

(363) 鋼中の極微量硫黄の定量法に関する研究

新日本製鐵(株) 製品技術研究所 ○山田正弘 渡辺四郎
安田 浩 佐藤秀之

1. 緒言

最近の製鋼技術の向上にともない、鋼中の有害元素の一つである硫黄の低減化も進められている。しかし、低硫黄鋼とくに10ppm以下の正確な硫黄の定量法はまだ確立されてない。そこで一般に知られている還元蒸留-メチレンブルー法のマイクロ化を検討し極微量硫黄(主として10ppm以下)の定量法の確立を目的とした。

装置、試薬、操作などについて種々の検討をおこない、0.5 μgS/25mlまで定量できる方法を確立した。

2. 方法 - 主な装置、試薬および操作 -

(1)装置：還元剤精製フラスコ

還元蒸留装置-図1-

(2)試薬：還元剤-よう化水素酸 5, 次亜りん酸 1

硫化水素吸収液-(酢酸亜鉛 10g+水酸化ナトリウム 15g+塩化アンモニウム 140g)/L

発色剤①(N,Nジメチル-p-フェニレンジアミン 塩酸塩 0.1g+塩酸 26ml)/100ml

②(塩化鉄(III) 1g+塩酸 10ml)/100ml

(3)操作：試料 1gを溶解フラスコにとり王水 10mlを加え静かに溶解する。溶解後約 3mlまで濃縮したのち 25mlメスフラスコにHClを用いて移し、標線に合せ母液とする。これより適量を分取し濃縮後HCl 2~3mlを加え、金属Alで鉄を還元したのち還元蒸留装置にセットする。脱酸素後、還元剤を添加し、還元蒸留したのち、メチレンブルーを生成させ、25mlのメスフラスコに移し、標線に合わせる。波長 532nm, 20mmセルで吸光度を測定する。あらかじめ作成してある検量線(図2)からS量を求める。

3. 結果 - 定量例 -

K₂SO₄溶液 1μgS: 1.05, 1.00, 1.10, 1.00, 1.00, $\bar{x}=1.03\mu\text{g}$

3μgS: 3.15, 3.05, 3.00, 3.00, 3.05, $\bar{x}=3.05\mu\text{g}$

NBS 65 d S 0.01% 1g→1/100分取(1.0μgS): 0.95,

1.00, 0.95, 0.90, 0.95, 1.10, 0.95, 0.95, 0.95

$\bar{x}=0.97\mu\text{g}$

鋼試料: 0.0007, 0.0007, 0.0006 S% $\bar{x}=0.0007\%$

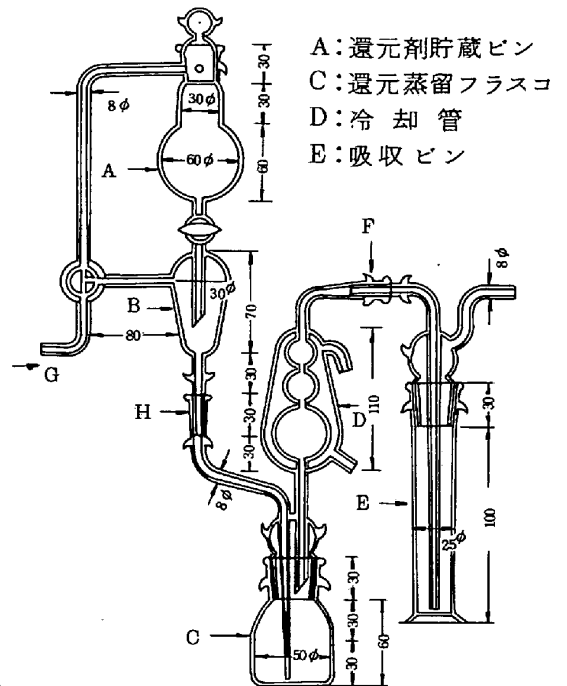


図1 還元蒸留装置

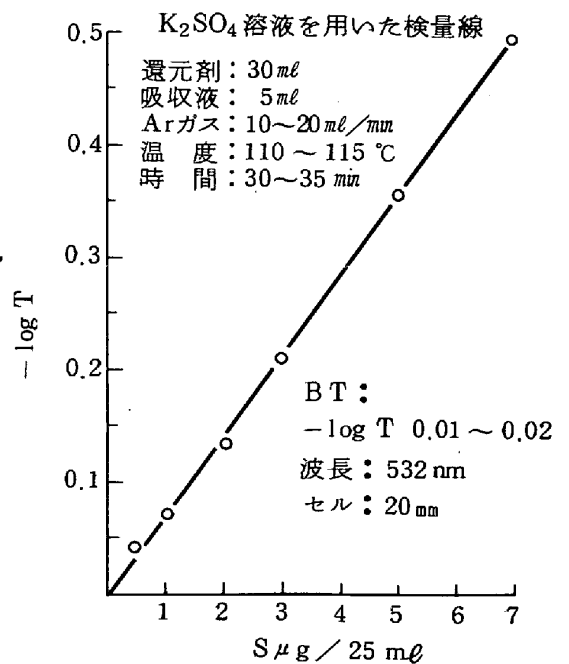


図2 検量線