

## 最近の鉄鋼分析法の進歩

宗 宮 尚 行\*

RECENT ADVANCES IN ANALYTICAL CHEMISTRY  
OF IRON AND STEEL

Takayuki Somiya

## Synopsis:

The 19th Sectional Committee (Steel) of the Japan Society for the Promotion of Scientific Research was formed in 1935 by Professor Kuniichi Tawara, and the Analysis Sub-Committee of it has been actively engaged in the study of methods of chemical analysis of iron and steel, endeavouring to standardizing them. In recent years a great amount of research work on the methods for the determination of gases and non-metallic inclusions in iron and steel, and on the very rapid analytical methods for use on the furnace stage have been undertaken and published in the papers of the Sub-Committee and the following books: K. Tawara, Tekko Kagaku Bunseki Zensho (Chemical Analysis of Iron and Steel), 1951; Japan Society for the Promotion of Scientific Research, Rapid Methods of Chemical Analysis of Iron and Steel, 4th ed., 1955.

Recent development in the following methods is also written: classical methods of chemical analysis, rationalization of analysis, standard methods and specification methods, electrochemical methods, spectrographic methods, metallurgical analysis (metallkundliche Analyse), gas analysis, application of radio-isotopes, and application of statistical methods.

## 緒 言

鉄、鋼、スラッグ、鉍石等に関する化学分析は日本学術振興会第19小委員会編纂、俄国一監修、鉄鋼化学分析全書(昭和26年刊行)によくまとめられ終戦後頃迄の進歩を知るに最も便利である。なお独乙における1939~46頃の業績はFIAT Review of German Science Bd. 29に、また各国に亘つての研究はAnalytical Chemistry 1949年以降2月号に記載せられている。前記第19小委員会(鋼材)は昭和9年12月設立せられ、その第1分科会(分析)は鉄鋼化学分析について研究し、まず鉄鋼中に含有せらるるガス分析や非金属介在物等の分析等を研究しこれが標準方法を決定し、また各種成分の分析法を審議している。殊に鉄鋼中の諸成分の迅速定量法についてはよく調査研究をしてきた。この分析分科会は我国鉄鋼分析研究の中心をなし、昨年末迄に提出せられた研究報告は2300余の多きに達し、鉄・鋼・鋼滓・原料の分析からガス分析・比色分析・分光分析・ポーログラフ分析などの機器分析、さらに試料採取調製法まで含まれている。

製鉄製鋼の研究、原材料、製品、廃品等の品質決定、製造工程の管理調節等に用いられてきた分析や試験は、

その歴史が古く鉄冶金の発達とともに発達し、たゆまず全領域の科学や技術からその進歩発達をよく取り入れ製鉄製鋼の中核的役割を演じてきたのみならず、また最も進歩しているため、他工業に対しても指導的役割をしてきた。従前は鉄鋼分析において化学的分析方法が殆んど唯一のものとして分析の根幹をなし化学の諸原理や反応を巧に利用し、技術や操作の改善を重ね、さらに分析室の機構、組織や分析作業全般に亘る合理化をはかり、まことに驚嘆すべき発達をしてきたのである。然るに工業が高度に進み、処理はますます緻密になり、また規模は著しく拡大して、従来の化学分析のみでは解決できぬ状態となつてきた。処が茲数10年来、基礎的科学や技術の目覚ましい発達にともない新しい物理的方法・物理化学的方法・化学的方法が研究せられ、各種の機器的化学分析方法が生まれ、さらに最近長足の進歩をなしつつある電子工学・その他の工学技術を取り入れ、自動式や記録式装置が生れるなど画期的な変革をなしつつある。かくして鉄鋼の化学分析は純化学的分析方面の発達に加うるに各種の機器的分析方面の発達によつてますます合理化せられ迅速に鋭敏になり新しい時代の要求に答へつつある。

従来の湿式を主とした所謂クラシカルな方法は化学の諸原理に基き、各種の化学反応や操作を巧に利用し組合せた化学的内容の最も豊かな方法であり、また電位滴定・

\* 東京大学教授 工博

ポーラログラフ・比色等の物理化学方法は従来の化学的方法における終点決定等の一部に新しき装置・方法を取り入れ、その主要な部分は変らぬものである。これに対してX線分析は予備操作に化学操作を用うる事あるも純物理的方法であり、また質量分析・発光分光分析・中性子照射による放射活性分析等も純物理的方法でいずれも新しい化学分析の部門である。

