

## 燃焼-イオンクロマトグラフシステムによる 鉄鋼スラグ中ふっ素の分析

Analysis of Fluorine in Iron and Steel Slag  
by Combustion – Ion Chromatograph System

鉄鋼スラグには、鉄鉱石から銑鉄を造る高炉内で生成する高炉スラグと、銑鉄の脱炭、不純物除去により粘りを与える転炉内で生成する製鋼スラグがあります。製鉄プロセスの副生成物として年間合計数千万トン生成する鉄鋼スラグには、溶融材として添加される蛍石 (CaF<sub>2</sub>) の影響によりふっ素が含まれます。この鉄鋼スラグを道路用路盤材、

地盤改良資材、コンクリート混和材などへ適応する場合には、各種規格や基準<sup>1)2)</sup>に合致していることを確認する必要があります。含有成分濃度の管理が重要となっています。

ここでは、鉄鋼スラグ中のふっ素を島津燃焼-イオンクロマトグラフシステムを用いて分析した例をご紹介します。

A. Ieuji

### ■燃焼-イオンクロマトグラフシステム Combustion Ion Chromatograph System

試料の燃焼・分解と分析は、二重管反応管(内管-セラミック管)内部で試料を加湿燃焼分解させる二重管反応管式燃焼装置 (Fig. 1) とイオンクロマトグラフを接続した燃焼-イオンクロマトグラフシステムにより行いました。

試料は二重管反応管 (内管-セラミック管) でヒーターにより1100 °Cに加熱し、Ar/O<sub>2</sub>混合ガスを通気しながら燃焼させます。発生したガスを吸収液で捕集し、この吸収液をイオンクロマトグラフで自動分析しました。本システムを用いることにより、コンタミネーションを低減することができます。

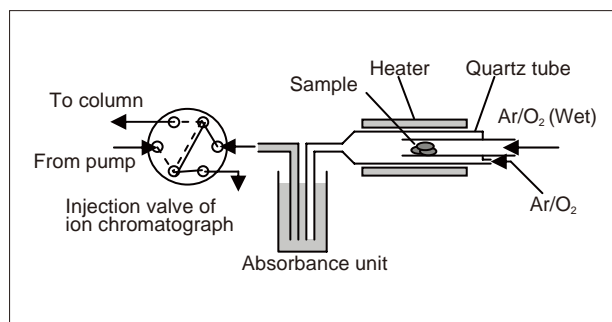


Fig. 1 二重管反応管式燃焼装置 (模式図)  
Combustion Device

### ■イオンクロマトグラフの分析条件 Analytical Conditions of Ion Chromatograph

一般に溶出がはやいとされるふっ化物イオンは、試料注入により生じるウォーターディップの影響を受けやすいとされています。

本分析条件では、ふっ化物イオンを十分保持させるとともに、スラグに含まれるS (硫黄) より生成する硫酸イオンを短時間に溶出させることができるため、スラグ分析を効率よく行うことができます。(りん酸イオンは、内標準です。)

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack IC-SA2 (250 mm L.×4.0 mm I.D.)
Mobile Phase	: 12 mmol/L Sodium bicarbonate 0.6 mmol/L Sodium carbonate
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 30 °C
Detection	: CDD-10A <sub>SP</sub> (Suppressor)
Injection Volume	: 50 μL

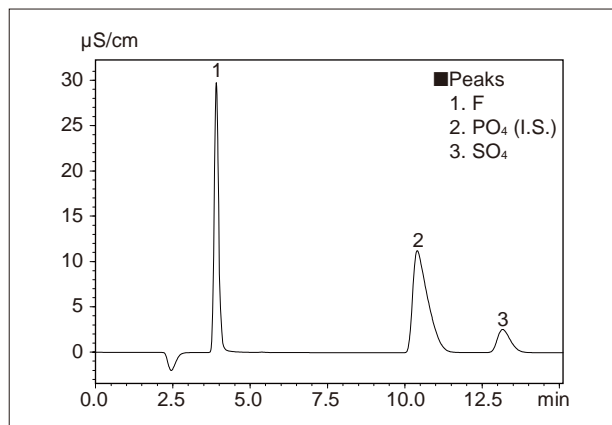


Fig. 2 陰イオン3種の分離例  
Separation of 3 Anions

## ■標準液の検量線

### Calibration Curve of Standard Solution

Fig. 3にイオンクロマトグラフによるふっ化物イオン濃度0.1~10 mg/Lのクロマトグラムを、Fig. 4に検量線を示します。

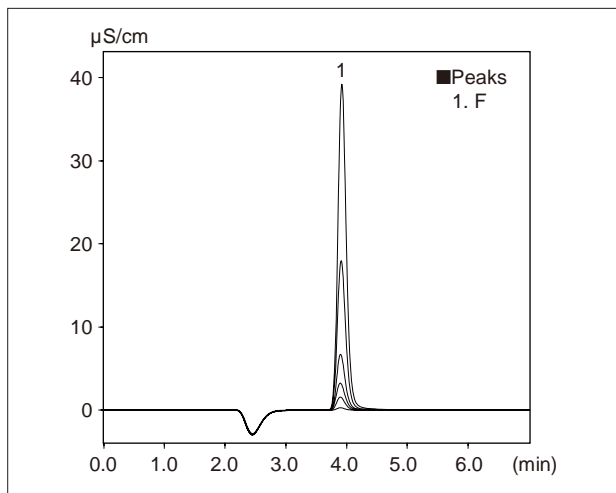


Fig. 3 ふっ化物標準液のクロマトグラム (0.1~10 mg/L)  
Chromatograms of Fluoride Standard Solutions (0.1~10 mg/L)

