

3) Co, Ni, Bi 及びPは特に第一段黒鉛化に好影響があつたが第一段には余り好影響がなく, Bi は寧ろ悪影響がある。

4) 著しく阻害効果を与えた元素は Sn, V, Sb, S (極微量を除く) 及び Pb である。Mo, W は弱い阻害剤である。

5) 過剰なSに対する Mn の如き親和力の強い救助元素は本実験の範囲では, Cr に対しては存在しないと結論される。

終りに臨み本実験に多大の助力を戴いた故藤原延生氏と秋田卓也氏に厚く感謝致します。(昭和28年3月寄稿)

文 献

- 1) M. Gabriel Joly: Foundry, April (1949) 1537
- 2) J. E. Rehder: Preprint of American Foundrymen's Society Annual Meeting, 1951, Preprint No. 51~51

drymen's Society Annual Meeting, 1951, Preprint No. 51~51

- 3) H. A. Schwartz: Foundry Trade Journal, June 13, (1946) 162
- 4) E. Chüz & R. Stotz: Der Temperguss, (1930) 74
- 5) P. Oberhoffer: Das technische Eisen, (1936) 560
- 6) F. L. Coonan: Foundry, Vol. 60, (1932) 43
- 7) S. W. Palmer: Foundry Trade Journal, Oct. 9, (1947) 111, Oct. 16, (1947) 129
- 8) 澤村宏: 京大工学部彙報, 第4巻4號, (1926) 159
- 9) 菊田多利男: 鐵と鋼, 第13年1號, (192) 741
- 10) 堤信久: 早大鑄物研究所, (1948) (1950) 未發表

磷酸法に依る砂鐵の T.Fe, TiO₂, 燒結鑛の T.Fe, As の迅速分析法

森本武生*・瀧澤英郎*・大竹三義*

RAPID ANALYSIS OF T.Fe & TiO₂ IN SAND IRON AND T.Fe & As IN SINTER BY THE H₃PO₄ METHOD

Takeo Morimoto, Hideo Takizawa and Mitsuyoshi Otake

Synopsis:

Studies & utilizations of sand iron has been developing in Japan. There are many sand iron sources in Hokkaido. Therefore Muroran Iron Works has been using a larger quantity of sand iron as compared with other works. The authors wanted to analyse the sand iron and the sinter mixed with sand iron more rapidly and more accurately. But these samples were difficult to dissolve, so the alkali melting or hydrofluoric acid melting method was applied in which the platinum or china vessel was required for these analysis.

But it was necessary to save such long time required and to save special vessels, and many samples could not be treated in a time for such analysis. The authors found the following method by addition of H₃PO₄ to the samples.

1. Fixing the quantity of T.Fe

Add H₃PO₄ to the sample and add a small quantity of HCl to oxidize it to make FeCl₃ after dissolution of the sample and then the quantity of Fe was fixed by the normal method.

2. Fixing the quantity of TiO₂

Add H₂SO₄ & H₃PO₄ to this sample and give to colour with H₂O₂ after dissolution of the sample and then compare it with the standard.

3. Fixing the quantity of As

* 富士製鐵, 室蘭製鐵所

After treating the sample with (1/3H₂SO₄+2/3HCl), add H₃PO₄ to it and dissolved it, and then add the SnCl₂ solution. Thus determine the metallic As and then fix the quantity of the metal.

In this paper the simple analytical method was reported.

I. 緒 言

製鉄原料として、砂鉄の利用及び其の研究が盛んになって来た。特に当所は製鉄資源として他所に比較し地理的にも多量に砂鉄を利用している。随つて砂鉄並に、砂鉄配合焼結鉄の分析も迅速且つ正確が期せられて来たが従来より砂鉄及び焼結鉄は溶解が困難であり、溶解に付いては殆んどニツケル、磁製器具を用いる過酸化アルカリ熔融、酸性塩に依る溶解、又は弗化水素酸を用いる白金器具に依る分解等を行つて来たが、何れの方法にも夫々使用器具の制約を受け、ために分解に時間を要し、且つ多数試料処理に不適當であり、且つ又或る程度の熟練を要した。特に焼結鉄の砒素定量的の場合、強酸で溶解を行うも分解終了時に於て完全な溶、不溶が判然とせず茲に H₃PO₄ ⇌ H⁺ + H₂PO₄⁻ としての強力な反応を応用して、砂鉄、焼結鉄等の難溶性試料に利用すべく検討した。先に棒勇氏は磷酸溶解法に依る砂鉄の分析について発表されているが、同氏法に依れば、還元器を用い亜鉛アマルガム還元を行い定量されているが、同法は一時に多数の試料を処理し簡単迅速を旨とする現場分析には幾分不向でないかと考えたので種々分析法を検討し、砂鉄のみならず更に平炉滓、褐鉄鉄 (特に貧鉄)、赤鉄鉄、磁鉄鉄にも応用したので報告する。

