

論文

UDC 543.065 : 65.011.56 : 669.14-194

分析溶液試料自動調製装置の開発と鉄鋼分析への適用*

川村 和郎**・渡辺 俊雄**・森田 矩夫**

The Development of an Automatic Apparatus for Dissolving Samples and Its Applications to the Analysis of Steels

Kazuo KAWAMURA, Toshio WATANABE, and Norio MORITA

Synopsis:

To rationalize the analytical procedures, an automatic apparatus for dissolving steel samples was developed and applied to prepare the solutions for the instruments of solution analysis.

The developed apparatus is composed of the devices for supplying chipped steel samples, adding the reagent solutions, dissolving by heating the solution, filtrating the prepared solution and storing the filtrates and precipitates.

When weighted chipped steel samples are placed on the sample feeder, the apparatus prepares 74 solutions automatically in one night. This apparatus is able to be applied to many dissolving methods with acids such as HCl, HNO₃, HClO₄ and capable of judging the dissolving conditions.

The analysis of the solutions prepared by the apparatus were then carried out using the atomic absorption spectrophotometer, emission spectrometer and automatic solution analyzer. The results agreed with those obtained by the handwork.

The application of the newly developed apparatus to the routine analytical work has shown a remarkable improvement in work.

(Received Feb. 8, 1974)

1. 緒言

鉄鋼分析はこれまで発光分光分析法あるいはけい光分光分析法など機器分析法を中心に自動化省力化が押し進められてきたが、最近、化学分析の分野でも原子吸光分析装置¹⁾、溶液発光分光分析装置²⁾あるいは溶液自動化分析装置³⁾を活用し、人手を要し繁雑な化学処理操作や定量操作を省力化し、作業性を向上させる方策が積極的に採用されている。これらの装置はいずれも処理能力が大きく化学分析の合理化に貢献しているが、溶液試料を必要とし現在その溶液化を人手でおこなっている関係上、分析試料溶液調製の操作が作業能率の律速段階となり、この自動化が重要な課題となつてている。また、最近の化学分析は公害関係の分析、状態別分析あるいは特殊微量元素の分析のように高度の技術を要するものが増え、限られた要員で処理するためには、鉄鋼試料の溶液化など単純作業は機械化することが必要となつてきていく。

自動溶液化装置は医薬品など簡単に水に溶解するものについてはすでに実用化されているが、鉄鋼試料の溶液化は、塩酸や硝酸などの強酸を使用し、熱盤加熱などの

比較的強い加熱をおこなうことが多く、また、通常分解液には不溶性残渣が存在しているため、定量操作を妨害するような場合汎過が必要で、場合によつて汎液と残渣の両方の部分について定量が要求される時には、不溶性残渣を定量的に回収しなければならないなど多くの問題があり自動化が遅れ、現在、主として塩酸分解用に使用される装置について開発されているのみである⁴⁾。

そこで著者らは鉄鋼化学分析の総合的な省力化を進めため、1台で各種溶解法が適用でき、現在使用中の原子吸光分析装置をはじめ色々な溶液分析装置に使用できる鉄鋼試料用分析溶液自動調製装置の実用機を開発したので報告する。

2. 開発した装置

2.1 開発目標

本装置を開発するに際し次の点を目標とした。

(1) 処理能力が大きいこと。

* 昭和48年7月日本分析化学会分析化学討論会にて発表

昭和49年2月8日受付

** 新日本製鐵(株) 製品技術研究所

汎 紙 $45\text{ mm } \phi$
 ② 制御部
 シーケンス カムプログラマー
 方 式 ローカルシーケンス
 (7) 動作 自動または手動

3. 実 施 例

3.1 溶液発光分光分析装置への適用

溶液発光分光分析装置は多数成分の同時定量ができるため、数成分の分析が要求されることが多い鉄鋼試料の溶液分析装置として最も優れている。著者たちは溶液発光分光分析装置を作業分析に広く活用しすでに化学分析の合理化に大きな成果を得ているが、さらに効果を大ならしめるため本装置との結合をはかった。著者らが採用している溶液発光分光分析装置用鉄鋼溶液試料調製法⁵⁾は、①分解酸として硝酸を使用すること、②添加内標準法のため分解酸中に内標準のインジウムを含み酸の正確な添加が必要なこと、③しかし希釈は不要なこと、④酸不溶性成分の定量が要求されるため残渣がいること等の特徴があり、これらの諸条件を全て満足しつつ従来法と同じ処理をする操作を設定した。Fig. 4にその操作を示す。このようにして得られた分析試料溶液と従来の人手で調製した分析試料溶液とを溶液発光分光分析装置（島津カントレット GQM-75）で定量した結果の一例を Table 3 に示す。これより両者は良い一致をしているこ

