

規格番号	JIS M 8713
規格名称	鉄鉱石—被還元性試験方法
担当主査名	坂橋 信俊
1. 改正の背景・目的 この規格は、高炉の還元帯を模した条件下で還元を行うことによって天然鉄鉱石塊鉱石及び塊成鉱(焼成ペレット及び焼結鉱)の被還元性を還元率で評価する試験方法について規定したものであるが、試験方法・手順等について最近の実態を反映して規格内容の見直し及び明確化を行うため、改正を行うものである。 2. 改正ポイント 主な改正内容は、次のとおりである。 a) 8.3 還元、JA.8.3 還元 アルミナボールなどの磁器製ペレットのサイズを ISO 記載に合わせて、10.0 mm～ 12.5mm に変更する。 b) 附属書 B B.2 計算式の導出 鉄鉱石中に含まれる鉄酸化物の記載で、鉄鉱石類に存在しないウスタイトを削除し、褐鉄鉱（ゲーサイト）を追加する。 c) 附属書 JB 同様の理由で、ウスタイトの記載を削除する。測定試料中の酸素量の計算に Fe_3O_4 量の計算は使わないので、Fe_3O_4 の記載を削除する。 d) JIS Z 8301 改正への対応 JIS Z 8301 に規定された様式に従って、JIS 案を作成した。	
日本産業標準調査会：「産業標準案等審議・審査ガイドライン」に適合しているか否かの評価 「国家標準とすることの妥当性の判断基準」 1. 産業標準化の利点があると認める場合の項目(裏面参照)：ア、イ 2. 産業標準化の欠点があると認める場合の項目(裏面参照)に該当しないことの確認：(確認) 未確認 「国が主体的に取り組む分野の判断基準」及び「市場適合性に関する判断基準」 3. (国が主体的に取り組む分野に該当している) 又は 市場適合性を有している 4. 国が主体的に取り組む分野に該当する場合の項目(裏面参照)：1 5. 市場適合性を有している場合の項目(裏面参照)：	

1. 産業標準化の利点があると認める場合
ア. 品質の改善若しくは明確化、生産性の向上又は産業の合理化に寄与する。
イ. 取引の単純公正化又は使用若しくは消費の合理化に寄与する。
ウ. 相互理解の促進、互換性の確保に寄与する。
エ. 効率的な産業活動又は研究開発活動の基盤形成に特に寄与する。
オ. 技術の普及発達又は国際産業競争力強化に寄与する。
カ. 消費者保護、環境保全、安全確保、高齢者福祉その他社会的ニーズの充足に寄与する。
キ. 国際貿易の円滑化又は国際協力の促進に寄与する。
ク. 中小企業の振興に寄与する。
ケ. 基準認証分野等における規制緩和の推進に寄与する。
コ. その他、部会又は専門委員会が認める工業標準化の利点
2. 産業標準化の欠点があると認める場合
ア. 著しく用途が限定されるもの又は著しく限られた関係者間で生産若しくは取引されるものに係るものである。
イ. 技術の陳腐化、代替技術の開発、需要構造の変化等によってその利用が縮小しているか、又はその縮小が見込まれる。
ウ. 標準化すべき内容及び目的に照らし、必要十分な規定内容を含んでいない。また、含んでいる場合であっても、その規定内容が現在の知見からみて妥当な水準となっていない。
エ. 当該案の内容及び既存のJISとの間で著しい重複又は矛盾がある。
オ. 対応する国際規格が存在する場合又はその仕上がりが目前である場合であって、当該国際規格等との整合化について、適切な考慮が行われていない。
カ. 対応する国際規格が存在しない場合、当該JISの制定又は改正の輸入への悪影響について、適切な考慮が行われていない。
キ. 原案中に特許権等を含む場合であって、特許権者等による非差別的かつ合理的条件での実施許諾を得ることが明らかに困難である。
ク. 原案が海外規格 (ISO及びIECが制定した国際規格を除く) その他他者の著作物を基礎とした場合、著作権に関する著作権者との調整が行われていない。
ケ. 技術が未成熟等の理由で、JISとすることが新たな技術開発を著しく阻害する恐れがある。
コ. 強制法規技術基準・公共調達基準との関係について、適切な考慮が行われていない。
サ. 工業標準化法の趣旨に反すると認められるとき。
4. 国が主体的に取り組む分野に該当する場合
1. 基礎的・基盤的な分野
2. 消費者保護の観点から必要な分野
3. 強制法規技術基準、公共調達基準等に引用される規格
4. 国の関与する標準化戦略等に基づき国際規格提案を目的としている規格
5. 市場適合性を有している場合
1. 国際標準を JIS 化するなどの場合
2. 関連する生産統計等によって、市場におけるニーズが確認できる場合、又は将来において新たな市場獲得が予想される場合
3. 民間における第三者認証制度に活用されることが明らかな場合
4. 各グループ [生産者等及び使用・消費者又はグループを特定しにくい JIS (単位、用語、製図、基本的試験方法等) にあつては中立者] の利便性の向上が図られる場合

目 次

	ページ
序文	1
1 適用範囲	1
2 引用規格	1
3 用語及び定義	2
4 原理	2
5 サンプルング、試験試料及び測定試料の調製	2
5.1 サンプルング及び試験試料の調製	2
5.2 測定試料の調製	2
6 装置	3
7 試験条件	3
7.1 一般	3
7.2 還元ガス	4
7.3 加熱ガス及び冷却ガス	4
7.4 測定試料の温度	4
8 操作	4
8.1 試験数の決定	4
8.2 化学分析	4
8.3 還元	4
9 結果の表示	5
9.1 到達 JIS 還元率 (R_{180}) の計算	5
9.2 室内許容差及び試験結果の採用	6
10 試験結果の報告	6
11 検証	6
附属書 A (規定) 試験結果採用のためのフローシート	10
附属書 B (参考) 還元率計算式の導出方法	11
附属書 JA (参考) 鉄鉱石－還元速度試験方法	13
附属書 JB (参考) 還元速度計算式の導出方法	20
附属書 JC (参考) JIS と対応する国際規格との対比表	22

まえがき

この規格は、産業標準化法第 16 条において準用する同法第 14 条第 1 項の規定に基づき、認定産業標準作成機関である一般社団法人日本鉄鋼連盟（JISF）から、産業標準の案を添えて日本産業規格を改正すべきとの申出があり、経済産業大臣が改正した日本産業規格である。これによって、JIS M 8713:2017 は改正され、この規格に置き換えられた。

この規格は、著作権法で保護対象となっている著作物である。

この規格の一部が、特許権、出願公開後の特許出願又は実用新案権に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣は、このような特許権、出願公開後の特許出願及び実用新案権に関わる確認について、責任はもたない。

鉄鉱石－被還元性試験方法

Iron ores－Determination of reducibility by the final degree of reduction index

序文

この規格は、2015年に第4版として発行されたISO 7215を基に作成した日本産業規格であるが、技術的内容を変更して作成した日本産業規格である。ISO 4695 (Iron ores for blast furnace feedstocks－Determination of the reducibility by the rate of reduction index)の被還元性を還元速度で評価する試験方法を附属書JAに、還元速度計算式の導出方法を附属書JBに、それぞれ参考として記載する。

