

猶この方法を (a) 圖の Austempering と比較すれば、特殊鋼の Austempering と見做す事が出来る。唯前者に於てはマルテンサイト變態を避ける事を目的とするに對し、後者に於ては Ar' を防止するを主眼とした點に根本的な差異がある。

VI. 結 言

等温變態に就て變態曲線、結晶核に關し稍理論的な考察を試み、これより相加則を導き S 曲線と冷却曲線との關係

を吟味した。

S 曲線圖上に冷却曲線を畫く方法は理論的には正確ではないが、非常に簡潔的であり、これを簡便法と考へれば實際に應用する上で實用的價値が大である。

更にこの方法より導かれる二三の應用即ち直接焼鈍、偏析と白點との關係、質量效果、Austempering、特殊熱處理法等に就て論述した。

各個の特殊鋼に就ては續報で報告する事とする。

沃素法に依る海綿鐵中の酸化鐵の分離定量法

(日本鐵鋼協會第 25 回講演大會講演, 昭. 16. 4)

山 田 孝 一 *

ON THE DETERMINATION OF IRON OXIDE IN SPONGE IRON BY IODINE METHOD

Kōiti Yamada

SYNOPSIS:—Heretofore the analysis of the iron oxide contained in sponge iron has been conducted in general by the “mercuric chloride method”, which consists in first dissolving the metallic iron in the mercuric chloride solution; then eliminating the metallic mercury in the residue with alcoholic solution of iodine or chlorine gas and finally determining the residual iron oxide.

The present method tried by the author is that of dissolving the metallic iron in the aqueous iodine solution instead of mercuric chloride solution, determining the iron oxide in the residue, and comparing the result with that obtained by the abovementioned method. The result agreed satisfactorily with the mercuric chloride method, which had been recognized to be the most accurate, and showed that the iron oxide may be determined simply and precisely by the present method.

I. 緒 言

現下鐵鋼生産擴充に加へて屑鐵の輸入杜絶に依る資材の確保對策としても益海綿鐵の生産が重要となつて來たのである。海綿鐵の製造法の相違又は原料鑛石に依る製品の品位は區々であつて、製品としての分析は勿論、製造上に於ては還元状態を知り、その改良を計り優良なる製品を得る爲にも又分析が必要缺く可からざるものとなるのである。

従來海綿鐵の如く共存する酸化鐵及び酸化第二鐵に影響なく金屬鐵の溶劑としては、鹽素 臭素、沃素のハロゲン法、鹽化第二水銀、鹽化第二鐵、鹽化銅アンモン、鹽化銅カリ、硫酸銅等の中性鹽法が考へられるが、金屬鐵のみの定量法としては Wilner 及び Merck の鹽化第二水銀法、即ち昇汞法が古くから多くの人々に依り種々なる方法と比

較検討され、1938 年に於ても F. Petzold¹⁾ が昇汞法の比較研究を試みてゐるが他に良法がなく、一般に標準法の如く同法が用ひられてゐるのである。一方酸化鐵の分離定量法として適用されてゐるものは田澤敏次郎氏²⁾ の昇汞—沃素法、F. Kaufman³⁾ の昇汞法と醋酸鹽—臭素法、N. I. Stognii⁴⁾ の昇汞—鹽素法とも言ふ可き方法が發表されてゐる。其他沃素發生法、酸化法等の提案が有るが餘り用ひられてゐない。主として昇汞が海綿鐵の分析法にも重用されてゐるが、現在水銀劑の入手困難なる際、これに代る方法を研究する必要があり、沃素法に依る海綿鐵中の酸化鐵の分離定量法を試みたのであるが、1940 年 11 月の Blast Furnace and Steel Plant に “Oxide Analysis in Iron Ore Reduction Problems” の論文が T. L. Joseph 教授⁵⁾ 等に依り沃素法に依る分離定量法が發表されてゐるが、酸化第一鐵の定量法を異にし、且他法との比較もなく何等分析上得る處はないが、今後の海綿鐵或は共

