

鉄鉱石中の全鉄定量における吸湿水の影響

The Influence of Hygroscopic Moisture on Determination of Total Iron Content in Iron Ores

新日本製鉄(株) 先端技術研究所 稲本 勇*
八幡製鉄所 浜田 信義

1. 緒言

鉄鉱石中の全鉄定量における誤差要因として、吸湿水の影響を検討した。鉄鉱石によっては吸湿性の強い銘柄があり(例えばローブリバー鉄鉱石)、全鉄定量において誤差の原因になりやすい。そのためTable 1に示すように、JIS法⁽¹⁾、ISO法⁽²⁾とも化合物2.5%(m/m)を境として、試料の乾燥の仕方や試料のはかり取り方を変えて吸湿水の影響対策をとっているが、不十分な点もあるので吸湿水の影響を検討し、誤差要因を考察した。

Table 1 The Preparation of test sample and the test portion for determination of total iron content in iron ores.

	Contents of combined water	Preparation of test sample	Test portion
J	< 2.5% (m/m)	about 40g of the test sample → drying at 105~110°C, about 2h → cooling in desiccator [Method 1]	0.40g
I S	≥ 2.5% (m/m)	about 0.4g of the test sample (in weighing bottle) → drying at 105~110°C, about 2h → put on the stopper → cooling in desiccator [Method 2]	① mass of the test sample and weighing bottle ② mass of weighing bottle after the sample was transferred into beaker ①-②
I S	< 2.5% (m/m)	not more than 10g of the test sample (in weighing bottle) → drying at 10 ± 2°C, about 2h → put on the stopper → cooling in desiccator → weighing → repeating of the drying and weighing until constant mass [Method 3]	0.4g
O	≥ 2.5% (m/m)	equilibrium with the laboratory atmosphere (by exposure for at least 2h) [correction of hygroscopic moisture content, determined in accordance with ISO 2596] [Method 4]	0.4g

平成 4年 1月16日受付 (Received Jan. 16, 1992)

* Isamu Inamoto (Advanced Materials & Technology Research Laboratories, Nippon Steel Corp., 1618 Ida Nakahara-ku Kawasaki 211)

2. 吸湿水の影響の程度

鉄鉱石の全鉄は、吸湿水を除いた乾燥試料の質量に対する%(m/m)で表示する。鉄鉱石の銘柄によっては吸湿性が強く、試料の乾燥後に再び吸湿して質量が増し、鉄定量値が低値となることがある。JISの塩化チタン(Ⅲ)還元二クロム酸カリウム滴定法による全鉄の室間許容差は0.21%(m/m)[T.Fe 54.2~66.9%(m/m)]なので、T.Feが60%(m/m)の試料を例に吸湿水の影響の程度を計算すると、分析試料のはかり取り操作の際、吸湿水による質量の増加が14mgを越えれば許容差を外れることになる(室内許容差では10mg)。ISO法では試料の吸湿水を分析室内の湿度と平衡にして試料をはかり取り、別に吸湿水を定量して計算によって補正する。この方法によれば吸湿水による誤差は生じない。しかし、鉄の定量に必ず吸湿水を定量する必要があるため、あまり実施されていない。

3. 検討実験結果と考察

3. 1 化合物と吸湿水及び全鉄定量値の関係

鉄鉱石20銘柄の化合物と吸湿水及び全鉄を定量した結果をTable 2に示して、この結果より化合物と吸湿水の相関をFig. 1に、Table 1に示したの試料取り扱い方法のMethod 2とMethod 1による全鉄定量値の差と化合物との相関をFig. 2に示した。化合物の含有率が高いほど吸湿水も高く、全鉄定量誤差は大きくなりやすい。Fig. 2のMethod 2とMethod 1の差は、Method 1では試料の乾燥後に再び吸湿して質量が増加し、差を生じたことを示している。

Table 2 Analytical results of total iron, hygroscopic moisture and combined water in iron ores.