これら機器分析法の進歩は化学分析の進歩に俟たねばならぬ。またそれぞれ独特の特徴を有し、応用範囲が限られ利用に当つて厳しい条件や限界があつて、一般に考えられている程これによつて化学分析がいつでも簡易になり、容易に迅速に正確な結果が得られるとは限らないのである。機器的分析はその特質から工場の現場分析として時間と人間を非常に節約しうるので工場の管理調節に大いに貢献しているのが現状である。

### 化学的分析法

昔から最も広く行われてきた湿式化学分析においては依然として引続き基礎並びに応用方面ともに地味な研究がたゆまず行われてきた。新示指薬の利用、有機試薬の応用、新しい分離法などその数例である。

この化学分析法は最も確実な方法として成分組成の研究決定にあたり、最も重要な役割をしている。例えば標準分析法・規格分析法には化学分析の重量分析法・容量分析法が主要な位置を占めているし、また標準試料の組成決定も勿論化学分析法によつている。さらに各種機器分析法もその精度は化学分析の精度に依存しているのである。

### 化学分析の迅速化・合理化

ここ数 10 年来分析室、殊に現場の実験室においては分析件数が年と共に増加し、日々数百から数千成分に達した。これらの検定を手際よくさばいて、製造工程の管理に、また工場の経営に能率を上げるため、分析技術の改善、分析作業の短縮や合理化が、まず研究せられた。天秤の如きもその振動をダンパーでおさえ、分銅を外より自動的に乗せ、細かい処は光学的あるいは電氣的に秤量するなど迅速化をはかり、また実験に遠心分離・分配分離・クロマトグラフィ・イオン交換樹脂分離・自動式の滴定、結果の算出にグラフ・ノモグラフ・計算器を利用し、また実験の計画に或いは、その結果の表示に推計学を応用して化学分析において従来最も欠けている点を補うなどその面目をあらためつつある。

我国における迅速分析法は戦時中より日本学術振興会

の製鋼委員会の分析分科会にて総合的に研究が始められ審議の結果決定せられた迅速分析法は次表(鉄および鋼迅速分析法および試験法、第4改版)の如く、鉄・鋼・フェロアロイ・鋼滓・原料に亘り約130方法におよんでいる。迅速分析法は迅速に経済的に行いえられることが必要であり、工場においては生産に直結し、その指針を与え作業能率に重大な関係があり工場の利益を増大し、その実験室は工場の心臓に相当する重要さがあり、また研究せんとすれば、装置操作が簡単で如何なる処でも容易に実験し得られて、我が戦後の国情に最も適したため、各所で盛んに研究せられたのである。いずれの方法も例えば鋼中のC・Si・Mn・P・S・Cu・Ni・Cr・Mo・V・As・Sn・N等大部分の元素は4~15分で分析しえられる如く極めて迅速であつて、我国各工場において採用せられ、大いに貢献している。

### 標準分析法・規格分析法

工業の進展につれて、いづれの工業もそれぞれ適当な機関を設け規格や標準を制定し、つぎに分析試験法を制定して規格に合格するや否やをみるのである。これらにまず先鞭をつけたのは製鉄工業であつて、最も古く逐年ますます隆盛になり、最近では国際的に討論せられている状況である。というのも鉄鋼が国際的製品であり、その分析法や結果の取扱い方を国際的に協同研究し、さらに進んで協定することが望ましいからである。これらの方法は時間を多少要しても正確をのぞむもので操作はますます細に入り微に入り曖昧な点のないよう実験条件や操作を規定し、分析者が忠実に実験すれば相互に比較しうる結果がえられるのである。我国においては工業規格統一調査会が大正10年政府に設けられ戦後日本標準調査会となり、我国における日本規格を審議している。戦前制定せられた鉄鋼分析方法は前記鉄鋼分析全書に記載せられているので戦後改訂せられた方法を別表に示した。

