

雜 錄

遠心鑄造法に就て (第2回)

茂 木 茂

遠心鑄造法の經濟的考察 主として鑄鐵管を此方法で製作する場合に就て考へて見るに色々な觀點から考察を進める必要がある。多くの場合此の方法の經濟的考察となす場合に觀點の取り方で實際製作上 大きな損失を招く様な結果になるおそれが充分ある。勿論遠心力を利用して鑄物を製作すると云ふ原則的な方法には 特許權は認めらるべきものでもなければ現在認められて居るものでもよい。しかし此方法を實際化する際に必要な考案例へば Cammen の場合の如く螺旋狀の縁を持つた樋とか de Lavaud の真直ぐな樋で其上を型が移動すると云ふ様な考案又は型を豫熱するか冷却するか云つた例で此類のものゝみが特許權で獨占的立場を保持して居る。此の考案に就ては更に後説する。從來の例から新に考案して特許權を得ることが極めて困難であることが明かとなつて居りしかのみならず 其には多額の研究費がかゝると云ふ様な關係から一般には既存の特許權の使用權を買つて製作すると云つた現状である。此場合に特許權所有者に支拂はれる金額が多額のために砂型を使用する從來の方法による生産費と同額にある始末である。此事實は從來使用されて居る方法を止めて遠心鑄造法に依る製造を開始する際に必ず考慮されなければならない點である。しかし此がために遠心鑄造法に依つて鑄鐵管を作ることが經濟的に成り立たないと斷定することは出来ないが少なくとも可成難點が其に伴ふ事だけは事實である。又一面特許權の行使權を買ふと云ふ場合には 特許權を得るために其所有者の消費した多額の費用と其經驗とを 使用料だけ拂て利用し得て極めて簡単に製造に着手し得ると云ふ利點も見通すことが出来ない。更に此方法の有利の點である投下資本が少額であるに反し 大量生産が可能であり特に鑄物の質が緻密で物理的性質及び機械的性質が優良であるが故に其重量を砂型を用ひる 普通の鑄鐵管製造に比して 25%位を省略することが出来る。以上の利點は明かに識別出来るが既存の方法を全部中止して此方法を行つた場合に果して經濟がより有利にあるかと云ふ問題に對しては經濟的決定が極めて重點をなすことと言ふまでもない。勿論既存の方法を中止したる場合により

經濟的な結果が極めて確實に此の新しい方法で招致されることが確實でなければ實現不可能の事柄である。事實の問題としては此の新しい方法は其利點と他の缺點或は附隨的な不經濟的事項とが相殺して或場合には決して有利な生産手段と見做すことが出来ないと斷定せざるを得ない狀況である。殊に此方法で鋼管を製作する場合に於て然りである。又鑄鐵管の遠心鑄造に使用する型の材質は Ni Cr 鋼が普通であるが此型の壽命が經濟的に問題となる。勿論中には此點に關して Hurst Ball の方法の如きは鑄鐵の型を用ひて居るから此問題からは幾分解放されて居ると見做すことが出来るが Ni Cr 鋼の型は加熱冷却の急激な交番作用をうけるために容易に裂罅が出來るがために鑄物の型抜きに困難が伴ふとか表面が不満足なものであるとか色々な不利益が惹起され結局其を避けるために型を取り換へなければならなくなる。其故に此型の壽命が經濟的に相當重要な問題となる。又水冷却を施すところの deLavaud の方法に依た場合の如きは鑄物を焼鈍する費用を考慮しなければならない。全體的に此方法の利點と見做すべきものは次の諸點である。

1、中子を要しない。故に其に伴ふ作業の省略。此作業の省略を計數的に見れば次の様になる。

100 mm	dia	45.9 %	省略
200 "	"	47.4	"
300 "	"	48.1	"
400 "	"	48.4	"
500 "	"	48.6	"

- 2、鑄膚が滑かで砂落等の附滯作業の省略。
- 3、鑄物の質が緻密で巣がなく従て強さが大である。
- 4、強さが大である結果としてパイプの重量の省略、砂型に比して其の 25%省略が可能。
- 5、職工 1 人當りの生産額の増加從來の方法では 1 日 1 人がパイプ 5 本であるに比し 24 本。
- 6、單位面積に對する生産額の増加、しかし此額は其方法に依て色々相違するが例へば Moore の方法では砂型を遠心鑄造に利用するのであるが此場合には從來の砂型の場合と大差がない。

遠心鑄造法に依る鑄鐵鑄物に現はれる二三の現象(特に垂直軸の型の場合)

遠心鑄造の際に起る現象を計算的に考察したる論文は E. Lewicki 氏が 1829 年に V.D.I に發表したところのものが最初で其後の論文も大部分は同氏の 其と大差がない。茲では其理論を述べることを止めて單に實際上現はれる特種な現象を略記することにとめる。垂直軸の型は設置上又作業上の點で水平又は傾斜軸の型よりも 便益が多い。しかし垂直軸の場合には軸方向に變化を起す様な振動は可及的に避けることを要す。然らざれば缺點のある鑄物が出来る。垂直軸の型の場合に起る現象の著しきものとしては湯の内面の形が拋物面を形成すること及び急廻轉しつゝある型に湯を流し込むと鑄物の表面に可成りの深さの裂罅が第 5 圖の如く出来る。型を豫熱すれば

第 5 圖



出來方が少くなる。型が湯のために甜められる位に豫熱すれば殆んどなくなる。型の温度と鑄込温度の差が大であれば大であるほど出來方がはげしい。湯を廻轉しつゝある型の面に水平に打當てれば此が出來ない。静止して居る型に湯

を注ぎ次に廻轉すれば鑄物の面の上半分は滑かで氣泡がなく下半分は金型に脱酸の不十分な鑄鋼を注いだ時の様な鑄膚になる。しかし型を最初から緩く廻轉しておけば下半分の面も可成奇麗になり金型の鋼塊に見る様な膚になる。圓錐形の鑄物を作る際に其内面のプロフィールが拋物面であることは特に設計上注意を要すべき點である。鋼管鑄造法に起るものに就て述ぶるならば第 1 は表面に比較的多數の氣泡の現はれることである。此現象も鑄鐵の場合の如く型の温度に依つて大部分左右されるものと考へられる。第 2 には de Lavaud の方法に依る如き場合に比較的不鈍物の介在が著しく。それが結晶粒間に介在すること、しかもこれは鋼管を此方法で製作する場合の致命的缺點である。更に鑄物と型が鑄込中異心的廻轉をさすことである。これは鑄物に種々ある裂罅をあたへる原因とする。

實用化したる遠心鑄造法 装置の構造上の差違例へば湯を供給する装置の構造上の 差違等を論外に置いて現在使用されて居る種々ある方法 は型の設置法で區別される。即ち型の廻轉軸が水平であるか傾斜するか垂直であるかである。しかし水平と見做されて居るものも作業上の理由から大概は僅かの傾斜を有する。鑄鐵管の製造には此僅かに傾斜するものが一般に使用されて居る。孔及び壁厚の一樣なる鑄物を作るには型の中に供給された湯

が型の全長に亘て均齊に分配されるに 必要な充分なる時間をあたへなければならぬ。型の全面に分配された湯に分配上の平衡が保たれる要するに時間は比較的短い。此時間は湯の凝固に要する時間に依存するものである。湯の型の内面に一樣に分配されることは當然湯の遠心力に依つて達せられるもので即ち湯を型に注入したる瞬間の型の廻轉速度に依つて決定されるべきものである。以上の分類の外に主として物理的見地からの分類がある。其中でも特に明かに區別さるべきものとしては型を冷却するもの、型を豫熱するもの、砂型を使用するものゝ 3 種類である。型を特に冷却する方法では鑄物の外部表面に急冷効果が起るが故に燒鈍を要する。豫熱型を使用するもので比較的長い時間型の中で湯が鑄融状態で保持され最初は徐々に凝固することになる。砂型を使用する方法は物理的關係からは普通の鑄鐵管製造方法と大差がない。個々の方法に就て次に述べる。

de Lavaud の方法 此使用權は國際 de Lavaud 組合の手にあり。次の會社が此方法で製造を行つて居るものである。

The National Iron Corporation Ltd. Toronto Canada.

The United States Cast Iron Pipe and Foundry, Birmingham (Alabama) U. S. A.

Tsuda & co, Osaka (Japan).

The Stanton Iron Works Company, Ltd (England)

Stanton Iron Works では全部で装置が 12 臺あつて通路の兩側に 6 臺宛設置されて居る。片側では 100—175 mm の直径と鑄鐵管を作り他の片側では 200—375 mm 直径の鑄鐵管を作る様に作業をして居る。鑄込口は全部通路の方に兩側から向つて居るから湯を運ぶ起重機は兩側の機械に用ひる事が出来る。型は水力タービンを以て廻轉され。タービンは型を包む冷却水套中に在る。型は其の長さに添ふて 2ヶ所でロールの上に支持されて居る。型を包むケースは水壓で型と共に前後に移動する。型とケースの間に冷却水が循環して居る。此の冷却水の温度は其の壓力を加減して一定温度に保つ様にする。傾注式の取鍋から固定された樋の間の連絡は懸樋を以てする仕事の順序としては管の接手の中子を 第一に設着し次に鑄込まんとするパイプに要するより 若干量多い湯を傾注鍋の中に注入する。此注入中絶へず Optical Pyrometer で其温度を測定して此を調節する。此傾注鍋の中の湯が全部無くなるまで一定の流出量で湯を樋に流し出すことの出来る様になつて居る。ところで型を傾注式の鍋の方に移動せしめ移動仕切つた所でタービンを廻す。型が正

規の速度に達するや否や水壓に依つて傾注鍋の廻轉を開始すると共に湯が型の中に流れ込む。型の一端に入れた接手中子の部分に充分湯が廻つたところで型を後退せしむる。此型の後退速度は型の全長に一樣に湯が行き互る様になければならない。型が充分後退した所で樋の口を後退せしめ樋の中に残つて居る湯は側方に落し去る。水冷却を行つて居る型の中に鑄込んだ湯は數秒で凝固する。冷却の際にパイプが收縮するから容易に引き抜くことが出来る。此引き抜き作業には鉋装置が用ひられ鉋は接手部分の内側を押して居るのでパイプは其で引抜かれる。パイプは赤熱状態で焼鈍爐の中に送られる。入る時の温度は 750°C 位であるが爐中で 980°C 迄上昇せしめられる。爐の後部でパイプは徐々に冷却する。其から尙熱したまゝでロールコンベヤーでタールタンクの中に運ばれる。Stanton Iron Work では此焼鈍爐には發生爐瓦斯を使用して居る。此發氣でタールタンクを 150°C 位に加熱する。United States Cast Iron Pipe and Foundry Company では Pipe を重油で焼鈍し此は連續作業を行ひ得る焼鈍爐で爐は二つの室から成り即ち加熱室冷却室のそれである。此工場では爐の温度を 10°C の範圍で調節することが出来ると發表して居る。温度は自記高温計で記録する。此爐ではパイプの大小又は冷熱何れのものも有効に處理する。作業成績としては良質な充分焼鈍されたパイプの歩留が 88 % である。焼鈍に要する費用は ton 1 圓 5 錢、冷たいパイプの時は 1 圓 47 錢位である、United States Cast Iron Pipe and Foundry Company は各 10 臺の鑄造装置を有する二つの工場を持つて居る。一つは Burlington 他の一つは Birmingham にある。National Cast Iron Pipe Company では 5 臺を新設した。鑄鐵管 1 本を鑄造する時間は 14 秒作業を開始してタールを塗り終るまでに要する時間は 75 秒である。一つの機械が作り得る 1 時間の製作能力は最高 20 本である。Stanton Iron Work で一交替即ち 8 時間に作るパイプは 1,920 本である。各機械には 4 人の人が要る。(つづく)

英國の鐵鋼業者と造船業者との提携 (昭和 6 年 9 月 18 日附在ロンドン松山商務參事官報告)英國重要工業たる鐵鋼業が國內生産費の割高と、世界的不況に伴ふ内外産業の萎縮に依り、最近衰退の徴を示しつつあるは下記統計に見ても明白な事實である。

○鐵鋼及其製品

年別	輸 入		輸 出	
	數量(噸)	金額(磅)	數量(噸)	金額(磅)
1928	2,897,240	24,147,292	4,267,462	66,789,184
1929	2,822,282	24,690,225	4,379,541	68,002,782
1930	2,908,347	23,327,122	3,157,925	51,770,033

即最近 3 年間に於ける鐵鋼及其製品 の輸出入の差違は漸次縮小し、殊に 1930 年に至りては數量に於て大差なき迄外國品の輸入増加となり、反面には英國品の輸出著減の事實を語つて居る。尙 1931 年に入りて以來國內生産は益々壓迫を被りつゝある。而して鐵鋼業の不振は獨り當業の不況たるに止らず、之を原料とする造船、機械其他の工業にも波及すること尠からず、例へば英國造船業の近年不振の一因としては之が鋼材の國內生産費割高を擧げ得べく、輸入外國品は國內製品に比し概ね噸當 2 磅の安値を唱へて居るのである従て造船業者として採算上外國品を利用するに於ては鐵鋼業は益々不振を加ふるを以て、最近英國 斯業を代表する Steelmakers' Association は此際不況對策として自發的に以下の具體案を發表し、之に依り造船業と共存共榮の途を確立すべく企てゝ居る、該案は各鐵鋼業者協會が自發的に其會員の販賣高に應じ、今後 6 箇月以上の期間に亘り取敢ず 5 萬磅の賦課金を醸出し、之を造船業者の團體たる Shipbuilding Employers' Federation に交付し、所屬造船業者が鋼材を需要する場合、國産品を利用せしめん爲補助金を支給せんとする者である、本案に對して上述造船業者協會は欣然贊意を表し居れるを以て、遠からず實施されるものと思はれる。此福音にも依るが本月に入りて以來造船業者の一部に新規 5,6 隻の注文ありたる由で更に 10 月以降造船労働者の賃銀引下もあり、目先尙多少の活況を傳へつゝある。因に造船業者としては鐵鋼業者協會案がより長期に亘り實行せられん事を希望して居る(海外經濟事情 4.44.)

製鐵國策樹立に商相三案を説明 櫻内商相はかねて調査中の製鐵國策樹立問題につき最近一應の調査が終了したので、10 日午前中に井上藏相と會見しその諒解を得た後、同日午後 3 時より商相官邸に郷誠之助、團琢磨、木村久壽彌太 3 氏の參集を求めまづ櫻内商相より。我が國製鐵業の現状はこれをこのまゝ放置すれば、結局衰滅に歸するより外はないと考へる然して民間業者は從來關稅の引上を希望であるがこの際たゞ外國品との競争の一面から見て、關稅引上げのみを行つても、鐵鋼生産費引き下げを考慮しなければ、結局鐵鋼市價の釣あげに終り、製鐵業それ自身の改善に資する事は極めて少く製鐵業を眞に活かす所以ではない、即ち製鐵國策を樹立して鐵鋼生産費を世界の水準、もしくはそれ以下に引き上げ得るやう方策を施す事が肝要であると思ふ、以上の問題につき商工省にて調査の結果、1、製鐵合同會社案、2、産業統制法の發動による製鐵業統制案、3、八幡製鐵所を中心とする共販會社案。の 3 案を得た、就てはこの際本問題につき隔意なき御意見を承り、かつ充分なる街援助を仰ぎたい、と述べ以上 3 案を説明したが、これに對し郷、團、木村の 3 氏は。いづれ充分研究調査の上意見を開陳したいと答へたのみで、當日は別段の意見は述べなかつたやうである。(東朝 11/11)

日本標準規格 (商工省、工業品規格統一調査會決定)

JES 第 84 號、類別 H 17、昭和 4 年 12 月 4 日 決定

錫 地 金

第一條 本規格ニ於テ規定スル錫地金ハ之ヲ次ノ 4 種トス

特號錫 一號錫 二號錫 三號錫

第二條 各地金ハ次ノ成分ヲ有スルコトヲ要ス

註文者ニ於テ必要ト認メタルトキハ鉛、「アンチモン」、砒素、銅及鐵以外ノ不純物ニ對スル制限ヲ追加スルコトヲ得

種別	錫%	鉛%	アンチモン%	砒素%	銅%	鐵%
特號錫	99.90以上	0.020以下	0.020以下	0.020以下	0.030以下	0.020以下
一號錫	99.80 "	0.050 "	0.050 "	0.050 "	0.050 "	0.030下
二號錫	99.5 "
三號錫	99.0 "

成分ノ檢定ニハ其ノ百分率ニ於テ特號錫及一號錫ニ在リテハ錫ハ小數第三位以下ヲ、不純物ハ小數第四位以下ヲ切捨テ、二號錫及三號錫ニ在リテハ錫ハ小數第二位以下ヲ切捨ツルモノトス

第三條 前條ノ錫ノ純分ハ鉛、「アンチモン」、砒素、銅、鐵及蒼鉛並前條第二項ニ依リ追加セラレタル不純物ノ百分率總計ヲ百ヨリ引去リタル殘部トス

特號錫及一號錫ノ蒼鉛百分率算定ニハ前條第三項ノ不純物ノ規定ヲ適用シ二號錫及三號錫ノ不純物ノ百分率算定ニハ小數第三位以下ヲ切捨ツルモノトス

第四條 分析試料採取ノ方法ハ各種別、各記號毎ニ次ノ各號ニ依ル

一、地金 1000 kg 又ハ其ノ端數毎ニ 1 試料ヲ調製スルモノトス

二、1 試料ハ 5 箇以上ノ鑄塊ヨリ採取スルモノトス

三、各鑄塊ノ適當ノ部分ヨリ螺錐、「バイト」等ヲ用キテ削屑ヲ採取シ之ヲ能ク混和シ分割シテ 1 試料ト爲スモノトス

削屑ノ總量及 1 試料ハ次表ノ通リトス

種別	削屑採取總量 g	1 試料 g
特號錫	2000 以上	1000
一號錫	1000 以上	500
二號錫		
三號錫		

四、試料採取ニハ工具ヲ豫メ「アルコール」ヲ浸シタル布ニテ拭ヒ油類其ノ他ノ減摩劑ヲ使用スルコトヲ要ス

五、採取セル試料ハ共口ノ「ガラス」瓶ニ入レ密閉シ分析所ニ送付スルモノトス

第五條 分析試驗ノ方法ハ別ニ定ムル所ニ依ル 但シ其ノ定メナキモノニ付テハ賣買者双方ニ於テ協定スルモノトス

第六條 分析試驗ハ賣買者双方協定セル分析所ニ於テ之ヲ行フモノトス

第七條 試料ノ分析試驗ノ成績カ本規格ニ合セザルトキハ其ノ試料ノ代表スル地金ノ全量ヲ不合格トス

第八條 製造者ハ各鑄塊ニ製造所ノ記號ヲ鑄出スルモノトス

製造者又ハ販賣者ハ塗裝 其ノ他ノ方法ニ依リ錫地金ノ種別ヲ表示スルモノトス

JES 第 85 號 類別 K 5頁1-12昭和4年12月4日決定

第一條 總 則

錫地金分析方法

第一條 本規格ハ日本標準規格第 84 號錫地金ノ成分檢定ニ之ヲ適用ス

第二條 錫地金分析方法ハ次ノ通り之ヲ區分ス

- 一、特號錫及一號錫分析方法
- 二、二號錫及三號錫分析方法

第三條 秤量及試料ノ取扱ハ次ノ各號ニ依ル

一、秤量ニハ特ニ檢定ヲ受ケタル天秤及分銅ヲ用キ 0.1 mg 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 0.05 g 迄正確ニ秤量スルモノトス

