

# (353) ステンレス鋼着色液の劣化原因と対策

新日本製鐵(株)光技術研究部 ○大塚進 吉岡勝二 有金宏 高張友夫

## 1 緒言

CrO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>混合溶液中でステンレス鋼を着色する場合、着色液の劣化にともない着色時間が長くなる。この対策としてインターナショナル・ニッケル (INCO) 社では、Cr (VI) イオンと全酸度を分析し、CrO<sub>3</sub>とH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>を添加するように述べている<sup>1)</sup>。しかし、実際には金属イオンが妨害するため正確な全酸度を求めることは難かしく、INCO社でも具体的な方法は提案していない。しかもCrO<sub>3</sub>とH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>を分離定量する方法がないため、劣化原因が不明で着色能力を回復する適切な対策がとられていないのが現状である。今回、着色液中のH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>の定量分析法を開発し、上記の問題を検討し、対策を確立したので報告する。

## 2 実験方法

SUS304BA 仕上げ鋼板を 75°C の着色液 (CrO<sub>3</sub>: 250 g/l, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: 500 g/l) に浸漬着色後、硬化処理液 (CrO<sub>3</sub>: 250 g/l, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>: 2.5 g/l) 中で陰極電解 (0.2 A/dm<sup>2</sup> × 15 分) した。

## 3 実験結果

### 3.1 遊離硫酸分析法の確立

着色液 10ml をとり、鉄イオンをマスクングするため Zn-EDTA 溶液を添加、1N NaOH 溶液 (力価 f) で PH 滴定し、PH4 における滴定量 Vml を求め、別に分析した CrO<sub>3</sub> 量から CrO<sub>3</sub> の影響を補正して遊離硫酸量を求める方法をつくった。計算式は以下の通りである。

$$H_2SO_4 (g/l) = (Vml - \frac{1}{2f} \times CrO_3 \times 0.01) \times \text{希釈率} \times \text{NaOH 溶液の力価} \times 49 / \text{試料採取量 (ml)}$$

この式で  $\frac{1}{2f} \times CrO_3 \times 0.01$  はクロム酸の解離による酸濃度の補正值である。

### 3.2 着色液の劣化原因

着色反応によりステンレス鋼は着色液中で溶解し重量が減少する<sup>2)</sup>。溶解反応により CrO<sub>3</sub> と H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 濃度は減少し (Fig-1)、着色時間は長くなる (Fig-2)。この原因を調べるため、着色液中の CrO<sub>3</sub>、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 濃度を別々に変えて着色時間を調べたところ、酸の濃度が減少すると共に着色時間は長くなった (Fig-3)。また、ステンレス鋼の溶解と共に着色液中の Cr (III)、Fe (III)、Ni (II) は増加するが、これらは着色時間に影響を及ぼさなかった。

### 3.3 劣化着色液の回復方法

劣化着色液に CrO<sub>3</sub>、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> を添加して、劣化前 (新着色液) の酸濃度と同じにすることにより、着色時間は新着色液のときの着色時間と同じになる (Fig-4)。

## 4 結論

着色液の劣化は CrO<sub>3</sub> 及び H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> が着色反応により消費されるためである。劣化着色液の着色能力を回復するには、CrO<sub>3</sub> 及び H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 濃度を分析し、消費した分だけ補給すれば着色時間は元に戻る。

文献 1) INCO社私信, 2) T. E. Evans, A. C. Hart and A. N. Sredgell, Trans. Inst of Metal Finishing 51, 108 (1973)

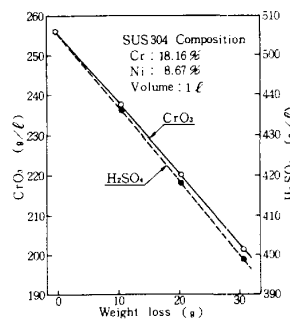


Fig-1 Change of the composition of colouring solution for SUS 304 weight loss

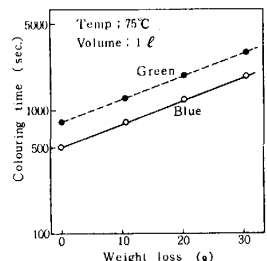


Fig-2 Colouring time for SUS 304 weight loss

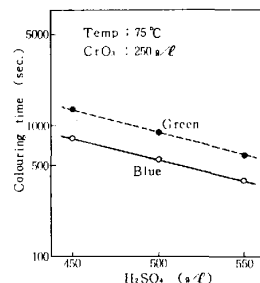


Fig-3 Colouring time for H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentration

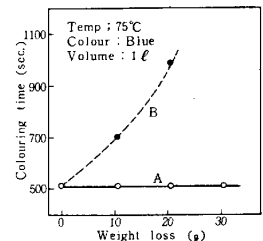


Fig-4 Colouring time for SUS 304 weight loss  
A: Addition of CrO<sub>3</sub> and H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
B: No addition