### 標準試料・標準物質

化学分析法が標準化され規格化せられて簡易にかつ精度よくなるにつれて、標準試料が必要になり、まず鉄鋼関係の標準試料が米国において作製せられ、ついで英独その他の国がこれに見習い、我国では日本標準規格分析方法に関連して、昭和の始め頃から八幡製鉄技術研究所で化学分析用の鉄・鋼・合金鉄・鉍石等の標準試料が調製せられ、各所における分析結果表が付き、日本鉄鋼協会より販売しているが、敗戦の影響もあつて試料の種類も米英に比して遙かに少い〔池上卓穂、日本金属学会誌

17, A-174, (1953)]. 標準試料は工場における作業分析を迅速に正確に経済的に流して行く上に必要であるばかりでなく新しい方法や操作の研究や試験にも用い、あるいは標準試料の分析値を標準として実際分析で得た値を補正する事もある。また機器分析法は試料の物理的性質を測定し含有量を求めるのであるから標準試料を用い両者の関係を予め知りおく必要があつて、標準試料はなくてはならぬものである。このような立場から分光分析用標準試料・比色分析用標準試料などが次第に製造せられるようになった。分光分析その他の分析で高純度の金属元素や化合物が定性実験における比較の標準に、また定量実験における成分含量既知の標準混合物の調製に必要なために高純度の標準物質が英米において多種類調製販売せられ年と共に、その種類が増加し殆んど総ての重要元素を網羅し、その純度は向上し、99.999%の程度の金属も少くない。

### 電気的方法

この部門は真空管の応用によつて著しく発達した。電位滴定を自動化して、自動的に終点が求められるようにし、電解中における電極電位を数 mV 以内に自動的に一定に保つて主成分を電解分離し微量成分を溶液中に残し試薬によらざる両者の分離に成功し、真空管電位計とガラス電極との組合せにより水素イオン濃度が容易に正確に測定できるようになり、至る所に利用せられ大いに貢献をしている。またピュレットからの標準液量に相当するものを電解にて作り終点を電気的方法で判定し、それ迄に要した試薬の量を電流×時間にて求める電量滴定は注目すべき新しい研究であつて、分析では微量炭素の定量に應用せられている。またポーログラフ法は無機有機化合物の微量分析に広く利用せられているが、鉄鋼方面においては主成分の鉄による妨害を除くことが、まだできぬため広く用いられておらぬが Cu・Ni・Cr 等の分析法が学振委員会で審議せられた。

### 光学的的方法

比色分析法は化学の歴史と共に古く優秀な微量分析法として親しみのあつたものであるが、最近光フィルタ・絞り・光楔等を使用した比色計・光度計の出現で一段と進歩し、さらに光電池・光電管の応用で測定が容易になり精度が向上し、測定範囲が広くなり、かつ装置が比較的安価であるため広く實用せられている。さらにモノクロメータや特殊光電管を備えた分光光度計の考案により、さらに向上し感度はしばしば発光分光分析を凌ぎ、また

誤差も含有量の 0.1% の桁にとまるという研究もあり、主成分の定量も可能にならんとしている。かくして比色分析法は最も迅速で正確な方法になるのも遠い事ではない。既に鉄鋼の Si・Mn・P・Ni・Cr・Mo・Co・Ti・Sn 等の分析法が定められ将来益々増加する傾向にある。また焰色反応は古くから定性に用いられてきたものであるが最近ではガス焰着色の程度を光度計で測定し、アルカリその他の金属の定量を行う焰光光度法による方法が實用せられている。