二、試料ハ之ヲ磁製皿ニ入レ鹽化「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

三、試料ニハ鐵分カ機械的ニ混入シ來ル虞アルヲ以テ鐵分ノ定量ニ供スル試料ノ秤量ニ際シ豫メ強力ナル磁石ヲ以テ鐵分ヲ除去スルコトヲ要ス

第二章 特號錫及一號錫分析方法

第四條 純分ハ蒼鉛、鉛、銅、「アンチモン」砒素、鐵及制限ヲ追加セラレタル不純分ノ百分率總計ヲ 100 ヨリ引去リタル殘部ノ 小數第三位以下ヲ切捨テタル値トス

第五條 不純物ノ定量ハ次ノ通り之ヲ行ヒ其ノ百分率算定ニハ小數第四位以下ヲ切捨ツルモノトス

一、蒼鉛ノ定量

試料 50.g ヲ容量 2「リットル」ノ「ビーカー」ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ鹽酸(比重 1.18)5 容積ト硝酸(比重 1.42) 1 容積トノ混合液 200 cc ヲ徐々ニ加ヘテ溶解セシメ

其ノ作用緩慢トナルニ至リ之ヲ熱シテ溶解ヲ完了セシム

溶液カ少シク冷却シタル後硝酸(比重 1.42) 30 cc ヲ徐々ニ加ヘ之ヲ煮沸シテ錫ノ酸化ヲ完全ナラシメ 液量カ約 100 cc トナル迄煮沸ヲ續ケタル後放冷ス 次ニ酒石酸「アンモン」溶液(備考 1) 600 cc ヲ加ヘ「ロゾル」酸ヲ指示薬ト爲シ「アンモニア」水(比重 0.9) ヲ以テ中和シ更ニ其ノ 30 cc ヲ過剩ニ添加ス

此ノ温溶液ヲ激シク攪拌シツツ硫化「ソーダ」甲溶液(備考 2) 50cc ヲ徐々ニ滴加シ之ヲ約 1 時間約 50°Cニ温メタル後一夜放置シテ濾過ス 濾紙上ノ沈澱ハ之ヲ熱湯ヲ用キ容量 400 cc ノ「ビーカー」中ニ能ク洗ヒ入レタル後更ニ之ニ水ヲ加ヘテ液量ヲ約 150 cc ト爲ス 次ニ苛性「ソーダ」溶液(10%) 20cc ト硫化「ソーダ」甲溶液(備考 2) 5cc トヲ加ヘ約 30 分間湯煎上ニテ温メ硫化物ヲ沈澱ノ沈降 スルニ至リ之ヲ元ノ濾紙ニテ濾過ス 此ノ際最初ニ濾過サレタル約 20cc ヲ同一濾紙上ニ戻シテ濾過ヲ繼續シ沈澱ハ之ヲ温硫化「ソーダ」乙溶液(備考 3) ニテ 3 回洗滌ス

濾紙上ノ沈澱ハ之ヲ容量 400cc ノ「ビーカー」ニ水ニテ洗ヒ入レ濾紙ニ附著セル沈澱ハ之ヲ鹽素酸「カリ」ノ熱鹽酸溶液(備考 4) ニテ溶解シ濾紙ハ熱湯ニテ洗滌ス 此ノ溶液ヲ「ビーカー」内ノ沈澱ト合シ更ニ鹽素酸「カリ」ノ鹽酸溶液(備考 4) ノ成ルヘク少量ヲ加ヘ熱シテ沈澱ヲ溶解セシメタル後煮沸シテ鹽素ヲ追出シ更ニ蒸發シテ液量ヲ約 100cc ト爲シ放冷ス

次ニ酒石酸「アンモン」溶液(備考 1) 30cc ヲ加ヘ「ロゾル」酸ヲ指示薬ト爲シ「アンモニア」水(比重 0.9) ニテ中和シ更ニ其ノ 5cc ヲ過剩ニ添加ス 此ノ温溶液ヲ激シク攪拌シツツ硫化「ソーダ」甲溶液(備考 2) 10cc ヲ徐々ニ滴加シ之ヲ約 1 時間約 50°Cニ温メタル後暫時放置シテ濾過ス 濾紙上ノ沈澱及濾紙ハ温硫化「ソーダ」乙溶液(備考 3) ニテ洗滌シ之ニ附隨セル硫化錫ヲ溶解シテ除去ス

濾紙上ノ沈澱ハ之ヲ容量 400cc ノ「ビーカー」ニ水ニテ洗ヒ入レ濾紙ニ附著セル沈澱ハ之ヲ鹽素酸「カリ」ノ熱鹽酸溶液(備考 4) ニテ溶解シ濾紙ハ熱湯ニテ洗滌ス 此ノ溶液ヲ「ビーカー」内ノ沈澱ト合シ更ニ鹽素酸「カリ」ノ鹽酸溶液(備考 4) ノ成ルヘク少量ヲ加ヘ熱シテ沈澱ヲ溶解セシメタル後煮沸シテ鹽素ヲ追出シ更ニ蒸發シテ液量約 200cc トナルニ至リ鹽酸(比重 1.18) 20cc ヲ加ヘ液量カ約 30cc トナル迄蒸發シテ水ニテ稀釋シテ約 150cc ト爲ス 此ノ溶液ニ金屬「アルミニウム」棒又ハ板(備考 5) ヲ入レ約 1 時間煮沸ス 此ノ

間時々温湯ヲ加ヘ液量ヲ約 150ccニ保チ蒼鉛、鉛及銅ヲ金屬狀ニ析出セシメタル後速ニ之ヲ濾過シ煮沸シテ空氣ヲ追出シタル温湯ヲ以テ 1 回洗滌ス 濾液ニ新タル金屬「アルミニウム」棒又ハ板ヲ入レテ再ビ約 30 分間煮沸シ析出物ヲ得タル場合ニハ別ノ濾紙ニテ速ニ濾過シ煮沸シテ空氣ヲ追出シタル温湯ヲ以テ 1 回洗滌ス 析出物ヲ成ルベク少量ノ硝酸(1:1)ニテ温メテ溶解シタル後湯煎上ニテ蒸發乾涸ス

之ニ鹽酸(比重 1.18)ノ數滴ヲ加ヘテ濕シ再ビ湯煎上ニテ蒸發乾涸ス 此ノ鹽酸ノ添加及蒸發乾涸ヲ更ニ 2 回繰リ返シ硝酸ヲ完全ニ追出シタル後鹽酸(比重 1.18) 0.5cc ト水約 20cc トヲ加ヘ温メテ清澄液ト爲ス 若シ此ノ場合清澄液ヲ得サルトキハ之ヲ濾過シ温鹽酸(1:20)ニテ洗滌シ濾液及洗液ヲ再ビ湯煎上ニテ蒸發乾涸シ之ニ鹽酸(比重 1.18) 0.5cc ト水約 20cc トヲ加ヘ温メテ清澄液ト爲ス 此ノ清澄液ヲ水ニテ 150ccニ稀釋シ攪拌シタル後約 2 時間放置ス

斯クシテ得タル次鹽化蒼鉛ノ沈澱ヲ濾紙(00番「スウェーデン」濾紙又ハ之ト同等品)ニテ濾過シ温水ニテ 5 回洗滌ス

濾液及洗液ハ之ヲ其ノマ、保存シ鉛ノ定量ノ試料ニ供ス 此ノ沈澱ニ温硝酸(1:2)ヲ注ギ之ヲ溶解シ且洗滌シ此ノ溶液ヲ磁製坩堝ニ入レ蒸發乾涸シ更ニ暗赤色ニ灼熱シテ恒量ト爲シ酸化蒼鉛(Bi_2O_3)トシテ秤量シ次式ニ依リ蒼鉛ノ含有量ヲ算出ス

$$\frac{89.70 \times Bi_2O_3(g)}{\text{試料}(g)} = \text{蒼鉛}\%$$

備考

1、酒石酸「アンモン」溶液ノ調製

酒石酸 1 kg ヲ水 3,300 ccニ溶解シ殘渣アラハ之ヲ濾過シ「ロゾル」酸ヲ指示薬ト爲シテ「アンモニア」水(比重 0.9)ニテ中和ス

此ノ溶液 100cc ヲ採リ「アンモニア」水數滴ヲ加ヘテ「アルカリ」性ト爲シ之ニ硫化「ソーダ」溶液ヲ加ヘテ褐色又ハ黑色ノ沈澱ノ生成セザルコトヲ要ス

2、硫化「ソーダ」甲溶液ノ調製

苛性「ソーダ」50 g ヲ水ニテ溶解シ更ニ水ニテ稀釋シテ 500ccト爲シ其ノ 250ccヲ容量 1「リットル」ノ「ビーカー」ニ入レ冷却シツツ硫化水素「ガス」ヲ通シテ飽和セシメタル後殘ノ 250ccト混合セシメタル後生成シタル黑色沈澱ヲ除去シ

本溶液ハ褐色試薬瓶ニ入レ密栓ヲ施シテ暗所ニ保存スルモノトス

3、硫化「ソーダ」乙溶液ノ調製

硫化「ソーダ」甲溶液(備考 2)ヲ水ニテ10 倍ニ稀釋ス

4、鹽素酸「カリ」ノ鹽酸溶液ノ調製

鹽素酸「カリ」10 g ヲ鹽酸 (1:1) 500cc = 溶解ス

5、金屬「アルミニウム」棒又ハ板ハ其ノ銅含有量 0.01

%以下、鐵含有量 0.3 % 以下ニシテ其ノ表面積ハ約 25 cm² ナルコトヲ要ス

二、鉛ノ定量

蒼鉛ノ定量ニ於ケル次鹽化 蒼鉛ノ沈澱ヲ濾過洗滌シテ得タル濾液及洗液ヲ試料トス

此ノ試料ヲ蒸發皿ニ移シ湯煎上ニテ蒸發乾涸ス 次ニ硝酸(比重 1.42) ヲ加ヘテ濕シ再ビ湯煎上ニテ蒸發乾涸ス 更ニ硝酸ノ添加及蒸發乾涸ヲ 3 回繰返シタル後之ニ水 50cc ト硝酸(比重 1.42) 25cc トヲ加ヘ温メテ溶解シ若不溶解殘渣アラハ之ヲ濾過シ熱湯ニテ洗滌ス 此ノ溶液ヲ電解用「ビーカー」(備考 1)ニ移シ冷却後水ニテ 150 cc = 稀釋ス

次ニ之ニ螺狀白金陰極(備考 2)ト圓筒狀白金陽極(備考 3)トヲ挿入シ 2 箇ノ半圓形時計皿ニテ覆ヒ室内ノ溫度 15°C 乃至 30°C = 於テ 0.2 乃至 0.3 「アムペア」ノ電流ニテ電解ス

電解スルコト約 3 時間後陰極面ヲ檢シ若金屬鉛ノ附著ヲ認メタル場合ニハ暫時電流ヲ斷チ鉛ヲ溶解セシメタル後 0.1 「アムペア」ノ電流ニテ約 1 時間電解ヲ續クルコトヲ要ス

次ニ硝酸(1:5)ニテ時計皿ノ下面並「ビーカー」ノ内壁及電極ノ柄ノ液面ニ露出セル部分ヲ洗滌シ此ノ洗液ニテ電解液面ヲ約 5 mm 上ラシメ更ニ約 30 分間電解ヲ續ケ陽極ノ柄ノ新タニ浸サレタル部分ニ最早附著物ナキニ至リタルトキヲ以テ電解ノ終點トス

陽極取外シノ際ニハ電流ヲ通シタルママ 洗滌瓶ヨリ徐々ニ水ヲ注キテ水洗シツツ引上クルコトヲ要ス 電解殘液ハ之ヲ其ノママ保存シ 銅ノ定量ノ試料ニ供ス

附著物ノ著キタル陽極ハ水ニテ次ニ「アルコール」ニテ洗滌シ約 200°C = 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 附著物ノ量ヲ求ム

附著物ハ之ヲ過酸化鉛ト看做シ次式ニ依リ鉛ノ含有量ヲ算出ス

$$\frac{86.6 \times \text{過酸化鉛}(g)}{\text{試料}(g)} = \text{鉛}\%$$

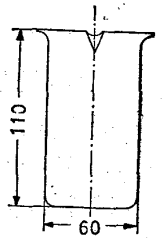
三、銅ノ定量

鉛ノ定量ヲ終リタル 殘渣ヲ試料トス 若鉛ノ定量後陰極ニ銅ノ附著セルヲ認メタルトキハ之ヲ 殘液中ニ

備考

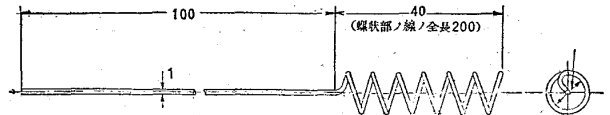
1、電解用「ビーカー」ハ上圖ノモノヲ標準トス

單位 mm



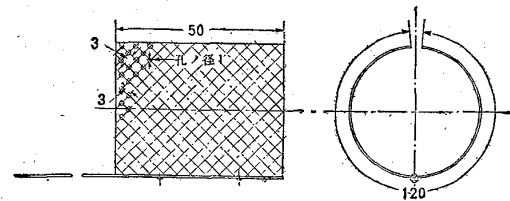
2、螺狀白金陰極ハ下圖ノモノヲ標準トス

單位 mm



3、圓筒狀白金陽極ハ下圖ノモノヲ標準トス

單位 mm



溶解セシメタルモノヲ試料トス

此ノ試料ヲ蒸發皿ニ移シ硫酸(比重 1.84) 5cc ヲ加ヘテ蒸發シ硫酸ノ白煙ヲ發スルニ至ラシメ 冷却後水 50 cc ニテ稀釋シ電解用「ビーカー」(鉛ノ定量備考 1)ニ移シ硝酸(比重 1.42) 1cc ヲ加ヘタル後更ニ水ヲ加ヘテ液量ヲ 150 cc ト爲ス

次ニ之ニ圓筒狀白金陰極(備考 1)ト螺狀白金陽極(備考 2)トヲ挿入シ 2 箇ノ半圓形時計皿ニテ覆ヒ室内ノ溫度 15°C 乃至 30°C = 於テ 0.5 「アムペア」ノ電流ニテ電解ス

電解ノ終點ニ達シタルト認メタルトキ 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 5 mm 上ラシメ更ニ約 30 分間電解ヲ續ケ陰極ノ柄ノ新タニ液中ニ浸サレタル部分ニ最早銅ノ附著ヲ認メサルニ至リテ電解液約 1cc ヲ取出シ硫化水素水ヲ以テ終點ヲ檢ス

電解完了後電流ヲ通シツ、「サイフォン」ニテ電解液ト水トヲ置換シ電極ヨリ氣泡ノ生セサルニ至リ 陰極ヲ取外シ之ヲ「アルコール」(備考 3)ニテ洗ヒタル後「デシケーター」中ニテ 30 分間以上乾燥ノ上秤量シ 銅ノ含有量ヲ定ム

備考

1、圓筒狀白金陰極ハ鉛ノ定量用圓筒狀白金陽極ヲ使用ス

- 2、螺狀白金陽極ハ鉛ノ定量用螺狀白金陰極ヲ使用ス
- 3、「アルコール」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検査スルコトヲ要ス 若シ之ヲ含有スル場合ニハ固體ノ苛性「ソーダ」ヲ以テ中和シ蒸溜ノ上使用スルモノトス

四、「アンチモン」ノ定量

試料 50 g ヲ溶解瓶(備考 2)ニ入レ鹽酸(比重 1.18) 200 cc ト硝酸(比重 1.42) 7 cc トノ混合液ヲ徐々ニ加ヘテ溶解セシメ其ノ作用緩慢トナルニ至リ之ヲ温メテ溶解ヲ完了セシム

次ニ溶解瓶内ノ空氣ヲ炭酸「ガス」ニテ置換シ之ニ還元鐵 1g ヲ加ヘ炭酸「ガス」氣流中ニテ冷却シタル後水ニテ稀釋シテ 500 cc ト爲シ濾過ス

濾紙上ノ残渣ハ之ヲ熱湯ニテ完全ニ洗滌シタル後鹽素酸「カリ」ノ熱鹽酸溶液(蒼鉛ノ定量備考 4) ノ成ルヘク少量ニ溶解シ蒸發シテ液量カ約 10cc トナルニ至ラシム

此ノ溶液ヲ水ニテ 200cc ニ稀釋シ硫化水素「ガス」ヲ通シテ飽和セシメ約 30 分間放置シタル後濾過ス

沈澱ヲ硫化水素ヲ含メル鹽酸(1:50)ニテ洗滌シタル後之ヲ濾紙ト共ニ「ピーカー」ニ移シ硫化「ソーダ」甲溶液(蒼鉛ノ定量備考 2) 20cc ト水 30cc トヲ加ヘ熱シテ硫化「アンチモン」ヲ溶解セシメ濾過シ熱湯ニテ完全ニ洗滌ス

此ノ濾液及洗液ニ鹽酸(1:3)ヲ加ヘテ微酸性ト爲シ更ニ鹽酸(1:3) 10cc ヲ加ヘタル後温湯ニテ稀釋シ全液量ヲ約 200cc ト爲シ之ニ約 10 分間硫化水素「ガス」ヲ激シク通シ沈澱ノ沈降スル迄湯煎上ニテ温メテ濾過シ硫化水素ヲ含メル鹽酸(1:50)ニテ洗滌ス

此ノ沈澱ヲ鹽素酸「カリ」ノ熱鹽酸溶液(蒼鉛ノ定量備考 4)ノ成ルヘク少量ニ溶解セシメタル後蒸發シテ鹽素ヲ追出ス 之ニ酒石酸 1g ヲ加ヘ溶解セシメタル後「アンモニア」水(比重 0.9)ヲ以テ液ヲ略中和シ之ニ蓆酸 5g ヲ加ヘ水ニテ 100 cc ニ稀釋シテ之ヲ溶解セシメ溶液ヲ約 90°C ニ保チ之ニ硫化水素「ガス」ヲ約 20 分間通シタル後熱湯 100 cc ヲ加ヘ稀釋ス 更ニ之ニ約 10 分間硫化水素「ガス」ヲ通シ加熱ヲ止メ液ノ冷却スル迄硫化水素「ガス」ヲ通ス

斯クシテ生シタル沈澱ヲ濾過シ硫化水素ヲ含メル蓆酸溶液(1%)ニテ洗滌シ更ニ硫化水素ヲ含メル鹽酸(1:50)ニテ完全ニ洗滌ス

此ノ沈澱ヲ多硫化「アンチモン」溶液(備考 1)ノ成ルヘク少量ニ溶解セシメテ磁製坩堝ニ入レ徐々ニ蒸發乾涸シタル後硝酸(比重 1.42)數滴ヲ加ヘテ残渣ヲ濕シ

再ヒ蒸發乾涸ス 更ニ之ヲ約 750°C ニ灼熱シテ恒量ニ達セシメ四二酸化「アンチモン」(Sb_2O_4)トシテ秤量シ次式ニ依リ「アンチモン」ノ含有量ヲ算出ス

$$\frac{79.19 \times Sb_2O_4(g)}{\text{試料}(g)} = \text{「アンチモン」}\%$$

備考

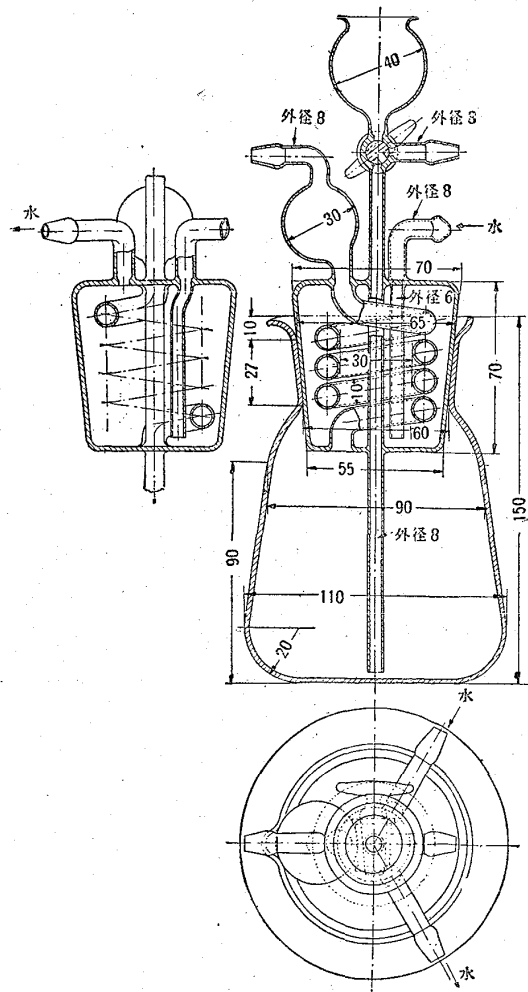
1、多硫化「アンチモン」溶液ノ調製

「アンモニア」水(比重 0.9) 50cc ニ沈降硫黃 5g ヲ加ヘ硫化水素「ガス」ヲ約 2 時間通シテ得タル溶液ヲ水ニテ約 300cc ニ稀釋シ濾過ス

本溶液 50cc ヲ磁製坩堝ニ採リ蒸發乾涸シタル後更ニ之ヲ灼熱シタルトキ其ノ残渣 0.0005g 以下ナルコトヲ要ス

2、溶解瓶ハ下圖ノモノヲ標準トス

單位 mm



五、砒素ノ定量

試料 50 g ヲ溶解瓶(「アンチモン」ノ定量備考 2)ニ入レ鹽酸(比重 1.18) 200cc ト硝酸(比重 1.42) 7 cc ノ混合液ヲ徐々ニ加ヘテ溶解セシメ其ノ作用緩慢ト