II. 砂鉄及焼結鉄の T.Fe の定量法

砂鉄を磷酸で加熱溶解し、その溶液に塩酸を加えて酸化し、後、学振法に準じて全鉄を分析する方法を確立するため、次の各項目について検討を加えた。

1. 磷酸の量の検討

砂鉄 (200mesh) を 0.2g. とり、ピーカー中で H₃PO₄ (conc) 5~20cc に溶解して後、HCl (1:1) 25cc を加えて酸化し、以下学振法に準じて全鉄を分析した。其の結果溶解所要時間は第 1 表の通りである。

第 1 表

磷酸量 (cc)	所要時間 (min)
5	5
10	5~10
15	15~15
20	15以上

第 1 表の如く 5cc の場合溶解時間は早い、溶解時

に於て磷酸の白濁の沈澱を生ずる事あり、又 15cc 以上の場合試料溶解に含有水分の蒸発し終る迄 15 分前後を要するので、磷酸量 10cc として砂鉄及び焼結鉄を分析すると (試料採取 0.2gr) 第 2 表の様になるので一応磷酸の所要量を 10cc として以下の実験を行つた。

第 2 表

砂 鉄	KMnO ₄ (cc)	T.Fe(%)
T.Fe%	19.70	55.46
55.30	19.70	55.46
焼 結 鉄	KMnO ₄ (cc)	T.Fe(%)
T.Fe%	23.80	67.00
66.90	23.70	66.72

2. 試料の粒度

試料粒度 100mesh, 200mesh に付き夫々検討したが 100mesh 15 分以上、200mesh 10 分以内に溶解するので 200mesh 以下を適當とした。

3. 塩酸の添加量

供試料 T.Fe% 57.50, TiO₂% 10.50 の砂鉄を磷酸で溶解し、その溶液に塩酸 (1:1) を 10~30cc 添加し以下学振法に準じて全鉄の分析を行い添加塩酸 (1:1) の量を検討した。その結果は第 3 表の通りである。

第 3 表

添加量 No.	HCl (1:1) cc				
	10	15	20	25	30
1	54.37	54.63	57.50	57.55	57.21
2	54.35	54.78	57.79	57.79	57.50
3	—	—	57.79	57.79	57.79
4	—	—	57.21	57.21	57.79

第 3 表の如く添加塩酸 (1:1) の量は 20cc で充分である事を認めた。

4. TiO₂, V₂O₅ の T.Fe 結果に及ぼす影響

文献 W. H. Thornton⁵⁾, Hillebrand and Lundell⁶⁾ に依ると磷酸溶解後全鉄を分析する際 TiO₂, V₂O₅ が若干影響がある懸念があるので当方法では TiO₂, V₂O₅ が如何に妨害するかを検討した。

(1) TiO₂ の影響

FePO₄ (Fe 50.11%) の磷酸溶液に TiO₂ のソーダ溶液を種々添加して後 HCl (1:1) 20cc を加えて酸化

後学振法に準じて全鉄を定量した。その結果は第4表の通りである。

第4表

No.	TiO ₂ 添加量 %		
	10	20	30
1	50.11	49.83	49.83
2	50.39	50.39	50.39
3	50.11	50.39	50.39
平均	50.21	50.20	50.20

第4表の実験に依り Fe% に及ぼす TiO₂ の影響は殆んどないと言える。

(2) V₂O₅ の影響

FePO₄ (Fe 50.11%) の磷酸溶液にヴァナヂン酸アンモン溶液を種々添加し、TiO₂ と同様全鉄を求めた。其の結果は第5表の通りである。

第5表

No.	V ₂ O ₅ の添加量 %		
	1	2	3
1	50.25	50.39	50.39
2	50.25	50.39	50.53
3	50.11	50.53	50.53
平均	50.20	50.44	50.48

