

日本鋼管(株)中央研究所 ○平谷 晃 千野 淳

工博 井樋田 睦

1. 緒言

セラミックスはその優れた特性のため、次世代の材料として注目されている。このセラミックスは原料である粉末の純度及び不純物の含有量が、焼結体の諸特性に大きな影響を与えるため、原料粉末の評価を正確にしかも迅速に行なう必要がある。今回は、セラミックスの主成分となる酸化物、窒化物及び炭化物を選び、それらの粉末中に含まれる酸素、窒素の定量法について、種々の検討を行なったので、その結果を報告する。

2. 実験方法

装置は堀場製作所製セラミックス中酸素・窒素同時分析装置EMGA-2800を使用した。本装置は、不活性ガス融解法によって試料中の酸素、窒素をCO及びN₂として抽出し、それぞれ赤外吸収法及び熱伝導度法によって検出する。装置の校正は、CO、N₂の高純度ガス及び標準試料により行なった。まず、各種粉末の高純度試薬を用いて、粉末を封入するカプセル及びフラックス金属の組成を変化させた際の理論値に対する抽出率から、最適な浴組成を求めた。更に、抽出温度、抽出時間、試料重量の影響を調べ、正確な抽出条件を決定した。

3. 実験結果

- Fig-1 及び Fig-2 に酸化物のNi-Sn浴での酸素の抽出率に対する、Sn添加量及び抽出温度の影響を示した。アルミナ以外の酸化物はNi:Sn=1:1、抽出出力6000W(約2400℃)で100%の抽出率が得られた。これに対しアルミナはNi-Sn浴では完全に抽出出来ず、更にFeを加えて、抽出出力7000W(約2600℃)、抽出時間50秒とする必要がある。
- Fig-3 に窒化物中窒素のNi-Sn浴中のSn量による抽出率の変化を示した。この図より窒化物はNi:Sn=1:1の条件で完全に分解出来る。また抽出出力は6000W、抽出時間は30秒が最適であった。
- 炭化物中の酸素・窒素はNi単独浴により精度良く抽出出来る。

4. 結言

本研究によって、セラミックス材料粉末中の酸素・窒素の抽出条件を、Table-1の様に決定した。本法を実試料に適用し、現在迅速な分析が行なわれている。

Table-1. Conditions for extraction of oxygen and nitrogen in powder of ceramics

	Sample wt.	Capsule	Flux(g)	Power	Time
Si ₃ N ₄	20-30(mg)	Ni(0.5g)	Sn(0.5)	6000(W)	30(sec)
TiN	20-30(mg)	Ni(0.5g)	Sn(0.5)	6000(W)	30(sec)
BN	20-30(mg)	Ni(0.5g)	Sn(0.5)	6000(W)	30(sec)
AlN	20-30(mg)	Ni(0.5g)	Sn(0.5)	6000(W)	30(sec)
Al ₂ O ₃ ⁺	15-20(mg)	Ni(0.5g)	Sn(0.25)/Fe(0.15)	7000(W)	60(sec)
SiO ₂	15-20(mg)	Ni(0.5g)	Sn(0.5)	6000(W)	30(sec)
TiO ₂	15-20(mg)	Ni(0.5g)	Sn(0.5)	6000(W)	30(sec)
ZrO ₂	15-20(mg)	Ni(0.5g)	Sn(0.5)	6000(W)	30(sec)
SiC	50(mg)	Ni(0.5g)	—	6000(W)	30(sec)
TiC	50(mg)	Ni(0.5g)	—	6000(W)	30(sec)

+ use double crucible

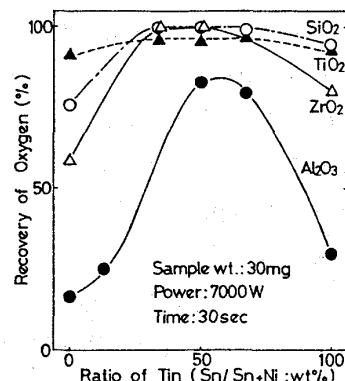


Fig-1. Effect of the ratio of tin in nickel tin bath on the extraction of oxygen in oxides

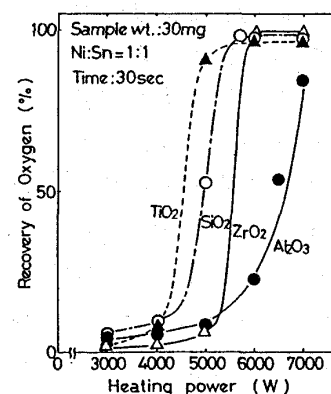


Fig-2. Effect of temperature on the extraction of oxygen in oxides

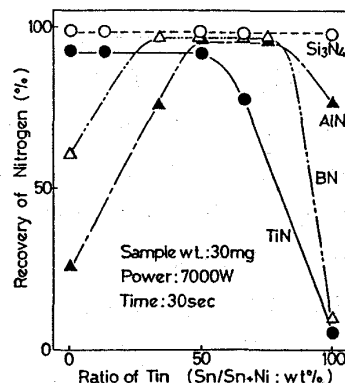


Fig-3. Effect of the ratio of tin in nickel tin bath on the extraction of nitrogen in nitrides