

えられる。しかしヨ素アルコール法などは未解決の点も多く、さらに検討すべき問題を有して、すべての鋼種に適用し得ないなどの難点もあり今後の研究にまつところが大きい。

## V. 結 言

以上の結果を括約すると

i) 比較的分別還元の容易と考えられる試料によつても真空熔融法による鋼中酸化物の分別分析は不可能である。

ii) FeO および MnO をヨ素アルコール法で、SiO<sub>2</sub> および Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を温硫酸法で、分別分析した値より求めた全酸素量と真空熔融法によつて直接求めた全酸素量とは比較的良く一致する。

iii) 低温 (1180°C 以下) における還元抽出酸素量と、FeO および MnO の形の酸素量との和はその値の大きいときはかなり良い一致を示し、製鋼作業あるいはその研究に一つの目安とすることが出来るのでないかと考えられる。

iv) 鋼中酸化物の分別分析は現在の段階では残渣法の特色を適宜組合わせて数種類の方法的併用によつてのみ可能と考えられる。

終りに本研究に対し種々有益な御助言を賜つた日本学

術振興会製鋼第 19 委員会鉄鋼ガス分析協議会主査宮尚行博士はじめ委員各位に、また本研究の発表を許可せられたる株式会社日本製鋼所室蘭製作所常務取締役皆川孝光氏ならびに種々御指示を載いた同所次長近藤八三氏に謝意を表す。なお試料の熔製に当られた同所研究部曾我政雄、竹枚朝雄の両氏また残渣法の分析に従事せられたる鎌田隆吉氏に厚く御礼申し上げる。

(昭. 33—7 寄稿)

## 文 献

- 1) L. Reeve: Trans. A.I.M.E., Iron & Steel Div., **113** (1934), 38
- 2) J. G. Thompson, H. C. Vacher, & H. A. Bright: 同上, **125** (1937), 246
- 3) S. L. Hoyt & M. A. Scheil: 同上, **125** (1937), 313
- 4) C. T. Motok: Trans. A.S.M., **25** (1937), 466
- 5) T. Swinden, W. W. Stevenson, & G. E. Speight: Iron & Steel Inst., Sp. Rep. No. **25** (1939), 63
- 6) 沢: 鉄と鋼, **38** (1952), 45
- 7) 後藤, 鈴木, 木村, 大沼: 同上, **42** (1956), 49
- 8) 谷村, 越谷: 鑄物, **28** (1956) 283
- 9) 前川, 海老原: 分析化学, **6** (1957), 715

## MnO, CaO, MgO および P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> の定量\*

(砂鉄およびチタン鉄鉱の分析法の研究—III)

若 松 茂 雄\*\*

DETERMINATION OF MnO, CaO, MgO, AND P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

(Study on the Chemical Analysis of Sand Iron and

Ilmenite—III)

Shigeo Wakamatsu

### Synopsis:

In the report (I) and (II), the methods for the determination of total Fe, FeO, TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, and Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in sand iron and ilmenite were developed. In this report, a simple photometric or volumetric methods is described for the determination of MnO, CaO, MgO, and P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> which are contained in sand iron and ilmenite. MnO is determined by photometric or volumetric methods with the (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>. CaO and MgO are determined by the EDTA titration method. P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> is determined by photometric method using the molybdenum blue.

\* 昭和 33 年 4 月本会講演大会にて発表 \*\* 東都製鋼株式会社技術部

## I. 緒 言

砂鉄およびチタン鉄鉱の分析法について前2回<sup>1)</sup>にわたり報告してきたが、今回は MnO, CaO, MgO および P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> の定量法について研究を行った結果を報告する。

すなわち、MnO, CaO および MgO は T.Fe, TiO<sub>2</sub> などを定量したあとの残りの溶液から定量するもので、

$$\text{MnO}\% = \frac{\text{As}_2\text{O}_3 \text{ 標準液使用量 (ml)} \times \text{As}_2\text{O}_3 \text{ 標準液 1 ml の MnO 相当量 (g)} \times 100}{\text{試料 (g)}}$$

MnO は AgNO<sub>3</sub> と (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> で酸化し、光度法あるいは容量法で、CaO および MgO は Fe, Ti などをクツペロン塩としてエーテルで抽出分離したのち EDTA 滴定法で、それぞれ定量する。また P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> は SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> などを定量したあとの残りの溶液からモリブデン青法による光度法で定量するものである。

