お第 III 型の操作法は 4・3・4 を参照する。

ガスの一部は 3～5 回に 1 回試料瓶(K)にとり質量分析を行い、加熱管の作用を確かめた。第 III 型では、全ガス量の約 60% を (K) にとることができる。

6 考 察

高周波炉を用いる燃焼法の装置として、電気炉を用いたときの装置(第 I 型)は使用できないので、第 II、第 III 型を作り、良好な結果を得ることができた。第 II 型はガスの抽出、循環の速度がやや遅いが、この点を改良した第 III 型は、ガス抽出が速に行われ、常に試料が熔融している間に真空度が上り、分析所要時間を 30～60 分間に短縮できた。

窒素の定量方法に関して、加熱管の充填剤についてまだ検討の余地があるが、質量分析計を使わずに定量することができると思う。また圧力の測定は、性能のよい廻転型マクロード計を使う方が操作が簡単、迅速に行えてよいと思う。本法の定量精度は $\pm 1\sim 3\%$ である。

電解酸素は、試料瓶に採取したものを使用したが、電解槽を直接装置に接続し、準備の手数を省くようにすることが望ましい。ブランクの点でもその方が安全である。

るつばの脱ガス、試料交換がやや面倒であるが、試料を錫箔に包む方法を取り、1 個のるつばを 2 回使用することによって、この操作時間は 10～20 分間に短縮できた。

この装置は電気炉を用いる方法にも使用でき、有機化合物の窒素の定量にも使用できる。また炭素の定量も可能である。

終りに、終始懇切なる御指導をいただいた東京大学平野教授に厚く謝意を表します。

(昭和 33 年 4 月 6 日、日化第 11 年會に一部講演)

文 献

- 1) 土屋正彦：本誌，7，12 (1958)。
- 2) 土屋正彦：同上，7，17 (1958)。
- 3) C. F. Smith, G. L. Hockenyos: *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.*, 2, 36 (1930)。
- 4) E. R. Millen, R. M. Vredenburg: *Iron Age*, 170, 68 (July 27, 1950)。
- 5) D. I. Walter: *Anal. Chem.*, 22, 297 (1950)。
- 6) 小原猪一，石井 博，伊藤昭夫：真空，1，No. 2, 55 (1958)。
- 7) Kirsten: *Microchem.*, 40, 121 (1953)。

☆

Apparatus for the combustion method using a high frequency furnace. (Determination of nitrogen in metals by the combustion method. III.) Masahiko TSUCHIYA (Institute of Techno-Analytical Chemistry, Faculty of Engineering, University of Tokyo)

A high frequency furnace is a good apparatus for getting high temperature in a short time. The determination of nitrogen by the combustion method using a small high frequency furnace has been investigated. In this paper, the apparatus for this method and its operation are described.

Preliminary experiments were carried out using the same apparatus as described in the first report. It was found that it was necessary to use oxygen gas, and to extract the gases evolved by combustion as rapidly as possible, and to eliminate all of the gases except nitrogen.

The new apparatus (Fig. 2) is a modification of the vacuum fusion method. Heated copper filling was effective in eliminating oxygen, and the liquid oxygen trap condensed the water vapor and carbon dioxide completely.

Finally, the apparatus was improved with an excellent mercury diffusion pump (Fig. 4), and the nitrogen in metals was determined in about 30 minutes. This apparatus can be used for the former method as described in the first report, and to determine carbon, too.

(Received Apr. 8, 1959)

高周波燃焼法による窒素の定量*

土 屋 正 彦**

第 3 報に報告せる装置を使用し、窒素の定量法を研究した。種々の助燃剤について検討した結果、酸化銅がもっともよく、試料とよく混合して 50～200 mmHg の圧力で酸素を送入しつつ高周波加熱を行えば、試料は 1500～1800°C に達して充分燃焼熔融することがわかった。

この方法で鉄鋼，チタン，フェロアロイ，金属珪素などの窒素の定量を行い、良好な結果を得ることができた。なお、熔融残サの顕微鏡写真を撮り、試料の熔融状況を判断する一助として興味ある結果を得た。るつばが磁製のためにブランクが大きく、電気炉の場合に比較して分析値のバラツキが大きい、分析所要時間が短い点が優れている。本法は、ケルダール法で定量しがたい金属珪素や、残サ処理に時間のかかるフェロアロイのような試料の窒素定量法に適している。