なお、この規格で点線の下線を施してある箇所は、対応国際規格を変更している事項である。技術的差異の一覧表にその説明を付けて、附属書JCに示す。

1 適用範囲

この規格は、高炉の還元帯を模した条件下で還元を行うことによって天然鉄鉱石塊鉱石（以下、塊鉱石という。）及び塊成鉱〔焼成ペレット（以下、ペレットという。）及び焼結鉱〕の被還元性を還元率で評価する試験方法について規定する。

注記 この規格の対応国際規格及びその対応の程度を表す記号を、次に示す。

ISO 7215:2015, Iron ores for blast furnace feedstocks－Determination of the reducibility by the final degree of reduction index (MOD)

なお、対応の程度を表す記号“MOD”は、ISO/IEC Guide 21に基づき、“修正している”ことを示す。

2 引用規格

次に掲げる引用規格は、この規格に引用されることによって、その一部又は全部がこの規格の要求事項を構成している。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS M 8212 鉄鉱石－全鉄定量方法

JIS M 8213 鉄鉱石－酸可溶性鉄(II)定量方法

JIS M 8700 鉄鉱石及び還元鉄－用語

注記 対応国際規格における引用規格：ISO 11323, Iron ore and direct reduced iron－Vocabulary

JIS M 8702 鉄鉱石－サンプリング及び試料調製方法

注記 対応国際規格における引用規格：ISO 3082, Iron ores－Sampling and sample preparation procedures

JIS Z 8401 数値の丸め方

JIS Z 8801-2 試験用ふるい－第2部：金属製板ふるい

3 用語及び定義

この規格で用いる主な用語及び定義は、次によるほか、JIS M 8700 による。

3.1

被還元性 (reducibility)

塊鉱石又は塊成鉱中の、鉄と結合した酸素が規定時間中に還元剤によって除去される難易度

3.2

還元率 (degree of reduction)

鉄酸化物から規定の還元時間を経過したときに除去されている酸素の割合

注釈 1 還元前の鉄と結合した酸素に対する除去された酸素の比率を質量分率 (%) で表わす。

3.3

到達 JIS 還元率 (relative reducibility), (R_{180})

高炉用原料に適用し、規定の還元時間 180 分後に得られる還元率

注釈 1 一般にいう還元率と区別するために、到達 JIS 還元率とし、質量分率 (%) で表わす。

4 原理

高炉の還元帯の固定層状態を模すために、容器に入れて天びんにつるした測定試料を、一酸化炭素及び窒素の混合ガスを用いて 900 °C で 180 分間等温還元する。還元率は、還元前測定試料中に鉄と結合していた酸素の質量に対する還元によって除去された酸素の質量の比率として求める。鉄と結合していた酸素の質量は、還元前測定試料を分析して求めた全鉄及び鉄(II)の含有量から計算して求める (附属書 B 参照)。

5 サンプルング並びに試験試料及び測定試料の調製

5.1 サンプルング及び試験試料の調製

ロットのサンプルング並びに試験試料の採取及び調製方法は、JIS M 8702 の 10.8.2 (各試験試料の調製) における試料 A2 を用い、JIS M 8702 の 10.8.2.4.1 (高炉用ペレット) 及び 10.8.2.4.3 (焼結鉱及び高炉用塊鉱石) に従って、

- ペレットの粒度範囲は、 $-12.5\text{ mm}+10\text{ mm}$ とする。
- 焼結鉱及び塊鉱石の粒度範囲は、 $-22.4\text{ mm}+19\text{ mm}$ とする。ただし、受渡当事者間の協定によって粒度範囲を $-20\text{ mm}+18\text{ mm}$ としてもよい。

試験試料は、乾燥基準で、かつ、所定の粒度範囲に調製したものを、少なくとも 2.5 kg 採取する。

試験試料を乾燥器を用いて 105 °C $\pm$ 5 °C で恒量になるまで乾燥し、その後、測定試料調製のため室温になるまで冷却する。試験試料は、試験のときまでデシケーター中に保管する。

注記 恒量とは 1 時間ごとの連続した測定試料の測定値間の差が、乾燥前測定試料の質量の 0.05 % 以下に達した場合をいう。

5.2 測定試料の調製

5.1 で調製した試験試料から、1 個が約 500 g (± 1 粒子) からなる測定試料を、無作為に 5 個 (還元試験

用 4 個及び化学分析試験用 1 個) 採取する。測定試料を採取するために、二分器など、JIS M 8702 に規定する手動による縮分方法を適用してもよい。

6 装置

6.1 還元試験装置 還元試験に用いる装置及び設備は、次による。

- a) 乾燥器, 工具, タイマー, 安全具など一般試験設備
- b) 還元反応管 (6.2)
- c) 電気炉 (6.3)
- d) ガス供給システム (6.5)
- e) はかり (6.6)
- f) 試験用ふるい (6.7)

図 1 に還元試験装置の概要図を示す。

6.2 還元反応管 還元反応管は、900 °C 以上の高温に耐え、スケールを発生せず、熱変形をしない耐熱性のある鋼板製で、内径 75 mm±1 mm の円筒形とする。測定試料を保持し、かつ、ガスの流れを均一に保つために、900 °C 以上の高温に耐え、スケールの発生のない取り外し可能な目皿を、還元反応管に挿入する。目皿は、厚みが 4 mm で還元反応管の内径よりも径が 1 mm 小さいものとする。目皿の孔径は、2 mm ~ 3 mm とし、隣接する孔と孔との中心間距離は、4 mm ~ 5 mm とする。また、ガスを予熱するために還元反応管の目皿の下に、100 mm の深さに置かれた熱交換物質、例えば、アルミナボールを置くとよい。

図 2 に還元反応管の概要図を示す。

6.3 電気炉 電気炉 (以下、炉という。) は、還元反応管に送られるガス及び測定試料の全体を 900 °C ± 10 °C に保持できるもの。還元試験中に測定試料の質量減少を常時読み取ることができる天びんを備えていなければならない。

6.4 天びん 測定試料を入れた還元反応管の質量を測定でき、一目量が 0.5 g のもの。天びんは、還元反応管を適切につり下げ、保持できる装置とする。

6.5 ガス供給システム ガスを供給し、流量を制御できるもの。ガス供給部と還元反応管との接続は、還元反応による測定試料の質量の減少量測定に影響を及ぼさないように接触しない形状とする。

6.6 はかり 一目量が 1 g で測定試料を測定できるもの。

6.7 試験用ふるい JIS Z 8801-2 に規定する公称目開き 10 mm, 12.5 mm, 16 mm, 22.4 mm などの角孔板ふるい、及び 19 mm の角孔板ふるい。

7 試験条件

7.1 一般

使用するガスの体積及び流量は、温度 0 °C、圧力 1 013.25 hPa¹⁾ の標準状態を基準とする。

注 ¹⁾ 1 013.25 hPa = 101.325 kPa = 0.101 325 MPa = 1 atm

7.2 還元ガス

7.2.1 ガス組成

還元ガスの組成は、次による。

- a) CO 30 % ±1.0 % (体積分率)
- b) N₂ 70 % ±1.0 % (体積分率)