### 発光分光分析

本法は感度が高い優秀な定性分析法として長い歴史を有しているが、最近長足の進歩をなし戦前迄は想像もできなかつた高性能の装置が考案され迅速さにおいて自動記録、あるいは直読定量分光装置が製作せられ、鋭敏精密さにおいては極めて精巧なグレーテング・スペクトログラフが製作せられている。従来化学分析のみによつて行へた定性定量分析もつきつきと可能になり、また従来化学分析では不可能であつた同位元素の測定や微量元素例えば耐熱鋼中の 10<sup>-4</sup>% 程度に存する Nb, Ta 等の稀元素の定量、鉍石中の微量有害元素の定量も一層容易となるなどいろいろ優れた点が現われてきたので分光分析が従来の化学分析に切り換えられるのも遠い将来ではないと信ずる気の早い人もでてくる状況である。分光分析における著しい進歩はスペクトル線の発生方法・分光器の分散度、その他の諸性能の向上、光電管による線強度の測定等である。発光が数倍強力となると同時に放電条件を弧光から閃光に連続的に変えられ、かつ再現性も著しくよくなり一段と進歩した。然し如何なる刺激を与えて発光させるかは定量分析においては重要な点であつてますます研究せられて行く事であろう。光電管の応用については、光電子逓倍管でスリットを通つたスペクトル線を受け、その強さに比例してえられる光電流を増巾して自動的に記録するか、あるいはメータ目盛にて含有百分率を直読するのである。試料の発光状態が各瞬間で異なるから発光時間中の電流を積分蓄積し、また同時に試料中の濃度一定の元素のスペクトル線に対し、相対値を求めるなど誤差を消すに幾多の苦心がしてある。かくの如くしてスペクトルの写真撮影法の欠点を避け著しく迅速化し作業分析用として比類なき装置となつた。商品名カントメータは光電管 61 個を備え、試料取付後 1 回放電を行わせ光電管 35 個分の元素の百分率が 10~15 分間に順次記録せられる程の迅速さをもつている。従つて製錬加工等の大工場において含有成分近値の同一種類の

試料を毎日数百個、数千成分を分析するに最も迅速な作業分析法といっているのである。我国は数台のカントメータが輸入せられ目下調製試験中である。然しながら従来より広く採用せられている中型および大型石英プリズム分光器による分析も写真乾板に撮影してから、これを現像・水洗・乾燥・線強度測定・含有率算出に至る迄の装置や操作を著しく改善し1試料中の3成分の分析を試料電極をスタンドに取付けてから約9分間、また20試料3成分の場合は約45分間で定量結果を報告しうる迄に迅速化し、工場における作業分析に威力を発揮しているのである。現在これらの分光器により専ら鋼および低合金鋼中の Si・Mn・Cu・Ni・Cr・Mo・V・Al・Co・W・Ti 等の分析や微量元素の分析が行われている。分光分析では C・S・P 等の重要成分の定量など未解決の問題が多く、また銑鉄・鋼滓・耐火物・鉍石等の分析については、目下各所において研究せられている現状である。分光分析はさらに新しい学問技術を取入れ今後の研究により次第に完成せられて行く事であろう。分光分析の大きな欠点は装置殊に高性能のものは高価である事。またよく整備せられた大実験室に設置せられ保管が行き届いて、はじめて有効に活用せられることである。

### 金属学的分析

この分析方法が最近注意を惹いているので名称の問題は別として茲に述べる事にする。今世紀の始め頃までは化学分析が製鋼研究の基礎をなしていたため鉄鋼分析方法は非常な進歩を促され両者は唇齒輔車の関係をもつて発達した。次いで顕微鏡試験<sup>3</sup>、金相学的試験に加わるに X線試験・熱分析・機械的試験等の物理的方法による鋼研究が著しく発達し、さらに微量化学・電気化学の発達、放射化学の出現、電子顕微鏡の進歩は鋼研究において化学分析に新しい広い領域の使命を与え鋼を構成している各種の相や介在物の組成を明確にし、溶解・熱処理の際における化学変化の究明に、ひいては優良鋼材の製造に貢献せんとしている。この新しい分野の金属学的分析は将来各種分析法、試験法の総合的応用によりますます発展して行くであろう。

鉄鋼中に含まるる非金属介在物や酸素・水素・窒素等のガスの量およびその形態或いはまた、その生ずる原因を究明する事は最近ますます重要になってきたが大変複雑な困難な問題であつて、前記の如く種々な分析方法、試験方法を用いて始めて解決せられるのである。金属にどれ程のガスが溶解しているか、どれ程のガスが金属性介在物中に存在しているか、また酸素の場合ならどれ程