* 燃焼法による金属中窒素の定量法の研究(第 4 報) ** 東京大学工学部工業分析化学教室：東京都文京区本富士町 1

1 緒 言

第3報に報告した装置りを使用して、燃焼法による(この方法を高周波燃焼法とよぶ)窒素の定量を行った。その実験条件および分析結果についてここに報告する。

2 ブ ラ ン ク

金属中に含まれる窒素は微量であるから、ブランクをなるべく小さくすることと、その値に測定することが必要である。

2.1 るつぽ

るつぽは磁製で、急熱急冷によっても破損しないという特色を有するが、porous なために比較的ブランクが大きく、また高周波加熱によっては発熱しないから、適当な発熱体を加えて、ブランクを求めねばならない。

発熱体としては、チタンもよく発熱するがこれは窒素との親和力が強いので、電解鉄(60~100 mesh, N < 0.001%)を用いることにした。

2.1.1 るつぽの脱ガス法 るつぽは、あらかじめ電気炉内で空焼きしてもブランクは小さくならず、つぎの方法がよいことがわかった。

電解鉄 0.5~1g をるつぽにとり、燃焼管内に set し、真空中で発振を行う。ただちにガス(主に CO_2 , H_2O)が発生し、青色の放電がるつぽの上方に発生する。この時発振管の陽極電流が流れすぎる場合には、発振管が破損するおそれがあるから発振をやめ、真空度が上ってからまた発振を始める。鉄の温度が上り紫紅色の放電(H_2)が出てのち真空度が上がってくると、るつぽ内は白く輝き鉄は熔融する。温度は 1600°C 前後と考えられる。約 2~4 分で真空度が上るから、発振をやめて放冷する。この時に発生するガスを質量分析した結果の一例を、Table I に示す。 N_2 の量は $0.009\sim 0.05\text{ ml}$ の範囲で不定であるから除去する必要がある。

すでに多くの研究者が報告²⁾しているように、 H_2 はるつぽなどに吸着している H_2O が鉄に還元されて生じ、 CO_2 および CO は、同じく吸着せる CO_2 よりくると、鉄中の炭素と酸化物の反応により生ずるものと考えられる。その他は大部分 H_2O で、少量の有機物を含み、定量できない。

Table I Composition of evolved gas (vol %)

N_2 (ml)	N_2	H_2	CO	CO_2	その他
0.026	0.8	39.6	14.4	15.1	31.1
0.042	1.9	33.6	27.3	18.9	18.3

2.1.2 るつぽのブランク

上記の方法で脱ガスしたるつぽを、酸素を送って試料と同じ操作で燃焼させ、発生せる窒素をるつぽのブランクとする。これは Table II に示すように $0.008\pm 0.002\text{ ml}$ で、るつぽ内部から出ると考えられる。

2.2 助燃剤のブランク

脱ガスしたるつぽに助燃剤を添加し、同様な操作で窒素の定量を行いブランクとする。なお操作法は第3報に記載したとおりである。種々の助燃剤のブランクを Table II に示す。

Table II Blank value of nitrogen from the fluxes

Flux (g)	N_2 (ml at N. T. P.)
0	0.008 ± 0.002 blank value from the crucible
Iron : 0.7	0.012
" : 0.7	0.012
" : 0.7	0.007
" : 1.0	0.009
" : 0.7+Sn film 1 sheet	0.011
" : 0.7+ " 4 "	0.011
" : 0.7+ " 4 "	0.008
	blank value from $\text{CuO}(0.5\text{g})$
Iron : 0 CuO : 0.5	0.017 0.009
" : 0.6 " : 0.5	0.020 0.010
" : 0.7 " : 0.6	0.020 0.008
" : 0.7 " : 1.0	0.033 0.012
" : 0.7 " : 2.0	0.031 0.005
Ti : 0.1 " : 0.6	0.022 0.010
" : 0.1 " : 0.6	0.020 0.008
	av. $0.008\pm 0.002\text{ s}$
Pb_3O_4 : 3.0~4.0 B_2O_3 : 0.7	0.020
Sn : 0.5 Cr_2O_3 : 0.05	0.019
Ni : 0.5	0.015

† Blank value from 0.7g of iron added after the crucible was evacuated.

