

融解の手引き（資料融解の推奨例）

ジルコニウムルツボによる試料の融解について

時折ジルコニウムルツボを電気炉で加熱し分析目的の融解がうまくいかなかった、あるいはルツボが痛んでしまったといった報告がありますので、ジルコニウムルツボによる融解作業を行う場合の、推奨的方法について以下に記述します。

炭酸ナトリウム (Na_2CO_3) および過酸化ナトリウム (Na_2O_2) による融解方法例

1. 分析サンプルの例

- (a) 分析試料例 A Si 60% Fe 10% N 30% の混合物
- (b) 分析試料例 B Ni 60% B 30% その他 の混合物
- (c) 分析試料例 C SiC 60% その他 の混合物

2. 融解前準備作業

まずそれぞれ各 0.5000 グラムのサンプルを計量してジルコニウムルツボに入れます。最初に 3 グラムの粉末の無水炭酸ナトリウム (Na_2CO_3) を入れて攪拌混合します。次に、約 2 グラムの乾いた過酸化ナトリウム (Na_2O_2) を加えて再度速やかに混合します。（混合の順序はこの手順に従ってください。）

注：試料の重量に対して約 10 倍の過酸化物質・アルカリフラックスなどを使用するのが融解に対して良い結果をもたらします。

3. 融解作業

ルツボばさみを使用してルツボを手で持って、酸素・ガスバーナーの還元炎にかざして加熱します。このときルツボをゆっくり炎の内外に動かし、何秒もの間炎の上に静止しないように注意して下さい。

注意深く観察していれば、すぐに中の混合物（内容物）はルツボ壁に近い外周から溶け始めてゆくのわかります。

内容物が完全に融解して、ピンク色に加熱されるまでルツボを炎の内外に動かし続けて下さい。

注：この作業は各試料毎、ルツボ一つ一つについて順に手作業で行います。決して電気炉などでいくつものサンプルを同時加熱しないで下さい。

また、アルカリフラックスによる融解は、600～700℃の温度に達した後、2

～3分で完了しますのでゆっくり内容物を撹拌します。

また、使用する試料の量は少ない方が（たとえば 0.2500 g）より良いようですが、融解したとき内容物が沸騰して飛び散るおそれがありますので保護眼鏡の使用をお奨めします。

4. 融解後の手続き

融解が終わったら試料が均一に混合して反応するようにゆっくりと外周から渦巻き状に撹拌します。それからルツボと共に内容物を冷却します。

数分後には内容物は冷却し固まってきますので、400ml のビーカーにルツボを横たえます。

そして、約150～200ml の蒸留水を注いで内容物を溶かします。

更に分析目的に従って、塩酸（HCL）あるいは、希硫酸（H₂SO₄）などの酸によって試料の溶解を完了します。

注：ジルコニウムルツボではフッ素系化合物は使用出来ません。

酸で溶解する場合、フッ酸以外の酸はほとんど問題なく使用できます。

ジルコニウムルツボは空气中で高温に加熱されると酸化されて、均一な酸化被膜が表面に形成されます。この酸化被膜は保護膜の働きもしますのでルツボを継続して使用する場合、取り除く必要はありません。

もし、時折内面にくっついた付着物を取り除く目的でこすったり磨いたりする場合には、弊社のルツボクリーナーの使用をお奨めします。

注：ジルコニウムルツボを高温の電気炉のような酸化雰囲気の中で長時間使用するのはお奨め出来ません。長時間高温で加熱する場合には、アルゴン、ヘリウムなどの不活性ガスの雰囲気炉を使用して下さい。

但し、窒素ガス雰囲気炉は使用しないで下さい。