

# 鐵鋼分析法に關する二三の研究

(日本鐵鋼協會第 30 回講演大會講演 昭 19. 10. 於大阪)

越谷 粕藏\*・吉川 正三郎\*

## I 緒 言

溶解作業の調節には迅速分析の活用が必須であり、鋼質の改善には含有ガスその他不純物の分析が緊要である。一方種々の元素を含む代用鋼の續出と化學藥品、器具等の入手難の爲化學分析法にも種々の工夫を必要とする。従つて化學分析者も並々な困難に遭遇してゐるので、各所の研究成果が簡潔に公表されれば、互に裨益する所が多いと考へ、先づ筆者等が最近研究して効果を擧げてゐる次の分析方法来に就て報告し御参考に供したい。

1. 熔鋼の磷迅速分析法
2. クロムを含む特殊鋼のマンガン定量法
3. 鐵鋼中の銅分析法
4. 鐵鋼中の窒素分析法

## II 熔鋼の磷迅速分析法

1. 要 旨 鹽基性製鋼に於て、精鍊途中の鋼浴の磷含有量を判定して作業指針とする事は緊要である故、その分析法は多くの人により研究されてゐる。これらの分析法は次の二種に大別し得る。

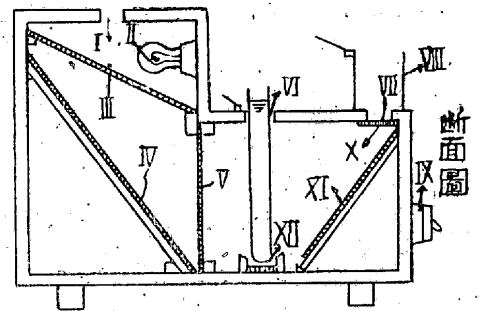
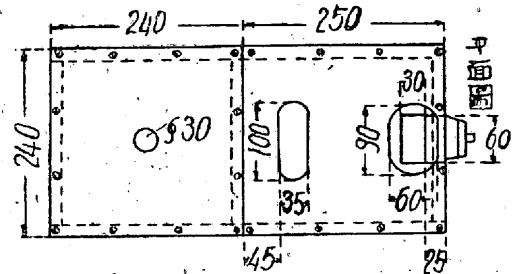
イ) 磷の沈澱の容積を測定する方法 (學振法)。ロ) 比色計を使用する方法。何れも良法であるが、遠心分離器や、比色計 (Palfrich Photometer 又は Duboscq Colorimeter) は現下の狀勢では殆ど入手不可能で、一般に現場分析法として實施するは困難である。然し現場分析法としては比色法を適當に利用するのが最も便利であるから、著者等はこれに就て研究した。

比色の原理は  $H_3PO_4$  が  $(NH_4)_2MoO_4$  及び  $NH_4VO_3$  と反應して  $\{(NH_4)_3PO_4 \cdot NH_4VO_3 \cdot 16MoO_3\}$  となり、黄色に發色する事を利用するもので、Misson<sup>1)</sup> に依り初めて磷の定量に應用され、爾後多くの研究者<sup>2)3)4)5)6)7)</sup> が本法の改良に努めてゐる。山田氏<sup>7)</sup> は前研究者が何れも光度計を使用してゐるのに對し、Duboscq 比色計も使用出来ることを發表し、比色法に一進歩を加へた。然し何れも精巧な比色計を必要とする難點があり、分析操作上にも不明な個所があるので、筆者等はこれを究明すると共に、簡単な比色計に間に合ふ様に分析法及び装置を改良した。

本法に依れば少しく熟練すると個人的誤差少く、炭素鋼低合金鋼に於ては、規格法に比して殆ど遜色ない分析値が得られ、分析所要時間も約 13min 以内である。

2. 比色装置及び比色法 筆者等の使用してゐる比色計は、第 1 圖に示す如く簡単な物で、何れも研究室に有合せの材料のみで手製したものである。比色管は内徑の同一な硝子管で 100cc 入りの試験管を造り、100cc の個所に目盛し、1 個の比色計にこれを約 15 本備へ、内 12 本に後述する  $K_2Cr_2O_7$  標準液を入れる。電球光源の黄色を濾光する爲、紫色の濾光液 (淡いコバルト硝子) を用ひ、

