

## 日本學術振興會第 19 委員會, 鐵鋼迅速分析法

## 燃料 (石炭, 重油等) 中の全硫黄定量方法

(燃 燒 容 量 法)

(昭和 28 年 7 月 3 日決定)

## 1. 要 旨

試料を酸素気流中で予熱したのち, 1100~1300°C に加熱して燃焼し, 全硫黄を亜硫酸ガス等に酸化して揮散させこれを過酸化水素吸収液に吸収させて硫酸とし, 水酸化ナトリウム標準液で滴定する。

## 2. 装 置

(1) 酸素清浄装置: 本装置は酸素中に含有するガスで硫黄定量に有害なものを除去し酸素を清浄かつ乾燥するのが目的であつて, クロム酸飽和硫酸 (硫酸比重 1.82, 90%) を入れた洗ビン, ソーダ石灰, ソーダ石綿或は固体水酸化ナトリウムを填めた塔および硫酸を入れた洗ビンを順次連結したものである。

(2) 燃焼炉: 長さ約 30cm, 管の内径約 3cm の管状電気炉を用いる。炉には長さ約 60cm, 内径 2.5cm の磁器燃焼管を入れて炉壁から 4~6cm 突出させ管の先端に硬質ガラス製キャップをはめガラスキャップはパネで締めつける。なお管内のポートを低温部から高温部に移動させるために長さ約 50cm, 径約 0.4cm で先端を平滑に巻いた石英製の棒を酸素送入口のゴム栓にソウ入する。この棒は前後に動かすことが出来かつ気密が保たれるようにしておくことが必要である。

## 3. 操 作

## A. 石炭中の全硫黄定量

前記各号に記載した装置を連結し, 燃焼管を加熱してその中央部の管内温度を 1250~1300°C に上昇させたのち, 試料 0.2g を入れた磁器ポートを, 燃焼管内約 550°C の位置にポートの先端がくるように入れ, 気密にセンをして予熱する。直ちに毎分 400~500cc の割合で酸素を送入し吸収液約 40cc を入れた吸収ビン中に導き, 発生した亜硫酸ガス等を吸収させる。予熱約 5 分間ののちポートを石英棒で燃焼管中央部に移動させ, 約 10 分間強熱して灰分中の硫黄分も完全に分解させる。酸素の送入を止め吸収ビンを取りはずして吸収液を 300cc 三角フラスコに洗い移し, メチルレッド溶液或はメチルレッド・メチレンブルー混合溶液 3~5 滴を加え, N/50 水酸化ナトリウム標準液で滴定する。またガラスキャップを冷却後, 内側を蒸留水で洗浄して同様に滴定し, 両回の標準液所要量を合して次式から硫黄量を算出する。

$$\frac{N/50 \text{ 水酸化ナトリウム標準液使用量 (cc)} \times 0.0321}{\text{試 料 (g)}} = \text{硫黄\%}$$

## B. 重油中の全硫黄定量

前記各号に記載した装置を連結し, 燃焼管を加熱し, その中央部管内温度を 1100°C に上昇させたのち, 試料 0.2g を入れたポートを燃焼管内 450~500°C の位置に, ポートの先端がくるように入し, 気密にセンをして予熱する。直ちに毎分 500~600cc の割合で酸素を送入して引火燃焼させて吸収ビン中に導き発生した亜硫酸ガス等を吸収させる。予熱約 5 分間ののちポートの尾端が 450~500°C の位置にくるよう徐々に石英棒で押込み, 引続き 2~3 分間予熱を続ける。つぎにポートを燃焼管中央部にソウ入して約 10 分間強熱し, 以下前記 A の操作に従つて硫黄を定量する。

