

(778) 新型電量滴定装置による鋼中超微量硫黄の定量

日本鋼管(株) 技術研究所 岩田英夫、吉川裕泰
京浜製鉄所○高橋隆昌

1. 緒言

近年、製鋼の製造現場及び研究過程においては高度な脱硫が行なわれるようになり、その結果鋼中硫黄含有量は著しく低下するにいたった。しかしながら現状においては数PPm以下の鋼中硫黄を精度よく、かつ迅速に定量するための分析手法は知られていない。そこで筆者らは硫黄を極微量域まで高精度で定量できる新型電量滴定を検出器として用い、上記の目的をみたく新装置及び手法についての検討を行なった。

2. 実験

用いた新型電量滴定装置は三菱化成工業(株)製微量硫黄分析装置(TN-02型)であり、その原理はヨードメトリーによるもので、一定のI₂/I⁻によって平衡にある電位がSO₂+I₂+H₂O⇌SO₃+3I⁻+2H⁺によって変化し、もとの電位に回復させるための電解電気量をファラデー則によって硫黄として定量するのである。鋼中Sの燃焼炉は今回管状抵抗炉を用いた。また供試鋼はJSSの硫黄専用鋼、低合金のうち硫黄含有量の低いもの、及び社内試料を用いた。なお実験条件としては支障ない限りJIS¹⁾法に準じて行なった。

3. 結果及び考察

(1)使用する燃焼ボートは0.X~Xμgの硫黄を含有し、使用直前に空焼きの必要があり、空焼き後は約0.005μgであった。

(2)特級K₂SO₄の水溶液をボート内に正確に採取し、乾燥後炉中に導き硫黄回収率の平均値(̄x)及び変動係数値(C.V.)を調べた。この結果をTab.1に示したが、本装置によれば0.0Xμg~Xμgの硫黄を精度よく定量できることがわかる。なお回収率が100%に満たないのはK₂SO₄の熱分解にともない硫黄の一部が本装置では定量されないSO₂となったためと考えられた。

(3)鋼試料において分析を行ない定量値と標準値との対応を調べた。その結果(定量値/標準値)=0.84であり、直接得た値に補正をする必要があることがわかった。これは上述したように燃焼時生成するSO₂のためと考えられ、上記(2)のK₂SO₄の回収率よりさらに低く、試料の燃焼時に生成する酸化鉄蒸気によるSO₂→SO₃への変換、さらにSO₂の吸着等の影響によると思われた。

(4)上記(4)の結果にもとづき、直接得られた値に補正を行なうことによって得られたJSS試料、微量硫黄鋼の分析結果をTab.2に示した。本法によれば高硫黄濃度より数ppm以下の低濃度にいたるまで、精度よく分析できることがわかる。

(5)鋼の分析における分析所要時間は硫黄濃度によって異なるがTab.2の試料の場合5分~10分程度であった。

Tab.1 Recovery of S as K₂SO₄ (n=5)

S-Taken (μg)	̄x (%)	C. V. (%)
0.01	92	21
0.05	98	13
0.1	89	7
0.5	92	2
1.0	92	2
5.0	91	1
1.0	89	1

Tab.2 Analytical result of sulfur in steels (n=5)

Name	Sample		̄x (ppm)	C. V. (%)
	Taken(g)	S. V. (ppm)		
JSS240-8	0.10	60*	60	1.4
JSS244-2	0.20	15*	16	1.7
S-1	0.20	2.6**	2.9	1.0
S-2	0.50	0.6**	0.45	2.4

* Recommended values by JSS committee
** Determined values by nitrobenzenen extraction methylene blue spectrophotometric method²⁾

4. 文献 1) JISG1215-1979

2) 吉川裕泰他 鉄と鋼投稿中