の酸素が酸化物状介在物の形で存するか、さらにそれが如何なる元素と化合して如何なる形状で存在するかなどの研究は脱酸作用の研究や機械的性質に関連し鋼の研究に必要な事であつて、丁度各種炭化物の場合と同様である。今迄非金属介在物の定量に種々提案があつたが満足なものはなく学振の電解分離法もまた同様のうらみがある。Klinger u. Koch (Beiträge zur Metallkundlichen Analyse.) の方法が優れていると思われるが、これにも依然として化学的にまた技術的に困難な問題が残されている。この方法は第一段階として特殊な構造の電解槽でクエン酸ナトリウム、臭化カリウム、沃化カリウムの混合液を用いて電解し、非金属介在物の酸化物、硫化物、窒化物および炭化物(一部)をまず分離し、つぎに塩素を作用させて生成した塩化物を揮散させ、さらに炭素を燃焼除去して酸化物のみを残留させる。このようにして得た酸化物を顕微鏡や電子顕微鏡で識別分類し酸化物の形状や大きさと成分との関係を知る助けとし、分光分析で酸素と化合している金属元素を微量の試料で迅速に容易に定量するのである。微量化学分析は重要であるが必要に応じて行えばよいことになる。また X線分析も介在物の組成分析に役立つししばしば用いられている。X線装置は最近自動記録式ができて短時間に多数の分析ができるようになった。

### 酸素・水素・窒素分析

これ等のガス分析の研究は前記学振委員会分析分科会の最初の目的であつて設立以来これらの困難な分析法を研究し一応確定したのであるが最近再検討をはじめた。真空溶解法の如き複雑な方法は日本のみならず世界各国とも戦争のため足踏み状態であつたが、その後再び研究が行われ現在工場現場分析として使用している処も少くない。然し現在の処経費がかかり装置が破損しやすいことなど欠点があるので真空溶解法と迅速簡易な Hertzy 法による酸素定量法の比較検討など行われているときいている。また水素分析は真空加熱抽出法が各国とも確立しているが溶解法で時間の短縮をはかっている研究もある。窒素分析法については各国とも蒸留法を確立し迅速法としてはアンモニアを水蒸気蒸留により分析時間を短縮し 10 数分間で定量ができるようになり現在広く用いられ、ある工場では一人で 8 時間にトーマス鋼 60~70 試料の窒素を分析していると聞いている。ガス分析用試料採取については特に逃げやすい水素分析用試料を熔鋼より採取調製する方法については各国とも、それぞれ研究し実用に供している。

放射性同位元素の応用

放射性同位元素が分析研究に利用せられたのは約40年前であるが今日では殆んどすべての元素に対して人工的にえられるようになり、急に各方面に利用せられるようになった。放射性同位元素は画期的な研究手段を提供しているので実験室では、製鋼反応例えば脱硫脱酸反応、鋼の組織・拡散・腐蝕等の諸研究、分析方法の検討改善に利用せられているが、放射線による健康障害の問題が未解決であるため工場における工業的利用が阻害せられている感がある。分析の研究例えば炉前の迅速分析として平炉にP<sup>32</sup>を投入し均一に混合したるのち、最初の試料について普通の化学分析と放射能測定を行い、Pの含有量と放射能との関係を求めておき以後は単に放射能の測定のみで製鋼中のPの変化を知るという研究がある。また放射活性分析は核反応炉等で試料に中性子その他の粒子流を照射し試料中の成分元素を活性化し、生成した放射性元素の半減期、放射線の種類やそのエネルギーの量等を測定し、定性定量分析を行う純物理的方面であ

る。最近急に盛んになりつつある新しい分析法である。

統計学的方法の応用

我国では戦後米英について新しい統計学的方法の応用が盛んになり原材料・中間品・製品等の試料採取、試料の縮分、品質管理、実験結果の取扱に関する論文が急に増加した。従来経験が主になっていたこれ等の問題を新しい角度から解決せんとし、漸くその緒についた処である。我国の如く多量の原料を輸入している工業国にとつては特に重要であるが、極めて困難な問題で各所で研究が行われている。成果の挙るのも遠いことではないであろう。(池上卓穂、日本金属学会 17, A-204; 1953)