## 備 考

1. コークスは試料 0.2g を磁器ポートにハカリ取り, 予熱を行わないで直ちに燃焼管中央部 (1250~1300°C) に入れて約 15 分間酸素を通じ, 以下本文操作に準じて全硫黄を定量する。
2. 磁器ポートは予め酸素気流中で試料燃焼と同温度で約 30 分間熱したのちデシケーター中に保存する。
3. 試料に鉛丹 0.1~0.2g を混合した場合には燃焼管中央部の温度を 1100°C とし, 予熱温度を約 400°C としてもよい。但しこの場合には鉛丹の空実験を行つて硫黄%を補正することが必要である。
4. 試料は標準網フルイ 0.18 (約 80 メッシュ) を通過する粒度に粉碎したものを使用する。

5. 試料は磁器ボートの先端部近くにかためて入れる。
6. 予め予熱部の温度分布を測定しておき、石英棒の長さや予熱部との距離をはかつておくのがよい。
7. 過酸化水素吸収液の調製： 純粋な過酸化水素水 (30%) 3.5cc を採り、これに水を加えて 1l に希釈し約 0.1% 溶液にする。

本液は微量の酸を含有することがあるから、希釈液の一定量を採り水酸化ナトリウム標準液で滴定し、その結果によつて母液を正確に中和してカッ色ビンに貯蔵する。定量に際しては本液 30cc を採つて使用し、これに酸化解媒として塩化第二銅 (CuCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O) 0.0085g を水 1l に溶解した溶液 10cc を添加する。本混合液はさらに使用の都度正確に中和して使用する。通常吸収ピンは 1 個で十分であるが試料中の硫黄含有量が多い (約 2.5% 以上) 場合には 2 個連結する。

8. メチルレッド溶液の調製： メチルレッド 0.02g をアルコール (60%) 100cc に溶解する。
9. メチルレッド・メチレンブルー混合溶液の調製： メチルレッド・メチレンブルーともに 0.02g をアルコール (60%) 100cc に溶解し、これを 1 対 1 の割合に混合したものを使用する。
10. N/50 水酸化ナトリウム標準液の調製： 水酸化ナトリウム 0.8g を水 500cc に溶解し水酸化バリウム飽和溶液 1cc を添加したのち水で 1l に希釈する。

本標準液の力価はフェノールフタレインを指示薬として安息香酸を用いて標定する。

11. 塩素を特に多量含む試料は次の操作によつて塩素を定量して補正することが必要である。  
本文操作に準じて燃焼を行い、燃焼終了後吸収液を N/50 水酸化ナトリウム標準液で滴定する。ついでオキシシアン水銀飽和溶液 10cc を加えて N/50 硫酸標準液で滴定し、次式によつて硫黄量を算出する。

$$\frac{(N/50 \text{ 水酸化ナトリウム標準液使用量 (cc)} - N/50 \text{ 硫酸標準液使用量 (cc)}) \times 0.0321}{\text{試料 (g)}} = \text{硫黄\%}$$

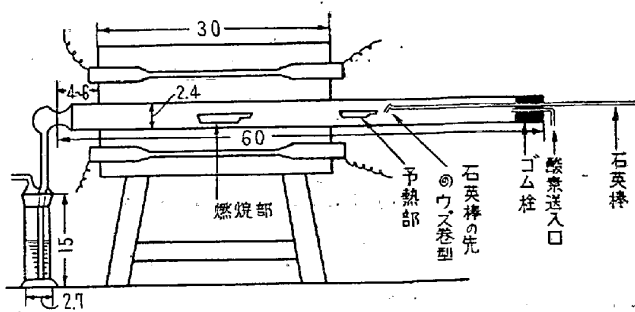
オキシシアン水銀飽和溶液は N/50 硫酸で中和し、口過したのち使用する。

12. 酸素の代りに炭酸ガスを含まない空気を使用してもよい。  
但しこの際は予熱温度は 600~800°C、空気送量は毎分 600~800cc で 5 分間予熱を行う。
13. 予熱部には別に小さい予熱炉を設けると操作が容易になる。
14. 重油試料は予熱部に押入れたのちガラスキャップから燃焼管内を観察し、約 1 分間で引火しない場合はポートを少し高温部に押し入れて引火させ、予熱部で完全に引火燃焼させることが必要である。予熱の時黒煙或は濃厚な白煙が発生するおそれがある時は酸素送量を増加して操作する。
15. 全硫黄定量と同時に塩素を定量する場合には備考 11 の操作による。但しこの場合は吸収ピンを 2 個連結し第 2 吸収ピンは口過用ガラス板 (A 1 或は A 2) を通してガスを吸収液中に出すようにすることが必要である。
16. 本分析操作の所要時間は大略次表のようである。

