

熔融法に依る重石及びフェロタングステン中の タングステンの定量法に就て

石井 利夫*

ON THE DETERMINATION OF TUNGSTEN IN WOLFRAMITE
AND FERRO-TUNGSTEN BY THE FUSION METHOD

Tosio Isii

SYNOPSIS:—Good results were obtained by applying the following method on the determination of tungsten in wolframite and ferro-tungsten. The procedure:—

0.5 g of the finely pulverized sample of wolframite or ferro-tungsten was weighed and fused with an alkaline fusion mixture (K_2CO_3 7g + KOH 2g + KNO_3 0.2g) in a nickel crucible. After the melt had been leached with the warm water, a little quantity of H_2O_2 was added by dropping to precipitate the soluble permanganate. Then $(NH_4)_2CO_3$ was added and the solution warmed to precipitate the greater portion of the soluble silicate. The precipitate was filtered off and the filter was made slightly acid. The hydrochloric acid solution of cinchonine was added to the filtrate to precipitate tungsten practically perfect. The precipitate was filtered again, ignited and finally weighed as WO_3 .

I. 緒 言

元素タングステンは酸には少量溶解するが殆ど大部分が不溶解であり重石及びフェロタングステンの試料を酸で分解することは困難である。

重石は酸で分解するにはするが長時間の加熱を要し、フェロタングステンは完全なる分解は不可能で白金蒸発皿を用ひて硝酸及び弗化水素酸にて分解するのが常法であるが、白金の如き貴重品は仲々入手困難である。故に工場等で一時に多数の試料を分解することは不可能である。

著者はニツケルルツボを使用して新アルカリ合剤 (K_2CO_3 7g + KOH 2g + KNO_3 0.2g) にて試料を熔融分解する時は僅か 20mn 内外の時間で完全に試料を分解することが出来た。温度も従來のアルカリ合剤で熔融するより低温で分解することが出来た。

次の操作も不純物を分離してタングステンを定量する爲不純物の量を後で差し引く手數も省かれ簡便で、殊に工場等で迅速を要する場合本熔融法を常用して短時間に多数の試料を迅速且正確に定量することが出来た。依て茲にその分析方法並に實驗結果の概要を報告して工場分析に携はつてゐる方々の参考に供したいと考へる。

II. 分 析 方 法

實驗に用ひたる試料は何れも細粉したものを更に瑪瑙乳鉢で磨碎し極細末となしたものである。

先づ上記試料を 0.5g を豫めニツケルルツボの底に 3g の K_2CO_3 を敷きたる上に秤量し 2g の KOH 及び 0.2g の KNO_3 を加へその上を 4g の K_2CO_3 にて覆ひ初めは徐々に加熱し内容物の飛散を防止しながら漸次熱を高めて約 20mn ルツボ底にて熔融物を時々攪拌し熔融を繼續した。

熔融が終つて、試料が完全に分解せば冷却して温湯にて内容物を抽出し、少量の過酸化水素水を加へ可溶性の過マンガン酸鹽及びニツケル鹽 (ニツケルルツボ依り溶解し) 等を沈澱せしめ、濾過し残渣は炭酸アンモン (2%) 溶液を以て沈澱を洗滌した。

残渣はビーカーに移し濃鹽酸 (比重 1.18) に溶解せしめタングステンの反應を検出せるに全くタングステンの存在を認めず。完全に第一回の熔融で分解することを示した。濾液は炭酸アンモン 15g を加へ暫時温所に放置し、可溶性の珪酸鹽の悉くを沈澱させタングステン溶液より分離した。

タングステン溶液は鹽酸を加へて中和し炭酸ガスを驅除し靜かに加温し弱鹽酸性 (この時永く加温するとアンモニア水に不溶解のタングステンの沈澱を生じた) となし、然る後アンモニア水を加へてアンモニア性となしタングステンの沈澱を溶解し、この時沈澱を生じた時は濾別した。

