

(397) 連続昇温—燃焼赤外線吸収法による炭化ケイ素中の遊離炭素定量法

新日本製鐵(株) 分析研究センター

○小野田 維, 稲本 勇

素材第一研究センター

近藤 次郎

1. 緒 言

ファインセラミックスのひとつである炭化ケイ素は、微粉末を焼成して焼結体を作る過程で炭素が焼結助剤として添加され、焼成後は遊離又は炭化物として炭化ケイ素マトリックス中に存在する。

焼結反応の研究において、焼結前後の状態別炭素量の把握が重要であるが、確立された分析法が無く種々の試みがある。当社においても水素雰囲気における連続昇温抽出法の適用可能性を報告した¹⁾が今回、酸素雰囲気における連続昇温抽出を試みた。(Oxygen Hot Extraction 以下OHEと略記)

2. 分析方法

- (1) 方法の概要： 試料を酸素気流中で連続的に加熱昇温すると、試料中の炭素は酸化されてCO₂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り異なるので、その温度差によって分別定量が可能である。今回の実験では連続昇温が設備上出来なかったため、段階的昇温を行った。
- (2) 分析条件： 粉末試料0.04 gを石英ボートに秤り取り、抵抗体加熱式の石英製燃焼管内に装入する。つぎに、燃焼管内に高純度酸素を流しながら50℃刻みで段階的に昇温し、赤外線吸収法により昇温毎に定量を繰り返し、抽出曲線を得る。

3. 実験結果

図1は、OHE法による炭化ケイ素試料からの抽出曲線である。500℃から抽出が開始され、650℃～750℃に、ピーク(a)が出現し、その後850℃以上になると漸増する。ピーク(a)が遊離炭素であることを調べるために、あらかじめ水素雰囲気中で遊離炭素を還元除去した炭化ケイ素を同じ方法で抽出曲線をとったところ、ピークはあらわれなかった。そこで図中斜線部を遊離炭素の定量域とし、別途黒鉛粉末を基準物質に使用してOHE法においてピーク面積と炭素量の検量線を求め定量計算を行った。8ヶの炭化ケイ素試料について850℃、5 min 燃焼時の赤外線吸収法による定量値と、OHE法との比較結果は、図2に示すように、前者が高値を示した。

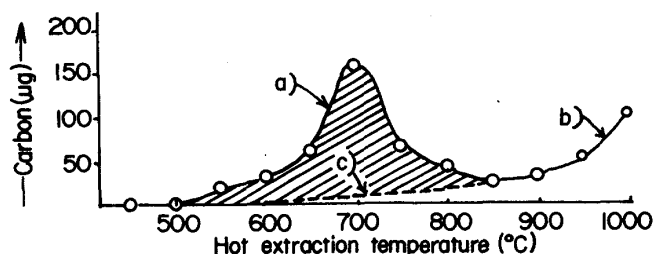


Fig.1 Oxygen Hot Extraction curve for silicon carbide

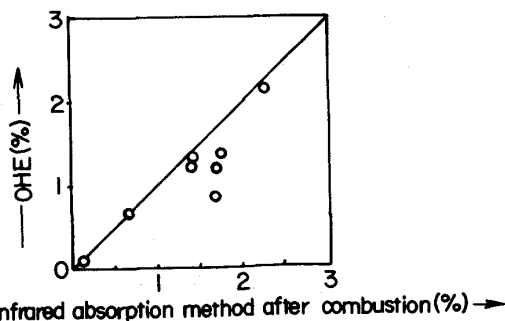


Fig.2 Comparison between OHE and conventional combustion method

参考文献

- 1) 橋口, 大坪, 秋山, 近藤: 鉄と鋼, 72, S1299 ('86)