## II. MnO の定量

砂鉄およびチタン鉄鉱中の MnO は 0.5~1% の範囲で含有されているのが普通であるが、なかには 0.5% 以下のものもあり、また 2% 程度のものであつて、その含有量の範囲は相当巾が広い。よつて光度法および容量法を併用して定量を行うこととし、定量方法は光度法および容量法とも、最も操作が簡易で、かつ一般に広く利用されている (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> 法を採用した。分析操作は JIS 法<sup>2)</sup>に準じてつぎのように規定した。

### 1. 試薬および装置

混酸: 水 380 ml に HNO<sub>3</sub> (比重 1.38) 100 ml, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (比重 1.84) 50 ml, および H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (比重 1.7) 70 ml を加える。

AgNO <sub>3</sub> 溶液 (0.5%)	1 級
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> 溶液 (20%)	特 級
NaNO <sub>2</sub> 溶液 (10%)	1 級
NaCl 溶液 (1%)	1 級

As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 標準液: 調製方法ならびに MnO 相当量の決定方法は JIS, G 1213 に準ずる。

Mn 標準液: 特級 KMnO<sub>4</sub> 0.32 g を水 1 l に溶解する。この標準液の Mn 含有量は Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 法によつて決定する。

光度計は SiO<sub>2</sub> の定量に用いたものと同じロ光板光電光度計を使用し、ロ光板は主波長 530mμ, 液ソウは 2.5 cm のものを用いた。

### 2. 分析操作

前第1報において T.Fe および TiO<sub>2</sub> を定量したあとの残りの溶液から 10~20 ml を正確に 300 ml 三角フ

ラスコに分取し、これに混酸 30 ml, AgNO<sub>3</sub> 溶液 10 ml, および水 50 ml を加えて加熱し、煮沸するにいたらせる。つぎに (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> 溶液 10 ml を加え 1mn 煮沸したのち冷却する。

容量法: によるときは NaCl 溶液 10 ml を加え、ただちに As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 標準液で滴定し、つぎの式によつて MnO 量を算出する。

光度法: によるときは、冷却後の溶液を 200 ml メスフラスコに入れ、標線まで水を加える。この溶液の一部を液ソウに採り、光度計を用いて吸光度を測定する。つぎにメスフラスコ中の残りの溶液に NaNO<sub>2</sub> 溶液 3~4 滴を加えて MnO<sub>4</sub> の色を消したのち、この溶液の一部を液ソウに採り、上記と同様に吸光度を測定し、前後の吸光度の差から、あらかじめ作製してある検量線(備考1)により MnO 量を求める。

### 備 考

1. 検量線の作製: Mn 標準液の種々の量を 200 ml メスフラスコに採り、(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> 溶液 (1%) を標線まで加える。この溶液の吸光度を測定し、吸光度と Mn 量との関係曲線をえがき、検量線を作製する。

### 3. 合成試料による定量結果

前述のように (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> 法は容量法、光度法とも古くから一般に利用されていて、すでに各所で研究されているので、特にこれに関する検討は行わなかつた。しかし上記の方法で良好な結果が得られるかどうかについて、合成試料を用いて検討した。すなわち、Fe 溶液 Ni 溶液, Ti 溶液および Mn<sup>2+</sup> 溶液を加えた混合溶液を NaOH 溶液 (4%) で中和したのち、Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 2 g を加えて加熱し 2mn 煮沸する。遠心分離器を用いて沈デンを分離したのち、沈デンを温 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1+5) 30 ml で溶解する。これを 200 ml メスフラスコに入れ標線まで水を加える。この溶液の 20 ml を分取し、上記の分析操作にしたがつて処理し、容量法および光度法によつて Mn を定量した。

この結果は Table 1 に示すように、容量法および光度法とも理論値と等しい結果が得られ、この方法によつて MnO の定量の可能であることがたしかめられた。

## III. CaO および MgO の定量

砂鉄およびチタン鉄鉱中には普通 CaO は 0~5%, MgO は 1~10% 程度含有している。少量の試料から、この範囲の含有量の CaO および MgO を容量法によ

Table 1. Check results with mixtures of known composition.