Table II の錫箔というのは、厚さ 0.07 mm, $40\times 50\text{ mm}$ の大きさの箔で、試料を包むのに使用した。ガラスで包んだ鉄棒を磁石で動かし、この包をるつぽ内に落とし、排気時間を短縮する。脱ガスしたるつぽは、短時間空気にさらされても、ブランク値に差が認められなかった。錫箔は市販品をアセトンで洗浄して用い、ブランクはない。

酸化銅は Merck 製の線状酸化銅を精製したものを使用した。精製法は、第3報に記述した方法と同じである。ブランクは Table II に示したが、ややバラツキが大で、 CuO の量と比例関係がある。Merck 製の CuO は、内部に孔の認められるものがあるので、ここに N_2 が保持されるおそれがあり、むしろ普通の銅線を酸化して用いた方がよいようである。

電解鉄 0.7 g と酸化銅 0.5 g を用いたときのブランクは、 $0.018_5 \pm 0.002_5$ ml である。なおこの値のなかには、 O_2 50~100 ml のブランクも含まれており、 $0.001 \sim 0.002$ ml N_2 /100 ml O_2 である。使用する O_2 量は、試料を燃焼する場合の方が、ブランク測定の場合より多い。

3 実験結果

前報に述べたとおり、燃焼法においては試料を完全に燃焼させることが必須の条件で、電気炉を加熱に用いる場合には、鉛丹と無水硼酸の混合助燃剤を用いる方法がもっとも効果があったわけである。高周波炉を用いる場合には、温度は $1500 \sim 1900^\circ C$ に達するが、

i) 試料を一様に酸化し、熔融させる。

ii) できるだけ高温を維持する。

ためには、助燃剤が必要である。

高周波燃焼法による炭素、硫黄の定量法について、すでにつぎのようなことが報告されている³⁾。

試料：周波数が、 $14 \sim 18$ Mc であるから、試料は細かい方がよく発熱する。通常鉄鋼試料は切削片として用いられ、形状による影響はないが、試料が少ないときは電解鉄を加える。 $0.2 \sim 2.0$ g の試料が使用できる。

酸素流速：炭素の場合は $200 \sim 500$ ml/min、硫黄の場合は $1000 \sim 1500$ ml/min が適当で、流速が定量値に影響する。

助燃剤：低炭素鋼のときは使用しないでもよいが、炭素含量が大きいとき、あるいは硫黄定量の場合には、金属錫と酸化クロムを加えるとよい。

3.1 助燃剤の検討

本法は窒素の定量が目的であって、酸素が十分に使用できないから、有効な助燃剤を見出さねばならない。種々の助燃剤について検討を行った結果を Table III に示す。

この結果、CuO がよい助燃剤であることがわかったので、CuO を用いて各種試料の分析を行った。分析結果は Table IV に示す。

助燃剤の性能の判定方法は電気炉の場合とほとんど同じである。試料の温度が上り、熔融状態が維持されているうちにガス抽出が終り、熔融残サがよく熔けあっており、分析結果が他法と一致すること、である。

なお Table III の data は、大部分装置第 II 型を用いて測定した値である。

3.1.1 酸素 酸素のみで燃焼させた場合、火花を上げて燃えるが、一様にはとけず、結果も No. 1, 10 の

Table III Varying effects of fluxes on the determination

No.	Sample	Flux (g)	O_2 (ml)	N %	
				This method	Other method
1			50	0.003	
2		$Pb_3O_4 : 2.0$	0	0.004	
3	Ni-Cr steel (ca. 0.7g)	$\left\{ \begin{array}{l} Sn : 0.5 \\ Cr_2O_3 : 0.05 \end{array} \right.$	30	0.003	0.008 ~0.013
4		$\left\{ \begin{array}{l} Pb_3O_4 : 4.0 \\ B_2O_3 : 0.7 \end{array} \right.$	0	0.010	
5		$\left\{ \begin{array}{l} B_2O_3 : 0.8 \\ CO_2 : 30 \text{ ml} \end{array} \right.$	0	0.009	
10			25	0.006	
11	N-steel(X) (ca. 0.7g)	Ni : 0.5	20	0.008	0.014
12		Sb : 0.5	25	0.012	
13		Cu : 0.4	30	0.013	
20	Ti (ca. 0.4g)	$\left\{ \begin{array}{l} Pb_3O_4 : 3.0 \\ B_2O_3 : 0.8 \end{array} \right.$	70	0.030	0.037
21		$\left\{ \begin{array}{l} Ni : 0.5 \\ B_2O_3 : 0.8 \end{array} \right.$	30	0.012	
22		Cu : 0.4	0	0.005	
30	Fe-Cr (0.6~1.0g)	Fe : 0.7	60	0.017	0.024 ~0.025
31		$\left\{ \begin{array}{l} Fe : 1.0, Sn : 0.5 \\ Cr_2O_3 : 0.05 \end{array} \right.$	100	0.021	
32		Fe : 1.0	100	0.023	
40	Fe-Si (ca. 0.6g)	$\left\{ \begin{array}{l} Fe : 0.5, Ni : 0.4 \\ B_2O_3 : 0.8 \end{array} \right.$	80	0.002	0.010 ~0.012
41		$\left\{ \begin{array}{l} Fe : 0.7 \\ Cu : 0.4 \end{array} \right.$	80	0.005	

