

(476) 誘導結合高周波プラズマによるスラグ試料の 発光分光分析

新日本製鐵株 基礎研究所 秋山正行, 坂井光一

○田中 勇, 佐藤公隆, 大槻 孝

1. 緒 言

誘導結合高周波プラズマ (ICP) を光源とする発光分光分析法を鉄鋼分析へ適用することを目的として、すでに最適測定条件を明らかにするとともに、検出限界、低合金鋼^{1,2)} および鋼中析出物抽出分離残さへの適用³⁾ などについて示した。今回は、さらにその適用範囲を拡大するためにスラグ試料への適用を試みた。

2. 実 験

Jarrell - Ash 社製 Plasma Atom Comp 90 - 975 型を使用して実験を行った。測定条件は既報^{1,2)} で示したものと同一である。スラグ試料としては、高炉スラグおよび転炉スラグを用い、試料調製はつぎの手順によった。すなわち、スラグ試料 1.000 g を HCl (1+1) 20 ml であらかじめ溶解したのち、conc. HNO₃ 5 ml を加えて酸化する。この溶液にさらに HClO₄ 20 ml を加えて白煙処理を行う。冷却後、水で塩類を溶解し、沈殿はろ過分離して重量法による Si の定量に供する。フッ化水素酸処理後のるつば内残さは Na₂S₂O₇ 2.0 g で融解しろ液と合わせて 100 ml に希釈する。測定溶液はこの溶液をさらに 10 倍に希釈したものをを用いる。

3. 結 果

- (1) HClO₄ による影響：Na₂S₂O₇ 共存量により異った挙動を示すが、0.2 g / 100 ml の場合、HClO₄ は 2 ml / 100 ml 以上使用した方が安定である。
- (2) Na₂S₂O₇ による影響：1.0 g / 100 ml で再現性が最もすぐれているが、1.0 g を溶解するのは操作上適当でないので、ここでは 0.2 g / 100 ml とすることにした。
- (3) 繰り返し再現精度：表 1 に示すようにどの分析成分に対しても再現性が良好である。
- (4) 検量線：高周波電力が 1.6 kW で大部分の成分が良好な直線性を示す。TiO₂ や CaO は高周波電力を多少小さくした方が取れん性がよくなる。
- (5) 正確さ (σ_d)：表 1 に示すようにきわめて良好である。

表 1 繰り返し再現精度の例と正確さ (σ_d)

(%)

| | CaO | | MgO | | Al ₂ O ₃ | | TiO ₂ | | MnO | | V ₂ O ₅ | Cr ₂ O ₃ | T-Fe | |
|----------------------------|-------|-------|-------|-------|--------------------------------|-------|------------------|-------|--------|-------|-------------------------------|--------------------------------|-------|--|
| | BF | C | BF | C | BF | C | BF | C | BF | C | C | C | C | |
| Standard value | 46.00 | 42.21 | 2.40 | 6.92 | 13.25 | 0.90 | 0.34 | 1.40 | 0.12 | -- | 0.41 | 0.13 | 20.46 | |
| \bar{x} | 46.27 | 43.39 | 2.42 | 6.96 | 13.34 | 0.95 | 0.34 | 1.32 | 0.12 | 3.84 | 0.408 | 0.13 | 20.76 | |
| σ | 0.37 | 0.18 | 0.013 | 0.032 | 0.30 | 0.009 | 0.001 | 0.007 | 0.0008 | 0.017 | 0.0026 | 0.0015 | 0.18 | |
| c.v. | 0.81 | 0.41 | 0.53 | 0.45 | 2.28 | 0.96 | 0.51 | 0.53 | 0.62 | 0.44 | 0.63 | 1.20 | 0.90 | |
| Analytical range | | | | | | | | | | | | | | |
| Sample number | 8 | 8 | 16 | | 8 | 8 | 14 | | 8 | 8 | 6 | 8 | 8 | |
| Upper | 49.31 | 49.65 | 11.38 | | 17.32 | 1.74 | 3.45 | | 1.62 | 6.72 | 2.00 | 0.34 | 21.36 | |
| Lower | 37.64 | 40.83 | 2.33 | | 14.20 | 0.94 | 0.35 | | 0.13 | 4.73 | 0.19 | 0.10 | 15.72 | |
| Mean | 43.47 | 45.24 | 6.86 | | 15.76 | 1.34 | 1.90 | | 0.88 | 5.73 | 1.10 | 0.22 | 18.54 | |
| Accuracy (σ _d) | 0.39 | 0.49 | 0.055 | | 0.24 | 0.51 | 0.024 | | 0.014 | 0.085 | 0.068 | 0.0066 | 0.29 | |

cf. BF: Blast furnace slag, C: Converter slag, T-Fe: Total Fe.

- 1) 田中, 田原, 大槻, 佐藤, 松本: 第 14 回応用スペクトロメトリー東京討論会講演要旨集, p.80
- 2) 田中, 田原, 大槻, 佐藤, 松本: 分析化学, 28 (1979), p.371
- 3) 田中, 黒沢, 佐藤, 大槻: 鉄と鋼, 65 (1979), S.362