様にも思えるが、この実験の結果だけからでは判定することができない。この曲線で5秒近辺で各元素各試料とも多かれ少かれ極大を示している事はあらゆる点から予備放電5秒で測定する事が適当でない事を示している。実際に標準試料、分析試料の両者共に予備放電15秒として測定した結果上に述べた事が明らかに判明した。Fig. 6にこの結果が示してあるが、予備放電5秒の場合の Fig. 2(C)に比較して各元素ともその直径6mm以下に於ける分析値の増加が著しく減少している事がわかつた。更に又分析可能な範囲も発光条件3の場合には直径6mm以上あれば充分である事がわかつた。

5. 結 言

今まで述べて来た種々の実験の結果、直径13mmの標準試料を使用し、発光条件1, 3, 予備放電時間5秒

とした場合は棒状試料の分析可能な直径は8mm以上となる。発光条件3, 予備放電時間15秒にとつた場合、分析可能な直径は6mm以上となる。誤つた分析値を生ずるスペクトル線の強度変化の原因としては使用したスペクトル線の自己吸収、金属原子の蒸発速度の差異だと考えられる。前者は放電面の形状で著しく変化し、後者は試料の温度、試料の金属学的状態、測定元素等に関係しているものと思われる。しかしこれらの原因を明らかにするためには今後更に検討を重ねなければならない。

最後にこの実験を行うに当つて試験試料を提供された池内精工株式会社、東京製綱株式会社研究所に対して厚く感謝する。

文 献

- (1) 小田：電気化学 11, (昭18)
- (2) 武井：日本金属学会分科会報告 第XIII輯

フレイムホトメーターによる各種高炉原料及び副生成物中のアルカリ定量について

(昭和31年3月13日受理)

石田良平*・藤代芳正*・真中隼太**
橋本勇二郎**・金子弘徳**

Flame Photometric Determination of Alkali Elements in Raw Materials and By-product of Blast Furnace

Ryohei ISHIDA*, Yoshinasa FUJISHIRO*, Hayata MANAKA**
Yujiro HASHIMOTO** and Hironori KANEKO**

Description is given of the operating conditions of Perkin-Elmer Flamephotometer 52 C-type in both of internal standard method and direct method. The highest precision and accuracy are obtained with optimum pressures of about 1.2 and 2 atm. for acetylene gas and compressed air respectively and with the concentration range of solution between 20 and 70 ppm for each elements. In this method two operators have worked out about 700 samples in one month. In comparing these results with those of Lange's Flamephotometer, good agreements are obtained.

1. 結 言

高炉に使用する鉍石原料及びその生成物である高萍、高炉灰中のアルカリが問題となり、これを検討するため多数のそれ等試料中のアルカリを短期間に分析する必要に迫られた。これに対して、従来行つてきた重量法は非

常に手数がかかり、このため長い時間と高度の熟練を要

*工業技術院東京工業試験所

**日本鋼管株式会社技術研究所

*Government Chemical Industrial Research Institute, Tokyo.

**Technical Research Laboratory, Nippon Kokan K.K.

し、僅か数本の試料に数日もかかると云う状態である。依つてその解決策として炎光法を採用する事になった。この結果操作も簡単で精度もよく、非常な成果をあげたので、その経過に就いて報告する。

2. 装置及び標準溶液

1. 装 置

- (1) パーキンエルマー 52-C型
構造の略図は Fig.1 の如くである。

Fig.1 Schematic diagram of Perkin-Elmer 52-C type flamephotometer.

(2) 圧 力 計

空気及び燃料の流圧を一定にして光源の安定を計るため、圧力計を必要とする。筆者等は東工試で試作した Fig.2 の如きものを用いた。

Fig.2 Gauge for pressure of acetylene gas and compressed air.

