

技術解説

標準試料委員会ニュース

鉄鉱石標準試料 JSS 831-1 (タハロア砂鉄)

1. まえがき

現在、鉄鋼標準試料委員会で頒布している鉄鉱石の標準試料は、12 銘柄にわたっている。これらの標準試料は、化学分析法の日常的な正確な管理、蛍光 X 線分析用の検量線用試料、および蛍光 X 線分析のチェック用試料として広く利用されている。特に、蛍光 X 線分析法は、数多くの元素を迅速に定量できるメリットを有しているため、これら各種銘柄の標準試料の整備は、非常に重要なことである。

近年、日本では製鉄原料としてニュージーランド産の砂鉄の入荷が増加している。その品位を調査したところ当該鉄鉱石の TiO_2 、 Al_2O_3 の含有率は、従来からある標準試料と比較して高いことがわかった。たとえば、蛍光 X 線分析用検量線を、従来の JSS 標準試料で作成すると、当該鉄鉱石のこれらの成分は、定量不能(外挿)となってしまう。JSS の砂鉄の標準試料としては、フィリピン砂鉄(JSS 830-3)があるものの、上記の理由により標準試料委員会では、タハロア砂鉄を基本に新品種として標準試料を作製し、分析の管理、標準化に役立てていくことを決定した。

タハロアは、ニュージーランドの北島の西海岸、オークランドの南 150 km にある大きい砂鉄鉱山のひとつであり、鉱山の広さは 1 600 ヘクタールにおよぶ。タハロア鉱山の写真を写真 1 またタハロア砂鉄の鉱物組成を表 1 に示す¹⁾。埋蔵量は、3 億 t 以上と推定され、製鉄原料としてここ数十年の間、日本をはじめ韓国、中国、台湾に輸出されている。

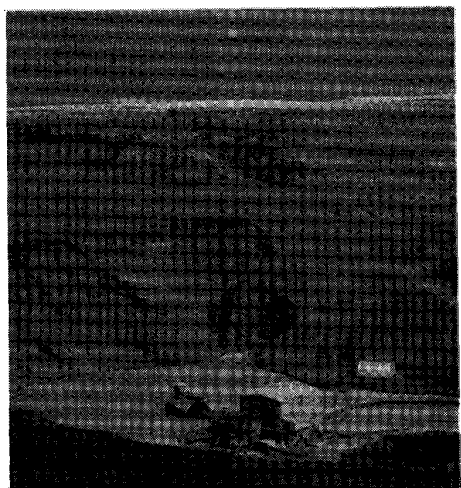


写真 1 タハロア砂鉄鉱山の採掘現場

2. 製造概要

試料の採取は入荷時に NKK で行い、(株)日本サンプルプラントで調製を行った。試料の採取および調製方法を図 1 に示す。

3. 標準値決定までの経過

標準試料の各成分の標準値決定までには、事前に偏析調査、粒度分布調査および粒度別の偏析調査を行った後に、各分析所(10 所程度)にて標準値決定のための分析が行われる。その結果を解析して標準値を決定している。今回の標準値決定に関しては、以下の特徴がある。標準試料の調製は、『鉄鋼標準試料委員会規定集』および、ISO 法の『鉄鉱石の化学分析用認証標準物質の調製に関する勧告』²⁾に従うこととした。これにより、標準値の決定には各事業所とも 2 本のびんのそれぞれについて、独立 2 回の定量を行うこととした。すなわち、2 ボトル方式の採用である。また、分析成績表には、各成分ごとに定量方法を明示してあるが、採用した定量方法が ISO 法と同一の場合は、その旨を付記することにした。

3.1 偏析調査

縮分、粉碎を行い、 $-105\mu\text{m}$ の試料を 8 個作製し、T. Fe, SiO_2 , Al_2O_3 についてそれぞれ分析した結果を表 2 に示す。いずれの成分についても、偏析は認められなかった。

