

3 研 究 業 務

3 - 1 クーロマチック C、S による分析について

国 生 保

1. はじめに

鉄鋼、合金鋼中の炭素および硫黄の定量ならびに重油中の硫黄の迅速定量装置として、クーロマチック C、S は広く使われてきている。本装置によるこれまでの分析例について標準試料分析値と実際分析値との差、および重油中の硫黄分析値と J I S K - 2 2 6 3 による分析値との比較検討を試みた。

2. 分析法の原因

(炭素分析法)

電気式抵抗管状炉により試料を酸素気流中で燃焼させて、 CO_2 を発生させ余剰の酸素と共に吸収液に導き吸収させる。

$(Ba(ClO_4)_2 + H_2O + CO_2 \longrightarrow BaCO_3 + 2HClO_4)$ このとき PH が変化するので、パルス電流により電気分解して元の PH に戻す。この時電気分解に要した電気量を測定して炭素量を知ることが出来る。

(硫黄分析法)

高周波炉により試料を酸素気流中で燃焼させて、 SO_2 を発生させ余剰の酸素と共に吸収液に導き吸収させる。

$(Na_2SO_4 + H_2O_2 + H_2O + SO_3 + SO_2 \longrightarrow Na_2SO_4 + 2H_2SO_4)$ この時 PH が変化するので、パルス電流により電気分解して元の PH に戻す。この時電気分解に要した電気量を測定して硫黄量を知ることが出来る。

3. 使用した装置の主な仕様

	クーロマチック C (VK-IC 型)	クーロマチック S (VK-3A 型)
分 析 試 料	鉄鋼および合金鋼	鉄鋼、合金鋼および重油
分 析 範 囲	0.001~7.5%	0.001% 以上
分析所要時間	3~5 分	3~5 分 (但し重油の場合 7~9 分)
検 出 感 度	$0.5 \times 10^{-6} g$	$0.5 \times 10^{-6} g$
分 析 精 度	約 $\pm 2 \sim \pm 20\%$	約 $\pm 2 \sim \pm 20\%$
酸素消費量	1200ml/min	2000ml/min
製 作 所	国際電気株式会社	

4. 分析法の概要および定量例

鋼および合金鋼類を分析する際は、その試料の種類により、金属、スズ、純鉄などの助燃剤を適当にえらび試料と共に磁製ルツボ又は磁製ボートに入れ酸素気流中で燃焼させる。試料の量はその含有量により適量採取し、PHの設定は分析値に影響を与えるので十分注意して行なう。

(分析例 その1)

註 1)

試料	炭素分析値	平均値	標準試料分析値	差	硫黄分析値	平均値	標準試料分析値	差
鋳鉄	3.81 3.80	3.80			0.022 0.022	0.022		
鋳鉄	3.68 3.65	3.66			0.103 0.104	0.104		
註2) 111-1	3.90 3.92	3.91	3.89	+0.02	0.034 0.035	0.034	0.035	-0.001
軟鋼	0.23 0.23	0.23			0.018 0.018	0.018		
軟鋼	0.23 0.24	0.24			0.017 0.018	0.018		
430-2	0.22 0.21	0.22	0.21	+0.01	0.022 0.023	0.022	0.023	-0.001
鋳鉄	3.36 3.36	3.36			0.124 0.124	0.124		
鋳鉄	3.35 3.35	3.35			0.090 0.090	0.090		
111-3	3.94 3.95	3.94	3.94	0	0.028 0.029	0.028	0.029	-0.001
構造用鋼	0.20 0.21	0.20			0.055 0.053	0.054		
構造用鋼	0.18 0.18	0.18			0.021 0.021	0.021		
430-2	0.22 0.22	0.22	0.21	+0.01	0.024 0.022	0.023	0.023	0
601-2	1.03 1.02	1.02	1.03	-0.01	0.003 0.004	0.004	0.004	0
420-2	0.091 0.090	0.091	0.090	+0.001	0.035 0.036	0.036	0.035	+0.001
461-2	0.080 0.080	0.080	0.081	-0.001	0.013 0.013	0.013	0.014	-0.001

(分析例 その2)

註3)

試料	硫黄 分析値	平均値	化学 分析値	差
重油 1	1.18 1.15	1.16	1.28	-0.12
" 2	0.92 0.93	0.92	0.92	0
" 3	1.15 1.11	1.13	1.14	-0.01
" 4	1.01 1.05	1.03	1.08	-0.05
" 5	1.74 1.73	1.74	1.72	+0.02
" 6	2.48 2.46	2.47	2.33	+0.14
" 7	2.08 2.01	2.04	2.17	-0.13
" 8	2.66 2.66	2.66	2.60	+0.06
" 9	2.84 2.86	2.85	2.84	+0.01
" 10	2.68 2.62	2.65	2.60	+0.05
" 11	2.64 2.66	2.65	2.66	-0.01
" 12	2.83 2.89	2.86	2.80	+0.06
" 13	2.65 2.70	2.68	2.67	+0.01
" 14	2.67 2.65	2.66	2.42	+0.24
" 15	2.53 2.57	2.55	2.57	-0.02

註1) 標準試料は日本鉄鋼協作成のもの

註2) 標準試料番号

註3) JISK-2263のボンブ法による

5. むすび

鉄鋼の分析については装置の清浄、PHの設定などを充分注意すれば、安定した分析値が得られる。本装置の機構上分析値に個人差は出にくい、低含有量試料の分析ではバラツキが大きくなりがちである。

重油の分析についてはJIS K-2263による分析値と比べてみると、2、3の例を除いては殆んど一致している。本装置によれば極めて短時間で分析出来るので、重油中の硫黄の迅速定量法として期待できる。

以上は本装置を使つて依頼分析試験を行なつたものの中から、一部の試料について分析値を抽出し、整理したものである。この外に公害調査に関連して、河川の汚泥中の硫黄分定量を重油中の硫黄分析法に準じて行ない、化学分析法により硫化物を測定した結果と比較した所、両者の測定値の間に同様な傾向が見られたが、詳細は更に検討する予定である。