

# ファインセラミックスの不純物分析技術

解説

石 塚 紀 夫\*

## Impurity Analysis of Fine Ceramics

Toshio ISHIZUKA

### 1. はじめに

今日、新素材、エレクトロニクス、バイオテクノロジーが先端技術の御三家として着目されている。その中で新素材として最も注目されているものにファインセラミックスがある。ファインセラミックスが陶磁器のような旧来からのセラミックスと異なるところは、天然の原料でなく、人工的に合成した原料を使用していることである。原料は十分に精選した高純度のものを使用し、成形、焼結のプロセスを精密に制御することが大切である。ファインセラミックスの品質向上や新製品の開発にとつて、原料から製品までのキャラクタリゼーション(特性評価)が欠かせない。キャラクタリゼーションのうち、分析化学的に取り上げなければならないものに化学組成がある。原料に含まれている不純物、成形・焼結プロセスから混入した不純物の種類、量によつては、ファインセラミックスの機能が望みどおりに発現しないことがある。そのため化学組成分析として、不純物分析が重要である。もちろん主成分分析も大切である。「何が?」(定性分析)、「どれだけ?」(定量分析)という見地から、主成分や不純物の化学組成を明らかにした次は、「どこに?」、「どういう状態で?」を知るため、表面・局所分析や状態分析がファインセラミックスの分析化学的なキャラクタリ

ゼーションとして必要となる。というのは、化学組成は問題なくても、ファインセラミックスの性能を発揮できないことが時々ある。上記の分析技術全体にわたつて述べることは、紙面の都合上難しいので、ここでは化学組成を主体とした分析技術とする。

代表的なファインセラミックスとして、酸化物系ではアルミナ、ジルコニアなどが、非酸化物系では窒化けい素、炭化けい素などがある。これらファインセラミックスの原料として 99.9~99.99% クラスの高純度のものが用いられるので、定量分析の対象となる不純物元素の濃度レベルは ppm オーダーのことがある。測定対象元素も多種類にわたるので、多元素を高感度に定量できる分析技術が必要である。誘導結合プラズマ(ICP)発光分析法は上の要求をかなり満たしている。著者らはここ数年、ICP 発光分析法を主武器にファインセラミックスの不純物分析を行つてきた。以下に、セラミックスの分析技術のうち、著者らの経験を元にして、ファインセラミックスの不純物分析を中心に述べる。

### 2. 分析技術の概要

ファインセラミックスの化学組成を知る分析技術の主なものを表 1<sup>1)</sup> に示す。対象試料中目的成分の量、所要精度などに応じて、表 1 に示す種々な方法を使い分ける。

表 1 化学組成分析法

分析方法	物理的内容	対象	試料	感度	精度(%)
化学分析法	滴定, 重量測定	主成分 微量成分	液体(D)	$10^{-2}$ mol $10^{-5}$ mol	0.01 0.1
吸光度法	光吸収	微量成分	液体(D)	$5 \times 10^{-4} \sim 0.1$ ppm	5~10
ポーログラフ法	電流-電圧特性	微量成分	液体(D)	$1 \times 10^{-4} \sim 0.1$ ppm	5~10
炎光分析法	発光スペクトル	微量成分	液体(D)	$2 \times 10^{-3} \sim 0.1$ ppm	1~10
原子吸光法	吸光スペクトル	微量成分	液体(D)	$1 \times 10^{-3} \sim 0.1$ ppm	1~10
アーク, スパーク発光分析法	発光スペクトル	微量成分	固体(D)	0.1~100 ppm	5~10
ICP 発光分析法	発光スペクトル	微量成分	液体(D)	0.1~10 ppb	1~5
蛍光 X 線分析法	特性 X 線	主成分 微量成分	固体及び液体(N)	10~100 ppm	0.01~0.1 5~10
スパークイオン源質量分析法	質量対電荷比	微量成分	固体(D)	0.10~0.1 ppm	半定量
中性子放射化分析法	$\alpha$ 線, $\beta$ 線, $\gamma$ 線	微量成分	固体(N)	$10^{-3} \sim 100$ ppm	2~10
元素分析法	ガス化抽出	主成分 微量成分	固体(D)	0.01~0.1 ppm	1~5

D: 破壊分析 N: 非破壊分析

昭和 63 年 12 月 26 日受付 (Received Dec. 26, 1988) (依頼解説)

\* 名古屋工業技術試験所化学部 工博 (Chemistry Department, Government Industrial Research Institute, Nagoya, 1 Hirate-cho Kita-ku Nagoya 462)

Key words : fine ceramics ; alumina ; zirconia ; silicon nitride ; silicon carbide ; impurity analysis.