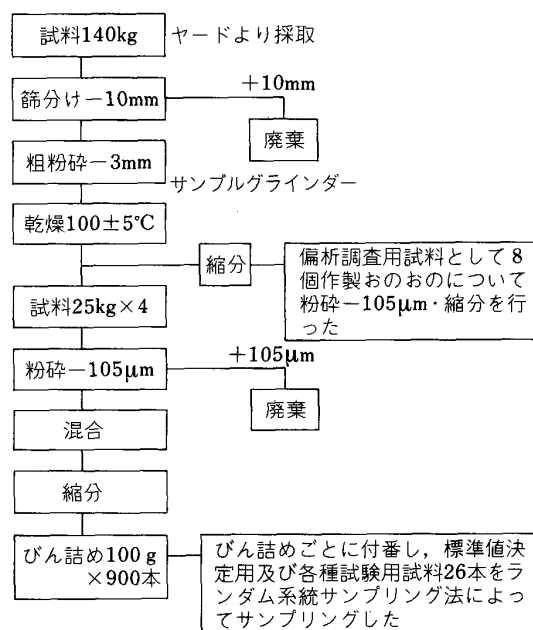


図 1 試料の採取および調製フロー

3・2 粒度分布調査および粒度別の偏析調査

びん詰めされた試料から、ランダム系統サンプリング法によって、26本のびんを抜き取り、その中の2本の試料について粒度別に調査を行った結果を図2に示す。2本のびん間においては、粒度分布および粒度別のT.Fe、SiO₂の分析結果ともにほぼ同様の結果であり、びん間のばらつきは小さいものと推定される。一方、粒度別の偏析は、粒度が粗い側でFeがややリッチとなり、細くなるとSiO₂がややリッチとなる傾向があることがわかった。従って、標準試料の使用にあたっては、長期の保存、振動等によりびん中の試料の粒度分布に偏りができないように気を付ける必要がある。また、はかりとり試料を取る際は、多数の小インクリメントを取って平均化をはかる必要がある。

4. タハロア砂鉄試料の特徴

従来の鉄鉱石のJSS標準試料に比べ、タハロア砂鉄の特徴としては、FeO、Al₂O₃、MgO、TiO₂、Crの含有率が高い。従って、タハロア砂鉄標準試料の作製により、これらの成分の上限が広がり、蛍光X線分析の定量(検量線)範囲が拡大された。

5. 標準値および分析精度

鉄鋼標準試料委員会のメンバーで実験を行った結果を表3に示す。ただし、化合水(CW)については、所間のばらつきが大きい参考値とした。

文 献

- 1) New Zealand Steel Mining, Taharoa (Titanomagnetite), NZSM (1989)
- 2) ISO/TC 102 Technical Committee Report No. 2 (TC 102 Document No. 345 E) 邦訳

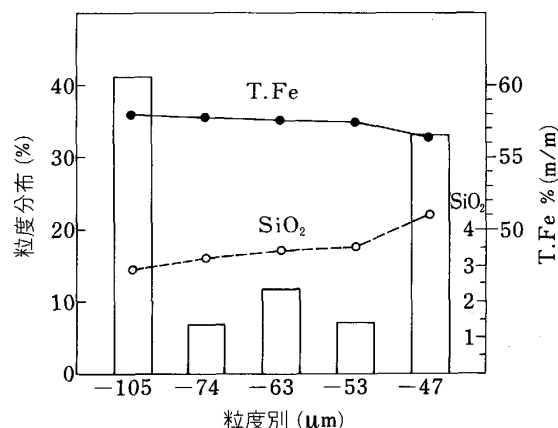


図2 粒度分布調査および粒度別の偏析調査結果

表1 タハロア砂鉄の鉱物組成

鉱物名	鉱物組成の概要	百分率
Titanomagnetite	(FeO)(Fe ₂ O ₃)(TiO ₂)	47
Augite	(CaNa)(MgFeAl)(SiAl) ₂ O ₆	36
Homeblende	Ca ₂ Na(MgFe ²⁺)(AlFe ³⁺ +Ti)AlSi ₈ O ₂₂ (OH) ₂	7
Plagioclase	CaAl ₂ Si ₂ O ₈	2

表2 偏析調査結果(%)

試料 No.	T. Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃
1	57.44	3.73	3.74
2	57.33	3.72	3.74
3	57.33	3.72	3.73
4	57.35	3.73	3.75
5	57.26	3.72	3.72
6	57.27	3.69	3.75
7	57.26	3.74	3.70
8	57.25	3.76	3.72
平均値	57.311	3.726	3.731
標準偏差	0.065	0.020	0.017