(3) 燃 料

燃料は本装置ではアセチレン、プロパンの両者を用いる事が出来るが、アセチレンの方が良い結果を得ているので、アセチレンを使用した。

2. 標準溶液の調整

再結法で精製した塩化カリウム、塩化ナトリウム及び炭酸リチウムを使用して標準溶液を調製した。

先ずカリウム、ナトリウム、リチウムの各元素の1000乃至10000 ppmの濃度のものを作り、これを貯蔵液とする。この貯蔵液の各一定量を取り、100, 70, 50, 20, 10, 0 ppm. (何れもリチウム 50 ppm. 含有)の標準溶液を調製した。

添加するリチウムの量に就いては、測定元素の濃度に近づける必要があるが、高濃度の測定元素に対して低濃度のリチウム、或はこの逆の場合も電気的にはバランスさせることが可能である。

パーキンエルマー製のフレームホトメーターで測定するための最適濃度範囲は、器械の構造主として感度の関係から、ナトリウム、カリウムの各単体として100ppm.位の濃度を最高とした濃度範囲であるから、リチウムはその中間の 50 ppm. 濃度のものとした。

3. 炎光の基礎的条件の検討

一般に機器による分析は、購入後直ちに使用出来る事は少く、調整や定量条件の確立にかなりの日時を費し、場合によっては半年以上も検討を必要とする。而しこの実験に使用した東工試のパーキンエルマーのフレームホトメーターは、既に種々の過程を経て、極めて順調に作動していたので、炎光の基礎的条件の検討、即ちガス圧、空気圧及び最適濃度範囲の決定、或いは検量線の作成なども再確認する程度の簡単な実験で充分目的を達することが出来た。その経過を次に述べる。

1. ガス圧・空気圧の決定

ガス圧、空気圧に就いては、Fig.3の如く、即ちカリウム又はナトリウムの一定量を取り、空気圧を一定にして、ガス圧を変化させると、カリウムは1.20、ナトリウムは1.27 気圧で最高の感度を示す。

空気圧はガス圧を一定にして、逐次変化させると、直線的にスペクトル線の強度を増大する。この実験から空気圧は2.0 気圧、燃料圧はカリウム1.20、ナトリウム1.27 気圧を用いて Fig.2 の圧力計で一定に保持した。

2. 検量線の作成

使用したパーキンエルマーフレームホトメーターは、検出元素の放射強度を直接に測る直接強度法と、放射強

度の比を測る内部標準法の2様の測定法が出来る長所をもっている。

Fig. 3 Condition for pressure of acetylene gas and compressed air.

(1) 直接強度法による検量線

直接強度法は被検試料中の求める元素のスペクトル線の強度をメーターで直接読み取る方法であるから、操作は簡単であるが、然し炎が一定で安定した光源である事を前提としている。従つて噴霧室の空気圧の変化や、部分的な閉塞が起つたり、炎の状態や温度に影響を及ぼすガス圧に変化があつたりして、噴霧や発光の条件が変化すれば誤差を生ずる。このため精度は試料中の元素量の約±3%どまりになる。其の上直接強度法による検量線によつて実際試料を測定した場合、標準溶液にない他の塩、酸、イオン又は有機物が存在していると、相当に励起条件に影響してくるので、その誤差は3%以上になる可能性も多い。而し高度の精度を要求しない場合や、迅速を心要とする時には極めて有利であり、濃度範囲の未知の際に濃度を決めたり、定性的な検出の時には非常に役立つ方法である。

直接強度法による検量線の作成は、先ず空気圧、ガス圧を最適の条件に保持して、測定元素に応じた固有の波長目盛を確実に選定し、カリウム及びナトリウムの0 ppm (リチウム 50 ppm. 含有) 標準液で零点を調節した後、カリウム及びナトリウムの100 ppm. (リチウム 50 ppm. 含有) 標準液で、増幅ゲインにより最大目盛100に調節する。次に各濃度の標準液で中間の濃度と読みとの関係を記録し、Fig. 4 の如き検量線を得た。

(2) 内部標準法による検量線

内部標準法は、一定量のリチウム (内部標準元素として) の入った標準溶液を使用して、この一定量のリチウムの出すスペクトル線の強度と、標準溶液の出すスペクトル線の強度の比を測つて濃度を決定する方法である。この方法によれば、リチウムと測定元素が同じ噴霧室中で、同じ空気圧で噴霧され、同じ炎で励起されるので、発光に影響する条件は、両元素に同時に影響を及ぼしているわけである。従つて空気圧、ガス圧の変化は勿論、未知試料中に含まれる他種イオンや分子等も直接法の時よりは影響が少くなり、一回の測定の平均誤差は約1%であるといわれている。

内部標準法の検量線作成法は、直接法と同様にして、先ず測定元素に応じたガス圧、空気圧、波長目盛を確実

Fig. 4 Working curve for direct method.

