

課題番号 : F-14-YA-0020
利用形態 : 技術代行
利用課題名 (日本語) : 昇温脱離ガス分析(TDS)を用いたカーボン粉末の発生ガス分析
Program Title (English) : Evolved Gas Analysis of Carbon Powder using Thermal Desorption Spectroscopy
利用者名(日本語) : 清水 健博
Username (English) : T. Shimizu
所属名(日本語) : 新日鉄住金化学株式会社
Affiliation (English) : Nippon Steel & Sumikin Chemical, Co., Ltd.

1. 概要(Summary)

当社で開発中のカーボン粉末について、①製品および中間品の表面官能基、②製造工程におけるガス発生挙動、に関する知見を得ることを目的として、昇温脱離ガス分析(TDS)による定性/定量分析を行った。

主な発生ガスは、一般的なカーボン粉末と同様に CO ($m/z=28$)、CO₂ ($m/z=44$) であることが確認できた。また、中間品の発生ガス量の合計は、製造工程における重量減少分と概ね一致することを確認した。

2. 実験(Experimental)

・利用した主な装置: 昇温脱離ガス分析装置(ダイナミック型)

実験方法:

(1) 試料

当社より支給したカーボン粉末をそのまま用いた。

(2) 測定準備

石英ガラス製の薄板の上に試料を量り取り、装置の加熱部にセットした。試料の飛散を防止するため、石英ガラス製の円筒を試料の周囲に二重に配置した。

試料の飛散防止を確実にするため石英ウールの使用を試みたものの、石英ウールの表面シラノール基に由来すると考えられる水 ($m/z=18$) の発生が無視できないことから、今回は使用しないこととした。

(3) 条件設定

前処理条件(温度および保持時間)、昇温速度、到達温度および保持時間、検出 m/z を任意に設定した。

(4) バックグラウンド測定

試料なしで測定した結果をバックグラウンド(BG)として、試料の測定結果から差し引いた。

(5) 定量分析

主な発生ガスである CO ($m/z=28$)、CO₂ ($m/z=44$) については、予め標準ガスを用いて検量線を作成し、定量

を行った。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

3種のカーボン粉末中間品(1a、1b および 2a)について TDS 測定を行った結果を Fig.1に示す。ガス発生量は 1a で CO ($m/z=28$)、CO₂ ($m/z=44$) ともに最も多く、表面官能基が多いことを示している。2a ではガス発生挙動が他とは異なり、CO ($m/z=28$)、CO₂ ($m/z=44$) ともに低温側での発生量が少ない傾向が認められた。これは2aの表面官能基種の割合が他とは異なることを示唆していると考えられ、興味深い。

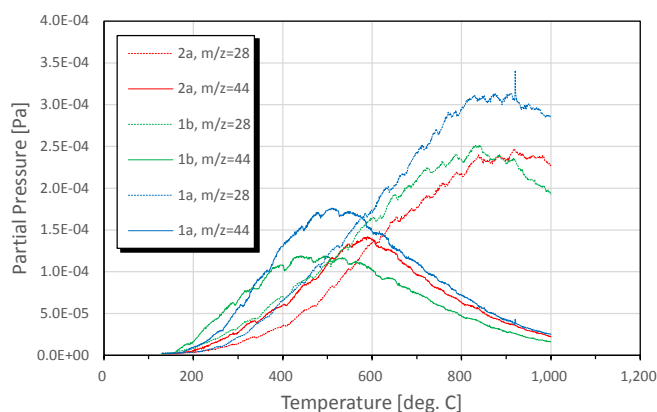


Fig. Evolved gas profile of carbon powders

検量線を用いて定量した発生ガス量の合計は、製造工程における重量減少分と概ね一致することを確認した。

4. その他・特記事項(Others)

なし

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし

6. 関連特許(Patent)

なし