第5表の実験により V₂O₅ の存在は僅か乍ら影響すると考えられるが、含有 V₂O₅ は殆んど最高 0.5% 以内なる故、その影響は無視しても差支えないと考えた。

之迄の実験検討の結果、砂鉄並に焼結鉄の T.Fe の定量法を一応次の如く決定した。

5. 磷酸法に依る砂鉄、並に焼結鉄の T.Fe 迅速分析法

(1) 要旨：磷酸 (比重 1.7) を用いて試料中の着色残渣を認めぬ迄分解し、塩酸を加えて後、常法に準じて過マンガン酸カリに依り鉄を定量する。

(2) 分析操作 試料 0.1~0.2gr (200mesh 以下) (焼結鉄ならば試料 0.2gr を磁製坩堝に秤取し、700~800°C に 20~50 分灼熱し、之をピーカーに移し入れ、附着した試料は塩酸 (1:1) で溶解洗入れ、磷酸 (比重 1.7) 10cc を加えて分解する) を乾燥した 1000~200cc ピーカーに秤取し磷酸 (比重 1.7) 10cc を加えて加熱溶解して着色残渣を認めなくなつて稍々冷却し、之れに塩酸 (1:1) 20cc を加えて煮沸し、FePO₄+3HCl=FeCl₃+H₃PO₄ の完全発色 (煮沸時間 1~3 分) を見て常法

に準じて、規定過マンガン酸カリにて鉄を定量する。

備考

1) 塩酸 (1:1) の量は第3表の如く、20cc で充分であり、それ以上は必要ない。

2) 第二鉄の発色は 3~5 分で充分である。余り長く煮沸すれば第二鉄は還元し退色する惧がある。

3) 本文の如く、有機物等含有する試料は充分灼熱したる後、磷酸に溶解するから黒色残渣は認めず、又僅かに黒褐色の浮遊物を生ずる事もあるが之は結果に何等の影響を与えない。

4) 砂鉄、焼結鉄の他に褐鉄鉄、赤鉄鉄、磁鉄鉄等に應用出来る。

6. 各種の砂鉄及焼結鉄の分析結果及分析精度

第6表

品名	T.Fe%	JESに依る T.Fe%	誤差 %
蘭東原鐵	43.07	43.07	+0.04
〃 磁選精鐵	57.71	57.60	+0.11
〃 尾鐵	17.03	17.05	-0.02
蘭東第2厚鐵	37.16	37.10	+0.06
〃 磁選精鐵	55.46	55.35	+0.11
〃 尾鐵	11.40	11.35	+0.05
富岸原鐵	26.04	26.18	-0.14
〃 精鐵	51.94	51.82	+0.12
〃 尾鐵	5.83	5.80	+0.03
北東精鐵	59.12	59.51	-0.39
〃 尾鐵	27.87	27.80	+0.07
チタン鐵	50.62	50.40	+0.22
喜茂別燒結鐵	57.00	57.11	-0.11
〃	61.70	61.53	+0.17
〃	64.37	64.47	-0.10
〃	63.20	63.40	-0.20

以上決定した方法に依り、各種の砂鉄及焼結鉄を分析した結果及び、従来法に依る分析値を正しい値として、新法に依る誤差の範囲を危険率 5% で、棄却限界法に依り推定してみた。誤差の平均は +0.001%、標準誤差 ±0.150% で誤差の発生範囲即ち予想される最大の誤差は +0.360%~-0.358% < ±0.36% 即ち ±0.36% 以下である。

7. 分析所要時間

当方法に依る分析所要時間は第7表及び第8表の通りである。

第7表

操 作 (砂鉄)	時 間 (分)
秤	1
磷酸溶解	5~10
冷却	3~5
還元	4
滴定	1~2
計	14~42

第 8 表

操 作 (有機物炭素分の存在する試料)	時間(分)
秤量	1
有機物等分解灼熱	20~60
磷酸溶解	10~15
冷却鹽酸添加煮沸	3~5
還元稀釋	4
滴定計	1~2
計	39~87

以上の如く砂鉄及焼結鐵の分析所要時間は J E S (約 460 分) 法に比べ極めて短縮出来る。

III. TiO₂ の分析法 (比色法)

1. 現在迄行われた分解及び定量法

- 過酸化アルカリに依るニッケル坩堝又は磁性坩堝に依る熔融処理
- 酸性合剤に依る白金坩堝又は磁性坩堝に依る熔融
- 酸分解可能なる試料は (イ) 亜硫酸水 (飽和) チオ硫酸処理. (ロ) 液状亜鉛アマルガムに依る還元処理. (ハ) クベロンに依る分離処理.