Fig. 5 Working curve for internal standard method.

に選定して、次に 0 ppm. (50 ppm. リチウム含有) を噴霧させて内部標準用ダイヤルを零にして、零点調整ダイヤルで、50 目盛に合せる。次に 100 ppm (50 ppm リチウム含有) を入れて、内部標準用ダイヤルを 100 にして、増幅度ゲインにより 50 目盛に調節する。これを数回繰返した後中間の標準液を励起させて、内部標準用ダイヤルを廻して、50 目盛に正しく合せる。その時の内部標準用ダイヤルの読みを記録し Fig. 5 の如き検量線を

得た。

3. 内部標準法及び直接強度法の重量法に対する偏差

測定元素の含有量に対して、内部標準法は約±1%，直接強度法では約±3%の精度であると言われているが1例として硝子中のアルカリを重量法で定量して、この値と炎光法による二方法との結果を比較した。その結果は Table 1, 2 の如くである。

Table 1 Determination of potassium in glass.

No.	Grav. method	Internal Standard Method			Direct Method		
		Measured value	Deviation	% Deviation	Measured value	Deviation	% Deviation
1	0.32	0.36	+ 0.04	(12.5)	0.37	+ 0.05	(15.6)
		0.39	+ 0.07	(21.8)	0.39	+ 0.07	(21.8)
2	0.42	0.42	0	0	0.41	— 0.01	2.4
		0.41	— 0.01	2.4	0.41	— 0.01	2.4
3	0.51	0.52	+ 0.01	2.0	0.52	+ 0.01	2.0
		0.52	+ 0.01	2.0	0.54	+ 0.03	5.9
4	3.25	3.25	0	0	3.36	+ 0.11	3.4
		3.25	0	0	3.40	+ 0.15	4.6
5	8.40	8.23	— 0.17	2.0	8.34	— 0.06	0.7
		8.32	— 0.08	1.0	8.32	— 0.08	1.0
Mean Value		1.18			2.80		

Table.2 Determination of sodium glass

No.	Grav. method	Internal Standard Method			Direct Method		
		Measured value	Deviation	% Deviation	Measured value	Deviation	% Deviation
1	5.70	5.66	— 0.04	0.70	5.79	+ 0.09	1.58
		5.66	— 0.04	0.70	6.00	+ 0.30	5.26
2	8.48	8.36	— 0.12	1.41	8.10	— 0.38	4.80
		8.49	+ 0.01	0.12	8.49	+ 0.01	0.12
3	13.21	13.30	+ 0.09	0.62	13.20	— 0.01	0.08
		13.51	+ 0.30	2.27	13.48	+ 0.27	2.04
4	13.66	13.78	+ 0.12	0.88	13.70	+ 0.04	0.29
		13.78	+ 0.12	0.88	13.90	+ 0.24	1.76
5	13.82	13.88	+ 0.06	0.43	13.78	— 0.04	0.29
		13.95	+ 0.13	0.94	13.74	— 0.08	0.58
Mean Value		0.90			1.68		

4. 実際試料に就いての試料処理方法の検討

今回検討の対象になつた試料は、高萍、高炉灰及び内

地産某鉍石の焼結鉍で、それ等の含有成分の定性分光分析の結果は Table 3 の如くである。

既にいろいろの報告で論ぜられていることであるが、

Table 3 Qualitative spectrographic analysis of some samples.