* 住友金屬工業株式會社

存する金屬鐵及び酸化鐵の分離定量に沃素法の適用を指示するもので無いかと思はれるのである。

II. 基礎的の實驗

1. 炭素鋼をもつて各溶剤の溶解時間の比較測定

昇汞法に於ては金屬鐵と置換析出する金屬水銀或は鹽化第一水銀の爲に沃素法に比し一層完全なる溶解の見分が困難にして、炭素鋼の削屑各 0.5g を採り各溶解時間を比較測定し實驗に對する溶解時間の基とした。所要時間は第 1 表に示す如くである。

第 1 表 炭素鋼 0.5g を各種溶媒を以て溶解するに要する時間の比較

溶解法或は溶媒	溶媒の使用量	溶解所要時間	所方	法
第二鹽化水銀法	$\begin{cases} HgCl_2 & 3g \\ H_2O & 20cc \end{cases}$	~20mn	90°CのCO ₂ ガス中に保持、沸騰を避ける	
沃素法	$\begin{cases} I_2 & 3g \\ H_2O & 10cc \end{cases}$	~60mn	CO ₂ ガス中に保持水冷する	
沃素の 10% アルコール溶液	30cc	~5h	同	上
10% 硝酸	30cc	~30mn	冷水で冷す	

炭素鋼成分 0.65% C, 0.19% Si, 0.55% Mn, 0.015% P, 0.021% S

實驗に用ひる海綿鐵は 100 メツシの粉末試料にして、昇汞法は 30~40mn, 沃素法は 1.5~2h, 沃素のアルコール溶液は約 6h とし、溶液は時々振盪して溶解した。

2. 沃素を用ひる金屬鐵の溶解法と残渣の洗滌法

金屬鐵の溶剤として沃素は古く 1868 年 V. Eggertz が沃素と水のみをもつて炭素鋼に用ひたのが最初で 1928 年 F. Willems⁶⁾ の改良法として沃素のアルコール溶液、1933 年 T. R. Cunningham 及び R. J. Price⁷⁾ の沃素の沃化第一鐵溶液に加水分解防止の爲これに枸橼酸アンモンを添加したもの、其他沃素の沃化カリ溶液、或は 1937 年 W. A. Hare 及び Gilbert Soler⁸⁾ の電解溶液として沃素の沃化マグネシウム溶液等があるが、沃素以外の多量に含まざるものを選び、沃素と水に枸橼酸アンモンの少量を加へたものと、沃素のアルコール溶液とをもつて實驗を試みた。

沃素の沃化第一鐵溶液の金屬鐵の溶解時間は沃素と水を用ひたものと略々同様である。

沃素と水を用ひる溶解法に於て終りに加温せるものもあるが約 70°C にて 5~10mn 保ちたるものと加温せざるものとの差は結果に現はれなかつたが、非常に古い試料にして既に金屬粒の一部が錆又は酸化膜に覆はれてゐるものは沃素法の適用は困難で、前記の如く加温をなすも溶解の促進は可成り時間と共に増加を認め得るも不完全である。

溶解中の雰囲気についても空氣中にて、炭酸ガス又窒素ガス中にて處理されてゐるが、總て炭酸ガス中にて溶解する事とした。

溶解の最初は沃化鐵の生成熱の爲に温度が上昇し、その冷却法にも容器を氷塊中に保つもの、氷-水に依り、或は流水中にて又は單に冷水中に保ちて冷却の方法が講じられてゐるが 0.5g 程度の試料では溶解の初め數分間は流水中にて振盪したる後、冷水中に保ち時々振盪すれば充分である。

沃素のアルコール溶液を用ひて實驗したるものは第 1 表の如くその作用緩慢で 6h 後の残渣中にも金屬鐵の少量が残り沃素法に比し酸化第一鐵の鐵及び酸化鐵中の鐵含量が共に高く、海綿鐵の如き残渣の多い試料にありては不適當であらうと考へられるが、より長い浸漬に依るか、高い品位の海綿鐵に適用すれば好結果を得るのではないかと思はれる。

