臭素並びに沃素メタノールによる鉄の溶解*

大 倉 与 三 郎**

Yosaburo Okura: Comparison of Dissolution of Iron with Methanolic Bromine and Iodine (Separation and Determination of Oxide Inclusions in Plain Carbon Steel with a Methanolic Bromine Solution, 2nd Report). The methanolic bromine technique, proposed in the previous report, is studied further in comparison with the methanolic iodine method in this report. The results obtained show that for the dissolution of the iron matrix, the iodine method, when applied to an iron sample at 60°C as well as at ordinary temperature, suffer from the influence of air and water seriously, whereas the bromine method does not. Stirring for thirty minutes to an hour and a half, after the matrix is entirely dissolved, brings stable results on the residue analysis by bromine as well as iodine method, except that at 60°C, the bromine method gives more or less decreasing values with prolongation of the treating time.

(Received October 16, 1959)

I. 緒 言

前報⁽¹⁾では臭素メタノール(Br-MeOHと略記する)溶解法を提案し、その鉄を溶解する際の反応をしらべたが、本報ではこれを、従来までに知られている非金属介在物分離定量法中で最も簡易で精度も高いと考えられる、沃素メタノール(I-MeOHと略記する)法と、それぞれ常温および60°に保つての溶解中に、水および空気の影響を比較し、次いで溶解攪拌時間の長短の影響についても比較検討を行うことにする。

II. 空気および水による影響

I-MeOH 溶解では、空気が混入すると一旦溶けた鉄マトリクスが酸化されて oxyiodide となつて析出することは、Willems 以来知られており⁽²⁾⁽³⁾、そのため予め I-MeOH

溶液から空気を除いて窒素で完全に置換しておく必要があり、一般に試料投入前に少くとも精製窒素を常温で30min以上通したり⁽⁴⁾、または窒素を通しつつ沸騰させたり⁽⁵⁾している。

また I-MeOH 溶液では水が混入する場合にも同様な結果を生ずるとされ、その場合の混入する水の量については、0.5vol-% 程度では問題ないともいい⁽³⁾⁽⁶⁾、また一方 Taylor-Austin⁽⁷⁾ は鑄鉄のように多量のリンが存在する試料では、Fe phosphide が分解してまず PI_3 が生じ、これはメタノールと反応して HI を生じ、これがさらに過剰

(2) F. Willems: Arch. Eisenhütt., **1**(1928), 655.

(3) T. E. Rooney: 8th Rept. Heterog. Steel Ingots, (1939), 141.

(4) 小林, 前川: 学振 19 委, No. 4168(1956).

(5) J. E. Garside, T. E. Rooney & J. J. J. Belli: J. Iron Steel Inst., **185**(1957), 95.(6) T. E. Rooney: *ibid.*, **148**(1943), 327.

(7) E. Taylor-Austin: 8th Rept. Heterog. Steel Ingots, (1939), 159.

** 富士製鉄釜石製鉄所研究所

* 臭素メタノール溶解による炭素鋼中酸化介在物の分離定量法(第2報)

(1) 大倉: 本誌, **24**(1960), 237.

のメタノールと作用して CH_3I と H_2O となり、この水が Fe_3P を FePO_4 として沈澱させるとしている。もしこの通りなら、一般の鑄鉄 (3~4% C, 0.4% P 以下) では、この P の全部が当量の水になつても、試料 10 g が 600 mL の I-MeOH に溶けて生ずる水は 0.024 g, すなわち 0.004 vol-% 程度で、水だけについていえば、これは Rooney の実験では無視し得る量にすぎず、両者の結果にはかなり大きな差がある。

また前報⁽¹⁾で述べたように Werner⁽⁸⁾も金属アルミニウムの酸化皮膜の定量的場合、I-MeOH では空気の影響は全然顧慮する必要はないが、水は 1~2 vol-% の添加で AlI_3 が分解して夥しい水和物を沈澱し、しかし Br-MeOH では約 1 vol-% までの水を加えても何の影響もないことを示している。