Sample	Element	As	B	Si	Mg	Mn	Sn	Al	Mo	V	Cu	Na	Zn	Ti	Ag	Ni	Cr	Pb	K	Ca	Ba	Fe
Blast furnace slug		—	+	卅	卅	++	—	卅	—	+	+	++	—	++	—	—	+	—	++	卅	+	+
Blast furnace dust		—	tr	++	++	++	+	卅	—	+	++	++	++	+	+	tr	+	++	++	卅	+	++
Sintering ore		tr	—	++	++	+	+	++	tr	+	++	++	+	++	tr	tr	+	+	++	卅	tr	卅

試料を酸で溶解又は抽出したりする場合、酸の濃度が炎光輝度に非常に影響するので、最終濃度は出来るだけ、小さくしなければならない。一般に過塩素酸が最も明るい炎を与え、次は塩酸であるが遊離塩酸の濃度が、0.1程度より濃くなると輝度が急に減少してくることが知られている。硫酸や磷酸もこの存在により輝度がかなり小さくなることが明らかにされている。又共存する諸元素の影響は Table 4 に掲げる程度とされているが、特にナトリウムに対するカルシウムの影響はかなり大きい(らしい)。従つて炎光法に於ける定量では操作は比較的簡単であつても、試料の如何によつて、其の分解処理法が重要な役割を演じ、結果に及ぼす影響も複雑である。

殊に今回の高萍、高炉灰等に至つては其の組成が、Table 3 のようなかなり複雑であるから、前処理は慎重に行つた。

Table 4 Interference in acetylene flame.

(As concentration of unknown element corresponding to 1000 ppm of interfering element.)

Interfering element	Unknown element									
	K	Li	Na	Mn	Sr	Ba	Ca	Cr	Mg	
K	1000	2	1	5	2	8	3	3	6	
Li	1	1000	0	0	70	1	4	1	0	
Na	1	3	1000	1	4	2	8	2	6	
Mn	200	10	30	1000	0	0	0	20	10	
Sr	5	3	8	2	1000	10	4	20	1	
Ba	60	200	500	300	200	1000	2500	700	100	
Ca	0	6	10	6	5	3	1000	50	6	
Cr	30	20	60	0	0	0	2000	1000	0	
Mg	60	60	200	60	80		200	40	1000	

次にそれぞれの試料に適應した溶解処理方法を検討して、その最適の方法を見出す事にした。

1. 高萍試料処理方法の検討

高萍の試料処理方法として、次の4方法を試みた。

第一法 試料0.5g — 加熱溶解 — 乾固 — 放冷
白金皿に HCl 10cc + H₂O 蒸発
— 溶解 — 炉過洗滌 — Li(1%)0.5cc
HCl 1滴 + H₂O — 100ccメスフラスコに
添加 — 放冷 — 標線迄稀釈 — 測定 — 計算
H₂Oで

第二法 試料2.0g — 加熱溶解 — 乾固 — 放冷
白金皿に HCl 15cc + H₂O 蒸発
— 溶解 — 沈澱生成 — 500ccメス
HCl 3滴 + H₂O NH₄OH + (NH₄)₂C₂O₄ に移
フラスコ — Li 2.5cc添加 — 標線迄稀釈 — 100cc分取
す — H₂Oで — 濾過
— 測定 — 計算

第三法 試料0.5g — 加熱溶解 — 乾固 — 放冷
白金皿に HCl 10 + H₂O 蒸発
— 溶解 — 沈澱生成 — 洗滌 —
HCl 数滴 + H₂O NH₄OH + (NH₄)₂C₂O₄ 濾過

Table 5 Determination of potassium and sodium in blast furnace slug.

Method No.		K		Na	
		ppm.	%	ppm.	%
Int. stand method	No 1	41.0	0.82	22.0	0.44
	No 2	36.0	0.90	17.0	0.43
	No 3	42.0	0.84	21.5	0.43
	No 4	34.0	0.68	6.0	0.12
Direct Method	No 1	43.0	0.86	24.0	0.48
	No 2	35.0	0.88	15.0	0.39
	No 3	42.5	0.85	21.5	0.43
	No 4	33.0	0.66	5.5	0.11
Gravimetric Method		0.82		0.43	

NH_4Cl 乾燥 — 溶 解 — 濾 過 洗 滌
 HNO_3 で乾固 — HCl 1 滴 + H_2O — 100cc メスフラスコに
 — Li 添加 — 標 線 — 計 算
 — 稀 釈 — 測 定
 第四法 試料 0.5g — 加 熱 分 解 — 乾固 —
 白金皿に — HF 10cc + H_2SO_4 数滴 — 蒸発
 放冷 — 溶 解 — 濾 過 洗 滌 — Li 添加
 HCl 1 滴 + H_2O — 100cc メスフラスコに
 — 標 線 — 測 定 — 計 算
 — 稀 釈 —

以上の4方法の処理方法によつて分析した結果は、
Table 5, 6 の如くであつた。

Table 6 Determination of potassium and sodium in blast furnace slug.

