

(424) イオン交換分離-電解重量法によるTiNi形状記憶合金中のニッケルの精密定量

㈱神戸製鋼所 試作実験センター ○今北 毅 田口 克徳 諸岡 練平 谷口 政行
材料開発センター 高島 孝弘 田部 明芳

1. 緒言

形状記憶合金はその特異な性質から最近多くの分野で利用されつつある。TiNi形状記憶合金では、形状回復温度は成分の含有率に大きく依存し、ニッケル含有率が0.1%異なればその温度は10℃も変化することが知られている。このような高濃度のニッケルの分析では、通常0.1%程度の精度であり、工業材料として求められる形状記憶合金の動作温度精度を考えると、分析精度は極めて不十分であった。そこで、ニッケルの精密定量法として、イオン交換分離-電解重量法を検討したので以下に報告する。

2. 実験方法

イオン交換分離には、陽イオン交換樹脂(三菱化成工業製CK08P)を水で膨潤させ、10mm ϕ ×250mmのポリエチレン製カラムに19ml ϕ 流し入れ、流速10 \pm 0.1ml/分としたものを使用した。電解は、柳本製作所製電解分析装置AFS-2型を用いて定電流電解法で行った。電解には、陰極として40mm ϕ ×40mmの円筒状穴明白金電極を、陽極には1mm ϕ 白金線をらせん状に巻いたものを使用した。試料および電極の秤量は、読取限度0.01mgの精密電子天秤で行った。

3. 実験結果

1) 試料の分解

試料1gを0.01mgの桁まで正しくはかりとり、これをふっ化水素酸と硝酸で分解した。

2) イオン交換分離条件

チタンはふっ化水素酸溶液中でふっ化物錯陰イオンとなって存在するので、陽イオン交換樹脂には吸着されずに流出する。この時、ニッケルは吸着してカラム内に残るので、6N硫酸で溶出させた。Fig. 1に溶出曲線を示す。

3) 電解条件

定電流0.3A(電流密度約3mA/cm²)で電解を行った結果、約4時間で電析させることができた。電解の終了は、試料溶液の一部をとり、ジメチルグリオキシムを加えて、赤色の有無で判定した。

4) 合成試料の繰り返し分析結果

Ti0.45g-Ni0.55gの合成試料を繰り返し分析した結果をTable 1に示す。

5) 実試料への適用

当社開発中の実用合金に本分析法を適用した結果、繰り返し2回、試料8件で \bar{R}/d_2 は0.0055%となり、従来より一桁精度の高い分析法を確立した。

Table 1. Reproducibility data

Analytical value %	σ %
55.000, 55.011, 55.000	0.0064
55.000, 54.991, 54.999	

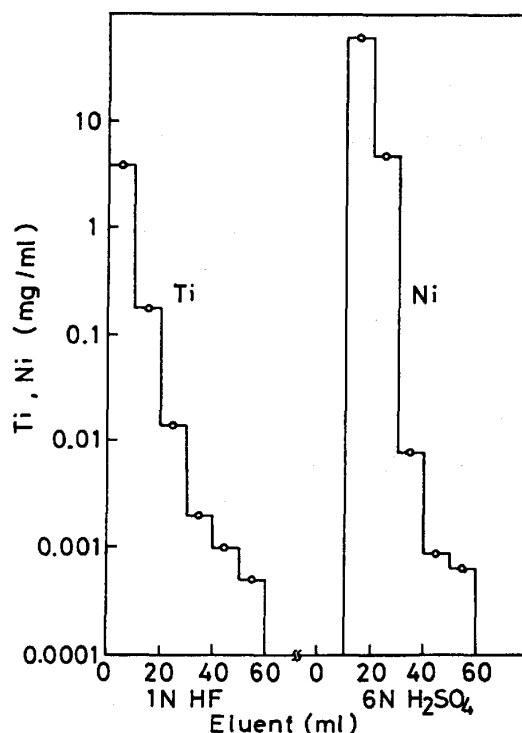


Fig. 1 Elution curves for Ti and Ni