

(409) 誘導結合プラズマ発光分光分析法によるチタンおよびチタン合金中の不純物元素の定量

大同特殊鋼(株)中央研究所 藤根 道彦 成田 正尚  
 ○茂木 文吉

1. 緒 言

チタンおよびチタン合金中の不純物元素は、耐食性や強度に対して悪影響をおよぼし、その含有量の把握は品質管理上重要な課題である。本研究では、誘導結合プラズマ(ICP)発光分光分析装置により、チタンおよびTi-6Al-4V合金中の不純物元素の定量法について検討したので、以下に報告する。

2. 装置および試料調製方法

分析装置は、ICPV-1000である。分析液は次の操作により調製した。即ち、まず試料0.50gを硫酸(1+2)と塩酸(1+1)で分解する。次いで、硝酸を添加して硫酸白煙処理を行ない、水で塩類を溶解した後、定容(100ml)とする。なお、検量線用の試薬としては、それぞれ高純度金属(99.99%以上)を用いたが、マトリックスとしてのTiは、99.99%(レアメタリック社製)のものを更に磁気水銀陰極電解装置を用いてFe, Ni, Cr等を除去して使用した。

3. 結 果

(1) 検量線 Fe, Sn等の各元素の発光強度がAl, Vによって受ける影響を調査したところ、共存元素によってバックグラウンド或いはスペクトル線の重なりによる強度変化を受けることが判った。そこで、Ti, Ti-6Al-4Vの検量線は、各専用のものを作成することとした。なお、検量線の直線性はTi, Ti合金とも本実験範囲内( $Fe \leq 1\%$ , Sn, およびTiの場合のAl,  $V \leq 0.1\%$ , その他の元素 $\leq 0.02\%$ )では良好であった。

(2) 精度および正確さ 実際試料に種々の元素を段階的に添加したものをを用いて実験した。分析精度については発光強度法とTi内標準法の二方法について検討し、図1に示すように後者の方が優れていることを確認した。また、この分析精度から推定した定量下限を表1に示す。Tiのスペクトル線の重なりがあるV, Snでは、バックグラウンドが大きくなり定量下限はかなり高い。しかし、その他の元素ではいずれも10ppm以下であった。一方、正確さについての一例を表2に示す。いずれの元素も添加量と分析値との一致は良好であった。

以上の検討結果に基づき、本研究にて確立した分析法を工程分析へ適用した。

Table 1 Detection Limits(ppm)

Element	D. L.
Mn	0.3
Cu	2.7
Ni	6.6
Cr	1.2
Mo	7.2
Al	5.4
V	93
Sn	33
Zr	1.2
Fe	5.0
Y	0.3

Table 2 Accuracy of analytical value

Sample	Analy. Add.	Found Value (ppm)		
		20	50	100
Ti	Ni	19	50	99
	Mo	20	49	97
	Zr	21	50	101
	Y	20	52	99
Ti-6Al-4V	Ni	21	49	100
	Mo	19	49	97
	Zr	20	50	99
	Y	21	52	98

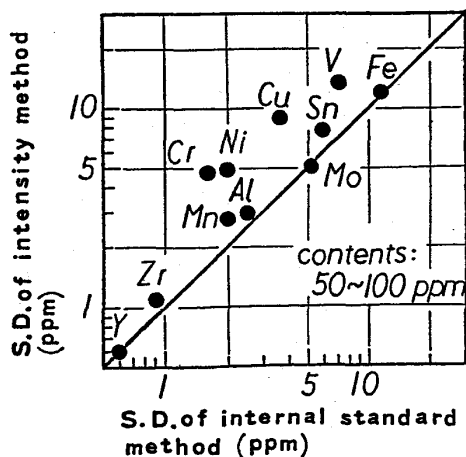


Fig. 1 Precision of analytical value