

ノート

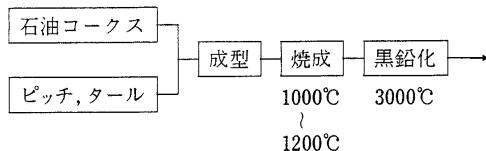
炭素黒鉛化のX線回折による判定

稻 田 武

1. まえがき

炭素ブロックの税表分類について、黒鉛化したものか否かの判定を、X線回折により判定しようと試みたものである。

一般に、黒鉛の製造は、



で、税番 38・01 は焼成品は除外され、黒鉛化工程を経たものののみ分類される。

幸いに各段階における資料を得ることが出来たので回折線を比較し、判定の資料を得ようとするものである。

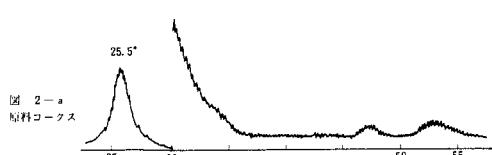
黒鉛の回折線

d	強度	2	面指数
3.37	100	26.3°	002
1.68	8	54.2°	004
1.23	6	77.7°	110

2. 石油コークス原料の各段階におけるX線回折図

a. 原料コークス(図2-a)

Cu. 30KV. 5mA. 100 1,000, 2°/min

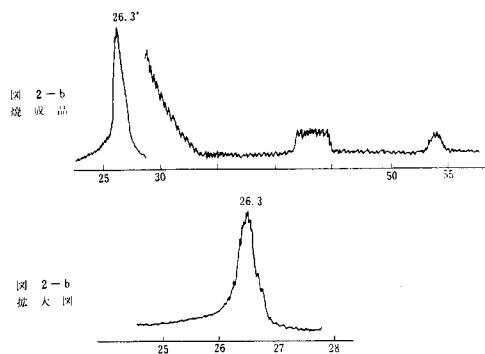


b. 焼成品(図2-b)

同上, 100 800, 2°/min

拡大図, 同上, 2000 1/2°/min

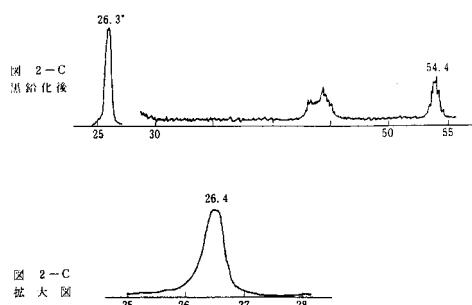
神戸税関分析室：神戸市生田区加納町6丁目



c. 黒鉛化後(図2-c)

同上, 200 4,000, 2°/min

拡大図, 同上, 8000, 1/2°/min



上図の回折線は、26.3°附近の回折線をフルスケールとしてとった場合、54.4°附近の回折線はほとん

ど現われないため、カウント数を変えてとったものである。

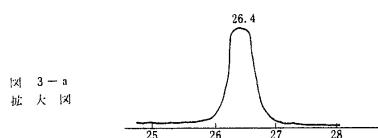
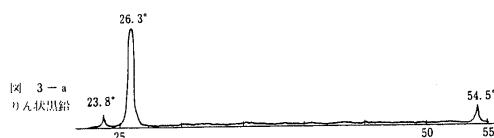
図(2-b),(2-c)を比較してみると、焼成品でも、X線的にはすでに黒鉛と同じ結晶構造をしていることが判る。

3. 天然黒鉛のX線回折図

a. りん状黒鉛(セイロン),(図3-a)

Cu. 30KV. 5mA. 8000. 2°/min

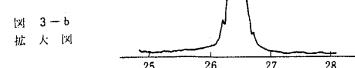
拡大図、同上、8000. 1/2°/min



b. 土状黒鉛(朝鮮月明),(図3-b)

同上、200 2000. 2°/min

拡大図、同上、4000 1/2°/min



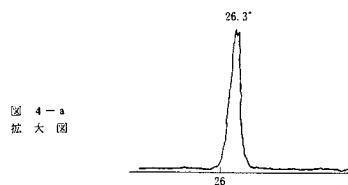
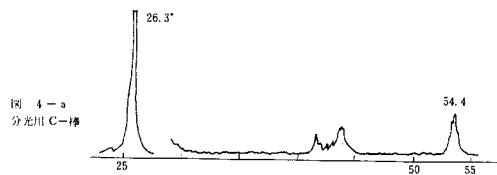
りん状黒鉛は、2°, 23.8°附近に、CuK α による(002)の回折線が現われるが、土状黒鉛は、わずかに盛り上る程度である。

