

化学課資料  
141

No.28

# 鉍石中のニッケル分析法

地質調査所技術部化学課

昭和38年12月

正 誤 表

鉍石中のニッケル分析法

頁	誤	正
1 上 12	ないので <u>J</u>	ないので <u>旧 J</u>
7 上 9	A 法 EDTA 滴定法 <u>試薬</u>	A 法 EDTA 滴定法 <u>試薬</u>
8 上 1	シアン化カリウム <u>標</u>	シアン化カリウム
10 下 5	(吸光光度法用 (0.05mgNi/ml) を	[吸光光度法用 (0.05mgNi/ml)] を
11 第1図	(横軸の) <u>0.02mg</u>	<u>0.03</u>

# 鉍石中のニッケル分析法

磯野 清

地質調査所技術部化学課

昭和38年12月

# 目 次

1. 総 論 .....	1
2. 分 析 方 法 .....	1
2.1 電 解 法 .....	1
2.2 重 量 法 .....	4
備 考 .....	5
2.3 容 量 法 .....	6
A法 EDTA滴定法 .....	7
B法 シアン化カリウム滴定法 .....	7
2.4 吸光光度法 .....	8
備 考 .....	12
参 考 文 献	

## 1 総 論

鉱石中のニッケル分析法は、その含有量により電解法、重量法、容量法、ポーラログラフ法、吸光光度法など種々の方法が確立されているが、何れも試薬ジメチルグリオキシムが用いられ、これによってニッケルを分離したのち、それぞれの方法を行なっているのが常法である。このように試薬ジメチルグリオキシムは、ニッケルと他金属との分離においても又鋭敏な反応試薬としてもニッケルに不可欠のもので、ニッケルの分析はこの試薬の出現によって極めて容易にできるようになった。ちなみにニッケルイオンとジメチルグリオキシムの反応はロシアの化学者 Tschugaeff によって 1905 年発見されたものである。

本分析法では電解法、重量法、容量法および吸光光度法についてのべる。以上のうち電解法、重量法、容量法 (EDTA 滴定法) の内容はほとんど現 JIS 法 (JIS M8126-1962) である。又容量法 (シアン化カリウム滴定法) は現 JIS 法にないので JIS 法 (JIS M8126-1952) からとり入れ、つぎに吸光光度法については著者の研究した方法をのべる。現 JIS 法の吸光光度法ではニッケル 0.5% 未満に適用されているが、著者の方法は試料の採取量を加減したり、又セルの厚さ 5 mm, 10 mm, 20 mm による 3 種の検量線をあらかじめ用意して、ニッケル 0.001~2% の範囲の定量を可能にしたものである。なお吸光光度法の優れた点は、重量法、容量法ではバラツキがあつて定量不可能な 0.2% 以下のニッケルに最適である <sup>文献 7)</sup>

## 2 分析方法

### 2.1 電解法

本法はニッケル含有量 2% 以上の試料に用いる。

#### 2.1.1 要 旨

試料を酸処理を行なって硫酸溶液とし、酒石酸を加えて鉄などの沈澱を抑制し、アンモニア水で中和し、ふたたび酢酸で微酸性とし、臭素酸カリウムを加えてコバルトを酸化したのち弱アンモニア性とし、ジメチルグリオキシム溶液を加えてニッケルを沈澱させ、鉄、コバルト、亜鉛などと分離したのち、沈澱は硫酸に溶解し、過硫酸アンモニウムを加え、煮沸してジメチルグリオキシムを完全に分解したのち強アンモニア性とし、硫酸アンモニウムを多量に加えて電気伝導度を高め、電解温度は 60~75℃ とし、常法によって電解

する。

### 2.1.2 試 薬

- I) ジメチルグリオキシムアルコール溶液 (1%) : ジメチルグリオキシム 1g をエチルアルコール (95 容量%) 100 ml に溶解する。 II) 酒石酸溶液 (35%)。  
III) 臭素酸カリウム。 IV) 過硫酸アンモニウム。 V) 硫酸アンモニウム。

