

(381) 粉体試料自動溶液化装置の開発

新日鐵 生産技術研究所 ○卯月淑夫, 占部正美, 姉川武雄,
岩本盛生, 小宮陸紘, 二村英治

1. 緒言

スラグ, 鉄鉱石などの分析作業の省力化をはかるため, ICP分析, AA分析など用の試料溶液を自動調製する装置を開発したので報告する。

2. 装置の概要および特徴

開発した装置は, スラグ, 鉄鉱石など粉体試料の $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ などによる融解, 融成物の希酸による溶解, 溶解した試料のろ過および分液を自動的に行なうもので, 高周波誘導加熱部, 融成物の加熱溶解部, るつばなどの搬送部およびこれらの制御部から成っている。融成物の加熱溶解部以降は2系統から成り, 融解処理した Pt るつばを交互に溶解槽に搬送し, 能率よく溶解を行う。試料および融剤の種類によって融解時間 (0~12min), 融成物溶解用加熱板温度 (0~400℃), 加熱時間 (0~30min) など調整できる。試料は40個まで処理できる。

本装置で特に工夫した点は, できるだけ簡単な方法で試料溶液を定容にすることで, 凝縮器の付いた, ほぼ密閉系にした溶解槽に一定量の酸を加えて加熱溶解することによって定容とした。酸溶解部の概略を Fig. 1 に示す。融解処理したるつばを入れた溶解槽に蓋をしたのち, さらにヒーターで溶解槽を下方から押上げることによって蓋の密着を完全にした。溶解酸添加量 320ml の場合, この方法による融成物溶解時の蒸発量はほとんどない。

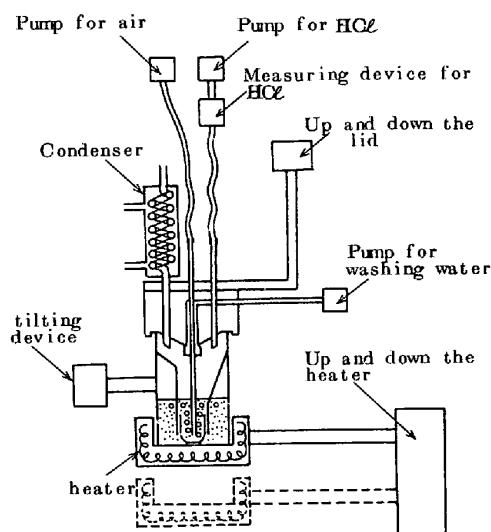


Fig1 Schematic diagram of the solution system.

3. 試験結果

転炉スラグ 0.25g, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 1.75g を本装置で処理した溶液 10 個を ICP で分析した結果を Table. 1 に示す。同一溶液を ICP で 10 回平行分析した時の精度と比較してほとんど差が無く, 本装置で再現性よく溶液化できることがわかる。

Table.1 Example of repeatability of analysis of LD slag by the automatic dissolution - ICP method.

	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MnO	P ₂ O ₅	CaO	TiO ₂
\bar{x} (n-10)	4.98 %	11.20 %	1.11 %	6.27 %	1.20 %	43.32 %	1.05 %
σ	0.058	0.114	0.015	0.010	0.010	0.169	0.014
R(MaX-MiN)	0.09	0.30	0.03	0.03	0.03	0.42	0.04
σ (ICP)*	0.057	0.081	0.009	0.008	0.010	0.168	0.013

* σ (ICP): standard deviation of repeat 10 determinations by ICP.

4. 結言

スラグ, 鉄鉱石など粉体試料 40 個までの溶液化が無人で行えるので, オートサンプラー付きの ICP 分析装置と組合せると大幅な分析作業の自動化ができる。