ナルニ至リタルトキ之ヲ熱シテ溶解ヲ完了セシム
 本操作中發生スル「ガス」ハ之ヲ砒素吸收瓶(備考 1)
 ニ導キ砒素ヲ砒酸トシテ吸收セシム
 次ニ溶解瓶内ニ約 30 分間炭酸「ガス」ヲ通シタル後
 鉛板(備考 2)ヲ入レ更ニ炭酸「ガス」ヲ通シツツ加熱
 シテ約 1 時 30 分間煮沸ヲ續ケ炭酸「ガス」氣流中ニ
 テ冷却シタル後上澄液ヲ濾過シ溶解瓶中ニ約 60°C
 ノ溫湯ヲ數回ニ互リテ約 100cc ツツ加ヘ鹽化鉛ヲ溶
 解セシメ濾過シ最後ニ溫湯ニテ洗滌ス 鉛板ノ表面
 ノ附著物、溶解瓶中及濾紙上ノ沈澱ハ之ヲ鹽素酸「カリ」
 ノ鹽酸溶液(蒼鉛ノ定量備考 4)ニ溶解シタル後
 吸收瓶内ノ溶液ト合ス
 次ニ之ヲ容量 500 cc ノ「ビーカー」ニ移シ煮沸シテ
 鹽素及「ブロム」ヲ追出シタル後湯煎上ニテ蒸發シテ
 約 50 cc トナルニ至ラシメ之ニ鹽酸(比重 1.18) 50
 cc ヲ加ヘ速ニ加熱シテ殆ト煮沸スルニ至リ硫化水素
 「ガス」ヲ激シク通シタル後放冷シ沈澱ノ沈降スルニ
 至リテ之ヲ濾過シ硫化水素ヲ含メル鹽酸(1:1)ニテ
 洗滌シ錫ヲ除去ス
 濾紙上ノ沈澱ハ之ヲ蒸發皿ニ水ニテ洗ヒ入レ濾紙ニ
 附著セル沈澱ハ之ヲ鹽素酸「カリ」ノ熱鹽酸溶液(蒼
 鉛ノ定量備考 4)ニテ溶解シ濾紙ハ熱湯ニテ洗滌ス
 此ノ溶液ヲ蒸發皿中ノ沈澱ト合シ更ニ鹽素酸「カリ」
 ノ鹽酸溶液(蒼鉛ノ定量備考 4)ノ成ルヘク少量ヲ加
 ヘ熱シテ沈澱ヲ溶解セシメタル後湯煎上ニテ液量カ
 20 cc トナル迄蒸發ス
 此ノ際鹽素酸「カリ」ノ殘存スルコトアルヲ以テ更ニ
 鹽酸(比重 1.18) 20 cc ヲ加ヘ再ヒ湯煎上ニテ液量カ
 20 cc トナル迄蒸發ス
 斯クシテ得タル砒素溶液ハ之ヲ砒素蒸溜装置(備考
 5)ノ「フラスコ」(c)ニ入レ鹽化第一鐵 5 g ト鹽酸
 (比重 1.18) 60cc トヲ加ヘタル後「フラスコ」ヲ備
 考 5 ノ如ク連結シ「ピンチコック」ニテ閉テタル「ゴ
 ム」管ニテ支管(b)ヲ閉ス
 冷却裝置(d)及(f)ニ冷水ヲ通シ「フラスコ」ヲ油浴内
 ニ成ルヘク深ク浸シ其ノ露出面及頸部ヲ適當ノ材料
 ニテ覆ヒ保温ス 油浴ノ溫度ヲ 140°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 25 cc トナリタルトキ漏斗(a)ヨリ
 鹽酸(比重 1.18) 40 cc ヲ滴下シテ蒸溜ヲ續行シ殘
 液量カ約 25 cc トナルニ至ラシメ再ヒ鹽酸(比重
 1.18) 40 cc ヲ滴下シテ蒸溜ヲ續行シ殘液量カ約 25
 cc トナリタルトキ蒸溜ヲ終了ス
 B₂ ノ連結ヲ離シ蛇管(d)ノ内壁ヲ水ニテ洗滌シ洗

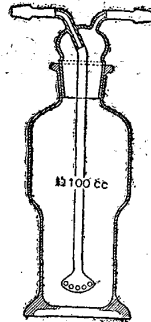
液ヲ受器(e)内ノ液ニ合シ之ヲ容量 1「リットル」ノ
 「エレンマイヤーフラスコ」ニ移シ冷却シツツ「フ
 エノールフタレイジ」ヲ指示藥トシテ苛性「ソーダ」
 溶液(40%)ニテ中和シ之ニ硫酸(1:3)數滴ヲ加ヘ微
 酸性ト爲シタル後重炭酸「ソーダ」10 g ヲ徐々ニ加ヘ
 振盪シ溶解セシメ「ヨードカリ」溶液(10%)約 0.5 cc
 ヲ加ヘ更ニ指示藥トシテ澱粉溶液(備考 3) 10 cc ヲ
 加ヘ備考 4 ニ依リ定メタル「ヨード」溶液ニテ滴定シ
 次式ニ依リ砒素ノ含有量ヲ算出ス

$$\frac{\text{使用セル「ヨード」溶液 } 1 \text{ cc} = \text{相當スル砒素量}(g) \times \text{「ヨード」溶液使用量}(cc) \times 100}{\text{試料}(g)} = \text{砒素}\%$$

本分析試験ニハ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

備考

- 1、砒素吸收瓶ハ容量約 100 cc ニシテ下圖ノモノヲ標準トシ 2 箇ヲ連結シテ使用スルモノトス
 此ノ瓶中ニハ鹽酸(比重 1.18)約 50cc ヲ入レ之ニ「ブロム」約 2cc ヲ加フルモノトス
- 2、鉛板ハ砒素含有量 0.001% 以下厚約 1 mm、表面積約 80cm² ニシテ其ノ表面ヲ磨キタルモノヲ使



用スルコトヲ要ス

鉛板ハ便宜上數片ニ切斷シテ使用スルコトヲ得

3、澱粉溶液ノ調製

澱粉約 1 g ヲ瑪瑙乳鉢内ニテ細末ト爲シ之ヲ少量ノ冷水ニテ練リ約 1「リットル」ノ熱湯中ニ攪拌シツツ注入シタル後約 1 分間煮沸シテ放冷ス
 澱粉溶液ハ使用ノ都度之ヲ調製スルモノニシテ「ヨード」ノ爲赤褐色ヲ呈スルモノハ使用スルコトヲ得ス

4、「ヨード」溶液ノ調製及砒素相當量ノ決定法

(1)「ヨード」溶液ノ調製

「ヨードカリ」約 10 g ト「ヨード」2.6 g トヲ「ビーカー」ニ入レ水 20 cc ヲ加ヘ攪拌シ「ヨード」ヲ完全ニ溶解セシメタル後水 100 cc ヲ加ヘ精製石綿ニテ濾過シテ容量 1「リットル」ノ「メスフラスコ」中ニ入レ水ニテ 1「リットル」ニ稀釋ス
 此ノ溶液ハ約 N/50 ノ濃度ヲ有ス

(2) 砒素相當量ノ決定法

昇華精製シタル亞砒酸 0.9896 g ヲ「ビーカー」ニ入レ溫苛性「ソーダ」溶液(20%) 10 cc 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「フェノールフタレイン」ヲ指示薬トシテ硫酸(1:10)ヲ加ヘ微酸性ト爲シ之ニ重炭酸「ソーダ」溶液(5%) 200 ccヲ加ヘタル後之ヲ水ニテ 1「リットル」ニ稀釋ス

此ノ亞砒酸溶液ハ正確ニ N/50ノ濃度ヲ有シ其ノ 1 ccハ 0.0007496 gノ砒素ヲ含有ス

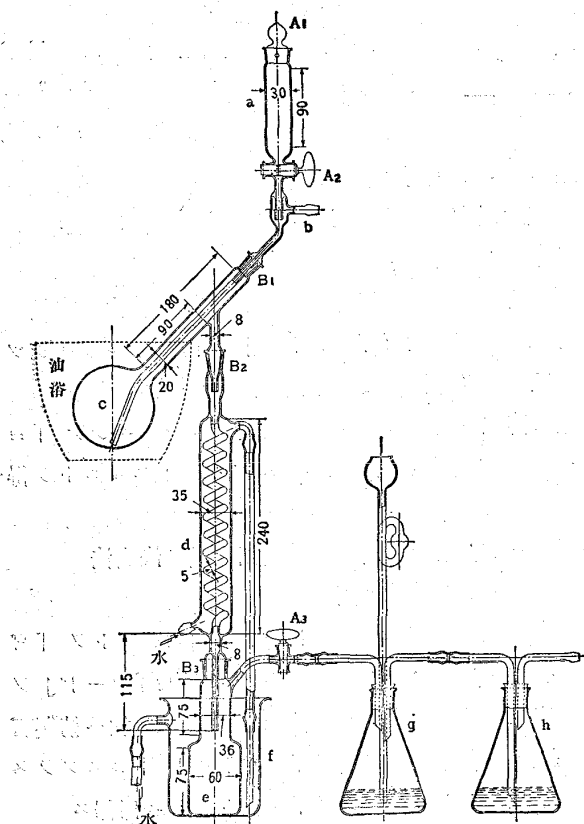
上記ノ亞砒酸溶液 25 ccヲ容量 500ccノ「エルレンマイヤーフラスコ」ニ入レ水ニテ 150ccニ稀釋シ重炭酸「ソーダ」5 gヲ加ヘ溶解セシメタル後「ヨードカリ」溶液(10%) 0.5 ccヲ加ヘ澱粉溶液 10 ccヲ指示薬トシテ上記ノ「ヨード」溶液ニテ滴定シ次式ニ依リ「ヨード」溶液 1 ccニ相當スル砒素ノ量ヲ定ム

$$\frac{0.0007496 \times 25}{\text{「ヨード」溶液使用量(cc)}} = \frac{\text{「ヨード」溶液 1ccニ相當スル砒素量 g}}{\text{「ヨード」溶液 1cc}}$$

本決定法ニハ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

五、砒素蒸溜装置ハ下圖ノモノヲ標準トス

單位 mm



六、鐵ノ定量

試料 50gヲ容量 1「リットル」ノ「ピーカー」ニ入レ計量皿ニテ覆ヒ鹽酸(比重 1.18)5容積ト硝酸(比重 1.42)1容積トノ混合液 200 ccヲ徐々ニ加ヘテ溶

解セシメ其ノ作用緩慢トナルニ至リタルトキ之ヲ熱シテ溶解ヲ完了セシム

少シク冷却シタル後硝酸(比重 1.42) 30ccヲ徐々ニ加ヘ煮沸シテ錫ノ酸化ヲ完全ナラシメ液量カ約 100 ccトナルニ至ル迄煮沸ヲ續ケタル後之ヲ放冷ス

次ニ水 700ccヲ加ヘ稀釋シタル後溶液ヲ激シク攪拌シツツ苛性「ソーダ」溶液(備考 1)約 350ccヲ急速ニ加ヘ一旦生成シタル水酸化錫ノ沈澱ヲ再ヒ溶解セシム

此ノ溫溶液ヲ激シク攪拌シツツ硫化「ソーダ」甲溶液(蒼鉛ノ定量備考 2) 50ccヲ徐々ニ滴加シ湯煎上ニテ約 30分間加熱シタル後一夜放置シテ濾過シ硫化「ソーダ」乙溶液(蒼鉛ノ定量備考 3)ニテ數回洗滌ス沈澱ハ濾紙ト共ニ硫化水素ヲ含メル熱鹽酸(1:10)約 50ccト共ニ煮沸シ硫化鐵ヲ溶解セシメ熱湯 50ccヲ加ヘ濾過シ硫化水素ヲ含メル鹽酸(1:50)ニテ洗滌ス濾液ヲ蒸發シテ 30ccト爲シ之ニ飽和「ブロム」水 5 ccヲ加ヘ煮沸シテ「ブロム」ヲ追出シタル後鹽化「アンモン」1 gヲ加ヘ「アンモニア」水(比重 0.9)ニテ中和シ更ニ其ノ稍過量ヲ加ヘテ水酸化鐵ヲ沈澱セシメ之ヲ約 10分間煮沸シタル後濾過シ溫「アンモニア」水(1:50)ニテ洗滌ス

此ノ沈澱ヲ鹽酸(1:2)ニ溶解シ「アンモニア」水(比重 0.9)ヲ稍過量ニ加ヘ再ヒ水酸化鐵ヲ沈澱セシメ之ヲ約 10分間煮沸後濾過シ溫「アンモニア」水(1:5)ニテ洗液ニ鹽素「イオン」ヲ認メサル迄洗滌ス濾紙上ノ水酸化鐵ヲ溫硫酸(1:10)約 50ccト溫水約 100ccトニテ完全ニ溶解洗滌シ其ノ溶液ヲ冷却ス還元裝置(備考 4)ノ瓶(b)及「ゴム」管(c)ヲ連結シ之ニ水ヲ充タシ次ニ分液漏斗(a)ニ少量ノ水ヲ入レ「コック」(f)ヲ開キタルママ「ゴム」管(c)ヲ分液漏斗(a)ノ下端ノ「ガラス」管ニ挿入シ「ゴム」管(c)ヲ壓シ「ガラス」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)ヲ閉チ(e)ヨリ亞鉛「アマルガム」(備考 2)約 200gト前ニ得タル鐵溶液トヲ流入ス

次ニ過「マンガン」酸「カリ」ノ炭酸「ソーダ」溶液ト硫酸(比重 1.84)トニテ洗滌シタル炭酸「ガス」ヲ「コック」(g)ヨリ送入シ分液漏斗(a)内ノ空氣ヲ全部追出シ直ニ(e)及「コック」(g)ヲ閉チ數分間激シク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

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

此ノ溶液ヲ備考 3ニ依リ定メタル過「マンガン」酸「カリ」溶液ニテ滴定シ次式ニ依リ鐵ノ含有量ヲ算出ス

$$\frac{\left\{ \begin{array}{l} \text{使用セル過「マンガン」} \\ \text{酸「カリ」溶液 1cc} \end{array} \right\} \times \left\{ \begin{array}{l} \text{過「マンガン」} \\ \text{酸「カリ」溶液} \\ \text{使用量(cc)} \end{array} \right\} \times 100}{\text{相當スル鐵量(g)}} = \text{鐵}\%$$

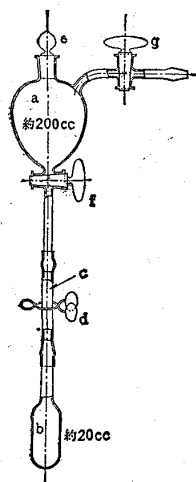
試料 (g)

本分析試験ニハ空實驗ヲ行ヒ其ノ結果ニ依リ鐵含有量ヲ修正スルコトヲ要ス

備考

1、苛性「ソーダ」溶液ノ調製

苛性「ソーダ」400gヲ水 1「リットル」ニ溶解ス



2、亞鉛「アマルガム」ノ製法

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ノ消失シタル後冷却シ保存ス

3、過「マンガン」酸「カリ」溶液ノ鐵相當量決定法

純蓆酸「ソーダ」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以上ニ保テツツ約 N/50ニ調製セル過「マンガン」酸「カリ」溶液ニテ徐々ニ滴定シ微赤色ヲ帯ヒタルトキヲ終點トス

蓆酸「ソーダ」0.1gハ N/50過「マンガン」酸「カリ」溶液 74.63ccニ相當シ其ノ 1ccハ 0.001117gノ鐵ニ相當スルヲ以テ次式ニ依リ使用過「マンガン」酸「カリ」溶液 1ccニ相當スル鐵ノ量ヲ定ム

$$\frac{0.001117 \times 74.63}{\left\{ \begin{array}{l} \text{過「マンガン」酸「カリ」} \\ \text{溶液使用量(cc)} \end{array} \right\}} = \left\{ \begin{array}{l} \text{使用セル過「マンガン」} \\ \text{酸「カリ」溶液 1cc} \end{array} \right\} \text{ニ相當スル鐵量 g}$$

4、還元装置ハ上圖ノモノヲ標準トス

第三章 二號錫及三號錫分析方法

第六條 純分ハ蒼鉛、鉛、銅、「アンチモン」、砒素、鐵及制限ヲ追加セラレタル不純物ノ百分率總計ヲ 100 ヲ引去リタル殘部ノ小數第二位以下ヲ切捨テタル値トス

第七條 不純物ノ定量ハ次ノ通りノヲ行ヒ其ノ百分率ノ算定ニハ小數第三位以下ヲ切捨ツルモノトス

1、蒼鉛ノ定量

試料 10gヲ容量 600cc ノ「ビーカー」ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ鹽酸(比重 1.18)5容積ト硝酸(比重 1.42)1容積トノ混合液 60ccヲ徐々ニ加ヘテ溶解セシメ其ノ作用緩慢トナルニ至リタルトキ之ヲ熱シテ溶解ヲ完了セシム

少シク冷却シタル後硝酸(比重 1.42)5ccヲ徐々ニ加ヘ之ヲ煮沸シテ錫ノ酸化ヲ完全ナラシメ液量ガ約 30ccトナル迄煮沸ヲ續ケタル後放冷ス

次ニ酒石酸「アンモン」溶液(第五條一ノ備考 1) 150ccヲ加ヘ「ロゾル」酸ヲ指示薬ト爲シ「アンモニア」水(比重 0.9)ヲ以テ中和シ更ニ其ノ 10ccヲ過剩ニ添加ス

此ノ温溶液ヲ激シク攪拌シツツ酸化「ソーダ」甲溶液(第五條一ノ備考 2) 20ccヲ徐々ニ滴加シ之ヲ約 1時間約 50°Cニ温メタル後一夜放置シテ濾過ス 以下第五條一ニ準シ蒼鉛ヲ定量ス

2、鉛ノ定量

第五條二ニ準シ鉛ヲ定量ス

3、銅ノ定量

第五條三ニ準シ銅ヲ定量ス

4、「アンチモン」ノ定量

試料 10gヲ溶解瓶(第五條四ノ備考 2)ニ入レ鹽酸(比重 1.18)50ccト硝酸(比重 1.42)1.5ccトノ混合液ヲ徐々ニ加ヘテ溶解セシメ其ノ作用緩慢トナルニ至リタルトキ之ヲ熱シテ溶解ヲ完了セシム