以上各種の分析法を挙げたが将来はますます新しい機器的方法が提案採用せられるであろう。従つてこれらを巧に使いこなし所期の目的を達するために施設を整備すると同時に一方では技術者の科学技術の水準を高め他方では良い組織を作り優秀な指導者の下に各分野の熟練した専門家達が計画的に緊密に協同作業をすることが困難な課題とはいえ将来ますます必要となるであろう。

日本工業規格 鉄鋼化学分析法

成分	分析法	許容差
C	重量法	± [0.005 + (0.02 × C %)]
Si	重量法	± [0.01 + (0.02 × C %)]
Mn	容量法	± [0.01 + (0.02 × Si %)]
P	容量法	± [0.005 + (0.02 × Si %)]
S	容量法	± [0.02 + (0.01 × Mn %)]
Cu	容量法	± [0.02 + (0.02 × Mn %)]
Ni	容量法	± [0.02 + (0.02 × Mn %)]
Cr	容量法	± [0.002 + (0.03 × P %)]
W	容量法	± [0.002 + (0.03 × S %)]
Co	容量法	± [0.002 + (0.03 × S %)]
Mo	容量法	± [0.002 + (0.03 × S %)]
V	容量法	± [0.01 + (0.02 × Cu %)]
Al	容量法	± [0.01 + (0.03 × Cu %)]
Ti	容量法	± [0.01 + (0.005 × Ni %)]
As	容量法	± [0.01 + (0.005 × Ni %)]
N	容量法	± [0.01 + (0.01 × Ni %)]
B	容量法	± [0.02 + (0.02 × Cr %)]
Pb	容量法	± [0.01 + (0.02 × Cr %)]
Sn	容量法	± [0.001 + (0.02 × Cr %)]
Mg	容量法	± [0.03 + (0.005 × W %)]
	容量法	± [0.02 + (0.01 × Co %)]
	容量法	± [0.02 + (0.01 × Mo %)]
	容量法	± [0.005 + (0.1 × Mo %)]
	容量法	± [0.02 + (0.01 × V %)]
	容量法	± [0.02 + (0.03 × Al %)]
	容量法	± [0.02 + (0.01 × Al %)]
	容量法	± [0.02 + (0.01 × Ti %)]
	容量法	± [0.003 + (0.05 × Ti %)]
	容量法	± [0.002 + (0.02 × As %)]
	容量法	—
	容量法	—
	容量法	—
	容量法	—