主成分分析には主として重量分析、容量分析といった化学分析法がとられる。またときには蛍光X線分析法がとられる。微量成分の分析には原子吸光法、吸光光度法がよく普及している。しかしこれら方法では高純度なファインセラミックス原料などを対象にして微量不純物の定量を行いたいという要望を、必ずしも満たすことができなくなっている。そのため最近普及の著しい ICP 発光分析法が大いに期待されている。特定元素に限れば、ポーラログラフ法も高感度な方法である。中性子放射化分析法は多くの元素に対して高感度な方法であるが、放射線対策の関係上、装置の設置に制約があり、一般の研究所、事業所などに手軽に設置できるものではない。この中性子放射化分析法や元素分析法は窒化けい素、炭化けい素のような非酸化物系ファインセラミックス中の酸素分析に威力を発揮できる。

表1に示す方法のうち、アーク、スパーク放電発光分析法、蛍光X線分析法、スパークイオン源質量分析法、中性子放射化分析法、元素分析法は固体試料のままでも分析できる。一般にセラミックス試料は溶液化するのが難しい場合が多い。溶液試料を対象とした分析法では、分析操作時間の多くを試料の溶解に割かざるを得ないことがある。固体試料のまま分析できれば非常に楽であるが、標準試料を必要とする。あいにくファインセラミックスに関しては、実際の試料に対比できる標準試料の入手が困難である。そのため現状では、特別な標準試料を必要としない溶液試料を対象とした分析技術に頼らざるを得ないことになる。

以下に表1に示す各分析法の原理、特徴を簡単に述べる。

(1)重量分析法 定量分析法の一つで、定量しようとする成分を一定の組成の純物質として分離し、その重量をはかつて、試料中に含まれる目的成分の量を求める分析法である。溶液中の目的成分を適当な沈殿剤を加えて沈殿させ、濾別して母液から分け、強熱して乾燥したのち秤量する方法が最も広く行われる。主成分元素(1~100%)の正確な定量に適した方法である。ファインセラミックス関連では、アルミニウムは  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、けい素は  $\text{SiO}_2$ 、ジルコニウムは  $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{ZrP}_2\text{O}_7$  などとして秤量される。

(2)容量分析法 標準溶液で一定量の試料溶液を滴定し、終点までに要した体積から目的成分の定量を行う方

法をいう。滴定反応が迅速、定量的に行われ、終点の判定が容易な場合に可能であり、化学反応の種類、終点反応法などにより種々な名称で呼ばれている。終点の判定には溶液の呈色(指示薬滴定、光度滴定)、電気的な量(電位差滴定)、温度(温度滴定)などの変化が利用される。また化学反応の種類によりキレート滴定、中和滴定、沈殿滴定、酸化還元滴定などの区別がある。

(3)吸光光度法(図1) 溶液試料中に含まれる成分は一般に、それぞれ成分特有の光を吸収する。光が吸収される割合、すなわち吸光度を測定すれば目的成分の定量を行うことができる。吸光度  $A$  がランベルト-ベールの法則により試料中目的成分の濃度  $C$ 、厚さ  $d$  に比例する ( $A = \epsilon Cd$ ) ことを定量法の基礎においている。

(4)ポーラログラフ法(図2) 適当な作用電極(例えば滴下水銀電極)を使つて、これに印加する電圧を変えながら試料液を通して流れる電流との関係を調べ、試料液中の化学成分に関する知見を得て、定性分析、定量分析を行う方法である。

(5)炎光分析法(図3) 炎の中に溶液試料を噴霧して発光させ、その光を光源とする発光分析をいう。用いられる波長は可視部及び近紫外部であり、試料は主として熱的に励起される。炎の温度は一般に  $2000\sim 3000\text{ K}$  程度の比較的低温であり、励起エネルギーの低いアルカリ、アルカリ土類元素の分析に適している。