### 2.1.3 操 作

試料 0.5 ~ 1g をビーカー (200 ~ 300 ml) にはかりとり、塩酸約 10 ~ 15 ml を加えて徐熱し、液量が約 5 ml となったとき硝酸約 5 ml および硫酸 (1+1) 15 ml を加え、引続き加熱し分解させ、硫酸白煙をじゅうぶんに発生させる。放冷後水約 50 ml を加え、加温して可溶性塩をとかしたのちこしわけ、温水でじゅうぶんに洗浄し、口液は保存する (a)。不溶解残分中にニッケルが含まれるときは、口紙とともに白金ルツボに入れ、徐熱して乾燥後灰化させる。放冷後硫酸 (1+1) の数滴とフツ化水素酸の適量を用いて常法によって加熱分解し、蒸発乾固してケイ酸および過剰の硫酸を除去する。これにピロ硫酸カリウムの適量を加え、徐々に加熱して融解し分解する。少しく冷却後、常法によって温水と硫酸 (1+1) 少量を加え加温して可溶性塩を溶解し、白金ルツボを取り出し洗浄する。

この溶液を口液 (a) と合併し、酒石酸溶液 (35%) 約 10 ml を加え、アンモニア水 (1+2) を用いて中和し、つぎに酢酸 (1+2) を滴加して微酸性としたのち臭素酸カリウム 1g を加え、約 10 分間加温してコバルトを酸化するとともに臭素酸カリウムの過剰を分解したのち、アンモニア水 (1+2) を滴加して微アルカリ性とし、温水を加えて液量を 200 ~ 300 ml とする。これにニッケルの含有量に応じジメチルグリオキシム溶液の適量をかきまぜながら注意して加え、約 30 分間加温して沈殿の熟成を行ったのちこしわけする。沈殿および口紙は、温水でじゅうぶんに洗浄する。

口紙上の沈殿は元のビーカーに洗いおとし、口紙上に残った沈殿は温硫酸 (1+4) 5 ~ 10 ml を口紙上から滴加して元のビーカーに溶解し、温水を用いて口紙をじゅうぶんに洗浄する。この口液に過硫酸アンモニウム約 1 ~ 3 g を加え、煮沸してジメチルグリオキシムを完全に分解するとともに、液量を約 50 ml に濃縮し、放冷後温水を用いて電解用ビーカーに移し入れたのち、アンモニア水 (1+1) を用いて中和し、さらにアンモニア水約 50 ml と硫酸アンモニウム 5 ~ 10 g を加え、つぎに水で液量を約 150 ml とし、塩類を溶解後電解する。

電解にはあらかじめその重量をはかった円筒状白金陰極とラセン状白金陽極とを用い、  
 2個の半円形時計ザラでおおう。電解温度は通常60～75℃を標準とし、陰極の内外総  
 面積1dm<sup>2</sup>につき電流1～2A、電圧2～3Vを標準とし、数時間内に電解を完了させる。  
 電解析出が終わったと認めたらば少量の温水で時計ザラおよびピーカーの内壁を洗浄し、  
 さらに30分間電解を続けたのち、電流を通じたまま水洗しながら両極を徐々に引き上げ、  
 最後は手早く新たな水中に浸したのち陰極をはなし、じゅうぶんに水洗したのち、アルコ  
 ールを用いて洗浄し、約105℃の乾燥器内で10分間乾燥後、デシケーター内で約30  
 分間放冷し、その重量をはかり、ニッケルの含有量をつぎの式によって算出する。