残渣の洗滌剤としては、水又は温湯のみに依つてゐるものがあるが、多くは 2% 枸橼酸アンモンの溶液を洗滌剤としてゐる。

實驗の初めは枸橼酸アンモンを洗滌剤として用ひたが、洗滌の際數回の實驗共濁濁を生じたので、2% 酒石酸アンモンの冷溶液にて洗滌した後冷水にて洗滌することとした。前記⁴⁾は昇汞法の残渣を 5% 酒石酸アンモン溶液にて鐵鹽を洗滌し、又⁸⁾は沃素の沃化マグネシウム溶液の残渣を 5% 酒石酸ソーダ溶液にて洗滌し、F. W. Scott の枸橼酸鹽の推賞を酸化マンガが枸橼酸鹽に溶解するやうに思はれると言つてゐる。

要するに處理の操作は炭酸ガス中で、沃素と新しく煮沸せる冷水に酒石酸アンモン又は枸橼酸アンモンの少量を加へ容器は流水中又は冷水中にて振盪しつゝ 1.5~2h 保つて溶解した後濾紙又は石綿を用ひて濾過し残渣は 2% 酒石酸又は枸橼酸のアンモン鹽の冷溶液にて沃化第一鐵を洗滌した後冷水にて洗滌する。詳細は後述の沃素法に依る海綿鐵分析法に於て記す。

金屬鐵の含有量が少い場合は沃素の過剰が其儘残るから沃化カリの小結晶を加へて溶解する。金屬鐵の多量の場合は生成する沃化第一鐵が溶媒となつて沃素を過剰に溶解するから、一定量以上を加へる必要は無く、何れの場合にも沃素の一定量を秤量瓶に秤り數回に分つて加へた方が良く、理論的には金屬鐵 1 に對し沃素は 4.6 倍であるが、一般に 5~6 倍量を用ひてゐるやうである。この實驗に於ても 0.5g の試料に對し 3g を用ひることとした。

3. ラインハルト氏試薬を添加して鹽酸溶液中の第一鐵鹽を規定 $KMnO_4$ 溶液にて滴定する際の稀釋容量に就て

一般に酸化鐵の溶劑としては鹽酸が用ひられてをり、従つて鹽酸溶液中の第一鐵鹽を $KMnO_4$ 溶液にて滴定することが、最も簡単な方法である。滴定溶液の稀釋度に就ては標準分析法に於ては、鹽酸溶液を 5cc に濃縮しこれを 400cc に稀釋し、ラインハルトは 6N 鹽酸の 15cc を含む溶液を 300cc とし、Wilner 及び Merck は 200cc とし、少きは 150cc を全容量とし多きは 600~700cc を全容量としてゐるが、單に鹽酸のみに依つて $KMnO_4$ を分解するものにあらすして、存在する第一鐵鹽に影響する事は既に Treadwell 及び Hall の "Analytical Chemistry" (Vol. II) 等にも説かれてゐるが、之等を考慮して、海綿鐵 0.5g 中に含む FeO の Fe を約 30% と假定し第 2 表の比較試験を行ひ 250cc を酸化第一鐵中の鐵定量の際の稀釋容量と定め 300cc の分解フラスコを其儘滴定に用ひる事とした。

第 2 表 $KMnO_4$ 溶液を用ひた鹽酸溶液中の第一鐵鹽の滴定

No.	$FeSO_4$ 溶液の量 cc	HCl (1:19) 添加量 cc	Reinhardt 氏試薬 添加量 cc	稀釋量 cc	$KMnO_4$ 溶液 所要量 cc	滴 定 量 Fe g
1	10.0	0	0	100	14.55	0.1625
2	10.0	5	30	250	14.55	0.1625
3	10.0	10	30	250	14.55	0.1625
4	10.0	15	30	250	14.55	0.1625
5	10.0	20	30	250	14.60	0.1631

