

(362)

吸光光度法による鋼中微量硫黄定量

日本鋼管協技術研究所

○吉川裕泰

井植田睦・高野陽造

1. 目的

最近寒冷地向けラインパイプ用として極微量硫黄含有の鋼材が要求されているが、その品質保証から極微量領域 ($S < 50 \text{ ppm}$) での正確な硫黄量決定が重要な課題となってきた。すなわち脱硫法が進むにつれて鋼中硫黄含有量が低下して、極低硫黄量とシャルピー衝撃値との関係が従来の分析法では良好な相関関係として得られなくなった。そこで極微量領域では吸光光度法による硫黄分析法が最も優れていると考えられたので、その詳細について検討を行ない良好な結果を得たので報告する。

2. 実験および検討

(1-6)

吸光光度法による微量硫黄分析にあたっていくつかの方法が提案されているのでそれらを参考として実験を行った。分析原理としては鋼中硫黄を王水で酸化し硫酸塩としたのち、還元剤で硫酸塩を還元して硫化水素として発生させ、さらにパラジメチルアニリン溶液と塩化鉄(III)溶液によりメチレンブルーを形成させ、その吸光度を 665 nm の波長で測定し定量を行った。分析装置は図1に示した。

予備実験の結果、分解酸化過程における残留酸化物、さらに図2、図3に示したように硫化水素吸収液のpHおよびその蒸留時間に問題があることが分かったのでこれらの問題を詳細に検討した。すなわち試料の分解酸化には王水のほかに塩素酸カリウムを加えて酸化力を増大させ、また低値を与える原因となるチッ素酸化物を完全に除去するために温度を $200 \pm 20^\circ \text{C}$ に保ち塩酸による乾固を繰り返した。さらに吸収液はpH 6.5以上に調節し、硫化水素を完全に追い出すために蒸留時間を30分間とした。

3. 結果

以上の検討を行った結果は、感度・精度は向上し検出下限は 1 ppm となり、重量法、燃焼法に比較して格段に低下した。社製低硫鋼について分析した結果、分析精度は $\bar{x} = 24.4 \text{ ppm}$ で $\sigma = 2.0 \text{ ppm}$ であり、さらに銑鉄、合金鋼にも利用し良好な結果が得られることが判明した。

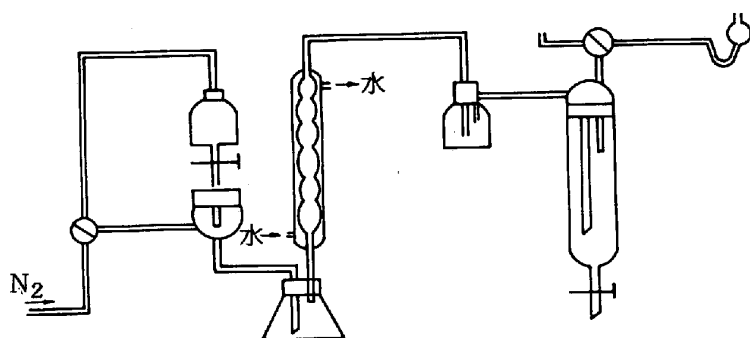


図1. 蒸留および吸収装置図

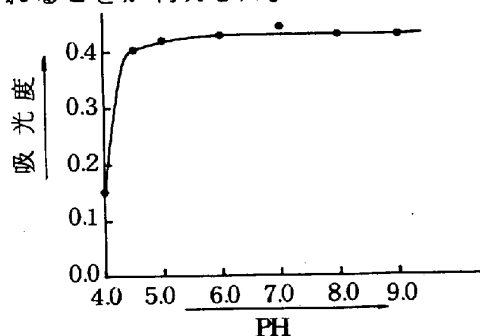


図2. pHの影響

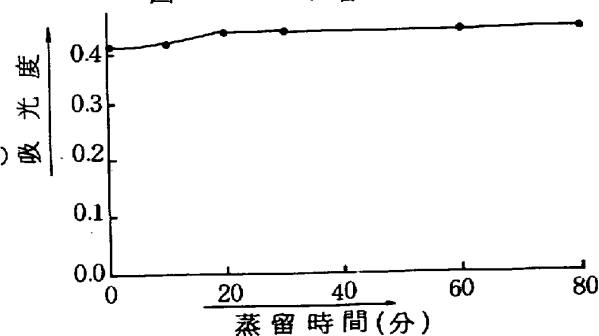


図3. 蒸留時間(煮沸時間)と吸光度の関係

参考文献

- (1) ISO/TC102/SC2 219E (1970)
- (2) P. König, K. Heinz, Schmit, et. al.
Arch. Eisen Hüttenwesen 47, 161 (1976)
- (3) 柳原正, 俣野直久等
Japan Analyst 10, 617 (1961)
- (4) Max S. Budd, Howard A. Bewick
Analytical Chemistry 24, 1536 (1952)
- (5) Joe B. Davis, Frederick Lindstorm.
Analytical Chemistry 44, 524 (1972)
- (6) 製鉄研究(新日鉄) 第287号 (1976)