

炭素材料の結晶構造解析手法を標準化

JIS R 7651 : 産総研による研究成果がJISに制定されました



岩下 哲雄

いわしたのりお

n-iwashita@aist.go.jp

計測フロンティア研究部門
構造体診断研究グループ
主任研究員
(つくばセンター)

1992年、大阪工業技術試験所に入所し、炭素複合材料研究室に所属。その後、2007年4月より現職で主に高温材料としての炭素材料および炭素繊維強化複合材料の研究開発に従事しています。

専門分野：炭素材料、炭素繊維強化複合材料、無機材料科学
趣味：ラグビー

関連情報：

●参考文献

岩下 哲雄：炭素，231，30-43 (2008)。

N. Iwashita et al.: Carbon, 42 (4), 701-714 (2004)。

炭素材料の結晶構造の解析について

炭素材料は、活性炭からリチウムイオン電池、燃料電池などの電極としての機能性材料、高温で還元雰囲気を必要とする電炉製鋼やアルミ精錬の工業用電極材料や太陽電池などの半導体製造に用いられる発熱体材料、さらには産総研の前身の1つである大阪工業技術試験所で発明された炭素繊維に代表される構造材料まで、幅広い応用範囲があります(図1)。これらの機能・性能は、炭素材料の結晶構造の完全性に強く影響を受けることから、炭素製品の品質管理やキャラクターゼーションにはX線回折法による結晶構造解析が有効な手法となっています。中でも、結晶構造の格子定数と結晶子の大きさを精度よく決定することが重要です。

図2に示すように、比較的低結晶性の炭素材料(赤いプロファイル)と黒鉛結晶構造が発達した材料(青いプロファイル)では、X線回折プロファイルが大きく異なります。格子定数と結晶子の大きさを求めるためには、このプロファイルのピーク位置およびピーク半価幅の正確な検出が重要になります。

産総研での取り組み

1960年代、日本学術振興会第117委員会ではチャート紙に記録した回折プロファイルを机上で解析する方法を提案し、これまでそれがデファクトスタンダードとして使用されてきました。しかし、近年、X線回折装置は高性能化し、さまざまな様式のデジタルデータが記録できるようになったこともあり、さらに高精度でより高度な炭素材料の結晶構造解析が望まれるようになってきました。すなわち、紙と鉛筆と定規を使って解析していた従来の方法を高度化し、パソコンなどを利用した解析精度の改善とその手法の標準化が望まれるようになってきたのです。

そこで、産総研では標準基盤研究として、2003年からこの解析手法高度化のためのラウンドロビンテストを実施し、回折プロファイルの測定法から解析方法までを確立しました。さらに、産総研が主管団体となりJIS原案作成委員

会を開催して、2007年に「炭素材料の格子定数及び結晶子の大きさ測定方法」(JIS R 7651)を工業標準化しました。

この手法の特徴は、内部標準としてX線回折用シリコン粉末を試料粉末に混合して回折プロファイルの計測を行い、器械的な強度補正、回折角度の補正、そして回折ピークの半価幅補正を行うことにあります。この手法を利用すると、複数の測定箇所でも1%未満の測定誤差(変動係数)で格子定数が解析できることがラウンドロビンテストで確かめられました。

今後の展開

炭素材料の結晶成長は通常2000℃を超える高温で起こり、結晶構造の制御も容易ではありません。それに対して炭素製品に求められる応用特性の許容範囲は狭くなってきています。そこで、今回標準化された手法は、炭素製品の品質管理の向上に大いに役立つと期待されます。



炭素繊維



電炉製鋼用人工黒鉛電極



半導体製造用発熱体

図1 炭素材料の応用例
(画像の提供元：炭素繊維協会、日本カーボン社、新日本テクノカーボン社より)

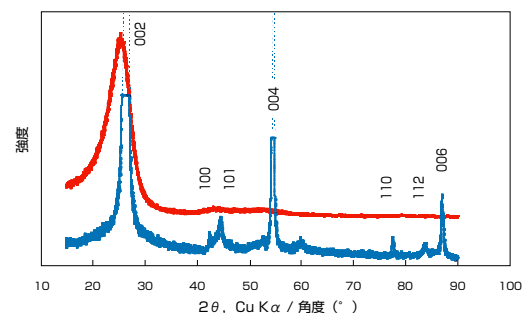


図2 炭素材料のX線回折プロファイルの例
赤：低結晶性試料
青：黒鉛結晶が発達した試料