$$\text{ニッケル}(\%) = \frac{\text{析出ニッケル量}(g)}{\text{試料}(g)} \times 100$$

- 注1) 試料はニッケルとして20～50mgとなるようにはかりとる。
- 注2) 試料が多量の硫化物を含む場合は、硫酸(1+1)約15mlと硝酸約20mlを加え、徐熱して分解したのち、王水の適量を加えて加熱を続け、硫酸の白煙をじゅうぶんに発生させる。
- 注3) 鉛を含むときは常法により可溶性塩を溶解したのち冷却し、こしわけ水で洗浄し、硫酸鉛は温酢酸アンモニウム溶液を用いて洗浄し除去する。
- 注4) 多量の銅、ヒ素などを含むときは、硫化水素ガスを通じてこしわけたのち、口液は煮沸してできるだけ硫化水素を駆逐し、少量の硝酸を加え、煮沸して鉄などを酸化する。
- 注5) 多量の亜鉛、マンガンなどを含むときは、塩化アンモニウム1～2gを加える。
- 注6) 多量のコバルトおよびクロムなどが鉄と共存するときは、臭素酸カリウムの添加量を増加する。
- 注7) 加温温度は50～80℃とする。ただし鉄などを多量に含むときは、高温に長く保つとニッケルジメチルグリオキシムの生成を妨害する。
- 注8) ジメチルグリオキシム溶液の使用量はニッケルの含有量0.01gにつき約6mlの割合とし、少なくとも10ml以上とする。多量のコバルトおよび亜鉛・マンガンを含む場合には、これらのものもジメチルグリオキシムと可溶性錯塩を生ずるため、ジメチルグリオキシムが不足するから、添加量はそれらのものの相当量を余分に加える必要がある。ただ

し、みだりに多量の試薬（溶液2容に対し、試薬溶液1容以上）を用いてはならない。

注9) このさいの液性は極微アンモニアアルカリ性がよい。過剰のアンモニアが多すぎると沈殿が完成しにくい。

注10) この溶液はコバルト・亜鉛などの不純物を含むおそれのあるときは硫酸(1+4)5~1.0 mlに溶解し、再沈殿を行なう。

注11) 電解用ビーカーは、JIS M8121(1955)(鉍石中の銅の分析方法)の2.2.2を準用する。

注12) 円筒状白金陰極およびラセン状白金陽極は、JIS M8121(1955)の2.2.2を準用する。

注13) 電解中、アンモニアが揮散し液量が減少したときは、アンモニア水を陽極の付近に注加して液量を調整する。

注14) 電解温度を下げ、液温20~30℃で0.1 A/dm<sup>2</sup>の電流密度で1夜間電解を続けることができる。

注15) 電解の終点は電解液の約1 mlを磁製呈色反応ザラにとり、これにジメチルグリオキシム溶液(1%)数滴を加え、さらに臭素水の数滴を滴加し、ニッケル特有の着色がなくなったときとする。

注16) アルコールは遊離酸を含む場合があるから、そのときには水酸化ナトリウムまたは水酸化バリウムの少量を加えて中和し、蒸留して用いる。

## 2.2 重量法

本法はニッケルの含有量0.5%以上の試料に用いる。

### 2.2.1 要 旨

本法は電解法に準じて酸処理以下の操作を行ない、ジメチルグリオキシムによってニッケルを沈殿させてこしわけたのを硫酸にとかしアンモニア性として再沈殿させ、ガラスろ過器を用いてこしわけ乾燥後重量をはかる。

### 2.2.2 試 薬 2.1.2 参照

### 2.2.3 操 作

試料1~2gをビーカー(200~300 ml)にはかりとり、2.1.3電解法に準じて酸分解以下の操作を行ない、ジメチルグリオキシム溶液を用いてニッケルを沈殿させたの



注1) ちこしわけ、温硫酸(1+4)を滴加して沈澱を溶解したのちについて、つぎのとおり行なう。

ニッケルの硫酸溶液は電解法に準じて、これに酒石酸溶液(35%)約5mlを加え、アンモニア水(1+2)を用いて中和し、酢酸(1+2)を滴加して弱酸性としたのち温湯を用いて液量を200~300mlとし、アンモニア水(1+2)を用いて弱アルカリ性とし、ジメチルグリオキシム溶液(1%)5~10mlをかきまぜながら注加し(2.1.3注8)約80℃に約30分間加温して沈澱を熟成させる。