7.2.2 純度

還元ガス中の不純物は、次の量を上限とする。

- a) H₂ 0.2 % (体積分率)
- b) CO₂ 0.2 % (体積分率)
- c) O₂ 0.1 % (体積分率)
- d) H₂O 0.2 % (体積分率)

7.2.3 還元ガスの流量

還元試験中の還元ガスの流量は、15 L/min ±0.5 L/min を維持する。

7.3 加熱ガス及び冷却ガス

還元前の加熱時及び還元後の冷却時に使用する不活性ガス（窒素）中の酸素濃度は、...0.1 % (体積分率) 以下とする。

窒素の流量は、測定試料が 900 °C に達するまで 5 L/min を、900 °C の等温期間中は 15 L/min をそれぞれ保持する。

7.4 測定試料の温度

還元ガスは、測定試料に導入する前に予熱し、還元試験中、測定試料の温度を 900 °C ±10 °C に保持する。

8 操作

8.1 試験数の決定

4 個の測定試料のうち 2 個を無作為に選び、一組 2 個の試験を行う。その試験結果を附属書 A によって判定し、必要な場合、4 個まで試験を行う。

8.2 化学分析

5.2 によって調製した測定試料のうち 1 個を無作為に選び、その測定試料を用いて JIS M 8213 に従って鉄(II)の含有率 w_1 [質量分率(%)] を、JIS M 8212 に従って全鉄の含有率 w_2 [質量分率(%)] をそれぞれ定量する。

8.3 還元

5.2 によって調製した測定試料のうち 1 個を無作為に選び、その質量(m_0)をはかり(6.6)によって 1 g の桁

まではかって記録する。測定試料を還元反応管(6.2)に装入し、その上表面を平らにする。

ガスの流れをより均一にするため、目皿と測定試料との間に径が 10.0 mm～12.5 mm のアルミナボールなどの磁器製ペレットを 2 層に置いてよい。

図 1 に示すように、測定試料の中央に先端を据えた熱電対を接続し、還元反応管の上部を密閉する。

還元反応管を炉(6.3)に装入し、それを天びん(6.4)からつり下げて、炉の中央に据える。そのとき、還元反応管が、炉の壁及び発熱体に接触しないよう注意する。

ガス供給システム(6.5)を接続する。

窒素を 5 L/min の流量で測定試料に流し加熱する。測定試料の温度が 900 °C に達したら 15 L/min に流量を増やし、そのまま測定試料を 900 °C ± 10 °C に 30 分間保持する。

警告 一酸化炭素及び一酸化炭素を含む還元ガスは有毒であり、そのため危険である。したがって、試験は、よく換気される場所、又は換気フードの下で実施されなければならない。国の安全基準(Safety code)に基づいて、作業者の安全が確保されるよう予防措置を講じなければならない。

測定試料の質量(m_1)を測定した後、直ちに窒素を還元ガスに置換し 15 L/min ± 0.5 L/min の流量で還元する。180 分の還元後、測定試料の質量(m_2)を測定し、炉の電源を切る。次に安全のため、再び窒素を約 5 L/min 流して還元反応管内の還元ガスと置換し、測定試料が 100 °C 以下になるまで更に窒素で冷却する。

還元曲線が必要な場合は、還元開始後 60 分間は 10 分ごとに、その後は 15 分ごとに測定試料の質量を測定し、記録しておく。

塊鉱石の場合は、熱割れを少なくするため、測定試料の温度を 60 分以上かけて 900 °C に上げる。

9 結果の表示

9.1 到達 JIS 還元率 (R_{180}) の計算

180 分の還元で得られる到達 JIS 還元率(R_{180}) [質量分率(%)] は、式(1)によって小数点以下 1 桁まで算出する²⁾。

$$R_{180} = \left[\frac{m_1 - m_2}{m_0(0.430w_2 - 0.111w_1)} \right] \times 10^4 \dots\dots\dots (1)$$

ここで、

- m_0 : はかり採った測定試料の質量 (g)
- m_1 : 還元開始直前の測定試料の質量 (g)
- m_2 : 還元開始 180 分後の測定試料の質量 (g)
- w_1 : 還元前測定試料の酸化鉄 (II) の含有率 [質量分率(%)] で、JIS M 8213によって定量した鉄 (II) の含有率 [質量分率(%)] に酸化物換算係数 FeO/Fe(II)=1.286 を乗じて算出
- w_2 : 還元前測定試料中の全鉄の含有率 [質量分率(%)]。JIS M. 8212によって定量

注²⁾ 式の導出は、**附属書 B** 参照。

9.2 室内許容差及び試験結果の採用

表 1 で与えられた室内許容差を用いて**附属書 A**に従い、結果の採用の可否を判定する。一組 2 個の試験結果の差 $(x_1 - x_2)$ が許容差内の場合は、試験を終え、許容差を超えた場合は、**附属書 A**に従って 4 回まで試験を行う。到達 JIS 還元率(R_{180})は、許容差内の場合は全ての算出値の算術平均、許容差外の場合は、メディアン（中央に近い二つの値の平均）によって求め、JIS Z 8401 によって整数に丸めて報告する。この場合、JIS Z 8401 の規則 A 又は規則 B のいずれを選択するかは、受渡当事者間の協定による。

表 1—室内許容差 (r)

単位 質量分率 (%)	
鉄鉱石の種類	r
ペレット	3.0
焼結鉱	5.0
塊鉱石	— ^{a)}
注 ^{a)} 塊鉱石は、ISO 規格では 5.0 としている。一般に塊鉱石は、固有の均質性が鉄鉱石によって異なるので、その許容差は決めなくてもよい。	

10 試験結果の報告

試験結果の報告には、次の事項を記載しなければならない。

- この規格の規格番号
- 試料の確認に必要な全事項
- 試験所名及びその所在地
- 試験日
- 報告書作成日
- 試験責任者の署名
- 結果に影響をもつ可能性のあるできごとだけでなく、この規格に規定のない、又は任意とみなされている操作及び試験条件の詳細
- 到達 JIS 還元率(R_{180})
- 還元前の測定試料中の全鉄及び鉄 (II)の含有率 [質量分率(%)]
- 使用したふるい