又前面上部からの比色を便にする爲平面反射鏡を備へる。



- I 換氣孔. II 60ワット電球. III 薄色コバルト摺硝子. IV 乳色硝子又は純白紙. V 摺硝子. VI 比色管裝入口. VII 比色口. VIII 光線除け. IX スウキツチ. X 透明硝子. XI 平面鏡. XII ゴム片.  
(光源の位置は適當に加減する)

第 1 圖 磷比色分析装置 (單位 mm)

比色時には比色孔に試料溶液の比色管と、これと色調が等しいと思はれる標準液の比色管を、同時に挿入して比較し、どの標準液と一致するや、又はどの標準液に近いかを判定して、磷含有量を推定する。

この方法は一見無暴の様であるが、各標準液の濃度差を少くし、且熟練することに依り、相當正確に判定し得る。

3. 分析法 試料 1g を 200cc ビーカーに秤取し、 $HNO_3$  (比重 1.20) 30cc をピペットを使用して加へ、硝子蓋をして、砂浴又は電氣爐で加熱溶解する。 $NO_2$  を驅逐した後必要があれば濾過水洗する。これに  $KMnO_4$  溶液 (3%) 約 5cc を加へて約 2min 煮沸し、 $H_2O_2$  水 (3%) を滴加して溶液を透明となし、約 2min 煮沸して、過剰の過酸化水素を分解する。冷水を以て冷却し液温を  $20^\circ C$  とする。次に豫め  $20^\circ C$  に保持せる  $NaF$  溶液 (3%) 15cc 及び  $NH_4NO_3$  溶液 ( $NH_4VO_3$  2.4g +  $H_2O$  500cc + 1:1  $HNO_3$  20cc を水を以て 1:1 にする) 10cc を加へ、溶液を攪拌しつゝピペットを用ひて、 $(NH_4)_2MoO_4$  溶液 (20%) 20cc を加へ、全液を比色管に移し水を以て 100cc に稀釋し、攪拌して良く混合する。これを既述の方法で標準液と比色して磷量を推定する。

【備考】イ) 本分析法は Ni 2%, Cr 1% 以下を單獨に含む鋼、又は Ni と Cr の含量が 1.5% 以下の各種低合金鋼、炭素鋼及び銑鐵等に適用される。ロ)  $K_2Cr_2O_7$  標準液の製法 N/10  $K_2Cr_2O_7$  溶液を第 1 表の通り比色管に分取し、これに少量の  $H_2SO_4$  を以て酸性とした水を加へて、100cc に稀釋してゴム栓をなし、蒸發を

\* 日本製鋼所室蘭製作所

1) G. Misson: Chem-Ztg. 32 (1908) 633

2) B. B. Getzer: St. u. Ei. 38 (1918) 316

3) B. B. Getzer: Zavodskay: a Lab 4 (1935) 349

4) M. Murray, Q. Ashley: Analy. Edi. 10 (1938)

5) G. Bogatzki: Arch. Eisenhüttenwes. 12 (1938/39) 195

6) H. Willard, E. J. Center: Analy. Edi. 13 (194) 81

7) 山田: 學振 19 小委報告, 鐵鋼協會第 30 回大會講演

第1表 K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 標準溶液

P %	N/10 K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> cc	P %	N/10 K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> cc	P %	N/10 K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> cc
0.005	1.55	0.025	2.35	0.045	3.15
0.010	1.75	0.030	2.55	0.050	3.35
0.015	1.95	0.035	2.75	0.060	3.75
0.020	2.15	0.040	2.95	0.070	4.15