Iron ores	% (m/m)				
	T. Fe (Method 1)	T. Fe (Method 2)	d (M. 2 - M. 1)	Hygroscopic Moisture	Combined Water
① Carol Lake	65.80	65.80	0.00	0.01	0.07
② Nibrasco	66.33	66.33	0.00	0.05	0.09
③ Iscor	67.14	67.15	0.01	0.05	0.40
④ M. B. R.	68.23	68.23	0.00	0.07	0.48
⑤ Asso. Man.	65.40	65.43	0.03	0.22	0.58
⑥ Rio Doce	67.58	67.63	0.05	0.12	0.95
⑦ Goldsworthy	62.26	62.29	0.03	0.24	1.21
⑧ Bailadila	65.63	65.65	0.02	0.21	1.65
⑨ Lamco	65.30	65.32	0.02	0.22	1.67
⑩ Donimalay	65.54	65.65	0.11	0.23	1.72
⑪ Mt. Newman	63.51	63.58	0.07	0.28	1.82
⑫ Damodar	62.04	62.06	0.02	0.43	2.48
⑬ Hamersley	62.78	62.85	0.07	0.46	2.60
⑭ Timblo	61.46	61.54	0.08	0.47	4.17
⑮ Mandobi	62.54	62.70	0.16	0.67	4.30
⑯ Dempoo	63.07	63.12	0.05	0.44	4.41
⑰ Salgaoncar	61.67	61.86	0.19	0.50	4.82
⑱ Bandecar	61.15	61.33	0.18	0.72	5.24
⑲ Robe River	57.00	57.14	0.14	1.18	8.04
⑳ Robe River	56.90	57.01	0.11	1.39	8.40

Hygroscopic moisture, Combined water: ISO Karl Fischer method

3. 2 試料乾燥後の吸湿

試料4.00gを、量り瓶にはかり取りMethod 1及びMethod 2で乾燥し新しいシリカゲルを入れたデシケータ内で20分間放冷した後、第1回の質量を測定した。以後、室内(室温26℃、湿度69%)に一定時間放置して吸湿による質量増加を測定した。

その結果をFig. 3に示す。乾燥後直ちに蓋をして放冷するMethod 2では、かなりの長時間にわたって徐々に吸湿し、吸湿量の多少はほぼ化合水含有率に比例している。しかし、例えばアソマンのように化合水含有率[C.W.: 0.58%(m/m)]は低くても、ラムコ[C.W.: 1.67%(m/m)]より吸湿性の強い銘柄もある。これと比較して、開放状態で放冷するMethod 1での吸湿による質量増加量があまり多くなく、いずれの銘柄もMethod 2を大きく下回るのは、第1回の質量測定までの間に吸湿をほとんど完了してしまっているため、その後の増加量がほとんどないと考えられる。すなわちMethod 1は吸湿水の影響を除く効果はほとんどない。Method 2による吸湿増加量率[% (m/m)]と、カールフィッシャー法で求めた吸湿水含有率との差はMethod 2の第1回質量測定までの吸湿量と考えられる。

3. 3 I S O 法と J I S 法の全鉄定量値の比較

サルガオンカ鉄鉱石[C.W.: 4.82%(m/m)]を用いて、I S O 法(Method 4)とJ I S 法による全鉄定量値を比較した。I S O 法では61.92%(m/m)を得たが、J I S 法はTable 1に示したようにMethod 1で61.67%(m/m)、Method 2で61.86%(m/m)を得た。

J I S 法はI S O 法よりやや低値となったが、この差は3. 2で述べた吸湿によるものと考えられる。Method 1では分析試料のはかり取り操作中に100%吸湿したと仮定して、Method 1の定量値61.67%(m/m)を吸湿水含有率[0.50%(m/m)]で補正すれば、61.98%(m/m) (61.67/0.9950)となる。また、Method 2の定量値については、Table 2に示した吸湿水含有率[0.50%(m/m)]と、Fig. 3中に示した吸湿増加量率[0.40%(m/m)]との差0.10%(m/m)を、Method 2における分析試料のはかり取り操作中に吸湿した増加量と仮定して補正すれば61.92%(m/m) (61.86/0.9990)となりI S O 法と良く一致する。

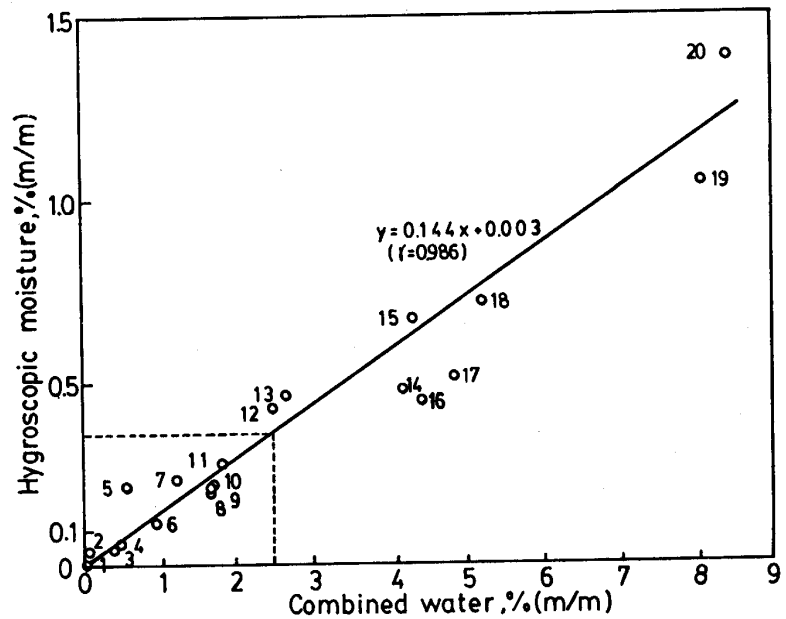


Fig.1 The relationship between combined water content and hygroscopic moisture content.

