

新 版

鉄鋼化学分析全書

第 4 卷

宗宮尚行等編集

75,251
306
=4

日本學術振興會製鋼第19委員會編

新 版

鉄鋼化学分析全書

第 4 卷

炭 素 ケイ素 マンガン

リ ン イオウ

日刊工業新聞社

新版 鉄鋼化学分析全書 4

869-1963

昭和 38 年 7 月 30 日 発 行

○ 編 者 日 本 学 術 振 興 会
製 鋼 第 19 委 員 会
発 行 者 増 田 顯 邦
印 刷 所 新 日 本 印 刷 株 式 有 限 公 司
東京都新宿区市ヶ谷本村町 27

発 行 所 日 刊 工 業 新 聞 社
東京都千代田区飯田町 1 の 1
電話 東京 (301) 3111 (大代表)
振 替 口 座 東京 186076

風丁・落丁本はおとりかえいたします。

製本・三和製本所

2K 177/24 文
序

(2K 577/31)

現在の日本学術振興会製鋼第19委員会が、故倭国一博士によって創立されたのが昭和9年10月のことであるから、この委員会は誕生後すでに約29年の齢を重ねたことになる。その間研究成果をまとめて公表した刊行書の数には38の多きに達しているのであるが、そのうち鉄鋼化学分析に関する刊行書は15である。これらはいずれも現在の製鋼第19委員会が創立された時を同じくしてその下部組織として設置された鉄鋼化学分析関係の第1分科会のたゆまざるご努力の賜である。昭和26年7月と同27年3月に出版された「鉄鋼化学分析全書 上巻、下巻」はその白眉ともいふべきものである。

この書は第1分科会が出版当時までにあげた研究成果を根幹として、これに一般化学分析、とくに鉄鋼化学分析に関するあらゆる知見が加えられて編さんされたものであって、これがわが国における鉄鋼化学分析者のみならず、広く一般化学分析者の座右の書として重宝がられ、引いてはわが国の鉄鋼工業に貢献したところがすこぶる大なるものがあつたのである。

ところが化学分析法も他の科学の例にもれず日進月歩の勢で進歩する。その速度は近年とみに著しいものがある。

そこで同分科会は、昭和32年その後の研究成果を網らした「鉄鋼迅速分析法（解説付）」を刊行して斯界の要望にこたえたのであるが、今回さらに前記「鉄鋼化学分析全書 上巻、下巻」の改訂を企て、その発刊の運びになったことは欣快にたえない次第である。

この新版は10分冊に分けられ、総ページ数約3000ページのぼう大なものであって、製鋼第19委員会が発足して以来今日にいたる、約29年間にわたる第1分科会の研究業績の蓄積であり、その内容の充実、豊富な点において他に類がないといってよく世界に誇るに足るものである。本書が完成した暁には必

らずや初版と同様に鉄鋼の現場作業に、またその研究に欠くべからざる指導書として用いられ、わが国鉄鋼工業の将来の発展に大いに役立つであろうことを信じて疑わない。

最後に今回の改版はいうまでもなく第1分科会主査、東京大学名誉教授宗宮尚行博士と同分科会幹事、前東京大学教授平野四蔵博士とを中心として、同分科会委員各位のご協力により遂行されたものであって、関係各位のご努力とご労苦に対し満腔の敬意を表するとともに、これによってわが製鋼第19委員会が着々としてその使命を達成しつつある証拠を如実に示していただいたことに対し衷心からお礼を申し上げる次第である。

1963 年 6 月

日本学術振興会製鋼第19委員会

委員長 沢 村 宏

25670

目 次

27. 炭 素

27.1	定 量 法 概 説	2
27.2	重 量 法	2
27.3	容 量 法	11
27.4	中 和 滴 定 法	21
27.5	凝 縮 気 化 法	27
27.6	コンダクタンス法	36
27.7	遊 離 炭 素	41
27.8	化 合 炭 素	44
27.9	フェロアロイ	44
27.9.1	フェロマンガン	44
27.9.2	フェロクロム	45
27.9.3	フェロシリコン	45
27.9.4	シリコンマンガン	45
27.9.5	スピーゲル	45
27.9.6	フェロタングステン	46
27.9.7	フェロモリブデン	46
27.9.8	フェロバナジウム	46
27.9.9	フェロチタン	46
27.9.10	金属マンガン	46
27.9.11	金属シリコン	46
27.9.12	金属クロム	46
27.9.13	カルシウムシリコン	46
27.9.14	シリコクロム	47
27.9.15	フェロニッケル	47
27.10	その他の方法	47
27.10.1	発光分光分析による方法	47
27.10.2	比 色 法	48