このように I-MeOH では空気と水の影響を敏感に受けるのであるが、Br-MeOH ではこういうことはない。この点について両方法の比較を行つてみる。

1. 空気吹込みの影響

まず空気の影響について、次のように比較した。電解鉄、鋼、鑄鉄の 5~10 g を試料とし、両方法とも前報⁽¹⁾で述べた標準の操作で処理する他、別に両方法とも次のようにして空気を吹込む。すなわち I-MeOH では、始めにはやはり予め窒素を 30 min 通して空気と置換しておいてから試料を投入し、Br-MeOH では臭素を添加後直ちに、それぞれ乾燥空気 (濃硫酸洗気瓶 3 本と 5 酸化リン塔 2 本を通し) を 100 mL/min 程度の流速になるようにアスピレーターで吸引 (back humidity は濃硫酸で遮断) して通しつつ溶解し、

Table 1 Comparison of the results of Br- and I-MeOH dissolution of iron and Steel under the respective normal conditions and other various conditions.

Sample	Composition	Experimental No.	Dissolving condition	Sample taken (g)	Residue			
					SiO_2 %	Al_2O_3 %	MnO %	FeO %
Electrolytic iron	0.006% C <0.005% Si Al tr.	1	I-MeOH, 200mL/min N_2 , <25°, 2hr	5	0.0065	nil	nil	0.0008
		2	〃, 100mL/min air, <25°, 2hr	5	0.0070	nil	nil	1.14
		3	〃, 〃, 60°, 2hr	5	0.0068	nil	nil	1.32
		4	Br-MeOH, in air, <25°, 1hr	5	0.0060	nil	nil	<0.0005
		5	〃, 100mL/min, air, <25°, 1hr	5	0.0060	nil	nil	0.0008
Steel, 28-5	0.045% C, 0.01% Si, 0.13% Mn, 0.028% P, 0.032% S, 0.38% Al	6	I-MeOH, 200mL/min N_2 , <25°, 2hr	10	0.002	0.013	0.0010	0.0098
		7	〃, 100mL/min air, <25°, 2hr	5	0.003	0.013	0.0011	1.92
		8	Br-MeOH, 100mL/min air, <25°, 1hr	10	0.003	0.012	0.0010	0.0092
Grey cast iron, C R	3.81% C, 1.31% Si, 0.51% Mn, 0.158% P, 0.076% S, 0.005% Al	9	I-MeOH, 200mL/min N_2 , <25°, 2.5hr	10	0.029	0.038	0.25	0.050
		10	〃, 100mL/min air, <25°, 2hr	5	0.024	0.062	0.24	6.26
		11	Br-MeOH, in air, <25°, 1hr	5	0.026	0.034	0.058	0.052
		12	〃, 100mL/min air, <25°, 1hr	10	0.024	0.030	0.048	0.050
Grey cast iron, 2 P 3	4.04% C, 1.20% Si, 0.60% Mn, 0.342% P, 0.068% S, 0.005% Al	13	I-MeOH, 200mL/min N_2 , <25°, 2.5hr	10	0.0086	0.021	0.022	0.082
		14	〃, 100mL/min air, <25°, 2.5hr	10	0.0094	0.020	0.023	4.05
		15	〃, 〃, 60°, 2.5hr	5	0.0088	0.020	0.0088	4.22
		16	Br-MeOH, in air, <25°, 1hr	10	0.0078	—	0.0060	0.048

濾過洗滌して残渣を分析した。

結果は Table 1 に示すように、Br-MeOH ではもともと

(8) O. Werner: Z. anal. Chem., 121(1941), 385.