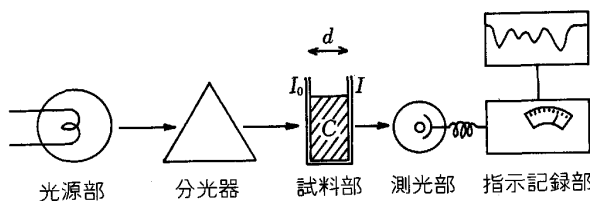


図1 分光光度計

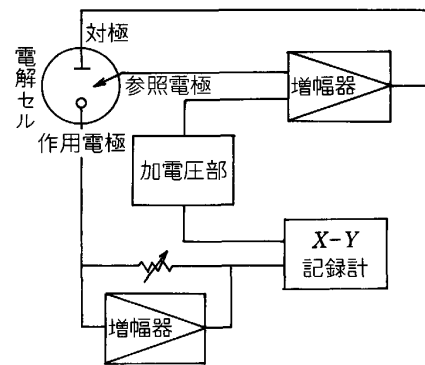


図2 ポーラログラフ

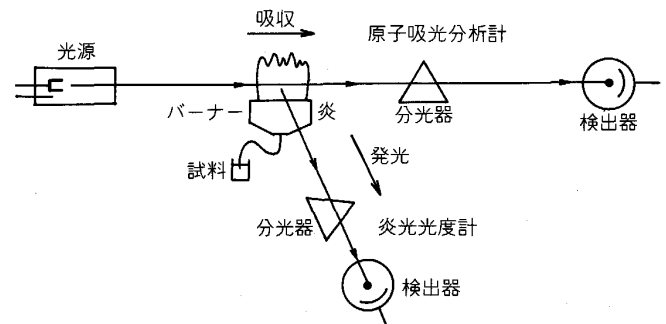


図3 炎光光度計及び原子吸光分析計

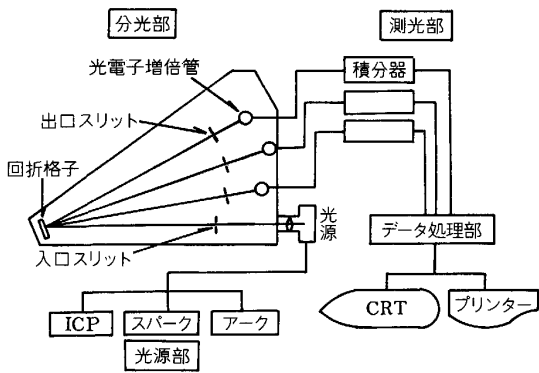


図 4 発光分析装置

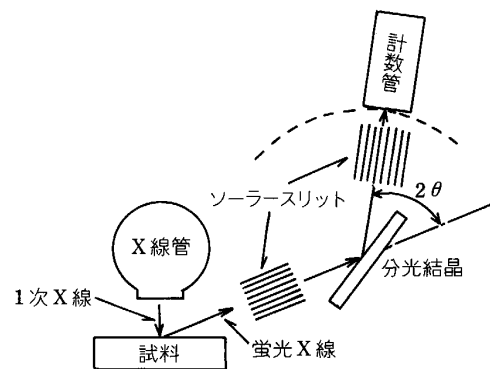


図 6 蛍光 X 線分析計

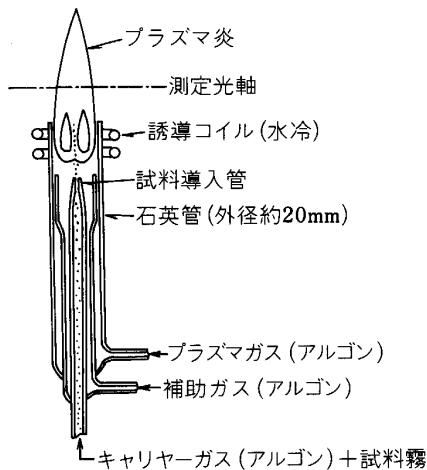


図 5 ICP トーチ

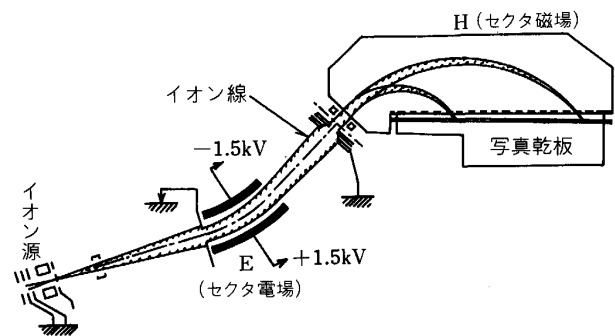


図 7 スパークイオン源質量分析計

(6)原子吸光法(図3) 光が原子蒸気の層を透過するとき、基底状態にある原子が励起されるが、そのために起こる吸収の強さを利用して定量分析を行う方法。原子蒸気は試料溶液をガス炎などの中に噴霧して作る。光源として、多くは定量目的元素と同じ波長の光を放射する中空陰極ランプを用いる。アルカリ、アルカリ土類元素、亜鉛、カドミウム、銅、マンガン、銀などの微量分析に適している。