27.10.3	カーボメータによる方法	48
27.10.4	吸光光度法	48
27.10.5	クーロメトリーによる方法	49
27.10.6	その他の方法	50

参 考 文 献	51
---------	----

28. ケ イ 素

28.1	定量法概説	55
28.2	標準法	57
28.2.1	鋼および鉄鉄	57
28.2.2	合金鋼	59
28.2.3	フェロアロイ	59
28.3	迅速法	65
28.3.1	鋼および鉄鉄	65
28.3.2	合金鋼	68
28.3.3	フェロアロイ	69
28.4	分光分析法	71
28.4.1	鋼および鉄鉄中のケイ素の発光分光分析法	71
28.4.2	鋼および鉄鉄中のケイ素の蛍光X線分光分析法	74

参 考 文 献	75
---------	----

29. マ ン ガ ン

29.1	分析方法概説	79
29.1.1	試料の分解方法	80
29.1.2	妨害元素の分離方法	81
29.1.3	定量法	81
29.2	日本工業規格法	82
29.2.1	ソウ鉛酸ナトリウム酸化容量法	82
29.2.2	過硫酸アンモニウム酸化容量法	93

29.2.3	吸光光度法	101
29.2.4	過マンガン酸カリウム直接滴定法	107
29.3	迅速法	109
29.3.1	過硫酸アンモニウム一亜ヒ酸ナトリウム滴定法(容量法第1法)	109
29.3.2	過硫酸アンモニウム一亜ヒ酸一亜硝酸ナトリウム滴定法 (容量法第2法)	113
29.3.3	二酸化マンガン分離—過硫酸アンモニウム酸化—亜ヒ酸ナトリウム法(容量法第3法)	116
29.3.4	過硫酸アンモニウム酸化—シュウ酸ナトリウム滴定法 (容量法第4法)	118
29.3.5	リン酸—過塩素酸酸化法	126
29.3.6	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	128
29.3.7	過塩素酸—過硫酸アンモニウム酸化法	129
29.3.8	TPC-EDTA 容量法	131
29.3.9	マンガン, クロム同時定量法	133
29.4	その他の方法	134
29.4.1	Volhard 法	134
29.4.2	Lingane-Karplus 法	136
29.4.3	過ヨウ素酸法	138
29.4.4	過硫酸アンモニウム酸化—硫酸第一鉄アンモニウム—重クロム酸カリウム逆滴定法	140
29.4.5	硫酸第一鉄—過マンガン酸カリウム滴定法	144
29.4.6	硫酸バナジル滴定法	145
	参考文献	145

30. リ ン

30.1	標準法	151
30.1.1	モリブデン酸アンモニウム分離容量法	152
30.1.2	硫酸ヒドラジン還元モリブデン青吸光光度法	174

30.2	迅速法	184
30.2.1	比濁法	184
30.2.2	測嵩法	186
30.2.3	比色法	187
30.2.4	吸光光度法	188
30.2.5	モリブデン酸アンモニウム分離容量法	207
30.3	その他の方法	211
30.3.1	マグネシア法	211
30.3.2	過マンガン酸カリウム間接滴定法	215
30.3.3	EDTA 滴定容量法	216
30.3.4	モリブデン酸鉛重量法	216
	参 考 文 献	218

31. イ オ ウ

31.1	定量法概説	233
31.1.1	重量法	234
31.1.2	燃焼法	243
31.1.3	発 生 法	254
31.1.4	その他の方法	265
	参 考 文 献	265

索 引

1.9892A

27. 炭 素

序

沢 村 宏

炭素は鉄鋼材料のなかに必ず含有される。製造するさいに自然に入るものまたとくに添加する場合もある。製鉄原料である鉄鉱石は、主として酸化鉄でこれから鉄を還元するためにコークス、木炭などの炭素を用いるので、鉄のなかにどうしても炭素が入ってくる。純鉄を作る場合は、特殊の製錬または電解を行なっている。