沈澱はあらかじめ重量をはかったガラスろ過器(1G4)を用いてこしわけ、温アルコール溶液(10%)を用いて1~2回、つぎに温水を用いてじゅうぶんに洗浄する。ガラスろ過器および沈澱は110℃~120℃の乾燥器内で1~2時間乾燥し、デシケーター内で1時間放冷後ニッケルジメチルグリオキシム(C<sub>8</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>Ni)としてはかり、ニッケル含有量をつぎの式によって算出する。

$$\text{ニッケル}(\%) = \frac{\text{C}_8\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{Ni}(\text{g}) \times 0.2032}{\text{試料}(\text{g})} \times 100$$

注1) ニッケル含有量が少量の場合、または生成した沈澱中に不純物が混入するおそれがない場合は、再沈澱法を省略することができる。

注2) 試料中に多量の亜鉛およびマンガンを含むときは塩化アンモニウム約5gを加える。

注3) ニッケル含有量が少ない場合は熟成時間は通常1夜間とする。

注4) ガラスろ過器は通常円筒形で1G4型を標準とし、吸引ビンに取り付けて水流ポンプを用い適当に吸引してこしわけ。ただしガラスろ過器に付着した沈澱を除去するには硝酸を用い、加温して完全に溶解し、水を用いて洗浄にしたのち、吸引ビンに取り付け温水を通してじゅうぶんに洗浄後、本操作に準じて乾燥し、冷却後その重量をはかり次の操作に用いる。

注5) ニッケルジメチルグリオキシムの沈澱は乾燥に長時間を要するから、恒量となるまでじゅうぶんに乾燥する。

備考 一般に重量法の精度は洗浄剤と洗浄回数に影響されることが大きい。本法では沈澱の洗浄に最初温アルコール溶液(10%)を用いているが、その使用量は極めて微妙である。著者はジメチルグリオキシムを多量に

用いないかぎり、アルコール溶液はむしろ用いない方がよいのではないかと思う。理由はアルコールによって試薬ジメチルグリオキシムはよく溶解されるが、同時にニッケルジメチルグリオキシムも多少溶解されるからである。つぎに参考としてP. Nukaの文献からニッケルジメチルグリオキシムの溶解度を記す  
文献5), 6)

Solubility of Nickel Dimethyl glyoxime

Composition of solution (Total volume 500ml)	solubility, mg/100ml
Cold water	<0.1
Hot water	0.6
Hot water, 0.2g dimethylglyoxime	0.5
Hot water, 0.5g dimethylglyoxime	0.5
Hot water, 0.2g dimethylglyoxime, 150ml hot alcohol	1.5
Hot water, 0.2g dimethylglyoxime, 100ml hot alcohol	1.1
Hot water, 0.2g dimethylglyoxime, 50ml hot alcohol	0.8
Hot water, 0.2g dimethylglyoxime, 100ml cold alcohol	<0.1
Cold water, 2g sodium acetate, 50ml 0.1N hydrochloric acid	<0.1
Hot water, 0.2g dimethylglyoxime, 2g sodium acetate, 20ml 0.1N hydrochloric acid, 100ml hot alcohol	0.8
Hot water, 0.2g dimethylglyoxime, 2g sodium acetate, 20ml 1N hydrochloric acid	0.5

2.3 容量法

本法は、ニッケルの含有量 0.5%以上の試料に用いる。

2.3.1 要 旨

試料は 2.1.1 に準じて酸処理以下の操作を行ない、ジメチルグリオキシムによってニッケルを沈澱させてこしわけ硝酸に溶解したのち、A法により EDTA 標準液で滴定するか、あるいは B法によりシアン化カリウム標準液で滴定する。

### 2.3.2 操 作

注1)

試料 0.5~2 g をビーカー (200~300 ml) にはかりとり、2.1.3 に準じて酸分解以下の操作を行ない、ジメチルグリオキシム溶液を用いてニッケルを沈澱させる。

沈澱は口紙を用いてこしわけ、温水でじゅうぶんに洗浄する。口紙上の沈澱はもとのビーカーに洗い落とし、硝酸 (1+1) 10 ml を加え加熱溶解後、もとの口紙を通してビーカー (300 ml) に口過し、温水で口紙を洗浄する。口液および洗液は煮沸してジメチルグリオキシムを分解すると同時に液量を約 50 ml とする。以下つぎの A, B いずれかの方法で滴定する。

