

## (226) 鋼中マンガン自動化学分析法の開発

## 鉄鋼化学分析の自動化の研究(第3報)

新日本製鉄 基礎研究所 松本龍太郎 工博 田口 勇

○小野昭絃

## 1. 緒言

鉄鋼化学分析の自動化の研究の一つとして、マンガン分析の自動化を検討した。すなわち、本研究第2報から鉄鋼化学分析の自動化は、手操作分析に比較して簡易化、省力化、迅速化、高精度化など多くの利点を認めたので、本研究第2報で開発した方法および装置を用いて、最新のマンガン吸光度法である硝酸銀-尿素共存過よう素酸酸化吸光度法<sup>1)</sup>を原理とし、検討を行なった。

## 2. 開発した方法

装置としては本研究第2報で開発した装置を用い、呈色用溶液びんは2本とし、硝酸銀(2%) - 尿素(5%)溶液と過よう素酸溶液(5%)を入れた。本研究第2報を参考とし、とくに上記溶液の添加時期および添加量について詳細に検討し、プログラムタイマーを図1のプログラムに従って作動させることにした。鋼試料0.100gをビーカー(25ml)にはかりとり、混酸(硝酸5, 硫酸6, リン酸7, 水7)25mlを加えて、加熱分解し、煮沸後放冷し、上記装置の自動試料交換器にのせる。試料溶液は図1のプログラムに従って、反応槽に移送され、装置の添加機構によって一定量の上記呈色用溶液が加えられ、呈色する。一工程間の吸光度時間変化を測定した結果を図2に示した。吸光度の測定は高クロム鋼以外は図1のIIの時期に、高クロム鋼は、クロム共存によって呈色が遅くなるのでIIIの時期に行なう。なお、過よう素酸酸化では共存クロムは重クロム酸には酸化されない<sup>2)</sup>ので、本研究第2報と同様に空試験の吸光度は、呈色溶液の吸光度測定にさきだち、図1のIの時期に測定し、液量を考慮して吸光度測定値を補正することにした。

## 3. 適用結果

本法および開発した装置によって、鋼中の0.001%までのマンガンを一工程6分間(高クロム鋼以外は4分間としうる)で精度よく分析できた。また、日本鉄鋼標準試料11種中のマンガン进行分析した結果は標準値と良好に一致した。

## 4. 文献

1) 蔭山, 蔵田, 森: 学振19委9523.

2) 大槻, 黒沢: 日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会鉄鋼化学分析分科会資料CA436.

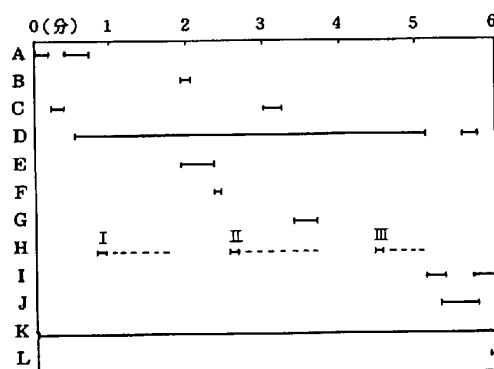


図1 鋼中マンガン自動化学分析用プログラム (I: 空試験値測定, II: 吸光度測定, III: 高クロム鋼マンガン用吸光度測定)  
A: 試料溶液注入弁開, B:  $\text{AgNO}_3$ -尿素溶液注入弁開, C: 試料溶液, 洗浄液吸上げ弁開, D: エアポンプ作動, E:  $\text{NaIO}_3$ 溶液注入弁開, F: ターンテーブルエレベーター作動, G: 試料溶液容器洗浄水弁開, H: 測定指示チャイム, I: 排水弁開, J: 反応槽洗浄水弁開, K: ヒーター, L: 一工程終了ブザー

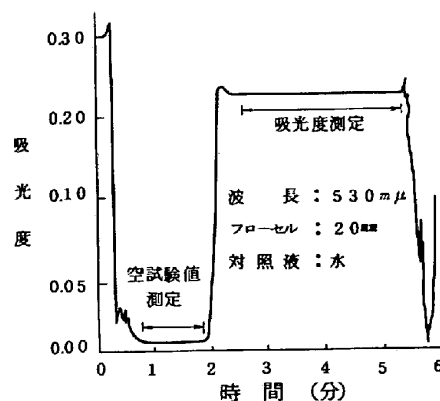


図2 本装置による鋼中マンガン自動分析結果の一例