

(224) 吸光度自動測定法の開発 鉄鋼化学分析の自動化の研究(第1報)

新日本製鉄 基礎研究所 松本龍太郎 工博田口 勇
○小野昭敏

1. 緒言

鉄鋼化学分析の自動化の研究のはじめとして、吸光度法における共通操作である呈色溶液の吸光度測定を自動的に行なう方法および装置を開発した。吸光度測定を手操作で行なう場合にはつぎの手順による。(1)呈色溶液を入れたメスフラスコを所定位置に置く、(2)吸収セルを水などで洗浄する、(3)呈色溶液を吸収セル中に入れる、(4)吸収セル外壁をふく、(5)吸収セルを吸光度測定装置中に入れ、設定する、(6)吸光度を読みとる、(7)吸収セルをとり出し、呈色溶液を捨てる。これらの操作は繁雑で、一工程約1分間を要し、呈色溶液が手につくおそれがあり、また注意力を集中して行なう必要がある。最近、吸光度測定を自動化した装置が市販されたが高価であり、またそのままでは鉄鋼化学分析には適用困難であった。そこで鉄鋼化学分析を対象とし、実用的な装置を市販品とは異なる方式で開発した。

2. 開発した方法および装置

開発した方法を図1に、装置の主要部である切替器を写真1に示した。本装置は12個の呈色溶液を入れたメスフラスコ(標準:100ml)を、切替器の前に並べ、テフロン製細管を全部にさし入れ、その中の呈色溶液を吸引ポンプで吸引しながら、常時閉の試作電磁コックを順次に開とすることによって順次に吸収セル(フローセル)中に送り込んで自動的にその吸光度を光度計によって測定すること

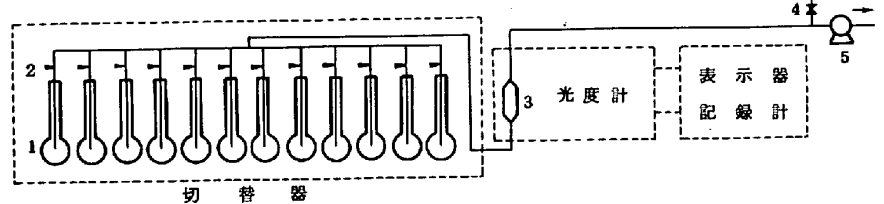


図1 吸光度自動測定法説明図

を原理とする。しかし、吸収セル中を呈色溶液が流れている状態では、混入気泡によって吸光度測定が妨げられるので、メスフラスコ中の呈色溶液が流れて吸収セルとそれに至るまでの配管内の置換を十分に行なったのちには、吸引ポンプ前の二方電磁弁を開にして一たん吸引を中止して流れを止め、吸光度測定を行なうようにした。光度計としては日立製124型分光光度計(フローセル付属装置つき)を、デジタル表示器としては日立製028型デジタルリーダーを、記録計としては日立製QPD54型卓上記録計を使用した。装置の自動制御はタイマー2個(吸引時間設定用、吸引停止時間設定用)とステッピングリレーを主体として行なった。また、電磁コックは市販電磁弁を、耐食性大でかつ迅速に内部置換可能に改良試作したものを使用した。

3. 適用結果

本法および装置によって、日本鉄鋼標準試料中のりんをJIS G 1214-1969に従って呈色させた溶液の吸光度を、吸引時間10秒間、吸引停止時間15秒間で測定し、りんを定量した。定量値は標準値と良好に一致した。

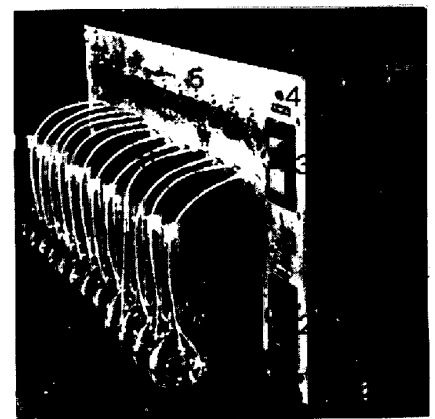


写真1 吸光度自動測定装置切替器
1 電源スイッチ、2 吸引時間設定用タイマー、3 吸引停止時間設定用タイマー、4 吸光度測定表示灯、5 吸光度測定容器表示灯、6 テフロン製細管、7 メスフラスコ、8 純水容器