

(227)

擬似さび中の鉄の形態分析

川崎製鉄 技術研究所

鷺見 清, ○畑 俊彦

萩原敏雄

1. 緒言

ろ紙を隔膜として、鉄塩水溶液とアルカリ水溶液を反応させて、隔膜に鉄化合物を析出させ（この析出物を擬似さびと呼称）、さびに関する研究を行なっているが、このさびは、 $Fe(OH)_2$ 、グリーンラスト-I (G.R-I)、 $\alpha-Fe$ 、 $\alpha-FeOOH$ および Fe_3O_4 から構成されているところから鉄の形態別定量が要望された。最近では、機器による分析が行なわれているが、これも部分的で、実用的には多少問題がある。そこで筆者らは、鉄化合物の溶解度の差を利用したこれら鉄化合物の系統的形態別定量法を検討し、簡便法として実用できる方法を確立した。

2. 形態分析方法

2. 1 形態分離操作

試料を3N-HClを用い、約15℃の水槽中で窒素を通じながら5~10min処理して、G.R-Iおよび $Fe(OH)_2$ を溶解分離する（ろ液をAとする）。残さをブロムメタノール溶液で処理して金属鉄を溶解分離する（ろ液をBとする）。残さはHCl(1+1)を用いて、70℃の恒温水槽中で窒素を通じながらろ紙を破碎しないように溶解する（溶液をCとする）。

2. 2 定量操作

ろ液(A)からT. Feおよび Fe^{+2} 量を求め、計算により $Fe(OH)_2$ としてのFeおよびG.R-IとしてのFeを、ろ液(B)から金属鉄量を、溶液(C)からT. Feおよび Fe^{+2} 量を求め、計算により $\alpha-FeOOH$ としてのFeおよび Fe_3O_4 としてのFe量を算出する。

3. 実験結果

表1は金属鉄、ゲイタイトおよびマグネタイト中の Fe^{+2} 、 Fe^{+3} の定量結果を調合試料について示したものである。本法を実際試料に適用して、水溶液の反応時間と擬似さび中の各鉄化合物の生成量との関係、本法による擬似さび中

表 1 調合試料の分析結果

調 合 試 料	測定 番号	定 量 値 (mg)		
		M. Fe	Fe^{+2}	Fe^{+3}
(水酸化鉄1~2g)+(金属鉄 0.1g)+(ゲイタイト0.1g)+(マグネタイト0.1g) 標準値 M. Fe = 100mg Fe^{+2} = 20.19mg Fe^{+3} = 110.96mg	1	98.16	18.85	100.53
	2	98.71	19.13	102.48
	3	97.74	18.85	104.44
	4	98.85	19.55	101.23
	5	99.27	18.85	100.53
	6	99.69	18.85	98.16
	7	98.71	19.13	98.15
平均	\bar{X}	98.73	19.03	100.79
標準偏差	σ	0.60	0.24	2.08
変動係数	C. V	0.61	1.29	2.07

4. 結 言

本法は、鉄化合物の溶解度の差を利用して分離定量する方法であるため、多少の誤差は免れないが、擬似さび研究のために簡便法として実用できる。