硫酸第一鐵溶液は $FeSO_4 \cdot 7 H_2O$ の 40g を水及び H_2SO_4 (1:1) 約 50cc 加へて溶解し 500cc に稀釋し、各 10.0cc を採り、鹽酸の添加量を順次増加して規定 $KMnO_4$ 溶液 (1cc = 0.01117g Fe) にて滴定比較したるものにして、鹽酸 10cc をもつて分解定量する酸化第一鐵の定量には何等の危険のない事を確めたが常法としては勿論標準分析法に従ひ 400cc に稀釋滴定するを可とす。

4. 粉末試料の安定性其他に就て

100メツシの粉末試料を 100~105°C に於て 1h 加熱し冷却後秤量し、再び加熱し同様の操作を繰返し秤量す。次に 24h 後乾燥器中に保ちたるものを秤量したるに、最初第 1 回の乾燥後の重量に變化なく、100°C に於ける數時間の加熱、或は乾燥器中に於て數日の内に重量に變化を及ぼす事はないが、酸化第一鐵定量後約 2 週間を経過したる試料の B 海綿鐵中粒につき再分析を試みたるに金屬鐵に殆ど變化なく、酸化第一鐵の鐵量が約 2% 減少し、酸化第二鐵

の鐵量が 2% 増加してゐた。分析試料は新しいものに依る事が最も大事である。

金屬鐵分離後の殘渣の組成は主として FeO, Fe_2O_3, SiO_2 等であるが、同時に同一試料の二つの殘渣を一つは直ちに酸化第一鐵を定量し、他の一つは 30mn 空氣中に放置して定量したるに前者と同様の結果であつた。操作中に於ける殘渣の變化はその組成にも依るが、成る可く空氣に觸れぬやう手早く處理すれば無視してよい程度であらうと思ふ。

次に昇汞を用ひない方法として沃素法の他に酸化法の實驗を試みた。粉末試料を 800~850°C にて酸素氣流中に於て金屬鐵及び酸化第一鐵を總べて酸化第二鐵に變化せしめその増量より鐵量を求める方法であるが、金屬鐵 50% 前後のものにては 0.5g の試料に對し 150cc/mm の酸素氣流中に於て約 850°C にて 1h 加熱すれば 1 回で充分である事が數回の實驗で分つた。2 $FeO \cdot SiO_2$ 及び Fe_3O_4 の一部は酸化されないと言はれてゐるが之等の補正を加へても金屬鐵の量は昇汞法、沃素法に比し遙かに低く、補正の因子が他にあるやうに考へられるので、この溫度に於て影響するもの、C, S 其他燃焼したるもの及び含んでゐるガス等が問題となつてくるのであるが C はこの溫度に於て完全に燃焼し S は約 40% が常に燃焼してゐる事が分つたが、大して酸素の増量に影響はなかつた。800~850°C に於て窒素ガス中に於てその減量を定量せんと試みたが結果は遺憾ながら満足し得るものでなかつた。

前記の加熱溫度に於ける眞空中の抽出ガスの定量を試みたるも因子を發見するに至らず、従つて酸化法の實驗は中止したが第 3 表の如きガスを含む海綿鐵を發生するガスを水素と見做し金屬鐵に換算定量する所謂水素發生法の適用が餘り用ひられてない所以であらうと思はれる。

第 3 表 800~850°C 眞空抽出ガス成分(cc/100g)

試 料	CO_2	CO	H_2	N_2
中等粒度の B 海綿鐵	96.96	17.86	38.60	1.96

以上の基礎的實驗は殆ど B 海綿鐵中粒を 100メツシの粉末試料として試みたものである。

III. 沃素法に依る海綿鐵の分析法

1. 海綿鐵中の酸化第一鐵の鐵定量法

粉末試料 0.5g を炭酸ガスで置換せる乾燥 100cc 三角フラスコに採り、10cc の 2% 酒石酸アンモン溶液又は枸橼酸アンモン溶液と 3g の沃素を 2~3 回に分けて加へ、金屬鐵の多い時は一度に加へて直にゴム栓をなし流水中に

