

(415) 高純度ジルコニア及びジルコン中不純物の分析

川崎製鉄(株) 技術研究所 ○藤本京子 岡野輝雄
松村泰治 針間矢宣一

1. 緒言

電子材料など広い分野で利用されているファインセラミックスの特性、焼結性などが、含有する不純物の影響を受けることはよく知られている。不純物の定量にはこれまで化学分析法などが用いられてきたが、主成分の分離など煩雑な操作と長時間を要していた。そこで分析の効率化と精度の向上を図るためICP分析法の適用を試み、ジルコニアおよびその原料であるジルコンを対象に試料分解法、測定分析線などを検討すると共に、既報¹⁾のインジェクション法を適用して良好な結果を得た。

2. 実験、結果および考察

(1) 実験方法；試料溶融には竹田理化工業製ガラスビード試料作製装置TR-Auto Bead-1000Mを使用した。またICPでの測定にはインジェクション法を用い、相対感度の向上およびマトリックス量によらない検量線の一元化を図った。

(2) 試料分解法の検討；従来ジルコニア、及びジルコン分解法としてはHF加圧分解法²⁾やNa₂CO₃+H₃BO₃法³⁾などが用いられてきた。しかし前者の場合にはジルコンが分解できないうえ、装置の腐食などの問題があり後者の融解法では高純度ジルコニアを完全に分解することができなかった。そこでジルコニア及びジルコンが共に分解でき、ICPの多元素同時分析の特徴を生かすための新たな融解法を検討し、試料の分解、溶液化を図った。融剤の種類、量、混合比、融解温度などの検討結果より、不純物が少なく分解力の大きな融剤としてNa₂B₄O₇+Na₂CO₃ (2+3)が最適であった。

(3) 分析線の選定；Y、Al、Si、Ti、Fe、Ca、Mg、V各分析線の感度およびマトリックス(Zr)の影響を調査し、最適分析線を選定した。Al、Siの分析線の例をFig. 1に示す。Alの場合には、高感度線として鉄鋼分析によく用いられているAl I 396.15nmはZrのピークと完全に重なるため分析線としては不適当である。一方Al I 308.22nmにはZrの近接線やB.G.の増大がなく感度も良好(BEC 0.70μg/ml)なのでこれを分析線として用いることにした。Si I 251.60nmではZrのテーリングによるB.G.の増大が見られるので検量線にも相当量のZrを添加して影響をなくした。

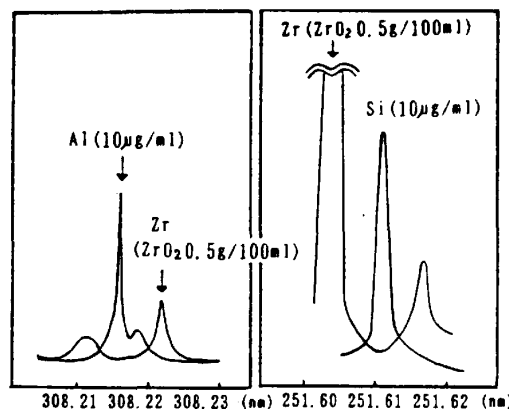


Fig.1 Profile of spectrum neighboring Al and Si lines

(4) 実際試料の分析；ジルコニア試料の分析結果をTable

1に示す。Y、Mg、Tiでは0.0001%オーダー、その他は0.001%オーダーまで良好な精度が得られている。さらに試薬ZrO₂と試料を混合した合成試料を作製して方法の正確さを確めた。

3. 結言

ジルコニア、ジルコン中の不純物を分析するため、アルカリ融解、ICP-インジェクション法を検討し、最適分析線の適用、高濃度塩溶液の直接分析により精度のよい分析法を確立した。

(参考文献) 1) 松村、黒河内、針間矢；鉄と鋼 70, S300(1984)

2) 石塚；第2回ICP発光分光分析講習会予稿集 3) JCRS102-1979

Table 1. Analytical results of zirconia (n = 5) %

Sample		Y	Si	Al	Mg	Ti	Fe	Ca *
1	\bar{X}	0.0024	0.0051	0.0021	0.0001	0.0216	0.083	—
	σ	0.0001	0.0005	0.0003	—	0.0007	0.002	—
2	\bar{X}	0.0007	0.011	0.0071	0.0023	0.0149	0.0020	0.0088
	σ	0.0001	0.001	0.0009	0.0004	0.0005	0.0003	0.0000
3	\bar{X}	0.086	0.072	0.025	0.0034	0.0529	0.049	0.031
	σ	0.001	0.005	0.001	0.0003	0.0009	0.001	0.003

* : analysed by AA (n = 3)