#### A法 EDTA 滴定法試薬

I) ムレキサイト指示薬：ムレキサイト (化学名ブルブル酸アンモニウム) 0.5 g を乾燥した塩化ナトリウム 50 g にまぜ、乳バチでじゅうぶんにすりつぶしてまぜて使用する。

II) EDTA 標準液の調製：エチレンジアミン 4 酢酸 2 ナトリウム 12.7 g を水に溶解して 1 l とする。この溶液の標定はニッケル標準液 50 ml を正確にとり、本文に準じ酒石酸 1 g, アンモニア水, ムレキサイト指示薬を加えて、EDTA 標準液で滴定し力価を決定する。この溶液の 1 ml はニッケル約 0.002 g に相当する。

ニッケル標準液の調製：金属ニッケル (純度 99.9% 以上) をニッケルとして 1 g となるようにはかりとり、硝酸 (1+1) 20 ml に注意して溶解し、室温に冷却後 1 l のメスフラスコに移し入れ、水で正しく 1 l とする。この溶液 1 ml は 1 mg のニッケルを含む。

#### A法 操 作

上記溶液に酒石酸 1 g を加え、かきまぜて溶解する。つぎにアンモニア水 (1+1) を加えてアルカリ性とし、さらに過剰に 5 ml を加え、水で全容を約 200 ml とする。これにムレキサイト指示薬約 0.1 g を加えて振りまぜたのち EDTA 標準液で滴定し、その 1 滴によって紫色を呈する点を終点とし、ニッケルの含有量をつぎの式によって算出する。

$$\text{ニッケル (\%)} = \frac{\left\{ \begin{array}{l} \text{EDTA 標準液 1 ml} \\ \text{のニッケル相当量} \end{array} \right\} \times \left\{ \begin{array}{l} \text{EDTA 標準液} \\ \text{使用量 (ml)} \end{array} \right\}}{\text{試 料 (g)}} \times 100$$

#### B法 シアン化カリウム滴定法

##### 試 薬

I) クエン酸ナトリウム混合溶液：クエン酸ナトリウム ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )

120gとヨウ化カリウム16gを水に溶解し1ℓとする。 II)シアン化カリウム標準液の調製：シアン化カリウム9gと水酸化カリウム1gとを水約500mlに溶解し、これに硝酸銀溶液(0.5%)100mlを加え水をさらに加え1ℓとしじゅうぶんふりまぜる。標定はニッケル標準液(A法試薬参照)の50mlを正確にとり本文に準じ硝酸(1+1)10ml、クエン酸ナトリウム混合溶液、アンモニア水、水などを加えてシアン化カリウム標準液で滴定し、力価を決定する。本溶液の1mlはニッケルの約0.002gに相当する。

#### B法操作

上記溶液にクエン酸ナトリウム混合溶液40mlを加え、リトマス試験紙を用いてアンモニア水(1+2)を徐々に加えて中和したのち、さらに正しくアンモニア水(1+4)注2)5mlを加え、液量を水で約150mlとし室温に放冷する。つぎにシアン化カリウム標準液で滴定し、終点近くに生じたヨウ化銀の白濁が最後の1滴で消失するときを終点とし、つぎの式によってニッケルの含有量を算出する。

$$\text{ニッケル}(\%) = \frac{\left\{ \begin{array}{l} \text{シアン化カリウム標準液} \\ 1\text{mlのニッケル相当量}(g) \end{array} \right\} \times \left\{ \begin{array}{l} \text{シアン化カリウム標} \\ \text{準液使用量}(ml) \end{array} \right\}}{\text{試料}(g)} \times 100$$