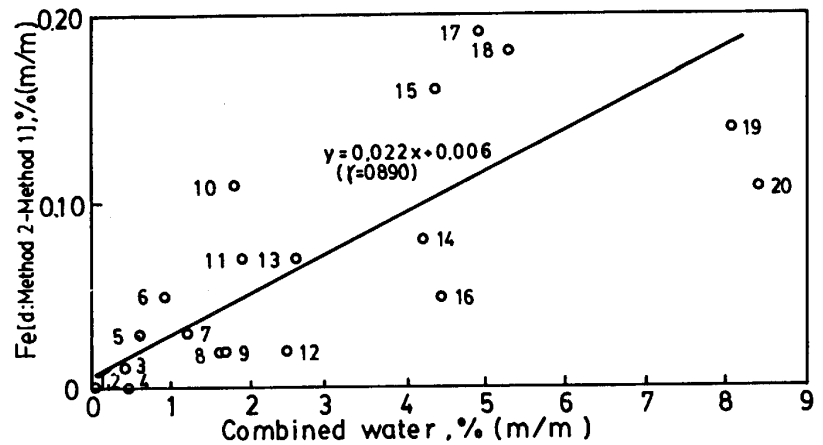


Fig.2 The relationship between combined water content and difference of total iron content, method 2 and method 1.

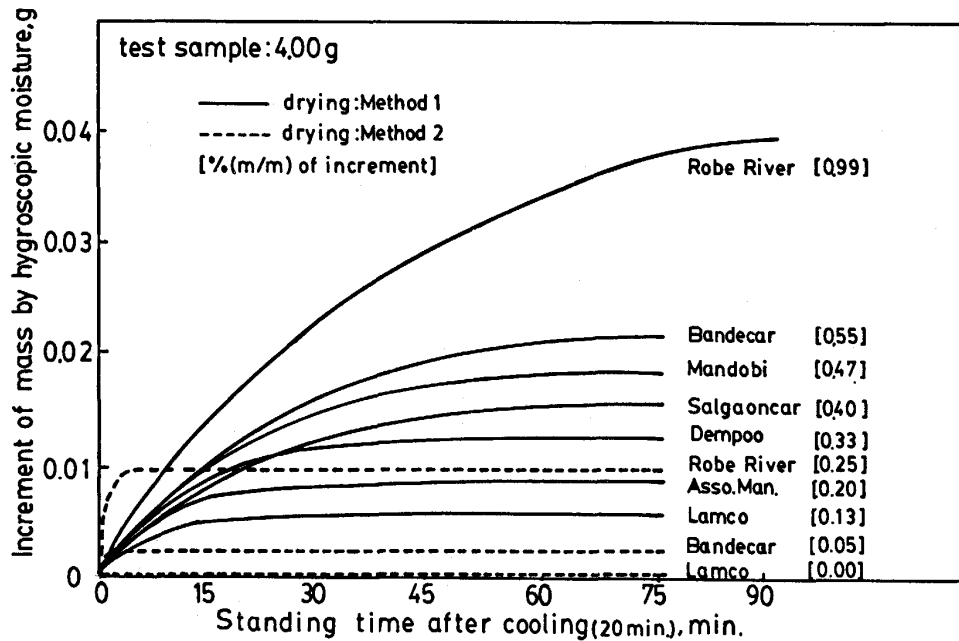


Fig. 3 The relationship between standing time of drying iron ores and increment of mass by hygroscopic moisture.

4. 結 言

(1) J I S 法による鉄鉱石中の全鉄定量法は吸湿水の影響を受けて I S O 法より低値となりやすい。試料の乾燥後、開放状態で放冷する場合は明かに低値となり、吸湿性の強い試料のように蓋をして放冷する場合でも一部吸湿して低値となる恐れがある。

(2) 化合物含有率と吸湿水含有率には強い相関があり、試料の乾燥方法を化合物含有率で区分することは問題ない。ただし、現行の化合物 2.5% で区分する方法は、化合物 2.5% 以下でも例えばアソマンのように吸湿性の強い銘柄もあり、I S O 法、J I S 法とも化合物 0.5% で乾燥方法を区分するのが良い。

(3) 誤差を小さくするには、I S O 法のように試料の吸湿水を室内湿度と平衡にする方法が最も良い。

参考文献

- (1) J I S M 8 2 1 2
- (2) I S O 2 5 9 7