以上の操作に依り重量法, 容量法, 比色法に依り定量して来た.

2. 磷酸法に依る TiO₂ 分析法

試料を H₃PO₄ (比重 1.7) と H₂SO₄ (1:1) にて分解し珪酸を濾別し過酸化水素に依り発色せしめ標準試薬と比色定量する 但し (V, Cr の含有する試料は備考の如くして分離後比色定量する)

(1) 操作条件

i) 試料粒度 全鉄定量検討より分解時間短縮のため 200mesh 以下の細粉試料とした.

ii) 試料秤取量 0.1gr 秤取 (多量の含有チタンに於ける試料の採取は比色定量なる故 0.1gr を適当とした. 又チタン鉄鈹の如き高チタン鈹は 0.05gr 秤取しても差支えない. 秤量誤差及び定量結果には迅速分析として誤差を認めない. 分液操作も考えられるが時間の損失, 手順の繁雑のため避けた.

iii) 分解試薬 試料分解用試薬として磷酸のみの場合及び H₃PO₄ + H₂SO₄ を使用したが其の検討結果は第 9 表の通りである.

供試料の成分

富岸砂鉄 T.Fe 57.50, TiO₂ 10.50, SiO₂ 5.50, V₂O₅ 0.51

第 9 表の如く磷酸のみ又は磷酸+硫酸を使用した場合結果には大差はなく磷酸使用量は 5, 7, 10cc と別個に検討したが砂鉄中には含チタンは種々あり一応 7cc とし

第 9 表

試料 gr	磷酸	硫酸 (1:1)	従来法による TiO ₂ %	當所法による TiO ₂ %
0.1	7cc	—	10.50	10.39
"	"	—	"	10.43
"	"	4	"	10.59
"	"	6	"	10.50
"	"	8	"	10.39

た. チタン鉄鈹の如きものは 10cc 使用した. 但し磷酸のみの分解は分解後硫酸を加え硫酸濃度を 3% 位となし比色したが分解状態が正常であれば結果に誤差はないが分解状態 (過熱した場合) に依りては珪砂等の濾過に困難を来すことがある.

故に分解状態均一のためにも最初より H₂SO₄ (1:1) 約 6cc を加え白煙発生後 2~3 分にして冷却し定量した.

iv) 溶解時間 5~10 分にして液は透明となり白煙発生後 2~3 分にして着色残渣を認めない.

3. 分析操作 (V として 0.5% 以内のもの)

試料 0.1gr (200mesh 以下) を 100~200cc の乾燥したピーカーに秤取し (貧鈹の場合は坩堝に秤取し 700~800°C にて 20~30 分灼熱して之をピーカーに入れ附着試料は少量の HCl (1:1) にて溶解試料と合併する) H₃PO₄ (比重 1.7) 7~10cc, H₂SO₄ (1:1) 5~6cc を加えて加熱溶解して白煙発生するに至らしめ, 2~3 分にしてピーカー内の溶液が透明となり残渣に着色なきに至りて後, 冷却し少量の水 (30~40cc) にて稀釈し 100cc のメスフラスコ又はメスシリンダーに濾別し 5% H₂SO₄ にて洗滌し冷却 H₂O₂ (10%) 約 5cc を加えて標準迄稀釈し標準物と比色定量する. (標準物管内には試料中の鉄量と略々同量の鉄を含ますべし, 即ち 100cc 中に 0.5gr の Fe を含む程度の流酸溶液を調製し置くを便とす)

備 考

i) 試料は全鉄定量の場合から推定して 200mesh が適当である.

