徐々ニ加ヘ之ヲ溶解セシメタル後加熱シテ硝酸ヲ</p>		
大正十五年六月二十三日決定	工業品規格統一調査會	

JES	日本標準規格	第54号
		類別 K 1
銅地金分析方法		頁 12
<p>完全ニ追ヒ出シ水約70ccニテ稀釈ス</p> <p>硫酸第二鉄「アムモニウム」溶液(100ニ鉄0.01gヲ含ム)100ヲ加ヘ一旦沈澱セル水酸化銅カ全ク溶解シ終ル迄攪拌シツツ「アムモニア」水(比重0.9)ヲ加ヘ約10分間煮沸後濾過シ温「アムモニア」水(1:50)ニテ3回洗滌シタル後濾液及洗液ハ之ヲ保留シ沈澱ハ之ヲ少量ニテ温硫酸(1:10)ニテ溶解シ水ニテ約50ccニ稀釈シ「アムモニア」水(比重0.9)ヲ稍過量ニ加ヘ水酸化第二鉄ヲ沈澱セシメ約10分間煮沸後濾過シ温「アムモニア」水(1:50)ニテ3回洗滌ス沈澱ハ之ヲ保留シ濾液及洗液ハ前ニ保留シタル濾液及洗液ニ加ヘ蒸發シ約230ccト為シ之ニ硫酸(比重1.84)1000ト硝酸(比重1.42)200トヲ加ヘ第四條純分定量法ノ場合ト同様ノ操作ニ依リ電解シテ銅量ヲ定量ス</p> <p>前ニ保留シタル沈澱ヲ温硫酸(1:10)ニ溶解シ銅ヲ含マサル金屬「アルミニウム」棒ノ一片ヲ入レ約30分間煮沸シ銅ヲ金屬銅トシテ析出セシメ之ヲ液ト分離シ水洗後温硝酸(1:2)ノ少量ニ溶解シ水300ccヲ加ヘ「アムモニア」水(比重0.9)ヲ稍過量ニ加ヘテ加熱ス</p> <p>此ノ場合沈澱アラハ濾過シ之ヲ温「アムモニア」水(1:50)ニテ3回洗滌ス</p> <p>溶液ハ之ヲ「アムモニア」臭ヲ容セタル迄蒸發シ氷醋酸數滴ヲ加ヘテ微酸性ト為シ冷却後黃色血油塩溶液(4%)10滴ト硝酸「アムモニウム」溶液(10%)500トヲ入レタル「ネツラー」管ニ入レ比色ニ適當ナル分量定水ヲ加ヘ振盪ス</p> <p>別ノ「ネツラー」管ニ黃色血油塩溶液(4%)10滴ト硝酸「アムモニウム」溶液(10%)500トヲ入レ水ヲ加ヘテ試料液ト略同容積ト為シ之ニ「ピュレット」ニ依リ標準銅溶液(備考)ヲ少量ツツ加ヘ振盪シ兩者ノ着色濃度ヲ同一ナラシメ注加シタル標準銅溶液ノ量ト両管ノ液量トヨリ銅量ヲ求メ之ヲ電解ニ依リテ得タル銅量ニ加算シ銅ノ純分量ヲ定ム</p> <p>備考</p> <p>標準銅溶液ノ調製</p> <p>精製硫酸銅(CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O)0.393gヲ水ニ溶解シテ1「リットル」ト為ス</p> <p>本液ノ1ccハ0.0001gノ銅ヲ含ム</p> <p>第七條 不純物定量法ハ第五條不純物定量法ニ同シ</p> <p>第四章 並型銅分析方法</p> <p>第八條 純分定量法ハ第六條純分定量法ヲ準用ス</p> <p>試料カ銅電解ヲ不良ナラシムル過量ノ炭素「セレン」等ヲ含有スル場合ニハ適宜ノ処理ニ依リ之ヲ除去シタル後電解スルモノトス</p>		
大正十五年六月二十三日決定	工業品規格統一調査會	