銑鉄および鑄鉄には炭素 2.0% 以上、鋼はそれ以下、そして純鉄は普通 0.03% 以下の炭素を含有するものである。鉄鋼の性質は、主としてこれら炭素含量の多少によりきまるもので、最も大切な元素である。鋼の強さ、堅さ、靱性などは鉄鋼中の炭素量によって著しい影響を受ける。炭素量が共析成分（炭素量 0.8%）までは鉄鋼の強さを上昇させるけれども、それ以上になると、遊離セメンタイトとして析出するため、抗張力はやや減じ堅くかつもろくなる。

炉内における溶銑または溶鋼中では、炭素は鉄に溶解しているが凝固すると炭素は種々の形態をとる。すなわち鉄と分離して黒鉛となって遊離し、他は鉄と結合して炭化鉄 Fe_3C いわゆるセメンタイトの形となる。この炭化鉄の存在状態が種々変化するため、その組織がそれぞれ変化しパーライト、ソルバイト、トルースタイト、ペーナイト、マルテンサイトまたはオーステナイトと称する組織ができる。

遊離黒鉛を含む鑄鉄またはまれに高炭素鋼では、試料の調製に当たり黒鉛が試片よりはない、または試料びんの底にたまるおそれがあるので、平均値をうるため留意しなければならない。また炭素は鋼材の局部に偏析することがあるため、試料採取のときは注意しなければならない。試料の形状は小塊なものが望ましく、大きさは 0.2~1.0mm くらいがよく、粉状のものまたは長目のものは好ましくない。

普通、鉄鋼およびフェロアロイなどの中に存在する炭素量を大略すれば、つぎのとおりである。

鉄	鉄	2.0~4.5 %	フェロマンガソ	<0.10~<7.5
可鍛鑄鉄	鉄	2.3~3.5 %	フェロシリコソ	<0.20~<1.3
一般構造用圧延鋼材		0.1~0.25%	フェロクロム	<0.03~<8.0
車軸	鋼	0.4~0.5 %	フェロタソグステソ	<0.60
バネ	鋼	0.5~1.0 %	スピーゲル	>3.5
工具	鋼	0.6~1.3 %	フェロモリブデン	<0.10~<6.0
肌焼	鋼	<0.20%	フェロバナジウム	<0.2
鍊	鉄	<0.20%	フェロチタン	<0.1 ~<8.0
純	鉄	<0.03%	フェロニッケル	<0.02~<3.0

フェロアロイの炭素含量は低炭素と高炭素の両者を示す。

27.1 定量法概説

細 田 薫

鉄鋼中の炭素分析法は、燃焼法、湿式法、比色法、カーボメータ法、放射化分析法、熱起電力法、分光分析法があげられる。これらのうち燃焼法が最も広く用いられている方法であって、試料を酸素気流中で燃焼させて含有炭素を炭酸ガスとして分離した後、適当な方法を用いてこの炭酸ガスの量を求めようとする方法である。

燃焼法は炭酸ガスの測定方法によって、水酸化ナトリウムなどの吸収剤に吸収させ、その重量の増加より定量する重量法、水酸化カリウムなどの吸収液に吸収させ、吸収前後の容積の差より炭酸ガス量を求める容量法、過剰の水酸化ナトリウムなどに吸収させ、その消費量を求める中和滴定法、同じく過剰の水酸化ナトリウム溶液に吸収させ、吸収前後の pH 変化を指示薬の着色程度の差より求める吸光光度法、液体酸素などを用いて炭酸ガスを冷却捕捉した後一定容積内に気化させて、その圧力を測定する凝縮気化法、水酸化バリウム溶液などに吸収させ、吸収前後のコンダクタソスの差より炭酸ガス量を求めるコンダクタソス比較法、吸収液の水酸イオン濃度の変化を利用したクーロソ滴定法に分けられる。微量炭素の定量にはこの内の中和滴定法、吸光光度法、凝縮気化法、コンダクタソス比較法、クーロソ滴定法が適している。燃焼法では試料の燃焼によって含有炭素が完全に炭酸ガスとしてとり出されることが基本的な条件であって、この点に十分注意して行なわなければならない。

以下主に JIS 法を述べるが、学振法とあまり変わらないものは表題に学振法とした。

27.2 重量法 (日本工業規格法、学振法)