ii) 磷酸使用量が余り少いと白煙発生後溶液が白濁して後追加しても白濁沈澱は溶解せず濾過に困難を来し低結果となる.

iii) 添加する硫酸の量は余り重視する必要はないが過酸化水素に依る発色に適当な約 3% に保持すること.

iv) 試料中有機物, 炭素分のある試料は溶解終了時に着色 (黒褐色) することがある. 斯る試料に付いては 700~800°C にて約 20 分以上灼熱し容器に移し本文の

如く分解する。

v) ヴァナヂン及クロム等は着色を妨害するが、試料にVとして0.5%以上Crとして0.04%以上含有する場合は分解試料をNaOH(15%)中に約2%のNa₂O₂を含む液中に注加し、V-CrをFe-Tiより分離してH₂SO₄(1:1)を加え白煙発生を待ち本法通り比色定量する。

4. 分析結果及精度

第 10 表

試料名	JES TiO ₂ %	本法 TiO ₂ %	誤差 %
チタン鐵鑛	25.95	26.07	+0.12
〃	26.00	26.22	+0.22
〃	25.10	24.82	-0.28
富岸砂鐵	10.20	10.48	+0.28
〃	9.40	9.21	-0.19
〃	11.00	11.25	+0.25
富内鐵鑛石	12.35	12.10	-0.25
〃	10.67	10.39	-0.28
〃	9.10	9.00	-0.10
虻田海綿鐵	7.65	7.60	-0.05
〃	6.50	6.72	+0.22
〃	5.60	5.68	+0.08
蘭東砂鐵	9.00	8.90	-0.10
〃	9.75	9.95	+0.20
南部海面鐵	14.90	15.22	+0.32
〃	13.10	12.91	-0.19

TiO₂では誤差はTiO₂%が増加しても大きくなりから、このまゝ検討すると誤差の平均値は+0.016%標準誤差±0.218%、誤差の発生範囲は+0.496%~-0.464%<±0.5%、誤差は大きいものでも±0.5%以内である。

5. 分析所要時間は第 11 表の通りである。

第 11 表

操 作	時 間 (分)
試料秤量	1
分解	10~15
冷却稀釈	3~5
冷却比色	3
計 算	1
計	18~25

IV. 燒結鑛の砒素迅速分析法

1. 操作条件

(1) 分解試薬検討

燒結鐵試料は燒結の程度で溶解度が相違している。即ち焼過ぎたFeOの高い試料は割合に試料溶解は容易であるが、普通燒結鐵(海綿狀)は溶解が困難である。それで分解試薬を一定するため次の如き試薬に付いての検討を行つた。

第 12 表の如く王水処理後磷酸及び硫酸(過塩素酸)にて処理する操作が最も良好な結果を得た。

(2) 試料粒度

試料は100~115meshでは溶解に40~50分を要するものあり故に砂鉄分析の検討に準じ200mesh以下を適当とした。(10~15分にて分解)

(3) 試料採取量

0.1%以下の砒素含有試料にありても難溶性試料の場合には0.5gr以上採取せず、規定液の濃度に於て調節する。又含有量によりては遠心分離器に依る迅速分析法に依り砒素を定量するもよい。

(4) 磷酸及び強酸使用量

試料に依りては強酸のみにて可溶のものあり、かゝる試料に付いては王水処理後所定の手順を経て定量するが、一般には王水処理後H₃PO₄及びH₂SO₄(HClO₄)を加えて完全溶解して定量する。

(5) 溶解時間

難溶性試料でも20~30にて可溶にして珪酸、炭化物等の含量に応じて浮遊物が透明か半透明となりて浮遊して分解状態が判然とする。

2. 分析操作

(1) 要 旨

試料(200mesh以下)0.1~0.5grを王水にて処理後磷酸(過塩素酸)を加えて分解浮遊物を澱別し、再度白煙発生後HClを加えて溶解し乾燥塩化水素飽和塩化第一錫溶液を加えて含有砒素を金屬砒素に還元し以下学振第2法に準じて砒素を定量する。

