

ファインセラミックスの化学分析方法の標準化

JIS R 1603 (窒化ケイ素)とR 1616(炭化ケイ素)の改正



上 菺 義 則

うわみの よしのり

y.uwamino@aist.go.jp

計測フロンティア研究部門
不均質性解析研究グループ
テクニカルスタッフ
(中部センター)

各種ファインセラミックス材料の原料微粉末から焼結体、複合材料について、化学分析方法の開発を行ってきました。その成果をもとに、ファインセラミックス材料の化学分析方法の標準化ならびに標準物質の開発を行っています。

関連情報：

● 共同研究者

祐植 明、森川 久(産総研)

JIS改正の経緯

非酸化物系ファインセラミックス (FC) を代表する材料である窒化ケイ素や炭化ケイ素の機能や性能は、含まれる微量不純物によって支配されるために、化学分析は原料微粉末の重要な特性評価項目の1つとなっています。1994年に制定された両材料の原料微粉末の化学分析方法規格(窒化ケイ素：JIS R 1603、炭化ケイ素：JIS R 1616) では、主成分といくつかの微量成分の定量法が標準化されていました。しかし、これらのJISには懸案事項として、ハロゲン(フッ素、塩素)の定量法が未制定 (R 1603)、試料の予備加熱ならびに遊離炭素の定量方法の再検討の必要性 (R 1616) が明記されていました。フッ素や塩素、遊離炭素などは焼結体製品の高強度などに悪影響を及ぼすことが知られており、原料微粉末中のこれら成分の定量は優れた製品を作るために不可欠です。そのため、早急に検討して規格を改正することが求められていました。

主な改正内容

産総研では標準基盤研究制度により、これら懸案事項の解決を目指して研究を行い、以下の内容を盛り込んだ改正原案素案を作成しました。両JISに共通する事項では、窒化ケイ素の窒素の定量において窒化物認証標準物質を、炭化ケイ素の炭素の定量において炭化ケイ素認証標準物質または高純度炭酸カルシウムを、それ

ぞれ分析装置の校正に用いるように限定しました。これによって、装置校正に用いた標準物質の違いで、分析結果に差異が生ずることがなくなりました。また、フッ素と塩素の定量方法(図)を追加しました。

炭化ケイ素ではこれに加えて、遊離炭素定量方法に550℃燃焼炭素と850℃燃焼炭素の2種類に分けて定量する手法を追加し、試料中に含まれる分散剤などの有機物由来の炭素と、ケイ素に結合していない遊離炭素(黒鉛状炭素)とを分別して定量することができるようになりました。さらに微量金属成分定量の際の加圧酸分解に用いる酸(硫酸、硝酸、フッ化水素酸)の分量と加熱温度を変更し、現在流通しているほとんどの試料を完全に分解できるようにしました。これらの改正により懸案事項を解消し、必要な分析項目を網羅することができました。

JISの発行

作成した改正原案素案をもとに、社団法人日本セラミックス協会の協力を得て、産総研工業標準部を事務局にJIS改正原案作成委員会を組織しました。委員会の審議を経て両JISは2007年6月20日付けで改正され、正しい化学分析結果を得ることができるようになりました。これらの規格が窒化ケイ素や炭化ケイ素製品の機能や性能向上に寄与し、FC産業の一層の発展に貢献することが期待されます。

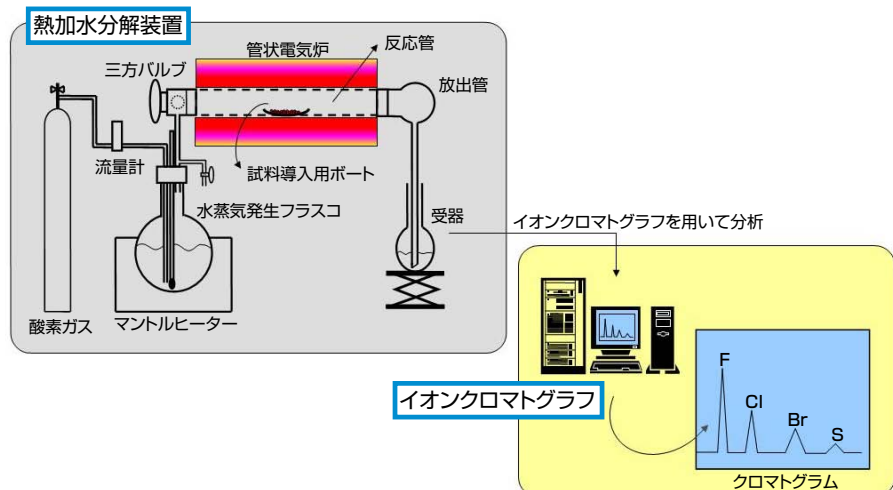


図 ハロゲン(フッ素、塩素)定量用熱加水分解-イオンクロマトグラフ装置の概略
(F：フッ素、Cl：塩素、Br：臭素、S：硫黄)