11 検証

試験装置の定期点検は、試験結果の信頼性を高める上で重要である。点検の頻度は、それぞれの試験所で決定する事項である。

点検は、次の装置・設備について行わなければならない。

- はかり及び天びん
- 還元反応管
- 温度調整機器及び測温計

- － ガス流量計
- － ガスの純度
- － 記録計
- － タイマー

所内標準試料を用意し，それを使用して定期的に試験の室内許容差を確認しておくことが望ましい。

検証活動の記録は，適切に維持保管しておかなければならない。

DRAFT 2021/02/09

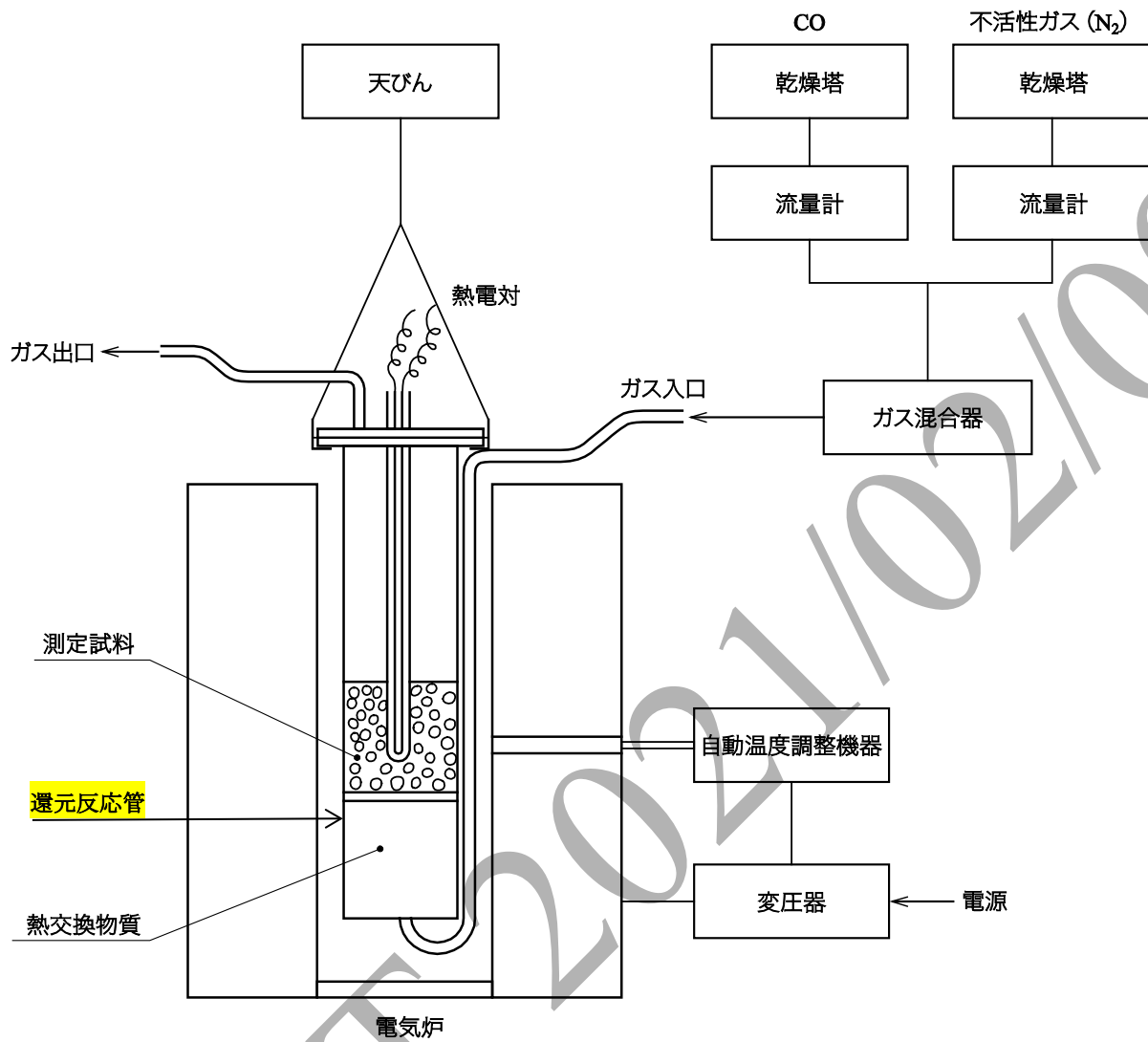
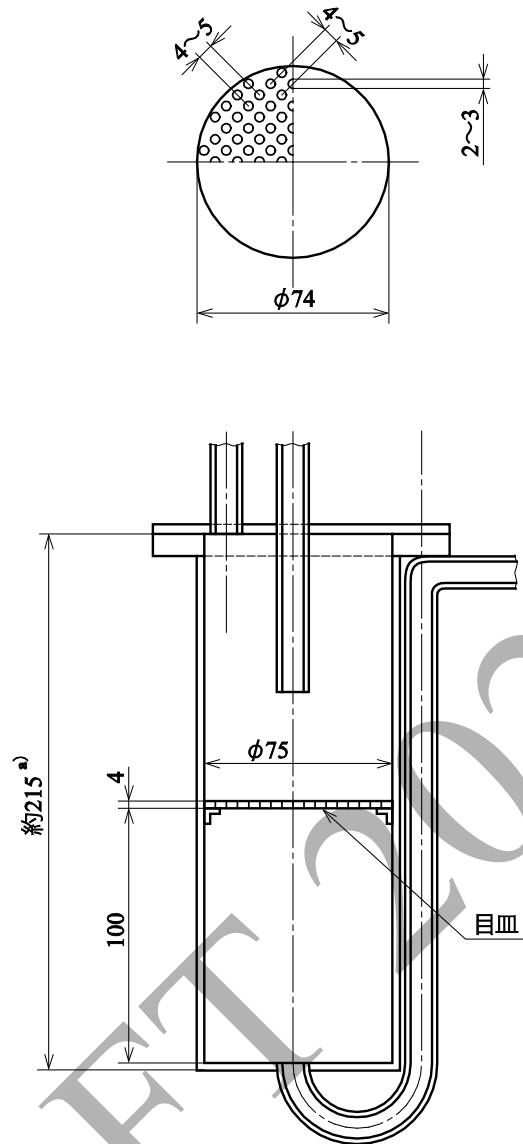


