

図3にSTEM像を示す。熱処理後の試料の外観は銀白色部と黒色部が斑に分布しており、銀白色部と黒色部それぞれについてSTEM観察を行った。STEM像より、銀白色部では30nmの結晶化した木質炭素と、3nmの非結晶の木質炭素が混在していることが観察され、X線回折パターンの結果と一致した。それに対して、黒色部では3nmの非結晶の木質炭素しか観察されなかった。これより、銀白色部で結晶化が顕著に進んでいると推測され、結晶化は樹皮全体ではなく、部分的に起こっていると考えられる。また、結晶化した木質炭素の粒子は非結晶の木質系炭素と比較して10000倍大きいことから、CaCl<sub>2</sub>添加による炭素の結晶化は固溶-再析出機構である可能性が高いと思われる。

図4に顕微ラマンによる熱処理後の木質炭素の解析結果を示す。顕微ラマンでは、図5に示すように、得られた波形から炭素種を予測することや得られたピーク位置から結晶構造を把握することが可能である。図4より、すべての木質炭素で、グラファイトの結晶構造に起因するGバンド(1580cm<sup>-1</sup>)とグラファイト構造の欠陥に由来するDバンド(1350cm<sup>-1</sup>)が検出された。これより、CaCl<sub>2</sub>添加で結晶化させた木質炭素は構造欠陥を多く含む黒鉛であると言える。また、低濃度および高濃度ではGlassy carbonあるいはAmorphous graphiteの波形に近く、最適濃度ではGraphite powderの波形に近くなっていた。X線回折結果および顕微ラマン結果より、CaCl<sub>2</sub>添加による炭素の結晶化促進には最適濃度が存在するとと言える。

#### 4 まとめ

結晶化させた木質炭素の構造解析を行った結果、次の知見を得た。

- 1) 結晶化した木質炭素の粒径は、非結晶の木質炭素より約10000倍大きかった。  
これより、CaCl<sub>2</sub>添加による結晶化促進は、固溶再析出機構である可能性が高い。
- 2) 結晶化した木質炭素は、鱗状黒鉛よりも欠陥が多い炭素である可能性が高い。

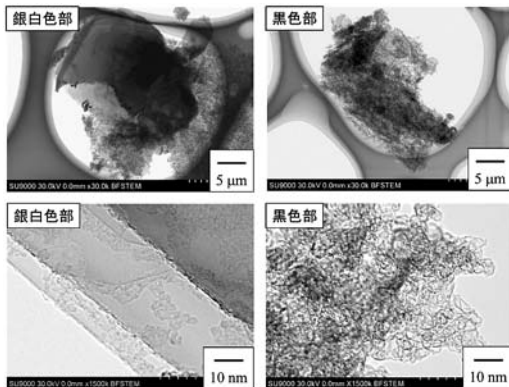


図3 熱処理後のSTEM像

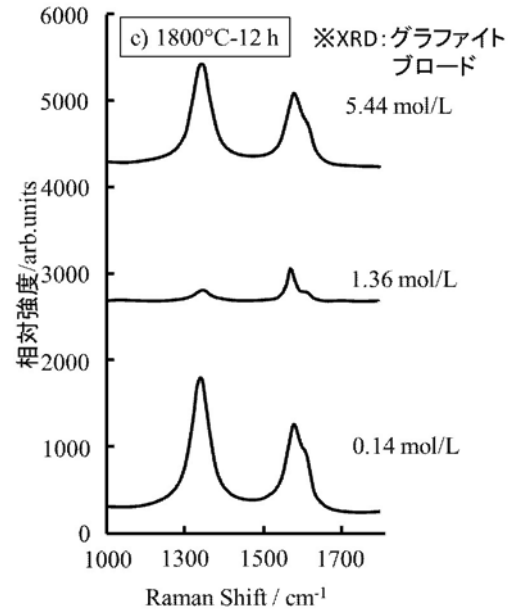


図4 CaCl<sub>2</sub>を添加し、1800°C、12h、Ar中で熱処理した樹皮の顕微ラマンの測定結果

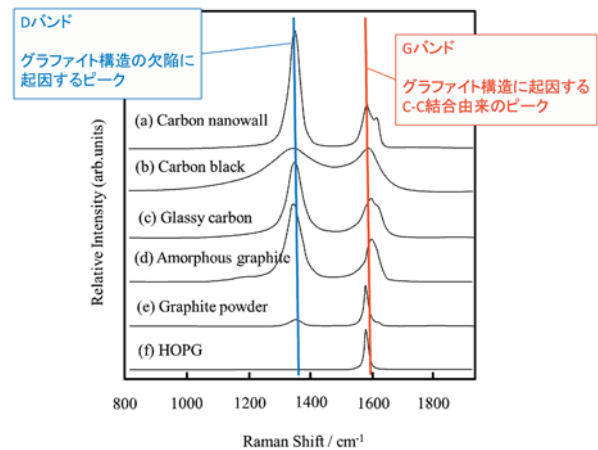


図5 各炭素の顕微ラマン測定結果の一例

#### 謝辞

この研究を行うにあたり、ご協力いただいた  
信州大学 村上先生  
日立テクノロジーズ 松田様  
に厚くお礼申し上げます。

#### 参考文献

- 【文献】1) 前田朋之, 山口明良, 星山泰宏,  
耐火物, 64 (11) p.540-541 (2012).

(主任研究員 前田 朋之)