

(342) 金属アルミニウム，三塩化チタン還元，ニュートラルレッド 指示薬法による鉄鉱石中の全鉄定量方法

新日本製鉄(株) 広畑製鉄所 佐伯正夫 西坂孝一
岩本元繁 安達晃

I. 緒言 水銀塩を用いない鉄鉱石中の全鉄定量方法についてはすでに報告例はある。この方法はデータの信頼度は十分であるが操作繁雑であり、製鉄所での日常に用いるには、作業性に乏しい。今回当所において標記テーマによる検討を行ない、作業性、データの信頼性も十分な鉄定量方法をまとめるのに成功したので報告する。

II. 方法の概要 試料 0.4000g をビーカー(400ml)に秤りとり、硫酸(1+1) 10ml リン酸 10ml を加え、加熱分解する。硫酸(1+9) 30ml ふ、化水素酸(10%) 約2ml 加え、80~90℃近くの温度で約2時間加熱し、けい酸化合物を分解させ、あわせて液中の縮合りん酸の分解をすすめる。水約50ml、ほう酸約2g、塩酸(1+1) 10ml およびブレーク状アルミニウム 1.5g を加え、アルミニウムの溶解が終れば冷却する。ニュートラルレッド溶液(0.05%) 3~4滴を加え、無色となるまで三塩化チタン溶液(市販の三塩化チタン溶液を6N塩酸で約10倍にうすめたもの)を滴下する。つぎに% $K_2Cr_2O_7$ を滴下しわずかな青紫色を生成させチタン(IV)を酸化する。ジフェニルアミンスルホン酸ナトリウム溶液(0.2%)を指示薬として、% $K_2Cr_2O_7$ で滴定する。

III 補足説明

1. 前記の試料分解によるときは現在の広畑製鉄所で使用している鉄鉱石について、不溶解物中に残る鉄は、0.05%とこえるものはなく大部分が0.02%以下であり無視し得る少量である。この試料分解方法はとくに、ペレット鉱、南米系鉄鉱石、砂鉄について有益である。
2. ビーカー中にふ、化水素酸を加えることにより、ガラス中より溶出する鉄は、0.02%相当以下で無視し得る少量である。
3. リン酸を含む液中では、チタン(IV)は鉄の酸化が生ずることなく定量的酸化が可能である。また少量の縮合りん酸の存在も許される。チタン酸化時の指示薬としてはニュートラルレッドが適当である。硫りん酸と試料分解法に用いるかぎり、チタン酸化時の指示薬として、タンクステン酸ナトリウムと指示薬とするときは必ず負誤差を生ずる。この原因は縮合りん酸と鉄(III)との錯体生成が強固であるため、タンクステン青が消失する電位において鉄の一部が酸化されるためと考えられる。
4. 硫化物、有機物を含む試料は、始めに過塩素酸を用い加熱分解する。過塩素酸は乾涸、焼つけることにより十分に駆除しておくことを要する。残存すると負誤差の原因になる。硝酸は用いられない。
5. ヴイ素は0.5mg(実験上限)までは妨害しない。バナジウムは1.2mgまでは妨害しない。2.0mgでは大きく妨害し正誤差を与える。銅は塩素イオン不含の状態粉末亜鉛で還元し析出した金属銅を沪別して、妨害を除くことができる。

IV 成果 現状の広畑製鉄所で使用している鉄鉱石を対象としたとき、

処理能力 25走量/日/人; 分析精度 $\sigma = 0.04\%$; 正確度 JSSなどを用い $n=2$ の平均で標準値 $\pm 0.03\%$ 内に収る。

文献

1. 畑 俊彦, 萩原敏雄, 鷲見 清 分析化学 Vol. 22 (886~892) (1973)
2. 化学便覧, 昭和40年度版
3. H. Freiser, G. Fernando 共著 藤永太一郎, 奥戸栄一訳 イオン平衡 化学同人