本法は鉄鋼試料を酸素気流中で焼燃させ $C+O_2=CO_2$ として含有炭素を酸化して、炭酸ガ

スとし試料中の他元素より分離し、炭酸ガスはこれを適当な吸収剤に吸収させて重量の増加より含有炭素量を求めるものである。

試料の燃焼には従来から非金属発熱体を使って加熱する管状電気炉が用いられてきたが、数年前より高周波誘導加熱装置がこの目的のために用いられるようになった。この装置は容易に高温に達するので、炉体をあらかじめ加熱しておく必要がなく、いつでもただちに使用できるなど、工場分析に適した特長が多く専用の国産誘導加熱装置も市販されているので、現在ではその使用が次第に普及するようになった。この装置を用いるときは低炭素試料には助燃剤を必要としないが、その他の試料には助燃剤として酸化クロム、金属銅、金属スズ、純鉄、酸化ニッケルなどが用いられる。金属スズは徐々に温度をあげるのに役立ち、酸化クロムは初めに急激に温度をあげるのに効果がある。銅、スズは試料の上に置くとか添加剤が先に燃焼してしまうので試料と混合するとよい¹⁾。

またステンレス、耐熱鋼のような試料で突沸を起こしやすく、このため低値を与えるような試料では、酸素をしゃ断して2分間予熱することにより突沸を起こさずに熔融できる²⁾といわれており、学振法に採用されている。

銑鉄の場合には試料を少なくとるために助燃剤が必要で、JIS では純鉄、金属スズ、酸化クロムを試料と混和することになっているが、電解鉄をるつぼの底に置き、その上に試料を入れて燃焼させる方法も用いられている³⁾。また銑鉄などの高炭素試料で低値を与える原因は、燃焼によって炭素が完全に炭酸ガスになりきらないで、その一部が一酸化炭素のまま送り出されるからで、ガスの酸化剤として五酸化ヨウ素を用いることによって、発振器の出力、酸素の流量を相当広い範囲で変化させても、標準値と一致する分析値がえられる⁴⁾といわれている。

燃焼法では試料中の炭素が炭酸ガスとして完全に分離されることがこの方法の基本的条件であって、炭酸ガスの測定にどれほど精密な方法を用いても、試料の燃焼が不完全ならば正確な結果をうることはできないことになるので、この点には十分注意する必要がある。このために合金鋼などで単独では、完全燃焼しにくい試料に対しては適当な助燃剤を添加する。一般に完全燃焼の確認手段としては、燃焼後の試料が完全に融解状態になっていれば、完全に脱炭されたものとみなすことができる⁵⁾。

炭酸ガスの吸収剤としては、ソーダ石灰、ソーダ石綿または水酸化ナトリウムが用いられ

- 1) 家田 基、松井昭男：学振 19 委-4603.
- 2) 鈴木和郎、川村弘一：学振 19 委-5541.
- 3) 新見敬古、清水澄男、山崎静雄：学振 19 委-5214.
- 4) 穴沢尚男、岡 友美、根本 弘、古谷正一：学振 19 委-6493.
- 5) 三井三郎：金属誌, 7, 499 (1953).

る：アルカリ溶液を吸収剤とする方法は、取扱いが不便であるので、現在では使用されていない。

(1) 要 旨

試料を酸素气流中において強熱し、含有炭素を酸化して炭酸ガスとし、これを適当な吸収剤（ソーダ石灰、ソーダ石綿または水酸化ナトリウム）に吸収させ、重量の増加より炭素量を決定する。

(2) 装 置

装置の概要は、図 27.1 に示すように、酸素清浄装置、燃焼炉、ガス吸収装置からなっている。

(i) 酸素清浄装置 この装置は、ガスタンク (a)*にたくわえた酸素中に含有する炭酸ガスまたは有機性ガスなどを除去し、かつ酸素を清浄乾燥することを目的とするもので、クロム酸飽和硫酸（硫酸比重 1.82）を入れた洗びん (c)、ソーダ石灰、ソーダ石綿または固体水酸化ナトリウムをつめた管または塔 (d)、硫酸または活性アルミナを入れた洗びんまたは塔 (e) を順次連結する。

備 考

(1) 装置の接続には、ゴム管は炭酸ガスを吸収するおそれがあるので、ガラス管を用いてその両端を密接させ、ゴム管またはビニル管でこれを保持するようにする。

(2) 炭酸ガス吸収剤として水酸化ナトリウムを使用するときには、酸素清浄装置にも同じものを使用したほうがよい。

(3) クロム酸飽和硫酸は緑色になれば酸化力をそう失するから、更新する。

(4) 活性アルミナは酸素ガス清浄時に生成された水分を除くためのもので、乾燥剤としてその取扱いが便利で、水の吸収力も強い。なお、この活性アルミナは、米粒大の程度のものを用いるとよい。