Method No.		K		Na	
		ppm.	%	ppm	%
Int. stand method	No 1	49.8	1.00	25.7	0.51
	No 2	39.5	0.99	19.7	0.49
	No 3	52.7	1.05	2.70	0.54
	No 4	21.8	0.44	7.5	0.15
Direct method	No 1	54.5	1.09	28.2	0.56
	No 2	39.2	0.98	18.4	0.46
	No 3	54.0	1.08	27.5	0.55
	No 4	21.5	0.43	7.1	0.14
Gravimetric method		1.07		0.48	

次に各処理法の再現性をみるため、各操作法毎に2 Sample で処理し、其の溶液について内部標準法を用いて、測定時を変えて実験した。

其の結果は Table 7 の通りであつた。

Table 7 Precision of internal standard method

Method	Sample No.	K		Na	
		p.p.m.	%	p.p.m.	%
No. 1	1	58.7	1.17	30.0	0.60
	2	58.7	1.17		
	1	57.8	1.16	31.7	0.63
	2	57.8	1.16		
No. 2	3	50.0	1.25	22.0	0.55
	4	50.0	1.25		
	3	50.7	1.26	22.0	0.55
	4	50.7	1.26		

No. 3	5	59.2	1.18	27.5	0.55
	6	58.0	1.16		
	5	58.5	1.17	28.0	0.56
	6	58.5	1.17		
No. 4	7	57.0	1.14	18.5	0.37
	8	57.0	1.14		
	7	56.5	1.13	21.0	0.42
	8	56.7	1.13		
Gravimetric method		1.09		0.61	

以上各分解法に基づいて行つたが、表示した重量法は、唯一回のみの定量結果であるので、これを標準値として蛍光法の結果と比較することは少々危険であるが、第4法による値は非常に低値を示すものがある。これは硫酸根の存在によるバラツキか或いは試料が完全に分解しなかつたためによるものと思われる。

Table 7 は各方法毎に2 sample で日を変えて行つた定量値であるが、いずれの方法も再現性はあり、且、日によるバラツキもこの程度ならば許されてよいと考える。一方、方法の差異による変動は最終検液中に共存する他の元素の干渉に基づくものと見られるが、第4法を除けば大体満足すべき値と思われる。

以上の実験から高萍の分解方法は、第1～3法のいずれでもよいと思われるが、実際の使用器具（白金皿等）の関係から、多少時間はかかるが、ピーカーで処理出来るので、第3法を用いることにした。

尙直接強度法は内部標準法に較べ、色々欠点があるので、爾後の検討実験は安全を期して内部標準法で行うことにした。

第3法の処理方法により、実際試料に就いて行い、重量法と比較した結果の一例は次の通りであつた。

Table 8 Comparison of method No.3 to gravimetric method.

Sample	K		Na	
	Grav. method	Method No. 3	Grav. method	Method No. 3
1	1.15	1.18 1.17	0.44	0.42
2	2.34	2.40 2.41	0.65	0.65

2. 高炉灰、焼結鉍試料処理方法の検討

高炉灰、焼結鉍に就いては、高萍に準じて行つたが、この方法では鉄が多量に存在するため、溶解が不充分で

あり多量の酸を必要とする。このために塩化アンモンの生成量が多くなり、又有機物の共存も考えられるので、前処理に要する時間は前法に較べ長くはなるが、第5法として次の様な方法を試みた。

第五法 試料 0.5~1.0g — 加熱溶解
ビーカーに HCl 15cc + HNO₃ 5cc
— 乾固 — 放冷 — 沈澱生成 — 200~
蒸発 NH₄OH + (NH₄)₂C₂O₄ — メスフラ
250cc入 — 標線 — 適量分取 — NH₄Cl 駆逐 —
スコに移す 稀釈 濾過 HNO₃ で乾固
反覆 — 濾過 洗滌 — Li 添加 — 標線 — 測定
100cc メスフラスコに 稀釈
— 計算

上記第5法と高準試料処理方第1~3法とを、高炉灰試料について比較した結果は、次の通りであつた。

Table 9 Determination of blast dust by each decomposition method.