次ニ溶解瓶内ノ空氣ヲ炭酸「ガス」ニテ置換シ之ニ還元鐵 1gヲ加ヘ炭酸「ガス」氣流中ニテ冷却シタル後水ニテ稀釋シテ約 200ccト爲シ濾過ス 以下第五條四ニ準シ「アンチモン」ヲ定量ス

5、砒素ノ定量

試料 10gヲ溶解瓶(第五條四ノ備考 2)ニ入レ鹽酸(比重 1.18)70ccト硝酸(比重 1.42)1.5ccトノ混合液ヲ徐々ニ加ヘテ溶解セシメ其ノ作用緩慢トナルニ至リタルトキ之ヲ熱シテ溶解ヲ完了セシム

本操作中發生スル「ガス」ハ之ヲ砒素吸收瓶(第五條五ノ備考 1)ニ導キ砒素ヲ砒酸トシテ吸收セシム

次ニ溶解瓶内ニ約 30 分間炭酸「ガス」ヲ通シタル後鉛板(第五條五ノ備考 2)ヲ入レ更ニ炭酸「ガス」ヲ通シツツ約 1 時 30 分間煮沸ヲ續ケ炭酸「ガス」氣流中ニテ冷却ス 以下第五條五ニ準シ砒素ヲ定量ス

六、鐵ノ定量

試料 10g ヲ容量 600cc ノ「ピーカー」ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ鹽酸(比重 1.18) 5 容積ト硝酸(比重 1.42) 1 容積トノ混合液 60 cc ヲ徐々ニ加ヘテ溶解セシメ其ノ作用緩慢トナルニ至リタルトキ之ヲ熱シテ溶解ヲ完了セシム

少シク冷却シタル後硝酸(比重 1.42) 5cc ヲ徐々ニ加ヘ煮沸シテ錫ノ酸化ヲ完全ナラシメ液量カ約 30 cc トナルニ至ル迄煮沸ヲ續ケタル後之ヲ放冷ス

次ニ水 200 cc ヲ加ヘ稀釋シタル後溶液ヲ激シク攪拌シツツ苛性「ソーダ」溶液(第五條六ノ備考 1) 約 80cc ヲ急速ニ加ヘ一旦生成シタル水酸化錫ノ沈澱ヲ再ヒ溶解セシム

此ノ溫溶液ヲ激シク攪拌シツツ硫化「ソーダ」甲溶液(第五條一ノ備考 2) 20 cc ヲ徐々ニ滴加シ之ヲ湯煎上ニテ約 30 分間熱シタル後一夜放置シテ濾過シ硫化「ソーダ」乙溶液(第五條一ノ備考 3) ニテ數回洗滌ス以下第五條六ニ準シ鐵ヲ定量ス

JES 第86號 類別 K6 頁 1-7 昭和 4 年 12 月 4 日決定

鐵及鋼マンガン分析方法

第一章 總 則

第一條 本規格ハ鐵及鋼ノ「マンガン」分析方法ニ之ヲ適用ス

第二條 鐵及鋼「マンガン」分析方法ハ次ノ 4 種トス

- 一、炭素鋼「マンガン」分析方法
- 二、銑鐵「マンガン」分析方法
- 三、特殊鋼「マンガン」分析方法
- 四、合金鐵「マンガン」分析方法

第二章 炭素鋼「マンガン」分析方法

第三條 本章ノ「マンガン」定量法ハ次ノ通りトス

一、要 旨

試料ヲ硝酸ニテ處理分解シ蒼鉛酸「ソーダ」ヲ加ヘ「マンガン」ヲ酸化シテ過「マンガン」酸ト爲シ規定硫酸第一鐵「アンモン」溶液ヲ少シク過剩ニ加ヘテ之ヲ還元シ規定過「マンガン」酸「カリ」溶液ニテ過剩ノ硫酸第一鐵「アンモン」ヲ滴定シ「マンガン」ヲ定量ス

二、分析操作

試料 1g ヲ「エルレンマイヤー」フラスコニ入レ漏斗ヲ嵌メ硝酸(1:3) 約 50cc ヲ徐々ニ加ヘ加熱分解シ煮沸シテ亞硝酸「ガス」ヲ驅除シ少シク冷却シタル後有

機物等ヲ酸化セシムル爲之ニ蒼鉛酸「ソーダ」ヲ少量ツツ數回ニ加ヘテ過「マンガン」酸ノ色ヲ呈セシメ約 1 分間煮沸ス若此ノ場合酸化「マンガン」ノ褐色沈澱ヲ認メサルトキハ更ニ蒼鉛酸「ソーダ」ノ少量ヲ加ヘテ此ノ沈澱ノ殘存スルニ至ラシム

次ニ之ニ成ルヘク少量ノ過酸化水素水ヲ滴加シ酸化「マンガン」ノ沈澱ヲ還元溶解シタル後過剩ノ過酸化水素ヲ驅除スル爲數分間煮沸ス

之ヲ 25°C 以下ニ冷却シ硝酸(1:3) ヲ加ヘテ其ノ液量ヲ約 50cc ト爲シ蒼鉛酸「ソーダ」0.5g 乃至 1.0g ヲ一度ニ加ヘテ約 1 分間充分ニ振盪シ水約 50cc ヲ加ヘテ稀釋ス

靜置後石綿ヲ以テ「フラスコ」ニ濾過シ硝酸(2:100) ヲ以テ洗滌シ其ノ洗液カ無色トナリタル後尙 2 回乃至 3 回洗滌ス

N/30 硫酸第一鐵「アンモン」溶液ヲ加ヘ過「マンガン」酸ノ色カ消失シタル後其ノ約 10 cc ヲ過剩ニ加ヘ直ニ N/30 過「マンガン」酸「カリ」溶液ヲ以テ滴定シ次式ニ依リ「マンガン」量ヲ算出ス

$$\frac{\left\{ \begin{array}{l} \text{N/30 硫酸第一鐵} \\ \text{「アンモン」溶液} \\ \text{使用量(cc)} \end{array} \right\} - \left\{ \begin{array}{l} \text{N/30 過「マン} \\ \text{ガン」酸「カリ」} \\ \text{溶液使用量(cc)} \end{array} \right\}}{\text{試料 (g)}} \times 0.0366 = \text{「マンガン」\%}$$

備 考

- 1、試料ヲ分解シタル後有機物等ヲ酸化スルニ際シ蒼鉛酸「ソーダ」ノ代リニ過硫酸「アンモン」ヲ用フルコトヲ得 但シ此ノ場合ニ於テハ過酸化水素ヲ滴加スルコトナク單ニ煮沸シテ過剩ノ過硫酸「アンモン」ヲ分解驅除スルモノトス
- 2、蒼鉛酸「ソーダ」ニ依リ「マンガン」ヲ酸化シテ過「マンガン」酸ト爲ス場合蒼鉛ノ過氧化物ノ濃褐色沈澱ヲ認メザルトキハ更ニ蒼鉛酸「ソーダ」ノ少量ヲ加ヘ此ノ沈澱ノ殘存スルニ至ラシム
- 3、N/30 硫酸第一鐵「アンモン」溶液ノ調製 結晶硫酸第一鐵「アンモン」13.1g ヲ水ノ適量ニ溶解シ之ニ硫酸(1:1) 100 cc ヲ加ヘテ容量 1「リットル」ノ「メスフラスコ」ニ移シ水ヲ以テ標線迄稀釋ス 本規定液ノ力價ハ使用ノ都度次號ニ依リ規定過「マンガン」酸「カリ」溶液ヲ以テ檢定ス 若正確ニ N/30 ナラサルトキハ N/30 ニ對スル力價ヲ求メ「マンガン」量ノ算出ニ際シ規定硫酸第一鐵「アンモン」溶液ノ使用量ヲ補正スルコトヲ要ス
- 4、N/30 過「マンガン」酸「カリ」溶液ノ調製

過「マンガン」酸「カリ」1.05gヲ水約500ccニ溶解シニ乃至三晝夜放置シタル後石綿ヲ以テ濾過シ容量1「リットル」ノ「メスフラスコ」ニ移シ水ヲ以テ標線迄稀釋ス
 本規定液ハ暗色ノ試薬瓶ニ貯藏シ其ノ力價ハ砒酸「ソーダ」ヲ以テ檢定ス 若正確ニ N/30 ナラサルトキハ N/30 ニ對スル力價ヲ求メ「マンガン」量ノ算出ニ際シ規定過「マンガン」酸「カリ」溶液ノ使用量ヲ補正スルコトヲ要ス

第四條 鍊鐵ノ「マンガン」分析方法ハ本章ニ依ルモノトス

第三章 銑鐵「マンガン」分析方法

第五條 本章ノ「マンガン」定量ハ次ノ通りトス

一、要 旨

試料ヲ硝酸ニテ處理分解シタル後 硫酸ヲ加ヘテ加熱蒸發シ硫酸白煙ヲ生セシメテ珪酸ヲ遊離シ冷却後水ヲ加ヘテ之ヲ濾過シ蒼鉛酸「ソーダ」ヲ加ヘ「マンガン」ヲ酸化シテ過「マンガン」酸ト爲シ以下第三條ニ準シテ處理シ「マンガン」ヲ定量ス

二、分析操作

試料1gヲ「ビーカー」ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ硝酸(1:3)約50ccヲ徐々ニ加ヘ加熱分解シタル後之ニ硫酸(1:1)約10ccヲ加ヘ加熱蒸發シテ硫酸白煙ノ生シ始メタル後約10分間加熱ヲ繼續シ冷却ス

之ニ水約50ccヲ加ヘテ煮沸シ溶解シタル後之ヲ濾過シ硝酸(2:100)ヲ以テ能ク洗滌シテ濾液ヲ約100ccト爲シ之ニ硝酸(比重1.42)約30ccヲ添加ス

之ニ蒼鉛酸「ソーダ」ヲ少量ツツ數回ニ加ヘ過「マンガン」酸ノ色ヲ呈セシメ約1分間煮沸ス 若此ノ場合酸化「マンガン」ノ褐色沈澱ヲ認メサルトキハ更ニ蒼鉛酸「ソーダ」ノ少量ヲ加ヘテ此ノ沈澱ノ殘存スルニ至ラシム 以下第三條ニ準シテ處理シ「マンガン」ヲ定量ス

備 考

第三條ノ備考ヲ適用ス

第六條 炭素鋼、鍊鐵、特殊鋼及合金鐵以外ノ鐵類ノ「マンガン」分析方法ハ本章ニ依ルモノトス

第四章 特殊鋼「マンガン」分析方法

第七條 「クロム」又ハ「コバルト」ヲ含マサル特殊鋼ノ「マンガン」定量法ハ次ノ通りトス

要旨及分析操作

第三條ニ準シテ處理シ「マンガン」ヲ定量ス

備 考

1、第三條ノ備考ヲ適用ス

2、「マンガン」ヲ多量ニ含ム特殊鋼ニ在リテハ試料0.3g乃至0.5gヲ採リ本條ニ準シテ處理シ其ノ液量ヲ約100ccト爲シテ溶液中ゾ「マンガン」ノ濃度ノ過大トナルヲ防キ且「マンガン」ヲ酸化スル際蒼鉛酸「ソーダ」約1.5gヲ使用シ過「マンガン」酸ノ滴定ニ際シ N/10 硫酸第一鐵「アンモン」溶液ト N/10 過「マンガン」酸「カリ」溶液トヲ使用シ次式ニ依リ「マンガン」量ヲ算出ス

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{N/10 硫酸第一鐵「アンモン」溶液使用量 (cc)} \\ \text{N/10 過「マンガン」酸「カリ」溶液使用量 (cc)} \end{array} \right\} \times 0.1099 = \text{「マンガン」量 (g)} = \text{「マンガン」\%}$$

N/10 硫酸第一鐵「アンモン」溶液ノ代リニ硫酸第一鐵「アンモン」ノ結晶ヲ使用スルコトヲ得 此ノ場合ニ於テハ第十條ノ計算式ニ依ルモノトス

(1)、N/10 硫酸第一鐵「アンモン」溶液ノ調製

結晶硫酸第一鐵「アンモン」39.3gヲ水ノ適量ニ溶解シ以下第三條備考3ニ準シテ調製ス

本規定液ノ力價ハ使用ノ都度次號ニ依リ規定過「マンガン」酸「カリ」溶液ヲ以テ檢定ス 若正確ニ N/10 ナラサルトキハ N/10 ニ對スル力價ヲ求メ「マンガン」量ノ算出ニ際シ規定硫酸第一鐵「アンモン」溶液ノ使用量ヲ補正スルコトヲ要ス

(2)、N/10 過「マンガン」酸「カリ」溶液ノ調製

過「マンガン」酸「カリ」3.16gヲ水約800ccニ溶解シニ乃至三晝夜放置シ以下第三條備考4ニ準シテ調製ス

本規定液ハ暗色ノ試薬瓶ニ貯藏シ其ノ力價ハ砒酸「ソーダ」ヲ以テ檢定ス 若正確ニ N/10 ナラサルトキハ N/10 ニ對スル力價ヲ求メ「マンガン」量ノ算出ニ際シ規定過「マンガン」酸「カリ」溶液ノ使用量ヲ補正スルコトヲ要ス

(3)、硫酸第一鐵「アンモン」ハ純粹ナル小結晶ニシテ使用ノ都度其ノ1gニ對スル規定過「マンガン」酸「カリ」溶液ノ相當量ヲ測定スルコトヲ要ス

3、珪素ヲ多量ニ含ム特殊鋼ニ在リテハ第五條ニ準シテ處理シ「マンガン」ヲ定量ス

4、「タングステン」ヲ含ム特殊鋼ニ在リテハ本條ニ準シ酸ニテ處理分解シタル後水約50ccヲ加ヘテ煮沸シ次ニ「タングステン」酸等ノ不溶解物ヲ濾別シ溫硝酸(2:100)ヲ以テ能ク洗滌シ其ノ濾液ニ付「マンガン」ヲ定量ス

5、酸ニ依ル分解不完全ナル試料ニ在リテハ殘渣ヲ濾別シ温硝酸(2:100)ニテ洗滌シ殘渣ハ之ヲ濾紙ト共ニ白金坩堝ニ移シ濾紙ヲ注意シテ灰化シタル後之ニ熔融合劑(炭酸「ソーダ」1、炭酸「カリ」1)又ハ「ピロ」硫酸「カリ」ヲ混シテ熔融ス。冷却後温水ニテ「ピーカー」ニ洗ヒ移シ次ニ硝酸(比重 1.42)ニテ酸性ト爲シ主溶液ニ合ス

第八條 「クロム」ヲ含ム特殊鋼ノ量「マンガン」定量法ハ次ノ通りトス

一、要 旨

試料ヲ硫酸ニテ處理分解シ之ニ硝酸ヲ加ヘ鐵ヲ酸化シ先ツ「アンモニア」水ヲ加ヘ略中和シタル後酸化亞鉛ニテ中和シテ鐵ヲ沈澱セシメ之ヲ濾過シ其ノ濾液ヲ硝酸溶液ト爲シ之ニ蒼鉛酸「ソーダ」ヲ加ヘ「マンガン」ヲ酸化シテ過「マンガン」酸ト爲シ以下第三條ニ準シテ處理シ「マンガン」ヲ定量ス

二、分析操作

試料 1 g ヲ「ピーカー」ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ硫酸(1:6)約 35cc ヲ加ヘ加熱分解シタル後硝酸(比重 1.42)約 5cc ヲ加ヘ煮沸シテ鐵ヲ酸化シ亞硝酸「ガス」ヲ驅除シタル後之ヲ水ニテ約 2 倍ニ稀釋シ其ノ溶液ヲ激シク攪拌シツツ稍赤色ヲ呈シ始ム迄「アンモニア」水(1:3)ヲ滴加シ更ニ水ヲ加ヘテ液量ヲ約 300cc ト爲ス

斯クシテ得タル溶液ヲ攪拌シツツ水ニ酸化亞鉛ヲ混シタル乳狀液ヲ加ヘテ完全ニ鐵及「クロム」ヲ沈澱セシメタル後尙此ノ液ノ少量ヲ加ヘ冷却ス

次ニ容量 500cc ノ「メスフラスコ」ニ移シ標線迄水ヲ充タシ振盪靜置シタル後乾燥濾紙ニテ濾過シ濾液ヨリ其ノ 250cc ヲ蒸發皿ニ採リ之ヲ蒸發濃縮シタル後「エルレンマイヤーフラスコ」ニ移シ液量ヲ約 100cc ト爲シ硝酸(比重 1.42)約 30cc ヲ加ヘテ煮沸シテ亞硝酸「ガス」ヲ驅除シ少シク冷却ス之ニ蒼鉛酸「ソーダ」ヲ少量ツツ數回ニ加ヘテ過「マンガン」酸ノ色ヲ呈セシメ約 1 分間煮沸ス

若此ノ場合酸化「マンガン」ノ褐色沈澱ヲ認メサルトキハ更ニ蒼鉛酸「ソーダ」ノ少量ヲ加ヘテ此ノ沈澱ノ殘存スルニ至ラシム。以下第三條ニ準シテ處理シ「マンガン」ヲ定量ス

備 考

第七條ノ備考ヲ適用ス

第九條 「コバルト」ヲ含ム特殊鋼ノ「マンガン」定量法ハ

●次ノ通りトス

一、要 旨

試料ヲ鹽酸ニテ處理分解シ之ニ硝酸ヲ加ヘ鐵ヲ酸化シ次ニ「アンモニア」水ヲ加ヘ略中和シタル後酸化亞鉛ニテ中和シテ鐵ヲ沈澱セシメ之ヲ濾過シ其ノ濾液ヲ鹽化「アンモン」、「アンモニア」水及過硫酸「アンモン」ニテ處理シ「マンガン」ヲ沈澱セシメ之ヲ濾別シテ硝酸及過酸化水素水ノ混液ニテ處理分解シ蒼鉛酸「ソーダ」ヲ加ヘ「マンガン」ヲ酸化シテ過「マンガン」酸ト爲シ以下第三條ニ準シテ處理シ「マンガン」ヲ定量ス

二、分析操作

試料 1 g ヲ「ピーカー」ニ入レ鹽酸(1:1)30cc ヲ以テ處理分解シタル後硝酸(比重 1.42)約 5cc ヲ加ヘ煮沸シテ鐵ヲ酸化シ亞硝酸「ガス」ヲ驅除シタル後之ヲ水ニテ約 2 倍ニ稀釋シ其ノ溶液ヲ激シク攪拌シツツ稍赤色ヲ呈シ始ム迄「アンモニア」水(1:3)ヲ滴加シ更ニ水ヲ加ヘテ液量ヲ約 300cc ト爲ス

斯クシテ得タル溶液ヲ攪拌シツツ之ニ水ニ酸化亞鉛ヲ混シタル乳狀液ヲ加ヘテ完全ニ鐵及「クロム」ヲ沈澱セシム

之ヲ冷却シタル後容量 500cc ノ「メスフラスコ」ニ移シ標線迄水ヲ充タシ振盪靜置シタル後乾燥濾紙ニテ濾過シ其ノ濾液ヨリ 250cc ヲ「エルレンマイヤーフラスコ」ニ採リ之ニ鹽化「アンモン」約 10g ヲ加ヘ更ニ「アンモニア」水(比重 0.9)ヲ滴加シ若白色沈澱ノ生シタル場合ハ尙「アンモニア」水(比重 0.9)ヲ加ヘテ之ヲ溶解ス

