

(195) アスコルビン酸還元よう素酸カリウム滴定法による 鉄鉱石中の全鉄定量方法

新日本製鉄(株)基礎研究所 ○大槻 孝 坂井光一
堺 製鉄所 鹿野秀文 伊藤辰雄

1. 緒言

鉄鉱石中の全鉄定量方法は、JIS法およびISO法ともに塩化第一すず還元・重クロム酸カリウム滴定法と硫化水素還元・重クロム酸カリウム滴定法が規定されている。しかし塩化第一すず還元法では過剰の第一すずを重クロム酸カリウムとの反応に関与させなくするため、塩化第二水銀を用いているので分析終了後の廃液処理に特別の考慮を払う必要がある。また硫化水素還元法では、硫化水素の悪臭などの問題がある。両方法とも全操作を通じて長時間を要するばかりでなく、特別の注意を払って慎重に実験しないと高精度な分析値は期待できない。

そこで、これらの問題点を解決するため、Budilovskii¹⁾らの報文を参考にして、アスコルビン酸還元・よう素酸カリウム滴定法を確立したので報告する。

2. 確立した分析方法の要旨

試料を塩酸および塩化第一すず溶液で加熱溶解、さらにふっ化ナトリウムを加えてけい酸塩を分解し、過酸化水素で鉄を酸化し、過剰の過酸化水素を煮沸分解し、この熱溶液に、アスコルビン酸標準溶液の過剰一定量を加えて鉄を還元し、過剰のアスコルビン酸をよう素酸カリウム標準溶液で滴定する。

3. 検討および結果

3.1 アスコルビン酸溶液の安定度

この定量方法のもっとも大きな問題点は、アスコルビン酸標準溶液の安定度にあるといってもよい。通常アスコルビン酸溶液は不安定であるため、還元剤として分析操作上使用する場合、その都度調製するように指示されている程である。しかしこの溶液にコンプレキソンⅡ 0.1 g/lと、ぎ酸 4 ml/l添加するとその安定度を増すという報文に従って今回の実験ではEDTA・2Na塩とぎ酸の組合せて検討し、じゅうぶんその目的を達成することができた。すなわちアスコルビン酸単味溶液では調製後10日後ではその還元能力が約7%も低下するのに対して、EDTA・2Na塩とぎ酸を少量添加したアスコルビン酸溶液では10日後においてもその還元能力は1.6%低下した程度であった。

3.2 妨害元素

通常、鉄鉱石中に含有する程度のバナジウムおよび銅は、この方法の妨害にはならなかった。

3.3 定量結果の例

試料名	標準値 (Fe %)	分析値 (Fe %)	標準値との差
ロンピン (JSS 800)	6 2.8 5	6 2.9 5	+ 0.1 0
インド (JSS 801)	6 4.6 6	6 4.7 0	+ 0.0 4
テキサダ (JSS 810)	6 4.8 7	6 4.6 2	- 0.2 5

上表は定量結果のごく一例であるが、テキサダ磁鉄鉱のように比較的難溶性の鉄鉱石では有意な低値を示すので残さ処理の必要性があることがわかった。しかし自溶性焼結鉄の場合にはじゅうぶんこの方法のような溶解法のみで分析目的を達することができたのでその結果をまとめて報告する。

4. 結論

この方法は正確、迅速、容易であるばかりでなく水銀塩を使用しない無公害分析法である。

5. 文献

- 1) Budilovskii 他: Zavodskaya Lab. 35, No. 10 (1969), 1166~1169