Method	K		Na	
	ppm.	%	ppm.	%
No. 1	27.8	2.22	14.0	0.28
No. 2	22.5	2.25	9.0	0.23
No. 3	28.2	2.26	13.0	0.26
No. 5	27.5	2.20	11.0	0.22

Table 10 Determination of blast furnace dust by method No. 5

Sample	K				Na			
	Measured value		Deviation from mean value		Measured value		Deviation from mean value	
	K %	Mean	Deviation	% Deviation	Na%	Mean	Deviation	% Deviation
1	2.16	2.18	−0.02	0.92	0.22	0.21	+0.01	4.76
	2.20		+0.02	0.92	0.20		−0.01	4.76
2	1.98	1.96	+0.02	1.02	0.20	0.20	0	0
	1.94		−0.02	1.02	0.21		+0.01	5.0
	1.96		0	0	0.20		0	0
Mean % deviation	0.76				2.90			

Table 11 Determination of sintering ore by method No. 5

Sample No.	K				Na			
	Grav. method	Flame photometry			Grav. method	Flame photometry		
		ppm.	K %	Deviation		ppm.	Na %	Deviation
1	1.24	28.0	1.12	-0.12	0.06	1.4	0.06	0
2	1.01	25.1	1.00	-0.01	0.03	1.0	0.04	+0.01
3	1.17	a	56.2	1.18	0.07	4.0	0.08	+0.01
			58.5	1.17				
		b	11.5	1.15	0.07	0.5	0.05	-0.02
			11.7	1.17				
		c	58.5	1.17	0.07	4.0	0.08	+0.01
			58.8	1.18				

Remarks :

Samples of No. 1, 2 : 1.0g → 200cc → 50cc
 Samples of No. 3 { a, c 1.0g → 200cc → 100cc } analysed
 b 0.5g → 200cc → 40cc

以上の様な結果で、第5法は第1～3法に較べ少々低い値を示しているが、試料秤量時及び測定日が異なるので、試料の乾燥度合或は秤量時の誤差を考慮すれば、略々一致している。然し第1～3法の溶液は鉄塩の存在か有機物の混入により着色（赤褐色）していた。有機物の共存は、溶液の粘度を増し、炎光輝度を減少させる傾向があるので、有機物の多量に含有される試料に就いては第1～3法は不適當である。

以上の結果から、高炉灰、坩結銑の試料処理方法は、第5法が適當であると考え、その再現性、精度に就いて検討を行った。その結果は Table 10～11 の通りである。

以上の如く重量法と比較しても良好な値が得られ、再現性もよい。Table 11は試料の秤取量或は分取量或は分取量を変えて精度を検討したのであるが、カリウムの場合には、非常に良好な結果を示した。しかしナトリウムの場合には、測定時の濃度が非常に低かつたので、周囲の塵埃、汚染された空気の影響等によりバラついたものと思われる。従つてこの場合には高濃度のもので行えばなおよい結果が得られたものと考ええる。

今迄行つてきた実験から判断すると、検出元素の濃度は 20～70 ppm. 程度のものが最も測定し易く感じた。低濃度部分では、内部標準用ダイヤルの読みの誤差があるので、高い精度は望めない。寧ろこの場合には直接強度法の方がよいと思われた。

3. 酸に不溶解の試料処理方法の検討

耐火材其の他酸に不溶解の試料については、試料処理方法として、非酸硫酸法・ローレンスミス法の2法について行つてみた。

試料は米国標準試料の粘土 (K=0.45%, Na=0.24%) を使用して行い、その結果は Table 12 の通りである。

上記の如く、HF+H₂SO₄ 法は非常に低値を示し且バラツいた。高濃処理の際にも経験したのであるが、これは分解不完全のためであろうが、遊離の硫酸の残存量に

Table 12 Determination of alkalis in clay.