て振盪しつゝ數分間冷却した後冷水中にて時々振盪を續け1.5~2分保ち過剰の沃素が存在する時は沃化カリの結晶を少し加へて溶解し、器壁を冷水で洗ひ落とし、濾紙を用ひずグーチ氏ルツボの濾過板の10mmのものを漏斗に嵌め、硝子綿を3~5mmに切斷したものを薄く敷きその上に鹽酸にて煮沸、處理水洗したる石綿の少量を重ねて濾過す。濾過に時間を要するやうなれば吸引器を使用する。フラスコ及び残渣は2%酒石酸又は枸橼酸のアンモン鹽溶液にて洗滌した後、煮沸せる冷水にて洗滌し、濾液は貯藏して沃素の回収に備へる。

残渣は炭酸ガスにて置換せる300cc分解フラスコ中に石綿等と共に移し、漏斗に附着せる残渣は水にて洗ひ落す。完全に洗ひ移し得ざる時は少量の石綿をもつて拭ひ、フラスコ中に加へる。炭酸ガスを通じつゝ強鹽酸約10ccを加へて加熱溶解せしめ、冷却後、ラインハルト氏試薬の30ccを加へ250ccに稀釋し、規定 $KMnO_4$ 溶液で滴定し酸化第一鐵中の鐵量を定量す。

空試験として同量の硝子綿及び石綿を分解フラスコに入れ水を加へて炭酸ガスを通じつゝ強鹽酸約10ccを加へ數分間煮沸した後冷却し、ラインハルト氏試薬の30ccを加へ、全容を250ccとし、規定 $KMnO_4$ 溶液にて滴定したるに石綿等に依る $KMnO_4$ 溶液の消費はなかつた。

操作中の水は酸化の恐れ有る場合は總べて新しく煮沸せる冷水を使用し以下の分析操作に於ても同様である。

2. 酸化鐵中の鐵含量の定量法

試料は0.5gを採る。濾過する迄の操作は全く前記(1)の分析法の通りであつて、濾紙にて濾過し、酒石酸アンモン又は枸橼酸アンモンの洗滌液、次に冷水にて順次に洗滌し残渣は白金或は磁製ルツボにて焼き濾紙を灰化し、残れる酸化鐵を強鹽酸の10~20ccに溶解し、過剰の鹽酸を靜かに蒸發し液量を約5ccに濃縮し器壁を熱湯にて洗ひ落とし直ちに鹽化第一錫溶液にて還元し、昇汞飽和溶液の5ccを一度に加へ振盪し過剰の第一錫鹽を酸化し、これにラインハルト氏試薬の30ccを加へ、炭酸ガスにて置換せる三角フラスコに煮沸せる冷水にて洗ひ移し、全容を400ccに稀釋し、規定 $KMnO_4$ 溶液にて滴定し酸化鐵の鐵含量を定量す。

3. 全鐵量の定量法

試料0.5gを長形400ccピーカーに採り、鹽酸に溶解し、標準分析法の鐵鑽石鐵分析法に準じて處理し、還元後の溶液は炭酸ガスにて置換せる三角フラスコに新しく煮沸

せる冷水にて洗ひ移し全容量を400ccに稀釋し規定 $KMnO_4$ 溶液にて滴定し全鐵量を定量す。

IV. 昇汞法と沃素法の比較

一般昇汞法に於ても Wilner 及び Merck の操作と同様ではなくこの實驗にても處理溶解後の溶液は分液法に依らず濾過、洗滌をなし全溶液の滴定をなし定量した。

