

(206) 真空蛍光X線分析法による重油中硫黄の定量

大同製鋼株式会社 研究開発本部 伊藤六仁 ○成田正尚

1. 緒言

製鋼工場の排出SO<sub>2</sub>主要源である重油中硫黄は入荷時並びに日常管理する必要があり、能率的で精度の良い分析手法が必要である。重油中の硫黄分析手法としては、湿式化学分析によるホンプ法、燃焼管法(空気-酸素法)、ランプ法、検量線法として蛍光X線法、RI蛍光X線法、クーロン滴定法等が一般に行われてゐる。重油中の硫黄の蛍光X線分析法としては真空中、He中で分析を行なう方法の報告があるが、重油の性状が固体、液体のいずれでも同一操作で分析出来る方法について検討をした。

2. 分析装置と分析条件

装置は理学電機製KG-Xを用いた。その分析条件を表1に示す。

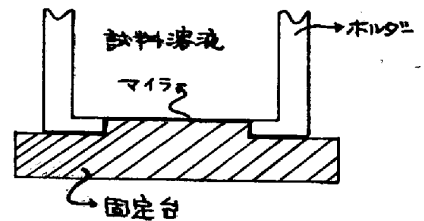
表1 分析条件

|        |           |        |          |
|--------|-----------|--------|----------|
| X線管    | Ag陰極      | X線パス   | He       |
| X線出力   | 40KV/40mA | S.F    | X8       |
| スペクトル線 | S Kα      | 分析時間   | 40秒      |
| 分光結晶   | EDDT      | P.H.A. | ディフレンシャル |
| 検出器    | F-PC      |        |          |

3. 検討結果

(1) 溶液法蛍光X線分析で良い再現性を得るためには液体試料ホルダーへの充填方法を一定にすることであり、液体試料ホルダーのマイラ-膜を一定に保つため図1のごとくホルダー台を作製し、径φ5mmの穴のあった裏蓋から液体を溢れさせながら裏蓋をし、最後にその穴を閉じる方法が最良であった。

図1 マイラ-面固定台



(2) 上記ホルダーを用いHeガス置換して、Sの蛍光X線強度を測定したところ40秒の測定で十分な精度を得ることが出来た。

(3) この装置でのHeガス置換はHeガス流速5 $\frac{1}{2}$ ml/minのフラッシュ60秒で測定中1 $\frac{1}{2}$ ml/minのHeを流すことにより安定した強度を得ることが出来た。

(4) 固型ミナス重油は50℃に加熱して、(1)のごとくホルダーに注入し測定することにより液体重油と同一操作で分析出来た。

(5) この方法での分析精度は表2のごとく湿式化学分析の酸素燃焼管法、RI吸収法の重油中硫黄分析計に比べ良い結果であった。

表2 分析精度

| 単検くり返し |       | 日内再現 |       |
|--------|-------|------|-------|
| S%     | σ%    | S%   | σ%    |
| 0.44   | 0.002 | 0.14 | 0.004 |
| 1.37   | 0.003 | 0.98 | 0.015 |

(6) 石油学会の重油標準試料3ヶで検量線を作成し、酸素燃焼管法の値と比較したところ、その正確度σは0.018%(定量範囲0.1~2.0% n=38)であった。

(7) 分析時間は試料の溶液ホルダーへの注入から検量線読み取り終了迄10試料当たり約60分で、酸素燃焼管法に比べ能率を向上する事が出来た。

4. 文献

たとえば

1) 渡谷ほか 分析化学 16(1967)123, 440

2) 長谷川ほか 分析化学 13(1964)93,