

(470) スラグ中の遊離石灰定量方法の検討

大同特殊鋼(株) 中央研究所 佐藤昭喜 小井良三 O茂本文吉

1. まえがき 電炉スラグを土木用骨材、路盤材に再利用する場合、スラグの風化崩壊が問題になる。その主因は、スラグ中の遊離石灰であるといわれている。遊離石灰の定量方法として、溶媒抽出したのち、滴定法や原子吸光法などで測定する方法が採用されている。しかし、溶媒の種類によつて定量値が異なるといわれているので、エチレングリコールとトリブロムフェノールを含むグリセリン-エチルアルコールの2種類の溶媒について比較検討した。

2. 実験方法 抽出溶媒として、エチレングリコール(A抽出法と略記する)とトリブロムフェノール0.5gをグリセリンとエチルアルコールに溶解したもの(B抽出法と略記する)の2種類を用いて、遊離石灰を抽出し、EDTA滴定法で定量した。

3. 実験結果

(1) 抽出量 A抽出法による場合、エチレングリコール20mlに約400mg、B抽出法(グリセリン1容+エチルアルコール100容)30mlに約30mgまでの遊離石灰を抽出できる。

(2) 抽出条件 抽出温度25~100℃、抽出時間20~120分の範囲を検討した結果、75℃以上40分間で抽出が完了するが、A抽出法は、100℃、60分間、B抽出法は80℃、60分間抽出することにした。

(3) 滴定時の溶媒共存の影響 1/50 EDTA溶液で滴定する場合、A抽出法のエチレングリコール40mlまでの共存は影響がなかった。しかし、B抽出法の場合には、EDTAとの反応が遅く滴定に長時間を要すると共に終点判定が不明瞭である。溶媒は十分な注意を払って蒸発と分解を除去する必要がある。

(4) 遊離石灰と同時に抽出される成分 溶媒中に抽出した遊離石灰以外の成分について定量し、酸化物の含有率に換算した結果、 MnO 0.01~0.7%、 FeO 0.04~0.7%、 MgO 0.002~0.012%、 Al_2O_3 と TiO_2 はすべて0.05%以下であった。これらの成分を含むものは滴定し終点判定が困難であるので、マスキング剤について検討した結果、塩酸ヒドロキシルアミン溶液(25%v/v) 1mlとトリエタノールアミン溶液(50%v/v) 1ml及びシアン化ナトリウム溶液(10%v/v) 5mlの3種類を添加することにより終点判定は明瞭となった。

(5) カルシウム化合物の影響 カルシウム化合物として、水酸化物、炭酸塩、ふっ化物、硫化物、硫酸塩、リン酸塩について検討した結果、水酸化カルシウムは約100%、硫化カルシウム及び硫酸カルシウムは約10%抽出され正誤差の原因となる。その他の化合物についての影響は認められなかった。

(6) 実際試料の定量結果 電炉スラグ中の遊離石灰は1%以下であり、A抽出法の定量値は、B抽出法(グリセリン1容+エチルアルコール100容)の定量値より高値を示した。またB抽出法におけるグリセリン量を1/40容の範囲について定量した結果はグリセリン量を増やすに従って遊離石灰の定量値は高値となり、グリセリン量1/5容以上ではほぼ一定の定量値になる。しかし、試料によつてはグリセリン量の増加と共に定量値も高値となる傾向を示し、A抽出法よりもさらに高値を示すこともあった。

繰返し再現性は、変動係数(CV%)として、A抽出法では2~1.7%、B抽出法(グリセリン1容+エチルアルコール100容)では2.8~1.5%で前者が良好であった。

4. まとめ スラグ中遊離石灰の抽出溶媒について検討した結果、安定した結果が得られるエチレングリコール抽出法を採用することにし、日常分析に適用している。