

# 湿式酸分解処理による炭化ケイ素粉末の前処理効率化手法の検討

○中野 陽子<sup>a)</sup>、高橋 真司<sup>a)</sup>

<sup>a)</sup>東北大学 工学部・工学研究科 技術部

## 1. はじめに

誘導結合プラズマ質量分析計 (ICP-MS) による炭化ケイ素粉末の定量測定を実施する際、試料溶液の前処理として湿式酸分解処理法による固体試料の溶液化が必須となる。本研究では、溶液化が困難とされている炭化ケイ素粉末の効率的な前処理手法を構築することを目的とし、様々な湿式酸分解処理条件を検証して効率的に炭化ケイ素粉末の完全分解を達成する前処理工程について検討した。

## 2. 方法

炭化ケイ素粉末の溶液化のために4条件の湿式酸分解処理を実施し、検証した。粉末試料の溶液化には、マイクロ波試料分解装置 (MW 装置) (TOPwave, Analytik Jena 社製) および加圧酸分解容器を使用し、含有金属成分の定量測定には ICP-MS/MS (Agilent 8800, Agilent Technologies 社製) を使用した。また、炭化ケイ素粉末試料には NMIJ 認証標準物質を使用し、酸分解用試薬には硝酸、硫酸、フッ化水素酸を使用した。以下に、湿式酸分解処理の条件1~4を記載する。条件1は主成分 Si の前処理条件、条件2~4は微量元素成分用の前処理条件となる。

【条件1】炭化ケイ素粉末 0.3 mg を MW 装置用 TFM-PTFE 分解容器に入れて硝酸 3 ml、硫酸 6 ml、フッ化水素 3 ml を添加し、MW 装置の分解温度を 250°C に設定して1時間の高温高压分解を実施した。前処理後、定容および希釈を行い、分析試料とした。

【条件2】炭化ケイ素粉末 0.3 g を PTFE ライナー付加圧酸分解容器に入れて各種酸試薬を添加後、マッフル炉温度を 240°C に設定して16時間の加熱分解を行い、分析試料とした。

【条件3】条件2に続けて分解溶液を全て白金るつばに移して硫酸白煙処理を実施し、分析試料とした。

【条件4】条件2に続けて分解溶液を全て MW 装置用 TFM-PTFE 分解容器に移し、MW 装置の分解温度を 250°C に設定して1時間の高温高压分解を実施し、分析試料とした。

## 3. 結果と考察

条件2を除いて炭化ケイ素粉末の完全溶解が達成された。主成分である Si は条件1の回収率が98%であった。不純物元素では Ti および Mo を除いて条件4の回収率の平均が103%と最も良好であった(図1)。また、完全溶解に要する酸分解処理時間は条件3が32時間、条件4が17時間の工程となり、条件3の白金るつばを用いた硫酸白煙処理を MW 分解に置き換えることで、作業工程時間が約47%短縮された。

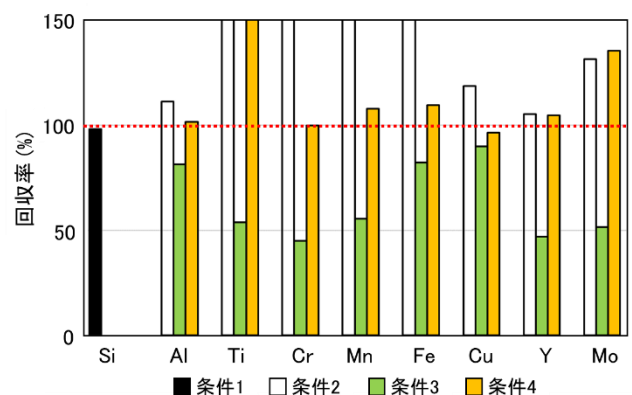


図1. 各元素の回収率

謝辞 本研究は、科学研究費補助金 (奨励研究、課題番号 23H05216、24H02579) の助成を受け実施した。ここに謝意を表す。