(7)アーク、スパーク放電発光分析法(図4) アークやスパーク放電を用いて分析試料を励起させ、発光したスペクトル線を測定して、試料中に含まれる元素の種類を判定(定性分析)し、その強度から各元素の含有量を定量する分析法。分析試料は固体、液体いづれでもよい。アーク放電は微量分析に優れ、定性分析には欠くことができない。しかし定量精度があまりよくなく、セラミックスの定量分析法としては難点がある。スパーク放電は金属試料の迅速分析に優れている。

(8)ICP 発光分析法(図4, 図5) 放電管(ICP トーチ)のノズル部で、アルゴンなどのキャリアーガスに高周波発生装置の誘導コイルからのエネルギーを与えて、

放電プラズマを発生させる。そこへ溶液試料を噴霧導入して励起し、これを光源とする発光分析法である。アーク、スパーク放電よりもマトリックス効果や共存元素の影響が少ない。多数の元素に対して高感度で、定量濃度範囲(ダイナミックレンジ)が3~5桁と広く、かつ同時定量が可能である。また分析精度も優れている。

(9)蛍光X線分析法(図6) 試料をクロムやタンゲステンのX線で照射すると、試料中の元素に固有な蛍光X線が放射される。これを回折結晶及びX線検出器を備えたX線分析計により、各波長ごとに強度を記録する。このX線スペクトルから定性・定量分析を行う。

(10)スパークイオン源質量分析法(図7) 試料とグラファイト粉を混ぜた電極を作製し、スパーク放電により試料をイオン化する。このイオンを一定速度に加速し、電場・磁場で曲げて質量スペクトルを得て、未知の元素の存在(定性分析)と含有量(定量分析)を知る方法である。全元素を高感度(ppb オーダー)に微量分析できるが、定量精度に問題がある。

(11)中性子放射化分析法 試料に中性子を照射し、原子核反応を起こして、生成放射性核種の放射能のエネルギー特性や強度を調べることによつて定性分析や定量分析を行う。利用される核反応は(n, γ)反応が最も多い。中性子源に原子炉を用いれば、約70種の元素の微量分析が可能であり、10<sup>-10</sup>g以下の極微量に適用できるものもある。

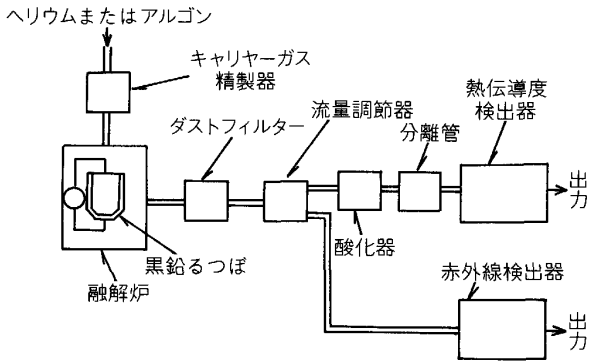


図 8 元素分析装置 (酸素, 窒素用)

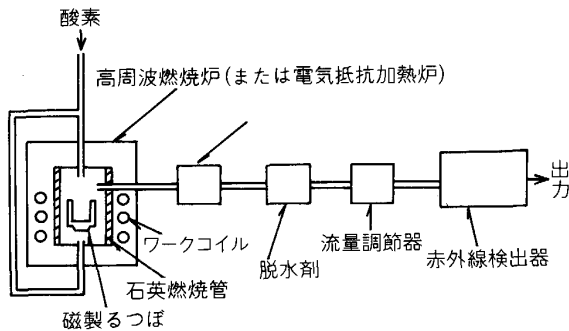


図 9 元素分析装置 (炭素用)

(12)元素分析法 (図 8, 図 9) 金属やセラミックスなどの固体試料を高温度で融解, 燃焼させることにより対象成分 (非金属成分) をガス化させ, 検出器へ導いて定量する方法. 酸素, 窒素の分析では図 8 に示すように, ガス化の方式として黒鉛るつばに直接大電流を通じ, そのジュール熱を利用した不活性ガス融解法がある. 検出方式には赤外線吸収法, 熱伝導度法を用いる. 炭素の分析では図 9 に示すように, 高周波燃焼法 (遊離炭素のときは電気抵抗加熱法) と赤外線吸収法の組合せが主に用いられる.