第 12 表

試 薬	H ₃ PO ₄	H ₃ PO ₄ +HClO ₄	H ₃ PO ₄ +H ₂ SO ₄	HNO ₃ →5cc H ₃ PO ₄ +HClO ₄	HCl+HNO ₃ 又は H ₃ PO ₄ +H ₂ SO ₄ (1:1)
普通燒結鐵	溶解するが定 量困難	分解不完全	分解不完全	分解不能	定量可能
燒過燒結鐵	溶解可能H ₂ SO ₄ の發生後定量可能	分解定量可能	分解定量可能	分解定量可能	定量可能

(2) 分析操作

試料 0.1~0.5gr を 200~300cc ビーカーに秤取し、王水 30cc を加え加熱す（この場合試料に依りては溶解するものあり、其の際は直ちに H₂SO₄ (1:1) か HClO₄ を加えて定量処理に移る）然る後 H₃PO₄ 5~10cc 及び H₂SO₄ (1:1) か HClO₄ 10cc を加え加熱を継続し白煙発生後 2~3 分にて加熱を止む。（此の場合試料に依りては半透明残渣が液中に浮遊することあり、又余り長時間加熱すれば溶液はアメ状となり浮遊物の濾過が困難となる。故に白煙の発生は 2~3 分が望ましい）稍々冷却後 HCl (1:1) の少量と水の少量とにて溶解 300cc フラスコに濾別し 10% HCl にて 3~5 回洗滌、フラスコ中の液は再度発生を行い（還元時酸度調節の関係上）水 10cc, HCl (conc) 35cc を加えて溶解、直ちに乾燥塩化水素飽和塩化第一錫溶液を 10~12cc 加えフラスコに還元冷却器を附し 10 分間還元を行う。（但し遠心分離器にて分離定量を行う時は当所発表の学振 19 委 2162 の酸度操作法に準ず）之を冷却し清浄石綿を用いグーチ坩堝にて吸引濾過以下（鉄鋼迅速分析法改版砒素分析 2 法に準じ砒素を定量する。

(3) 備考

- i) 全過程に於て空実験を行い砒素量を補正する。
- ii) 強酸にて暫時処理後溶解の状態に依り磷酸の使用を決定する。
- iii) 試料は 200mesh 以下を使用する。
- iv) チタンを含む試料にありては HClO₄ の代りに H₂SO₄ (1:1) を使用する。
- v) 浮遊物は吸引濾過し温 HCl (10%) にて洗滌白煙発生後本文に従う。
- vi) 還元時に於て還元剤の鋭敏のため溶液が黄色の儘或いは他の異色を呈し第一錫の反応を妨害することあり、之は酸化分充分の時か浮遊物が多く本液に移行した時に見られるので注意を要す。
- vii) 塩化第一錫溶液の調製
塩酸（濃）10cc に塩化第一錫 10gr の割合に溶解し、これに乾燥塩化水素を飽和させ 100cc に対し金属錫 0.2gr を投入し一昼夜放置して使用する。

(4) 所要時間は第 13 表の通りである。

4. 分析結果及精度

As に付ては 0.227% のもの (A) と 0.043% のもの (B) に付いて各々 10 回新法に依つて分析して見た。其の結果は第 14 表の通りである。

(A) では誤差の平均値は +0.0031%, 標準誤差 ± 0.0058% で

第 13 表

操 作	時 間 (分)
試料秤量	1
分 解	20~30
H ₂ SO ₄ (HClO ₄) 處理	5~10
冷 却	1
稀鹽酸溶解浮遊物吸引濾過	5~10
濃縮白煙發生	10~20
鹽酸溶解還元劑添加	1~2
還 元	10
濾 過 洗 滌	5~7
沃度滴下溶解	2~5
滴 計	1~2
計 算	1
計	62~99

第 14 表

A	新法分析値%	誤差%	B	新法分析値%	誤差%
1	0.230	+0.003	1	0.050	+0.007
2	0.220	-0.007	2	0.040	-0.003
3	0.235	+0.003	3	0.040	-0.003
4	0.240	+0.013	4	0.049	+0.006
5	0.230	+0.003	5	0.046	+0.003
6	0.231	+0.004	6	0.039	-0.004
7	0.224	-0.003	7	0.047	+0.004
8	0.226	-0.001	8	0.040	-0.003
9	0.230	+0.003	9	0.038	-0.005
10	0.235	+0.003	10	0.037	-0.006

