

製鋼スラグを対象としたガス圧定量法による 炭酸カルシウム含有量試験に関する一考察

明石工業高等専門学校 学生会員 ○濱野 幹
福井工業高等専門学校 正会員 山田 幹雄
新日鐵住金 株式会社 非会員 金子 敏行
株式会社 製鉄鉱業大分 非会員 中村 貴敏

明石工業高等専門学校 正会員 佐野 博昭
新日鐵住金 株式会社 非会員 柏原 司
新日鐵住金 株式会社 非会員 澄川 圭治

1. まえがき

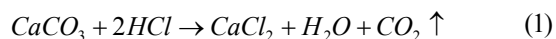
製鉄所より発生する主な副産物として鉄鋼スラグがある。鉄鋼スラグは、鉄鋼製造工程において発生するものであり、銑鉄製造工程において発生する「高炉スラグ」と粗鋼製造工程において発生する「製鋼スラグ」とに大別される。

著者ら¹⁾は、これまでに製鋼スラグの炭酸化に関する定量的評価を行うために、「強熱法」による炭酸カルシウム含有量試験について検討を行い、その有効性や課題について報告を行った。その後、もう1つの炭酸カルシウム含有量試験である「ガス圧定量法」に着目し、炭酸カルシウム含有量試験装置（初期型）を作製し、製鋼スラグの炭酸カルシウム含有率の測定を行ってきたが、今回、新たに改良型の炭酸カルシウム含有量試験装置を作製したのでその結果について報告する。

2. ガス圧定量法を用いた炭酸カルシウム含有量試験の概要

炭酸カルシウムは、中性の水にはほとんど溶けないが、塩酸などの強酸と反応して二酸化炭素を放出する性質を有しており²⁾、この性質を利用した方法が「ガス圧定量法」である。

「ガス圧定量法」は、炭酸カルシウムに塩酸を加えると次式(1)のような反応が速やかに生じ、二酸化炭素ガスを発生する性質を利用したものである²⁾。



加藤・岡部³⁾は、炭酸カルシウムの高精度迅速ガス定量法として、その原理や方法について詳細に報告している。この反応によって発生する二酸化炭素ガスの圧力は炭酸カルシウムの質量と比例関係にあることから、事前に両者の関係（検量線）を求めておくことにより、二酸化炭素ガスの圧力から炭酸カルシウムの含有量を求めるものである。

3. 粒径 4.75mm 未満の製鋼スラグを対象としたガス圧定量法による炭酸カルシウム含有量試験の概要および結果

写真-1 は、著者らがこれまでに用いてきた炭酸カルシウム含有量試験装置（初期型）を、図-1 は、初期型

装置を用いて得られた検量線を示す。写真-2 は、今回新たに作製した炭酸カルシウム含有量試験装置（改良型）を示す。改良点としては、圧力の測定を連続的に行うことができたようにしたことである。

初期型の反応容器の大きさは、内径 10cm、高さ 5.5cm、容積 432cm³ の円筒形であったが、改良型は内径 8cm、高さ 8.5cm、容積 427cm³ とした。容量は初期型、改良型ともにほぼ同じである。容器の材質は、初期型の場合、円筒は透明アクリル製、上下蓋は塩化ビニル製であったが、改良型の場合、容器、上蓋ともに塩化ビニル製とし、上蓋は透明とした。

圧力の測定は、圧力計（（株）共和電業製、低容量圧力変換器、PGM-02KG、定格容量 20kPa）を使用し、いずれも計測は静ひずみ計（（株）共和電業製、UCAM-60B）を使用する。

検量線の作成にあたっては、市販の炭酸カルシウム（関東化学（株）試薬特級、含有量 99.5%以上）を恒温乾燥炉に入れて 110℃で一定質量になるまで炉乾燥し、その後、デシケータでほぼ室温になるまで冷まし

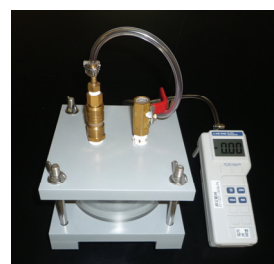


写真-1 炭酸カルシウム含有量試験装置（初期型）

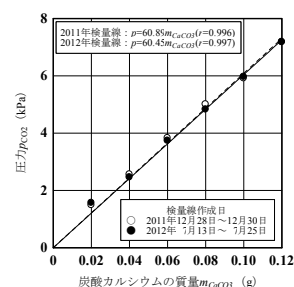
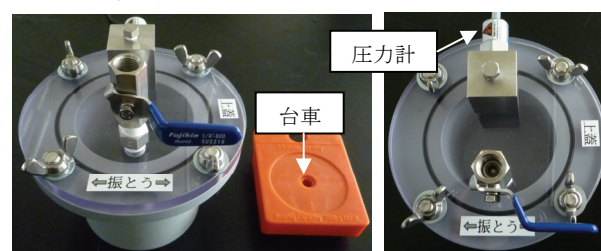


図-1 検量線



(a) 全体

(b) 上部

写真-2 炭酸カルシウム含有量試験装置（改良型）

たものを試料とした。この炭酸カルシウムを 0.04～0.28g まで 0.04g ずつ増加させて正確に計量し、写真-2 に示した反応容器の底部に散布した。次に、塩酸（関東化学（株）試薬特級、濃度 35.0～37.0%）を用いて濃度 3mol/L、20mL を正確に量り採り、容器に入れて反応容器の底に置いた。