防いで置く。

4. 検索實驗の二三。從來の研究より比色法に於て注意すべき主なる點を挙げると、イ) 試料溶解時の HNO<sub>3</sub> の濃度及び量を一定にし、ロ) 發色試薬の添加量も一定にし、ハ) C, Si, Ni 及び Cr 等の多量は比色を妨害すること等である。筆者等の研究に依れば、以上の外に、發色時の液温と鋼から作った標準液を使用する事が、誤差の原因になる事が判明した。従つてそれ等の點の注意を分析操作に加味することにより、實用分析法を確立し得た。その結論のみを述べれば次の如くである。

(1) 温度の影響 燐鹽溶液のみの場合には發色が極めて迅速で温度又は時間の影響を受けないが、鐵鹽が共存すると、實驗條件でその色調が廣範圍に變化する。鐵鹽は發色時の液温に應じて赤褐色を帯びるが、一旦發色するとその後の温度變化に對して可逆的でない。従つて最初に發色させる時の各溶液の温度を一定にする事が緊要である。(2) 鐵鹽の着色防止法 前項の如く温度を規定して鐵鹽の着色を一定とすれば、普通の燐含量に對しては支障なく分析出来るが、燐が微量(0.020%以下)になると、相對的に鐵鹽の色が濃くなつて分析精度を阻害するに至る。従つて G. Bogatzki に倣つて NaF で鐵の着色を軽減すると良い。普通 NaF (3%) 溶液として 15cc を可とする。但し長時間放置する標準液としては鐵鹽を含まず色調の變化も無い K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> の溶液を使用するのが良い。

(3) その他 試料溶解時に、溶液を濃縮すると高値を與へるから、溶解に長時間を要する場合は、時々温水を加へて液量を略一定に保持する必要がある。又合金元素としては Cr は約 1%、Ni は約 2% 迄は定量可能であり、C の多い場合は濾過後 KMnO<sub>4</sub> で分解すれば影響が無いから、精鍊途中の熔鋼には殆ど全部に利用出来る。

5. 分析例 第2表を見よ。

III クロムを含む特殊鋼のマンガン定量法

1. 要旨 近時 Cr を主體とした特殊鋼が激増の状態である。斯の如き鋼種の Mn 分析には、豫め Cr を除去する事が必要であり、J. E. S. 法では、豫め ZnO を以て Cr を除去してゐる。この方法は一般に實施されてゐる良法であるが、沈澱及び液量が多く、操作も繁雜で所要時間も長いから、多數の Cr 鋼を分析する所では

分析能率が著しく低下してゐる。依て ZnO 法の代りに NaHCO<sub>3</sub> 法を利用したところ操作が簡單で熟練を要せず、所要時間も短く、分析精度は規格法と同一である。

2. 分析法 試料 1g をビーカーに秤取し、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:10) 約 15cc を加へて加熱溶解し、温水約 100cc を加へて、溶液を攪拌しつゝ NaHCO<sub>3</sub> 溶液 (8%) 15~20cc を加へ、Cr を沈澱させる。約 1mn 煮沸後、濾過し温水で洗滌する。(沈澱は Cr の定量に用ひ得る) 濾液に H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:10) 約 10cc 及び HNO<sub>3</sub> (比重 1.42) 約 5cc を加へて鐵を酸化し、次に H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 約 5cc、AgNO<sub>3</sub> 溶液 (1%) 約 10cc、(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> 溶液 (15%) 約 15cc を加へ、約 10mn 煮沸して Mn を過マンガン酸とする。流水で冷却後、N/10 (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> 溶液及び N/10 KMnO<sub>4</sub> 溶液で滴定し、Mn 量を算出する。

【備考】イ) W 鋼及び高速度鋼の場合は、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 又は HCl で試料溶解後、HNO<sub>3</sub> で酸化して蒸發乾涸して後温水に溶解し、濾過して W 及び Si を除去し、溶液に無水 Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> 約 4g を加へて約 20mn 煮沸して鐵を還元し、これに NaHCO<sub>3</sub> 溶液 (8%) 約 30cc を加へて Cr を沈澱させる。以下本文に準ずる。ロ) 分離した Cr の沈澱は、酸に溶解後過硫酸法に依て、常法の如く Cr を定量する。

