

(184)

定電位電解抽出法によるニッケル基合金の状態分析

新日本製鐵(株)基礎研究所

松本龍太郎, 大槻孝

○黒沢文夫

1. 緒 言

ニッケル基合金中の析出物分析法研究の一つとして、時効処理により析出する γ' 相(Ni₃(Al, Ti))の抽出分離法ならびに組成分析法と、また同時に析出する炭化物の抽出分離分析法の検討を行なった。

2. 実験方法

供試料としては表1に示した溶製試料を用いた。溶体化処理は1,300°C×1 hr, W.C.で時効処理は700°Cで1 hrから1,000 hrまで

表1 供試料の化学成分 (wt %)

	Ni	Cr	Ti	Al	Mn	C	S	P	Fe
行なった。このうちの100 hrを抽出分離検用試料とした。 γ' 相	72.32	14.68	2.25	1.12	0.66	0.056	0.005	0.004	8.90

抽出電解液については種々の電解液について検討を行なった。電解液の良否の一つの目安として γ' 相の定量を行なった。選定した電解液による電位電流密度曲線の測定を行なった。さらに抽出した γ' 相の組成分析法の検討も行なった。同様に炭化物の抽出分離法の検討を行なった。X線回折, 電子回折および電顕観察によって結晶構造と粒子の形状などの検討を行なった。

3. 実験結果

γ' 相を抽出分離する種々の電解液を検討した結果を表2に示した。表2の(A)の電解液が種々の点で

表2 検討した γ' 相抽出分離電解液

電解液組成	電解後の試料表面	残さの剝離性	設定電位の安定性	電解液のろ過速度	γ' 相の定量性
(A) 硝酸・過塩素酸・メチルアルコール	優	優	優	良	優
(B) 硝酸アンモニウム・酒石酸(くえん酸)・水	良	可	優	不可	優
(C) 硫酸アンモニウム・酒石酸(くえん酸)・水	良	可	優	不可	優
(D) リン酸・硝酸・メチルアルコール	可	可	良	良	良
(E) リン酸・過塩素酸・メチルアルコール	可	可	良	良	良
(F) 硫酸アンモニウム・硝酸・くえん酸・水	良	可	良	不可	良

優れていた。そこで(A)の電解液の抽出条件の検討を行ない以下のような手法を定めた。

供試料表面をメチルアルコールで洗浄後、あらかじめ3%硝酸・2%過塩素酸・メチルアルコールを入れてある電解槽に白金線をつるし、電位を+1,300 mV vs SCEに設定し、電解を開始する。電解後有機質フィルター(0.1 μ)でろ過し、電解量と残さ量から定量を行なう。この残さにHCl(1+1)30 mlを加えて、 γ' 相とTi(C, N)と分離し、ろ過洗浄を行ない、ろ液および洗浄液を合わせて γ' 相組成分析用母液とする。組成分析は、ニッケルを容量法で、他のアルミニウム, チタン, クロムおよび鉄を原子吸光法により迅速に行なった。上記方法で時効処理100 hrにおける γ' 相の定量値は約1.3%で組成分析結果はNi_{2.88} Al_{0.367} Ti_{0.517} Cr_{0.117} Fe_{0.121}であり、粒子の大きさは約200 Åで格子定数は $a_0=3.589$ Åであった。

4. 文 献

- (1) O.H.Kriege and C.P.Sullivan, Trans-ASM, **61** (1968) 278
- (2) R.B.Golubtsova, Zavodskaya Lab, **32** (1966) 1425