

難溶性白金－イリジウム二元系合金の酸溶解挙動の解析

○上本道久*)

1. はじめに

白金を主成分とする合金のなかで、白金族元素相互の二元系合金である白金－イリジウムは酸で溶解することが容易ではなく、溶液化にはまず合金化¹⁾または融解処理が必要とされる。最近では加圧容器で酸溶解を行うことも提案されている²⁾が、その溶解状況は明らかではない。これらの合金は高温の温度センサーやスパークプラグのみならず、心臓や脳への経皮的外科治療の際のガイドワイヤ、心臓ペースメーカーのリードワイヤなど、先端産業用材料としての需要が多く、厳密な組成分析による特性評価に向けた分析技術の確立が急務といえる。本研究では、数種類の白金－イリジウム合金について、最も基本的な開放系での王水による加熱溶解性の検討および部分溶解の際の分別挙動について検討を行った³⁾ので報告する。

2. 実験方法

質量分率 1, 3, 5, 7, 10 %のイリジウムを含む白金合金の圧延材 (0.2 mm 厚) を試料とした。0.3g を 1 枚の片として秤取し、100 cm³ のビーカーに入れて王水(1+1)20 cm³ を加えて時計皿で覆い、250~300 °Cの砂浴上で加熱した。一定時間 (20 分~100 分) 毎に溶液と残存片を分離した。前者は定溶して定量に供し、後者は乾燥の後に精秤して減量より溶解した重量を求めた。残存片に新たな王水溶液を添加し、完全に溶解するまで本操作を繰り返した。臭化水素酸などの他のハロゲン化水素酸を用いて溶解速度の比較検討も行った。Pt および Ir 含量は ICP-AES(Leeman Labs., PS1000-UV)にて定量した。また Pt および Ir の同位体比の測定には、二重収束型高分解能 ICP-MS (Finnigan MAT, ELEMENT)を用いた。

3. 結果と考察

部分溶解量の経時変化は三連であまり差異はなかった。溶解曲線を図 1 に示す。1%合金で延べ約 100 分、同 3 %で同約 180 分、同 5 %で同約 110 分、同 7 %で同約 280 分、同 10 %で同約 300 分の加熱の後に試料は完全溶解した。Ir 含量と溶解までの時間はほぼ相関しているものの、3%合金と 5%合金で順序は逆転した。他のハロゲン化水素酸について、Br₂+HBr および HBr+HNO₃ でその溶解状況を調べたところ、HCl+HNO₃ (王水) と比べて著しく遅く、王水が最も適当であることがわかった。部分溶解における元素の選択性について Pt/Ir 比を指標として検討した結果、誤差範囲内で選択的溶解は見られなかった。また、溶解フラクションの同位体比 (¹⁹⁴Pt/¹⁹⁵Pt および ¹⁹¹Ir/¹⁹³Ir) を測定した結果、やはり繰り返し精度の範囲内で分別は見られなかった。

4. まとめ

部分溶解において元素選択性や同位体分別がなければ、少量でも溶解した分だけを定量的にサンプリングすることで、同位体希釈-ICP 質量分析法による主成分の高精確定量への道が開ける。また部分溶解特性から材料の均質性評価を行うことも期待できる。

1) JIS H1702, イリジウム又はロジウム－白金合金分析方法 (1976). (1988 年廃止). 2) JIS H6312, ジュエリー用白金合金中の白金定量方法 (1998). 3) 上本道久、第 64 回分析化学討論会講演要旨集、3 (2003).

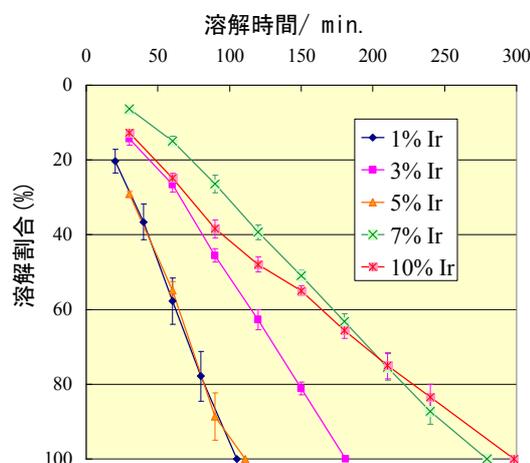


図 1 Pt-Ir 合金の溶解曲線

*) 材料グループ