

八幡製鉄東京研究所

○ 神森大彦

実松孝行

石黒 忠

鉄鉱石および鉄鋼中の微量ニッケル定量に使われ、日本工業規格法としても採用されている水酸化鉄分離ニッケルジメチルグリオキシム吸光光度法は、簡便迅速であるが再現性にやや難点がみられるので、その原因を調べた。

先ず原報 J I S 鉄鉱石のニッケル分析方法の操作に従って、試料 0.5 g (金属鉄として 0.25 g) を過塩素酸 (6.0%) 20 ml 中の溶液とし、よう素溶液 (0.36%) 10 ml、アンモニア水 (28%) 各種量およびジメチルグリオキシム溶液 (1%) 3 ml を加えてふりませ、水で正しく 250 ml にうすめ上澄み液を乾燥ろ紙でろ過し、ろ液の波長 440 m μ 付近の吸光度をはかった。

その結果、ニッケル 0.25 mg 共存のときのアンモニア水添加量の影響は、15 ml では呈色液、空試験液とも水酸化鉄ろ別後の退色が著しく 1 時間たっても退色はやまないが、現行の 20 ml では 10 分間は退色がつづくがその後は安定し、30~40 ml では退色が認められずかつ空試験値が一定となり最低であった。アンモニア水添加量 35 ml では、過塩素酸量が 20~30 ml にかわっても吸光度に変化がなかった。

つぎに J I S 鉄および鋼のニッケル分析方法の一つに採用されている水酸化鉄分離ニッケルジメチルグリオキシム吸光光度法を調べた。すなわち試料 0.5 g を過塩素酸 15 ml と硝酸 3 ml で分解し、白煙処理後水で正しく 250 ml にうすめ、50 ml を分取し水約 10 ml、よう素溶液 (0.36%) 10 ml、アンモニア水 10 ml、ジメチルグリオキシム溶液 (1%) 3 ml を加え水で正しく 100 ml にうすめ、上澄み液の波長 440 m μ 付近の吸光度をはかる方法で、アンモニア水添加量のみ 5~50 ml に変えてその影響を調べた。

その結果、ニッケル 0.50 mg 共存のとき、アンモニア水が約 15 ml 以下では呈色液と空試験液とも急激に吸光度が減るが、約 20 ml 以上では殆んど差がなくなり、35 ml では水酸化鉄分離後の退色も殆んどなくなり呈色時の液温も 18~32℃の間では影響が無視できるようになった。

さらにアンモニア水添加量 35 ml のときの共存元素の影響を調べた。呈色液中の鉄共存量 0.1 g、ニッケル 0.05 mg の場合に、マンガン 5 mg までを添加してその妨害を調べた結果、現行法どおり 1.5 mg 以上では高値を示したが、アンモニア水添加後 5~10 分間放置すればその妨害は次第に減り、10 分後ではマンガン 5 mg (5%) でも影響しなくなった。クロムは塩化クロミル揮散法を使えば 20% 共存のときも影響しないが、銅およびコバルトは現行法どおり 0.3% 以上では妨害した。

以上の結果から、鉄鉱石および鉄鋼中のニッケル分析方法の水酸化鉄分離法は、現行のアンモニア水添加量を 35 ml に改めるのがよく、マンガンが高いときはアンモニア水添加後 10 分間放置してからジメチルグリオキシム溶液を加えて 100 または 250 ml にうすめ直ちにろ過して吸光度をはかるのがよいことがわかった。