

(202) 酸化粉末-写真測光発光分光分析法による 多元系合金中のハフニウムおよびイットリウムの定量

新日本製鉄(株)基礎研究所 ○田中 勇
理博 佐藤公隆・松本龍太郎

1. 緒 言

多元系合金の物理的性質や機械的性質を改善するために添加される特殊な元素のうち、湿式化学分析法では定量が困難とされている Hf および Y について、酸化粉末-写真測光発光分光分析法による定量法の検討を行なった。

2. 試料の調製

王水で加熱分解したのち蒸発濃縮し、さらに濃硝酸を加えて蒸発乾固する。乾固物は白金るつぼに入れ、強熱で処理して酸化物粉末とし測定に供する。Y の定量の場合は、酸化物粉末に3倍量の黒鉛粉末を、また、Hf の定量の場合は、酸化物粉末に0.75倍量の NaCl と等量の黒鉛粉末をそれぞれ添加し、混合したものをを用いる。

3. 定量操作

酸化粉末試料を黒鉛電極 (6.15 mmφ) の先端につくった 3 mmφ X 4 mm の孔の中に充填し、120° 円錐形の対電極として 2.5 mm の分析間隙をつくる。放電発光は直流アーク 280 V, 9 A で行ない、発光スペクトルはスリット (15 μm X 2 mm) を通して予備放電をせずに Kodak SA-1 乾板に撮影する。露光時間は 45 秒とした。分析線は Y II 3242.280 Å, Hf I 2916.481 Å を用い、写真乾板のスペクトル線の黒化度をマイクロホトメーターによって測定した。

4. 検量線

多元系合金試料の一つを王水で加熱分解し、標準 Y 溶液あるいは標準 Hf 溶液を量をかえて添加して、2 と同様の処理を行ない、標準試料とし、3 の操作で求めた黒化度と含有量との関係から検量線を作成した。検量線の一例を図 1 に示す。本法により、Y は 0.001 ~ 0.5 %、Hf は 0.001 ~ 1.5 % の範囲の定量ができるようにした。

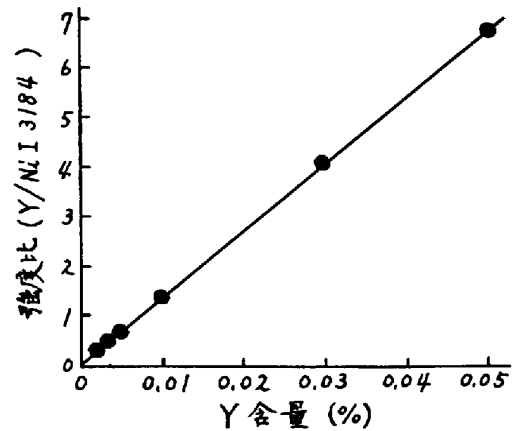


図 1 Y の検量線の一例

5. Hf の感度向上のための検討

1) 黒鉛粉末の添加量—— Hf を 0.1 % 含有する酸化粉末試料に黒鉛粉末と等量および 3 倍量添加したときのスペクトル線強度を比較した結果、等量の方が 2.5 倍程度感度がよいことがわかった。

2) NaCl の添加量—— 1) と同じ酸化粉末試料に種々の割合で NaCl を添加し、さらに等量の黒鉛粉末を加えたときのスペクトル線強度を比較した。その結果は図 2 に示すとおりで、0.5 倍量から等量のところで最大強度を示したので、本定量操作においては 0.75 量とした。

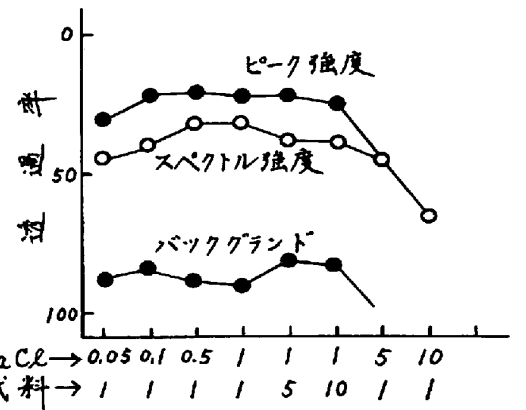


図 2 NaCl の添加効果