

(327)

高炉スラグ中単体硫黄の分析方法

新日本製鐵(株)基礎研究所

○小野 昭紘

山口 直治

1. 緒言

単体硫黄の定量は溶媒抽出法や蒸発燃焼法によって試みられているが、スラグ中の微量の単体硫黄をより正確に求めるために、スラグをn-ヘキサンとともにディスクミル中で微粉碎して抽出する方法を検討した。

2. 実験及び結果

(1) 吸収スペクトル 単体硫黄(S^0)を溶解したn-ヘキサンの吸収スペクトルを図1に示した。263及び275nmに吸収極大を有するが、n-ヘキサン中の不純物等による影響を考慮すると測定波長は275nmが適している。

(2) 乾式粉碎とn-ヘキサンによる S^0 抽出率 スラグを各種乾式粉碎方法で粉碎し、n-ヘキサンによる S^0 の抽出率を調べた。乳鉢で1~2mmに破碎したスラグに比べ、乳鉢による微粉碎、振動ミルによる微粉碎、ディスクミルによる微粉碎の順に S^0 定量値は高値を得た。しかし、粉碎機を用いる場合は、粉碎時間とともに S^0 の抽出率が低下する現象が認められ、図2にディスクミルによる例を示すようにその現象は著しく、実際上最適粉碎条件を定めることができない。

(3) 湿式粉碎とn-ヘキサンによる S^0 抽出率 スラグをn-ヘキサンとともにディスクミル中に入れ、粉碎する方法を検討した。図2に示すように、各粉碎時間における S^0 の抽出率の変化は、乾式粉碎の場合に比べて大巾に緩和することができ、定量値ももっとも高値を得た。

(4) 定量方法操作

(i) スラグ試料5.00gをディスクミルに入れ、n-ヘキサン60mlを加え、60秒間粉碎する。

(ii) ディスクミルの内容物をn-ヘキサン40mlでビーカーに洗い移し、5分間超音波処理を行ない抽出する。

(iii) 乾燥ろ紙でろ過し、275nmにおける吸光度を測定し、検量線より S^0 含有率を求める。

3. 適用結果

1~2mmに整粒し、加湿・乾燥の繰返しによる模擬エージングを実施したスラグ試料中の S^0 を本法に従って定量した。結果を図3に示したが、エージング処理によって二次的に生成する S^0 の生成速度は非常に速いことがわかった。また、粉碎せずに粗粒のまま抽出する方法は本法に比べて低値を示し、とくにエージングが進行した試料でその傾向は著しい。

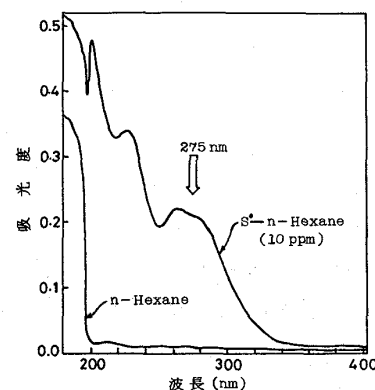
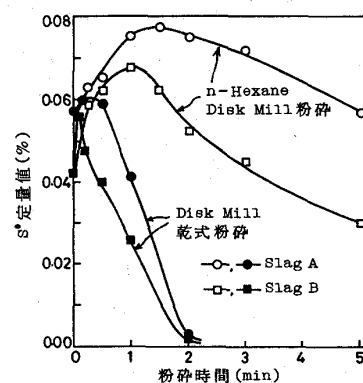
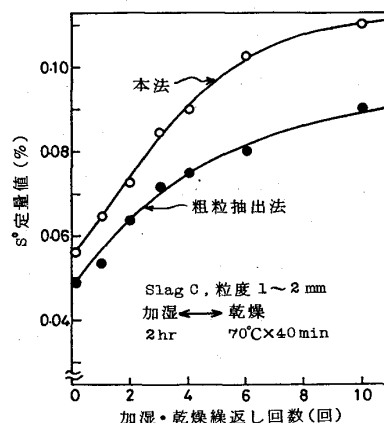
図1 S^0 -n-Hexaneの吸収スペクトル

図2 粉碎時間の影響

図3 エージングによる S^0 の生成