

(394) レーザー サンプルング・誘導結合プラズマ発光分光分析法による

スラグ試料の迅速分析

日本鋼管(株)中央研究所 ○望月 正 坂下明子 瀬野英夫 岩田英夫

1. 緒言 スラグ・鉱石等の難溶解粉体試料の直接 ICP 発光分析は、省力化・迅速性の観点から有用であるが、これらの分析法に関する報告は少ない。一方、レーザーによるサンプルング・ICP 法は、試料の導電性を問わない、簡便である等多くの特徴を有し有用な方法であるが、これら試料の直接分析に関する知見は少ない。そこで、今回はレーザー・ICP 法によるスラグの迅速分析について検討した。

2. 実験 今回使用したレーザー・ICP 分析システムは既報⁽¹⁾の通りで、レーザーは可飽和色素式 Q スイッチルビーレーザーを用いた。また、試料としては精錬スラグを用い、これら試料を一定量の Y_2O_3 (内標準元素) と粉碎混合後、加圧成形によりブリケットとしてレーザー照射するブリケット法と、スラグを $Na_2B_4O_7$ 及び NiO などと融解して成形するガラスビード法について検討した。

3. 結果と考察

3.1 ブリケット法 レーザーサンプルング法は、レーザーのビーム径が小さいため照射試料内での偏析が分析精度に大きな影響を与える。従って、均一性の高いブリケットを作成する必要がある。そこで、振動ミルによる試料の粉碎混合時間の影響、 Y_2O_3 添加量の影響について検討した。粉碎時間 3 分までは長時間粉碎するほど精度が向上するが、3 分以上ではほぼ一定の精度であった。また、精度は粒径が小さいほど良好であった。 Y_2O_3 添加量の精度に与える影響はほとんどないが、多量の添加は感度の低下をきたす。以上の結果、粉碎時間を 4 分、 Y_2O_3 添加量を 0.5 g (試料 5 g) とした。

3.2 ビード法 スラグ試料の場合、調製ビードがほぼ無色となるためレーザーのエネルギー吸収量が少なくサンプルング量が少ない。従って、本法では、内標準元素のほか有色元素の添加が必要である。そこで、今回は CoO 、 NiO をビードに添加し、これら元素の添加効果について検討した。添加量の増大と共に強度は増大するが、添加効果は Ni の方が大きい。精度の添加量及び添加元素依存性はない。また、多量に NiO を添加するとビードが破損する。そこで、試料 0.4 g に NiO 0.1 g を加え、 $Na_2B_4O_7$ 4 g で融解しビードを作成した。

3.3 測定精度 10 回繰り返し測定精度を Table 1 に示した。ブリケット法においては全成分について C.V. 値 3% 以下と良好であった。ビード法では、試料の粒径・不均一性の影響が除かれるため、ブリケット法に比べ主成分については精度が向上したが、微量成分については、希釈効果等のため精度は低下した。

3.4 検量線 ブリケット法により標準試料及び、 Fe_2O_3 - CaO 二元系合成試料を分析して得られた Fe の検量線と、 Fe 溶液を溶液法により分析し得られた Fe の検量線を Fig. 1 に示した。レーザー法間の差は少ないが溶液法との差は大きい。これは Fe と Y の励起エネルギーが異なるためで、 Y と同等の励起エネルギーである Ti ではその差は少ない。検量線の直線性は多くの元素について良好であった。

文献 (1) 望月、坂下、秋吉; 鉄と鋼 72(1986), S1287.

Table 1 Precision of Laser-ICP analysis

Element	Content, %	C.V., % (n=10)	
		Briquet	Bead
SiO_2	23.73	1.33	0.65
CaO	39.22	2.89	1.20
Al_2O_3	5.39	1.54	0.48
MgO	3.40	1.16	0.41
T.Fe	4.24	1.12	0.42
MnO	19.27	1.68	0.30
TiO_2	0.96	0.99	3.90
S	0.019	0.94	3.90
P	0.101	1.17	9.13

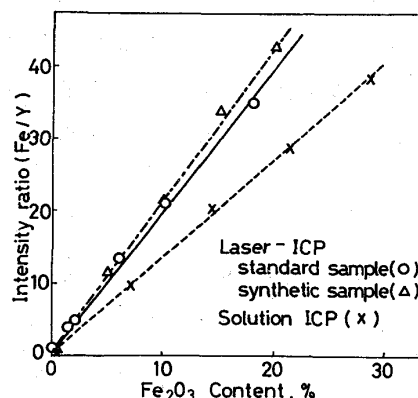


Fig. 1 Calibration curves for Fe in slag