

住友金属工業㈱中央技術研究所 工博 西原 実 ○猪熊康夫
遠藤 丈

1. 緒言

冷延鋼板の連続亜鉛メッキ設備は生産性の向上をはかるため、処理速度が著しく増大してきている。亜鉛メッキ表面は白錆発生防止のため、メッキ後、クロム酸を主体とした溶液で化成処理がなされるが、処理速度の増大に対し、クロメート被膜を高品位に維持するには、化成処理浴の管理、特に、クロム濃度の管理が最も重要なことである。一方、分析計については、管理測定計として必要な条件である、応答速度が速いこと、管理精度を長期にわたって維持できること、共存成分及び外乱要因の影響が無視できること、長期間安定無人稼動が可能であること、さらに保守を容易にするため装置構成が簡潔であることなどを満足させる機器の導入が困難であったため、上記化成処理に適した分析計の開発を行った。

2. 測定原理

図1に Cr^{6+} 及び Cr^{3+} の吸光曲線を示す。この図より、540 nm付近と630 nm付近においては、 Cr^{3+} の吸光係数は両波長において等しくなるので、(1)式と(2)式が成立する。

$$A_{\lambda_1} = a_{\text{Cr}^{6+}} \cdot c_{\text{Cr}^{6+}} + a_{\text{Cr}^{3+}} \cdot c_{\text{Cr}^{3+}} \quad (1)$$

$$A_{\lambda_2} = a_{\text{Cr}^{3+}} \cdot c_{\text{Cr}^{3+}} \quad (2)$$

ここで、 A_{λ_1} 、 A_{λ_2} は 540 nm 及び 630 nm における吸光度、 $a_{\text{Cr}^{6+}}$ は 540 nm における Cr^{6+} の吸光係数、 $a_{\text{Cr}^{3+}}$ は 540 nm 及び 630 nm における Cr^{3+} の吸光係数、 $c_{\text{Cr}^{6+}}$ と $c_{\text{Cr}^{3+}}$ は Cr^{6+} 及び Cr^{3+} の濃度である。したがって、 A_{λ_1} と A_{λ_2} を測定することにより、(1)式と(2)式から Cr^{6+} と Cr^{3+} の濃度がわかる。

3. 装置

試作した装置は、2波長測定方式の光度計であるが、リニアライザーにより、濃度と吸光度との関係を直線化した後、 A_{λ_2} より Cr^{3+} 濃度を、 A_{λ_1} より A_{λ_2} を自動的に減じて Cr^{6+} 濃度を求めるようにした。

4. 実験結果

Cr^{6+} 及び Cr^{3+} の濃度を種々変えた溶液にて、本分析計の結果と手分析値との比較を行った。その結果を図2及び図3に示す。これらの図から、手分析値との差の標準偏差(σ_d)は、 Cr^{6+} で 5.9 ppm、 Cr^{3+} で 15 ppm とい一致を示し、実用可能なことを確認した。試料溶液のサシプリングより 100 % 応答までの時間は 9.0 秒以下であり、液温の影響は $58 \text{ ppm Cr}^{6+} / {}^\circ\text{C}$ 及び $3 \text{ ppm Cr}^{3+} / {}^\circ\text{C}$ と大きかったので、液温は $\pm 0.5 {}^\circ\text{C}$ 以内に調整した。試料溶液中に沈殿物が多い場合は、平均孔型 10μ のフィルターで沪過することにより、 Cr^{6+} は $\sigma_d = 74 \text{ ppm}$ で測定可能であったが、 Cr^{3+} は浮遊沈殿物の影響を受けるため、実用化には他の光度計と同様の注意が必要である。その他、本装置はプロセス用連続分析計として種々の工夫を凝している。

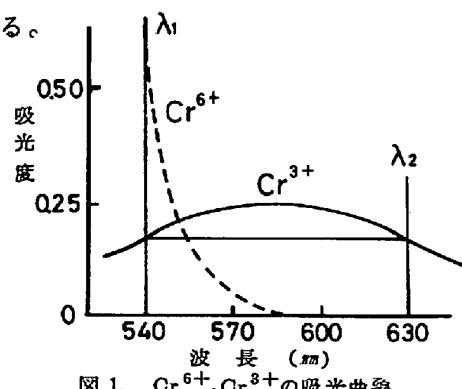


図1. Cr^{6+} , Cr^{3+} の吸光曲線

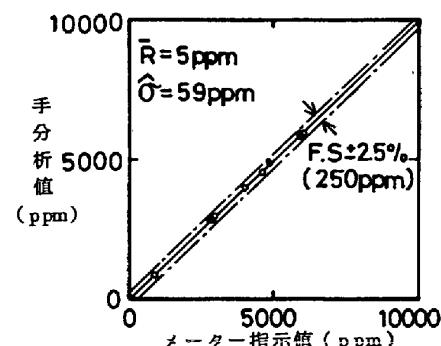


図2. Cr^{6+} のメーター指示値と手分析値との関係

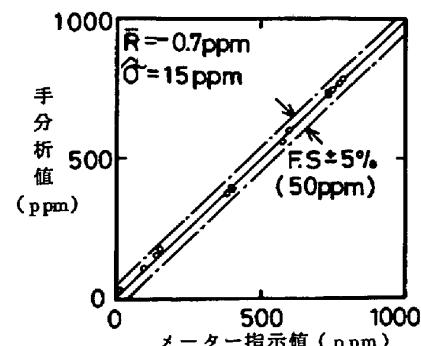


図3. Cr^{3+} のメーター指示値と手分析値との関係