主要製鐵所に於ける鐵鋼材生産高調 (單位噸) 商工省鑛山局

種 別	9 月 分			1 月 以 降 累 計		
	昭和3年	昭和2年	比較増減	昭和3年	昭和2年	比較増減
鉄 鐵	125,450	99,004	26,446 27%	1,117,069	924,458	192,611 21%
普 通 鋼	141,981	131,536	10,445 8%	1,355,292	1,206,381	148,911 12%
普通鋼壓延鋼材	126,471	113,818	12,653 11%	1,203,410	993,638	209,772 21%
内 譯						
販 賣 向 鋼 片	3,234	5,914	△2,680 △45%	29,441	51,641	△22,200 △43%
販 賣 向 シ ー ト パ ー	955	—	955	5,744	540	5,204 9.64%
鋼 板 { 厚0.7mm以下 其 他	8,064	6,552	1,512 23%	77,175	63,260	13,915 22%
	22,372	18,011	4,361 24%	231,382	176,312	55,070 31%
棒 鋼	46,016	37,739	8,277 22%	403,644	327,720	75,924 23%
形 鋼	19,581	17,907	1,674 9%	182,594	150,742	31,852 21%
軌 條	14,212	15,876	△1,664 △10%	156,552	122,517	33,035 27%
ワ イ ヤ ロ ッ ド	1,386	2,296	△910 △40%	20,040	18,537	1,503 8%
鋼 管	5,434	3,981	1,453 36%	49,455	36,221	13,234 36%
其 他	5,217	5,542	△325 △6%	47,383	45,148	2,235 5%

△印ハ減

昭和3年9月中外國鉄輸入高 (昭和3年11月12日鉄鐵共同組合)

輸出港	輸入港	横 濱	神 戸	大 阪	門 司	其 他	計	1 月 以 降 累 計
印 度		7,341	5,553	17,337	2,760	515	33,506	221,937
英 國		533	205	—	—	—	738	7,614
獨 逸		—	—	—	—	—	—	3,208
佛 國		—	—	—	—	—	—	179
白 耳 義		—	—	—	—	—	—	867
米 國		—	611	—	—	—	611	5,097
和 蘭		—	—	—	—	—	—	101
瑞 典		—	—	—	—	—	—	1,134
計		7,874	6,369	17,337	2,760	515	34,855	240,137

備考 大藏省主税局調査の數字は單位擔なるを以て1擔0.06048噸の割合にて換算したり。尙獨逸より3擔(0.18144噸)の輸入ありたるも端數につき除外す。

鉄鐵市場在庫月報 昭和3年9月30日現在 三菱商事株引會社金屬部

市場	東京	横濱	名古屋	大阪	神戸	門司	長崎	室蘭	釜石	兼二浦	大連	其他	合計	前月比較	前年同月
持主別															
生産筋	2,994	3,948	1,037	4,732	4,312	21,028	2,427	17,478	23,165	222	81,665	-5,341	96,111		
問屋筋	1,115	2,970	17,200	50	1,160					2,050	24,545	+1,013	27,518		
消費筋	9,363	1,770	17,600	16,740	3,468	380				475	49,796	+6,373	60,877		
合計	17,420	5,777	56,322	9,320	21,028	2,427	17,478	25,690	222	156,006	+2,045	184,506			
前月比較	-2,504	-1,291	+6,236	-1,566	+4,461	-1,349	+202	-2,516	+222	+50					

銑鐵市場在庫品種別月報 昭和3年9月30日現在 三菱商事株式會社金屬部

品 種	京濱	名古屋	阪神	九州	滿鮮	北海道	其他	合計	前月比較
兼二浦	4,250	1,200	7,904	3,649	17,678		100	34,781	-5,396
釜石	530		800				2,427	3,757	-3,136
輪西	4,495	1,370	3,700	500	576	21,028	200	31,869	+3,378
鞍山	1,065	930	8,270	1,580	23,721			35,566	+3,504
本溪湖	502	977	8,868	693	988		244	12,272	-4,831
淺野銑	4,428							4,428	+1,307
漢陽鐵									
東幡銑									
八仙人暮銑									
大楊子銑			100					100	0
龍烟									
Tata	450		8,200	100				8,750	+2,290
Burn	230	500	8,230	2,100	75			11,185	- 995
Bengal	1,250	600	4,850	100				6,800	+3,480
Cleveland	100			190				290	+ 165
Summerlee									
Hematitè	120		620	30				770	+ 100
Swedish			100	38				138	+ 38
Luxemburg				75				75	- 9
米國銑			3,400					3,400	+3,050
マイソール				250				250	0
雜		200	1,230	15	130			1,575	- 900
合計	17,420	5,777	56,322	9,320	43,168	21,028	2,971	156,006	+2,045
前月比較	-2,504	-1,291	+6,236	-1,566	-2,314	+4,461	- 977	-2,045	