図 1—還元試験装置の概要図

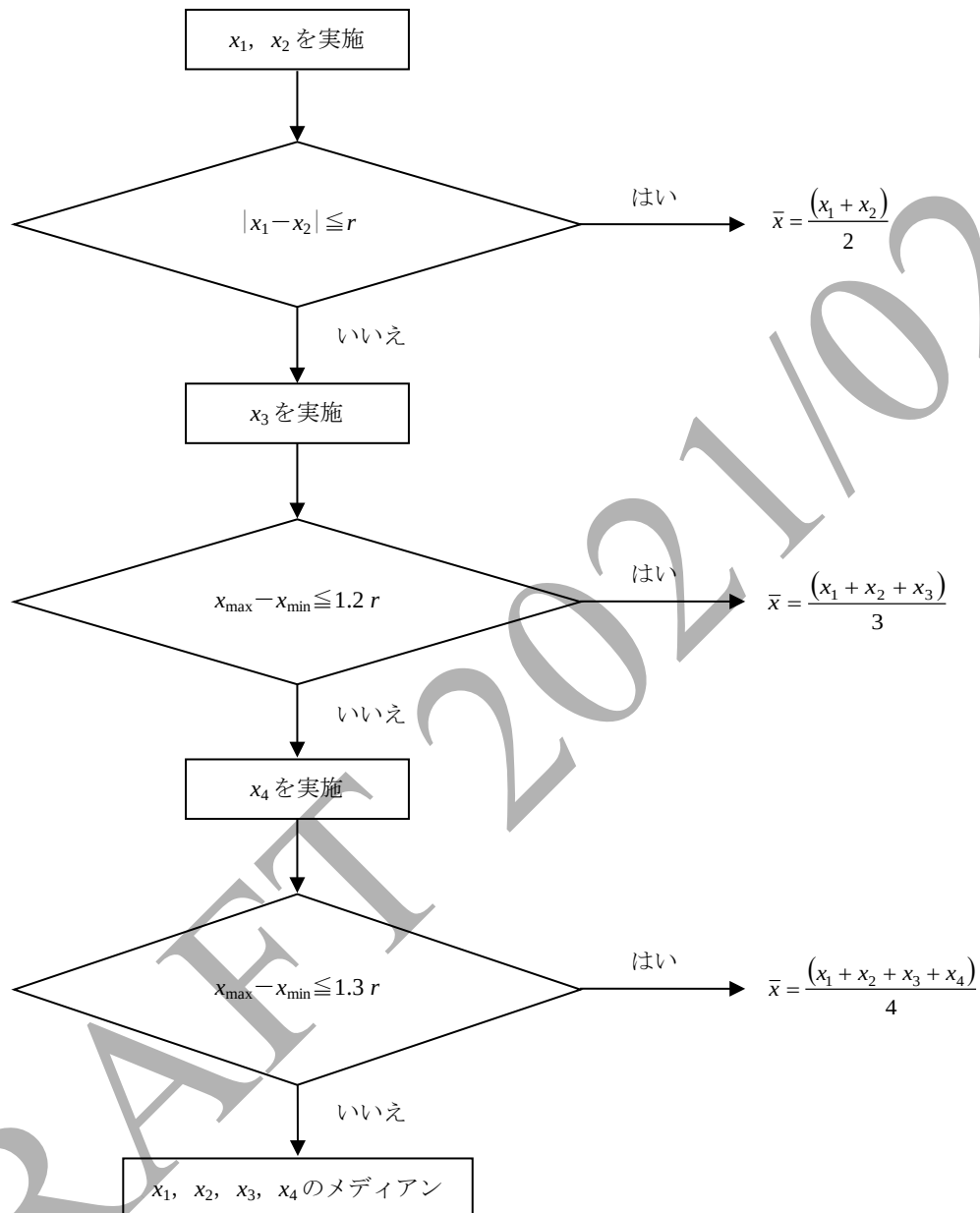
単位 mm



注 ^{a)} この値は、6.2 には規定のない参考値である。

図 2—還元反応管の概要図

附属書 A
(規定)
試験結果採用のためのフローシート



r の値は、表 1 による。

注記 メディアンは、 x_1, x_2, x_3, x_4 の中央に近い二つの値の平均をいう。

附属書 B

(参考)

還元率計算式の導出方法

B.1 基本計算式

9.1 の到達 JIS 還元率(R_{180}) [質量分率(%)] は、式(B.1)から求められる。

$$R_{180} = \frac{m_f}{m_3} \times 100 \quad \text{..... (B.1)}$$

ここで, m_f : 180 分間の還元で除去された酸素の質量 (g)
 m_3 : 還元前に鉄と結合していた酸素の質量 (g)

B.2 計算式の導出

一般に、鉄鉱石中に含まれる酸化鉄化合物は、赤鉄鉱（ヘマタイト： Fe_2O_3 ）、褐鉄鉱（ゲーサイトなど： $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ）及び磁鉄鉱（マグネタイト： $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ ）である。

式(B.1)中の m_3 は、還元前測定試料中の Fe_2O_3 及び FeO の質量から求めることが可能である。したがって、化学分析によって全鉄 w_2 及び酸化鉄 (II) w_1 の含有率を得た後、 m_3 は、式(B.2)によって算出する。

$$m_3 = m_4 + m_5$$

$$= m_0 \left(w_3 \frac{3A_{\text{O}}}{2A_{\text{Fe}}} + w_1 \times \frac{A_{\text{O}}}{M} \right) \times \frac{1}{100} \quad \text{..... (B.2)}$$

ここで, m_4 : 還元前測定試料中に Fe_2O_3 として存在する酸素の質量 (g)
 m_5 : 還元前測定試料中に FeO として存在する酸素の質量 (g)
 m_0 : はかり採った測定試料の質量 (g)
 w_1 : 還元前測定試料の酸化鉄 (II) の含有率 [質量分率(%)]
 w_3 : 還元前測定試料中に Fe_2O_3 として存在する鉄の含有率 [質量分率(%)]
 A_{O} : 酸素の原子量 (16.00)
 A_{Fe} : 鉄の原子量 (55.85)
 M : 酸化鉄 (II) の分子量 (71.85)

ところで,

$$m_f = m_1 - m_2, \quad w_3 = w_2 - \frac{A_{\text{Fe}}}{M} \times w_1 \quad \text{である。}$$

ここで、 m_1 、 m_2 、 w_1 及び w_2 は、9.1 と同一である。後者の式を式(B.2)に代入し、 m_3 を求める。その m_3 及び前者の式を式(B.1)に代入すれば、到達 JIS 還元率(R_{180})は、次の式となり、式(1)が導かれる。

$$\begin{aligned}
 R_{180} &= \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m_0 \left[\left(w_2 - \frac{A_{\text{Fe}}}{M} w_1 \right) \frac{3A_{\text{O}}}{2A_{\text{Fe}}} + \frac{A_{\text{O}}}{M} w_1 \right] \times \frac{1}{100}} \\
 &= \left\{ \frac{m_1 - m_2}{m_0 \left[\left(w_2 - \frac{55.85}{71.85} w_1 \right) \frac{48.00}{111.70} + \frac{16.00}{71.85} w_1 \right]} \right\} \times 10^4 \\
 &= \left[\frac{m_1 - m_2}{m_0 (0.430 w_2 - 0.111 w_1)} \right] \times 10^4
 \end{aligned}$$

DRAFT 2021/02/09

附属書 JA

(参考)

鉄鉱石－還元速度試験方法**JA.1 原理**

規定の粒度範囲の測定試料を固定層として一酸化炭素及び窒素で構成する還元ガスによって、950℃で等温還元する。還元率が65%に達するまで、測定試料の質量の減少量を規定の時間間隔で測定する。酸素と鉄との原子比が0.9のときの還元速度を計算によって求める（附属書JB参照）。

JA.2 サンプルング、試験試料及び測定試料の調製**JA.2.1 サンプルング及び試験試料の調製**

ロットのサンプルング及び試験試料の調製方法は、ISO 3082による。

ペレット、焼結鉱及び塊鉄石の粒度範囲は、 $-12.5\text{ mm}+10\text{ mm}$ とする。

試験試料は、乾燥基準で、かつ、所定の粒度範囲に調製したものを、少なくとも2.5 kg採取する。

試験試料を乾燥器を用いて、 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ で恒量になるまで乾燥し、その後、測定試料調製のため室温になるまで冷却する。

注記 恒量とは、1時間ごとの連続した測定試料の測定値間の差が、乾燥前測定試料の質量の0.05%以下に達した場合をいう。

JA.2.2 測定試料の調製

試験試料を、無作為に取り出して測定試料とする。測定試料は、それぞれが約500 g [$500\text{ g}\pm 1\text{ 粒子(g)}$]の少なくとも5個（還元試験用4個及び分析試験用1個）を作製し、その質量 (m_0) を1 gの桁まではかって記録する。

測定試料を調製するために、二分器など、ISO 3082に推奨する手動による縮分方法を適用してもよい。

JA.3 装置

JA.3.1 還元試験装置 還元試験に用いる装置及び設備は、次による。

- a) 乾燥器、工具、タイマー、安全具など一般試験設備
- b) 還元反応管 (JA.3.2)
- c) 電気炉 (JA.3.3)
- d) ガス供給システム (JA.3.5)
- e) はかり (JA.3.6)