操 作	所要時間 (分)	
	石 炭	重 油
試料ハカリ取り	1	2
燃焼	5	5~8
キャップ放冷、洗淨、滴定	10	10
計	3	3
	1	1
計	20	21~24

文 献

1. 19委—2020 小出委員, 住友金屬工業株式會社 (桐山)
2. 19委—2050 小出委員, 住友金屬工業株式會社 (桐山)
3. 19委—2078 森 委員, 住友金屬工業株式會社



附圖 I 燃料中の全硫黄定量装置



附圖 II 酸素送入口のゴムセン部詳細圖

- |                                |                                 |
|--------------------------------|---------------------------------|
| (細田, 大橋)                       | 前田, 新村)                         |
| 4. 19委—2074 森 委員, 住友金屬工業株式會社   | 10. 19委—2266 菊池委員, 日本鋼管株式會社 (高野 |
| (細田, 山田)                       | 佐藤, 宮津)                         |
| 5. 19委—2131 小出委員, 住友金屬工業株式會社   | 11. 19委—2267 菊池委員, 日本鋼管株式會社 (高野 |
| (桐山)                           | 佐藤, 宮津)                         |
| 6. 19委—2198 河合委員, 長崎製鋼株式會社 (小松 | 12. 19委—2350 藤川委員, 東都製鋼株式會社(若松) |
| 前田, 新村)                        | 13. 19委—2520 小平委員, 八幡製鐵株式會社(天野) |
| 7. 19委—2239 小出委員, 住友金屬工業株式會社   | 14. 19委—2521 小平委員, 八幡製鐵株式會社(天野) |
| (桐山)                           | 15. 19委—2852 小出委員, 住友金屬工業株式會社   |
| 8. 19委—2240 森 委員, 住友金屬工業株式會社   | (桐山)                            |
| (細田)                           | 16. 16委—3078 平野委員, 名古屋大學        |
| 9. 19委—2241 河合委員, 長崎製鋼株式會社 (小松 | (名大, 平野四蔵氏寄稿)                   |

## 日本鐵鋼協會編最近刊行物

本會編の下記図書は何れも新版または改訂版で、各方面より好評を得て居ります。御希望の方は発行所丸善（東京都中央区日本橋通2丁目6番地丸善株式会社）へ直接御申込下さい。

- |                          |                |              |
|--------------------------|----------------|--------------|
| (a) 鐵 鋼 便 覽              | A 5 判 函入 1000頁 | 定価 1600円     |
| (昭和 29 年 4 月 25 日発行)     |                | 総革装 2200円    |
| (b) 鋼の熱處理と作業標準 (増補第 3 版) | B 5 判          | 295頁 定価 650円 |
| (昭和 29 年 6 月 20 日発行)     |                |              |
| (c) 熱經濟技術要覽 (計測編)        | A 5 判          | 440頁 定価 850円 |
| (昭和 28 年 12 月 10 日発行)    |                |              |

- (d) 鋼塊用鑄型に関する研究 (昭和 29 年 7 月 1 日日本会発行)  
(日本鉄鋼協会研究部会鑄物部会鑄型研究会報告)

此の度上記 (d) の書籍が刊行され研究部会々員に分譲されましたが、まだ少々余部がありますので、御希望の方は頒価一部 550 円、送料 48 円を添えて至急本協会へ御申込下さい。

なお鑄物部会ロール研究会報告—“鋼材圧延用鑄型ロールに関する研究”—も近く刊行の予定です