が空气中溶解であるから、空気を吹き込んでも FeO を始めどの成分にも際立つた差は認められない。しかし I-MeOH では、空気を吹込んだ場合には FeO だけが著しく増している。また I-MeOH では 60° 加温も試みたが、加温による影響はさして大きくなく、やゝ FeO が減少の傾向をみせている。

次に第二段として、これらの濾液にこれ以上は空気は吹込まず、空気飽和のままに密栓し、それぞれさらに 2hr づつ常温で攪拌し、濾過洗滌して残渣を定量した。その結果は Table 2 に示すように、Br-MeOH では濾紙上に全然沈澱の痕跡もなかったが、I-MeOH では再び鉄の沈澱だけ

Table 2 Residues obtained from some of the I-MeOH filtrates in Table 1, stirring them stoppered immediately after the previous filtration, at ordinary temperature.

Filtrate containing	Experimental No. in Table 1	Residue			
		Si %	Al %	Mn %	Fe %
Electrolytic iron	1	nil	nil	nil	tr
	2	nil	nil	nil	0.018
	3	nil	nil	nil	0.011
Steel, 28-5	6	nil	nil	nil	tr.
	7	nil	nil	nil	0.011
Grey cast iron, CR	9	tr.	nil	nil	0.0002
	10	0.0006	nil	nil	0.22

が夥だしく生じ、窒素气流中で試料を溶解した濾液中には、その途中の濾過の際に約 30min 空気と接触したのに、FeO が極めてわずか生じたにすぎない。

これらの結果から、I-MeOH 溶解の際の空気の影響は鉄だけに及び、それも一旦溶けたマトリクスが酸化されて沈

澱するのであることがわかる。たゞその影響は電解鉄や低炭素鋼より、鑄鉄に対して著しいことがわかる。

2. 水添加の影響

両方法とも一率に水 5 mL を加えた。したがって I-MeOH では、試料採取量 5g なら溶剤 300 mL であるから約 1.5 vol-%、10g 採取 (600 mL) では 0.8 vol-%、Br-MeOH では 5g 採取 (100 mL) で 5 vol-%、10g 採取 (200 mL) で 2.5 vol-% に、それぞれ相当している。

I-MeOH では溶剤に 5 mL ずつの水を加えてから、それぞれ窒素を 30 min ずつ通し試料を投入する。結果は **Table 3** に示す通りで、FeO 以外は加温により例外なく低下

に供する。両方の全く同様な濾液のうち一方には、(A) 水 6 mL (約 2 vol-%) を加え、窒素気流を通しつつ、またもう一方は、(B) 水は加えず、乾燥空気を 100 mL/min 程度の流速になるように吸引して通しつつ、それぞれ 2hr 常温で攪拌した。(A) の方では 2hr 攪拌しても何等沈澱は出なかったもので、そのままゴム栓をして一夜放置し、そこで生じた沈澱を濾過した。(B) は始めの 2 hr の攪拌で多量の沈澱を生じたので一旦濾過し、その濾液にはゴム栓をして一夜

Table 3 Comparison of the results of Br-and I-MeOH dissolution of iron and steel samples each added with 5 mL of water.

(for Br-MeOH solution, with 5 g and 10 g samples, approx 5 vol% and 2.5 vol% of water, respectively)

(for I-MeOH solution, with 5 g and 10 g samples, approx 1.5 vol% and 0.8 vol% of water, respectively)

Sample	Taken (g)	Dissolving condition	Residue			
			SiO ₂ , %	Al ₂ O ₃ , %	MnO, %	FeO, %
Electrolytic iron	5	Br-MeOH, <25°, 2hr	0.0062	nil	nil	tr.
	5	I-MeOH, <25°, 2hr	0.0056	nil	nil	4.20
	5	〃, 60°, 2hr	0.0068	nil	nil	3.88
Steel, 28-5	10	Br-MeOH, <25°, 2hr	0.0026	0.014	0.0008	0.010
	10	I-MeOH, <25°, 2.5hr	0.0030	0.015	0.0010	3.88
	5	〃, 60°, 2hr	—	0.018	0.0008	3.60
Grey cast iron, CR	5	Br-MeOH, <25°, 2hr	0.026	0.037	0.0098	0.055
	5	〃, 60°, 2hr	0.030	0.038	0.0062	0.052
	5	I-MeOH, <25°, 2.5hr	0.029	0.038	0.028	6.61
	5	〃, 60°, 2.5hr	0.026	—	0.0098	6.06