図 JA.1 に試験装置の一例を示す。

JA.3.2 還元反応管 還元反応管は、950℃以上の高温に耐え、スケールを発生せず、熱変形をしない耐熱性のある鋼板製で内径 $75\text{ mm}\pm 1\text{ mm}$ の円筒形とする。測定試料を保持し、かつ、ガスの均一流を確保す

るために、950℃以上の高温に耐え、スケールの発生のない取り外し可能な目皿を、還元反応管に挿入する。目皿は厚みが4 mmで、径が還元反応管の内径よりも1 mm小さいものとする。目皿の孔径は、2 mm～3 mmとし、隣接する孔と孔との中心間距離は、4 mm～5 mmとする。

図 JA.2 に還元反応管の一例を示す。

JA.3.3 電気炉 電気炉（以下、炉という。）は、還元反応管に送られるガスだけでなく測定試料の全体を、950℃±10℃に保持できるもの。還元試験中に測定試料の質量減少を常時読み取ることができる天びんを備えていなければならない。

JA.3.4 天びん 測定試料を入れた還元反応管の質量が測定でき、一目量が1 gのもの。天びんは、還元反応管装置一式を適切につり下げ、保持できる装置とする。

JA.3.5 ガス供給システム ガス供給システムは、ガスを供給し、流量を制御できるもので、還元反応による測定試料の質量減少の測定に影響を与えないようにガス供給システムは、還元反応管と接触しない形状とする。

JA.3.6 はかり 一目量が1 gで測定試料を測定できるもの。

JA.4 試験条件

JA.4.1 一般

使用するガスの容積及び流量は、温度0℃、圧力1 013.25 hPa²⁾の標準状態を基準とする。

注²⁾ 1 013.25 hPa=101.325 kPa=0.101 325 MPa=1 atm

JA.4.2 還元ガス

JA.4.2.1 ガス組成

還元ガスの組成は、次による。

- a) CO 40 %±0.5 %（体積分率）
- b) N₂ 60 %±0.5 %（体積分率）

JA.4.2.2 純度

還元ガス中の不純物は、次の量を超えてはならない。

- a) H₂ 0.2 %（体積分率）
- b) CO₂ 0.2 %（体積分率）
- c) O₂ 0.1 %（体積分率）
- d) H₂O 0.2 %（体積分率）

JA.4.2.3 流速

還元期間中の還元ガスの流速は、全期間を通して 50 L/min±0.5 L/min を維持する。

JA.4.3 加熱ガス及び冷却ガス

不活性ガス（窒素）は、加熱及び冷却ガスとして使用し、その不純物は0.1 %（体積分率）を超えては

ならない。

窒素の流量は、測定試料が 950 °C に達するまで 25 L/min を、950 °C の等温期間中は 50 L/min をそれぞれ維持する。

JA.4.4 測定試料の温度

還元ガスは、測定試料に導入する前に予熱され、還元期間中、測定試料の温度を 950 °C ± 10 °C に保持する。

JA.5 操作

JA.5.1 試験数の決定

附属書 A によって必要とする回数の試験を行う。

JA.5.2 化学分析

JA.2.2 によって調製した測定試料のうち 1 個を無作為に選び、その測定試料を用いて ISO 9035 に従って酸化鉄 (II) の含有率 w_1 [質量分率(%)] を、ISO 2597-1 又は ISO 2597-2 に従って全鉄の含有率 w_2 [質量分率(%)] をそれぞれ定量する。

JA.5.3 還元

JA.2.2 によって調製された測定試料のうち 1 個を無作為に選び、その質量(m_0)を記録する。測定試料を還元反応管(JA.3.2)に装入し、その上表面を平らにする。

ガスの流れをより均一にするため、目皿と測定試料との間に径が 10.0 mm ~ 12.5 mm のアルミナボールなどの磁器製ペレットを 2 層に置いてよい。

図 JA.1 に示すように、測定試料の中央に先端を据えた熱電対を接続し、還元反応管の上部を密閉する。

還元反応管を炉(JA.3.3)に装入し、それを天秤からつり下げて、炉の中央に据える。そのとき、還元反応管が、炉の壁及び加熱部分に接触しないよう注意する。

ガス供給システム(JA.3.5)を接続する。

窒素を 25 L/min の流量で測定試料に流し加熱する。測定試料の温度が 950 °C に達したら 50 L/min に流量を増やし、測定試料を 950 °C ± 10 °C に 15 分間保持する。

警告 一酸化炭素及び二酸化炭素を含む還元ガスは有毒であり、そのため危険である。したがって、試験はよく換気される場所、又は換気フードの下で実施されなければならない。国の安全基準 (Safety code) に基づいて作業者の安全が確保されるよう予防措置を講じなければならない。

測定試料の質量(m_1)を測定した後、直ちに窒素を還元ガスに置換し、50 L/min ± 0.5 L/min の流量で還元する。測定試料の質量(m_t)を最初の 15 分間は少なくとも 3 分ごとに、その後は 10 分ごとに記録する。

酸化鉄 (III) を基準にした還元開始 t 分後の還元率 R_t (%) を、式(JA.1)によって算出する。

$$R_t = \left[\frac{0.111 w_1}{0.430 w_2} + \frac{m_1 - m_t}{m_0 \times 0.430 w_2} \times 100 \right] \times 100 \quad \dots\dots\dots (JA.1)$$

ここで、 m_0 : はかり採った測定試料の質量 (g)

- m_1 : 還元開始直前の測定試料の質量 (g)
 m_t : 還元開始 t 分後の測定試料の質量 (g)
 w_1 : 還元前測定試料の酸化鉄 (II) の含有率 [質量分率(%)] で, ISO 9035 によって定量された鉄 (II) の質量分率 (%) に酸化物換算係数 $\text{FeO/Fe(II)}=1.286$ を乗じて算出
 w_2 : ISO 2597-1 又は ISO 2597-2 によって定量された還元前測定試料中の全鉄の含有率 [質量分率(%)]

還元率が 65 %に達したら、炉の電源を切り、還元ガスを停止する。還元操作開始後 4 時間で還元率が 65 %に達しなかった場合は、還元操作を停止してもよい。次に、窒素を約 5 L/min で 5 分以上流し、還元反応管内の還元ガスと置換する。

JA.6 結果の表示

JA.6.1 還元速度 $\left(\frac{dR}{dt}\right)_{(\text{O/Fe}=0.9)}$ の計算

時間 t に対する還元率 R_t をプロットし、還元曲線を作成する。

還元曲線から還元率が 30 %及び 60 %になる時間 (min) を読み取る。

酸素と鉄との原子比が 0.9³⁾ のときの還元速度 (%/min) は、式(JA.2)⁴⁾ によって求める。

$$\frac{dR}{dt}(\text{O/Fe}=0.9) = \frac{33.6}{t_{60} - t_{30}} \dots\dots\dots (\text{JA.2})$$

ここで, t_{30} : 還元率が 30 %に達するまでに要する時間 (min)
 t_{60} : 還元率が 60 %に達するまでに要する時間 (min)
 33.6 : 定数