3. 實驗結果 イ) Mn 及び Cr 分離の確實性 Cr 及び Mn の鹽類を以て標準溶液を作り、兩液を適當量宛混合した物に就て前項の分析法に準じて沈澱より Cr を、濾液より Mn を定量した結果は、何れも十分満足すべき分析値が得られた。依て NaHCO<sub>3</sub> に依る Mn 及び Cr の分離は十分確實性がある事が解る。ロ) 數種の特種鋼に適用した結果を示せば次の通りである。

第3表 特殊鋼の Mn 及び Cr の分析成績

鋼種	Mn %		Cr %	
	本法	J. E. S. 法	本法	J. E. S. 法
Cr-Mo-Al 鋼	0.40	0.40	1.66	1.66
Ni-Cr 鋼	0.54	0.56	0.63	0.62
Ni-Cr-Mo 鋼	1.04	1.05	0.57	0.57
Ni-Cr-Mo-Cu 鋼	0.94	0.93	1.13	1.14
W-Cr 鋼	0.52	0.54	1.02	1.03
高速度鋼	0.42	0.40	4.14	4.01

W 鋼、Mo 鋼及び高速度鋼では、試料を酸で溶解したのみでは多量の炭化物が残るが、残渣中の Mn 量は痕跡であるから、考慮する必要はない。尙本分離操作は Co 分析法に於ける Cr 分離にも適用して便利である。

IV 鐵鋼中の銅定量法

第2表 各鋼種に適用せる分析値例

鋼種	成分 %							比色値 P %				
	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	P	A	B	C	平均	誤差
	0.30	tr	0.26	—	—	—	0.005	0.005	—	0.005	0.005	0
	0.15	.17	.16	—	—	—	.010	.009	.011	.010	.010	0
	0.48	.35	.61	—	—	—	.035	.034	.035	.036	.035	0
	0.55	.15	.38	—	—	—	.068	.070	.069	.071	.070	-0.001
低合金鋼	0.33	.32	.99	.27	1.07	—	.031	.030	.030	.029	.030	-0.001
	0.55	1.12	1.26	—	—	—	.032	.032	.030	.030	.031	-0.002
	0.70	.27	.61	.15	.45	—	.066	.067	.070	.068	.068	-0.002
銑	3.41	1.66	.55	—	—	—	.035	.034	.035	.035	.035	0

1. 要旨 鐵鋼の銅の定量法は一般に J. E. S. 法に従ひ深度カリ滴定法が採用されてゐるが、近時 KI の入手難となり、銅の分析は要求に應ぜられない現状である。この障害を打開する爲 KI を殆ど使用しない KCN 法を改良して、目的を達した。即ち従來の KCN 法は (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> 等が妨害して満足な分析値を與へなかつたが、これ等鹽類の妨害を Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> 添加に依り除去し得られる事を見出した。本法に依れば、分析精度は J. E. S. 法と同一であるが、KI の使用量は約 1/100 で済む。

2. 分析法 試料を HCl に溶解し、H<sub>2</sub>S を滴定して CuS を沈澱させ、これを HNO<sub>3</sub> に溶解した後、NH<sub>4</sub>OH 性とし Fe(OH)<sub>3</sub> の沈澱を濾別する。(以上の操作は J. E. S. 法と同一である) 濾液は冷水を以て冷却し、これに Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> 溶液 (10%) 3~5cc 及び KI 溶液 (2%) 約 2cc を加へて後、KCN 標準液を以て青色が完全に消失する迄滴定し、尙過剰に 1~2cc 滴加する。次に AgNO<sub>3</sub> 標準液を以て過剰の KCN を滴定し、AgI の沈澱析出を以て滴定終點とし、次式に依り銅量を算出する。

$$\frac{\text{KCN 使用量(cc)} - \text{AgNO}_3 \text{ 使用量(cc)} \times 0.1613}{\text{試料(g)}} = \text{Cu \%}$$

