

(314) 高周波燃焼 - 電量滴定法による鋼中微量硫黄迅速定量装置の開発

日本鋼管(株)中央研究所 ○吉川裕泰
 岩田英夫
 有賀史朗
 京浜製鉄所 高橋隆昌

鋼の高級化、清浄化にともない鋼中超微量成分分析のニーズは高い。特に硫黄、りん、炭素などの非金属元素の超微量分析は重要な課題である。演者らはすでに電量滴定法による超微量硫黄分析法(管状炉燃焼-電量滴定法)を報告した。今回は、燃焼部を高周波燃焼とした一連の分析装置を試作し、その分析的条件について検討した。なお、装置の試作は三菱化成工業(株)が行った。

1. 装置の概要および原理

本装置は、高周波燃焼部、ガス制御部、電量滴定部から成り立っている。高周波燃焼部の高周波出力は約1.5kw、周波数は13.56MHzである。分析原理は、試料を酸素気流中で燃焼し、生成した二酸化硫黄を電量的に発生させた三ヨウ化物イオンで滴定する方法である。すなわち、定常状態では(1)式の平衡が維持され、生成した二酸化硫黄が定量系内へ導入されると(2)式の反応が起こり三ヨウ化物イオンが減少し、その結果酸化還元電位が変化するのでこれを元の電位に戻すように電解電流を流し三ヨウ化物イオンを発生させ滴定する(3式)。

2. 検討結果

(1) J S S 試料および社内試料を用いて回収率を測定した結果99.8%と良好な結果が得られた。(2)燃焼条件について検討した結果、炭素鋼は助燃剤を必要としないが、低合金鋼、ステンレス鋼では必要であった。助燃剤は、タングステン、すず、およびタングステンとすずの合剤について検討したが、燃焼状態などから考えてタングステンが最もすぐれていた。(3)ブランク値の検討結果から燃焼ルツボは1450℃で1時間空焼きすることとした。なお、空焼きしない場合は0.5μg分だけ高値を示した。(4)実試料について分析した結果、Fig.1に示すように標準値(メチレンブルー法で決定)と良い相関が得られた。また、純鉄(J S S 001, 002)を繰り返し分析した結果、Table 1に示すような良好な精度が得られた。なお、分析時間は10~15min/1試料である。

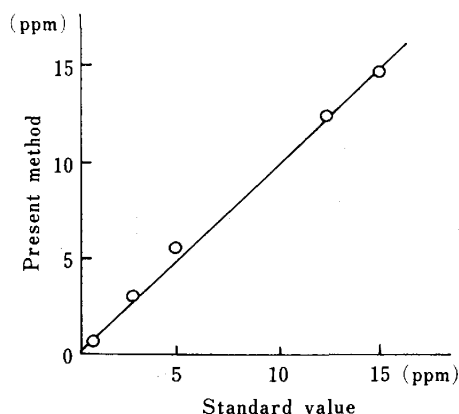


Fig.1 Relationship of present method and standard value.

Reaction formula

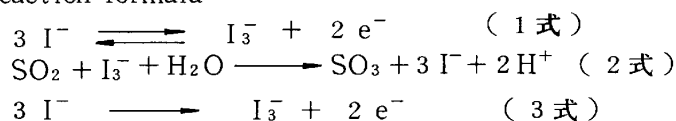


Table 1. Results of determination of Sulfur (ppm)

	JSS001-1	JSS002-1
standard value	2	1
1	1.6	0.8
2	1.8	0.9
3	1.5	0.7
4	1.5	0.9
5	1.4	0.9
x	1.56	0.84
σ	0.15	0.09

参考文献

(1)岩田, 吉川, 高橋, 鉄と鋼1983 S1040