注1) 試料はニッケルとして10~50mgとなるようにはかりとる。

注2) アンモニア水の量は滴定結果に影響するからつねに一定量でなければならない。

注3) ニッケルの含有量によって約200または250mlとすることができ。ただしこの場合のシアン化カリウム標準液の力価標定のときは同一の液量とする。

注4) ヨウ化銀の白濁はきわめて微弱であるから、終点をたやすく判定するため通常黒色紙上で滴定操作を行なう。

### 2.4 吸光光度法

本法の適用範囲はニッケル0.001~2%である。

#### 2.4.1 要 旨

試料を塩酸および硝酸で分解し硝酸を加えて白煙を発生させ、水でろすめてケイ酸などを除去する。その溶液の一部をとり、クエン酸を加えたのちアンモニア性とし、ジメチルグリオキシムを加えクロロホルムでニッケルを抽出する。クロロホルム相はこれを塩酸で逆抽出し、塩酸溶液に飽和臭素水を加えたのち、アンモニア性とし、ジメチルグリオキシ

ムを加えて発色させ、その吸光度を測定する。

#### 2.4.2 試 薬

I) ジメチルグリオキシムアルコール溶液；2.1.2. I) 参照。 II) クエン酸溶液 (50%)。 III) クロロホルム。 IV) 塩酸 (1+20)。 V) 塩化アンモニウム溶液 (25%)。 VI) 飽和臭素水。 VII) ジメチルグリオキシム水酸化ナトリウム溶液： ジメチルグリオキシム1gを水酸化ナトリウム溶液 (1%)

100 ml に溶解する。 VIII) ニッケル標準液 (吸光光度法用)；2.3 容量法に用いる標準液 (1 mg Ni / ml) 25 ml を正確に分取し、500 ml のメスフラスコに入れ水で正しく500 ml とする。この溶液 1 ml は0.05 mgのニッケルを含む。

#### 2.4.3 操 作

試料 0.5 ~ 2 g をビーカーにはかりとり少量の水でうるおし、酸化鉍の場合には塩酸 20 ml を加え加熱分解し、つぎに硝酸 5 ~ 10 ml を加え、ひきつづき加熱して完全に分解する。また硫化鉍の場合は硝酸 20 ~ 30 ml を加え加熱分解し、つぎに塩酸 10 ~ 20 ml を加え加熱して完全に分解する。いずれの場合にもさらに硫酸 (1+1) 約 10 ml を加え、ひきつづき加熱蒸発して白煙を発生させる。放冷後水約 50 ml を加え、加熱して可溶性塩を溶解したのちろ過し、温水でじゅうぶんに洗浄する。<sup>注2)</sup>

ろ液をメスフラスコ (250 ml) にろつし水で定容とし、よくふりまぜる。これよりピペットを用いて正しく 25 ml を分取して分液漏斗にろつし、クエン酸溶液 (50%)<sup>注3)</sup> 2 ml を加え、リトマス試験紙の小片を加え、アンモニア水 (1+1) で中和し、なお過剰に 1 ml を加えてアルカリ性としたのち、ジメチルグリオキシムアルコール溶液 (1%) 2 ml、つぎにクロロホルム 5 ml を加え、流水中で冷却したのち約 30 秒間ふりまぜ、しばらく静置してニッケル錯塩をクロロホルムに抽出させる。つぎに下層のクロロホルムを別の分液漏斗に移しとり、残液にはなお2回クロロホルムを加えて (2回目約 5 ml, 3回目約 3 ml) 同様の操作を繰り返し行ない、これらクロロホルムを分液漏斗中の主クロロホルム抽出液に合併する。<sup>注4)</sup> これに塩酸 (1+20) 10 ml を加え、30 秒間ふりまぜ、しばらく静置してニッケルを塩酸に逆抽出させる。つぎに下層のクロロホルムを別の分液漏斗に移し、これにふたたび塩酸 (1+20) 5 ml を加えて同様の操作を行ない、静置してクロロホルム相を分離し、前後2回の塩酸抽出液を100 ml のメスフラスコに合わせて洗い移す。

これに水を加えて液量を約 80 ml とし、つぎに塩化アンモニウム溶液 (25%) 10

ml と飽和臭素水 2 ml を加え、よくふりませる。つぎにアンモニア水を滴加し、中和（臭素水の着色が消える）後 2 ml 過剰に加え、流水中でじゅうぶん冷却したのち、ジメチルグリオキシム水酸化ナトリウム溶液（1%）2 ml を加え、ふりませて褐赤色を発色させ、水で正しく 100 ml とし、よくふりませたのち、10 分間放置する。その一部を光度計のセル（発色液の濃度に適当な厚さのものをを用う）にとり、波長 450 m $\mu$  付近で<sup>注5</sup> 吸光度を測定し、あらかじめ作成してある検量線を用いてニッケルを定量する。吸光度測定は発色後 10～30 分以内ならば色調が安定である。