Mn <sup>2+</sup> taken (mg) (in 20 ml of mixture)	Element added (mg)	Mn found (mg)	
		Photometric method	Volumetric method
0.50	Fe <sup>3+</sup> 25	0.51	0.50
	Ti <sup>4+</sup> 5	0.49	0.51
	Ni <sup>2+</sup> 5	0.49	0.49

つて定量するには EDTA 滴定法が最も適当しているの  
で、これによつて定量を行うこととし、つぎの実験を行  
つた。

### 1. 試 薬

酢酸アンモニウム溶液 (50%) 1 級  
クツペロン溶液 (5%) : 使用のたびに調製する。  
エーテル 1 級  
NaOH 溶液 (4%) 特級  
KCN 溶液 (5%) 特級  
蔗糖溶液 (20%) 1 級  
Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液 (2%) 1 級  
EBT 溶液 (0.2%) : 特級エリオクロムブラツク T  
0.2 g をメタノール 100 ml に溶解する。  
ムレキサイド 特級  
0.0125 M. EDTA 標準液: 精製したエチレンジアミ  
ン 4 酢酸 2 ナトリウム 4.654 g を正確に水 1 l に溶解  
する。

Ca 標準液: 特級 CaCO<sub>3</sub> 2.5 g を HCl (1+1) 20 ml  
および HNO<sub>3</sub> (比重 1.38) 2 ml で分解したのち、  
NH<sub>4</sub>Cl および NH<sub>4</sub>OH (1+1) を加えて微アルカリ性  
とし、加熱煮沸する。しばらく放置したあと、沈デンあ  
らば口過し、口液に HCl (1+1) を加えて微酸性とし、  
水を加えて 1 l とする。この標準液中の Ca 含有量は  
KMnO<sub>4</sub> 滴定法によつて決定した。

Mg 標準液: 特級 MgO を Ca 標準液の場合と同様  
に処理して、水を加えて 1 l とする。この標準液中の  
Mg 含有量はオキシ法によつて決定した。

### 2. Fe および Ti の分離

本法では前述のように Fe, Ti, Mn およびルツボよ  
り溶け込んだ少量の Ni 共存の溶液から、Ca および Mg  
を定量する。Fe などの妨害成分が少量の場合は隠蔽す  
ればよいが、本法の場合のように Fe の共存量が多いと  
きは、あらかじめ分離しておくほうが、あとの操作が容  
易である。

Fe および Ti を分離する方法として、著者は最初、  
微酢酸酸性溶液から Fe および Ti を加水分解させる  
方法を用いていたが、これでは沈デンの生成、口過に時

間を要し、かつ沈デン生成の条件がむつかしく熟練を要  
するので、現在ではクツペロン塩抽出法を用いている。

Fe, Ti その他を 2 価の金属から分離する方法として  
クツペロン塩抽出法は古くから用いられ、種々報告<sup>3)~5)</sup>  
がある。著者はこれについてつぎの実験を行つた。

#### 1) 抽出溶媒

Fe-クツペロンの抽出溶媒としては従来からクロロホ  
ルムが最も多く使用され、最近 Fritz ら<sup>4)</sup>はベンゼン 1  
とイソアミルアルコール 1 の混合液を推奨している。著  
者は、本法の場合最も適当な抽出溶媒について検討した  
結果、上記のものよりもエーテルのほうが抽出速度が早  
く、抽出能力も大であつた。また抽出後の水溶液も透明  
で、あとの操作も容易であつた。

Fe 15mg および Ti 5mg を抽出するのに、エーテ  
ル 80 ml を使用し、1mn ふりまぜを行うことによつて  
完全に抽出することができた。

#### 2) 抽出時の pH

Table 1 の実験と同様の方法によつて、Fe, Ti, Mn,  
Ni, Ca および Mg を含む混合溶液 200 ml を調製し、  
この溶液から 10 ml を分取し、水 50 ml および酢酸ア  
ンモニウム溶液 5 ml を加えたのち、pH メーターを使  
用し溶液の pH を 1.0~3.0 に調節する。これを分液  
ロートに入れクツペロン溶液 10 ml を加え、かるく 2  
~3 回振りまぜたのちエーテル 80 ml を加え 1mn はげ  
しく振りまぜて Fe および Ti のクツペロン塩の抽出  
を行う。

以上の条件で抽出を行つた結果、pH 1.0~1.5 の範  
囲では Fe および Ti の抽出は完全であつたが、pH 2.0  
以上では抽出は不完全となつた。よつて溶液の pH は  
1.0~1.5 の範囲で抽出を行うこととした。なお抽出を  
行うさい、クツペロン溶液を加えてかるく 2~3 回振り  
まぜ Fe および Ti が完全に沈デンしてから、エーテ  
ルを加えて抽出を行うことが必要であつた。クツペロン  
とエーテルをつづけて加えて抽出を行うと完全に抽出で  
きないことがあつた。