### 3. 試料処理

#### 3.1 試料粉砕

ファインセラミックス原料のように最初から粉末状の試料は, そのまま試料分解操作に入れるが, 焼結体の場合, 試料片が大きいと試料分解が不完全であったり, あるいは長時間を要することになる. そこで試料片を適当な大きさまで粉砕しなければならない. 粉砕にはめのう, アルミナ, 炭化タングステン, 炭化ほう素などの硬質の乳鉢や粉砕容器が用いられる. 試料粉砕のときに気を付けねばならないことは, 粉砕容器からのコンタミネーションである. 表 2<sup>2)</sup> に, 二酸化けい素を種々な粉砕容器で粉砕した際のコンタミネーションの例を示す. 粉砕容器の材質成分のほかに, 微量成分によるコンタミネー

表 2 粉砕の際のコンタミネーションの例

粉砕器材質	主なコンタミネーション (ppm)
炭化タングステン [WC(96%)-Co] (モース硬度 9)	Co32, Ti124
アルミナ [Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ] (モース硬度 9)	Al>2000, Cr225, Fe9, B2, Ga3, Mn1
アルミナ・セラミックス [Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 96%]	Al>2000, Cu3, Fe34, Ga21, Li1, Ti11, Zn3
めのう [SiO <sub>2</sub> ] (モース硬度 7)	B2, Cu1
炭化ほう素 [B <sub>4</sub> C] (モース硬度 9)	B23, Cu2, Zn2

二酸化けい素を>200 メッシュから<100 メッシュに粉砕

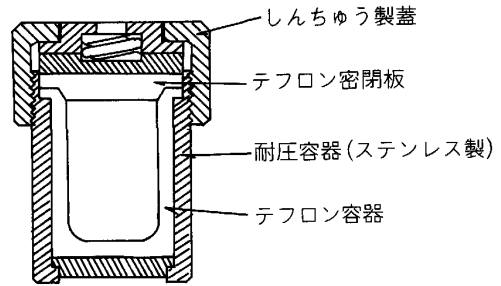


図 10 テフロン加圧分解容器

ションが見られる.

試料粉砕した容器をクリーニングしても, 付着した試料成分を完全に除去できないので, その容器を使って他種試料を粉砕すると, 前の試料成分によるコンタミネーションが問題となる. そのため同一容器による他種試料粉砕は避けた方がよい. 数個の粉砕容器を用意しておき, 個々に同種試料専用とすることが必要である. また一回目と二回目の粉砕では, 粉砕容器によるコンタミネーションの程度が異なる. 一回目はコンタミネーションが非常に大きい. そこで最初に予備粉砕を行って, その内容物を捨ててから, 本粉砕に入るのも容器からのコンタミネーションを小さくする方法である.

#### 3.2 試料分解

ファインセラミックスといつても, 旧来のセラミックスの分解法と大した違いはない. 分解法を大別すると, 表 3 に示すように酸分解法と融解法がある. 金属試料は酸で簡単に分解できるものが多いが, ファインセラミックス試料では原理的に酸分解が可能であっても, 厳しい条件でないと完全に分解できないことがある. 厳しい条件下で分解する方法として, テフロン加圧分解容器 (図 10) による加圧酸分解法がある. これはテフロン容器に試料と酸を入れて密封し, 金属製耐圧容器にセットして加熱し, 加圧酸分解を行うものである. これによると大気開放下では酸分解が困難なものでも分解が可能となることが多い. 試料分解には表 3 に示す無機酸単独, あるいは混酸が用いられる. この加圧酸分解法は最初鉍石, 岩石などの地球化学的試料の分解に用いられていたが, 最近ではファインセラミックスの分解にも用いられてい

表 3 試 料 分 解

試 薬	容 器
酸分解 塩酸、硝酸、硫酸、りん酸、過塩素酸、ふつ化水素酸、及び混酸 融解 炭酸ナトリウム、水酸化ナトリウム、過酸化ナトリウム、ほう酸リチウム、メタほう酸リチウム、ピロ硫酸カリウム、炭酸リチウム-ほう酸	石英ビーカー、白金皿、テフロン加圧分解容器 石英ビーカー、白金るつば、ジルコニウムるつば、ニッケルるつば

る。  
 酸分解できない場合は融解法を採用する。これは白金るつば、ニッケルるつば、ジルコニウムるつばなどに試料と融剤を入れ、高温で融解して試料を分解する方法である。次いでこれを酸などに溶解して溶液化する。融解法で用いる融剤は表3に示すようなものがある。試料の性質によって融剤を使い分ける。試料が酸性物質のときは塩基性の融剤を、塩基性物質のときは酸性の融剤を用いる。るつばは融剤により侵されることがあるので、融剤の種類によって使い分ける必要がある。例えば水酸化アルカリ、過酸化アルカリ融解では白金るつばは侵される。このときはニッケルるつばやジルコニウムるつばを用いる。

