

ファインセラミックス用炭化けい素の環境影響成分分析

Application Flash

1. 緒言

セラミックス試料の分析は、原料の主成分ならびに%オーダーの不純物定量がほとんどであり、試料の分解には酸分解や融解法が使用される。また、ファインセラミックスでは、高純度原料中の ppm オーダーでの不純物定量が求められるため、前処理に使用する試薬や環境影響によるコンタミネーションを避ける方法として加圧分解容器を用いて密閉された加圧下で酸分解することが多い。本報では、ファインセラミックスの原料として用いられる炭化けい素微粉末中の環境影響成分の分析事例を紹介する。

2. 実験

2.1. 試料調製

試料 0.5g を加圧分解用テフロン容器に精秤し、硝酸 8mL、ふっ化水素酸 5mL および硫酸 5mL (高純度品) を加え、容器を密閉したのち、それを恒温層に入れ、240 で 24 時間加熱分解した。放冷後、得られた分解液を 100mL 樹脂製メスフラスコに移し入れ純水で定容とした。これを ICP 測定用溶液とした。(図 . 1 参照)

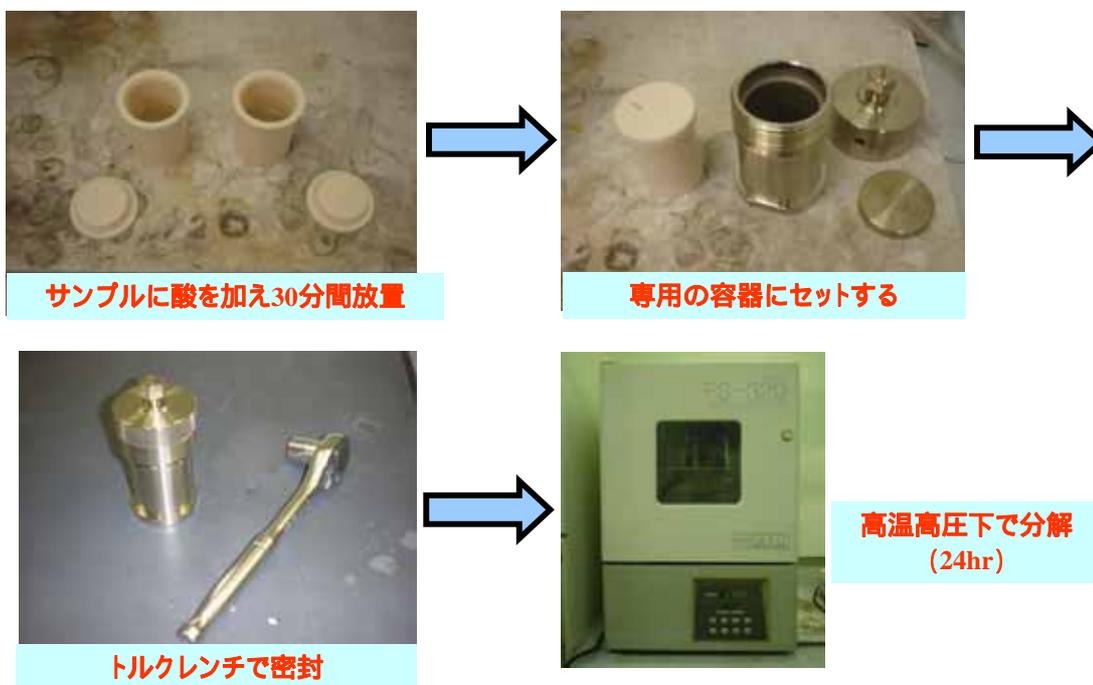


図 . 1 加圧分解法による試料の分解例

2.2. 検量線作成用標準液の調製

各標準原液 1000ppm (JCSS 認証品または原子吸光測定用) を段階的に希釈し、0, 0.1, 0.5, 1mg/L の標準液を調製した。これらの標準液には、ICP 測定用溶液 (試料) とマトリックスマッチングさせて測定をおこなうために、高純度の二酸化けい素を酸分解して溶液化し、その適量を加えた。最終的に、けい素と酸の濃度をマッチングして検量線作成用の標準液とした。

2.3. 装置及び測定条件

ULTIMA2 (ICP-OES) 測定条件

出力	1200W
プラズマガス	12L/min
シースガス	0.2L/min

**ファインセラミックス用炭化けい素の環境影響成分分析**  
Application Flash

補助ガス	0L/min
ネブライザーガス	0.8L/min (2.5bar)
回折格子	4320 G/mm(1 次光) 120 ~ 410nm 2400 G/mm(1 次光) 410 ~ 800nm
分光器	100cm
観測方向	ラジアル
RF 発振周波数	40.68MHz
ポンプ回転数	20 回転/min(サンプル送液ライン、廃液ライン)
積算時間	8 秒
導入系	ミラーミストネブライザー/樹脂製サイクロンチャンバー

### 3. 結果と考察

ICP 測定は絶対検量線法でおこなった。また、分析方法の妥当性を確認するために、標準添加回収試験を併行して実施した。これらの測定結果を、表 . 1 に纏めた。

表 . 1 定量結果

元素	炭化けい素試料			
	分析値 ( $\mu\text{g/g}$ )	標準添加回収結果		
		添加量 ( $\mu\text{g}$ )	回収量 ( $\mu\text{g}$ )	回収率 (%)
Cd	<0.4	50.0	48.8	97.5
T-Cr	17.6	50.0	47.1	94.2
Sn	<2.8	50.0	50.7	101
Sb	<5.4	50.0	51.5	103
Be	<0.1	50.0	47.9	95.9
Bi	<4.4	50.0	47.5	94.9
Ni	16.9	50.0	46.0	91.9
Se	<4.0	50.0	48.1	96.3
Pb	<4.4	50.0	51.0	102
Hg	<1.2	50.0	44.5	88.9

加圧分解容器を用いて試料分解することで、前処理における目的元素の損失やコンタミネーションの影響を抑制することができた。また、密閉加圧下での試料分解は、融解法のように多量の融剤試薬を使用せずに難分解性の試料を分解できることから、ICP 測定が簡単であり、非常に有用な試料分解方法である。

### 4. 参考文献

- 1) JCRS110-2007 ファインセラミックス用炭化けい素微粉末中の環境影響成分の化学分析方法