(ii) 燃焼炉 燃焼炉は、管状電気炉(図 27.1)あるいは高周波誘導加熱装置(図 27.2)が用いられる。

管状電気炉は内径約 30mm で、その中央部において長さ約 150mm を一定温度に保つことが出来るものとする。電流を調節して温度を加減し、高温計により燃焼管真上の温度を測定するものとする。炉にはその両端が約 200mm を突き出しうる長さをもつ内径約 20~24

* ガス槽の役目は常に同一圧の酸素、したがって酸素の流通が非常に速に一定にできるという点にある。このことは日々分析を行なううえに非常に重要な事柄であり、ポンペ直結はわれわれの長年月の結果まったく不可である。これは一般に無視されがちであるがまず注意すべきである。

mm の磁器燃焼管 (f) をそう入する。また、その管中にそう入される磁器ボートの位置の後方に、約 50 mm にわたって白金石棉、パラジウム石棉または酸化鉄石棉を詰めるものとする。

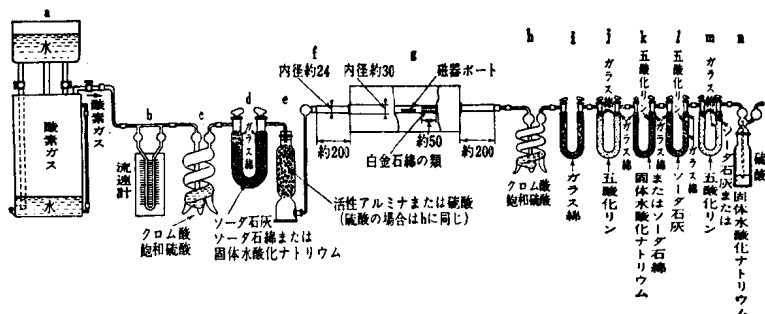


図 27.1 炭素定量装置 (重量法)
(単位 mm)

備 考

- (1) 測温は炉の中央、燃焼管の真上の位置で行なうのが、熱電対および保護管の寿命や燃焼管の取替えの都合上からも最適と思われる。この位置の温度は燃焼管内の温度と一般に 50°C 違っているから、この点の注意が必要である。
- (2) 燃焼管は操作上便利のように、炉の両端からそれぞれ約 200 mm つきだしうる長さをもつものがよく、なお念のため管両端のゴムせん部を水で湿した布で冷やすようにすると安全である。
- (3) 酸化触媒は、燃焼時に生成する一酸化炭素を炭酸ガスに酸化する役目を有し、この一酸化炭素の生成は燃焼温度が高いほど、また酸素が不足するほど大であり、燃焼条件によっては当然一酸化炭素の生成が考えられ、いかなる場合も一酸化炭素が生成しないとは断定できない。実験においても、白金石棉をクロム酸飽和硫酸とともに除いた場合は、 1300°C 以上になると明らかに低値を示した⁶⁾。

ただクロム酸飽和硫酸の酸化力さえ十分であれば、白金石棉がなくても定量値に影響しないが、酸化力が弱った場合などを考慮すれば、実際作業には酸化触媒を併用したほうが安全である。

高周波誘導加熱装置は外径約 30 mm、長さ約 200 mm の石英製堅型燃焼管と、その中央よりやや下方の外側に巻いた高さ約 40~50 mm、巻数 4~5 回の加熱コイルと、これに高周波電流を供給する高周波発振装置からなり、必要に応じて酸素流量計 (0~2000 ml/min)、タイムスイッチ (4~6 min) を付属させる。燃焼管の取替えが容易で、その両端は耐熱ゴムを介して気密に金属キャップを付け、上部のキャップは炭酸ガス定量装置に、下部のキャ

6) 細田 薫, 桐山静男: 学振 19 委-1645.