[備考] (イ) AgNO<sub>3</sub> 標準液の調製: AgNO<sub>3</sub> 6.6820g を適量の水に溶解し更に水を加へて正確に 1l とする。(ロ) KCN 標準液の調製: KCN 5g と KOH 2g を適量の水に溶解し 1l に稀釋する。本溶液の力價は AgNO<sub>3</sub> 標準液を以て檢定する。(ハ) 試料が HCl のみで溶解しない場合は、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:5) 約 4cc で分解後、H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 水 (3%) を滴加して炭化物を分解し、約 2mn 煮沸して過剰の H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> を分解する。以下本文と同じ。

3. 檢索實驗 1). 滴定終點の明瞭化 KCN 溶液を以て銅鹽溶液を滴定し得る事は、既に常識化された事であるが、滴定方法は次の 2 法に分類される。即ち (イ) 銅鹽をアンモニア錯鹽となし、錯鹽の青色が消失する迄 KCN 溶液で滴定する方法と、(ロ) Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> で Cu(OH)<sub>2</sub> を沈澱させ、この沈澱が消失する迄 KCN 溶液で滴定する方法とである。これ等の方法は迅速分析的値を得るには便利であるが、兩法とも滴定終點が不明瞭で、正確な分析値を要求する場合には適用され難い。

筆者等はアンモニア錯鹽を KCN 溶液で滴定する方法を採用したが、滴定終點を明瞭化する爲枸橼酸法に依る Ni 滴定の場合に準じ、KI 及び AgNO<sub>3</sub> 溶液を使用し AgI の沈澱生成を滴定終點の指針とする事により容易に正確な分析値を得ることが出来た。

(2) アンモニウム鹽の影響とその防止法 前項の滴定法を直に鐵鋼試料に適用した成績に依れば、尙分析値に不同がある。この原因は Cu<sub>2</sub>S を HNO<sub>3</sub> に溶解し更にアンモニア性とする爲、必然的に HNO<sub>3</sub> 及び H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> のアンモニウム鹽が共存し、これが滴定に妨害を及ぼす事が判明した。依てこの現象を防止する爲種々の方法を試みた結果、Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> を加へて極めて簡単に目的を達し得た。

(3) 規格法との比較 前記分析法に依り、鐵鋼試料を分析して、規格法と比較した成績の一部を示せば、第 4 表の通りである。表中 I は試料を HCl で、II は H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 及び H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> で処理したものである。

第 4 表 規格法と改良 KCN 法との比較

銅種	J. E. S. Cu %	本法 Cu %	
		I	II
Ni-Cr 鋼	0.06	0.06	0.06
Ni-Cr-Mo 鋼	0.10	0.11	0.10
Ni-Cr-Mo-Cu 鋼 (1)	0.46	0.47	0.47
(2)	0.71	0.71	0.70

前表の如く本法は J. E. S. 法と全く同一精度の分析値が得られるから、日常分析法として十分満足なることが判る。

### V 鐵鋼中の窒素分析法 (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 酸化法)

1. 要旨 鐵鋼の調査研究には窒素量の測定が益々重要性を増し、既に學振 19 小委に於ては窒素分析法<sup>5)</sup>を制定してゐる。學振法では多くの鋼種即ち HCl で完全に溶解されない鋼種では、不溶解残渣を濾別し、これを主液とは別に處理して窒素を定量する所謂残渣處理法を必要とし、操作が繁雜で分析能率が阻害され、往々にして過大な誤差を導き易い。

従つて不溶解残渣を濾別せず主液と共に分析したい希望は既に多くの人々の要望してゐる所である。幸ひ多くの特殊鋼は燒入状態で分析すれば、残渣處理を必要としない事が早矢仕、胡田兩氏<sup>10)</sup>に依て明かにされてゐるので、實用鋼種の日常分析には斯様な操作を利用して間に合せて來た。

最近再び不溶解残渣の同時處理を考究した所、比較的簡単な重クロム酸加里酸化法でその目的を達し得た。本法に依れば繁雜な残渣處理を行ふことなく、炭化物の多い熱處理鋼にも適用されて結果も良好である。

2. 分析法 試料 5g を分解フラスコに入れ、裝置を氣密に連絡して後、HCl (1:1) 約 60cc を漏斗より分解フラスコに注入し、加熱分解する。次に再び漏斗より K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 溶液 (9%) 約 40cc を注入し、加熱を繼續して不溶解残渣を分解する。分解完了後冷却するを待ち冷却管を少量の水で洗滌し、主液に合する。

