

(354) 高炉スラグ中硫黄化合物の状態別分析方法

新日本製鐵㈱基礎研究所 山口 直治 ○小野 昭紘

広畑製鐵所 安達 晃 八幡製鐵所 黒木 弘

1. 緒 言

高炉スラグ中には硫化物態，チオ硫酸態，硫酸態等の硫黄化合物が存在する。これらの各存在量を把握するために，高炉スラグ中硫黄化合物の状態別分析方法について検討した。スラグ試料を酢酸亜鉛を含む中性溶液中で湿式粉碎し，硫黄化合物を抽出して定量する方法を検討し，良好な結果が得られたので報告する。

2. 実験結果

開発した状態別分析方法の概略を図1に示した。

(1) 試料の前処理 10%酢酸亜鉛-20%酢酸アンモニウム溶液とともにスラグ試料5.00gをディスクミルで10分間粉碎して微粉碎懸濁液とする。この処理により，硫化物態硫黄は硫化亜鉛として固定され揮散等による損失もなく，スラグ中の硫黄化合物はほぼ定量的にマトリックスから抽出される。

(2) 硫化物態硫黄の定量 微粉碎懸濁液をろ過して他の硫黄化合物イオンと分離し，残さ中に硫化亜鉛として固定されている硫化物を酢酸とよう素溶液で溶解し，過剰のよう素をチオ硫酸溶液で滴定して求める。

(3) チオ硫酸態硫黄の定量 上記(2)のろ液をよう素溶液で滴定して求める。

(4) 硫酸態硫黄の定量 上記(2)のろ液に塩酸及び亜鉛を加え加熱処理後，硫酸バリウム重量法によって求める。

(5) 全硫黄及び単体硫黄の定量 全硫黄は燃焼-よう素酸カリウム滴定法，単体硫黄はn-ヘキサン抽出吸光光度法によって求める。

3. 適用結果

本法によって高炉スラグを分析した結果の一例を表1に示した。各形態別硫黄の総量は，燃焼法による全硫黄定量値と一致し，十分実用できることがわかった。また，同一試料を各所で同時に分析した共同実験結果を表2に示したが，所間におけるばらつきも少なく良好な結果が得られた。

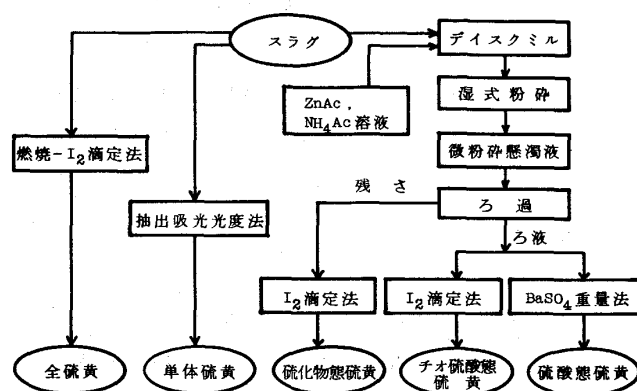


図1 状態別分析方法の概略

表1 高炉スラグ分析結果 (S換算%)

試料	T.S	ΣS	S ²⁻	S ₂ O ₃ ²⁻	SO ₄ ²⁻	S ⁰
Slag A	1.25	1.236	1.16	0.049	0.017	0.010
Slag B	0.82	0.814	0.48	0.092	0.072	0.160

表2 共同実験結果 (S換算%)

分析成分 分析箇所	T.S	S ²⁻	S ₂ O ₃ ²⁻	SO ₄ ²⁻	S ⁰
A	0.860	0.560	0.140	0.040	0.046
B	0.810	0.562	0.125	0.032	0.055
C	0.841	0.553	0.112	0.034	0.059
D	0.847	0.574	0.131	0.050	0.057
E	0.840	0.602	0.119	0.046	0.057
平均値 $\bar{x}$	0.839 ₆	0.570 ₂	0.125 ₄	0.040 ₄	0.054 ₈
標準偏差 σ	0.016 ₄	0.017 ₃	0.009 ₇	0.006 ₉	0.004 ₆
変動係数 CV	1.96	3.03	7.69	16.98	8.35