しており、また I-, Br- 両方法間の差は、反応温度が同じであれば殆んど差はなく、SiO₂ のみが I-MeOH によつてやゝ高めになつていただけである。

しかし FeO は I-MeOH による方が Br-MeOH による結果の 100 倍前後に増して、水による影響の著しいことを示している。なお I-MeOH では Br-MeOH での FeO 値と比較して考えると、水の添加量が 1.5 vol-% でも 0.8 vol-% でも差はないようである。これに反して Br-MeOH では 5 vol-% の水を加えても全く影響は現われていない。またこの場合にも、濾液にゴム栓をして常温で一率に 2 hr 攪拌してみると、I-MeOH 溶解濾液に限つて 1~5% FeO 沈澱を生じた。いずれも鉄以外の元素は全く含まず、また試料溶解操作を常温で行つたものと 60±2°C 処理によつたものとは差別は認められなかった。

3. I-MeOH 溶解中に生ずる鉄の沈澱について

以上のように Br-MeOH 溶解では空気による酸化も、水による加水分解も起らないが、I-MeOH 溶解では空気、水のいずれによつても明瞭に FeO 値の増大を来すことが判つた。そこで、Br-MeOH とは関係ないが、I-MeOH でこのように多量に生ずる鉄の沈澱の形態について、乾燥空気だけで生ずる場合と、水を添加して生ずる場合との間で、どのような差があるかを見るために、次の実験を行つた。

すなわち電解鉄 5g ずつ 2 ケ取り、I-MeOH 300 mL ずつで常法通り常温で窒素気流中で溶解し、空気との接触をなるべく短かく済ますために、三角ロートで手早く (20 min 以内) 濾過し、洗滌はせず、残渣は棄却し、濾液のみ実験

放置後、生じた沈澱もまた濾過した。以上 3 ケの沈澱 ((A) 1 ケ、(B) 2 ケ) はそれぞれ濾過直後、メタノールで充分洗い、エーテルで数回洗つてから、それぞれ重量既知の磁製ボートへへらで掻き落とし、塊をつぶし、常温で窒素気流中で 1~2hr 乾燥し、秤量し、この淡黄褐色の粉を JISM 8211 (鉄鉱石などの化合水分分析方法) に準じて、乾燥空気中で 800° で 20min 灼き、酸化カルシウムを填めた U 字管の増量を求めた。

この U 字管の増量をすべて H₂O によるものとし、800° 煅焼後のボート内の弁柄色の粉末をすべて Fe₂O₃ であるとして Fe を求め ((A) 0.039g Fe, (B) 0.095g および 0.12g Fe), U 字管の増量 ((A) 0.034g H₂O, (B) 0.033g および 0.061g H₂O) から計算すると、始めの濾液に水添加して窒素気流中で常温攪拌 (A) および水は加えず乾燥空気を流入しつつ常温攪拌 (B) などの処理によつて生じた沈澱は、(A) では Fe(H₂O)_{3.1}, (B) では Fe(H₂O)_{1.1} および Fe(H₂O)_{1.8} となる。もちろん、エーテル洗滌後窒素気流中で乾燥で除ききれなかったメタノールが、800° 煅焼の際カルシウム U 字管に増量をもたらすことがないとはいえないから、この結果には幾分の誤差もあると思うが、大体の傾向として、(A) の 2 vol-% の水を添加して生じた沈澱が、(B) の乾燥空気吹込みによつて生じた沈澱の約 2 倍の水を含んでいることがいえる。同時にまた (B) のように操作中水分を遮断したつもりでも、生じた沈澱はやはり鉄の水酸化物になっていることも判る。

