

(11)

硫黄の蒸発を利用した高炉スラグ中の遊離硫黄の定量法

川崎製鉄(株) 技術研究所

越田孝久 小笠原武司

畑 俊彦

1. 緒言 高炉スラグ浸出水の黄水対策を検討するためにスラグ中のSの形態分析が必要である。従来、微量の遊離Sを精度よく分析する良法がなかったので、遊離Sの蒸発を利用した新しい遊離S定量法について検討し、スラグ中の遊離Sが精度よく迅速に分析できることがわかったので報告する。

2. 実験方法 蒸発燃焼法(本法)と抽出法(従来法)<sup>1)</sup>について比較した。

蒸発燃焼法: 分析装置の概要を図1に示す。反応室Iの不活性ガス中で、遊離Sを蒸発させ、反応室IIのO<sub>2</sub>により、SO<sub>2</sub>に酸化する。発生したSO<sub>2</sub>を赤外線式ガス分析計で記録し、H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>(3%)溶液に吸収させ、吸収液をアルセナゾIII法で分析し、この値から試料中の遊離Sの値を求めた。

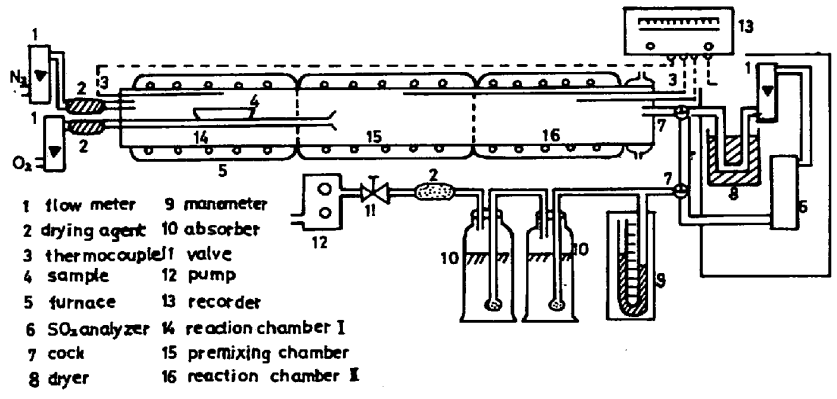


図1. 蒸発燃焼法による遊離S分析装置

抽出法: ソックスレー抽出器を用い、CO<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>で抽出した。抽出終了後、重量法(残渣の重量減から求める方法)、吸光光度法<sup>2)</sup>(CO<sub>2</sub>抽出液の390nmでの吸光度から求める方法)、および燃焼法(CO<sub>2</sub>抽出液から遊離Sを析出させ、燃焼法により求める方法)の3法で遊離Sを定量した。

3. 実験結果 試料としてスラグを用いた場合の本法の各反応室の温度条件とSO<sub>2</sub>発生状況を図2に示す。表1には、単体Sを用いて本法での回収率を求めた結果

表1. 試薬Sを用いた本法の測定条件と回収率

Reaction chamber I	Premixing chamber	Reaction chamber II	Sample weight	Found value	Recovery
0~400°C	450°C	850°C	1.5 mg	1.5 mg	100%
0~500	♯	♯	2.4	2.3	96
0~600	♯	♯	1.7	1.7	100
♯	350	♯	10.1	9.8	97
♯	550	♯	15.2	15.1	99
♯	450	500	4.2	3.2	77
♯	♯	600	5.3	4.4	83
♯	♯	700	8.3	7.5	90
♯	300	400	9.2	3.6	39

である。このように、反応室を最適な温度設定にすると96%以上の回収率が得られた。

図3に示すように、本法と抽出法を比較すると、抽出重量法が最高値を示し、抽出吸光光度法が最低値を示した。抽出燃焼法は、本法とよく一致した。

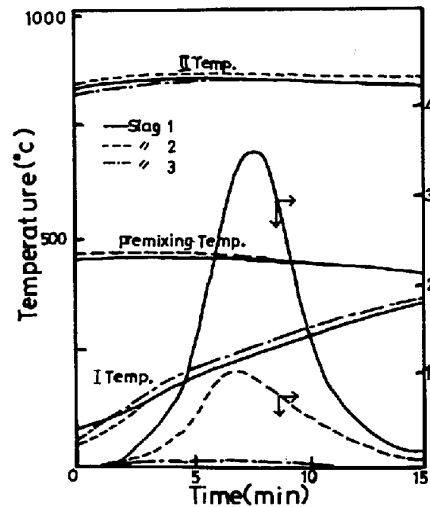


図2. 蒸発燃焼法における反応室温度と発生SO<sub>2</sub>濃度

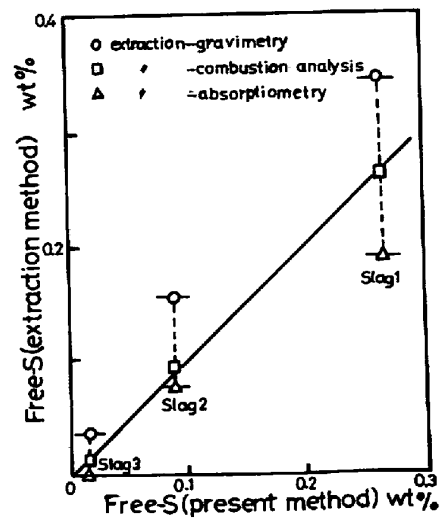


図3. 本法と抽出法による遊離S定量の比較

1) 関東地区分析分科会: 硫酸 Vol. 7, 121 (1954) 2) Odzava: J. Chem. Soc. Japan Vol. 87, 578 (1966)