

【分析センター I】

分析センターとしての機能強化 — 湿式分析の充実 —

一般財団法人岡山セラミックス技術振興財団
副所長 内田 茂樹

1. はじめに

当財団は、研究開発とともに測定・分析試験も重要な柱として位置付けている。この数年は測定・分析だけで、毎年13,000件を超える試験を受託している。財団発足から30年の間に培われた信頼関係の上に成り立つことであり、リピート依頼が多いことも特徴である。しかし、現状の測定・分析は決してご満足いただける内容ではなく、特に、分析範囲に弱点があった。

耐火物の代表的な組成範囲は、**図1**の8つの化学成分(赤文字)で示される。このうち、酸化物は蛍光X線ガラスビード法(JIS R 2216)で分析でき、カーボン、炭化ケイ素は炭素分析法(JIS R 2011)で分析できる。いずれもJISで規定されている。しかし、原料、製品及び使用後の化学成分を知るには、これらの方法だけでは十分ではない。原料は高純度であればあるほど微量成分の分析精度を必要とし、製品には、代表成分以外の例えば、金属や窒化物、ホウ化物、リン酸塩などが添加され、また、使用後耐火物には使用時の環境を受けて、耐火物成分と反応するスラグ/ガス成分などが残存する。これらの成分を分析するには、いわゆる湿式分析が必要であるが、当財団はこの分野の取り組みが遅れていた。「日本で唯一の耐火物に関する公的研究機関²⁾」を標榜する当財団にあって、化学分析に弱点を持つことは名倒れになる。この間、準備期間を設け、湿式分析分野の充実を図り、分析センターとしての機能強化に努めたので、関係各位にご案内する次第である。

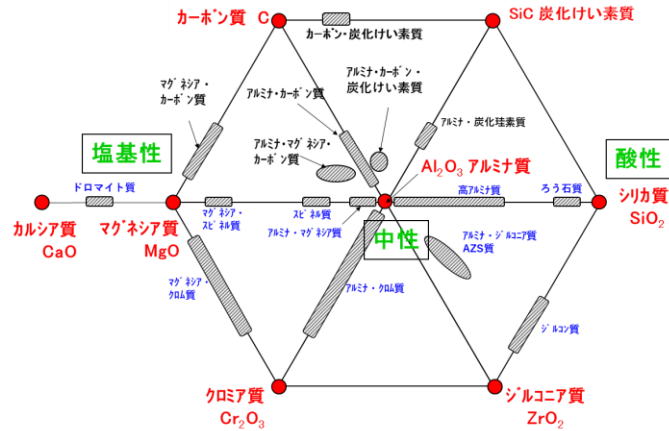


図1 耐火物の代表的な組成範囲¹⁾

JIS R2216に準拠 < 蛍光X線分析装置(XRF)を用いた分析 >
 ☆ 検量線を用いた定量分析の分析成分 : SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, TiO₂, MnO, CaO, MgO, Na₂O, K₂O, Cr₂O₃, ZrO₂, P₂O₅, HfO₂
 ☆ 半定量分析(オーダー分析、フリー定量) : 検量線のない酸化物、未知試料 ⇒ 理論係数を使用して分析

2. 蛍光X線ガラスビード法の概要
 まずは、現在実施している蛍光X線ガラスビード法について、分析手順とともに、どのような化学成分が分析できるのか、また、その分析精度や適用範囲はどの程度なのかを概説し、湿式分析の必要性を理解してもらいたい。

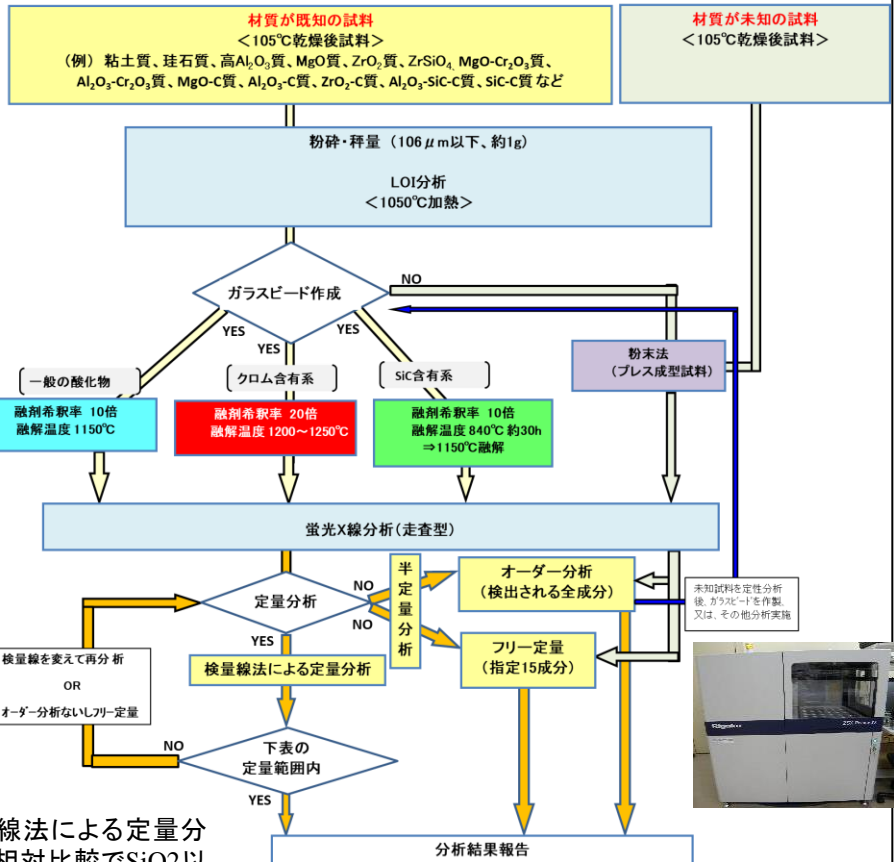


図2 蛍光X線分析法のフロー

2. 蛍光X線ガラスビード法の概要

まずは、現在実施している蛍光X線ガラスビード法について、分析手順とともに、どのような化学成分が分析できるのか、また、その分析精度や適用範囲はどの程度なのかを概説し、湿式分析の必要性を理解してもらいたい。

図2は分析フローである。

①最初に、検量線法による定量分析をするか、FP法による半定量分析を行うか選択する。いずれの方法も理論吸収・励起補正係数を用いた補正法を行っているが、検量線法による定量分析は認証値を持った標準物質による相対比較でSiO₂以下12成分の分析を実施し、FP法による半定量分析は