

(326) ステンレス鋼中のニッケル及びクロムの高精度分析方法

新日本製鐵(株) 光製鐵所 ○小坂正剛, 広部 馨, 田上哲也
基礎研究所 鈴木良一, 坂井光一

1. 緒 言

ステンレス鋼中のニッケルを0.01%, クロムを0.03% (それぞれ σ_w)の精度で定量するため、ニッケル定量用滴定指示薬及びクロム滴定用標準溶液の検討を行うと共に、高精度自動滴定装置¹⁾の利用により良好な結果が得られたので報告する。

2. 装 置

前講演¹⁾で報告した高精度自動滴定装置を用いた。

3. 実験及び結果

① ニッケルの定量 (光度滴定法)

滴定指示薬を3種類検討した結果、2-(2-チアゾリルアゾ)-4-メチルフェノール (TAC)²⁾を用いてかつ pH 7 ± 0.1 で EDTA 滴定すれば、変色が最も鋭敏であつた。(図1)

② クロムの定量 (電位差滴定法)

滴定溶液を検討した結果、硫酸第一鉄アンモニウム溶液による直接滴定法が、従来法より変曲点が感度よく検出された。(図2)

③ 確立した分析方法

図3により Ni, Cr を定量する。

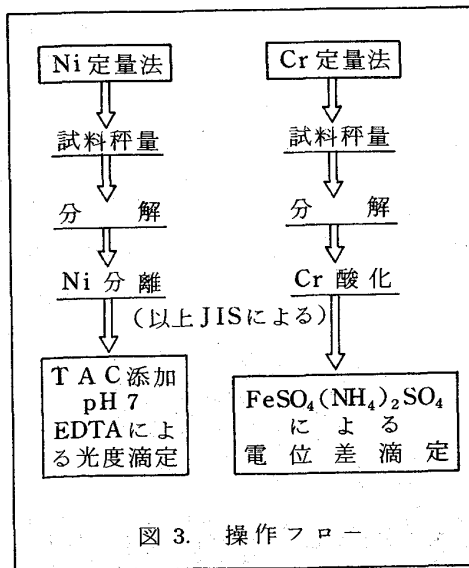


図3. 操作フロー

④ 分析精度

従来法に比較して2~3倍の精度が得られた。(表1, 表2)

4. 参考文献 1) 鈴木, 坂井, 小坂; 鉄と鋼, 65, (1979), 高精度自動滴定装置の開発

2) 粕谷, 綿抜; 分析化学, 119, (1970), p.845.

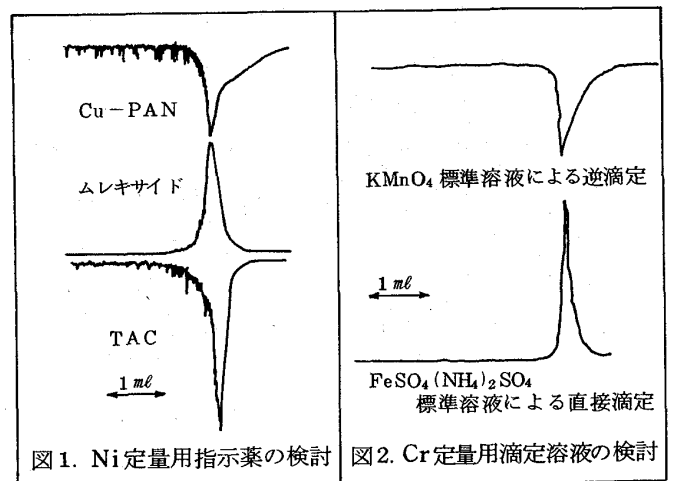


図1. Ni定量用指示薬の検討

図2. Cr定量用滴定溶液の検討

表1. ニッケル定量結果

試料	標準溶液		自家製標準試料		自家製標準試料	
	7.50%相当量		9.52%		9.04%	
方法	従来法	新法	従来法	新法	従来法	新法
平均値	7.500%	7.500%	9.522%	9.525%	9.037%	9.039%
Rmax	0.03%	0.013%	0.08%	0.033%	0.08%	0.035%
\sqrt{V}	0.015%	0.004%	0.038%	0.011%	0.036%	0.010%
かたより	0.000%	0.000%	-	-	-	-
n	10	10	10	10	10	10

表2. クロム定量結果

試料	標準溶液		JSS650-4		自家製標準試料	
	12.50%相当量		16.44%		18.92%	
方法	従来法	新法	従来法	新法	従来法	新法
平均値	12.500%	12.500%	16.43%	16.430%	18.921%	18.929%
Rmax	0.04%	0.015%	0.10%	0.057%	0.10%	0.046%
\sqrt{V}	0.020%	0.006%	0.050%	0.021%	0.040%	0.018%
かたより	0.000%	0.000%	-0.01%	-0.010%	-	-
n	10	10	10	10	10	10