注1) 試料は普通 0.5 g をはかりとるが、ニッケル含有量により加減し、ニッケル量がなるべく 0.05 mg 以上 0.5 mg 未満になるようにはかりとると精度がよい。

注2) 酸による分解不完全で残サ中にニッケル含有の恐れがある場合は、これを白金ルツボに入れて強熱灰化し、少量の硫酸（1+1）およびフッ化水素酸で処理してケイ酸および硫酸を揮散させ、つぎに適量の炭酸ナトリウムを加えて融解し冷後温水および塩酸（1+1）で溶解したのち、主液に合わせ以下本文による。ただし残サ中に鉛を含有する場合は、白金を侵すから、あらかじめ酢酸アンモニウム溶液で常法により鉛を除去したのちの残サを処理しなければならない。

注3) このさいふりませてリトマス試験紙の色の変化に注意すること。鉄などが多く着色の変化があつてリトマス試験紙の変化を見誤ることがある。

注4) 妨害元素の量が多い場合は、抽出のさい水相が濁り、そのためクロロホルム相も汚染されることがある。このような場合はつぎのように処理する。3 回の抽出によるクロロホルム相のみを合した分液漏斗に、アンモニア水（1+50）10～20 ml を加え 30 秒ふりませ、しばらく静置してクロロホルム相のみを別の分液漏斗に移しとり、これに塩酸（1+20）を加え以下本文により操作する。

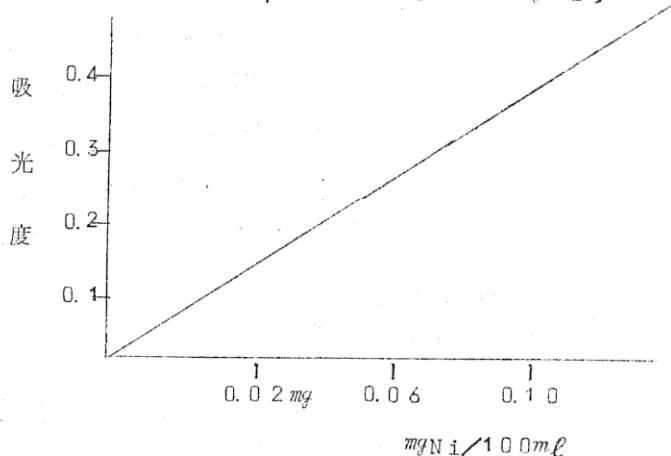
注5) 検量線の作成 ニッケル標準液（吸光度法用（0.05 mg Ni/ml）をそれぞれ 0.5～2.0 ml（0.05～2.0% Ni 相当）をメスフラスコ（100 ml）に正確にはかりとり、塩酸（1+20）15 ml、塩化アンモニウム溶液（25%）10 ml、つぎに水を加えて約 90 ml とし、飽和臭素水 2 ml を加えてよくふりませ以下本文操作に従って発色

させる。測定波長は450  $m\mu$  付近とし、セルはニッケル含有量により厚さ5  $mm$ 、10  $mm$ 、20  $mm$ の3種を用い、それぞれの検量線を作成する。すなわち0~0.1  $mg Ni/100 m\ell$  の範囲は20  $mm$ あるいは40  $mm$ のセル、0.1~0.5  $mg Ni/100 m\ell$  の範囲は10  $mm$ のセル、0.5~1.0  $mg Ni/100 m\ell$  の範囲は5  $mm$ のセルを用いる。つぎに検量線の一例を示す。

第 1 図

ニッケリツクジメチルグリオキシム検量線の一例  
(平間光電比色計Ⅱ型)