4. 経歴の判明している炭素、黒鉛のX線回折図

a. 分光分析用炭素棒(図4-a)

Cu. 30KV. 5mA. 200 2000. 2°/min

拡大図、同上、4000. 1/2°/min

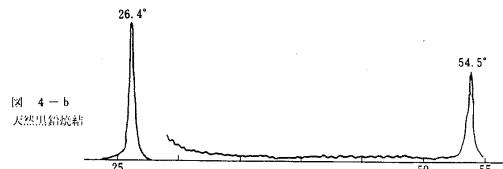


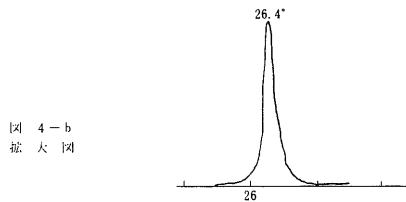
b. 天然黒鉛を焼結したもの、(モルガナイトカーポン HM 級)(図4-b)

同上、200 4000. 2°/min

拡大図、同上、4000 1/2°/min

(このものは人造黒鉛に比し、非常に軟かく、灰分が、人造黒鉛に較べ一桁多い値を取るのですぐ判定しうる。)

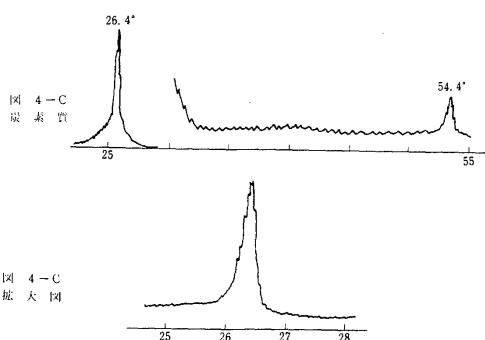




c. 炭素質のもの (モルガナイトカーボン PM 級),
(図4-c)

同上, 100 2000.2°/min

拡大図, 同上, 2000, 1/2°/min



5. 各回折図についての考察

a. 各回折図と税番, 税率の関係,

図	税番	税率
2 - a		
b	3819	20
c	3801	10

3 - a	2504	Free
b	2504	Free
4 - a	(3801)	
b	3819	20
c	3819	20

b. 回折図に現われた炭素と黒鉛の差,

定性的には, 26.3°附近の回折線のフルスケールを得られるカウント数, スキャニングスピーードを落して書かせた場合の(002), (004)面の線の滑らかさ具合等により, 大よその判定はつく。定量的には, 結晶性を示すピーク高さと, 非結晶性を示す回折線の拡がり, 及びバックグラウンド高さの比をそれぞれ測定してみた。

その結果は Table 1 の通りである。

Table 1

	カウント数	B.G.よりの高さ(H)	半価巾(W)	H/W	同一カウントに補正	バックグラウンド(B)	H/B
黒鉛化後	8,000	51	9.5	5.4	22	1.5	34
りん状黒鉛	8,000	63	15	4.2	17	2.5	26
土状黒鉛	4,000	93	7	13	26	2.5	37
分光分析用C-棒	4,000	95	7.5	12.7	25	1.5	63
天然黒鉛焼結	4,000	96	6.5	14.8	29	1.5	63
焼成品	2,000	80	10	8	8	10	8
炭素質のもの	2,000	90	7	13	13	10	9

カウント数の違いにより, ピーク高さは異なるので補正を加えている。

これによると, 黒鉛と炭素では, H/W, H/Bは相当の数値の開きが見られ, 黒鉛, 炭素の判定が可能である。

6. おわりに

以上述べたことは, すべて石油コークス原料の黒鉛炭素の判定に資するもので, 原料が石炭コークス, カーボンブラック系統のもの, 多量の粘結剤を加えて黒鉛化したものは, また別種の検討を加えねばならない。X線的には黒鉛と炭素の中間的なデータを与えるに過ぎないか, むしろ黒鉛とは判定し得ない回折線を示す。今後の研究課題である。

Determination of the degree of graphitization by X-Ray Diffraction

TAKESHI INADA

Kobe Customs Laboratory

6 Kano-cho, Ikuta-ku,
Kobe.

- Received July 31, 1968 -