このことから、I-MeOH 溶解中、一旦溶けたマトリクスから析出する鉄の沈澱は、空気のみおよび水のみと別々に

切離して影響をしらべても、上記程度の厳密さの実験条件では痕跡程度の酸素および水の混入は防ぎきれず、したがってこの両者(空気および水)のうちのいずれか一方を多量に入れると、どちらの場合にも水酸化物が生ずるものと考えられる。しかし以後の実験で、しばしば I- および Br-MeOH を比較して得られる結果からみて、濾過の際空气中にさらす程度では、I-MeOH でも、少くとも目的とする残渣中の FeO には、影響は及ぼさないことはいえる。ただし I-MeOH の場合、鋼試料を溶解するに当って溶解や濾過に長時間を要する場合には、FeO の異常高値をもたらすことを時々経験したが、このことも上の実験結果と照らしてみると説明がつくことである。したがって I-MeOH では、なるべく溶解し易い形の試料で 2~3hr 以内に溶解し、迅速に濾過(比較的炭素の高い残渣ではあまり強く吸引するとかえって濾過速度が落ち、数時間以上に及ぶこともある)することが必要で、この点から見ても I-MeOH は操作煩雑な方法である。

4. 合成水酸化鉄の挙動

以上のように、Br-MeOH では空気や水の影響は問題にならないが、I-MeOH では普通の実験条件程度の雰囲気では、空気か水のいずれかが過剰にあれば甚だしい影響

を受け、それによつて生ずるのはいずれの場合にも、一旦溶けたマトリクスから析出した鉄の水酸化物であることが判つた。

そこで次に鉄の水酸化物を合成し、これが Br-MeOH と I-MeOH に対してどのような挙動をするかを比較した。すなわち、結晶鉄ミョーバン 50g を水 500 mL にとかし、これより 10 mL づつをピペットで分取し、アンモニアと塩化アンモンとで水酸化鉄を沈

† U 字管に填める吸収剤として、燐鉬酸カルシウムとソーダライムについての比較を行つた。磁製ボートに燐鉬酸カルシウム 0.3985g を入れこれを試料とし、これにメタノール 0.5 mL のみ (0.3932g)、またはメタノール 0.5 mL と水 0.5 mL (合計 0.8974g) を試料表面に一樣に滴らしてから、直ちに窒素気流中で 1~2 hr 乾燥し、秤量後乾燥空気中で 800° で 20 min 灼き、発生する蒸気を CaO U 字管またはソーダライム U 字管に吸収させ、それぞれの増量および冷却後のボートを秤量した。その結果、メタノールのみの場合は窒素気流中 1 hr 乾燥で添加量の 99.5% 前後が揮散し、したがって 800° 灼熱ではどちらの U 字管にも明確な差は認められなかったが、メタノールと水の混合物では窒素気流中常温乾燥で添加量の 46% および 43% が残留し、それぞれを 800°×20min 灼熱後、ボート中の試料 CaO が含有していた残存液量の 62% にしか当らぬ増量 (CaO U 字管) と 98% に当る増量 (ソーダライム U 字管) とが見られた。但しこの場合の試料は燐鉬粉末 CaO であり、本文中の試料の鉄の水和物とは物理的性質にちがいがあろうが、一応この実験結果からは、ソーダライム U 字管ではメタノール蒸気の吸収による増量があるのに反して、CaO U 字管はメタノール蒸気の吸収による増量はないと考えられる。

澱させ、濾過し、水、次いでメタノールで充分洗つてから沈澱をメタノールでビーカー中に洗い移し、メタノール 50 mL を加えてしばらく攪拌してからもとの濾紙で濾過し、メタノールで洗う。こうして附着水を出来る限りメタノールで置換した水酸化鉄沈澱を溶解装置に洗い移し、これに電解鉄 2g づつを加え、Br-MeOH (常温および 60°) および I-MeOH (常温および 60°) の四通りの処理を行い濾過洗滌し各残渣を灰化後 Fe のみを定量した。