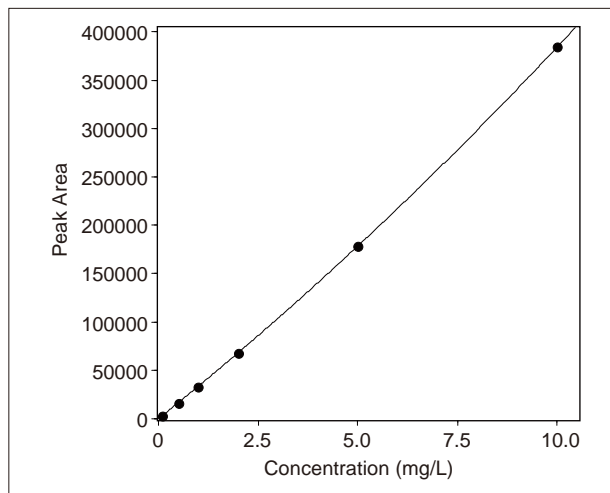


Fig. 4 ふっ化物イオンの検量線 (0.1~10 mg/L)  
Calibration Curve of Fluoride (0.1~10 mg/L)

## ■スラグ試料の分析

### Analysis of Slug Samples

スラグ試料は融点が1000℃以上あるため、微粉砕後、数十mg~100mgの酸化タンゲステン(WO<sub>3</sub>)を添加剤として加え、Arガス気流中で加湿熱分解しO<sub>2</sub>で燃焼・分解しました。

燃焼条件をTable 3に、Fig. 5, 6にスラグ試料を分析したクロマトグラムを示します。この方法により鉄鋼スラグ中のふっ素をppm~%の広範囲で分析することができます。

Table 3 燃焼条件  
Combustion Conditions

Combustion Furnace	: 1100 °C
Flow Gas	: Ar/O <sub>2</sub>
Additive	: WO <sub>3</sub> (100 mg)
Absorption Liquid	: Pure H <sub>2</sub> O (I.S. : Internal Standard : PO <sub>4</sub> )
Equipment (Mitsubishi Chemical Analytech)	
Combustion	: AQF-2100H
Absorption	: GA-210

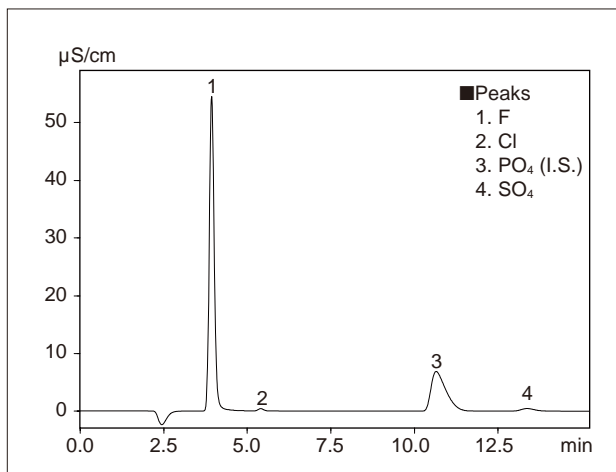


Fig. 5 スラグ試料Aのクロマトグラム  
Chromatogram of Slug Sample A

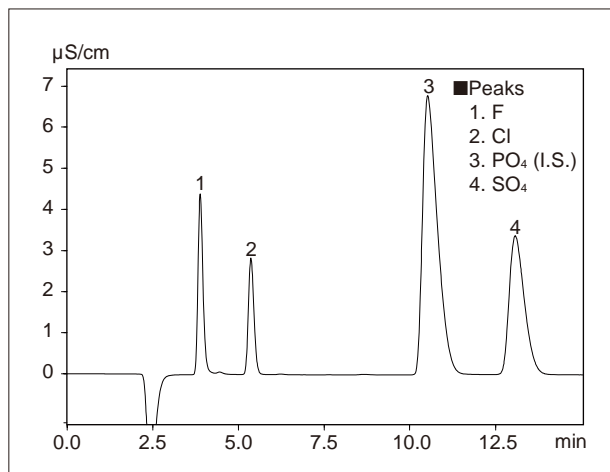


Fig. 6 スラグ試料Bのクロマトグラム  
Chromatogram of Slug Sample B

#### 【参考文献】

- 1) 「一般廃棄物の溶融固化物の再生利用の実施に係る通知の一部改正」(平成21年10月2日環境省環境対発第091002001号)
- 2) 「建材試験センター規格JSTMH 8001:2008 土工用製鋼スラグ砕石」(財団法人建材試験センター)

初版発行：2011年4月

**島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津コールセンター

☎0120-131691  
TEL:075-813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。