ように低い。

3.1.2 鉛丹および無水硼酸 それぞれ単独では不十分で、併用すると、鋼は大体とけるが、スポンジチタンは低値であった。また無水硼酸は準備が面倒であり、鉛丹は、分解した鉛が蒸発して石英管を汚すばかりでなく、鉛の film ができるため、これに高周波電流が流れ、かつ酸化が速く進むためか、試料の温度がすぐ下っていくので、高周波炉を使う場合には不適当である。

3.1.3 錫と酸化クロム 錫は試料の熔融を容易にし燃焼後高温を維持するのに役立ち、酸化クロムは、試料の飛散を防ぐとともに燃焼の初期に高温を得るのに役立つ、といわれ、高周波燃焼法において使用される助燃剤である。しかし、本法では酸素量が少ないためか、温度の上り方はゆるやかで、温度の下り方は速く、結果も No. 3, 31 のように低かった。

3.1.4 ニッケルおよびアンチモン 真空熔融法でニッケル浴を使った例があるので使用したが、ニッケルは融点が高く、あまり発熱しないのでとけ合わず、No. 11, 21 のように低値であった。アンチモンは錫と似たような作用をするが、やはり不十分である。

3.1.5 CO_2 の使用 O_2 のかわりに CO_2 を使えば、かなり大量に用いても、液体酸素のトラップで凝縮することができるので、装置を簡単にすることができると考

え、これを使用した。結果は No. 5 のように大体よいが、CO ができるため、この除去に時間がかかり、また C が遊離するらしく、 O_2 よりすぐれた点は見出せなかった。

3-1-6 銅および酸化銅 金属銅では、酸素が不足するためか No. 13, 22, 41 に示すように不充分であったが、酸化銅を用いてよい結果を得ることができた。一括して Table IV に示した。

酸化銅は、酸化力があるため温度が上がってくると試料を酸化、発熱せしめ、試料とよくとけあい、燃焼を持続し高温を維持する作用を持つようである。これは電気炉の場合より高温になるため、よい作用を示すといえることができる。

3-2 各種試料の窒素の定量

電気炉を用いたときとほぼ同じ試料について、酸化銅を助燃剤とし、電解鉄を発熱体として窒素の定量を行った。使用した酸素量は 70~100 ml である。

Table IV Results of nitrogen determination

No.	Sample	Wt (g)	Flux (g)		N %	
			CuO	Iron	This method	Other method
14	N-Steel(X)	0.800	0.5		0.013 ₆	0.014 ₁
15	Steel (T)	1.022	0.6	0.2	0.012 ₅	0.012 ₂
24	Ti	0.400	(0.4 : Cu)		0.032	0.037
25		0.305	0.2		0.036 ₇	
26		0.406	0.6		0.039 ₁	
27		0.800	0.6		0.002 ₃	
28		0.400	0.5		0.003 ₄	0.003
34	Fe-Cr	0.622	0.6	0.3	0.018 ₂	0.024 ~0.025
35		0.604	0.6	0.7	0.025 ₉	
36		0.554	0.6	0.7	0.024 ₄	
42	Fe-Si	0.500	0.5	1.0	0.006	0.010 ~0.012
43		0.502	0.6	0.5	0.013 ₄	
44		0.500	0.5	0.4	0.011 ₀	
45		0.800	0.6	0.5	0.011 ₄	
51	Metallic Si	0.103	0.6	0.7	0.046	
52		0.213	1.0	1.0	0.042	