一方このようにして得られる水酸化鉄沈澱の Fe および H₂O の含有量は次のようにして求めた。すなわち上記の処理とは別に鉄ミョーバン原液 10 mL づつを分取し、上と同様沈澱をつくり洗滌し、塩酸で溶解し、塩化第一錫還元、過マンガン酸カリウム滴定で 0.1143g Fe を求め(但しこの場合沈澱の洗滌にはメタノールは使わず、水洗のみとする)、また II・3・(3) 同様さらにエーテル洗滌し、ヘラで磁製ボートへ掻き取り、窒素気流中常温乾燥してメタノールを出来るだけ揮散させてから、乾燥空気々流中で 800°×20 min で灼いて、燐鉬酸カルシウム U 字管の増量 (0.080g および 0.049 g H₂O) と、ボート内の弁柄の残量 (0.110g および 0.083 g Fe₂O₃) とから、Fe(H₂O)_{3.2} および Fe(H₂O)

Table 4 Solubility of iron hydroxide with 2g of electrolytic iron by Br- and I-MeOH solutions.

Condition	Fe in residue, g(B)	Solubility of Fe, $\frac{A-B}{A} \times 100, \%$	Iron hydroxide(A)
Br-MeOH, <25°, 1hr , 60°, 1hr	0.046 0.0034	60 97	0.114 g Fe
I-MeOH, <25°, 2hr , 60°, 2hr	0.107 0.105	6 8	Fe(H ₂ O) _{3.2} Fe(H ₂ O) _{2.6} mean Fe(H ₂ O) _{2.9}

2.6 とを得た。

このように合成水酸化鉄は約 0.11g Fe に 2~3 分子の H₂O が結合したもので、これに電解鉄 2g 鉄づつ加えて Br- および I-MeOH 処理すると、Table 4 に見るように、残渣中の Fe 量はいずれの場合にも、始めに加えた水酸化鉄としての鉄の量より多少とも減つていて、この沈澱の含水量 (0.12 g 以下、すなわち 10% I-MeOH 150 mL に対して 0.076 vol-% 以下) 程度では、共存する電解鉄溶解中にも鉄の加水分解を起さないことが判る。また I-MeOH では常温でも 60° でも水酸化鉄は殆んど完全に不溶であるが、Br-MeOH では常温でも 60%、60° では殆んど完全に溶け、同じ酸化物でも水酸化鉄 (hydrous oxide of iron) のような形では幾分不安定であることを示している。

III. 溶解攪拌時間の影響

次に Br- および I-MeOH の各処理での溶解攪拌時間の影響を、2 種の実験試料によつて比較検討した。一般に中炭素以下の普通鋼の穿屑試料 5~10g を処理する場合、電磁石によつてマトリクス溶解を検すると、Br-MeOH では一般に 20~30 min で溶解完了し、I-MeOH では 1~1.5 hr で溶解完了するのが普通であり、これらにさらにそれぞれ

30 min 乃至 1hr 操作を続けるという意味で行って来た処理である。この点を確めるため次の実験を行った。すなわちアルミニウムキルド鋼およびリムド鋼（いずれも塩基性平炉鋼）の穿屑 5~10g をとり、Br- 並びに I-MeOH のそれぞれ常温並びに 60° 処理を行ない、

MeOH 60° 処理は作用が激しく、再現性に疑いが持たれるように思われる。

IV. 結 言

鉄鋼試料について Br- および I-MeOH 溶解を比較し、空気吹込みおよび水の添加によつて、新法である Br-MeOH

Table 5 The influence of duration of stirring after dissolution of matrix with Br- and I-MeOH solutions on residue analysis.