ファインセラミックス試料に対して酸分解、融解いずれの分解法を採るにしろ、試料分解のときに用いる容器からのコンタミネーションには注意を払わなければならない。酸分解にガラス製容器を用いると、ガラス成分がわずかであるが溶出することがあるので、できるだけガラス製容器の使用は避けるべきである。酸分解を前述のテフロン加圧分解容器を用いて行う場合、テフロンは無機成分をほとんど含んでいないため、テフロン容器からのコンタミネーションはまず問題とならない。融解法においては、るつばからのコンタミネーションが酸分解のとき以上に問題となる。融解操作中にるつば主成分はいうに及ばず、不純物成分も試料中に混入してくる。例えば白金るつばを用いた場合、鉄のコンタミネーションが問題となる<sup>3)</sup>。

試料分解においては、分解に用いる試薬によるコンタミネーションも問題であるので、当然不純物含有量の少ない高純度な試薬を用いる必要がある。酸に関しては純度、価格の面から高純度なものの入手は比較的容易である。融剤に関しては市販の試薬特級クラスの純度では不十分である。高価であつてもさらに高純度なクラスのものが必要である。以上、酸と融剤の純度、価格を比較した場合、酸のほうの入手が容易である。またテフロン加圧分解容器を用いる加圧分解法は分解操作時のコンタミネーションが問題とならない。それゆえ試料分解に当たってはまず酸分解を検討し、やむを得ないときに融解法を採用すべきである。

#### 4. ファインセラミックスの分析

ファインセラミックスの分析は分析対象とする試料が酸分解できるかどうか、できるとしたらどんな酸によって分解できるかどうかの検討から始まる。酸分解可能なが分かつたら、分解条件を検討する。酸分解できないことが分かつたら、融解法での分解条件を検討する。著者らは種々なファインセラミックスを分解、溶液化し、含有する金属不純物を ICP 発光分析法で定量してきた。また非金属不純物は元素分析法で定量した。以下に著者らが行つた経験を中心に述べる。

##### 4.1 金属不純物

著者らが今まで手掛けてきた種々なファインセラミックスのうち、ここでは代表例としてアルミナ、ジルコニア、窒化けい素、炭化けい素をとりあげる。上記試料の分析操作図をそれぞれ図 11~図 14<sup>3)~6)</sup>に示す。

アルミナはりん酸、りん酸-硫酸により 350°C の温度では、常圧下で分解可能であるが、分解容器(石英ビーカー、白金皿など)からのコンタミネーションが懸念される。また安価な高純度りん酸の入手も困難である。加圧酸分解法を採用した場合、塩酸、ふつ化水素酸により 250°C の温度で分解可能である。しかしこれら酸の蒸気圧が高いため、テフロン加圧分解容器の使用許容温度及び内部圧から判断すると、容器内部が高圧になり危険を伴う。著者らは硫酸による加圧酸分解法を検討したところ、図 11 に示すような条件でアルミナ試料が完全に分解できることが分かつた。硫酸による分解速度は塩酸、ふつ化水素酸より速い。またこれらの酸より蒸気圧が低いので、加圧酸分解の際の危険性は低い。濃硫酸よりは希硫酸の方がアルミナに対する溶解能力が高い。図 11 に従つて純度が 99.99% クラスのアルミナ試料を ICP 発光分析法、原子吸光法で分析した結果の一例を表 4 に示す。ppm レベルの不純物の定量が可能であることが分かる。