3-2-1 銅試料 窒化銅(X)は第1報で使用した試料と同じであり、転炉鋼(T)は酸に不溶の残サを残す試料で、切片片である。

鋼は発振を始めると間もなく温度が上がり、火花を発して燃え、よく熔融し、残サは黒色の熔融物の層をなし、結果も他法と一致する。熔融物の断面の顕微鏡写真*は、Fig. 1 のとおりで、細かい格子縞になっているのは、鉄と銅の酸化物のある形のものが、冷却する際に析出できると考えられる。したがって試料と銅はよく混り

* 顕微鏡写真はいずれも倍率約 400 倍である。

Fig. 1 Steel, Fe-Si (Oxide)

熔融したといえることができる。

3-2-2 スポンジチタン 試料は2種類あり、いずれも 10~20 mesh の粒度を有する。結果は、No. 24 は Cu を用いたため低値だが、CuO を用いた場合は他法と一致した。0.003% の試料は、ブランクが大きいため、定量値の誤差が大である。

Ti と Cu は合金をつくりやすく、よく熔融しており、熔融物の顕微鏡写真 (Fig. 2) もそれを裏付けている。白色層状の部分は、Cu と Ti の酸化物と考えられる。

Fig. 2 Ti (oxide)

3-2-3 フェロクロム 試料は電気炉の場合と同じで、あまり発熱しないので、電解鉄を加える必要がある。No. 34 は酸素が不足し燃焼が不完全に終わったもので、熔融物は凹凸があり、表面に CrO_3 と思われる赤茶色の膜がみられた。顕微鏡写真も Fig. 3 のとおり、いろいろな形のもの残っており熔融不完全なことを示す。

充分燃焼すると、やや緑色を帯びた灰黒色の融層となり、結果も他法と一致する。顕微鏡写真を Fig. 4 に示したが、白色多角形のものは、クロムを含む共晶のようなものと考えられ、これだけ発達していれば、試料がよく熔融したといえるであろう。

Fig. 3 Fe-Cr (oxide)

Fig. 4 Fe-Cr (oxide)

3.2.4 フェロシリコン 試料は電気炉の場合と同じで、やはり発熱体として電解鉄を加える必要がある。発振を始めて温度が上がるまでに1分位かかるが、温度が上がるとよく燃焼する。飛散することはない、試料と助燃剤をよく混ぜないと、反応が局部的におこって No. 42 のように低値をあたえる。一様に燃焼すれば、結果もよい。

熔融物は大部分黒色の融層になり、顕微鏡写真は、銅試料の場合 (Fig. 1) と同じで、熔融したことを示す。他の試料の場合にも小さな塊ができることがあるが、珪素を含む試料の場合には、融層のなかにやや大きな金属光沢を有する塊 (0.3~0.5 g) ができた。これは、分析の結果 Fe, Cu, Si の合金で、その割合は試料中の成分比に大体比例しており、顕微鏡写真 (塩化第二鉄溶液で etching したもの) を Fig. 5 に示したように、よく熔けあっている。多角形の部分は、Cu と Si の共晶と考えられ、形が大きいことは、熔融後徐々に温度が下がったことを示している。分析の結果、この塊はほとんど酸素を含まないことがわかった。これは試料が燃焼熔融した状態で真空度が上がってくると、酸化物の分解が始まり、遊離した金属が誘導加熱により攪拌されつつ、酸化物と

の比重の差により1箇所集って固まってきた、と考えられる。したがって、試料はよく熔融しており、酸化物が分解する温度では、窒化物は当然分解し、窒素が抽出されたといえるであろう。

Fig. 5 Fe-Si (metallic)

3.2.5 金属珪素 試料は、100 mesh under の微粉で、主な成分は、98.82% の Si, 0.5% の Fe, 0.03% Al である。酸にとけ難いため、ケルダール法による定量値がないが、燃焼状況、熔融物の状態が、フェロシリコンの場合とほとんど同じなので、本法で定量できたといえる。

3.3 燃焼温度

温度を外部から制御することができないことは、本法の短所であるが、試料が一様に熔融する温度にまで上り、充分燃焼すれば、よいと考えられる。

燃焼温度は、輻射高温計により上部の窓を通して測定した。るつぼが小さく、実験時間が短い上に、温度変化が速いので、測定は容易でないが、CuO を助燃剤として用いた場合の大体の値を Fig. 6 に示す。