更ニ「アンモニア」水(比重 0.9)約 10cc ヲ過剩ニ加ヘテ過硫酸「アンモン」約 0.5g ヲ加ヘテ數分間煮沸ス

斯クシテ得タル「マンガン」ノ沈澱ヲ濾別シ水ヲ以テ充分洗滌シ其ノ沈澱ヲ濾紙ト共ニ白金坩堝中ニテ灼熱シテ灰化シ之ヲ硝酸(1:3)約 40cc ト少量ノ過酸化水素水トノ混液ヲ以テ處理シテ元ノ「フラスコ」ニ移シ加熱シテ分解シ之ヲ濾過シタル後濾液ニ蒼鉛酸「ソーダ」ヲ少量ツツ數回ニ加ヘテ過「マンガン」酸ノ色ヲ呈セシメ約 1 分間煮沸ス。若此ノ場合酸化「マンガン」ノ褐色沈澱ヲ認メサルトキハ更ニ蒼鉛酸「ソーダ」ノ少量ヲ加ヘテ此ノ沈澱ノ殘存スルニ至ラシム。以下第三條ニ準シテ處理シ「マンガン」ヲ定量ス

備 考

1、第七條ノ備考ヲ適用ス

2、酸化亞鉛ノ乳狀液ヲ滴加スル際其ノ初期ニ在リ

テハ水酸化鐵ノ沈澱ハ細粒トナリテ沈降シ難キモ
 尙乳狀液ヲ滴加スレハ沈澱ハ急ニ集團ヲ形成スル
 ニ至ル 更ニ乳狀液ヲ注意シテ滴加シ水酸化鐵ノ
 沈澱カ再ヒ細粒トナルニ至ラシム

3、特ニ「コバルト」多キ試料ニ在リテハ過硫酸「アン
 モン」ヲ以テ再沈澱ヲ爲シ又ハ蒼鉛酸「ソーダ」ニ
 テ酸化スル際其ノ溶液中硝酸ノ濃度ヲ 1 對 10 ノ
 程度ト爲ス様注意スルコトヲ要ス

第五章 合金鐵「マンガン」分析方法

第十條 「フェロマンガン」ノ「マンガン」定量法ハ次ノ通
 リトス

一、要 旨

試料ヲ硝酸及硫酸ニテ處理分解シ硝酸溶液ト爲シ
 之ニ蒼鉛酸「ソーダ」ヲ加ヘ「マンガン」ヲ酸化シテ
 過「マンガン」酸ト爲シ結晶硫酸第一鐵「アンモン」
 ノ少シク過剩ヲ加ヘテ還元シタル後之ヲ規定過
 「マンガン」酸「カリ」溶液ヲ以テ滴定シ「マンガン」
 ヲ定量ス

二、分析操作

試料 0.2g 乃至 0.3g ヲ「ピーカー」ニ入レ硝酸(比
 重 1.42)約 40cc ヲ以テ處理分解シ硫酸(1:1)約
 10cc ヲ加ヘテ蒸發シ白煙ヲ生スルニ至リタルトキ
 之ヲ冷却シ硝酸(1:3)約 200cc ヲ加フ

次ニ蒼鉛酸「ソーダ」ヲ少量ツツ數回ニ加ヘテ過
 「マンガン」酸ノ色ヲ呈セシメ約 1 分間煮沸ス 若
 此ノ場合酸化「マンガン」ノ褐色沈澱ヲ認メサルト
 キハ更ニ蒼鉛酸「ソーダ」ノ少量ヲ加ヘテ此ノ沈澱
 ノ殘存スルニ至ラシム

次ニ之ニ成ルヘク少量ノ過酸化水素水ヲ滴加シ酸
 化「マンガン」ノ沈澱ヲ還元溶解シタル後過剩ノ過
 酸化水素ヲ驅除スル爲數分間煮沸ス

之ヲ 25°C 以下ニ冷却シ蒼鉛酸「ソーダ」5g 乃至
 6g ヲ一度ニ加ヘテ約 1 分間充分ニ振盪シタル後
 冷水約 250cc ヲ加ヘテ稀釋ス

靜置後石綿ヲ以テ之ヲ「フラスコ」ニ濾過シ硝酸
 (2:100)ヲ以テ洗滌シ其ノ洗液カ無色トナリタル
 後尙 2 回乃至 3 回洗滌ス

此ノ液中ニ精密ニ秤量シタル硫酸第一鐵「アンモ
 ン」6g 乃至 9g ヲ加ヘ輕ク振盪シテ溶解スルト共

ニ過「マンガン」酸ヲ還元シ過剩ノ硫酸第一鐵「アン
 モン」ヲ N/10 過「マンガン」酸「カリ」溶液ヲ以
 テ滴定シ上式ニ依リ「マンガン」量ヲ算出ス

備 考

1、第三條ノ備考 1 及 2 並第七條ノ備考 2 ノ(2)
 及(3)ヲ適用ス

2、硝酸ニ依ル分解困難ナル試料ニ在リテハ硝酸
 (比重 1.42)約 60ccヲ加ヘ更ニ硝酸「カリ」約 2g
 ヲ添加シ強ク煮沸スルヲ可トス

此ノ場合尙殘渣ヲ生シタルトキハ之ヲ濾別シ熔
 融合劑(炭酸「ソーダ」1、炭酸「カリ」1)ヲ混シ
 テ熔融シ冷却後温水ニテ「ピーカー」ニ洗ヒ移シ
 次ニ硝酸(比重 1.42)ニテ酸性ト爲シ之ヲ主溶液
 ニ合ス

第十一條 「フェロシリコン」、「フェロタングステン」、
 「フェロモリブデン」、「フェロチタン」及「フェロフオス
 フォル」ノ「マンガン」定量法ハ次ノ通リトス

一、要 旨

試料ヲ硝酸及弗化水素酸ニテ處理分解シ硫酸ヲ加
 ヘタル後硫酸白煙ノ生スル迄加熱シテ弗化水素ヲ
 驅除シ冷却後水ヲ加ヘテ濾過シ硝酸溶液ト爲シタル
 後蒼鉛酸「ソーダ」ヲ加ヘ「マンガン」ヲ酸化シテ
 過「マンガン」酸ト爲シ以下第三條一ニ準シテ處理
 シ「マンガン」ヲ定量ス

二、分析操作

試料 0.5g ヲ白金蒸發皿ニ入レ蓋ヲ爲シ硝酸(1:3)
 約 10cc ヲ加ヘ次ニ弗化水素酸ヲ數滴ツツ徐々ニ滴
 加シテ處理分解シタル後之ニ硫酸(1:1)約 5cc ヲ
 加ヘ砂浴上ニテ注意シテ加熱シ硫酸白煙ノ生シ始
 メタル後約 10 分間加熱ヲ繼續シ冷却ス

之ヲ硝酸(2:100)ニテ溶解シ不溶解物ヲ認メタル
 トキハ濾過シタル後水ヲ加ヘテ約 50cc ト爲シ之
 ニ硝酸(比重 1.42)約 15cc ヲ添加シ蒼鉛酸「ソー
 ダ」ヲ少量ツツ數回ニ加ヘテ過「マンガン」酸ノ色ヲ
 呈セシメ約 1 分間煮沸ス 若此ノ場合酸化「マン
 ガン」ノ褐色沈澱ヲ認メサルトキハ更ニ蒼鉛酸「ソ
 ーダ」ノ少量ヲ加ヘテ此ノ沈澱ノ殘存スルニ至ラ
 シム 以下第三條二ニ準シテ處理シ「マンガン」ヲ
 定量ス

備 考

第三條ノ備考ヲ適用ス

第十二條 「フェロクロム」
 ノ「マンガン」定量法ハ次
 ノ通リトス

$$\left\{ \frac{\text{硫酸第一鐵「アンモン」} 1\text{g} \text{ 對スル } N/10 \text{ 過「マンガン」酸「カリ」溶液相當量 (cc)}}{\text{試料 (g)}} \times \frac{\text{硫酸第一鐵「アンモン」使用量 (g)}}{\text{N/10 過「マンガン」酸「カリ」溶液使用量 (cc)}} \right\} \times 0.1099 = \text{「マンガン」\%}$$

一、要 旨

試料=熔融合劑ヲ混シテ熔融シ硫酸ヲ以テ處理シ之ニ硝酸ヲ加ヘ鐵ヲ酸化シ以下第八條ニ準シテ處理シ「マンガン」ヲ定量ス

二、分析操作

試料 0.5g 乃至 1.0g ヲ「ニツケル」坩堝=入レ約 10 倍ノ熔融合劑(過酸化「ソーダ」2、炭酸「ソーダ」1)ヲ混シテ熔融シ冷却後温水ニ浸シテ坩堝ヨリ離シ之ヲ「ピーカー」ニ移シ硫酸(1:1)約 50ccヲ加ヘテ溶解シ亞硫酸水ニテ之ヲ還元シタル後蒸發シ硫酸白煙ノ生シ始メタル後約 10 分間加熱ヲ繼續シ冷却ス

之ヲ水ニテ溶解シ硝酸(比重 1.42)約 5cc ヲ加ヘ煮沸シテ鐵ヲ酸化シ亞硝酸「ガス」ヲ驅除シタル後水ニテ約 2 倍ニ稀釋シ以下第八條ニ準シテ處理シ「マンガン」ヲ定量ス

備 考

- 1、第八條ノ備考ヲ適用ス
- 2、「ニツケル」坩堝ハ其ノ材質ノ純粹ナルモノヲ選ビ空實驗ニ於テ坩堝材質中ヨリ熔融物=溶解スヘキ「マンガン」ノ增量 0.0005g 未滿ナルコトヲ要ス

第十三條 「フェロバナヂウム」ノ「マンガン」定量法ハ次ノ通りトス

要旨及分析操作

第八條ニ準シテ處理シ「マンガン」ヲ定量ス

備 考

第八條ノ備考ヲ適用ス

第六章 雜 則

第十四條 鐵及鋼「マンガン」分析方法ハ第二章乃至第五章ニ掲クルモノノ外次ノ各號ニ依ルモノトス

一、試料ノ採取方法ハ表面ニ附着セル不純物ヲ除キタル供試體ヨリ厚 1mm 未滿ノ削屑又ハ碎粉ヲ採取シ之ニ附着スル油其ノ他有機物ヲ純良ナル「アルコール」及「エーテル」ニテ洗滌除去シ之ヲ「デシケーター」中ニテ乾燥ス

二、硝酸ハ使用前ニ之ニ約 30 分間空氣ヲ通シテ亞硝酸「ガス」ヲ驅除スルモノトス

三、濾過用石綿ハ使用前豫メ熱鹽酸、水、蒼鉛酸「ソーダ」ヲ加ヘタル硝酸(1:10)及水ニテ洗滌スルコトヲ要ス

四、蒼鉛酸「ソーダ」ハ其ノ純度 80% 以上ニシテ鹽素含有量 0.001% 以下、「マンガン」含有量 0.0005% 以下ノモノタルコトヲ要ス

五、特殊鋼及「フェロクロム」以外ノ試料ニシテ「クロム」ヲ含ム場合ハ蒼鉛酸「ソーダ」ヲ以テ「マンガン」ヲ酸化スルニ當リ 25°C 以下ニ冷却スル代リニ特ニ水ヲ以テ冷却スルモノトス

六、蒼鉛酸「ソーダ」ノ多量ヲ添加セザリシ場合ニ於テハ滴定ノ際其ノ終點ヲ明瞭ナラシムル爲メ燐酸(比重 1.12)約 10 cc ヲ添加スルコトヲ得

JES 第 87 號 類別 K7 頁 1-8 昭和 4 年 12 月 4 日決定

鐵及鋼燐分析方法

第一章 總 則

第一條 本規格ハ鐵及鋼ノ燐分析方法ニ之ヲ適用ス

第二條 鐵及鋼燐分析方法ハ次ノ 4 種トス

- 一、炭素鋼燐分析方法
- 二、銑鐵燐分析方法
- 三、特殊鋼燐分析方法
- 四、合金鐵燐分析方法

第二章 炭素鋼燐分析方法

第三條 本章ノ燐定量法ハ次ノ通りトス

一、要 旨

試料ヲ硝酸ニテ處理分解シ過「マンガン」發「カリ」溶液ヲ加ヘテ燐ヲ燐酸ト爲シ過量ノ硝酸ヲ「アンモニア」水ニテ中和シ溶液中ニ適量ノ遊離硝酸ト硝酸「アンモン」ヲ含有セシメタル後「モリブデン」酸「アンモン」溶液ヲ加ヘテ燐「モリブデン」酸「アンモン」ヲ沈澱セシム 此ノ沈澱ニ規定苛性「ソーダ」溶液ヲ少シク過剩ニ加ヘテ之ヲ溶解シ規定硝酸ニテ過剩ノ苛性「ソーダ」ヲ滴定シ燐ヲ定量ス

二、分析操作

試料 3g ヲ「エルレンマイヤー」フラスコニ入レ漏斗ヲ嵌メ硝酸(1:1)約 50cc ヲ徐々ニ加ヘ加熱分解シ直ニ過「マンガン」酸「カリ」溶液(2%)ヲ少量ツツ數回ニ加ヘ之ヲ煮沸シテ僅ニ酸化「マンガン」ノ沈澱ヲ生スルニ至ラシム

次ニ硫酸第一鐵ノ小結晶ヲ少量ツツ加ヘテ振盪シ酸化「マンガン」ノ沈澱ヲ還元溶解シタル後煮沸シテ過剩ノ第一鐵ヲ酸化ス

次ニ之ヲ水ニテ稀釋シテ液量ヲ約 100 cc ト爲シ「アンモニア」水(比重 0.9)ヲ徐々ニ加ヘテ溶液カ濃赤色トナル迄中和シタル後硝酸(比重 1.42)約 5cc ヲ加ヘ水ニテ稀釋シテ液量ヲ約 150cc ト爲シ約 60°C ニ加温ス

之ニ豫メ約 60°C ニ加温セル「モリブデン」酸「アンモン」溶液約 100cc ヲ加ヘ約 5 分間充分ニ振盪シタル後 60°C ノ湯煎中ニ約 1 時間靜置シ沈澱ヲ沈降セシム

此ノ沈澱ヲ濾紙ニテ濾過シ「フラスコ」及沈澱ヲ硝

酸(2:100)ニテ洗液ニ鐵「イオン」反應ヲ無クナル迄洗滌シ次ニ硝酸(2:10000)ニテ約 10 回之ヲ洗滌ス

沈澱ハ濾紙ト共ニ元「フラスコ」ニ移シ水約 50ccヲ加ヘ濾紙ヲ充分破壊シタル後之ニ N/10 苛性「ソーダ」溶液ヲ少シク過剩ニ加ヘテ溶解セシメ「フェノールフタレイン」溶液 3 滴乃至 4 滴ヲ添加シ N/10 硝酸ニテ赤色ノ消失スル迄滴定シ次式ニ依リ燐量ヲ算出ス

$$\frac{\left\{ \frac{N}{10} \text{ 苛性「ソーダ」} \right\} \left\{ \frac{N}{10} \text{ 硝酸使} \right\}}{\left\{ \text{溶液使用量(cc)} \right\} \left\{ \text{用量(cc)} \right\}} \times 0.0135 = \text{燐\%}$$

試料 (g)

備考

- 1、「モリブデン」酸「アンモン」溶液ノ調製
「モリブデン」酸「アンモン」約 40g ヲ水約 300cc 及「アンモニア」水(比重 0.9) 約 80 cc ニ溶解シ冷却後少量ツツ之ヲ硝酸(1:1) 約 600cc 中ニ注加ス 此ノ際硝酸ハ絶ヘス 振盪スルコトヲ要ス
- 2、N/10 苛性「ソーダ」溶液ノ調製
苛性「ソーダ」4.0g ヲ水約 500cc ニ溶解シ之ヲ容量 1「リットル」ノ「メスフラスコ」ニ移シ水酸化「バリウム」飽和溶液約 1cc ヲ添加シタル後水ニテ標線迄稀釋ス
本規定液ノ力價ハ最純安息香酸ヲ以テ之ヲ檢定ス 若正確ニ N/10 ナラサルトキハ N/10 ニ對スル力價ヲ求メ燐量ノ算出ニ際シ規定苛性「ソーダ」溶液ノ使用量ヲ補正スルコトヲ要ス
- 3、N/10 硝酸ノ調製
硝酸(比重 1.42) 約 6.5cc ヲ容量 1「リットル」ノ「メスフラスコ」ニ採リ水ニテ標線迄稀釋ス
本規定液ノ力價ハ前號ニ依ル規定苛性「ソーダ」溶液ヲ以テ檢定ス 若正確ニ N/10 ナラサルトキハ N/10 ニ對スル力價ヲ求メ燐量ノ算出ニ際シ規定硝酸ノ使用量ヲ補正スルコトヲ要ス
- 4、「フェノールフタレイン」溶液ノ調製
「フェノールフタレイン」約 1g ヲ中性「アルコール」約 500cc ニ溶解ス

第四條 鍊鐵ノ燐分析方法ハ本章ニ依ルモノトス

第三章 銑鐵燐分析方法

第五條 本章ノ燐定量法ハ次ノ通りトス

一、要 旨

試料ヲ硝酸ニテ處理分解シ蒸發乾涸シ加熱シテ燐酸ト爲シ之ヲ鹽酸ニ溶解シ硝酸ヲ加ヘ加熱シテ鹽酸ヲ驅除シ水ニ溶解シテ珪酸ヲ濾別シ「アンモニア」水ニテ中和シ溶液中ニ適量ノ遊離硝酸ト硝酸

「アンモン」トヲ含有セシメタル後「モリブデン」酸「アンモン」溶液ヲ加ヘテ燐「モリブデン」酸「アンモン」ヲ沈澱セシム 以下第三條ニ準シテ處理シ燐ヲ定量ス

二、分析操作

試料 1g 乃至 2g ヲ磁製蒸發皿ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ硝酸(1:1) 約 30cc ヲ徐々ニ加ヘ加熱分解シ引續キ加熱シテ蒸發乾涸シタル後鐵板上ニテ強ク熱シ酸分ヲ完全ニ驅除シ冷却ス
次ニ燒ツキタル殘渣ニ鹽酸(比重 1.18) 約 30 cc ヲ加ヘテ分解シタル後蒸發シテ液面ニ皮膜ノ生スルニ至ラシメ之ヲ冷却ス
次ニ之ニ硝酸(比重 1.42) 約 10cc ヲ加ヘ亞硝酸「ガス」ノ發生セサルニ至ル迄加熱シ水約 50 cc ニテ稀釋シ不溶解物ヲ濾過シ硝酸(2:100) ニテ洗液ニ鐵「イオン」反應ノ無クナル迄洗滌ス
濾液及洗液ヲ「エルレンマイヤーフラスコ」ニ移シ「アンモニア」水(比重 0.9) 約 25 cc ヲ加ヘテ水酸化鐵ノ沈澱ヲ生セシメ次ニ硝酸(比重 1.42) ヲ徐々ニ加ヘテ其ノ沈澱ヲ溶解ス 此ノ際酸化「マンガン」ノ殘存スルトキハ少量ノ結晶硫酸第一鐵「アンモン」ヲ加ヘ還元溶解シタル後煮沸シテ過剩ノ第一鐵ヲ酸化スルモノトス
更ニ硝酸(比重 1.42) 約 5cc ヲ加ヘ水ニテ稀釋シテ液量ヲ約 150cc ト爲シ約 60°C ニ加温ス 以下第三條ニ準シテ處理シ燐ヲ定量ス

備考

- 1、第三條ノ備考ヲ適用ス
- 2、試料ヲ酸ニテ處理分解シタルトキ不溶解物カ燐ヲ含有スル虞アル場合ハ次ノ通り處理スルコトヲ要ス
不溶解物ヲ濾紙ト共ニ白金坩堝ニ移シ灰化シタル後之ニ鹽酸(比重 1.18) 約 2cc 及弗化水素酸ノ適量ヲ加ヘ加熱シテ珪酸ヲ揮散セシメテ粘性液ト爲シ之ヲ温水ニテ溶解シ不溶解物ヲ認メタルトキハ之ヲ濾過シ濾液ハ之ヲ本條ニ依リテ處理シ燐ヲ定量ス