ジルコニアは図 12 に示す硫酸のほかに、ふつ化水素

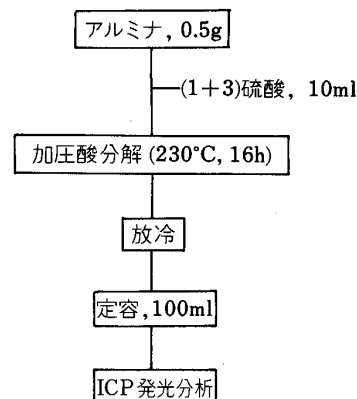


図 11 アルミナの硫酸分解操作

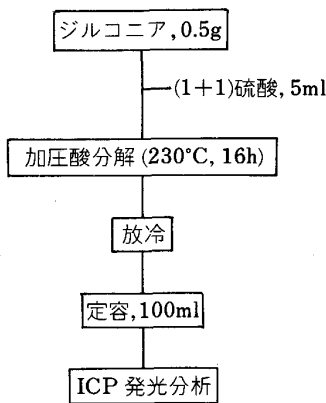


図 12 ジルコニアの硫酸分解操作

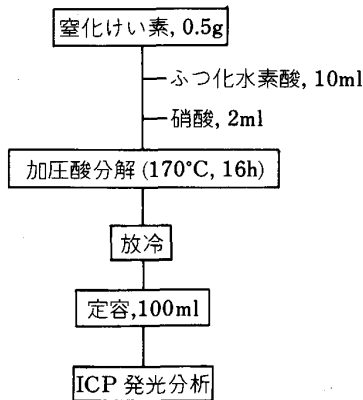


図 13 窒化けい素のふつ化水素酸分解操作

表 4 高純度アルミナの分析結果例

不純物元素	不純物濃度 (ppm)
B	<0.9
Ca	2.4±0.2
Cr	<1
Cu	1.8±0.6
Fe	14.1±2.4
Ca	9.3±0.4
Mg	5.1±0.1
Mn	0.4±0.1
Na	16.0±0.7
Si	<3
Ti	0.5±0.1

各数値は、平均値±標準偏差

酸によつても加圧酸分解できる。ふつ化水素酸による分解は硫酸より容易に進行し、150°C、5 h の反応条件で分解できる。しかし ICP 発光分析で用いる ICP トーチは一般に石英製なので、試料溶液中にふつ化物イオンが存在すると、トーチの腐食が問題となる。マスキング剤としてほう酸を添加するものの、マスキング効果は完全でないため、ジルコニア中微量けい素を定量するときに定量値のばらつきなどの問題がある。またイットリア (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) を含んでいる部分安定化ジルコニア試料を分解する場合、ふつ化水素酸分解を行うと YF<sub>3</sub> の沈殿が生

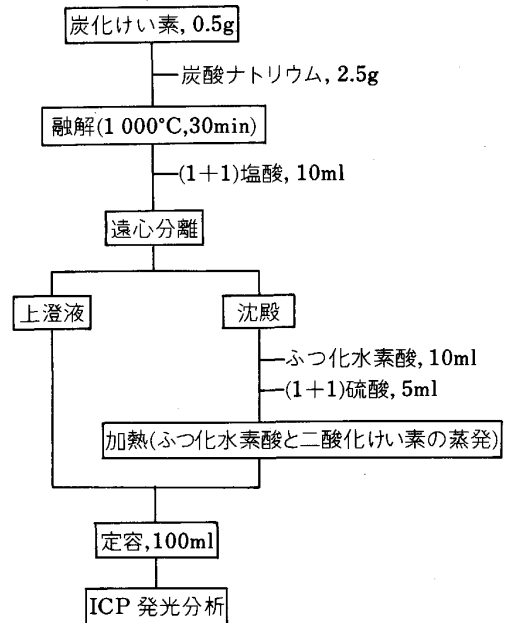


図 14 炭化けい素のアルカリ融解操作

表 5 不純物元素の検出限界 (ppm) と測定波長 (nm)

不純物元素	ファインセラミックス			
	アルミナ ppm (nm)	ジルコニア ppm (nm)	窒化けい素 ppm (nm)	炭化けい素 ppm (nm)
Al		8 (394.4)	5 (396.2)	6 (396.2)
B	0.9 (249.8)		0.8 (249.8)	0.9 (249.8)
Ba			0.1 (455.4)	0.3 (455.4)
Ca	0.07(393.4)	0.2 (393.4)	0.04(393.4)	0.3 (393.4)
Co			2 (228.6)	
Cr	1 (267.7)		1 (267.7)	1 (267.7)
Cu	1 (324.8)		1 (324.8)	1 (324.8)
Fe	0.9 (238.2)	2 (239.6)	1 (238.2)	1 (238.2)
Hf		5 (277.3)		
Ga	7 (294.4)			
Mg	0.03(279.6)	0.08(279.6)	0.04(279.6)	0.2 (279.6)
Mn	0.2 (259.4)	0.3 (259.4)	0.1 (257.6)	0.2 (257.6)
Mo			2 (202.0)	2 (202.0)
Na	2 (589.6)	5 (589.6)	2 (589.6)	
Ni			2 (231.6)	2 (231.6)
Si	3 (251.6)	4 (251.6)		
Sr			0.04(407.7)	0.05(407.8)
Ti	0.4 (334.9)	1 (336.1)	0.4 (334.9)	0.5 (334.9)
V			1 (292.4)	1 (292.4)
W			10 (207.9)	7 (207.9)
Zn			0.6 (202.6)	0.5 (202.6)
Zr			0.8 (343.8)	1 (343.8)

