

(507) 水素気流中加熱抽出分析法による炭化ケイ素中のフリー炭素の定量

新日本製鐵(株) 分析研究センター ○橋口栄弘, 大坪孝至
大分製鐵所試験分析室 秋山正行
素材第一研究センター 近藤次郎

1. 緒言

炭化ケイ素 (SiC) 粉末を焼成して焼結体を作るのに、炭素が焼結助剤として添加され、焼成後フリー炭素又はSiC以外の炭化物炭素として焼結体中に存在する。焼成前後の状態別炭素含有量を知ることが、焼結性の研究には不可欠であるが、これまで炭化ケイ素中の炭素の状態別分析法は確立されていなかった。今回、鉄鋼の状態分析に利用されてきた水素気流中加熱抽出法 (Hydrogen Hot Extraction 以下HHEと略す) を適用し、可能性を検討した。

2. 分析方法 (HHE法)

(1) 方法の概要: 試料を水素気流中で加熱昇温すると、試料中の炭素は水素と反応してメタンとして抽出される。その抽出される温度は炭素の存在形態によって異なるので、その温度差によって分別定量が可能である。

(2) 分析条件: 粉末試料 0.5 g を秤り入れた石英ボートを、赤外線加熱炉中の石英ガラス製炉芯管に入れる。炉芯管中に 200 ml/min の高純度水素を流しながら、赤外線で加熱昇温する。試料温度は試料近傍に挿入された WRe₅-WRe₂₆ 熱電対によって制御し、昇温速度は 100 °C/h とし、室温から 1200 °C まで加熱抽出する。

3. 実験結果

図 1 a) は HHE 法による炭化ケイ素試料からの CH₄ 抽出曲線である。400 °C から抽出が開始され、800 ~ 900 °C にピークが出現し、その後 1000 °C 以上になると漸増する。一度分析を終了した試料を、再度抽出曲線を求めた結果を図 1 b) に示す。初回の測定で出現したピークは再分析時には表れない。800 °C 以上の高温では CH₄ は抽出されている。a) のピークはフリー炭素が反応して抽出されるもので、b) の高温での抽出成分はマトリックスである SiC が分解して CH₄ を発生しているものと考えられる。

これを確認するために、炭化ケイ素試料中の炭素の存在状態を XPS により確認した。図 2 の上段が HHE 分析前の試料のスペクトルで、C の低エネルギーピークが SiC の炭素、高エネルギーピークがグラファイト炭素と考えられる。HHE 分析後の試料 (下段スペクトル) には高エネルギーピークが無く、フリー炭素 (グラファイト) は反応消失していることを示している。

4. 結論 HHE 法によって炭化ケイ素に含まれるフリー炭素の分別定量が可能である。

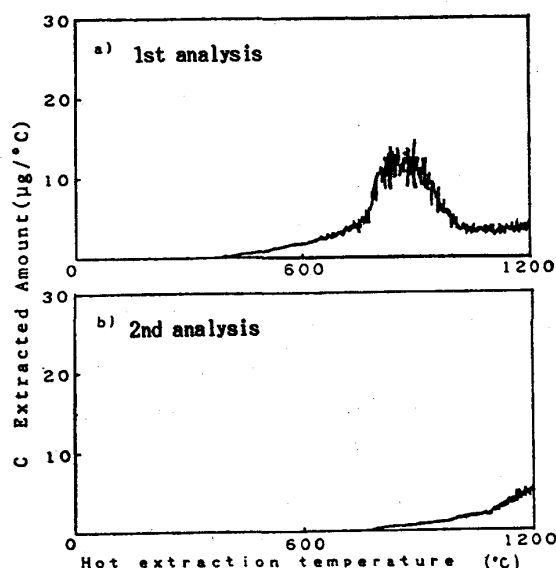


Fig.1. Hot extraction curve for silicon carbide

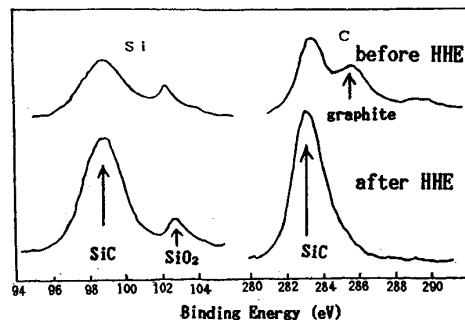


Fig.2. XPS spectra of silicon carbide before and after HHE analysis