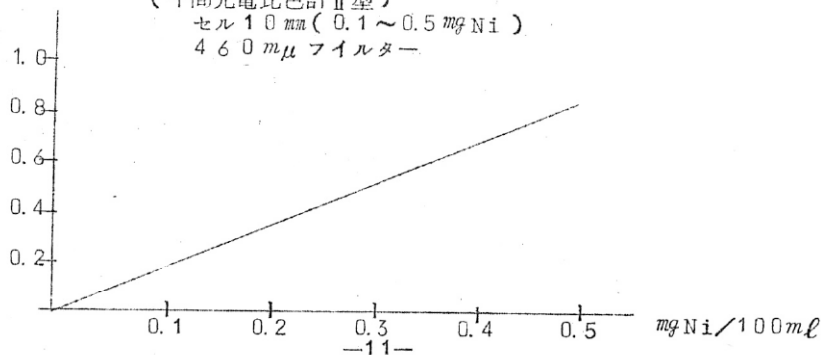
セル 20  $mm$   
460  $m\mu$  フィルター (0~0.1  $mg Ni$ )



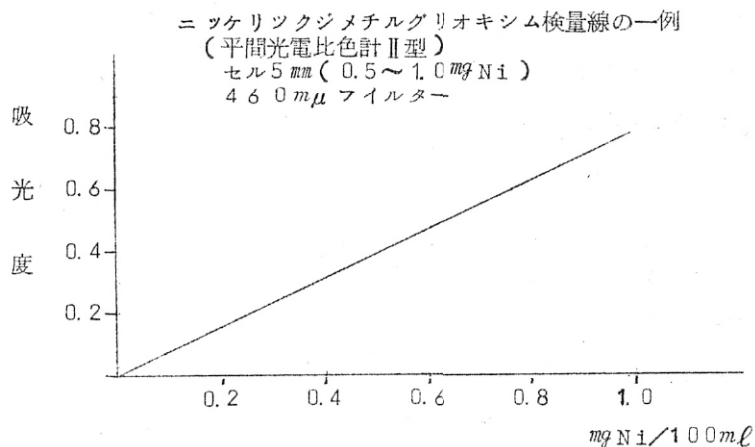
第 2 図

ニッケリツクジメチルグリオキシム検量線の一例  
(平間光電比色計Ⅱ型)

セル 10  $mm$  (0.1~0.5  $mg Ni$ )  
460  $m\mu$  フィルター



### 第 3 図



備 考 クロロホルムによるニッケル抽出の妨害元素について

本法について主に妨害する元素は銅、マンガン、コバルト、クロムであるが、これらの元素が単独にニッケルと共存する場合は比較的影響が少なく、銅 10 mg、マンガン 20 mg、コバルト 2 mg、クロム 10 mg まで共存しても、ニッケルの吸光度に影響をおよぼさない。  
文献 7)

#### 参考文献

- 1) JIS M8126 (1962) (鉱石中のニッケル分析方法)。
- 2) JIS M8126 (1952) (鉱石中のニッケル分析方法)。
- 3) JIS M8223 (1958) (鉄鉱石中のニッケル分析方法)。
- 4) E. B. Sandell: "Colorimetric Determination of Traces of metals" (1959) (Interscience publishers Inc, New York)。
- 5) P. Nuka: Z. anal. chem, 91, 29 (1932)。
- 6) J. F. Flagg: Organic Reagents used in gravimetric and Volumetric Analysis 144 (1948) (Interscience Publishers Inc., New York)。
- 7) 磯野清: 分化 6, 557 (1957) (吸光度法による鉱石中の微量ニッケル定量法)。



地質調査所化学課資料として分析法の集録を昭和34年から行っているが、今後は、発行順に番号を付けると共に、三桁の数字でもって分類を行い、その最初の一桁は次の項目を示すことにする。

最初の一桁

- 通則，分光分析，地化学探鉱など一般的な項目
- 1 金属元素
- 2 非金属元素
- 3 ケイ酸塩，コウ業原料
- 4 鉱物
- 5 水（工業用水，温泉，ガス水など）
- 6 石炭，ガス

昭和38年12月  
地質調査所技術部化学課  
川崎市久本町135

