

1. 緒 言

鉄鋼化学分析の自動化の研究の一つとして、鋼中酸可溶性窒素分析の自動化を検討した。すなわち、鉄鋼試料を溶液化し、空気吹き込み直接加熱法によって窒素をアンモニアとして蒸留し、ネスラー試薬呈色吸光光度法により定量することを基本原理とする自動分析装置の開発を行なった。

2. 開発した方法および装置

開発した装置の概略を図1に示した。本装置は鋼試料溶解部、蒸留部および呈色反応部より構成されており、自動分析操作はつぎのとおりである。

鋼試料を鋼試料移送管を通して溶解槽内に減圧吸引移送し、塩酸および過酸化水素水の一定量で加熱溶解してえられた試料溶液を蒸留槽に移送する。蒸留槽に水酸化ナトリウム溶液を一定量添加し、加熱して蒸留槽下部より空気を吹き込み、窒素をアンモニアとして蒸留して空気とともに呈色反応部に移送する。アンモニアとともに移送された空気は呈色反応槽内の吸収液をその下部の気泡ぬき管、フローセル、ノズルからなる環状管内を循環させながら、アンモニアを吸収させる。つぎに一定量のネスラー試薬を添加して呈色させ、このアンモニアの吸収から呈色までの吸光度変化を連続して測定記録し、検量線より鋼中窒素量を求める。以上の各操作はピンボード式プログラマーに設定した制御プログラムに従って、すべて自動連続的に制御される。溶解操作と蒸留および呈色操作は並行して行なわれるため、1試料分析所要時間は5分間である。ネスラー吸光光度法の呈色条件を詳細に検討し、改良したため定量範囲は1~50μg窒素と高感度で直線性は良好である。

3. 適用結果

本装置によって鉄鋼試料0.1~0.5gを対象に適用性を検討した結果、表1に示すように手操作化学分析結果とよく一致した。

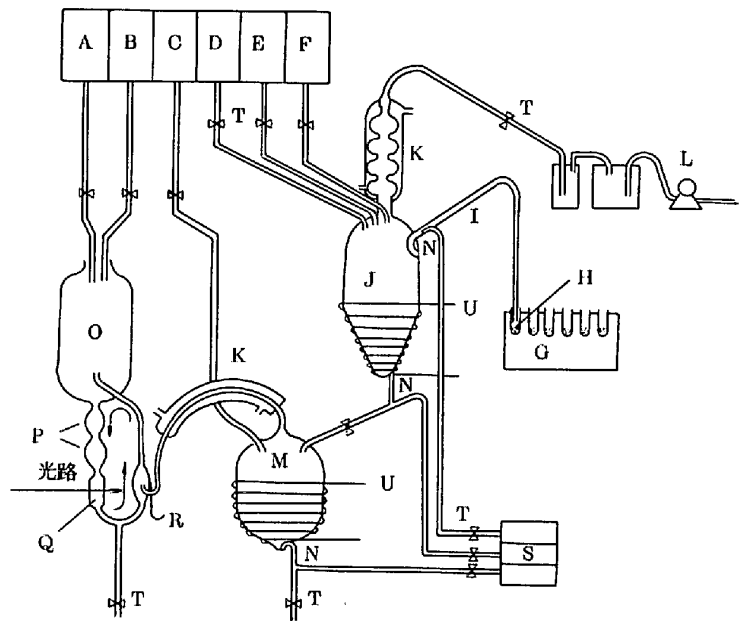


図1 開発した鋼中酸可溶性窒素自動分析装置概略図

- A : 吸収液定量添加装置    B : ネスラー試薬定量添加装置
- C : NaOH 定量添加装置    D : 純水定量添加装置
- E : HCl 定量添加装置    F : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 定量添加装置    G : ター
- ンテーブル    H : 鋼試料    I : 鋼試料移送管    J : 溶解槽
- K : 冷却管    L : 真空ポンプ    M : 蒸留槽    N : 空気吹き
- 込み管    O : 呈色反応槽    P : 気泡ぬき管    Q : フロー
- セル    R : ノズル    S : エアポンプ    T : 電磁コック
- U : ヒーター

表1 本装置による酸可溶性窒素分析結果の一例

鋼試料名	本装置分析結果(%)	手操作分析結果(%)
普通鋼 A	0.0028	0.0028
普通鋼 B	0.0062	0.0064
真空溶解鋼	0.0019	0.0020
ステンレス鋼A	0.0209	0.0209
ステンレス鋼B	0.0331	0.0336
クロム鋼	0.0038	0.0038