

(454) イオンクロマトグラフィーによるティンフリースチール(TFS)メッキ液の分析

日本鋼管(株)技術研究所

○有賀史朗・坂下明子

高野陽造

I 目 的

近年、食缶部門などにおけるTFSの需要の拡大は著しく、さらに今後のTFS材の性能向上と共に、ますます需要の増加が期待される。TFS製造にあたり、メッキ浴の管理は品質維持などに欠かせないものである。TFSのメッキ浴は、クロム酸-フッ素-硫酸イオンなどによって構成され、メッキ性能と特に密接な関係を示すものとして、フッ素、硫酸イオンが挙げられ、これらの濃度を正確にコントロールする必要がある。これらの分析方法として、フッ素イオンは蒸留-吸光度法、硫酸イオンは重量法により定量を行っていたが、分析精度・分析時間等の問題があった。そこで、イオンクロマトグラフ法により、TFSメッキ浴のフッ素・硫酸イオンを迅速かつ高精度に定量する方法を確立した。

II 実験方法

クロム酸を含むフッ素-硫酸イオン混合溶液をイオンクロマトグラフにより分析したところ、クロム酸濃度が高い場合(CrO_3 ; $5\text{g}/\ell$ 以上)、分離カラムがクロム酸で飽和され、 F^- 、 SO_4^{2-} の分離は不可能であった。また、クロム酸濃度が低い場合でも、クロム酸の溶出まで約1時間以上かかるため、クロム酸の除去方法を検討した。クロム酸を除去した溶液について、表1に示す条件でイオンクロマトグラフ法により定量を行った。

表1. イオンクロマトグラフ条件

カラム	3×250 mm
溶離液	0.0024M Na_2CO_3 0.003 M NaHCO_3
溶離液流量	1.10 ml/hr

III 実験結果

1. クロム酸の除去率

クロム酸の除去方法として陽イオン交換樹脂に銀イオンを交換吸着させたカラムを製作し、カラム内での沈殿反応によりクロム酸イオンを除去した。この方法によるクロム酸の除去率は、99%以上で処理後のクロム濃度は1ppm以下であった。

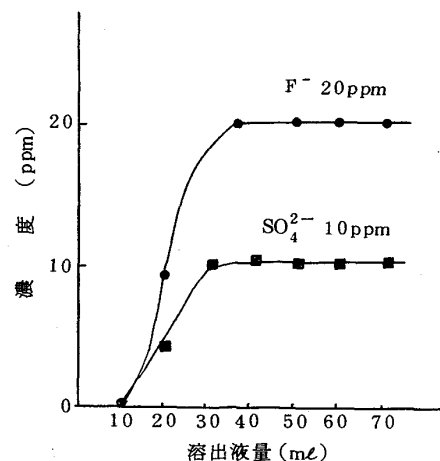
2. 銀カラム溶出液の F^- 、 SO_4^{2-} の濃度変化

銀カラム法によるクロム酸除去液について、フッ素-硫酸イオンの流出パターンを図1に示した。図1より、溶出液量が30ml以上から、 F^- 、 SO_4^{2-} は損失なしに一定値が得られた。

3. 共存イオンについて

定量時間短縮の目的で、イオンクロマトグラフのカラムは、250 mmの長さを用いたため、共存イオンの影響として硝酸イオンがあげられる。この硝酸イオンの起源は、銀カラムを作る時に、硝酸銀を用いることによる。しかし、銀カラムを蒸留水で十分洗浄することによって、硝酸イオン濃度は、0.5 ppm以下まで下げられる。

以上の結果から、TFSメッキ浴中 F^- 、 SO_4^{2-} の定量方法として、陽イオン交換樹脂-銀イオンのカラムを用い、クロム酸除去前処理-イオンクロマトグラフ法により、迅速かつ高感度・高精度な定量が可能となった。

図1. 銀カラム溶出液の F^- 、 SO_4^{2-} 濃度変化