計算は、小数点以下 2 桁まで求める。

注³⁾ この測定試料中の酸素と鉄との原子比の 0.9 は、還元率 40 %と同義である。

注⁴⁾ 式(JA.2)の導出は、附属書 JB 参照。

還元率 60 %が達成できない場合には、式(JA.3)によって、更に低い値を用いてもよい。

$$\frac{dR}{dt}(\text{O/Fe}=0.9) = \frac{k}{t_y - t_{30}} \dots\dots\dots (\text{JA.3})$$

ここで, t_y : 還元率が y %に達するのに要する時間 (min)
 k : y に依存した定数
 $y=50$ %の場合, $k=20.2$
 $y=55$ %の場合, $k=26.5$

JA.6.2 室内許容差及び試験結果の採用

表 JA.1 で与えられた室内許容差を用いて附属書 A に従い、結果の採用の可否を判定する。一組 2 個の試験結果の差が許容差内の場合は、試験を終え、許容差を超えた場合は、附属書 A に従って 4 回まで試験を行う。全部の結果の算術平均値を求め、小数点 2 桁に丸めて表示する。

表 JA.1—室内許容差 (r)

鉄鉱石の種類	r %/min
ペレット	$0.07 \times \overline{dR/dt}$
焼結鉱	0.17
塊鉄石	0.10
注記 $\overline{dR/dt}$ は、 dR/dt の平均値である。	

JA.7 試験結果の報告

試験結果の報告には、次の事項を記載しなければならない。

- この規格の番号
- 試料の確認に必要な全事項
- 試験所名及びその所在地
- 試験日
- 報告書作成日
- 試験責任者の署名
- 結果に影響をもつ可能性のあるできごとだけでなく、この規格に規定のない又は任意とみなされている操作及び試験条件の詳細
- 還元速度： $\frac{dR}{dt}$ (O/Fe = 0.9)
- 還元前の測定試料中の全鉄及び鉄(II)の質量分率(%)
- 必要ならば測定試料質量の経時変化（還元曲線）

JA.8 検証

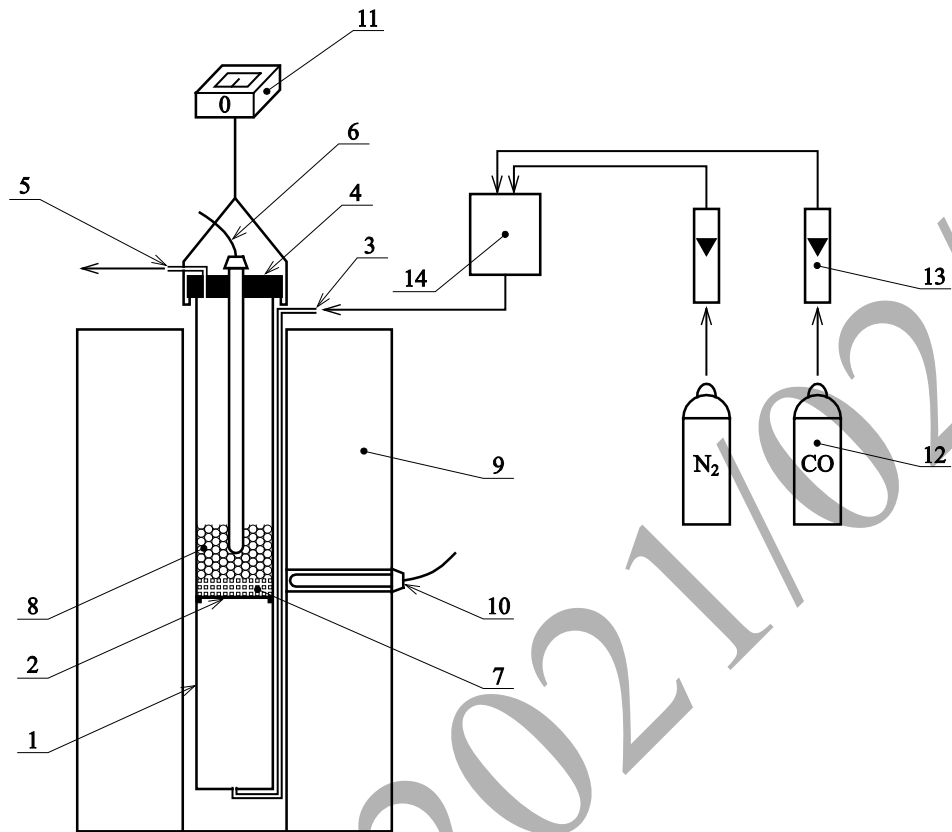
試験装置の定期点検は、試験結果の信頼性を高める上で重要である。点検の頻度は、それぞれの試験所で決定する事項である。

点検は、次の装置・設備について行わなければならない。

- はかり及び天びん
- 還元反応管
- 温度調整機器及び測温計
- ガス流量計
- ガスの純度
- 記録計
- タイマー

所内標準試料を用意し、それを使用して定期的に試験の室内許容差を確認しておくことが望ましい。

検証活動の記録は、適切に維持保管しておかなければならない。



記号説明

還元反応管

- 1 : 還元反応管
- 2 : 目皿
- 3 : ガス入口
- 4 : ふた
- 5 : ガス出口
- 6 : 還元温度測定用熱電対
- 7 : 磁器製ボール層
- 8 : 測定試料

炉

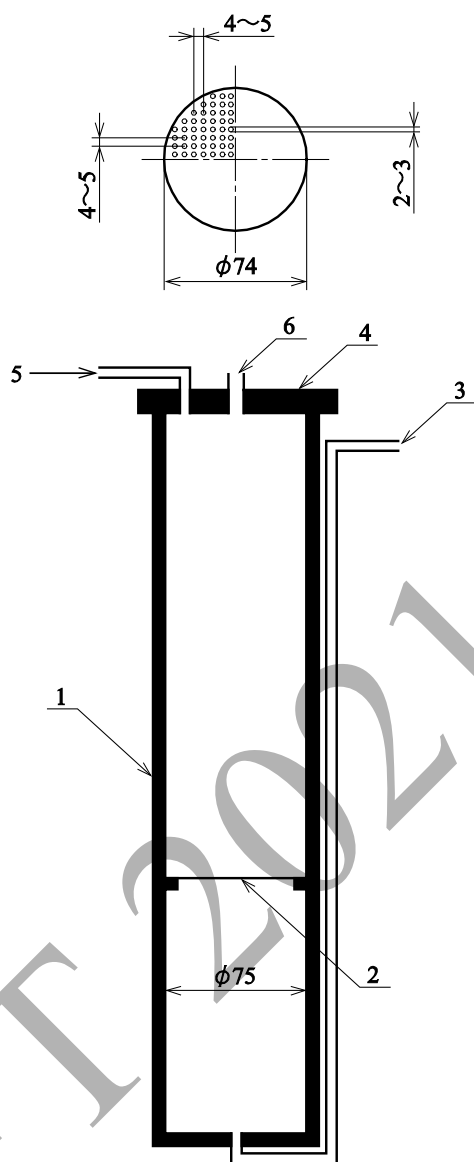
- 9 : 電気炉
- 10 : 炉温調整用熱電対
- 11 : 天びん

ガス供給システム

- 12 : ガスボンベ
- 13 : ガス用流量計
- 14 : ガス混合器

図 JA.1—試験装置の例（概念図）

単位 mm

**記号説明**

- 1：還元反応管
- 2：目皿
- 3：ガス入口
- 4：ふた
- 5：ガス出口
- 6：熱電対用開口部

注記 JA.3 に規定していない寸法は、参考値である。

図 JA.2—還元反応管の例（概念図）

附属書 JB

(参考)