日本学術振興会 鉄 鋼 迅 速 分 析 法

(其の1) 鉄 鋼

成 分	分 析 法 式	分析所要時間(分)	備 考
C	燃 燒 容 量 法	7~10	
	硝 硫 酸 分 解 法	18	
Si	ケイ酸—遠心分離法	16~20	
	ケイフッ化カリウム—水酸化ナトリウム滴定法	23	
	塩化第一スズ還元—モリブデン青法	10~12	
	硫酸第一鉄還元—モリブデン青法	13~17	
Mn	過硫酸アンモニウム酸化—亜ヒ酸ナトリウム滴定法	15~20	鋼
	過硫酸アンモニウム酸化—亜硝酸ナトリウム滴定法	8~13	銑鉄
	二酸化マンガン分離—過硫酸アンモニウム酸化—亜ヒ酸ナトリウム滴定法	15~24	クロムを含まず
	過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	12~17	クロムを含む
P	リンモリブデン酸アンモニウム—遠心分離法	16~24	硫酸のみで分解する場合
	リンモリブデン酸アンモニウム—中和滴定法	21~34	混酸で分解する場合
S	リンバナドモリブデン酸アンモニウム法	9~13	
	硫酸バリウム—遠心分離法	8~9.5	
Cu	燃焼—中和滴定法	35~43	
	硫化水素分離—シアン化カリウム滴定法	14	
	フッ化アンモニウム添加—ヨウ素滴定法	10~12	
	フェリシアン化カリウム—シアン化カリウム滴定法	14	ジアン化カリウム滴定法
Al	ポラログラフ法	18	オキシム法
	オキシム沈デン—臭素定量法	12	鋼
Ni	シアン化カリウム滴定法	14~18	銑鉄
	亜硫酸ナトリウム添加—シアン化カリウム滴定法	13~15	
Cr	臭素—ジメチルグリオキシム法	18~26	
	ビリジン塩酸溶液法	32	
	過硫酸アンモニウム酸化—過マンガン酸カリウム滴定法	11~19	
	過マンガン酸カリウム酸化—過マンガン酸カリウム滴定法	10~14	
	過塩素酸酸化—過マンガン酸カリウム滴定法	9~11	
	硝酸銀添加—過マンガン酸カリウム酸化—過マンガン酸カリウム滴定法	20~30	
W	臭素酸カリウム酸化—過マンガン酸カリウム滴定法	11~14	
	ジフェニルカルバジット法	13~16	
Mo	過塩素酸酸化法	7.0~7.5	
	水酸化鉄分離—クロム酸法	20~25	
V	酸化タングステン分離—中和滴定法	12~13	
	ケイ素鋼添加—中和滴定法	12~15	
	硫シアン化カリウム—塩化第一スズ—エーテル抽出法	21~32	
	硫シアン化カリウム—塩化第一スズ法	19~25	
As	硫酸第一鉄アンモニウム還元—過マンガン酸カリウム滴定法	22~30	
	過マンガン酸カリウム酸化—硫酸第一鉄アンモニウム滴定法	40~45	
Ti	塩化第一スズ還元—ヨウ素滴定法	10~14	
	硫酸ヒドラジン還元—モリブデン青法	11~14	
	亜セレン酸分離—アマルガム還元法	51~70	
	リン酸塩分離—アマルガム還元法	10~14	
Sn	アンチモン還元—ヨウ素滴定法	84~94	
	カコテリン法	49~64	鋼
Mg	シアン化カリウム—オキシム分離—ヨウ素滴定法	74~94	Cr, Mo, V などの炭化物を含む鋼
	水酸化鉄分離—フェノールクロラミン法	79~96	塩酸および硫酸による試料分解困難な場合
N	水酸化鉄分離—ネスラー試薬法	15~17	
	ハ—テ—イ法	84~121	
O	ハ—テ—イ法	161~166	
	火花発光・中型石英分光写真器を用いる方法	20~31	
Si, Mn, Cu, Ni, Cr	分光分析法	27~39	
		14.0~22.0	
		—	炭素鋼

## (其の2) フェロアロイ

成分	分 析 法 式	分析所要 時間(分)	備 考
Si	重量法	硫酸脱水法	33~40
	容量法	ケイフッ化カリウム—水酸化ナトリウム滴定法	43~51
Mn	容量法	過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	14~21
Mn	フェロマンガン		
	容量法 第1法	過硫酸アンモニウム酸化—亜ヒ酸ナトリウム滴定法	22~27
	容重量 第2法	二酸化マンガン分離—硫酸第一鉄—過マンガン酸カリウム滴定法	13~17
	容量法 第3法	リン酸—過塩素酸酸化法	17~22
	容量法 第4法	過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	16~17
Si	重量法	硫酸脱水法	18
	容量法	ケイフッ化カリウム—水酸化ナトリウム滴定法	48~61
P	遠心分離法	リンモリブデン酸アンモニウム法	10~13*5
Si	シリコマンガ		
	重量法	硫酸脱水法	33~40
Mn	容量法 第1法	ケイフッ化カリウム—水酸化ナトリウム滴定法	43~51
	容量法 第2法	二酸化マンガン分離—硫酸第一鉄—過マンガン酸カリウム滴定法	13~18
Cr	容量法 第2法	過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	21~22
	フェロクロム		
	容量法 第1法	リン酸分解—過硫酸アンモニウム酸化—過マンガン酸カリウム滴定法	21~21*5
	容量法 第2法	溶 融 法	46~52
	容量法 第3法	臭素酸カリウム酸化法	20~25
Si	重量法	硫酸脱水法	45
	容量法	ケイフッ化カリウム—水酸化ナトリウム滴定法	48~61
Mn	容量法 第1法	過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	28~42
	容量法 第2法	過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	32~40
W	フェロタングステン		
	容量法	溶融分解—液状アマルガム還元—過マンガン酸カリウム滴定法	43~57
Mn	容量法	過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	14~21
Ti	フェロチタン		
	容量法	液状アマルガム還元—硫酸第二鉄滴定法	59~78
Mn	容量法	過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	14~21
Al	容量法	リン酸塩分離—オキシシ容量法	47~54
Mo	フェロモリブデン		
	容量法	液状アマルガム還元—過マンガン酸カリウム滴定法	37~49
Mn	容量法	過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	14~21
V	フェロバナジウム		
	容量法 第1法	硫酸第一鉄アンモニウム滴定法	11
	容量法 第2法	過マンガン酸カリウム滴定法	8~10
Mn	容量法	過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	14~21
P	フェロホスホル		
	容量法	硫酸分解—リンモリブデン酸アンモニウム—中和滴定法	70~80
Mn	容量法	過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	14~21