続いて、反応容器の排気弁を開いたまま、上蓋の蝶ねじを確実に締め、圧力計の読みが 0（ゼロ）を示していることを確認した後に排気弁を閉じる。反応容器を水平に振とう（振幅約 5cm）させて塩酸を入れた容器を転倒させ、炭酸カルシウムと塩酸を反応させる。その後、圧力計の読みが落ち着くまで静置し、このとき発生するガス圧力を 2 秒間隔で測定して CF カードに記録する。この操作を繰り返し、炭酸カルシウムの質量とガス圧力との関係から検量線を作成する。なお、試験はデータのばらつきを考慮に入れて同じ炭酸カルシウムの質量に対して 3 回行った。

試験に先立って、試験結果に影響を及ぼす要因（振とう方法、振とう速度、振とう時間、反応時間）について検討を行った。

図-2 は、炭酸カルシウムと塩酸との反応を生じさせるために従来行われている反応容器を手に保持して振とうを行った場合の時間の経過に伴う容器内の圧力の推移を示す（ブランク試験）。

図より、反応容器の机上からの上げ下ろし時および保持中、さらには、振とうにもなって圧力に変動が生じていることがわかる。これは、圧力変換器の機構上⁴⁾、避けることのできない現象である。そこで、この影響を極力取り除くために台車（前出写真-2）に載せて振とうした場合について検討した。

図-3 は、台車を用いて振とうを行った場合の時間の経過に伴う容器内の圧力の推移を示す。図より、振とう前後の変動がないことがわかる。

以上の結果を踏まえて、以後、ガス圧定量法を用いた炭酸カルシウム含有量試験の振とうにあたっては、台車を用いることにした。

図-4 は、反応時間の経過に伴う容器内の圧力の推移の 1 例（炭酸カルシウム質量：0.28g）を示す。なお、振とう時間は 10、20、30 秒の 3 種類とした。

図より、振とうの開始にもなって圧力は急激に上昇し、振とう中（10～30 秒）は圧力の変動（前出図-2、3 参照）が認められるが、振とう時間 10 秒に着目すると、振とう終了後ほぼ一定の値に達しており、炭酸カルシウムと塩酸との反応は 10 秒以内で終了していることがわかる。

4. まとめ

改良型炭酸カルシウム含有量試験装置を用いて試験結果に影響を及ぼす要因（振とう方法、振とう速度、

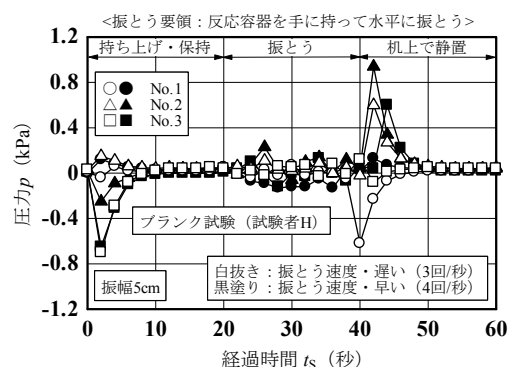


図-2 反応容器を手で保持して振とうした場合の時間の経過に伴う圧力の推移（改良型装置，ブランク試験）

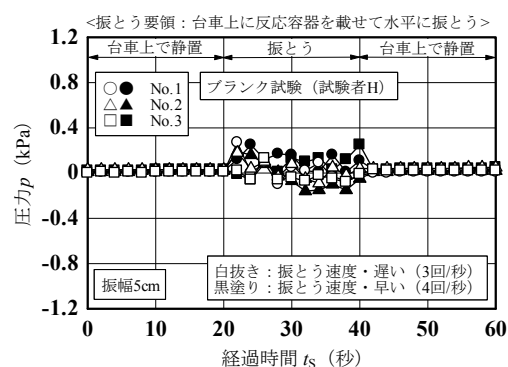


図-3 反応容器を台車に載せて振とうした場合の時間の経過に伴う圧力の推移（改良型装置，ブランク試験）

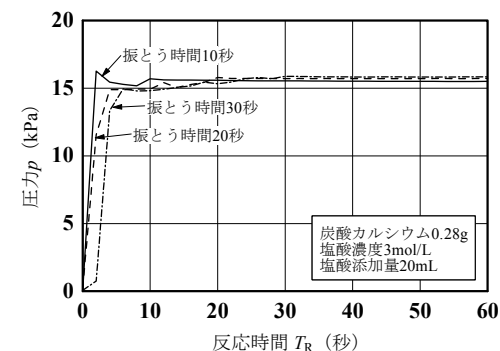


図-4 反応時間の経過に伴う圧力の推移（改良型装置・台車使用，炭酸カルシウム（試薬））

振とう時間、反応時間）について検討を行った。

【参考文献】1) 仲野 瞬，佐野博昭，山田幹雄，柏原 司，金子敏行，澄川圭治，中村貴敏：強熱法を用いた製鋼スラグの炭酸塩含有率の測定に関する一考察，平成 24 年度土木学会西部支部研究発表会講演概要集，III-097，pp. 535-536，2013. 2) 無機マテリアル学会編：セメント・セッコウ・石灰ハンドブック，技報堂出版，1996. 3) 加藤義久，岡部史郎：海洋堆積物中の炭酸塩の高精度迅速ガス定量法，東海大学紀要海洋学部，第 27 号，pp. 1-8，1988. 4) 岡田朝公：低容量圧力変換器 PGM-G 型，共和技法，No. 304，pp. 2160-2162，1983.