第六條 炭素鋼、鍊鐵、特殊鋼及合金鐵以外ノ鐵類ノ燐分析方法ハ本章ニ依ルモノトス

第四章 特殊鋼燐分析方法

第七條 「タングステン」又ハ「バナヂウム」ヲ含マサル特殊鋼ノ燐定量法ハ次ノ通りトス

要旨及分析操作

第三條ニ準シテ處理シ燐ヲ定量ス

備考

- 1、第三條ノ備考ヲ適用ス
- 2、多量ノ「クロム」ヲ含ム試料ニ在リテハ之ヲ第八條ニ準シテ處理シ燐ヲ定量ス
- 3、酸ニ依ル分解不完全ナル場合ニハ殘渣ヲ濾別シ温硝酸(2:100)ニテ洗滌シ殘渣ハ之ヲ濾紙ト共ニ白金坩堝ニ移シ濾紙ヲ注意シテ灰化シタル後之ニ熔融合劑(炭酸「ソーダ」1、炭酸「カリ」1)又ハ「ピロ」硫酸「カリ」ヲ混シテ熔融シ冷却後温水ニテ「ピーカー」ニ洗ヒ移シ次ニ硝酸(比重1.42)ニテ酸性ト爲シ主溶液ニ合ス

第八條「タングステン」ヲ含ム特殊鋼ノ燐定量法ハ次ノ通リス

一、要 旨

試料ヲ硝酸及鹽酸ニテ處理分解シ蒸發乾涸シ加熱シテ燐ヲ磷酸ト爲シ之ヲ鹽酸ニテ溶解シ「タングステン」酸及珪酸ヲ濾別シタル後濾液ヲ蒸發濃縮シ之ニ硝酸ヲ加ヘ加熱シテ鹽酸ヲ驅除ス之ヲ水ニテ溶解シ若「タングステン」酸ノ沈澱アラハ之ヲ濾別シ以下第五條一ニ準シテ處理シ燐ヲ定量ス

二、分析操作

試料 3g ヲ磁製蒸發皿ニ入レ時計皿ニテ覆ヒ硝酸(比重 1.42)約 20cc 及鹽酸(比重 1.18)約 60 cc ヲ加ヘ徐々ニ加熱分解シ引續キ加熱シテ蒸發乾涸シタル後鐵板上ニテ強ク熱シテ酸分ヲ完全ニ驅除シ冷却ス

次ニ燒ツキタル殘渣ニ鹽酸(比重 1.18)約 40cc ヲ加ヘテ分解シ再ヒ蒸發乾涸シ冷却後之ニ鹽酸(1:1)約 50cc ヲ加ヘ煮沸シテ完全ニ分解ス

次ニ水ニテ稀釋シテ液量ヲ約 100cc ト爲シ煮沸シタル後「タングステン」酸、珪酸等ヲ濾過シ鹽酸(1:10)ニテ洗液ニ鐵「イオン」反應ノ無クナル迄洗滌シ濾液及洗液ヲ蒸發シテ液面ニ皮膜ノ生スルニ至ラシメ冷却ス之ニ硝酸(比重 1.42)約 10cc ヲ加ヘ亞硝酸「ガス」ノ發生セサルニ至ル迄加熱シ水約 50cc ニテ稀釋シ若此ノ際「タングステン」酸ノ沈澱ノ生スルコトアラハ之ヲ濾別シ硝酸(2:100)ニテ洗液ニ鐵「イオン」反應ノ無クナル迄洗滌ス溶液ヲ「エルレンマイヤー」フラスコニ移シ「アンモニア」水(比重 0.9)約 25cc ヲ加ヘテ水酸化鐵ノ沈澱ヲ生セシメ以下第五條二ニ準シテ處理シ燐ヲ定量ス

備考

- 1、第七條ノ備考ヲ適用ス

2、「バナヂウム」ヲ含ム試料ニ在リテハ初ハ本條ニ依リ處理シ「モリブデン」酸「アンモン」溶液ヲ加フルトキ試料ノ液温ヲ 30°C 以下ト爲シ以下第九條ニ準シテ處理シ燐ヲ定量ス

3、多量ノ「タングステン」ヲ含ム試料ニ在リテハ主溶液ヲ濾過シテ得タル「タングステン」酸等ノ沈澱ヲ白金坩堝ニ採リ乾燥シ次ニ灼熱シ約 10倍ノ炭酸「ソーダ」ヲ混シテ熔融シ温水ニテ「ピーカー」ニ洗ヒ移シ次ニ鹽酸(比重 1.18)ニテ酸性ト爲シ之ニ鹽化第二鐵溶液(10%)約 1cc ヲ加ヘ「アンモニア」水(1:5)ニテ「アルカリ」性ト爲シ暫時煮沸シテ生シタル水酸化第二鐵及磷酸鐵ノ沈澱ヲ濾別シ温「アンモニア」水(1:5)ニテ充分洗滌シ濾紙上ノ沈澱ヲ少量ノ温鹽酸(1:3)ニ溶解シ更ニ「アンモニア」水(1:5)ニテ沈澱ヲ生セシメ之ヲ再ヒ濾別シテ沈澱ヲ温鹽酸(1:3)ニ溶解シテ之ヲ主溶液ニ合ス

第九條「バナヂウム」ヲ含ム特殊鋼ノ燐定量法ハ次ノ通リス

一、要 旨

試料ヲ硝酸ニテ處理分解シ過「マンガン」酸「カリ」溶液ヲ加ヘテ燐ヲ磷酸ト爲シ「アンモニア」水ニテ中和シ溶液中ニ適量ノ遊離硝酸ト硝酸「アンモン」トヲ含有セシメ液温ヲ 30°C 以下ニ保チ硫酸第一鐵溶液ヲ加ヘテ「バナヂウム」酸ヲ還元シタル後「モリブデン」酸「アンモン」溶液ヲ加ヘ燐「モリブデン」酸「アンモン」ヲ沈澱セシメ以下第三條一ニ準シテ處理シ燐ヲ定量ス

二、分析操作

試料 3g ヲ「エルレンマイヤー」フラスコニ入レ漏斗ヲ嵌メ硝酸(1:1)約 50cc ヲ加ヘ加熱分解シタル後過「マンガン」酸「カリ」溶液(2%)ヲ少量ツツ添加シ僅ニ酸化「マンガン」ノ沈澱ヲ生スルニ至ラシム

次ニ硫酸第一鐵ノ小結晶ヲ極メテ少量ツツ加ヘテ振盪シ酸化「マンガン」ノ沈澱ヲ還元溶解シタル後煮沸シテ過剩ノ第一鐵ヲ酸化ス

次ニ之ヲ水ニテ稀釋シテ液量ヲ約 100cc ト爲シ「アンモニア」水(比重 0.9)ヲ徐々ニ加ヘテ溶液カ濃赤色トナル迄中和シタル後硝酸(比重 1.42)約 5cc ヲ加ヘ水ニテ稀釋シテ液量ヲ約 150cc トナス

此ノ溶液ヲ 30°C 以下ニ冷却シ之ニ硫酸第一鐵溶液(5%)約 10cc ヲ加ヘ「バナヂウム」酸ヲ還元シタル後液温 30°C 以下ノ「モリブデン」酸「アンモン」

溶液約 100 cc フ加へ約 5 分間充分ニ振盪シタル後 30°C 以下ニテ約 1 時間靜置シ沈澱ヲ沈降セシメ以下第三條ニ準シテ處理シ磷ヲ定量ス

備考

第七條ノ備考ヲ適用ス

第五章 合金鐵磷分析方法

第十條 「フェロマンガ」ノ磷定量法ハ次ノ通りトス

要旨及分析操作

第五條ニ準シテ處理シ磷ヲ定量ス

備考

第三條ノ備考及第七條ノ備考 3 ヲ適用ス

第十一條 「フェロシリコン」ノ磷定量法ハ次ノ通りトス

一、要 旨

試料ヲ硝酸及弗化水素酸ニテ處理分解シ 硫酸ヲ加へタル後遊離硫酸ノ殆トナキニ至ル迄加熱シ弗化水素ヲ驅除シ磷ヲ磷酸ト爲シ硝酸及水ニテ溶解シタル後「アンモニア」水ニテ中和シ溶液中ニ適量ノ遊離硝酸ト硝酸「アンモン」ヲ含有セシメ以下第五條一ニ準シテ處理シ磷ヲ定量ス

二、分析操作

試料 1g 乃至 2g ヲ白金蒸發皿ニ入レ蓋ヲ爲シ硝酸(1:1)約 30cc フ加へ次ニ弗化水素酸ヲ數滴ツツ徐々ニ滴加シテ分解ヲ完了セシム 之ニ硫酸(1:1)約 10cc フ加へ加熱シ遊離硫酸ノ殆ト驅除サルルニ至ル迄加熱ヲ繼續シ冷却ス 之ニ硝酸(比重 1.42)約 10cc フ加へ約 1 分間加熱シ水ニテ稀釋シテ液量ヲ約 100cc ト爲シ之ヲ「エルレンマイヤーフラスコ」ニ移シ「アンモニア」水(比重 0.9)約 25cc フ加へ水酸化鐵ノ沈澱ヲ生セシメ以下第五條二ニ準シテ處理シ磷ヲ定量ス

備考

第三條ノ備考ヲ適用ス

第十二條 「フェロクロム」ノ磷定量法ハ次ノ通りトス

一、要 旨

試料ニ過酸化「ソーダ」ヲ混ジテ熔融シ磷ヲ磷酸ト爲シ水及硫酸ヲ以テ溶解シタル後「アンモニア」水ヲ添加シ磷酸鐵ヲ沈澱セシメ「クロム」ト分離ス 次ニ磷酸鐵ヲ鹽酸ニ溶解シタル後蒸發濃縮シ之ニ硝酸ヲ加へ加熱シテ鹽酸ヲ驅除シ 以下第五條一ニ準ジテ處理シ磷ヲ定量ス

二、分析操作

粉末試料 1g 乃至 2g ヲ「ニツケル」坩堝ニ入レ之ニ約 10 倍ノ過酸化「ソーダ」ヲ混ジテ熔融シ冷却後温水ニテ「ピーカ」ニ洗ヒ移シ次ニ水約 150cc ニ

テ溶解シ約 5 分間溶液ヲ煮沸シタル後硫酸(1:1)約 50cc フ加へテ酸性ト爲ス

次ニ「アンモニア」水(比重 0.9)ヲ加へテ「アルカリ」性ト爲シ生ジタル沈澱ヲ濾過シ「アンモニア」水(1:5)ニテ洗滌ス 之ヲ水及鹽酸(1:1)ニテ磁製蒸發皿ニ洗ヒ移シテ溶解セシメ加熱シテ蒸發乾涸シ冷却ス

之ニ鹽酸(比重 1.18)約 20cc フ加へテ分解シタル後蒸發シテ液面ニ皮膜ヲ生ズルニ至ラシメ冷却ス 之ニ硝酸(比重 1.42)約 10cc フ加へテ亞硝酸「ガス」ノ發生セザルニ至ル迄加熱シ水約 50cc ニテ稀釋シ若シ不溶解物アラバ濾過シ硝酸(2:100)ニテ洗液ニ鐵「イオン」反應ノ無クナル迄洗滌ス 溶液ヲ「エルレンマイヤーフラスコ」ニ移シ「アンモニア」水(比重 0.9)約 25cc フ加へテ水酸化鐵ノ沈澱ヲ生セシメ以下第五條二ニ準シテ處理シ磷ヲ定量ス

備考

第三條ノ備考ヲ適用ス

第十三條 「フェロタンングステン」ノ磷定量法ハ次ノ通りトス

一、要 旨

試料ヲ硝酸及弗化水素酸ニテ處理分解シ 硫酸ヲ加へタル後遊離硫酸ノ殆トナキニ至ル迄加熱シ弗化水素ヲ驅除シ磷ヲ磷酸ト爲シ鹽酸、水及硝酸ニテ溶解シタル後「タンングステン」酸ヲ濾別ス 此ノ沈澱ニ附隨スル磷ヲ炭酸「ソーダ」ニテ熔融シ水ニテ處理シタル後磷酸鐵トシテ同收シ鹽酸ニ溶解後前ノ濾液ト合シ蒸發濃縮シ之ニ硝酸ヲ加へ加熱シテ鹽酸ヲ驅除ス 之ヲ水ニテ溶解シ若「タンングステン」酸ノ沈澱アラバ之ヲ濾別シ 以下第五條一ニ準ジテ處理シ磷ヲ定量ス

二、分析操作

試料 1g 乃至 2g ヲ白金蒸發皿ニ入レ蓋ヲ爲シ硝酸(比重 1.42)約 15cc フ加へ次ニ弗化水素酸ヲ數滴ツツ徐々ニ滴加シテ分解ヲ完了セシム 之ニ硫酸(1:1)約 15cc フ加へ加熱シ遊離硫酸ノ殆ト驅除サルルニ至ル迄加熱ヲ繼續シ冷却ス 之ニ鹽酸(1:1)約 50cc フ加へ煮沸シテ分解ヲ完了セシメ次ニ水ニテ稀釋シテ液量ヲ約 100cc ト爲シ煮沸シタル後「タンングステン」酸ヲ濾過シ鹽酸(1:10)ニテ充分ニ洗滌ス 沈澱ハ之ヲ白金坩堝ニ採リテ乾燥シ次ニ灼熱シ約 10 倍ノ炭酸「ソーダ」ヲ混ジテ熔融ス 温水ニテ之

「ピーカー」=洗ヒ移シ鹽酸=テ酸性ト爲ス 之
=鹽化第二鐵溶液(10%)約 1cc ヲ加ヘ「アンモニ
ア」水(1:5)=テ「アルカリ」性ト爲シ暫時煮沸シテ
水酸化第二鐵及磷酸鐵ノ沈澱ヲ生セシメ 之ヲ濾別
シ温「アンモニア」水 (1:5)=テ充分洗滌ス 濾紙
上ノ沈澱ハ少量ノ温鹽酸 (1:3)=テ之ヲ溶解シ更
=「アンモニア」水 (1:5)ヲ加ヘテ再ヒ沈澱ヲ生セ
シメ之ヲ濾別シタル上少量ノ温鹽酸 (1:3)=テ溶
解シ之ヲ主溶液=合ス

斯クシテ得タル溶液ハ之ヲ磁製蒸發皿=移シ加熱
シテ液面=皮膜ヲ生スル=至ラシメ冷却ス 之=
硝酸(比重 1.42)約 10cc ヲ加ヘ亞硝酸「ガス」ノ發
生セサル=至ル迄加熱シ水約 50cc =テ稀釋シ若
此ノ際「タングステン」酸ノ沈澱ノ生スルコトアラ
ハ之ヲ濾過シ硝酸(2:100)=テ洗液=鐵「イオン」
反應ノ無ナクナル迄洗滌ス

溶液ヲ「エルレンマイヤーフラスコ」=移シ「アン
モニア」水(比重 0.9)約 25cc ヲ加ヘテ水酸化鐵ノ
沈澱ヲ生セシメ以下第五條ニ=準シテ 處理シ磷ヲ
定量ス

備考

第三條ノ備考ヲ適用ス

第十四條 「フェロモリブデン」ノ磷定量法ハ次ノ通りト
ス

一、要 旨

試料ヲ硝酸、硫酸及弗化水素酸=テ 處理分解シ蒸
發シテ遊離硫酸ノ殆トナキ=至ル迄加熱シ 磷ヲ磷
酸ト爲シ水=溶解セシメタル後 之ヲ硝酸及「モリ
ブデン」酸「アンモン」溶液=加ヘ磷「モリブデン」
酸「アンモン」ヲ沈澱セシム 以下第三條ニ=準シ
テ處理シ磷ヲ定量ス

二、分析操作

試料 1g 乃至 2g ヲ白金蒸發皿=入レ蓋ヲ爲シ硝酸
(1:1)約 20cc ヲ加ヘ次ニ弗化水素酸ヲ數滴ツ
ツ徐々ニ滴加シテ分解ヲ完了セシム 之ニ硫酸
(1:1)約 20cc ヲ加ヘ加熱シテ遊離硫酸ノ殆ト驅
除サルル=至ル迄加熱ヲ繼續ス

次ニ水約 30 cc 及硝酸(比重 1.42)少量ヲ加ヘ加
熱分解セシメ不溶解物ヲ認メタルトキハ 之ヲ濾過
シタル後濾液=「アンモニア」水(比重 0.9)ヲ徐々
ニ加ヘテ溶液カ濃赤色トナル迄中和ス

此ノ溶液ヲ「モリブデン」酸「アンモン」溶液約 100
cc 及硝酸(1:1)約 30cc ヲ入レタル「エルレンマ
イヤーフラスコ」=徐々ニ移シ入レ約 5分間充分

=振盪シ之ヲ約 1時間靜置シ沈澱ヲ沈降セシメ以
下第三條ニ=準シテ處理シ磷ヲ定量ス

備考

第三條ノ備考ヲ適用ス

第十五條 「フェロバナヂウム」ノ磷定量法ハ次ノ通りト
ス

一、要 旨

試料ヲ硝酸=テ處理分解シ過「マンガン」酸「カリ」
溶液ヲ加ヘテ磷ヲ磷酸ト爲シ亞硫酸水ヲ加ヘ「バ
ナヂウム」ヲ還元シ以下第三條ニ=準シテ 處理シ
磷ヲ定量ス

二、分析操作

試料 1g 乃至 2g ヲ「エルレンマイヤーフラスコ」
=入レ漏斗ヲ嵌メ硝酸(1:1)約 50cc ヲ加ヘテ加熱
分解シ直ニ過「マンガン」酸「カリ」溶液(2%)約 10
cc ヲ加ヘテ煮沸シ充分之ヲ酸化シ過「マンガン」
酸「カリ」ノ全ク分解シタル後生成セル酸化「マン
ガン」及酸化「バナヂウム」ノ沈澱ヲ濾別シ硝酸
(2:100)=テ能ク洗滌ス 濾液=「アンモニア」水
(比重 0.9)ヲ徐々ニ加ヘテ溶液ガ濃赤色トナル迄
中和シタル後硝酸(比重 1.42)約 5cc ヲ加ヘ冷却後
亞硫酸水ヲ加ヘテ充分之ヲ還元ス

次ニ此ノ溶液ヲ 30°C ヲ超エサル程度ニ温メ之ニ
液温 30°C 以下ノ「モリブデン」酸「アンモン」溶液
約 120cc ヲ加ヘ約 10分間激シク振盪シ之ヲ約 1
時間靜置シ沈澱ヲ沈降セシメ以下 第三條ニ=準シ
テ處理シ磷ヲ定量ス

備考

第三條ノ備考ヲ適要ス

第十六條 「フェロチタン」ノ磷定量ハ次ノ通りトス

一、要 旨

試料=熔融合劑ヲ混シテ熔融シ磷ヲ磷酸ト爲シ之
ヲ水=溶解シ不溶解物ヲ濾過シ「チタン」其ノ他ヲ
除去シ濾液ヲ鹽酸=テ酸性ト爲シ 蒸發乾涸シ鹽酸
ト水=テ處理シテ珪酸ヲ濾別シ濾液ヲ 蒸發濃縮シ
硝酸ヲ加ヘ加熱シテ鹽酸ヲ驅除シ「アンモニア」水
=テ中和シ溶液中ニ=適量ノ遊離硝酸ト硝酸「アン
モン」ヲ含有セシメ以下第五條ニ=準シテ 處理シ
磷ヲ定量ス

二、分析操作

試料 1g 乃至 2g ヲ白金坩堝=入レ約 10倍ノ熔
融合劑(炭酸「ソーダ」10、硝酸「ソーダ」1)ヲ混
シテ熔融シ冷却ス
之ヲ水=テ溶解シ煮沸後 不溶解物ヲ 濾過シ炭酸