ブは同時に高周波炉用るつぼ台を兼ね、るつぼを燃焼管内に軽快確実に出し入れできるものとする。高周波炉用るつぼはるつぼ台を介して、キャップ台上にのせ下部のキャップを気密に保ったとき、るつぼは加熱コイルのほぼ中央にくるものとする。

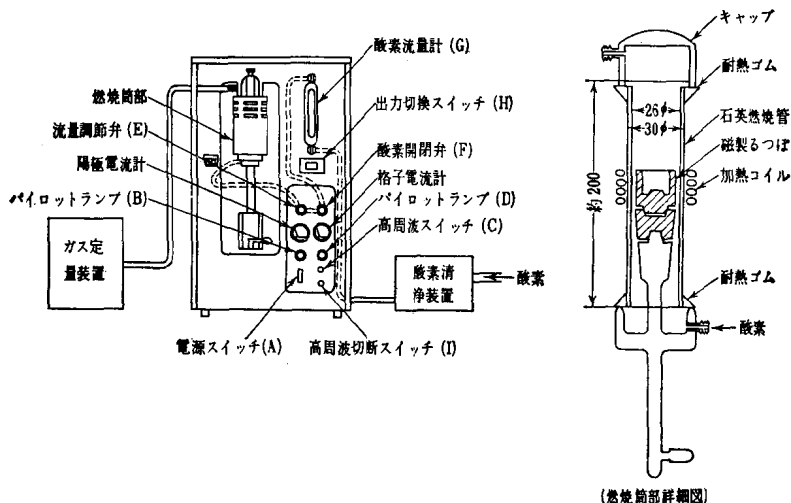


図 27.2 高周波誘導加熱炉の一例
(単位 mm)

備考

- (1) 鉄鋼中の炭素およびイオウの定量に本装置を使えば、従来の非金属発熱体を使った炉の場合に比べて分析時間が著るしく短縮でき、容易に高温に達することができ、また炉体をあらかじめ加熱しておく必要がなく、いつでもただちに使用できるなど工業分析に適した優れた特長が多く、専用の国産高周波誘導加熱装置も二、三市販されているので、現在ではその使用が次第に普及するようになった。
- (2) 高周波誘導加熱装置は、つぎのようにして試験するとよい。

炭素量既知の標準試料（鉄鉄、炭素鋼および合金鋼）を用い、重量法または容量法の備考の操作に従って炭素を定量し、同一試料について5回ずつの試験を繰り返し、その結果いずれも JIS G 1201 の参考に示された炭素定量の誤差範囲内で標準値と一致することが必要である。また、使用法に誤りがない限り連続使用にたえ、長時間故障を生じないことが必要である。

(iii) ガス吸収装置 燃焼炉から出たガスを吸収させるため、クロム酸飽和硫酸を入れた洗びん (h)、ガラス綿を詰めた管または塔 (i)、五酸化リンまたは過塩素酸マグネシウムを入れた管 (j) およびソーダ石灰、ソーダ石綿または水酸化ナトリウムを入れ、その後

に約 20mm の厚さに五酸化リンまたは過塩素酸マグネシウムを詰めた2コの炭酸ガス吸収管(k,l), つぎに五酸化リンまたは過塩素酸マグネシウムおよびソーダ石灰, ソーダ石棉または水酸化ナトリウムを詰めた管(m)および硫酸を入れた洗びん(n)を順次連結するものとする。

備 考

- (1) イオウ含量 0.1%以上の試料にあっては、クロム酸飽和硫酸を入れた洗びん(h)を2個連結するとよい。
- (2) 炭酸ガス吸収管には、ソーダ石灰の粗粒(約 3mm)と、細粒(約 1mm)とを交互に数層に入れ、ガラス綿または適当なものでこれを軽くおさえるとよい。
- (3) 炭酸ガス吸収管に水酸化ナトリウムを詰める場合は水酸化ナトリウムを破碎し、1000 μ (約 16 mesh)のふるいを通ったもの約 20gを詰め、つぎに少量のガラス綿をおき、さらに約 5gの五酸化リンまたは過塩素酸マグネシウムを詰めて軽くたたく程度がよい。
- (4) 水酸化ナトリウムを破碎するとき、かたい感じがするものには、炭酸ガス吸収能力の悪いものが多いから、このようなものはニッケルつばに入れて電気炉で約 400 $^{\circ}$ Cに加熱融解し、冷却後破碎して使用するとよい。