Fig. 6 Temperature of sample

鉄鋼やチタンはすぐに発熱し、火花を上げておえ、1~2 分後にもっとも温度が上り、全体が熔融する。ガス抽出を始めると少し放電がでるが、すぐ真空度が上り、中性の雰囲気中での真空熔融を行うことができる。ガスの捕集は3~5 分後に始め、発振は6~10 分間つづけることが多い。

珪素を含む試料は、温度の上り方がおそいが、CuO の融点の付近で活発に燃焼し始め、盛に攪拌し熔融する。火花はあまり出ない。飛散することがないのは、CuO との反応が緩やかで、かつ 100 mmHg 以上の圧力がかかっているためであろう。ガス抽出を始めて真空度が上ると、試料が白熱してくるという現象が見られ、この時酸素が放出されて金属塊ができるのではなかろうか。

燃焼ガスの抽出時間については検討の余地があるが、酸素の消費が止む頃抽出を始め、真空計 (G_1) によりガス発生が止まったと判断した時に、抽出を終る。

4 考 察

高周波燃焼法により、種々の試料の窒素の定量を行い良好な結果を得ることができた。

ブランクが大きいため、定量値の相対誤差は、鋼、チタン、フェロクロム試料において、 $\pm 3\sim 4\%$ 、珪素を含む試料においては、 $\pm 5\sim 10\%$ であり、バラツキがやや大きい。かわるべき良質のつぼがあれば、ブランクを小さくすることができるが、急熱急冷で破損せず、安価に入手できる点で、磁製つぼは優れている。酸化銅のブランクは、もっと小さくできると思う。

本法は、30~60 分間で1 試料の分析ができるので、ケルダール法に不適な試料で、窒素含量が 0.01% 以上の場合には、きわめて有利な方法である。

終りに終始御指導を戴いた東京大学平野教授に厚く謝意を表します。なお、この報文は学位論文の一部である。(日本化学会第 11 年会に一部講演)

文 献

- 1) 土屋正彦: 本誌, 723 (1959).
- 2) S. Dushman: "Scientific Foundations of Vacuum Technique", 627 (1955), (John Wiley & Sons, Inc., New York).
- 3) 小出秋彦: 学振第 19 小委 資料, 3499.
- 4) D. T. Peterson, D. J. Beerntsen: *Anal. Chem.*, 29, 254 (1957).

☆

Determination of nitrogen by the combustion method using a high frequency furnace. (Determination of Nitrogen in Metals by the Combustion Method. IV.) Masahiko TSUCHIYA (Institute of Techno-Analytical Chemistry, Faculty of Engineering, University of Tokyo)

The determination of nitrogen in metals has been investigated with the use of apparatus described in the third report. Various kinds of fluxes were examined, and cupric oxide was found to be the best one. A sample was well mixed with cupric oxide and heated by a high frequency furnace in oxygen gas at 50~200 mmHg. The sample burned and melted completely because the combustion temperature reached 1500~1800°C. Determinations of nitrogen in steel, titanium, ferro-alloys, and metallic silicone were carried out, and good results were obtained.

In addition, microscopic photographs were taken to observe the state of the melted sample. The limitation of this method lies in the blank value arising mainly from the crucible. This method is recommended for the rapid analysis of nitrogen in metal-containing substances such as metallic silicones and some of the ferro-alloys, because the Kjeldahl method is not suitable for such substances.

(Received Apr. 8, 1959)

有機化合物中の硫黄の微量定量法

石館 守三, 木村 栄作*

EDTA は、PC 指示薬のもとに Ba^{2+} と定量的に結合し安定な錯塩を生成するので、これを有機元素分析に応用し種々の条件を検討の結果、その微量化も可能となった。そこで EDTA によるキレート滴定法と燃焼法による連続ガス吸収装置を有機化合物中の硫黄の定量に応用し、微量分析の許容誤差でその目的を達し得た。ガス吸収には、蒸留水と過酸化水素の二連吸収方式を用い、さらにジョイント結合による吸収装置を考案して連続操作を可能にし、分析能率をいちじるしく向上させた。本定量を各種の有機化合物に応用した結果、満足すべき精度で定量できた。

* 東京大学薬学部薬品分析化学教室: 東京都文京区本富士町