じるので、沈殿溶解操作が必要となる。これからも硫酸分解法がよい。それゆえ硫酸分解できないジルコニア試料のときにふつ化水素酸分解を行うべきである。これらいずれの酸によつても分解が完全にいかない試料では、硫酸アンモニウム-硫酸による分解法がある (試料量 0.2 g に対し、硫酸アンモニウム 4 g, 硫酸 8 ml を加え、400~500°C で融解)。

窒化けい素はふつ化水素酸により分解されるが、加圧酸分解では一般にふつ化水素酸-塩酸、ふつ化水素酸-硝酸などの混酸が用いられる。著者らはふつ化水素酸-硝酸を用いているが、これは JIS R 1603-1987 (ちつ化けい素粉末の分析方法) でも採用されている方法である。

加圧酸分解後、ふつ化水素酸やヘキサフルオロけい酸を揮散させる操作をとると、不純物としてのほう素が三ふつ化ほう素として一緒に揮散してしまうので、図 13 に示すように分解試料液を直接に ICP 発光分析する。この際、ICP トーチはふつ化物イオンにより腐食されるので、専用のトーチを用意する。

炭化けい素はいかなる酸によつても分解できないので、融解法を採用する。著者らは融剤として炭酸ナトリウムを用い、図 14 に示すような分析操作図を作成した。

表 5 には著者らが図 11～図 14 の操作図に従つて得た金属不純物元素の検出限界を示す。本法ではサブ ppm～ppm レベルが検出可能であることが分かる。

#### 4.2 非金属不純物

窒化けい素、炭化けい素のような非酸化物系ファインセラミックスでは、酸素、炭素（遊離炭素）のような非金属不純物の定量が重要である。これら不純物の定量は 2 章で述べた元素分析法（ガス分析）によつて行われる。元素分析法は金属中ガス成分の分析法として普及しているものであり、そのノウハウをそのままセラミックス試料に適用することはできない。

不活性ガス融解法（図 8）により酸素を定量するとき、鉄鋼試料では黒鉛るつばに試料だけを入れて加熱融解すれば、試料中酸素は完全に抽出、ガス化が可能である。しかしセラミックスの場合、完全抽出のためには必ず、ニッケルなどのフラックス（融剤）や炭素粉末を入れてやる必要がある。

炭化けい素に含まれる遊離炭素を定量するときは、炭化けい素の酸化が起こらず、遊離炭素のみが酸化する温度（850～900℃）で酸素気流中で加熱燃焼させて、発

生した二酸化炭素量を測定する。このとき炭化けい素の一部が酸化され二酸化けい素になる。このため試料の重量変化による補正法が必要である<sup>7)</sup>。

### 5. おわりに

本稿の執筆を依頼されたときのテーマは「セラミックスの分析技術」ということであつたが、限られた紙面にまとめることは難しかつたので、テーマを絞つて「ファインセラミックスの不純物分析技術」という内容にした。その理由はより高性能なファインセラミックスを得るために、原料粉末の高純度化が指向されており、不純物の種類、量が性能に著しく影響を及ぼすので、不純物分析がファインセラミックスのキャラクタリゼーションとして非常に大切であるという観点に立っている。内容は著者らの経験を中心とした。テーマをかなり絞りこんだつもりでも、何かまとまりのないものになつたのではないかと懸念している。本稿が今後ファインセラミックスの分析を手掛けようとしている方、それに興味を持つている方の参考になれば幸いである。

### 文 献

- 1) 内川 浩: セラミックス材料技術集成 (1979), p. 197 [産業技術センター]
- 2) 水池 敦: ぶんせき (1980) 5, p. 314
- 3) 森川 久, 飯田康夫, 石塚紀夫, 横田文昭: 分析化学, 34 (1986), p. 636
- 4) 石塚紀夫, 上叢義則, 柘植 明: 分析化学, 34 (1985), p. 487
- 5) 石塚紀夫, 上叢義則, 柘植 明: 分析化学, 33 (1984), p. 486
- 6) 石塚紀夫, 上叢義則, 柘植 明: 分析化学, 33 (1984), p. 576
- 7) 柘植 明, 上叢義則, 石塚紀夫: 窯協, 94 (1986), p. 661