

機能性炭素材料の分析法の検討

Determination of Trace Elements in Carbon Materials

炭素材料は、活性炭・黒鉛等の従来材料だけでなく、ナノ素材(ナノチューブやナノダイヤ)等の構造的機能性材料まで、幅広く注目を集めているこれらの炭素材料を開発・利用する場合や品質を制御する際には、含有微量元素や不純物元素の濃度を的確に把握することが重要である

今回、市販カーボンナノチューブ・炭素繊維に含まれる微量の金属元素・無機元素をICP発光分光分析(ICP-OES)にて定量した事例を報告する加えて、蛍光X線分析や熱重量分析により、複合的な分析評価の手法を紹介する

事例1) カーボンナノチューブ (CNT)

導入 CNT (Carbon Nanotubes) とは

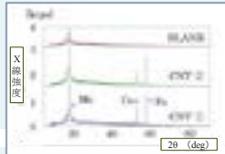
- 炭素で作られる筒状のナノサイズの物質
 - 作製法によっては、金属触媒が用いられる
 - 残存金属は、その性能等にも影響を及ぼすと考えられる
- 研究開発・品質管理には、これらの把握が重要である

実験試料

- 市販の高純度多層CNT 2点 (炭素含有量: ① > 95% ② > 98%)
- 作製法は金属触媒を用いたCVD法
- Sigma-Aldrichより購入 (SouthWest Nano Technologies製)

予備分析 蛍光X線分析 (XRF)

- 装置 RIX 3100 (リガク製)
- 結果 (右図、Alは別途測定)
 - Fe, Co, Mo, Alを検出



本分析 ICP-OES 実験概要

- 前処理法 開放系酸分解 (硫酸・硝酸)
- 分析装置 CIROS Mark II (リガク製)、軸方向測光 マルチ型、検量線法、内標準補正有り (Y)
- 実験操作

秤量 0.1 g (N=2) / 200 ml コニカルビーカー / 硫酸・硝酸等を加え加熱分解 / 放冷 / Y添加 / 50 ml 全量フラスコに定容 / ICP-OES

実験結果

表1 CNT試料のICP-OESによる定量分析 単位: wt %

試料	回	試料量	Fe	Co	Mo	Al
①	1	0.1032 g	0.301	0.169	0.0498	0.303
	2	0.1028 g	0.303	0.169	0.0500	0.311
分析値			0.30	0.17	0.050	0.31
②	1	0.1028 g	0.225	0.0831	0.0196	0.0405
	2	0.1036 g	0.223	0.0828	0.0195	0.0470
分析値			0.22	0.083	0.020	0.044

- 主な金属元素として Fe, Co, Mo, Al (表1) を定量 (XRF 結果のとおり)
- CVD法で用いる金属 (Co, Mo) が検出。金属触媒由来の可能性
- 試料①に比べて、試料②は検出元素が全体的に低濃度純度 (炭素含有量) との関連性が推測される
- 定性分析では他の金属元素 (Mg, Na等) も検出
- MW分析法 (硝酸・塩酸) による4元素の分析値もほぼ一致

ICP-OESに加えて、XRF・TGA等を併用し複合的に材料を評価することで、より多くの情報が得られる

- XRFによる定性分析では、主な金属不純物を推測できるため、ICP-OESの前処理法の参考となる
例えば、含有する金属の種類・濃度範囲、前処理する際の適切な試料量、また難溶解性元素の有無
- TGAでは、重量減少開始温度 (燃焼開始温度) が灰化温度の目安となる。また、残渣量から不純物量を推測可能

ICP-OESでの定量分析は、受託研究・依頼試験として承ります。実際の依頼事例として、

- ◆ 炭素材料の研究開発・品質管理において重要な不純物量の定性・定量
- ◆ 炭素材料に塗布した金属触媒の定性・定量 (付着量、均質性の確認)

等の実績があります。お気軽にお問い合わせください

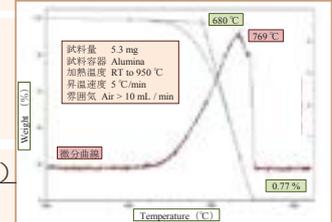
事例2) 炭素繊維 (CF)

導入 CF (Carbon Fiber) とは

- 有機繊維のプレカーサーを加熱炭素化処理して得られる、質量比で90%以上が炭素で構成される繊維 *JIS L 0204-2より引用
- 耐熱性・耐酸性等に優れるとされており、ICP-OESの前処理法 (溶液化) に課題がある

実験試料

- 市販科学実験用カーボン糸
- 他の用途は釣り竿等の補強
- ケニスより購入



予備分析 熱重量分析 (TGA)

- 装置 HiRes TGA 2950 (TA Instruments製)
- 結果 (右図)
 - 600°C以上の高温にて重量減少開始、耐熱性有り
 - 残渣1%以下であることから、不純物量は微量と推測

本分析 ICP-OES 実験概要

- 前処理法 乾式灰化 - アルカリ融解法
- 分析装置 SPS 1200VR (セイコー電子工業製)、横方向測光 シーケンシャル型、検量線法、内標準補正無し
- 実験操作

秤量 1.2 g (N=2) / 白金ろつぼ20番 / 灰化 (ガスバーナー、電気炉 650°C) / 放冷 / 秤量 (残渣量測定) / アルカリ融解 (炭酸ナトリウム、ほう酸) / 放冷 / 塩酸加え加熱 / 放冷 / (Y添加) / 25 ml 全量フラスコに定容 / ICP-OES

実験結果

表2 CF試料のICP-OESによる定量分析 単位: wt %

回	試料量	Si	Al	(残渣量)
1	1.27269 g	0.0253	0.00129	0.062
2	1.20598 g	0.0268	0.00132	0.058
分析値		0.026	0.0013	0.06

- 前処理法にて良好な溶液化を確認。灰化法は有効な前処理法 灰化温度は、TGA結果に従い、高温 (650°C) に設定
- 含有無機元素として Si, Alを定量 (表2)
- 2元素の酸化物換算値計 0.058% は強熱減量残渣量とほぼ一致
- 定性分析した結果、他の金属元素は極めて微量

神奈川県産業技術センター

化学技術部 城田はまな

〒243-0435 海老名市下今泉 705-1

E-mail : shirota@kanagawa-iri.jp