表3 標準値決定共同実験結果

JSS 831-1

タハロア砂鉄 (TAHAROA IRON SAND)

分析成績 (Certificate of analyses) % (m/m)

Element	T. Fe	FeO	SiO ₂	Mn	P	S	Cu	TiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Ni	Cr	V	Zn	Na ₂ O	K ₂ O	CW
Certified V.	57.03	28.35	3.73	0.50	0.168	0.006	0.007	7.77	3.69	1.33	3.28	0.007	0.024	0.30	0.076	0.114	0.078	0.14*
Lab.																		
1	56.990	28.440	3.740	0.480	0.1625	—	0.0070	7.720	3.710	1.350	3.325	0.0080	0.0225	0.310	0.0760	0.1195	0.0830	—
2	57.010	28.625	3.670	0.500	0.1620	—	0.0070	7.810	3.735	1.305	3.335	0.0080	0.0255	0.305	0.0785	0.1090	0.0725	—
3	56.965	28.390	3.715	0.515	0.1700	0.0070	0.0080	7.750	3.655	1.355	3.210	0.0090	0.0240	0.285	0.0725	0.1140	0.0760	0.160
4	57.100	28.360	3.730	0.510	0.1580	0.0050	0.0070	7.805	3.750	1.310	3.210	0.0070	0.0250	0.315	0.0725	0.1130	0.0805	0.105
5	57.145	28.110	3.790	0.500	0.1715	0.0050	0.0070	7.775	3.785	1.295	3.355	0.0070	0.0240	0.295	0.0750	0.1085	0.0705	0.130
6	56.950	28.380	3.795	0.495	0.1690	0.0050	0.0075	7.735	3.680	1.370	3.360	0.0065	0.0240	0.295	0.0740	0.1110	0.0745	0.160
7	57.080	28.225	3.660	0.505	0.1745	0.0060	0.0070	7.775	3.625	1.255	3.215	0.0070	0.0240	0.290	0.0795	0.1085	0.0810	0.130
8	57.105	28.255	3.760	0.490	0.1715	0.0050	0.0085	7.825	3.695	1.370	3.215	0.0070	0.0220	0.305	0.0750	0.1135	0.0725	0.135
9	56.925	28.495	3.720	0.500	0.1675	0.0060	0.0070	7.700	3.620	1.335	3.255	0.0065	0.0240	0.300	0.0790	0.1195	0.0870	0.130
10	56.950	28.270	3.710	0.520	0.1725	0.0050	0.0070	7.795	3.700	1.320	3.310	0.0075	0.0260	0.300	0.0750	0.1145	0.0810	0.165
11	57.135	28.295	3.770	0.520	0.1745	0.0080	0.0075	7.755	3.660	1.320	3.280	0.0070	0.0230	0.295	0.0785	0.1175	0.0830	—
Average	57.032	28.350	3.733	0.503	0.1685	0.0058	0.0073	7.768	3.692	1.326	3.279	0.0073	0.0240	0.300	0.0760	0.1135	0.0783	0.139
Standard deviation	σ_w	0.039	0.027	0.034	0.006	0.0009	0.0000	0.0004	0.018	0.016	0.012	0.0007	0.0008	0.006	0.0009	0.0013	0.0010	0.008
	σ_x	0.082	0.141	0.044	0.012	0.0055	0.0011	0.0005	0.040	0.051	0.035	0.0008	0.0012	0.009	0.0026	0.0041	0.0054	0.021
Metallic	—	22.04**	1.74	—	—	—	—	4.66	1.95	0.95	1.98	—	—	—	—	0.084	0.065	—

CW: 化合水 (Combined Water) 1) 各分析値は独立2回分析の平均値を示す (Each analytical value shows the mean of two analyses carried out independently.)

**Fe(II)

2) 素材提供所 (Material supplier): 日本鋼管(株) (NKK)

試料調製所 (Sample preparator): (株)日本サンプルプラント (Nippon Sample Plant Co., Ltd.)

試料粒度 (Granuler of sample): -105 μm

3) 標準値で*印のついた値は参考値を示す (* This value means non-certified value.)

$$\sigma_x = \sqrt{\sigma_b^2 + \sigma_w^2/2}$$