(B) では誤差の平均値は -0.0004%, 標準誤差 ± 0.0049% で

誤差発生範囲は

$$(A) +0.0170\% \sim -0.0108\% < \pm 0.017\%$$

$$(B) +0.0121\% \sim -0.0113\% < \pm 0.013\%$$

以上の如く両者の誤差の程度には差があるとは言えない。よつて ±0.017% 以上の誤差はないであろう。

V. 結果の考察

新法で分析した場合に起る誤差は最大で Fe は ±0.36% 以下, TiO₂ では ±0.5% 以下, As では ±0.017% 以下であつて、通常行われる 2 個の分析値の平均をとればそれ以下となり迅速分析法として充分の精度を持つてゐることを言い得る。

VI. 結 言

1. 磷酸法に依り砂鉄, 焼結鉄及び其の他の難溶性試料に対して簡単に溶解処理が出来、相当早い迅速定量が出来る。
2. 処理が割合簡単であるから操作上の繁雑も少く、したがつて結果の誤差も少い。
3. 従来法の如く白金器具, ニッケル坩堝, 磁性坩堝

其の他の器具を使用しないので一時に多数の試料の処理が可能であるので現場分析には充分利用出来る。

4. 焼結鉄の As 分析では時間的にも操作上にも未だ幾分の簡略さが必要と考えるので、今後の検討に待たたい。(昭和 28 年 3 月寄稿)

文 献

椿 勇: 鐵と鋼, 30 (1944) 129

細田, 桐野: 學振 19 委 2233

學振編 (改版) 鐵鋼迅速分析法 (63)

池野, 森本: 技術會誌 (室蘭製鐵所) 6, (1952) 1.

W. M. Thornton: J. Amer. Chem. Sec. 57 (1937) 619

Hillebrand and Lundell: Applied Inorganic Analysis (1929) 769-785.

分析法に對する分散分析法の應用について

(昭和 27 年 11 月 25 日 鐵鋼業に於ける品質管理討論會講演要旨)

上 森 正 勝*

APPLICATION OF VARIANCE ANALYSIS TO CHEMICAL ANALYSIS OF STEEL COMPOSITION

Masakatsu Kamimori

Synopsis:

In Hoshizaki plant of Daido Steel Works, Ltd. making special steels, a small quantity production with a variety of steel types is being performed and there are a number of problems unsolved technically with regard to the relation of the quality characteristics and the factors, that may be dealt with by application of methods of stocaistics.

The variance -analysis of stocaistics was herein applied to part of the experimental results of the sulphur determination in a certain kind of steel. There are so many methods in chemical analysis of the sulphur. Experiments were made, however, because there had occurred some doubts abouts the data of the sulphur anaylsis of the steel concerned.

In the field of these experiments, the combustion temperature and the specimen forms gave significant variations to the value of analysis. Since the rapid analysis was considered generally to give a value less than the data by gravimetric method, the form of the specimen should be better of the lighter section and the combustion temperature should be preferably the more elevated.

I. ま え が き

弊社の如き特殊鋼會社では多品種少量生産が行われ、更に品質特性と要因との關係について技術的にも未解決の問題が存在し、推計學の手法を使つて問題を處理することが多い。此處では化學分析法に分散分析を應用した一例を報告する。

これはある鋼種の硫黄の化學分析法についての研究實驗の一部に推計學の分散分析法を應用したものである。硫黄の化學分析法にはいろいろの方法があるが、燃焼法により迅速分析法から得られたこの鋼種の硫黄分析値に疑念が生じたため實驗を行つた。こゝに報告するのはそ

の實驗の一部で、他の實驗と關連があるため他の實驗の終了するまでは結論を割愛し、適用した實驗計畫法についてのみ報告することにする。

尙この報告は第 2 回品質管理大會の Q C 討論會に提出する目的であつたため、手法の解説に主眼がおかれ技術的な報告としては缺ける點がある。同時に推計學の點についてもよろしく叱責御指導をお願いしたい。

II. 實 驗 の 方 法

1. 實 驗 の 對 象

過去の經驗により實驗の對象として燃焼溫度、試料の形狀、酸素量及び燃焼時間の 4 因子をとりあげた。

2. 分 析 試 料

試料の厚さを第 1 表の如く削つた。参考のため厚さを

* 大同製鋼星崎工場研究部