

(407) クーロメトリーによる鉄鉱石中の全鉄定量における誤差要因の検討

新日本製鐵(株) 分析研究センター ○小野田維 稲本 勇 滝本憲一 大坪孝至
試験室 楠本龍義

1. 緒言

鉄鉱石中の全鉄定量法としては、現在、酸化還元滴定法が広く用いられている。

一方、英国から、クーロメトリーを適用すれば、酸化還元滴定よりも高精度で正確さの高い定量が可能との提案があり、ISOに制定するためのWGが発足し検討が進められている。そこで英国提案法を追試して、不明確部分を明確にするとともに新たな知見を得たので報告する。

2. 分析方法

図1に装置図を示す。構成は英国提案法¹⁾(Fe(III)を0.2Vの電位でFe(II)に還元後、再び0.7Vで酸化する段階で所要した電気量から全鉄量を求める方法)に準じているが、データ処理機能としてパーソナルコンピュータを接続し、データ収集、定量計算、CRT画面上への電流-時間曲線のリアルタイム表示等の機能を付加している。

3. 実験

(1) 迅速化:

電極、攪拌、液量、初期電流値などの最適化で迅速化をはかった。(導入当初120分→現状90分)

(2) 精度の向上:

i) 液性

酸の種類、濃度と再現精度の基礎条件を検討し、融解した鉄鉱石試料を H_2SO_4 (50 vol %) 40 mlで抽出後、純水で100 mlに希釈した溶液を使用した。

ii) 電極内へのFeの浸入

1回の定量で試料溶液中のFeが、補助電極及び参照電極に侵入していることが判明した。その量は、鉄鉱石中のT.Fe濃度に換算して0.02%程度であった。

iii) 共存元素の影響

金属元素としてVが正誤差を与えることを確認した。Mn, Ti, Cr, Cuについては、定量値に対する影響が認められなかった。

iv) 定量精度

不純物量のはっきりしている高純度鉄を用いて、精度、正確さを求めた。

4. 結論

鉄鉱石中の全鉄定量法としてクーロメトリーの適用のため、装置を試作し定量条件を詳細に検討した結果、実用化の見通しを得た。定量所要時間は試料分解後の還元時間50分、酸化時間40分を要するが、精度は良好で、操作上の個人誤差の少ない点で従来の酸化還元滴定法より優れている。

なお、標準試料の全鉄定量結果は全般的に標準値よりわずかに低値となる。

文献

- 1) H. J. Boniface and R. H. Jenkins Analyst, 1980, Vol.105, pp.705~718

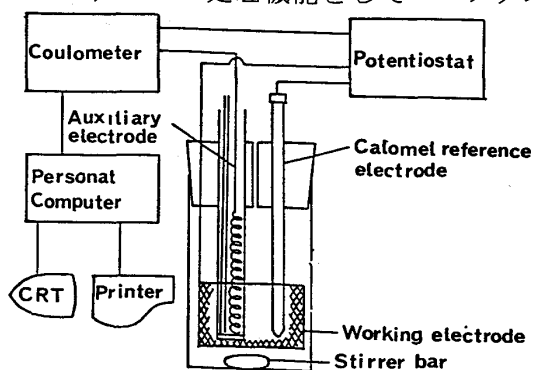


Fig 1 Schematic diagram of Coulometry