

ノート

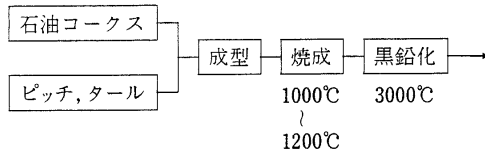
炭素黒鉛化のX線回折による判定

稲田 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、

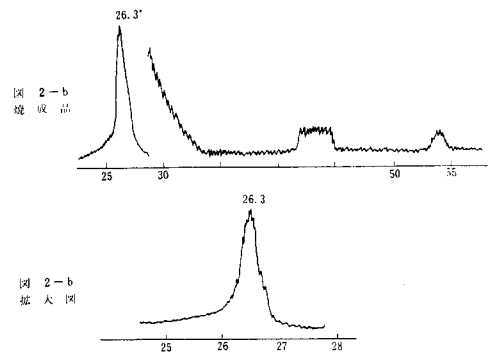


で、税番 38・01 は焼成品は除外され、黒鉛化工程を
経たもののみ分類される。

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

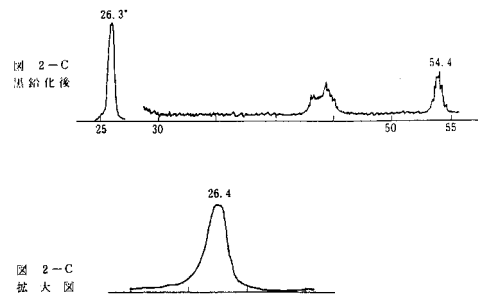
d	強度	2θ	面指数
3.37	100	26.3°	002
1.68	8	54.2°	004
1.23	6	77.7°	110



c. 黒鉛化後 (図 2-c)

同上, 200→4,000, 2°/min

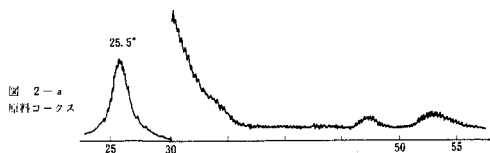
拡大図, 同上, 8000, 1/2°/min



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

上図の回折線は、2θ、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。

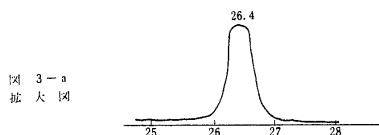
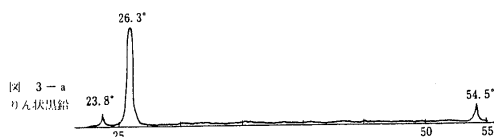
図(2-b), (2-c)を比較してみると、焼成品でも、X線的にはすでに黒鉛と同じ結晶構造をしていることが判る。

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. $2^\circ/\text{min}$

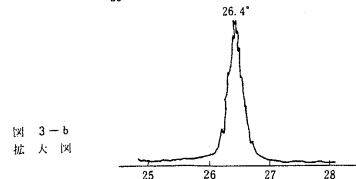
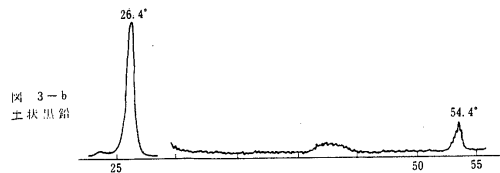
拡大図, 同上, 8000. $1/2^\circ/\text{min}$



b. 土状黒鉛(朝鮮月明), (図3-b)

同上, $200 \rightarrow 2000. 2^\circ/\text{min}$

拡大図, 同上, $4000 1/2^\circ/\text{min}$



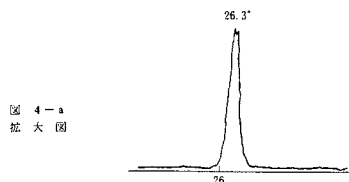
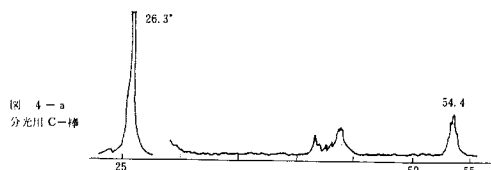
りん状黒鉛は, 2θ , 23.8° 附近に, $\text{Cuk}\beta$ による(002)の回折線が現われるが, 土状黒鉛は, わずかに盛り上がる程度である。

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. $200 \rightarrow 2000. 2^\circ/\text{min}$

拡大図, 同上, $4000. 1/2^\circ/\text{min}$



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

同上, $200 \rightarrow 4000. 2^\circ/\text{min}$

拡大図, 同上, $4000 1/2^\circ/\text{min}$

(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。)

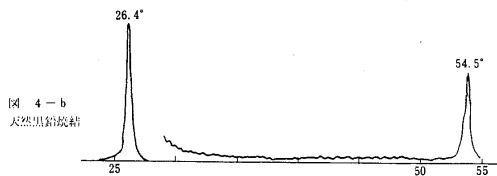
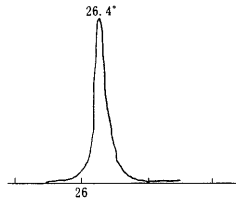
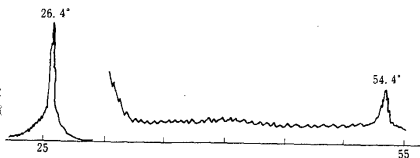
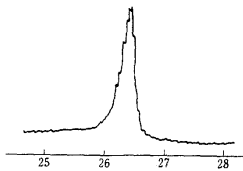


図 4-b
拡大図

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

図 4-C
炭素質図 4-c
拡大図

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， 2θ ， 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。

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

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—