低炭素フェロクロム  
高炭素フェロクロム

(其の3) 鋼 滓

成 分	分 析 法 式	分析所要時間(分)	備 考
<b>塩基性鋼滓</b>			
T.Fe	容量法 塩化第一スズ還元—過マンガン酸カリウム滴定法	11	
FeO	容量法 過マンガン酸カリウム滴定法	8~11	
SiO <sub>2</sub>	重量法 過塩素酸分解—ゼラチン添加法	23 30	フッ化物を含まないとき フッ化物を含むとき
MnO	容量法 過硫酸アンモニウム酸化—亜ヒ酸ナトリウム滴定法	8~11	
P	遠心分離法 リンモリブデン酸アンモニウム法	11	
S	遠心分離法 硫酸バリウム法	7~10	
CaO	容量法 第1法 過マンガン酸カリウム滴定法 容量法 第2法 酢酸アンモニウム使用—過マンガン酸カリウム滴定法	13 8 9~10	酸化マンガン 10% 未滴 酸化マンガン 10% 以上
MgO	容量法 リン酸マグネシウムアンモニウム—塩酸滴定法	41	
CaF <sub>2</sub>	容量法 酢酸分解—過マンガン酸カリウム滴定法	48~60	
Carbid	ガス容量法	—	
<b>酸性鋼滓</b>			
FeO	容量法 第1法 塩化第一スズ還元—重クロム酸カリウム滴定法 容量法 第2法 過マンガン酸カリウム滴定法	12 6~7	
SiO <sub>2</sub>	重量法 第1法 溶融—ゼラチン添加—フッ化水素酸処理法 重量法 第2法 溶融—過塩素酸法 容量法 ケイフッ化カリウム—水酸化ナトリウム滴定法	38 37~47 21	
MnO	容量法 第1法 過硫酸アンモニウム酸化—亜ヒ酸ナトリウム滴定法 容量法 第2法 硫酸バナジル滴定法	14 9~12	
CaO	容量法 フッ化水素酸分解—過マンガン酸カリウム滴定法	18	

(其の4) 製鉄, 製鋼原料

成 分	分 析 法 式	分析所要時間(分)	備 考
<b>原 鉄</b>			
T.Fe	容量法 塩化第一スズ還元—過マンガン酸カリウム滴定法	11~16	
Fe	容量法 塩化第二水銀—過マンガン酸カリウム滴定法	26.5	
<b>鉄 鉱 石</b>			
T.Fe	容量法 リン酸分解—過マンガン酸カリウム滴定法	11~50	
Mn	容量法 過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	12~22	
<b>マンガン鉱石</b>			
Mn	容量法 過硫酸アンモニウム酸化—修酸ナトリウム滴定法	18~23	
<b>燃 料</b>			
S	燃焼容量法 燃焼—水酸化ナトリウム滴定法	20 21~24	石 炭 重 油

(其の5) 非金属介在物, ガス分析

成 分	分 析 法 式	成 分	分 析 法 式
非金属介在物	温硝酸溶解法 温硫酸溶解法 電解法 (炭素鋼) 電解法 (鑄鉄および銑鉄) 塩素法 ヨウ素アルコール法	酸 素 窒 素 水 素	水素還元—重量法 真空熔融法 アンモニア蒸溜—中和滴定法 真空加熱抽出法