試料0.5gを炭酸ガスにて置換せる乾燥100cc三角フラスコに採り、昇汞3gを加へて良く混合し水約20ccを加へて炭酸ガスを通じつゝ約90°Cに加熱し、煮沸の繼續する事を避け、時々振盪し30~40mm保ち、冷却後器壁を冷水にて洗ひ落とし濾紙又は石綿をもつて、炭酸ガスにて置換せる300cc三角フラスコ中に濾過し冷水にて充分洗滌し濾液にラインハルト氏試薬の30ccを加へ約250ccに稀釋し規定 $KMnO_4$ 溶液にて滴定し金屬鐵を定量す。

濾過より滴定終了迄に要する時間は約15~20minにして、東洋濾紙 No. 3 と吸引器を用ひざる石綿に依る濾過時間又は定量の結果に差はなかつた。

金屬鐵に對する昇汞の所要量は理論的には鐵1に對し昇汞約4.9倍にして Wilner 及び Merck は6倍、Ludwig Weiss⁹⁾は5倍の昇汞を用ひたものが良く其他溶解の條件を報告してゐるが、一般には6~10倍量の昇汞が用ひられてゐる。この實驗に於ては總べて試料の6倍量を用ひたが、金屬鐵の含有量に依つては10倍以上に及ぶものがある。金屬鐵91%のものについて昇汞9.6倍量と10倍量を用ひた結果は同様であつた。

昇汞法に依る残渣中の酸化鐵と金屬水銀の分離法は田澤氏の昇汞-沃素法に準じて定量したが水銀溶解後の残渣は石綿をもつて濾過し、沃素法に依る酸化第一鐵の鐵定量法の如く處理定量した。

第4a表 鹽化第二水銀法に依つて定量された金屬鐵%

試料	1	2	3	4	5	6	7	平均
中等粒度のB海綿鐵	36.41	36.41	36.52	36.34	36.45	36.45	36.45	36.43

第4b表 沃素法に依つて定量された FeO 中の鐵量

試料	1	2	3	平均
中等粒度のB海綿鐵	23.57	23.68	23.57	23.61

第4c表 沃素法に依つて定量された $FeO+Fe_2O_3$ 中の鐵量%

試料	1	2	3	平均
中等粒度のB海綿鐵	30.16	29.93	29.93	30.01

第4d表 全鐵量%

試料	1	2	平均
中等粒度のB海綿鐵	66.41	66.41	66.41

第4e表 昇汞法と沃素法で定量した中等粒度B

海綿鐵の鐵量の比較%

方法	全鐵量	金屬鐵量	FeO+Fe ₂ O ₃ 中の鐵量	FeO中の鐵量	Fe ₂ O ₃ 中の鐵量
昇汞液	66.41	36.43	—	23.63	6.35
沃素液	—	36.40	30.01	23.61	6.40

第5表 兩法に依る S-1 海綿鐵の結果比較%

方法	全鐵量	金屬鐵量	FeO+Fe ₂ O ₃ 中の鐵量	FeO中の鐵量	Fe ₂ O ₃ 中の鐵量
昇汞液	81.82	53.42	—	25.58	2.82
沃素液	—	53.42	28.40	25.70	2.70

第6a表 昇汞法に依つて定量した S-2 海綿鐵中の金屬鐵%

試料	1	2	3	4	5	平均
S-2 海綿鐵	93.99	94.44	94.22	94.22	93.77	94.13

第6b表 兩方法に依る S-2 海綿鐵の結果比較%

方法	全鐵量	金屬鐵量	FeO+Fe ₂ O ₃ 中の鐵量	FeO中の鐵量	Fe ₂ O ₃ 中の鐵量
昇汞液	96.47	94.13	—	—	—
沃素液	—	94.44	2.03	1.80	0.23

