

●黒鉛中微量元素の定量

TN027

Determination of Inorganic Impurities in Graphite

[概要]

黒鉛材は耐熱性、耐薬品性、加工性に優れており古くから様々な分野で使用されています。また、炭素繊維等の新素材も開発され、宇宙航空関連や半導体関連等、最先端の技術にも応用されています。

当社では、1990年代に黒鉛分析法を開発して以降、黒鉛材の高純度化に伴うお客様のご要望に応えるべく、分析法の改良を重ね、近年ではICP-MSを用いた高感度分析法を開発し、黒鉛材、黒鉛断熱材、および半導体メーカー等幅広いお客様より、多くのご依頼を頂いております。

[適用試料]



下記に当社で対応している2手法について分析方法の特徴と、主な目的や対象試料を紹介し、次ページに各元素の定量下限値を示します。

[分析方法]

試料を粉末状に調製後、目的とする元素や定量下限値に適した手法を用いて、試料の灰化、溶解を行い、測定します。Fig.1に基本的な試験手順を示します。

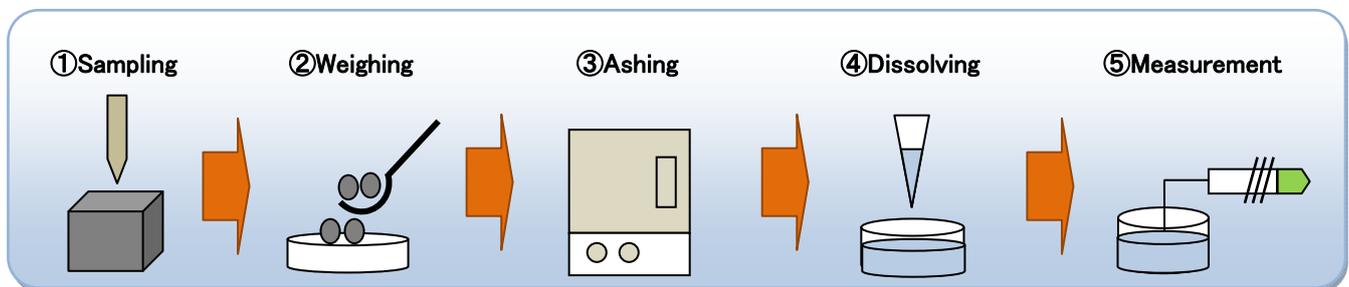


Fig.1 Basic procedures

1. 標準法

誘導結合プラズマ原子発光分析 (ICP-AES) 法、原子吸光光度 (AAS) 法等による分析手法です。試料の組成、不純物量が不明な場合には、こちらの手法をお勧めいたします。各元素の定量下限値を Table 1 に示します。

- ・炭素繊維や断熱材、特殊黒鉛材等、様々な形状の試料に適用可能。
- ・高純度品から夾雑物の多い試料まで幅広く対応可能。
- ・分析に必要な試料量は 100 g 程度 (測定元素数等により、異なる場合あり)。

2. 高感度法

誘導結合プラズマ質量分析 (ICP-MS) 法による、ng/g (ppb) レベルでの分析手法です。高感度で含有不純物量を定量したい場合には、こちらの手法をお勧めいたします (各元素の定量下限値を Table 2 に示します)。

- ・残渣や不純物の少ない高純度黒鉛材に対応 (夾雑物が多い場合、標準法でのご提案となる場合あり)。
- ・炭素繊維複合材料等の特殊素材の分析実績あり。
- ・10 g 程度と比較的少量の試料量にて分析が可能 (測定元素数等により、異なる場合あり)。

Table 1 The Limit of quantification (LOQ) of each item in standard method using ICP-AES, AAS, etc.

Item	LOQ μg/g (ppm)								
Ag	0.05	Co	0.06	Hg	0.1	Nb	0.1	Ta	0.3
Al	0.08	Cr	0.07	Ho	0.05	Ni	0.1	Tb	0.2
As	0.2	Cs	0.2	I	10	P	1	Te	1
B	0.1	Cu	0.08	In	0.2	Pb	0.2	Ti	0.09
Ba	0.03	Dy	0.05	K	0.1	S	1	Tm	0.5
Be	0.02	Eu	0.05	La	0.05	Sb	0.2	V	0.07
Bi	0.2	F	1	Li	0.01	Sc	0.02	W	0.5
Br	3	Fe	0.04	Lu	0.05	Se	0.2	Y	0.1
Ca	0.04	Ga	0.2	Mg	0.02	Si	0.1	Zn	0.1
Cd	0.07	Gd	0.05	Mn	0.03	Sm	0.05	Zr	0.04
Ce	0.2	Ge	1	Mo	0.2	Sn	0.5	灰分	5
Cl	3	Hf	0.1	Na	0.05	Sr	0.03		

Note: The LOQ values may vary depending on the amount of sample available for analysis, sample composition, residues, etc.

Table 2 The LOQ of each item in high sensitivity method using ICP-MS.

Item	LOQ ng/g (ppb)								
Al	5	Co	5	K	5	P	5	V	1
As	5	Cr	5	Li	5	Pb	5	W	5
B	10	Cs	5	Mg	2	Rb	5	Zn	5
Ba	5	Cu	5	Mn	2	Sr	5	Zr	5
Be	10	Fe	5	Mo	5	Th	0.1		
Bi	5	Ga	5	Na	5	Ti	2		
Ca	5	Ge	5	Nb	5	Tl	5		
Cd	5	In	5	Ni	5	U	0.1		

Note: The LOQ values may vary depending on the amount of sample available for analysis, sample composition, residues, etc.

The quantifiable items differ from those of the standard method depending on the difference in sample pretreatment and analysis principle.

[キーワード]

カーボン、グラファイト、CC コンポジット、炭素繊維強化炭素複合材