

(216) 溶液法による高炉滓の定量分光分析

住友金属工業, 小倉製鉄所 No.64378
中村 和憲・○花田 達男

Spectrographic Analysis of BF Slag by Solution Method.

Kazunori NAKAMURA and Tatsuo HANADA.

I. 緒 言

近年鉄鋼分析については、カントバック分析などへの移行により、分光写真器の利用度は半減され遊休設備となりつつある。したがってこれら分光写真器の活用を計るとともに、分析作業の合理化をはかるため、高炉滓の溶液分光分析について検討を試みた。溶液分光定量法としてはいろいろ報告がなされているが、そのうち比較的感度の良好な reservoir cup 型電極法を用い、いろいろ操作条件の検討を行なった結果従来の化学分析法に比較して、迅速にしかも良好な精度で定量可能となつたのでここに報告する。

II. 装 置

1. QL-170大型水晶分光写真器
2. 島津万能発光装置
3. 読取式測微光度計
4. 三段フィルター

III. 実 験 内 容

1. 前処理条件の検討

(1) 溶融剤の検討

高炉滓の場合、ケイ酸含有量が高いため溶液にした時のケイ酸析出が問題となる。したがってケイ酸析出の抑制に効果があるといわれている硼砂を用いて溶融することにした。しかしながら硼砂単独では操作に難点が残るため、炭酸ナトリウムとの併用について検討を行なった結果、炭酸ナトリウム 2.0g と硼砂 1.5g の含量が最適であつた。また本溶融合剤の試料融解範囲についての調査では 0.4g まで適用可能であり、溶融時間も 900°C, 10min で十分であることが確認された。

(2) 酸濃度並びに内部標準線の検討

融解後の抽出酸濃度については、HCl(1+1)~(1+10)まで検討した結果、酸濃度が薄い場合ケイ酸の析出が容易となり、抽出も困難であつた。このため抽出酸濃度としては HCl(1+2) 以上を用いることが必要であつた。次に内部標準としては測定波長範囲を考慮して容易に線対を組むことのできる Fe を内部標準として用いることにした。しかしながら高炉滓中の Fe 含有量が低い

め、Fe 線の黒度調整が必要となり鉄粉添加量について検討した結果、鉄粉添加量は 2.0g が最適であつた。また鉄粉添加にともなう酸濃度の変化について調査した結果、影響のないことが確認された。

2. 分光分析条件の検討

(1) 分析線対

本実験で使用した分析線対は次の通りである。

- Fe I 2579.27/Mn II 2576.10
- Fe II 2855.67/Mg I 2852.13
- Fe II 2880.76/Si I 2881.58
- Fe I 3083.74/Al I 3082.16
- Fe II 3154.21/Ca I 3158.87
- Fe 3370.79/Ti II 3349.04

(2) 定量条件

本法による定量条件については、いろいろ検討を行ない次のごとく決定した。

対電極	90° 円錐台形 1mm
試料側電極	〃
液面よりの電極尖端高さ	1.0mm
電極間隙	2.0mm
スリット巾	0.020mm
一次電圧	60V
一次電流	4.3A
二次電圧	9kV
自己誘導	0.8 mH
蓄電容量	0.0066 μ F

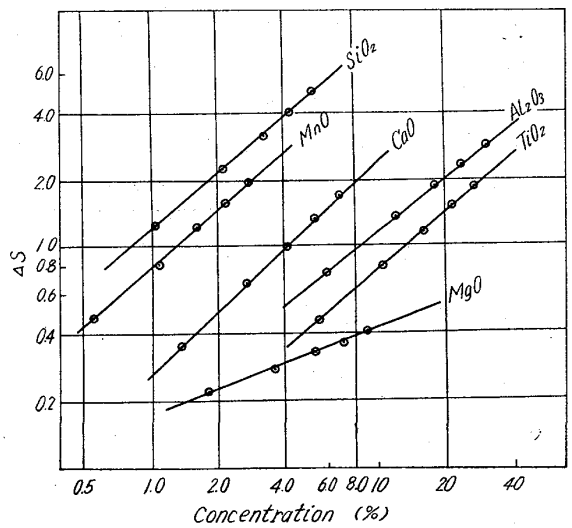


Fig. 1. Example of working curve.

Table 1. Reproducibility on same negative plate.

Sample No.	Value	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	TiO ₂
1	Mean (%)	31.1	18.0	41.4	4.68	1.38	2.24
	σ (%)	0.890	0.670	0.967	0.075	0.029	0.086
	C V (%)	2.86	3.72	2.34	1.60	2.10	3.84
2	Mean (%)	31.2	19.0	36.7	3.97	1.54	2.16
	σ (%)	0.684	0.510	0.585	0.068	0.043	0.072
	C V (%)	2.19	2.69	1.59	1.71	2.79	3.33

Table 2. Reproducibility on different negative plate.

Sample No.	Value	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	TiO ₂
1	Mean (%)	30.6	18.0	41.1	4.69	1.44	2.25
	σ (%)	1.099	0.762	1.054	0.094	0.056	0.067
	CV (%)	3.59	4.23	2.56	2.00	3.89	2.98
2	Mean (%)	31.6	19.0	37.2	3.96	1.58	2.23
	σ (%)	0.656	0.541	0.759	0.211	0.024	0.136
	CV (%)	2.08	2.85	2.04	5.36	1.52	6.10

Table 3. Comparison of spectrographic chemical analysis of BF slag.

Elements	Range (%)	Average deviation (%)
SiO ₂	30~36	4.55
Al ₂ O ₃	12~20	7.85
CaO	37~46	3.73
MgO	2~5	8.34
MnO	1~4	6.02
TiO ₂	1~3	8.19

予備放電時間	20sec
露出時間	60sec
中間絞	全開
水銀灯	照射
現像	FD-131 20°C, 4min
定着	酸性硬膜定着液20°C, 5min

3. 検量線

これまでに決定した条件にしたがつて作成した検量線
の一例を Fig. 1 に示す.

4. 分析精度

(1) 再現性

本法による再現性を検討するため、同一乾板に同じ試料を10回撮影定量した結果を Table 1 に、乾板を変えて10回撮影定量した結果を Table 2 に示す。

(2) 化学分析との比較

日常試料を用いて化学分析との比較より平均偏差率を求めた結果は Table 3 に示すように良好な結果が得られた。

IV. 結 言

以上いろいろ検討した結果、ケイ酸析出については硼砂と炭酸ナトリウムの混合融解剤を用いることにより、ケイ酸の析出を抑制することが可能となり他元素との同時定量を計ることができた。しかしながら本法では Fe を内部標準としているため FeO の定量が不可能であったが、今後 Fe になる比較的スペクトル線の多い, V, Ni などを使用し FeO との同時定量について検討を行なうて行きたいと考えている。

文 献

- 1) 小野, 東出, 杉本: 社内第6回分析技術委員会
- 2) 宮内, 荒川, 稻永, 松本: 社内第8回分析技術委員会