

(225) 鋼中りん自動化学分析法の開発 鉄鋼化学分析の自動化の研究(第2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一つとして、分析依頼が多くかつ分析操作が繁雑なりん分析法の自動化を検討した。すなわち、鋼試料を溶液化した試料を主対象とし、吸光光度法を自動化する方法および装置を開発し、モリブデン青吸光光度法を原理とし、鋼中りん分析に適用した。

2. 開発した方法および装置

開発した装置を写真1に、その主要部である加熱呈色吸光度測定機構を図1に、自動制御用プログラムを図2に示した。

本法および装置は、鋼試料を溶液化した試料を用い、これをターンテーブル方式試料交換器にのせ、真空にして試料溶液などを加熱反応槽に移送し、呈色用溶液びんからフロートスイッチ型定位器を通して一定量の呈色用溶液を供給し、気泡ぬき管、吸収セルおよび空気吹込み管を備えた環状管つき加熱反応槽中において呈色させ、呈色液を空気吹込みによって環状管内を循環させることによってその吸光度を常時測定することおよび以上がすべて自動制御されることを特徴とする。試料交換器としては平沼産業製自動サイクル滴定アタッチメントC11型を、光度計としては平間理化研究所製微量用光度計を、記録計としては日立製QPD54型を、プログラムタイマーとしては日本サーボ製回転ドラム方式のもの(1回転6分間)を使用した。鋼中りん自動化学分析用としては呈色用溶液びんを3

本とし、亜硫酸水素ナトリウム、モリブデン酸アンモニウム、硫酸ヒドrazinの各溶液(JIS G 1214-1969に従う)を入れ、検討結果から上記プログラムタイマーを図2のプログラムに従って作動させることにした。

3. 適用結果

本法および装置によって、日本鉄鋼標準試料を酸分解し、過塩素酸白煙処理した溶液を対象とし、同試料中のりんを定量し、標準値と一致した結果をえた。

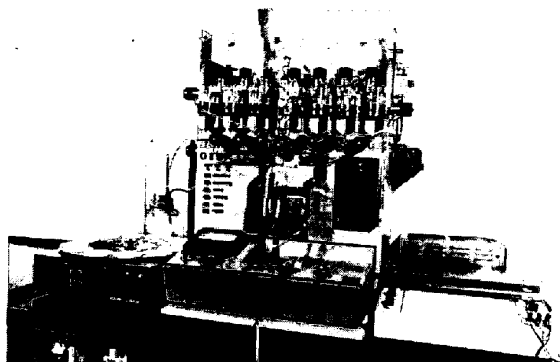


写真1 鋼中りん自動化学分析装置

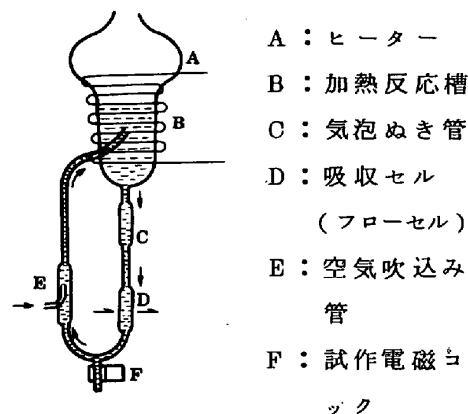


図1 加熱呈色吸光度測定機構説明図 (→ 光度計光路)

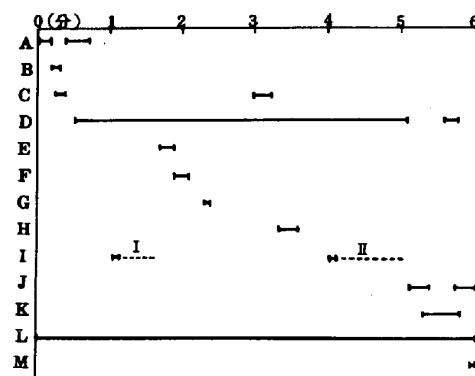


図2 鋼中りん自動化学分析用プログラム
(I: 空試験値測定, II: 吸光度測定)

- A: 試料溶液注入弁開
- B: NaHSO_3 溶液注入弁開
- C: 試料溶液, 洗浄液吸上げ弁開
- D: エアーポンプ作動
- E: $(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ 溶液注入弁開
- F: $(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液注入弁開
- G: ターンテーブル, エレベーター作動
- H: 試料溶液容器洗浄水弁開
- I: 測定指示チャイム
- J: 排水弁開
- K: 反応槽洗浄水弁開
- L: ヒーター
- M: 一工程終了ブザー