

住友金属工業㈱ 中央技術研究所 猪熊康夫

○落合 崇 遠藤 丈

I 緒言

ステンレス鋼の酸化皮膜を除去するために、硝酸とふっ化水素酸の混合溶液が一般に用いられるが、遊離硝酸濃度及び遊離ふっ化水素酸濃度は酸洗速度あるいは酸洗後の表面状態に影響するので、これらを定量する方法を確立する必要があった。このため各種分析方法の検討を行ない、操作が簡単で迅速な分析方法を確立したので報告する。

II 分析方法

1. アセチルアセトン鉄の退色反応を利用した遊離ふっ化水素酸定量法
ポリエチレンメスフラスコ(100ml)に硝酸(0.8N)40mlと鉄溶液(1.0mg/ml)20ml及びアセチルアセトン溶液(1%)10mlを添加し、アセチルアセトン鉄を生成させたのち、20倍に希釈した試料溶液5mlを加え水で標線までうすめ、560nmにおける吸光度を測定する。

2. 全酸度(遊離ふっ化水素酸と遊離硝酸との合量)はメチルオレンジを指示薬として水酸化ナトリウム溶液で滴定する。

3. イオン選択電極による測定

0.05M硝酸溶液100mlに試料溶液を2ml添加し、 H^+ イオン及び F^- イオン濃度を測定する。

1) 遊離硝酸濃度測定

強酸性陽イオン交換膜電極(自家製)v.s.ダブルジャンクション参照電極(オリオン社製90-02型)の電位を測定し、 F^- イオン選択電極で求めた遊離ふっ化水素酸濃度の補正を加え、遊離硝酸濃度を求める。

2) 遊離ふっ化水素酸濃度測定

F^- イオン選択電極(オリオン社製94-09型)v.s.強酸性陽イオン交換膜電極の電位から遊離ふっ化水素酸濃度を求める。

III 結果

1. アセチルアセトン鉄吸光光度法による遊離ふっ化水素酸の検量線を図1に示す。

2. 吸光光度法及び滴定法により求めた酸洗液の遊離硝酸濃度及び遊離ふっ化水素酸濃度とイオン選択電極による測定値との関係を図2, 3に示す。

IV 結論

遊離硝酸及び遊離ふっ化水素酸濃度を測定することにより酸洗液の管理が可能となり、特にイオン選択電極は操作が簡単で迅速性に優れており現場管理分析に適している。

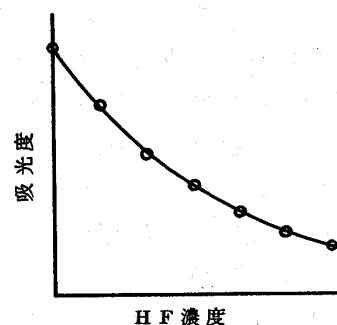


図1. 遊離HF検量線

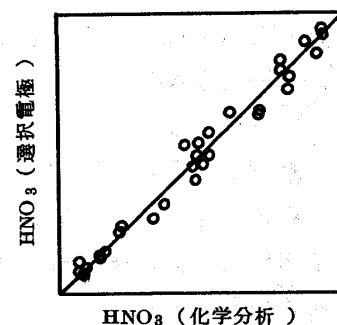
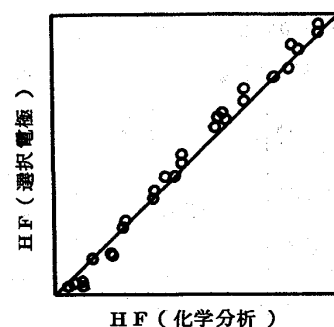
図2. HNO₃分析値比較

図3. HF分析値比較