「ソーダ」溶液(2%)ニテ充分洗滌ス
 濾液ヲ鹽酸(比重 1.18)ニテ酸性ト爲シ蒸發乾涸
 シ之ヲ鹽酸(1:1)ニテ溶解シ珪酸ヲ濾別シ鹽酸(1:
 10)ニテ洗滌ス 次ニ遊離ノ鹽酸ヲ驅除スル爲濾液
 ヲ加熱蒸發シテ液面ニ皮膜ヲ生スルニ至ラシメ冷
 却ス 之ニ硝酸(比重 1.42)約 10 cc ヲ加ヘ亞硝酸
 酸「ガス」ノ發生セサル迄加熱シ水約 50cc ニテ稀
 釋ス 之ヲ「エルレンマイヤーフラスコ」ニ移シ
 「アンモニア」水(比重 0.9)約 25cc ヲ加ヘ水酸化
 鐵ノ沈澱ヲ生セシメ以下第五條ニ準シテ處理シ
 燐ヲ定量ス

備考

第三條ノ備考ヲ適用ス

第十七條 「フエロフオスフォル」ノ燐定量法ハ次ノ通
リトス

一、要 旨

試料ニ過酸化「ソーダ」ヲ混シテ熔融シ燐ヲ燐酸ト
 爲シ鹽酸ニテ溶解シ之ヲ稀釋シ其ノ一部ヲ採リ蒸
 發濃縮シ硝酸ヲ加ヘ加熱シテ鹽酸ヲ驅除シ「アン
 モニア」水ニテ中和シ溶液中ニ 適量ノ遊離硝酸ト
 硝酸「アンモン」ヲ含有セシメ以下第五條ニ準シ
 テ處理シ燐ヲ定量ス

二、分析操作

試料 0.5g ヲ「ニツケル」坩堝ニ採リ約 10 倍ノ過
 酸化「ソーダ」ヲ混シテ熔融シ冷却後温水ニテ「ピ
 ーカー」ニ洗ヒ移シ次ニ水約 100cc ニテ分解ス
 次ニ鹽酸(1:1)ニテ酸性ト爲シ分解ヲ完了セシメ
 タル後容量 500cc ノ「メスフラスコ」ニ移シ冷却
 後水ニテ標線迄稀釋シ其ノ中 50cc ヲ磁製蒸發皿
 ニ採リ之ヲ蒸發シテ液面ニ皮膜ヲ生スルニ至ラシ
 メ冷却ス

次ニ之ニ硝酸(比重1.42)約 10cc ヲ加ヘ亞硝酸「ガ
 ス」ノ發生セサル迄加熱シ水約 50 cc ニテ稀釋ス之
 ヲ「エルレンマイヤーフラスコ」ニ移シ「アンモニ
 ア」水(比重 0.9)約 25cc ヲ加ヘ水酸化鐵ノ沈澱ヲ
 生セシメ 以下第五條ニ準シテ處理シ燐ヲ定量ス

備考

第三條ノ備考ヲ適用ス

第六章 雜 則

第十八條 鐵及鋼燐分析方法ハ第二章乃至第五章ニ掲ケ
ルモノノ外次ノ各號ニ依ルモノトス

一、試料ノ採取方法ハ表面ニ附着セル不純物ヲ除キ
 タル供試體ヨリ厚 1mm 未満ノ削屑又ハ碎粉ヲ採
 取シ之ニ附着スル油其ノ他ノ有機物ヲ純良ナル

「アルコール」及「エーテル」ニテ洗滌除去シ之ヲ
 「デシケーター」中ニテ乾燥スルモノトス

二、規定苛性「ソーダ」溶液ノ力價ヲ檢定スル際ニハ
 安息香酸ノ溶解ニ使用スル「アルコール」ノ空實驗
 ヲ行フコトヲ要ス

三、過酸化「ソーダ」ニ依ル熔融ヲ行フ場合ニ用フル
 「ニツケル」坩堝ハ豫メ其ノ坩堝ニ炭酸「ソーダ」ノ
 少量ヲ熔融シ其ノ内面ニ炭酸「ソーダ」ノ薄層ヲ生
 セシメ置クヲ可トス

四、熔融劑及弗化水素酸ニ付テハ空實驗ヲ行ヒ 燐含
 有量ヲ修正スルコトヲ要ス

JES 第93號 類別 C6 頁1-4昭和4年12月4日決定

變 壓 器 油

第一條 本規格ハ油入變壓器ノ絶縁ト冷却トヲ 目的トス
 ル礦油ニ之ヲ適用ス

第二條 種別 變壓器油ハ其ノ性能ニ依リ次ノ 2種ニ區
 分ス

第一種 變壓器油 第二種 變壓器油

第三條 品質 變壓器油ハ精製シタル透明ノ 礦油ニシテ
 著シキ帶色ナク且水分、浮游物、可鹼化物其ノ他有害
 ナルモノヲ含有セサルコトヲ要ス

第四條 比重 比重ハ 15°C ニ於テ次ノ値ヲ有スルコト
 ヲ要ス(細則ニ參照)

第一種變壓器油 0.91 以下。第二種變壓器油 0.93 以下。

第五條 粘度 粘度ハ「レッドウッド」粘度計ヲ用キテ測
 定シ次ノ値ヲ有スルコトヲ要ス

種別	溫度 20°C	50°C	75°C
第一種變壓器油	140 秒以下	50 秒以下	38 秒以下
第二種變壓器油	220 秒以下	70 秒以下	45 秒以下

前項ニ依リ難キ事由アル場合ハ「エングラール」粘度計又
 ハ「セイボルト」粘度計ヲ用ウルコトヲ得此ノ 場合ニ於
 ケル粘度ハ次ノ値ヲ有スルコトヲ要ス

粘度計 種別	溫度			
	20°C	50°C	75°C	
エングラール	第一種變壓器油	5.0度以下	1.8度以下	1.4度以下
	第二種變壓器油	7.5度以下	2.5度以下	1.6度以下
セイボルト	第一種變壓器油	160 秒以下	56 秒以下	43 秒以下
	第二種變壓器油	250 秒以下	80 秒以下	50 秒以下

第六條 凝固點 凝固點ハ次ノ値ヨリ低キコトヲ要ス
 (細則ニ參照)

第一種變壓器油 -10°C 第二種變壓器油 - 5°C

第七條 引火點 引火點ハ「ペンスキーマルテンス」試驗
 器ヲ用キテ測定シ次ノ値ヲ有スルコトヲ要ス(細則三

参照)

第一種變壓器油130°C以上 第二種變壓器油145°C以上
 第八條 蒸發量 内徑約 40mm、深約 50mm、重量 20g
 以下ナル圓筒形硝子容器ニ試料約 20 cc フ入レ之ヲ長
 約 250mm、幅約 200mm、高約 125mm ノ蒸氣浴槽
 内ニテ 98°C 以上ノ溫度ニ於テ 5 時間加熱シタルトキ
 其ノ蒸發量ハ次ノ値ヲ有スルコトヲ要ス(細則四参照)
 第一種變壓器油 原重量ノ 0.5% 以下
 第二種變壓器油 原重量ノ 0.2% 以下

第九條 析出物 徑約 70mm、高約 100mm ノ「ビー
 カー」ニ試料約 40cc フ入レ之ヲ 140°C ノ油浴内ニ
 テ 8 時間加熱シテ取出シ 20 時間室内ニ放置シタル後
 濾過シ濾紙上ニ析出物ヲ認メサルコトヲ要ス(細則五
 参照)

第十條 絶縁耐力 供試油中ニ 2.5 mm ノ間隙ニ保チテ
 徑 12.5mm ノ球狀電極ヲ置キ常溫ニ於テ 50「サイク
 ル」又ハ 60「サイクル」ノ正弦波電壓ヲ加ヘタルトキ其
 ノ放電電壓ハ實效値 25000「ヴォルト」以上ナルコト
 ヲ要ス(細則六参照)

第十一條 酸及「アルカリ」變壓器油ハ無機酸又ハ「アル
 カリ」ヲ含有スルコトナク且有機酸ニ依ル酸價ハ 0.05
 以下ナルコトヲ要ス(細則七参照)

第十二條 硫黃 試料約 25cc ヲ試験管ニ入レ約 25mm
 平方ノ磨キタル銅板(電解ニ依リテ得タルママモノ)
 ヲ圓筒形ニ曲ケ之ニ浸シ約 100°C ニ於テ 8 時間加熱
 シタル後引上ケ其ノ表面ヲ檢シ著シキ變色ヲ認メサル
 コトヲ要ス

細 則

一、第四條ノ比重ハ浮秤ヲ用キ常溫ニ於テ測定シ次式ニ
 依リ之ヲ 15°C ニ於ケル値ニ換算スルモノトス

$$s_{15} = st[1 + 0.0007(t - 15)]$$

$$s_{15} = 15^\circ\text{C} = \text{於ケル比重} \quad st = t^\circ\text{C} = \text{於ケル比重}$$

t = 測定シタルトキノ溫度。0.0007 = 油ノ膨脹係數

二、第六條ノ凝固點ハ次ノ方法ニ依リ測定スルモノトス
 内徑約 20mm ノ試験管ニ約 60mm ノ深ニ試料ヲ入レ
 試料中ニ溫度計ヲ懸垂シ更ニ此ノ試験管ヲ内徑約 30
 mm ノ試験管ニ收メ之ヲ適當ナル生寒劑中ニ入レテ冷
 却シ試験管ヲ重ネタルママ時々取出シ靜カニ之ヲ傾斜
 シテ檢シ終ニ 5 秒間試験管ヲ水中ニ保持スルモ試料ノ
 流動セサルニ至リタルトキノ溫度ヲ以テ凝固點トス
 (第一圖参照)

三、第七條ノ引火點ヲ測定スルニハ先ツ豫備試験ヲ行ヒ
 テ引火點ノ概略ノ値ヲ求メ然ル後新ニ試料ヲ採リ本試
 験ヲ行フモノトス

本試験ニ於テハ豫備試験ニ依リ得タル引火點ヨリ約
 10°C 低キ溫度ニ達シタル後ハ攪拌器ヲ激シク動カシツ
 ツ溫度上昇 1 分間ニ付約 2°C ノ割合ヲ以テ加熱シ引
 火ノ徵候ヲ示スニ至ラハ 1°C 上昇スル毎ニ引火試験ヲ
 行フモノトス

四、第八條ノ蒸發量ヲ測定スルニハ試料ヲ入レタル硝子
 容器 4 箇ヲ蒸氣浴槽(第二圖ニ示スカ如キモノ)内ニ收
 メ正面ノ通風孔ヲ閉チタルママ加熱シ溫度計ノ示度ヲ
 所定ノ値ニ保持スルコト 5 時間ノ後試料ヲ取出シ「デ
 シケーター」内ニ於テ冷却セシメ然ル後容器ノ各ニ付
 秤量シ蒸發ニ依ル減量ヲ求メ其ノ平均値ヲ探ルモノト
 ス

五、第九條ノ析出物ヲ試験スルニハ豫メ油浴ヲ加熱シテ
 試験溫度ニ近ツカシメ然ル後試料ヲ入レタル「ビーカ
 ー」ヲ其ノ高ノ約 1/2 迄油浴ノ油中ニ入レタル後油浴
 ヲ試験溫度ニ上昇セシメ所定ノ時間其ノ溫度ヲ持續ス
 ルモノトス

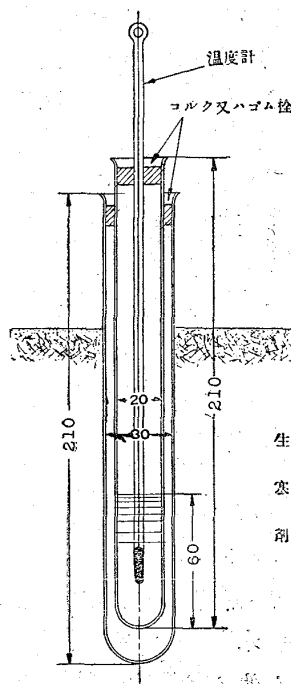
油浴ハ加熱中充分之ヲ攪拌スルモノトス

六、第十條ノ絶縁耐力ヲ試験スルニハ電極及容器(容量
 150cc 以上ノモノ)ヲ先ツ試料ト同一ノ油ヲ以テ充分洗
 滌シタル後試料ヲ容器ニ充タシ氣泡ノ逃レ去ルヲ待チ
 テ電壓ヲ加フルモノトス

電壓ハ 1 秒ニ付約 3000「ヴォルト」ノ割合ヲ以テ一様
 ニ上昇セシムルモノトス 破壊ニ先テテ生スル瞬時的

放電ニシテ連續性ヲ帶ヒサル程度ノモノハ之ヲ放電電
 壓ト看做ササルモノトス

第一圖 凝固點試験装置 單位 mm



同一試料中ニ於テ所定ノ
 間隙ヲ放電セシムルコト
 5 回ニテ試料ヲ取換ヘ之
 ヲ繰返スコト 3 回合計
 15 回ノ試験ヲ行ヒ其ノ
 放電電壓ノ平均値ヲ求ム
 ルモノトス

七、第十一條ノ酸及「アル
 カリ」ヲ試験ハ次ノ順序
 ニ依リ之ヲ行フモノトス

1、無機酸及「アルカリ」
 試料約 100 cc ヲ採リ
 之ニ同量ノ蒸溜水ヲ加
 ヘテ少シク加熱シタル
 後充分振盪シ 20cc 乃
 至 30cc ヲ「ビペット」
 ニテ取出シ之ヲ豫メ蒸
 溜水ニテ濕シタル濾紙

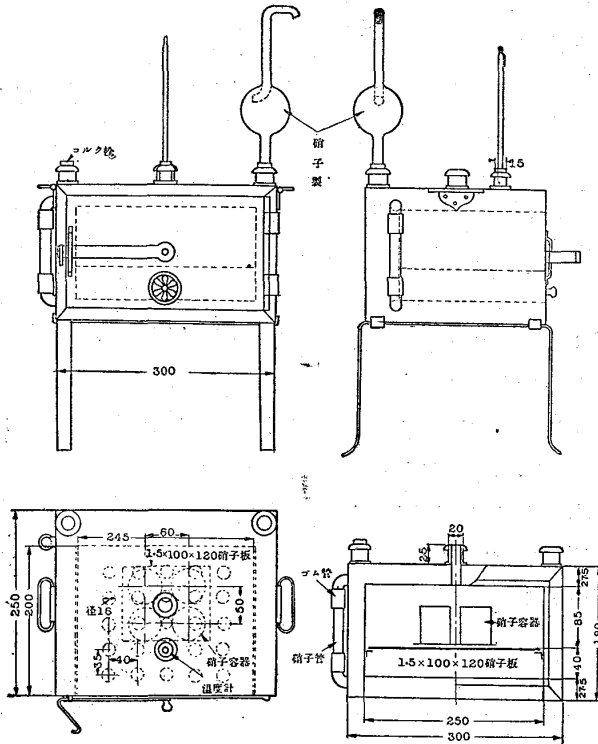
ヲ以テ濾過ス

濾液ニ指示薬「メチルオレンジ」溶液ノ數滴ヲ加ヘタルトキ赤色ヲ呈スルモノハ無機酸ヲ含有ス

濾液ニ指示薬「フェノールフタレイン」溶液ノ數滴ヲ加ヘタルトキ赤色ヲ呈スルモノハ「アルカリ」ヲ含有ス

2、有機酸ニ依ル酸價 試料 25g ヲ 200cc ノ「フラスコ」ニ入レ之ニ中性「アルコール」 50cc ヲ加ヘ湯煎上ニテ沸騰スル迄加熱シ充分振盪シタル後指示薬「フェノールフタレイン」溶液 1 cc ヲ加ヘ N/20 苛性「カリ」溶液ニテ滴定シ試料 1g 中ノ酸ヲ中和スルニ要スル苛性「カリ」ノ重量ノ底數ヲ求メ之ヲ酸價トス

第二圖 蒸氣浴槽
單位 mm



備考 浴槽ノ材料ハ銅板トス

JES 第94號 類別 C7 頁 1-4 昭和 4 年 12 月 4 日決定
開閉器油

第一條 本規格ハ油入開閉器 又ハ油入遮斷器ニ使用スル礦油ニ之ヲ適用ス

第二條 種別 開閉器油ハ其ノ性能ニ依リ次ノ 2 種ニ區分ス

第一種開閉器油 第二種開閉器油

第三條 品質 開閉器油ハ精製シタル 礦油ニシテ水分、浮游物、可鹼化物其ノ他 有害ナルモノヲ含有セサルコトヲ要ス

第四條 比重 比重ハ 15°C ニ於テ次ノ値ヲ有スルコトヲ要ス(細則一参照)

第一種開閉器油 0.92以下。第二種開閉器油。0.95以下

第五條 粘度 粘度ハ「レッドウッド」粘度計ヲ用キテ測定シ次ノ値ヲ有スルコトヲ要ス

種別	溫度 20°C	前項ニ依リ難キ事由アル場合ハ「エングラ」粘度計又ハ「セイホルト」粘度計ヲ用ウルコトヲ得此ノ場合ニ於ケル粘度ハ次ノ値ヲ有スルコトヲ要ス
第一種開閉器油	250 秒以下	
第二種開閉器油	400 秒以下	

粘度計	種別	溫度 20°C
エングラ	第一種開閉器油	8.0 度以下
	第二種開閉器油	12.8 度以下
セイホルト	第一種開閉器油	300 秒以下
	第二種開閉器油	470 秒以下

第六條 凝固點 凝固點ハ次ノ値ヨリ低キコトヲ要ス(細則ニ参照)

第一種開閉器油 -30°C 第二種開閉器油 -10°C

第七條 引火點 引火點ハ「ペンスキーマルテンス」試験器ヲ用キテ測定シ次ノ値ヲ有スルコトヲ要ス(細則三参照)

第一種開閉器油 130°C 以上

第二種開閉器油 160°C 以上

第八條 蒸發量 内徑約 40mm、深約 50mm、重量 20g 以下ナル圓筒形硝子容器ニ試料約 20 cc ヲ入レ之ヲ長約 250mm、幅約 200mm、高約 125 mm ノ蒸氣浴槽内ニテ 98°C 以上ノ溫度ニ於テ 5 時間加熱シタルトキ其ノ蒸發量ハ次ノ値ヲ有スルコトヲ要ス(細則四参照)

第一種開閉器油 原重量ノ 0.5% 以下

第二種開閉器油 原重量ノ 0.2% 以下

第九條 析出物 徑約 70mm、高約 100mm ノ「ピーカー」ニ試料約 40cc ヲ入レ之ヲ 100°C ノ油浴内ニテ 8 時間加熱シテ取出シ 20 時間室内ニ放置シタル後濾過シ濾紙上ニ析出物ヲ認メサルコトヲ要ス(細則五参照)

第十條 絶縁耐力 供試油中ニ 2.5 mm ノ間隙ニ保チテ徑 12.5 mm ノ球狀電極ヲ置キ常溫ニ於テ 50 「サイクル」又ハ 60 「サイクル」ノ正弦波電壓ヲ加ヘタルトキ其ノ放電電壓ハ實數値 25000 「ヴォルト」以上ナルコトヲ要ス(細則六参照)

第十一條 酸及「アルカリ」開閉器油ハ無機酸又ハ「アルカリ」ヲ含有スルコトナク且有機酸ニ依ル酸價ハ 0.10 以下ナルコトヲ要ス(細則七参照)

第十二條 硫黃 試料約 25cc ヲ試験管ニ入レ約 25mm 平方ノ磨キタル銅板(電解ニ依リテ得タルママノモノ)ヲ圓筒形ニ曲ケ之ニ浸シ約 100°C ニ於テ 8 時間加熱シタル後引上ケ其ノ表面ヲ檢シ著シキ變色ヲ認メサルコトヲ要ス(以下 JES 第 93 號變壓器油ト同斷ナル故省略ス)

内外最近刊誌参考記事目次

- Zeitschrift für Metallkunde**, Sept. 1931.
- Eine Untersuchung über den Einfluss des Eisens in Duralumin. W. Kroenig. pp. 245~249.
- Aus dem System Silber-Kupfer-Sauerstoff der Quasibinäre Schnitt Silber-Kupferoxydul. J. A. A. Leroux and K. W. Frohlich. pp. 250~254.
- Kristallisationsversuche bei Drucken bis zu 20000 Atmosphären. G. Weiter. pp. 255~259.
- Umwandlungserscheinungen an sogenannten Halbleitern. A. Schulze. pp. 261~264.
- Zur Kenntnis des Systems Kupfer-Blei und verwandter heterogener System. W. Claus. pp. 264~266.
- The Metal Industry**, Sept., 1931.
- A. Brass Foundryman's Progress. Otto Gerline. pp. 378~379.
- Calculations for Molding in the Foundry. Harry W. Dietert. pp. 380~382.
- Spotting Out. August G. Hoffmann. p. 382.
- Cold Treating Duralum in Rivets. Robert Johnson. p. 383.
- The Fundamentals of Brass Foundry Practice. R. R. Clarke. pp. 384~385.
- Metal Polishing by Flexible Polishing Wheels. Edwin M. Baker and George E. Holbrook. pp. 388~389.
- Electroplating on Cold Rolled Steel. George B. Hogaboom. pp. 390~393.
- Metal Polishing. F. W. Hobbs. p. 393.
- The Bullard-Dunn Process of Cleaning. Floyd T. Taylor. pp. 394~395.
- The Metal Industry**, Oct. 1931.
- The Oxy-Acetylene Welding of Copper and Aluminum and Some of Their Alloys. Francis A. Westbrook. pp. 424~425.
- Developments in Low PH Nickel Plating. W. H. Phillips. pp. 433~435.
- Metals for Dairy Utensils. A. Eyles. p. 435.
- Plating on Aluminum from Cyanide Baths. Harold K. Work. pp. 436~437.
- Ball Burnishing Hardware. F. M. Benwag. p. 438.
- "All is Not Gold That Glitters." A. Eyles. p. 440.
- Heat Treating and Forging**, Sept., 1931.
- The Manufacture and Testing of Forging Quality Steels. Norman L. Deuble. pp. 864~869.
- Heat Treatment for Large Forgings. W. J. Merten. pp. 870~871.
- Defects in Large Forgings, Part II. G. A. Smart. pp. 872~875.
- British Drop Forging Practice, Part II. J. W. Urquhart. pp. 876~878.
- Properties of Hardened Tool Steel. J. V. Emmons. pp. 880~882.