次に常法の如く弱鹽酸性となし加温しジッコニ鹽酸溶液 5cc を加へ時々攪拌して約 30mn 90°C に保持し冷却後靜置し沈澱の沈降を待つて濾過した。

沈澱は約 700~750°C で灼熱し WO_3 として秤量して 0.7930 を乗じてタングステンの % を算出した。

* 日本高周波重工業株式會社城津工場

III. 実験結果

1. 日本鐵鋼標準試料フェロタングステン(76.67%W)を用ひ、上記の方法で分析せる結果は第1表の如くである。

第 1 表

實驗 No.	試料 g	WO ₃ 量 g	% W
1	0.5002	0.4842	76.76
2	0.5000	0.4826	76.54
3	0.5000	0.4820	76.45
4	0.5000	0.4828	76.57
5	0.5000	0.4835	76.68
6	0.5002	0.4827	76.53
7	0.5001	0.4838	76.72
8	0.5000	0.4810	76.21
9	0.5001	0.4829	76.57
10	0.5000	0.4834	76.67

第1表の實驗結果の平均値は 76.57% で 0.1% の低値を示して居るのは W の原子量を 183.92 として WO₃ から % W を算出する計數を 0.7930 とした結果と考へる、從來の如く計數を 0.7931 とするとともに近似値の結果が得られる。

2. 當社城津工場製フェロタングステン試料を用ひ、上記方法にて分析せる結果は第2表の如くである。同試料を日本標準規格法で分析せる結果は第3表の如くである。

第 2 表

實驗 No.	試料 g	WO ₃ 量 g	% W
1	0.5000	0.5054	80.16
2	0.5003	0.5090	80.68
3	0.5000	0.5086	80.66
4	0.5001	0.5082	80.58
5	0.5000	0.5057	80.20
6	0.5000	0.5068	80.38
7	0.5003	0.5092	80.71
8	0.5001	0.5063	80.28
9	0.5000	0.5071	80.42
10	0.5000	0.5059	80.24

第 3 表

實驗 No.	試料 g	WO ₃ 量 g	% W
1	0.5000	0.5056	80.19
2	0.5000	0.5064	80.32
3	0.5002	0.5075	80.46
4	0.5001	0.5070	80.39
5	0.5000	0.5071	80.43
6	0.5000	0.5089	80.71
7	0.5001	0.5076	80.49
8	0.5003	0.5088	80.65
9	0.5000	0.5055	80.17
10	0.5001	0.5076	80.49

3. 重石試料の分析結果は第4表は高品位、第5表は低品位のものである。分析方法は重石分析法の常法である酸分解法に依るものである。試料を濃鹽酸(比重 1.18) 40 ccを加へ 10 cc になるまで加熱した。高品位のものはこの操作を5回反覆繰返し行つて初めて完全に分解することが出来た。低品位の試料に就ては更に2回この操作を繰返し行つた。

第 4 表

實驗 No.	試料 g	WO ₃ 量 g	% WO ₃
1	0.5000	0.3339	66.78
2	0.5000	0.3343	66.86
3	0.5000	0.3340	66.80
4	0.5000	0.3346	66.92
5	0.5000	0.3342	66.84

第 5 表

實驗 No.	試料 g	WO ₃ 量 g	% WO ₃
6	0.5000	0.0554	11.08
7	0.5000	0.0545	10.90
8	0.5000	0.0567	11.34
9	0.5000	0.0534	10.68
10	0.5000	0.0555	11.02

4. 上記重石試料を用ひ、本熔融法にて分析せる結果は第6表は高品位第7表は低品位のものである。

第 6 表

實驗 No.	試料 g	WO ₃ 量 g	% WO ₃
1	0.5000	0.3343	66.86
2	0.5000	0.3339	66.78
3	0.5000	0.3342	66.84
4	0.5000	0.3346	66.92
5	0.5000	0.3341	66.82

第 7 表

實驗 No.	試料 g	WO ₃ 量 g	% WO ₃
6	0.5000	0.0544	10.88
7	0.5000	0.0553	11.06
8	0.5000	0.0549	10.98
9	0.5000	0.0556	11.12
10	0.5000	0.0548	10.96

IV. 結 論

重石及びフェロタングステンの試料分解に新アルカリ熔融法に依り迅速に定量することが出来た。上記實驗結果が示す如く、重石に於ては酸分解法、フェロタングステンに於ては日本標準規格法に比して略々等しい結果を示した。熔融温度も從來のアルカリ合剤に比して低温度で分解が出来ニツケルツボを永く使用することが出来た。(終り)