とがわかる。

3.2 原子吸光分析装置への適用

原子吸光分析装置は最も広く使用されている溶液分析装置である。この装置は短時間に多くの試料を定量できるため、本装置を夜間運転して得た多数の分析試料溶液を集中的に処理し、作業性を大幅に向上することができる。原子吸光分析法は分解酸として通常塩酸を使用する。Fig. 5 にニッケル定量用の試料溶液調製操作を、Table 4 にこのようにして得られた溶液と人手で得られた溶液とを原子吸光分析装置（パーキンエルマー社製403型）で定量した結果の一例を示す。

3.3 溶液自動化学分析装置への適用

鉄鋼試料溶液の溶液自動化学分析装置には連続フロー方式³⁾とバッチ方式⁶⁾とが実用化されているが、後者の装置を用い本装置の適用性を調べた。分析対象にはリンを選んだ。鋼中リン分析用試料溶液の調製には過塩素酸分解を必要とするため、塩酸や硝酸分解にくらべ時間がかかりまた操作も複雑で熟練を要し危険でもあるため、これを自動化することは困難とされてきたが本装置で可能となつた。採用した調製操作を Fig. 6 に示す。Table 5 に本装置と人手とでそれぞれ調製した溶液を溶液自動化学分析装置（国際電気製ホトマット P）で定量した結果の一例を示す。両者は良好に一致しており本装置は従来の入手による方法に取つて代わることができる。

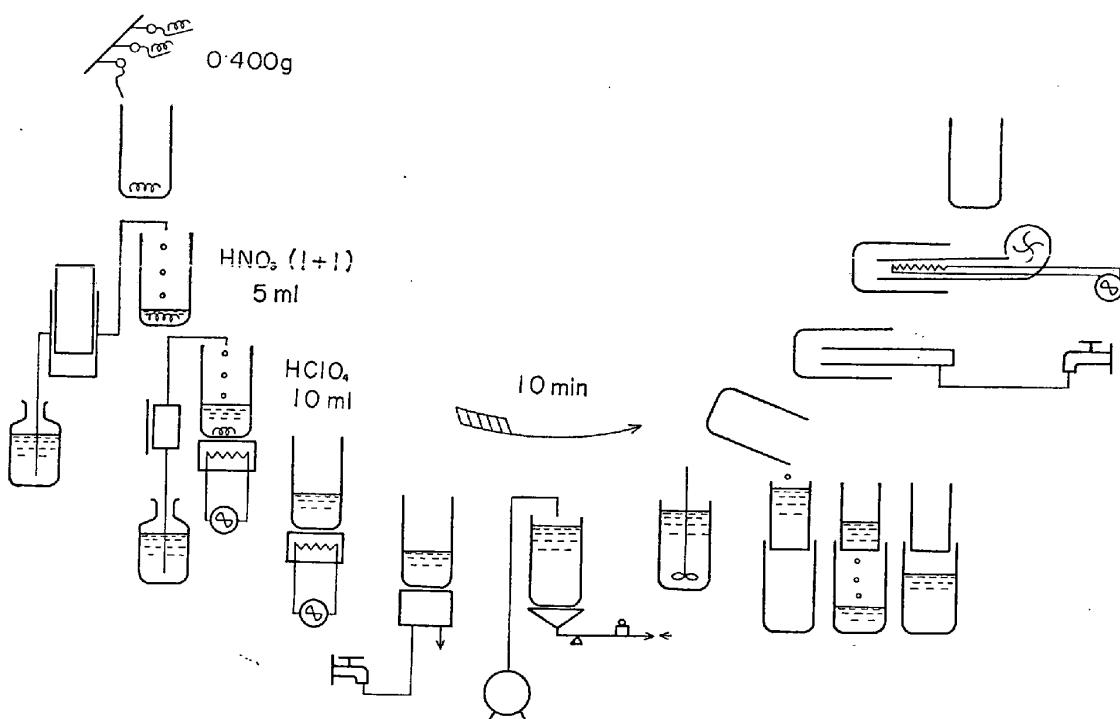


Fig. 6. Operating conditions of HClO_4 dissolution.