第4及び第5表の昇汞法と沃素法の比較に於て金屬鐵、酸化鐵共略満足す可き結果を得たるも第6a表の昇汞法に依る金屬鐵に於ては結果の示す如く稍一致を缺くものあり、多量の第一鐵鹽を含む溶液の濾過、洗滌の操作中に生ずる酸化に基くものと考へられるが、これに關しては小柳勝藏氏¹⁰⁾外2氏に依り、硫酸第一チタンの規定液をもつて、ロダン鹽を指示藥として第二鐵鹽を還元定量して居られる。同氏等に依れば94.93%の金屬鐵が約0.85%低く出ると報告されてゐる。勿論濾過、洗滌の操作に要する時間に依つて結果に影響する事が大であらうと思はれる。

沃素法に依れば、多量の金屬鐵を含む場合は残渣としての酸化鐵の量が減少し、操作容易にして、金屬中の不純物を定量する常法の如く、より多くの試料を採取し得て精度を高め、間接法による金屬鐵なれば補正の要もない。

V. 海綿鐵の粒の大きさに依る金屬鐵等の差異

第7表 3種の粒度を有するB海綿鐵の分析結果

粒度	粒の寸法	全鐵量 %	金屬鐵量 %	FeO %	Fe ₂ O ₃ %
粗	~25mm	73.62	17.21	57.16	16.65
中	~12mm	67.85	36.40	30.37	9.15
細	~7mm	73.55	48.92	26.81	2.15

粗粒より細粒に金屬鐵が増加し酸化鐵は夫々減少してゐる事は第7表の如くであつて還元に依る相違であるが、最も重要なるは鐵鋼資材として適否を決定する分析試料の採

取法にして、如何に正確なる分析の結果も實際の品位と遙かに違つた成分を示す恐れがこのやうな粒の種類に依つては生じ得るから試料採取上特に注意を要す。

VI. 結 論

一般に正確と認められてゐる昇汞法に比し、沃素法を確めた。硫酸銅法の如く含有金屬鐵の量に依り結果に影響を及ぼすことなく、廣範圍の組成の海綿鐵或は共存する金屬鐵中の酸化鐵の分離定量に適用し得る。

本法は操作極めて簡單にして特殊な装置、準備を要せず日常如何なる分析室に於ても使用の規定液及び一般試藥器具をもつて成し得ること、尙同一試料に依る酸化第一鐵及び酸化第二鐵の定量法等も考へられるが、沃素は容易に回收し得るし、各個の定量に於ても大して時間を要せず、なるべく複雑なる操作を避けたのである。

粒の種類に依る金屬鐵等の成分に相違の有る事を認め分析試料採取上の注意をした。

本實驗は多忙の内に而も早急に試みたものであつて今後改良、研究を要する點もあらうと思はれるが、現在昇汞入手極めて困難な時にあたり、これを用ひない分析方法の一つとして沃素法に依る海綿鐵の分析法を提案したのである。

終りに臨み實驗の當初に於て、ハロゲン法を提唱され且終始指導にあたられた現副所長柳澤七郎氏に對し厚く感謝の意を表す。

文 獻

- 1) F. Petzold, Arch. Eisenhüttenwesen, **12** (1938) 237.
- 2) 田澤敏次郎, 日鐵八幡製鐵所研究所研究報告 Vol. XIII, No. 1.
- 3) F. Kaufman, Chem. Ztg., **57** (1933) 122.
- 4) N. I. Stognii, Chem. Abstracts, **34** (1940) 45.
- 5) T. L. Joseph, F. W. Scott and M. H. Kalina, Blast Furnace and Steel Plant, **28** (1940) 1073.
- 6) F. Willems, Arch. Eisenhüttenwesen, **1** (1928) 655.
- 7) T. R. Cunningham and R. J. Price, Indust. and Eng. Chem. (Analyt. Ed.), **5** (1933) 27.
- 8) W. A. Hare and Gilbert Soler, Metals and Alloys, **8** (1937) 169.
- 9) Ludwig Weiss, Z. anal. Chem., **98** (1934) 397.
- 10) 小柳勝藏, 須藤敏男, 出澤義治, 大日本窯業協會誌, **48** (1940) 317.