還元速度計算式の導出方法

還元率 (degree of reduction) は、酸化鉄から酸素が取り除かれた程度を示し、一般に式(JB.1)のように定義される。

$$\text{還元率} = \frac{\text{酸化鉄から取り除かれ た酸素}}{\text{酸化鉄として存在して いた酸素}} \dots\dots\dots (\text{JB.1})$$

ほとんどの鉄鉱石類は、幾らかのマグネタイト (Fe_3O_4) として 2 価鉄 FeO を含有するが、JA.5.3 の式は、すべての鉄酸化物は、ヘマタイト (Fe_2O_3) として存在するとの仮定のもとに導かれている。したがって還元率は、還元中の測定試料の質量の減少に、元の測定試料の理論的酸素量 (すべての鉄が Fe_2O_3 として存在するとした場合) と測定試料中の Fe_2O_3 及び FeO の分析値に基づく真の酸素量との差を加えて式(JB.2)から算出する。

$$R_t = \frac{m_0 w_1 \times \frac{8}{71.85}}{m_0 w_2 \times \frac{48}{111.7}} \times 100 + \frac{m_1 - m_t}{m_0 \times \frac{w_2}{100} \times \frac{48}{111.7}} \times 100 \dots\dots\dots (\text{JB.2})$$

JA.6.1 の式は、鉄鉱石からの酸素除去速度は、存在する酸素の濃度の一次反応であるという前提のもとに導出されている。

$$-\frac{dO}{dt} = k \times O_v \dots\dots\dots (\text{JB.3})$$

$$dO = -dR \times \frac{O_{\text{total}}}{100} \dots\dots\dots (\text{JB.4})$$

$$\frac{O_v}{O_{\text{total}}} = 1 - \frac{R}{100} \dots\dots\dots (\text{JB.5})$$

ここで、 O_v : 残存している酸素量
 O_{total} : (Fe_2O_3 として) 鉄と結合している全酸素量
 R : 還元率

式(JB.3)、式(JB.4)及び式(JB.5)から還元速度の式(JB.6)が導かれる。

$$\frac{dR}{dt} = k \times \left(1 - \frac{R}{100}\right) \times 100 \dots\dots\dots (\text{JB.6})$$

式(JB.6)を積分して式(JB.7)を導出する。

$$\log_{10} \left(1 - \frac{R}{100}\right) = -0.434 kt + C \dots\dots\dots (\text{JB.7})$$

ここで、 C は定数である。

したがって、 R が 30 %～60 % の間の場合には、 k は式(JB.8)から求められる。

$$k = \frac{-\log_{10}(1 - 60/100) + \log_{10}(1 - 30/100)}{0.434(t_{60} - t_{30})} = \frac{0.56}{t_{60} - t_{30}} \dots\dots\dots (\text{JB.8})$$

ヘマタイトの場合，酸素と鉄との原子比が 0.9 ということは，還元率 40 %と同義であるため， $R=40\%$ とし，式(JB.8)を式(JB.6)に代入すると， dR/dt (O/Fe=0.9) の値は，式(JB.9)によって算出する。

$$\frac{dR}{dt}(\text{O/Fe}=0.9)=\frac{33.6}{t_{60}-t_{30}} \dots\dots\dots (\text{JB.9})$$

参考文献

- [1] ISO 2597-1, Iron ores—Determination of total iron content—Part 1:Titrimetric method after tin(II) chloride reduction
- [2] ISO 2597-2, Iron ores—Determination of total iron content—Part 2:Titrimetric methods after titanium (III) chloride reduction
- [3] ISO 3082, Iron ores—Sampling and sample preparation procedures
- [4] ISO 9035, Iron ores—Determination of acid-soluble iron (II) content—Titrimetric method
- [5] ISO 11323, Iron ore and direct reduced iron—Vocabulary
(附属書 JA の参考文献)

附属書 JC
(参考)
JIS と対応国際規格との対比表

JIS M 8713		ISO 7215 : 2015, (MOD)		
a) JIS の箇条番号	b) 対応国際規格の対応する箇条番号	c) 箇条ごとの評価	d) JIS と対応国際規格との技術的差異の内容及び理由	e) JIS と対応国際規格との技術的差異に対する今後の対策
3	3	追加	JIS では規格に用語を規定しているが、ISO 規格は用語規格の ISO 11323 を引用した。	定義した用語の内容は全く同じである。
4	4	追加	JIS では分かりやすくするために注記を追加した。	技術的内容は同じである。
5	5.1 5.2	追加	基本的な技術内容は同じである。ただし、サンプリング及び試料調製の具体的内容について、JIS では規定しているが、ISO 規格はサンプリング及び試料調製規格を引用している。	技術的内容は、ほぼ同じ。ただし、塊鉱石及び焼結鉱の粒度範囲が ISO 規格は $-20\text{ mm}+18\text{ mm}$ に対し、JIS では $-22.4\text{ mm}+19\text{ mm}$ と異なるが、ISO 規格の粒度範囲を受渡当事者間の協定で採用してもよいこととした。
6	6.1 6.2 6.3 6.4 6.5 6.6	変更	試験用ふるいについて JIS では規格に取り上げているが、ISO 規格では規格を引用している。ただし、内容に差はない。熱交換物質の配置は、JIS 法と ISO 規格とは異なる。	ISO 規格は、JIS 法を基に作成した規格であるが、規格の様式統一の名目で還元反応管の設備を ISO 4695 に統一した経緯がある。しかし、熱交換物質の配置は、JIS 法の方が望ましいため、JIS 法を採用するよう提案する。
7	7.1 7.2 7.3 7.4	追加	JIS では、窒素ガスの酸素濃度を追加しただけであり、技術的内容を変更するものではない。	技術的内容は同じである。
8	8.1 8.2 8.3	変更	ISO 規格は、JIS を基礎として作成したものであり、もともとの JIS の図 1 及び図 2 をそのまま採用した。	ISO 規格の改正に当たり、もともと規格にあった還元反応管の目皿の下に 100 mm の深さに熱交換物質を置く規定が抜けてしまった。重要であるため、ISO に元に戻すよう提案する。
9.1 9.2	9.1 9.2	変更	JIS では、数値の丸め方に JIS Z 8401 を引用している。	技術的内容はほぼ同じ。
10	10	追加	JIS では使用したふるいを記載するようにしている。	実際の作業内容は変わらない。

注記 1 箇条ごとの評価欄の用語の意味を、次に示す。

- 追加：対応国際規格にない規定項目又は規定内容を追加している。
- 変更：対応国際規格の規定内容又は構成を変更している。

注記 2 JIS と対応国際規格との対応の程度の全体評価の記号の意味を、次に示す。

- MOD：対応国際規格を修正している。

DRAFT 2021/02/09