

SiC認証標準物質の分析

耐火物技術協会が提供する「遊離炭素及び全炭素分析用標準物質系列」の（装置校正用）標準物質を用いて作成した検量線とJIS R 2011の化学分析方法とによって、日本セラミックス協会提供のSiC認証標準物質の分析を行った。

表1 JIS R 1616によって分析された日本セラミックス協会提供の標準物質(JCRM R 024, R025, R026)

分析成分	全炭素(T.C)	遊離炭素(F.C)	炭化けい素(SiC)の算出
JIS R 1616	1350°C(+助燃剤)燃焼 —赤外吸収法	850°C燃焼—赤外吸収法 重量補正法	水素ガス発生—ガス容量法
JIS R 2011	同上	900°C燃焼—赤外吸収法 重量補正法	$SiC=(T.C-F.C) \times 3.3384$
分析成分	遊離けい素(F.Si)	全鉄(T.Fe)	全鉄(T.Fe)
JIS R 1616	水素ガス発生—ガス容量法	ICP発光分光分析法	
JIS R 2011	同上	同上	紫外可視分光光度計

表2 標準物質(JCRM R 024)の分析値 [質量%]

分析成分	全炭素(T.C)	遊離炭素(F.C)	炭化けい素(SiC)の算出
認証値	29.85±0.21	0.423±0.030	98.2
JIS R 2011による分析	29.3	0.607	95.8
分析成分	遊離けい素(F.Si)	全鉄(T.Fe) ICP	全鉄(T.Fe) 分光光度計
認証値	0.042±0.02	0.0219±0.0004	
JIS R 2011による分析	0.037	0.0234	0.023

表3 標準物質(JCRM R 025)の分析値 [質量%]

分析成分	全炭素(T.C)	遊離炭素(F.C)	炭化けい素(SiC)の算出
認証値	30.49±0.22	1.24±0.13	97.6
JIS R 2011による分析	29.6	1.397	94.2
分析成分	遊離けい素(F.Si)	全鉄(T.Fe) ICP	全鉄(T.Fe) 分光光度計
認証値	0.014±0.04	0.0233±0.0007	
JIS R 2011による分析	0.032	0.0239	0.027

表4 標準物質(JCRM R 026)の分析値 [質量%]

分析成分	全炭素(T.C)	遊離炭素(F.C)	炭化けい素(SiC)の算出
認証値	29.85±0.15	0.598±0.029	97.7
JIS R 2011による分析	29.61	0.765	96.3
分析成分	遊離けい素(F.Si)	全鉄(T.Fe) ICP	全鉄(T.Fe) 分光光度計
認証値	0.012±0.015	0.0011±0.0001	
JIS R 2011による分析	0.027	0.0012	0.002

表1：分析成分とその分析方法の一覧

表2～4：認証標準物質(R024, R025, R026)の認証値とJIS R 2011による分析値

<コメント>

・いずれの認証標準物質においてもT.Cの分析値は低く、F.Cは高い値であり、算出されたSiCは認証値よりも低い結果になった。

⇒ 異なる結果になった推定原因：

試料粒度の影響・・・JIS R 2011では300μm以下の試料を用いることになっているが、認証標準物質の平均粒子径は0.67～0.88μm。

焼成温度の影響・・・特に、F.Cでは加熱温度が異なる。検量用試料の影響・・・認証標準物質では炭酸カルシウムが使用可能だが、JIS R 2011では重量法で調整した校正用標準物質を用いる。(参考：JIS R 2011の解説では、炭酸カルシウムは適さないと判断されている。)

・F.Si及びT.Feでは、今回の分析値がほぼ認証値に相当する値になり、精度が得られていることがわかった。

<見解>

今回の分析値の違いは規格の違いによると推定される。セラミックスはJIS R 1616に、耐火物はJIS R 2011に基づいて分析することが妥当と考えられる。

<参考>

耐火物技術協会

- ・JIS R 2011「炭素及び炭化けい素含有耐火物の化学分析方法」
- ・JRRM1000シリーズ「遊離炭素及び全炭素分析用標準物質」

日本セラミックス協会

- ・JIS R 1616「ファインセラミックス用炭化けい素微粉末の化学分析方法」
- ・JCRM R 024, R 025, R 026「炭化けい素(微粉末)認証標準物質」