### 3. Ca の滴定

CaO の定量は、このようにして Fe および Ti を分

離したあと、滴定の妨害となる Mn および Ni を KCN で隠蔽し、ムレキサイドを指示薬として EDTA 標準液で滴定して行く。すなわち、前項の実験に使用した Fe, Ti, Mn, Ni, Ca および Mg を含む混合溶液から 10 ml を分取し、上記の方法で Fe および Ti を分離したあと、後述 5.1) の分析操作にしたがって処理し Ca を滴定する。

すでに報告<sup>6)</sup>されているように、Mn は KCN 溶液を加えて加温することによつて隠蔽することができる。以上の結果を、Mg の滴定結果とともに Table 2 に示す。

Mg 共存のもとにムレキサイドを指示薬として、Ca を直接 EDTA 標準液で滴定する方法は、周知のように終点の判別にやゝ熟練を要するが、特に困難というほどでもなく、Table 2 にみるように良好な結果を得ることができた。

#### 4. Mg の滴定

Mg は Ca と Mg の含量を EBT を指示薬として EDTA 標準液で滴定し、別に上記の方法によつて滴定した Ca 量を差引き、Mg 量を算出する。すなわち、Ca の定量に使用したのと同じ溶液から 10 ml を分取し、Ca の場合と同様に処理して Fe および Ti を除去したあと、後述 5.2) の分析操作にしたがって処理し、Ca および Mg の含量を滴定する。この結果を同じく Table 2 に示す。

Table 2. Results of EDTA titration of Ca and Mg.

* Mixture	Extracted	Titrated	Volume of EDTA (ml)	
			Theory	Actual
Fe, Ti	Fe 12.5mg			10.00
Mn, Ni, Ca, Mg,	Ti 2.5mg	Ca 5.00mg	9.88	9.98
		Ca 5.00mg	26.43	26.45
		Mg 5.00mg		26.41
				26.45

\* Mn and Ni masked with KCN

Table 2 にみるように、Fe, Ti その他共存の溶液から Fe および Ti をクッペロン塩としてエーテルで抽出すれば、Fe および Ti から Ca および Mg は完全に分離される。そして Mn および Ni を KCN で隠蔽したのち、EBT を指示薬として EDTA 標準液で滴定すれば、Ca および Mg の含量が得られる。

#### 5. 分析操作

以上の実験結果にもとづいて、砂鉄およびチタン鉄鉍

中の CaO および MgO の分析操作をつぎのようにきめた。

##### 1) CaO の定量

操作: T.Fe および TiO<sub>2</sub> を定量したあとの残りの溶液から、正確に 10 ml を分取する。これに水 50 ml および酢酸アンモニウム溶液 5 ml を加えたのち、pH メーターを使用して、溶液の pH を 1.0~1.5 に調節する。この溶液を分液ロートに移し、クツペロン溶液 10 ml を加え、かるく 2~3 回振りまぜて、Fe および Ti の沈澱を生成させたのち、エーテル 80 ml を加え 1 mn はげしく振りまぜ、Fe および Ti を完全に抽出する。しばらく静置して溶液が 2 層に分離したら、下層の水溶液をビーカーにとり、この溶液に KCN 溶液 10 ml 蔗糖溶液 1 ml および Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液 2 ml を加える。つぎに NaOH 溶液を加えて pH を 11~12 に調節し約 2mn 約 80°C で加温したのち冷却する。ムレキサイド 0.05~0.1 g を加え、EDTA 標準液で滴定し、溶液が赤色から紫色に変色した点を終点とする。この滴定で消費した EDTA 標準液量を A ml とし、つぎの式によつて CaO 量を算出する。

$$\text{CaO}\% = \frac{A(\text{ml}) \times 0.07010}{\text{試料}(g)}$$

##### 2) MgO の定量

操作: T.Fe および TiO<sub>2</sub> を定量したあとの残りの溶液から、正確に 10 ml を分取する。以下 CaO の定量の場合と同様に処理し、Fe および Ti を抽出分離する。下層の水溶液をビーカーにとり、この溶液に KCN 溶液 10 ml を加える。つぎに NH<sub>4</sub>OH (1+1) を加えて、pH を約 10 に調節し、約 2mn 約 80°C で加温したのち冷却する。EBT 溶液 3~4 滴を加え、EDTA 標準液で滴定し赤色より青色に変色した点を終点とする。この滴定で消費した EDTA 標準液量を B ml とし、つぎの式によつて MgO 量を算出する。

$$\text{MgO}\% = \frac{\{B(\text{ml}) - A(\text{ml})\} \times 0.05040}{\text{試料}(g)}$$