炭酸ガス吸収剤としての水酸化ナトリウムの吸収能力は、ソーダ石灰やソーダ石棉にまじり、その寿命もはるかに長い。炭酸ガス吸収能力は吸収管1本の吸収剤に対し、水酸化ナトリウム溶液では1g、ソーダ石灰では1~4g、ソーダ石棉では6~15g水酸化ナトリウム(固体)では9~20gの炭酸ガスを吸収するという⁷⁾。また炭酸ガスの平均吸収能力として、ソーダ石灰では10%、ソーダ石棉では15%、水酸化ナトリウム(固体)では20%で、なかでもソーダ石棉は時日の経過とともに吸収能力が低下し、1週間後には約50%になるといわれている。水酸化ナトリウムは、破碎時にかたい感じのするもの、あるいは水分のなくなっているものは吸収能力が悪いことがあるので、この場合は再生して使用する。ソーダ石灰などは炭酸ガスを吸収させてみなければ吸収の良否がわからないが、水酸化ナトリウムは上記のような判定法によって吸収の良否を判別しうる利点がある。

水酸化ナトリウムの粒度別吸収能力を調査した結果、1000 μ (16 mesh)以下の小粒がもっともよく、大粒は思わしくなかった⁷⁾。水酸化ナトリウムのかたい感じのするものは含有水分量および結晶形などの影響によるものと思われる。再融解は400 $^{\circ}$ Cが最適であり、それ以上600 $^{\circ}$ Cになると吸収能力は悪くなる。

水酸化ナトリウムを吸収剤として使用するときは通常U字管1コで十分であるが、炭素含量が5%以上の試料に対しては2コ連結したほうが安全である。しかしU字管の水酸化ナトリウム層の2/3以上が炭酸ガスを吸収して潮解した場合には、その部分を捨て新しいものと取り替える必要がある。

7) 桐山幹男, 荒川三千夫: 学振 19 委-2153.

- (5) ソーダ石綿の調製方法 水酸化ナトリウム 1kg を水 1l に溶解した溶液約 500ml につき、破碎した水酸化ナトリウム 1kg を加えて混和し、これに細裂した石綿を少しずつ加えてよく混和し、湿润状態をほとんど認めない程度にさせる。つぎにこれを 150~180°C で約 4 時間加熱して水分を除き、このさい加熱によって湿润状態を増したときには、ときどき石綿を加えて常に初めの状態を保たせる。つぎにこれを冷却した後、破碎し、目孔約 2mm のふるいでふるい分け、ふるいを通ったものを集めて密閉して貯蔵する。
- (6) ガス吸収装置におけるクロム酸飽和硫酸を入れた洗びんのつぎに、連結してあるガラス綿を詰めた管または塔 (i) は、つぎの五酸化リンまたは過塩素酸マグネシウムを入れた管 (j) に、クロム酸飽和硫酸からの無水クロム酸や燃焼時多量に発生する酸化鉄微粉の混入を除くために入れてある。
- (7) クロム酸飽和硫酸は一酸化炭素から炭酸ガスの酸化ならびに亜硫酸ガス、無水炭酸吸収の役目をもっているが、もしこれを長く使用すればその酸化力を失い、それを知らずにいる場合は一酸化炭素のため低値を示し、またイオウ含量の高い試料では、高値を示す危険性があるため常にその酸化力に注意し、更新の時期を誤らないように注意することが大切である。

(3) 管状電気炉を用いるときの操作

27.2 (2) の装置を連結し、燃焼管 (f) を熱し、その管内温度を 1200~1300°C にしてから、酸素を毎分約 200ml の割合で約 20 分間通じた後、炭酸ガス吸収管 (k, l) の重量をはかり、おのおのその変化を 0.0005g 未満にしなければならない。

つぎに管内温度を 1200~1300°C に保った燃焼管の中央部に試料を入れた磁器ボートをそいう入して、ただちに気密にせんをする。初めは毎分 200ml の割合で酸素を送入し、つぎに試料の燃焼が始まり燃焼が盛んになったときは、酸素送入量を増して燃焼管内の気圧をなるべく外気圧に近くする。燃焼が終われば酸素を毎分 300~400ml の割合で 10~15 分間送り、発生した炭酸ガスは、これを酸素とともに炭酸ガス吸収管 (k, l) に送り、完全に吸収させる。つぎに炭酸ガス吸収管 (k) の炉に近い一端から順にコックを全部密閉し、酸素の送入をとめ、管 (j) および管 (m) との連結をとぎ、炭酸ガス吸収管 (k, l) の重量をはかる。

炭素の含量をつぎの式によって算出する。

$$\text{炭素(\%)} = \frac{\text{炭酸ガス吸収管 (k, l) の増量 (g)} \times 0.2729}{\text{試料はかりとり量 (g)}} \times 100$$