

(455) 銀還元法による鉄鉱石中全鉄定量方法の改善

住友金属工業(株) 中央技術研究所 猪熊康夫 稲永昭二 ○蔵保浩文

1. 緒言

環境汚染の原因となる水銀塩を使用しない鉄鉱石中全鉄定量法として、銀還元法がある。しかし、この方法は、操作は簡単ではあるが、その分析精度、正確度に問題があり、その上、銅が共存するとバラツキが大きくなるという欠点があった。本報告では、これらの問題点を解決したため、この銀還元法は化学量論的に正確となり、現場管理分析法として適していることが確認できたので、以下に報告する。

2. 実験結果

(1) 分析精度、正確度の改善

銀還元器に使用する銀粉末の種類によっては、全鉄定量値に負誤差を与えるものがあり、分析精度、正確度を低下させていた。そこで、負誤差を示す銀について種々調査した結果、原因は、銀還元器内において溶存酸素より生成した H_2O が受器に流出した際に Fe^{2+} を酸化するためであることが判明した。したがって、銀還元器を通過させた洗液にチタン(IV)溶液を添加し、過チタン酸の呈色がないことを確認して、 H_2O_2 が生成しない銀粉末を使用しなければならない。また、分析時間が30分以上になると、溶存酸素による Fe^{2+} の酸化の影響で低値を示すためにバラツキが大きくなることも明らかになった。

(2) 共存元素による影響

図1は、標準鉄溶液に銅を添加した試料を用いて、滴定液を受器に事前添加した場合と原案¹⁾通りに行なった場合の全鉄定量結果である。これより、銅の影響は次のように考えられる。すなわち、

1) 銀還元器内における銅自体の還元—正誤差の原因

2) 溶存酸素による Cu^{+} と Fe^{2+} の酸化—負誤差の原因

(銅の存在によって Fe^{2+} の酸化は促進される)

滴定液を事前添加することによって2)の影響が防止され1)の現象が顕著に現われ、銅が完全に還元されたとした理論直線にほぼ一致している。

なお、日本鉄鋼連盟ISO/TC102/SC2国内委員会において、 Cl^- 濃度0.1Nにおいて銅は還元されなくなる²⁾。さらに、銅とバナジウムが多量に共存すると正誤差が現われるが、これも酸濃度を0.5Nにすることで防止できるという提案がなされたので、詳細に検討を行なった結果、その効果を確認し化学平衡論的にも説明がついた。

(3) 標準試料の定量

表1は、標準試料について全鉄定量を行なった結果である。これより、銀還元法は分析精度、正確度ともに良好であり、従来法と同等、あるいは、それ以上の分析法であると考えられる。

3. 参考文献

1) 日本鉄鋼連盟ISO/TC102/SC2

国内委員会資料 ISO分3030

2) 同上 ISO分3227

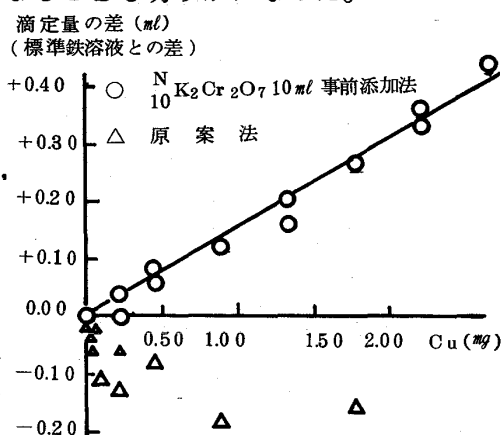


図1. 全鉄定量に及ぼす銅の影響

表1. 標準試料の全鉄定量値(%)

銘柄	標準値	Ag法	備考
JSS802-2	69.99	69.96	酸化鉄
JSS812-1	60.19	60.13	磁鉄鉱
JSS850-1	66.83	66.80	Cu 0.015%
JSS852-1	67.23	67.17	V 0.52%

($\hat{\sigma}_w = 0.030\%$)