#### IV. P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> の定量

砂鉄およびチタン鉄鉍中の P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> の含有量はおおむね 0.1% 内外で、あまり問題とはならないが、砂鉄より低 P 鉄を製造する場合などは、定量を必要とすることがある。著者はモリブデン青による光度法によつて P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> の定量を行つた。

本法では、前述のように P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> は SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> および Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を定量したあとの残りの溶液から定量するので、この場合共存する Si および Cr が妨害となる。

As が存在すればこれも当然妨害となる。V は多量に共存すれば有害であるが、砂鉄あるいはチタン鉄鉱中に含有される程度では後述するように影響がなかつた。したがって、あらかじめ Si, Cr, As などを除去するか、無害な形態としておくことが必要である。よつて著者がさきに本誌に発表<sup>7)</sup>した鉄鋼中の P の光度定量法を本法に応用した。

すなわち、試料溶液に Fe 溶液および HClO<sub>4</sub> を加えて加熱し、HClO<sub>4</sub> 白煙を発生させ、Cr を含有する場合は HCl (一般にはこの場合 NaCl を使用しているが、NaCl 中には P を含有していることがあるので、NaCl の使用はさけた。) によつて Cr を揮散させる。つぎにこれに Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> を加えて Fe および As を還元する。(As<sup>5+</sup> はモリブデン酸塩によつて呈色するが、As<sup>3+</sup> は呈色しない。)そしてこれにモリブデン酸塩および SnCl<sub>2</sub> を加えて P を呈色させて光度定量する。

なお、Fe 溶液を加えたのはさきの報告<sup>7)</sup>でも検討したように、P の呈色を安定させるためである。

以上のように本法の場合の操作条件は鉄鋼の場合に準じて規定したので、これについての検討は省略し、定量方法と合成試料による実験結果のみを記述する。

### 1. 試薬および装置

HClO<sub>4</sub> (60%) 特級

Fe 溶液: 電解鉄 1g を HCl (1+1) 20 ml および HNO<sub>3</sub> (比重 1.38) 2 ml で分解し、水を加えて 1 l とする。

Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> 特級

NH<sub>4</sub>OH (1+1) 1 級

HCl (比重 1.18) "

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1+5) "

モリブデン酸塩溶液 (5%): 特級 (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub> · 4 H<sub>2</sub>O 5g を水 100 ml に溶解する。

NaF 溶液 (5%) 1 級

SnCl<sub>2</sub> 溶液 (10%) および P 標準液は鉄鋼中の P 定量方法<sup>7)</sup>に準じて調製する。

光度計は前第 2 報 SiO<sub>2</sub> 定量の場合と同じ石英板光電光度計を用い、石英板は主波長 660mμ, 液ソウは 2.5 cm のものを使用した。

### 2. 分析操作

SiO<sub>2</sub> その他を定量したあとの残りの溶液から 50 ml をビーカーに分取し、HClO<sub>4</sub> 10 ml および Fe 溶液を Fe として 0.1 g 相当量加え、加熱濃縮して HClO<sub>4</sub> の濃厚な白煙を発生するにいたらせる。Cr を含有する場合は HCl を少量ずつ加えて Cr を揮散させる(備考 1)

塩類が析出する程度まで冷却したのち、温水 60 ml (備考 2) を加え塩類を溶解させる。これに Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> 0.5 g を加え、ふたたび加熱し Fe その他を還元させ、2~3 mn 煮沸する。10~20°C に冷却したのち、NH<sub>4</sub>OH を滴加し少量の Fe(OH)<sub>2</sub> の沈デンを生ずる程度まで中和する。これにただちに H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 8 ml を加え沈デンを溶解したのちモリブデン酸溶液を加え、よく振りまぜる。2mn 後 100 ml メスフラスコに入れ、水を加えて液量を約 85 ml とする。これに NaF 溶液 10 ml および SnCl<sub>2</sub> 溶液 0.05 ml を加えたのち水を標線まで加える。ただちにこの溶液の一部を液ソウに採り、光度計を用いて吸光度を測定し、あらかじめ作製してある検量線(備考 3)より P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 量を求める。