蒸溜フラスコに NaOH 溶液 (6N) 約 230cc 及び Al 片約 4g を入れて裝置を組立て、漏斗より靜に分解液を注入し、且水を加へて液量を約 60cc とし、突沸を防止しつゝ (豫め片狀錫 5~10g を入れて置く) 靜に注意して加熱する。

約 1.5h 蒸溜を續け、溜出液約 150cc に達すれば蒸溜を止め、冷縮管を少量の水を用ひて洗滌し主液に合する。これにメチルレッド溶液 3~5 滴加へ、N/100 NaOH 溶液を以て滴定窒素量を算出し、これより空實驗値を控除して試料の窒素量とする。

[備考] (イ) 炭化物の多い試料又は燒戻燒鈍した特殊鋼には、使用する試薬を次の通り變更する必要がある。

K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 溶液 (15%) 30cc, NaOH 溶液 (8N) 270cc, Al 5g.

(ロ) K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> の精製及び溶液の調製 K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> の飽和水溶液に少量の酒精を注加し、激しく攪拌後冷却して結晶せしめ、吸引濾過し酒精を以て數回洗滌後乾燥する。この精製 K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 約 90g を約 800cc の水に溶解し、NaOH 約 40g を加へ數十分間煮沸し、これに HCl (比重 1.18) 約 50cc と水を加へて 1l とする。

(ハ) 前記以外の事項は總て學振分析法に準ずる。

3. 實驗概要 本法の良否は次の諸點を檢索することに依て決定する。(イ) 試料が HCl と K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 溶液で完全に分解するか、(ロ) K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> に依る酸化で N<sub>2</sub> がガス状になつて散逸することがないか、(ハ) Al 溶解の際發生機の水素に依て硝酸根が NH<sub>3</sub> になつて蒸溜されるか、(ニ) 實際試料に於て、分析値が残渣處理法と一致するか。以上に就て多數の實驗を行つたが、次にはその結論と分析値の一例のみを記述する。

(1) K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> の酸化能と Al の還元力 再結晶法で純化した、NH<sub>4</sub> 鹽及び硝酸鹽を以て標準溶液を作り、前記分析法の操作で分析した結果を、第 5 表に示した。

5) 倭: 鐵と鋼 22 (昭 11) 11 號 837 頁

9) 學振 19 小委報告 III 16, 34, 43, 45 頁

10) 早矢仕, 胡田: 鐵と鋼 25 (昭 14) 12 號 1035 頁

第5表 窒素化合物の酸化蒸溜試験結果

N化合物	N相当量 g	酸化液 cc	蒸溜液 cc	N分析値 g
KNO <sub>3</sub> NH <sub>4</sub> Cl	0.0010	1:1 HCl 60 cc	6N NaOH 230 cc	0.00110
		9% K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> 40 cc	Al 5g	0.00108
同 上	0.0015	同 上	同 上	0.00155 0.00156
同 上	0.0020	同 上	同 上	0.00200 0.00208

即ち硝酸鹽もアムモニウムの K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> で酸化損失せず、而も Al を溶解してアルカリ蒸溜すれば、定量的に NH<sub>3</sub> になつて溜出することが判る。K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> より強い酸化剤、例へば KMnO<sub>4</sub>, KClO<sub>3</sub> 等では分析値は低くなる。

(2) 試料溶解の難易と K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 量 普通の特殊鋼では HCl (1:1) 約 40 cc 及び K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (9%) 約 60 cc で処理すれば、完全に分解されるが、特に不溶解残渣の多い特殊鋼、又は焼戻焼鈍等の處理で炭化物等が多量に析出し易い試料では、K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (9%) 約 40 cc では分解不完全で低値を與へる。この場合、同溶液を多く使用しても液量が増加して、分解能を減ずるから目的を達し得ない。斯る試料では備考に記載の通り K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, NaOH 溶液及び Al の量を變更する必要がある。

