

(337)

白金容器を加熱体とした高周波燃焼-電量滴定法による重油中の硫黄分析

住友金属工業 鹿島製鉄所 法華津弘通 西野和美

1 緒言

現在、燃料として多量に用いられている重油の硫黄分析は公害対策の管理の一つとして非常に重要であり、厳密な管理と緊急性が要求される。その分析方法としてJISに規定されている中で一般によく用いられている燃焼-中和滴定法は燃焼操作に熟練を要し、かつ長時間を要する等の難点がある。最近では高周波燃焼による迅速分析装置も市販されているが、着火剤として批鉄等を用い、あるいは緩燃剤を併用する等若干の繁雑さがある。そこで我々は手持ちの鉄鋼中の硫黄分析用高周波燃焼-電量滴定装置を用い、白金容器を加熱体とした石油製品特に重油中の硫黄分析方法について検討した結果、簡易な操作で良好な結果が得られたので報告する。

2 実験

分析装置：手持ちの高周波燃焼-電量滴定装置にスライダックを取り付け一次電圧を可変できるようにして使用した。加熱体：白金製容器（ルツボ型、容量5ml）。充填物：石英ウール、磁製粉、白金アスベスト、磁製ルツボキャップ。実験項目：1)重油試料0.1gを白金容器にて完全燃焼させる為の最適充填物を検討した。2)加熱燃焼条件を規定する為、加熱時の一次電圧、加熱時間、酸素ガス流量などについて検討した。3)実際の重油試料を用いて本法の分析精度について検討した。

3 結果

1)充填物については、表1に示すように石英ウール、磁製粉以外は不完全燃焼を起し、磁製粉は燃焼は良好であったが分析値がバラツキ、白金容器の冷却にも長時間かかり（10分）いずれも良好な結果が得られなかった。石英ウールは燃焼は良好で煤の発生もなく、白金容器の冷却も早く（2分）最も良い結果が得られた。石英ウールの充填は試料をサンドイッチ状に挟むのが良く、充填量は容器の底に0.2g敷いた時、上に充填する量0.2~0.6gの間では分析値に差は見られなかった。

また充填量が多くなると着火時期が遅延する傾向にある為、上下共0.2g充填することにした。又、一度充填すれば約20回のくり返し使用が可能である。2)加熱燃焼条件については、最初から急激に高温になると煤の発生を抑制できず、最初は低温で予備加熱し、着火後高温にして完全燃焼させることが必要であり、予備加熱は一次電圧70Vで2分間、高温加熱は200Vで3分間が適当であった。酸素ガス流量は500~800ml/minの間では一定の分析値が得られ、300ml/minではやや高値が、900ml/min以上では低値が得られたので600ml/minとした。本法の再現精度は表2に示すように、硫黄含有率0.22%のときで0.007%、硫黄含有率2.0%のときで0.023%と良好であり、実際の重油試料を本法で分析したところ、燃焼-中和滴定法の値とよく一致した結果が得られた。

充填物	燃焼状況	分析値のバラツキ
なし	X	X
石英ウール	○	○
磁製粉	○	△
白金アスベスト	X	X
磁製キャップ	X	X

○良好 △やや不良 X不良

表2 再現精度

試料	1	2	3
標準値 ¹⁾	0.22	2.08	2.44
n	16	10	10
$\bar{x}$	0.217	2.106	2.442
s	0.0067	0.0227	0.0332
C.V.	3.0%	1.08%	1.36%

文献

1. 星野清；分析化学vol.22, (1973)