### 備考

1. HCl の使用量は 1 ml 程度を標準とする。
2. 多量の沈デンを認めた場合は、温水 30 ml を加えて塩類を溶解し、口過、洗浄後液量を 60 ml とし、以下本文の操作による。
3. 検量線の作製: P 標準液の種々の量をビーカーにとり、これに Fe 溶液 (Fe として 0.1 g 相当量) を加え、以下上記の分析操作にしたがつて処理し、吸光度を測定し P 量と吸光度との関係曲線をえがく。

### 3. 合成試料による P の定量

MnO の定量のさいの実験において、Fe, Ti, Ni などの沈デンを遠心分離器で分離したあとの溶液の一部に P 標準液、V 溶液その他を加えて、これを上記の分析操作にしたがつて処理し P を定量した。

この結果は Table 3 にみるように、理論値とひとしい結果が得られ、本法によつて P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> の定量が可能であることがたしかめられた。

また試料を Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> で溶融し、融塊を温水で溶解し、沈デンを分離すれば、P は完全に溶液中に入ることは、すでに著者の別の報告<sup>8)</sup>においてたしかめられている。

Table 3. Determination of P by recommended procedure.

P taken (mg)	Elements added	P found (mg)
0.05	V <sup>5+</sup> 0.1mg	0.05
	Cr <sup>6+</sup> 0.5mg	0.05
	As <sup>5+</sup> 0.5mg	0.05

### V. 実際試料の分析例

本法によつて砂鉄の全分析を行つた結果の 1 例を Table 4 に示す。試料は青森県下北地方のものである。これをもつてもわかるように、標準法による分析値とよく

一致し良好な結果が得られている。

なお、この外の成分ではSを燃焼法によつて定量を行っているが、これについては報告を省略する。

Table 4. Comparisons of results by standard and recommended procedures on sand iron.

Elements	Recommended procedure (%)	Standard procedure (%)
Total Fe	55.53 } 55.55 } 55.54	55.57
FeO	29.87 } 29.87 } 29.86	29.90
SiO <sub>2</sub>	2.75 } 2.75 } 2.75	2.80
MnO	1.24 } 1.26 } 1.25*	1.23
	1.23 } 1.25 } 1.24**	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.47 } 1.44 } 1.46	1.45
CaO	1.08 } 1.05 } 1.07	1.10
MgO	3.14 } 3.15 } 3.15	3.15
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.035 } 0.039 } 0.037	0.038
TiO <sub>2</sub>	13.17 } 13.20 } 13.19	13.15
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.40 } 0.41 } 0.41	0.39
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.00 } 0.00 } 0.00	0.00

\* Photometric method.

\*\* Volumetric method.

## VI. 結 言

砂鉄およびチタン鉄鉱の簡易、迅速な分析方法について研究し、FeOを除き1個の試料からほとんど全成分を定量する方法を確立した。

すなわち、試料をNa<sub>2</sub>O<sub>2</sub>で溶融し、融塊を温水で溶解したのち、遠心分離器によつて迅速に沈澱と溶液を分離し、沈澱からはT.Fe, TiO<sub>2</sub>, MnO, CaOおよびMgOを定量した。また溶液中からはSiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>およびP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を定量した。定量方法はEDTA滴定法、光度法、その他新しい方法や著者の考案になる方法を多く利用して、操作の迅速化と簡易化をはかつた。そして従来の分析法に多く用いられる口過による沈澱の分離は、時間を要し、かつ誤差の原因ともなるので極力さけた。したがつて、分析所要時間は従来の標準法に比して、いちじるしく短縮されたが、正確度においてはTable 4にみるように遜色のない結果が得られている。(昭. 33—5—16日寄稿)

### 文 献

- 1) 若松茂雄: 鉄と鋼, 44(1958)1197~1203  
若松茂雄: 鉄と鋼, 44(1958)1288~1293
- 2) 日本工業規格: JIS, G 1213 (1953)
- 3) N. H. Furman, W. B. Mason, S. Pekola: Anal. Chem., 21 (1949) 1325
- 4) J. S. Fritz, M. J. Richard, A. S. Bystroff: Anal. Chem., 29 (1957) 577
- 5) R. S. Beckurith: Chemistry and Industry (1954) 663
- 6) 若松茂雄: 分析化学, 6 (1957) 295
- 7) 若松茂雄: 鉄と鋼, 43 (1957) 1325
- 8) 若松茂雄: 分析化学, 6 (1957) 579