

(172) 鋼中けい素自動化学分析法の開発

鉄鋼化学分析の自動化の研究(第4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

I. 緒言

鉄鋼化学分析の自動化の研究の一つとして、分析依頼が多いけい素分析法の自動化を検討した。すなわち、本研究第2, 3報(りん, マンガン^{1), 2)})から化学分析の自動化は手操作分析に比較して、簡易化、迅速化、高精度化、省カ化などの多くの利点を認めため、モリブデン青吸光光度法を原理とし、方法および装置を開発した。

II. 開発した方法および装置

開発した装置を写真1に示す。本装置は、本研究第2, 3報で開発した装置と同様に、循環測定方式を採用しているが、とくにけい素分析に適するようにつぎの点を改めた。すなわち、試薬溶液定量添加機構は4組とし、ふつ化水素酸溶液、硫酸第一鉄アンモニウム溶液、モリブデン酸アンモニウム溶液および洗浄溶液を入れた。液面制御器の一部および呈色反応槽上部の試薬溶液注入管はテフロン製とした。呈色溶液の循環径路はすべて石英製とした。

開発した自動分析用プログラムを図1に示す。本プログラムは酸濃度の影響、各試薬溶液の添加量と添加時期、けい素モリブデン酸生成攪拌時間、洗浄方法などを詳細に検討して決定した。鋼試料を酸分解して溶液化し、ターンテーブル方式の試料溶液自動交換装置にのせる。試料溶液は図1のプログラムにしたがうプログラムタイマーの作動により、呈色反応槽に移送される。呈色反応槽には気泡ぬき管、吸収セル、空気吹込み管が設置されている環状管がついており、試料溶液は空気吹込みによって管内を循環する。図1のプログラムにしたがうプログラムタイマーの作動により、試薬溶液定量添加機構から、モリブデン酸アンモニウム溶液、ふつ化水素酸溶液、硫酸第一鉄アンモニウム溶液が添加されて呈色する。溶液の呈色は環状管の吸収セルにおいて連続的に測定記録される。

III. 適用結果

IIで開発した方法および装置によって、鋼中の0.001%までのけい素を一工程6分間で精度よく分析することができ、分析結果は定量値と良好に一致した。

IV. 文献

- 1) 松本, 田口, 小野: 鉄と鋼 57, 225 (1971).
- 2) 松本, 田口, 小野: 鉄と鋼 57, 226 (1971).

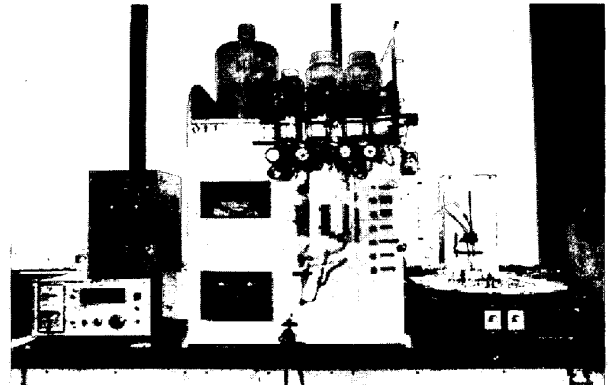


写真1 鋼中けい素自動化学分析装置

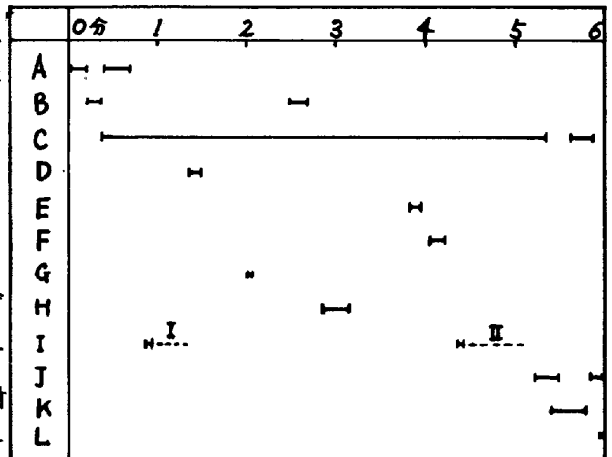


図1 鋼中けい素自動化学分析用プログラム (I: 空試験値測定, II: 吸光度測定)
A: 試料溶液注入弁開, B: 試料溶液, 洗浄溶液吸上げ弁開, C: エアープンプ作動, D: モリブデン酸アンモニウム溶液注入弁開, E: ふつ化水素酸溶液注入弁開, F: 硫酸第一鉄アンモニウム溶液注入弁開, G: ターンテーブル, エレベーター作動, H: 試料溶液容器洗浄液注入弁開, I: 測定指示チャイム, J: 排水弁開, K: 反応槽洗浄液注入弁開, L: 一工程終了ブザー