

ファインセラミックス中の不純物の定量分析

Determination of impurities in fine ceramics

[概要]

非酸化セラミックスの代表格である炭化ケイ素、窒化ケイ素および窒化アルミは、それぞれの特徴を生かして発熱体、金属溶融材料、複合材料、高温半導体、高温用機械材料などに利用されています。

また、これら材料の特性は金属の添加量や焼結条件により大きく依存しています。

従って、これらの材料の特性を判断する上で不純物の含有量を知ることはたいへん重要になります。

[方法]

ここで扱うような難分解性の試料では、試料が微粉であるほど分解には好都合です。しかし、粉碎時の粉碎容器からの汚染が懸念されます。そこで、試料が粉状の場合は、そのまま、また、焼結体の様な成形品については、小片の状態での分解用の試料とします。

測定対象が炭化ケイ素や、窒化ケイ素の場合は、試料を加圧分解容器中に秤り取り、混酸（硝酸、ふっ化水素酸および硫酸）を加えて、加熱し加圧酸分解を行います。窒化アルミでは、マイクロウェーブ装置専用テフロン容器に秤り取り、混酸（塩酸、硝酸および過酸化水素）を加えて、マイクロウェーブで加圧酸分解を行います。これらの分解液を処理したのち、ICP - 質量分析装置、ICP - 発光分析装置およびフレームレス原子吸光光度計を用いて、目的元素の定量を行います。

[特徴]

1. 分解および測定装置

分解：加圧分解容器、マイクロウェーブ分解装置

測定装置：ICP - 質量分析装置、ICP - 発光分析装置、フレームレス原子吸光光度計

2. 炭化ケイ素における、不純物の定量下限値

炭化ケイ素中の不純物の定量下限値を Table 1 に示した。

Table 1 Determination limit of inorganic impurities in silicon carbide (SiC)

単位 (µg/g)			
元 素	定量下限	元 素	定量下限
Al	1	Mo	5
Ba	0.5	Na	5
Ca	1	Ni	1
Co	1	Sr	0.5
Cr	1	Ti	0.5
Cu	0.5	V	5
Fe	1	W	5
K	10	Y	0.5
Mg	0.5	Zn	0.5
Mn	0.5	Zr	1

[事例(1)] 炭化ケイ素板中の不純物の測定

炭化ケイ素板に含まれる、不純物の分析結果を Table 2 に示した。

Table 2 Analytical results of inorganic impurities in silicon carbide (SiC)

単位(μg/g)

Al	Ca	Cr	Cu	Fe
340	27	29	2.0	200
K	Mg	Mn	Ni	V
< 10	0.5	0.9	15	15

[事例(2)] 窒化ケイ素焼結体中の不純物の測定

窒化ケイ素焼結体に含まれる、不純物の分析結果を Table 3 に示した。

Table 3 Analytical results of inorganic impurities in silicon nitride (Si₃N₄)

単位(μg/g)

Al	Co	Cu	Fe	Ca
12000	< 10	16	1800	< 10
Mg	Mn	Na	Ni	V
460	48	10	57	140

[事例(3)] 窒化アルミ焼結体中の不純物の測定

窒化アルミ素焼結体に含まれる、不純物の分析結果を Table 4 に示した。

Table 4 Analytical results of inorganic impurities in aluminium nitride (AlN)

単位(μg/g)

Y	La	Ni
100	200	20