- 工業化學雜誌** 第34編 第10冊 昭和6年10月5日
珪酸、石灰鹽の常壓水熱式合成に關する研究(第1報) 永井彰一郎
- 高温用化學天秤に依るカルシウム及マグネシウムの定量並に其の炭酸鹽、硝酸鹽及修酸鹽の炭酸瓦斯中に於ける熱分解に就て 宗宮尙行、平野四藏
- 北海道石炭鑛業會々報** 第205號 昭和6年9月25日
堅層採炭支柱に就て 持田 勝郎
坑内照明(20) Y. H. 生、N. S. 生
雨龍の二炭鑛
- 昭和5年中本道電氣事業大要 札幌逓信局電氣課
- 内外工業時報** 第5卷 第10號 昭和6年10月5日
白心可鍛鑄鐵の性質に及ぼすニッケルの影響(特に薄物に就いて
鑄工場に於ける石炭粉と上塗劑に就いて
- 鑛業會々報** 第106號 昭和6年10月5日
米國に於けるブライト及びバリウム(米國鑛山局報告に依る) 上 瀧 基
朝鮮鑛業開發の急務 中野太三郎
ブラダルの鑛業概況 上 瀧 基
茂山貧鐵鑛の新利用法發見
硫化鐵の混汞製鍊に對するソジュームの效果に就て 尾山 直治
咸北諸炭鑛の管見(續) T. T. 生
朝鮮鑛業處分
朝鮮地質圖幅に就て
- 理化學研究所彙報** 第10輯 第10號
一酸化炭素の接觸的分解(四)
(炭化ニッケルの行爲) 土屋 弘
- 工學部紀要(東京帝大)** 第20冊 第7號 昭和6年9月
A Study on the Structure of Cementite Shigetaka, Shimura
- 燃料協會誌** 第109號(燃料節約號) 第10年10號10月20日
我國に於ける燃料節約の實例
- 鑄造** 第3卷 第10號 昭和6年10月
冷し金に就て(報告第2) 古本源之助
中子砂凝結劑に關する實驗(二) 上田 亮
キューホラに就て(五)
鑄造工場に於て必要なる智識(X) 森 重候
- 採鑛冶金月報** 第9年 第10報 昭和6年10月15日
熔鑛爐原料としての砂鐵鑛 志村清次郎
- 日立機械評論** 第6號 昭和6年10月
ピストリングに就て 天利 義昌
- 電氣製鋼** 第7卷 第10號 昭和6年10月15日
マンガン鋼の組織及び性質(其二) 村上武次郎
波來土の組織と其の機械的性質との間の函數的關係に就て 竹前 源藏

ホーキサイト結晶水の定量 奥村 梧樓
 本邦鑄物史の研究 (其二) 石井健一
 用途別に觀たる鐵鋼材料 (其九) 竹内 保資
工政 第141號 昭和6年10月
 我國工業の合理化に就て 中島久萬
 工業經營上の改善すべき諸點 山下 興家
 産業振興に就ての考察 大河内正敏
 上越線に就て 黒河内四郎
海外經濟事情 第42號 第4年
 中華民國海關に於ける申告用紙に關する海關告示 (上海、漢口、廣東、青島、安東)
 石炭輸入狀況 (上海)
 鑛産額並鑛業に關する諸種統計 (シヤム)
 英國炭鑛業近況 (昭和6年9月7日附在ロンドン松山商務參事官報告)
帝國鐵道協會會報 第32卷 第10號 昭和6年10月
 ペンシルベニア鐵道の I52 封度軌條使用 (Railway Age, Aug. 8, 1931)
金屬の研究 第8卷 第10號 昭和6年10月
 砂鐵の顯微鏡組織 (砂鐵、第20報の1) 齋藤 雄治
 コバルト-クロム系平衡狀態圖 松永陽之助
 金屬の磁氣係數に及ぼす内部歪の效果 本多光太郎
 清水與三松
日本化學會誌 第52帙 第10號 昭和6年10月28日
 銅中に亞鉛の擴散に就て 山内 淑人
 眞鍮より亞鉛の蒸發に及ぼす他の金屬の影響 山内 淑人
造船協會會報 第48號 昭和6年10月
 艦船推進器用材料としての高力眞鍮に就て 緒方 眞也
 電氣熔接の歪防止法に就て 幅田 烈
工學彙報 (九州帝國大學) 第6卷第4號 昭和6年10月
 デュラルミン鈹の鍍金及び海水腐蝕試験 田邊唯司、藤野達次
海外經濟事情 第4年 第44號 昭和6年11月2日
 銅市場近勢とニオン、ミニエールの業態 (昭和6年9月23日附在ロンドン松山商務參事官報告)
 シベリア經濟事情 (歐米局)
金屬 第1卷 第2號 昭和6年11月
 工業金屬材料の重要性 戸波 親平
 金屬の性質と其鑄造性に就て 西村 秀雄
 金屬の結晶組織 清水 要藏
名古屋工業會々報 第103號 昭和6年11月
 滿洲に於ける鑛業都市施設 三浦 磐雄

研究報告

滲炭硬化會に就て 石澤 命知
 締付螺桿に就て 石澤命知、久保覺一
 デュラルミンの時効硬化の一次的停止に就て 渡瀬常吉、池田 傳
 ピストンリング用鑄鐵の強さ (其一) 久保 覺一
銲接協會誌 第2卷 第1號 昭和6年10月
 電弧銲接地金の熱處理と組織の關係 井口庄之助、多賀谷正義
 電氣銲接の自動化 (一) 岡本 起
 瓦斯銲接に使用するカーバイドの性質 太田 [三吉
石炭時報 第6卷 第11號 昭和6年11月5日
 山東省博溜章炭田と溜川炭坑の狀況 米倉 清族
 石炭山災害統計の二、三 西牟田豊民
 燃研式斷熱熱計に就て 内田正次郎
 炭坑用瓦斯救命器に就て 勝木 壽一
 石炭鑛業に於ける賃金決定の原則並に方法 國際勞働局調査
東京帝國大學航空研究所報告 第6卷 第7冊 第73號 昭和6年10月
 アルミニウム、銅、珪素合金の試製及其性質の研究 後藤正治、外三名
機械學會誌 第34卷 第175號 昭和6年11月
 鉛の機械的性質に就て (第5報) 中原益次郎
 獨逸鐵鋼研究機關に就て 橋本 宇一
工業化學雜誌 第34編 第11冊 昭和6年11月5日
 釜石鑛業所銲鑛爐瓦斯、除塵灰より加里回收試験に就て 甲田 裕、山本祐二郎
 鹽化第一銅錯鹽を用ふる電氣分銅法 (第8,9報) 陽極夾雜物としての銀の平衡關係 龜山直人、牧島象二
水曜會誌 第6卷 第8號 昭和6年10月30日
 但馬の一試掘鑛區に於ける磁力探鑛に就て 藤田義象、和田正美
 鑛石、岩石、土壤、坑内水等の電氣固有抵抗の測定 藤田 義象
 鋼の疲勞及歪の檢出法 藤井 寛
 金屬及び合金に含まるゝ瓦斯の除去の機構に就て 西村 秀雄
 硬質滿俺鋼の工業的價値に就て 伊丹榮一郎
内外工業時報 第5卷 第11號 昭和6年11月5日
 液體酸素の製造 P. 563
 全金屬航空船 ZMC~2號 P. 572
 鑄鐵用砂の再生 P. 586
北海道石炭鑛業會々報 第206號 昭和6年10月25日
 炭坑夫の疾患 白川 政治
 選炭に就て 花江良太郎

主要製鐵所に於ける鐵鋼材生産高調 (單位噸) (7月中) 商工省鑛山局

種 別	7 月 分			1 月 以 降 累 計		
	昭和6年	昭和5年	比較増減	昭和6年	昭和5年	比較増減
銑 鐵	内地朝鮮	91,647	110,647 - 18,973 17%	621,380	743,450	- 122,070 16%
	滿洲	31,131	28,764 2,367 8%	217,119	202,300	14,819 7%
普 通 鋼	154,667	185,099	- 30,432 16%	1,032,878	1,403,239	- 370,361 26%
販 賣 向 鋼 片	3,662	6,754	- 3,092 45%	32,015	42,572	- 10,557 24%
販 賣 向 シ ー ト バ ー	8,118	458	- 7,660 167%	44,741	1,372	43,369 316%
普 通 鋼 壓 延 鋼 材	123,184	145,810	- 22,626 15%	877,177	1,141,372	- 264,195 23%
普 通 鋼 壓 延 鋼 材 内 譯						
鋼 板 厚 0.7 mm 以下	19,959	17,784	2,175 12%	148,041	135,540	12,501 9%
〃 其 他	22,023	26,659	- 4,636 17%	172,999	224,286	- 51,287 22%
棒 鋼	34,228	36,044	- 1,816 5%	212,627	294,351	- 81,724 27%
形 鋼	15,618	15,619	1	127,188	150,601	- 23,413 15%
軌 條	9,352	31,060	- 21,708 69%	66,293	198,804	- 132,511 66%
線 材	14,899	10,062	4,837 48%	104,368	69,054	35,314 51%
鋼 管	5,135	7,076	- 1,941 27%	34,466	54,959	- 20,493 37%
其 他	1,970	1,506	464 30%	11,195	13,777	- 2,582 18%

備 考 △印は生産減を示す

主要製鐵所に於ける鐵鋼材生産高調 (單位噸) (8月中) 商工省鑛山局

種 別	8 月 分			1 月 以 降 累 計		
	昭和6年	昭和5年	比較増減	昭和6年	昭和5年	比較増減
銑 鐵	内地朝鮮	91,337	112,939 - 21,602 19%	712,717	856,389	- 143,672 16%
	滿洲	28,963	25,029 3,934 15%	246,082	227,329	18,753 8%
普 通 鋼	149,321	173,423	- 24,102 13%	1,182,199	1,576,662	- 394,463 24%
販 賣 向 鋼 片	4,093	6,687	- 2,594 38%	36,108	49,259	- 13,151 26%
販 賣 向 シ ー ト バ ー	14,217	368	- 13,849 37%	58,958	1,740	57,218 3,283%
普 通 鋼 壓 延 鋼 材	113,954	132,815	- 18,861 14%	991,131	1,274,187	- 283,056 22%
普 通 鋼 壓 延 鋼 材 内 譯						
鋼 板 厚 7.0 mm 以下	18,624	15,805	2,819 17%	166,665	151,345	15,320 10%
〃 其 他	19,505	25,310	- 5,805 22%	192,504	249,596	- 57,092 22%
棒 鋼	33,449	32,334	1,115 3%	246,076	326,685	- 80,609 24%

形	鋼	12,440	20,902	-	8,462 40%	139,628	171,503	-	31,875 18%
軌	條	11,299	21,574	-	10,277 47%	77,590	220,378	-	142,788 64%
線	材	10,709	8,364	-	2,345 28%	115,077	77,418	-	37,659 48%
鋼	管	4,726	6,482	-	1,756 27%	39,192	61,441	-	22,249 36%
其	他	3,204	2,044	-	1,160 56%	14,399	15,821	-	1,422 8%

備考 △印は生産減を示す

主要製鐵所に於ける鐵鋼材生産高調 (單位噸) (9月中) 商工省鑛山局

種 別	9 月 分			1 月 以 降 累 計					
	昭和6年	昭和5年	比較増減	昭和6年	昭和5年	比較増減			
銑 鐵	内地朝鮮	88,642	115,932	-	27,290 23%	801,359	972,321	-	170,962 17%
	滿洲	31,127	27,732	-	3,395 12%	277,209	255,061	-	22,148 8%
普通鋼	167,651	170,731	-	3,080 1%	1,349,850	1,747,393	-	397,543 22%	
販賣向鋼片	4,013	7,375	-	3,362 45%	40,121	56,634	-	16,513 29%	
販賣向シートバー	10,608	1,456	-	9,151 623%	79,536	2,196	-	76,370 2389%	
普通鋼壓延鋼材	126,917	136,415	-	9,498 6%	1,118,048	1,410,602	-	292,554 20%	
普通鋼壓延鋼材内譯									
鋼板厚7.0mm以下	21,456	17,483	-	3,969 22%	188,117	168,828	-	19,289 11%	
其 他	22,543	24,495	-	1,952 7%	215,047	274,091	-	59,044 21%	
棒 鋼	35,563	34,206	-	1,356 3%	281,639	360,891	-	78,252 21%	
形 鋼	13,468	20,801	-	7,333 35%	159,096	192,304	-	39,208 20%	
軌 條	13,968	20,912	-	6,944 33%	91,558	241,290	-	149,732 62%	
線 材	12,810	9,220	-	3,590 38%	127,887	86,638	-	41,249 47%	
鋼 管	5,118	5,419	-	2,301 31%	44,310	68,860	-	24,550 35%	
其 他	1,995	1,879	-	116 6%	16,394	17,700	-	1,306 7%	

備考 △印は生産減を示す

昭和6年8月中重要生産月報抜萃 (商工大臣官房統計課)

	8 月 中	前 月	前年同月	1 月 以 降 累 計	
				昭和6年	昭和5年
金	984,169	1,004,874	941,236	8,131,088	7,094,606
銀	13,607,741	12,920,169	14,297,714	109,560,991	101,629,236
銅	5,744,298	6,240,446	6,716,449	49,868,077	50,788,383
硫石	4,763	4,807	4,969	36,239	37,688
黃炭	1,887,026	2,129,506	2,256,437	17,121,367	20,139,486

石油(原油) 100%	253,888	262,742	263,877	2,071,294	1,990,564
セメント	292,356	290,664	304,455	2,434,334	2,505,642
過燐酸石灰	36,603	33,023	22,153	330,470	424,484
硫				226,421	176,509

昭和6年9月中重要生産月報抜萃 (商工大臣官房統計課)

	9月中	前月	前年同月	1月以降累計	
				昭和6年	昭和5年
金 gr	1,041,880	984,169	1,039,703	9,175,968	8,134,309
銀 gr	14,518,368	13,607,741	14,745,277	124,079,359	116,374,513
銅 kg	6,231,541	5,744,293	7,107,689	56,099,618	57,896,072
硫 t	4,601	4,763	5,097	40,840	42,785
石炭 t	2,072,585	1,887,026	2,146,327	19,193,952	22,285,813
石油(原油) 100%	238,595	253,888	254,081	2,309,889	2,244,645
セメント	300,016	292,356	299,412	2,734,350	2,805,054
過燐酸石灰				330,470	424,484
硫	36,528	36,603	22,241	262,949	198,750

昭和6年9月中外國銑輸入高 (單位噸)

輸出國	支那	印度	英國	獨國	米國	瑞典	白耳義	其他	計
9月中輸入高	—	16,213	256	—	111	—	—	—	16,580
1月以降累計	—	110,963	2,385	1,126	328	422	—	—	115,224

ペンシルベニア鐵道の 152 封度軌條使用 近代に於ける軌條設計の改良上、最も多くの趣味を興ふるものはペンシルベニア鐵道の 152 封度軌條使用の發表とす。日に月に増加し來れる荷重と速度との爲め 在來以上の堅硬の度と一層き生命の必要上、之の如き新型軌條の設計を見るに至れり。而して其の製作は本年 5、6 月より創始せるものなり。數年前より鐵道の運轉に向ひ、機關車及び客貨車の重量及び容量並に列車の長さや速度とは絶えず昂進の傾向を示し、而して未だ何時に至れば其の極度に達するやを知らざるの状態なり。其の結果線路の構造も亦未來に向ひ進歩するも減退せざる形勢にあり。既に非常に増加せる荷重と高速度と運輸の頻繁等より車輪壓力の増大と速度の向上の爲め、現在の軌條は其の耐力を疑はるゝに至り、此の疑點の表示は或地方に於て既に軌條の生命の短縮と破損と年々増加する保線費とに表現せり。

斯かる缺陷がペンシルベニア鐵道の或一部分に現れたる爲め、軌條改良の氣運を促がし、一層強大なる線路の構造に依り、平滑にして動搖少く、乗心地良く、激増せる運輸と高上せる速度に對し、安全且經濟なるものを要求するに到着せり。之の目的にて合衆國製鋼會社、ベスレーム製鋼會社及びペンシルベニア鐵道會社は 共同研究委

員を選定し、是等の委員は其の凡ゆる方面に慎重精密なる研究分析を爲したる後、1 時間 100 哩の速度にて、安全且満足に 1 軸につき 10 萬封度の動荷重に堪ゆる軌條を製作することに決定せり。1916 年より今日までペンシルベニア鐵道の基準軌條は 130 封度にて時速 80 哩、1 軸 8 萬封度の動荷重に耐るものなりしが該委員等は此の 152 封度軌條に對し今後 25 年間に向ひ運輸量の増加に伴ふ速度と荷重に對して安全を期待せるものなり。第二段の研究は其化學的成分と物理的金屬性、即ち硬度及強力等とす。而して是等研究の結果第 1、強性を得るために高さを約 8 吋とせり。第 2、頭部は製造側の立場より出來得るだけ大なる半徑に依り設計し、之に依り車輪との接觸を廣からしむ。第 3、軌條の各部の周圍の適當なる比率を定むること、即ち冷却より起る内部の力の發生を出來得る限り少からしむる爲め、頭部、頸部、底部等が同時に一樣に冷却する様設計せり。第 4、外方軌條を高むる爲めの設備としては傾斜せる タイプレートを使用して一對 40 の率を定め、之に依り車輪と軌條の頭部との接觸を一層有效ならしむること、而して化學的成分は次の通りとせり。(Railway Age)

C 0.7~0.85 Mn 0.7~1.00 P 0.04 以下 S 0.15~0.30