	K %	Na %
HF+H ₂ SO ₄ method	0.12	0.05
	0.14	0.06
	0.16	0.04
	0.27	
Lawrence-Smith method	0.46	—
	0.46	—
	0.45	—
	0.48	—

より炎光輝度の減少が起つたためと思われる。

ローレンスミス法は、カリウムの場合には良好な結果が得られたが、ナトリウムの場合には高濃度のカルシウムのため干渉されて測定不能であつた。カルシウムを分離した液について行えば良好な値が得られると思う。

5. パーキンエルマー52-C型とランゲ式フレームホトメーターによる定量結果の比較

東京工業試験所に於いて、炎法の検討を実施しつつ、作業分析に應用している間に、日本鋼管株式会社にランゲ式のフレームホトメーターが購入されたので、これを調整して、同一試料、試料溶液で、パーキンエルマー式とランゲ式による定量結果を比較した。

尙ランゲ式の炎光分析の条件は次の如くである。

Table 13 Flame photometric condition for Langes instrument

	Filter	Town-gas	Air pressure	Working curve
K	770.5mμ	90mm	0.4atm	0~100 p.p.m
Na	589.0mμ	88 mm	0.4atm	0~50 p.p.m

ランゲ式フレームホトメーターは内部標準法で行う事は不適當であるので、Table 14 は操作の簡易の面からいずれも直接強度法で測定した結果である。

Table 14 Comparison of results by Perkin-Elmer Model 52-C and Lange's flame photometer.

Sample	K				Na			
	Perkin	Lange	Deviation	% Deviation	Perkin	Lange	Deviation	% Deviation
1	5.05	4.96	-0.09	1.80	0.10	0.09	-0.01	10.0
2	5.40	5.24	-0.16	3.0	0.13	0.12	-0.01	7.7
3	5.30	5.01	-0.29	5.5	0.05	0.03	-0.02	40.0
4	5.23	5.16	-0.07	1.3	0.09	0.09	0	0

5	5.23	5.01	-0.22	4.2	0.18	0.15	-0.03	16.7
6	5.13	4.80	-0.33	6.4	0.08	0.08	0	0
7	5.16	5.06	-0.10	1.9	0.09	0.08	-0.01	11.1
8	6.60	6.61	+0.01	0.1	0.21	0.23	+0.02	9.5
9	7.05	6.85	-0.20	2.8	0.25	0.22	-0.03	12.0
10	6.05	5.82	-0.23	3.8	0.23	0.23	0	0
11	7.60	7.50	-0.10	1.3	0.16	0.15	-0.01	6.3
12	7.30	7.35	+0.05	0.7	0.15	0.12	-0.03	20.0
13	6.95	6.75	-0.20	2.9	0.10	0.11	+0.01	10.0
14	7.00	7.10	+0.10	1.4	0.16	0.16	0	0
15	7.25	7.10	-0.15	2.0	0.19	0.20	+0.01	5.0
16	6.95	6.75	-0.20	2.9				
17	5.15	5.10	-0.05	1.0				
18	5.00	5.00	0	0				
19	6.90	6.90	0	0				
20	6.85	6.70	-0.15	2.2				
21	2.18	2.05	-0.13	9.0				
22	2.36	2.28	-0.08	3.4				
23	1.15	1.10	-0.05	4.3				
24	1.70	1.80	-0.10	5.9				
25	1.90	2.03	+0.13	5.7				
Meam deviation				2.82				

ランゲ式は市ガスを燃料として使用したが、そのガスの安定する時間が一日の中でも限られている等の不便もあり、パーキン式の結果と比較して少々低目ではあるが然し検液も少量ですみ、危険性も少いから、日常の作業分析面には充分価値あるものと認められる。

6. 結 言

以上の実験は、早急な解決を要望されたので検討期間

が短いため、完全なものとは言い難いが、一般に酸で溶解する試料では第5法の処理方法をもつてすれば、従来行われていた重量法に比較して、操作は迅速簡単であり個人誤差も少く、精度も非常に良い。

尙本実験は、1954年6月より約1ヶ月間に、種々の基礎実験を検討しつつ、実際試料を分析したのであるが、其の処理件数は2人の分析者で700件以上の多きに達した。