(3) K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> の純化に就て 本分析法中最も注意すべき事は、K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> の酸化能が、著しく劣等のものがある事で、經驗に依れば市販品の多くは分解能が劣等で低値を與へる。これを普通の再結晶法で純化する事は困難であるが、酒精を用ひて再結晶すれば大抵1回の純化で満足な結果を與へる様である。

(4) 残渣處理法との分析値比較

VI 結 論

第6表

	試料成分 %							N <sub>2</sub> %		
	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	W	焼入法	残渣處理法	本法
I	3.7	1.5	0.5	—	—	—	—	—	0.0035	0.0032
II	3	3	6	—	—	—	—	0.0042	0.0040	.0045
III	4	3	6	1.4	5	—	—	0.0052	.0048	.0052
IV	3	—	—	2.8	8	—	—	0.0039	.0040	.0039
V	5	—	—	4.0	1.8	—	—	0.0069	.0066	.0069
VI	3	—	—	—	1.2	4	—	0.0045	.0046	.0046
VII	3	—	—	3.2	1.2	4	—	0.0037	.0037	.0036
VIII	4	9	—	—	1.1	5	—	0.0069	.0069	.0069
IX	3	7	1.0	1.0	1.0	5	—	0.0071	.0072	.0073
X	6	—	—	—	1.0	—	2.0	—	.0074	.0081
XI	3	3	5	3.6	—	—	—	—	.0042	.0049

1. 熔鋼の磷迅速分析法 簡単な比色計を自製し、發色時の溫度を一定に保持して分析精度を高め、且 NaF を添加して、鐵鹽の着色を防止することに依り、低撈量まで定量可能な簡易迅速法が得られた。標準液には重クロム酸加里の色調を利用する。

2. クロムを含む特殊鋼のマンガン定量法 Cr の分離に ZnO の代りに NaHCO<sub>3</sub> 法を採用して、操作を簡単にすることに依り Cr 鋼の Mn 分析操作が容易となつた。

3. 鐵鋼中の銅定量法 Cu の定量に KCN 法を採用し、その時の分析値不同の原因を Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> を添加して完全に防止することにより、KI を殆ど使用しない分析法を確立し得た。

4. 鐵鋼中の窒素分析法 特殊鋼の窒素分析法に於て繁雜なる残渣處理を必要としない重クロム酸加里酸化—アルミニウム還元法を提唱した。

日本鐵鋼協會備附圖書一覽表 (故小田切氏寄贈にかゝるもの) (I)

番號 書 名 (合本の書名の一部分を示す)

1. British Standard Specification for Tests on Thin Metal Sheet and Strip.
2. T. A. S. M. 1934, Vol. 22.
3. Service Characteristics of the Light Metals and their Alloys.
4. Pressure Vessels for High Pressure Boilers (Land Type).
5. Freight Train Curve Resistance on a One-degree Curve and on a Three-degree Curve.
6. Certain Relations between Refractories Service, Insulation, and the Flow of Heat in the Open-Hearth Furnace.
7. Welding and Cutting, Nomenclature, Definitions and Symbols.
8. The Properties of Medium Carbon Steel with High Manganese Content.
9. The Physical Chemistry of Steel-Making: Deoxidation of Steel with Aluminum.
10. The Nickel Iron Copper System.

11. Electric Telperago.
12. Properties of Materials at High Temperature.
13. The Anodic Oxidation of Aluminum and its Alloys as a Protection against Corrosion.
14. The Effect of Phosphorus on the Resistance of Low-carbon Steel to Repeated Alternating Stresses.
15. The Use of Abrasive Wheels.
16. Embrittlement of Boiler Plate.
17. Demag News, 1928.
18. Industrial Profits in the Past 20 Years.
19. The Measurement of a Rapidly Fluctuating Flow of Gas.
20. The Causes of Failure of Wrought Iron Chains.
21. High Silicon Structural Steel.
22. The Influence of Tungsten on the Properties of Medium Carbon Steels containing Nickel and Chromium.
23. Recent Developments in Industrial Group Insurance.