

(263) 石炭, コークス中の微量元素の定量

日本鋼管(株)技術研究所 石井照明 ○大西利英子

1. 緒言

石炭中の微量元素の存在量を知ることは、石炭の特質を知る上に必要なことである。石炭中の微量元素の定量に原子吸光分析法、蛍光X線分析法、発光分光分析法、中性子放射化分析法などが試みられているが、本報では比較的定量感度が高く、しかも取り扱い易いことで広く利用されている原子吸光分析法によることにした。定量に原子吸光分析法を用いた場合、前処理過程での供試料中大部分を占めている石炭質の分解の困難さ、石炭質を分解する過程で金属元素のうち揮散するものがあることなどのため、正確な分析値を得ることが難かしい。そこで効果的な前処理方法を行うために前処理過程における石炭、コークス中の微量元素の挙動を調べ、最適な分析方法を確立した。

2. 検討方法と結果

2-1 灰化分解におけるZnとNiの挙動 灰分測定のための石炭の灰化はJISでは815°Cで行なっている。このような温度で石炭、コークス中の微量元素が揮散するかどうかを、比較的沸点が低いZnと沸点が高いNiについて調べた。図1では冶金用コークスを石英管中のポートの上に入れ、空気を通して加熱したときのポート中に残留した金属量についての実験結果を示す。Znは高温側で揮散量が多いのに、Niは温度依存性が認められない。ZnOの場合は1000°CでもZnの蒸気圧は約 10^{-8} atmで揮散量は無視できると考えられるが、金属Znの蒸気圧は1 atm以上になり、還元性物質と共存するとき揮散量は無視できなくなる。一方Niは同じような条件でもその蒸気圧は低いので、温度による依存性が認められないものと考えられる。

2-2 低温灰化装置とマッフル炉による灰化におけるZnとNiの定量値の比較 Zn, Niとも2つの方法で同様な傾向が得られ、差は認められなかった。

2-3 鉱酸による分解 加熱による灰化分解と酸分解法による供試料の直接分解法を比較したところ、Znについては酸分解の定量値が高値を与えたが、Niについては差が認められなかった。したがって酸分解の方が揮散損失がなく好ましい分解法である。酸分解の条件を定めるための実験を行なって、つぎのような方法を確立した。すなわち、サンプル粒度が-60メッシュの供試料を2.0 g秤りとり、フッ酸5 ml、硫酸1 mlを加えて加熱し、さらに硝酸50 ml、過塩素酸30 mlを加えて250°C以上にならないように加熱分解し溶液化する。この分解液をろ過し、ろ液と残さに分離する。残さについては1.0 gのピロ硫酸ナトリウムを用いて熔融し溶液化する。これら溶液を合せて、原子吸光分析装置により定量する。

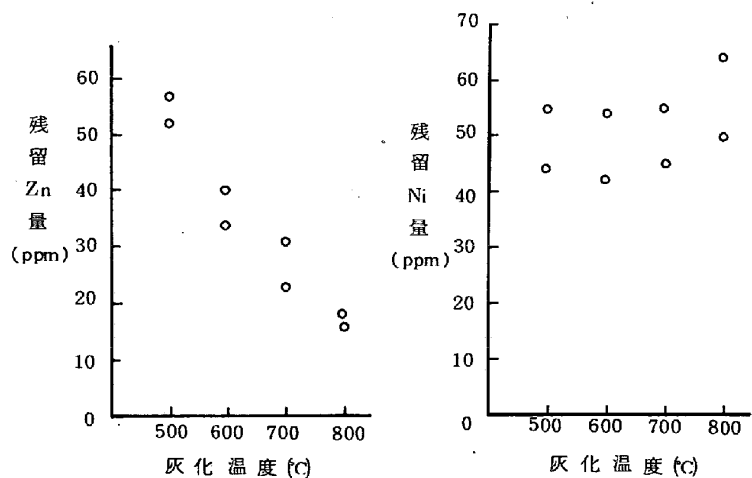


図1. コークス中のZnとNiの加熱による揮散の程度