Sample	Composition	Condition	Residue				
			SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	MnO %	FeO %	ΣO ₂ (calc)
Al-killid steel	0.24% C, 0.24% Mn, 0.16% Si, 0.015% P, 0.022% S, acid-sol. Al 0.33% acid-insol. Al 0.0082%	Br-MeOH, <25°, (A) 50' + 0'	0.021	0.020	0.010	0.044	0.033
		(B) 45' + 30'	0.010	0.009	0.010	0.014	0.011
		(C) 40' + 90'	0.010	0.009	0.010	0.014	0.011
		〃, 60°, (A) 25' + 0'	0.014	0.010	0.012	0.021	0.019
		(C) 30' + 90'	0.004	0.006	0.0042	0.0018	0.0038
		I-MeOH, <25°, (A) 2° ± 10' + 0'	0.026	0.014	0.022	0.035	0.033
		(B) 2° 20' + 30'	0.010	0.010	0.011	0.014	0.016
		(C) 2° 30' ± 5' + 90'	0.011	0.009	0.010	0.013	0.011
		〃, 60°, (A) 2° ± 10' + 0'	0.018	0.010	0.018	0.041	0.027
		(B) 2° ± 10' + 35'	0.008	0.008	0.010	0.013	0.0099
		(C) 2° ± 15' + 80'	0.008	0.007	0.010	0.013	0.0099
Rimmed steel	0.08% C, 0.20% Mn, 0.12% Si, 0.020% P, 0.026% S, acid-sol. Al 0.0022% acid-insol. Al 0.0012%	Br-MeOH, <25°, (A) 30' + 0'	0.0062	0.0030	0.0048	0.0086	0.0077
		(C) 25' ± 5' + 30'	0.0026	0.0032	0.0048	0.0066	0.0055
		〃, 60°, (A) 15' + 0'	0.0040	0.0026	0.0040	0.0077	0.0059
		(B) 15' ± 3' + 30'	0.0026	0.0026	0.0022	0.0050	0.0042
		(C) 20' + 90'	0.0022	0.0024	0.0008	0.0011	0.0027
		I-MeOH, <25°, (A) 1° 50' + 0'	0.0044	—	0.0088	0.0026	—
		(C) 1° 45' ± 10' + 30'	0.0029	0.0031	0.0060	0.0076	0.0061
		〃, 60°, (A) 1° 30' ± 10' + 0'	0.0040	0.0036	0.0066	—	—
		(B) 1° 30' + 30'	0.0016	0.0030	0.0060	0.0060	0.0049
		(C) 1° 45' + 90'	0.0018	0.0032	0.0063	0.0066	0.0053

- (A) 電磁石で検してマトリクスの溶解完了を認めたなら直ちに攪拌並びに加温も停止(必要ならば急冷)する
 (B) マトリクス溶解確認後さらに 30min, そのまま操作を続けてから停止(必要なら急冷)する
 (C) マトリクス溶解確認後さらに 1.5~2hr, そのまま操作を続けてから停止(必要なら急冷)する

これらを出来る限り停止直後に濾過, 洗滌して灰化し成分を定量した。結果は Table 5 に見る通り, キルド鋼でもリムド鋼でも一般に (A) はどの成分も高値であり, (B) と (C) とでは殆んど差は見られないが, ただ Br-MeOH 60° 処理では (C) は (B) よりさらに低値になり, これはキルド鋼の MnO で特に基だしくなっている。この点からも Br-

法では, いずれの条件によつても影響を受けないが, 従来法である I-MeOH 法では, 上のいずれの条件によつても, 一旦溶けた鉄マトリクスが, Fe(H₂O)_{1.1}~Fe(H₂O)_{3.1} の hydrated oxide を生成し, これによつて介在物 FeO 定量値に高値を与えることを確めた。

次に両方法について溶解攪拌時間の影響をしらべ, Br-MeOH(常温)および I-MeOH(常温並びに 60°)では, 電磁石で検して鉄マトリクスの溶解を確認してから 5~10 min で停止すると介在物分析値は一般に高値を与えるが, 30 min~1.5 hr 攪拌を続けると一定値を保つこと, しかし Br-MeOH(60°) では攪拌時間が長びくと漸次低値になる傾向のあることが判つた。