

報 文

微量炭化ケイ素のX線回折定量の基礎的研究

伊藤醇一*, 岩附正明, 前田倫男, 遠藤克則, 深沢 力®**

(1987 年 12 月 24 日受理)

数 mg 以下の試料中の 0.5~2 mg 程度の炭化ケイ素 (SiC) を薄層試料として XRD 定量する場合の問題点について研究した。SiC は高硬度で粉碎が困難なので、種々の粒度の SiC 粉末を用いて回転試料台で回転させた場合と静止状態で、回折図形の再現性を調べ、定量に必要な粒度の限界を明らかにした。又、各種粒度の SiC 粉末に内標準ケイ素粉末を加えた薄層試料の SiC/Si 回折線強度比と SiC 量との関係式を比較した。その結果、2 本の SiC 回折線を併用すれば、配向性や構造型混合比の変化が多少あっても、 $\#3000 \sim \#400$ の粒度の SiC を同一検量線で定量できることが分かった。

1 緒 言

炭化ケイ素 (以後 SiC と略記) は通常自然界には存在しないが、研磨材や耐火物などとして工業的に生産され、製造工場や宝石研磨業その他の使用工場付近の土壌や粉じん中に含まれ、問題にされた場合もあり、SiC の信頼できる定量法の確立が望まれた。そこで、著者らは土壌 5~10 g を用いて、重液分離とフッ化水素酸その他の酸を用いる化学処理により約 100 mg の 6H 型と 4H 型を主成分とする SiC を定量的に単離し、ガラス板のくぼみに詰めて XRD 法により同定して共存物がないことを確かめた後、重量分析する方法を報告した¹⁾。この方法は一般の土壌試料に応用できるが、多量の試料を用いて SiC の定量的単離を行うため、分離操作に時間を要し、又化学的に安定で、SiC の密度 (約 3.2 g/cm³) に近い密度の物質を含む場合には更に検討を要する。XRD 法では他物質が多少共存しても、回折線さえ重ならないければ問題ないので、分離操作を簡略化できる。このようなことから、本研究では数 mg 以下の試料を膜フィルターで分別して SiC を XRD 定量する方法について研究した。

XRD 分析では粒度が粗いと結晶粒子が選択配向を起しやすく、回折図形の再現性が悪く、同定や定量を困

難にする。SiC は高硬度 (モース硬度 9) のため粉碎自体が大変であるばかりでなく、粉碎中容器材料が摩耗混入するので、微粉碎試料の調製も他物質に比べ、はるかに困難である。更に、SiC は多形現象を示し、その製品中には幾つかの構造型が混在し、その混合比も製品により異なることがあり、又単一構造型の標準試料を得るのも不可能で、試料中の SiC の確実な同定と定量は他物質に比べ、はるかに困難である。

以上のようなことから、本研究では種々の粒度の SiC 粉末を用い、懸濁液分取/分別法と全試料懸濁分別法による薄層試料の調製法を検討すると共に、回折図形の再現性を調べ、必要な粒度の限界を明らかにした。又、各種粒度の 0.5~2 mg の SiC 粉末に内標準として一定量のケイ素 (Si) 粉末を加えた薄層試料について、SiC と Si の主要回折線強度を測定し、その強度比と SiC 量との関係式 (検量線) から定量する方法を研究した。その結果、選択配向の度合いや構造型混合比が変わる場合には、強度変化が逆になる 2 本の SiC 回折線を併用すればよいことが分かった。この方法によると、既報¹⁾の試料中に含まれていた α -アルミナやクロマイトが共存しても影響がない。

2 実 験

2.1 試料、装置など

SiC 粉末: 市販 SiC と粒 (商品名デンシック) C $\#$ 220 (顕微鏡で観察した主要部分の粒径: 70~80 μ m), GC $\#$ 320 (50~60 μ m), GC $\#$ 400 (20~30 μ m), GC $\#$ 800

* 昭和電工(株)微粉研究センター: 399-64 長野県塩尻市大字宗賀 1

** 山梨大学工学部応用化学科: 400 山梨県甲府市武田 4-3-11

(10~15 μm), GC # 1000 (8~12 μm), GC # 1500 (6~9 μm), GC # 2000 (5~7 μm) 及び C # 3000 (3~5 μm) と言われるもの (C は黒色, GC は緑色を呈し, # 数は粒度を示す) を用いた. これらの試料は構造型混合比が多少異なるが, Fig. 1 に示すように, 主成分は 6H 型²⁾で, 少量の 4H 型³⁾と 15R 型⁴⁾も含まれた. 後述する薄層試料調製法の検討や検量線の作成には, SiC 粉末をフッ化水素酸-硫酸処理し, 水洗, 乾燥して, 微量に含有するケイ酸などを除いて使用した. この場合, C 試料では約 3%, GC 試料では約 1% 減量した.

内標準用 Si 粉末: 和光純薬工業製 99.9%, 100 メッシュの Si 粉末を炭化ホウ素乳鉢で粉碎し, 水ひにより大部分が 3~5 μm となるように分級して用いた⁵⁾.

膜フィルターと濾過条件: MF-ミリポアフィルター (GSWP, 25 mm ϕ , 孔径 0.22 μm) を濾過径 16 mm の

フィルターホルダーにセットし, 水流ポンプで吸引して, 薄層試料の調製に用いた.

超音波分散槽: 島田理化学工業製超音波洗浄槽 (100 W, 39 kHz) に水を入れ, 試料粉末と分散液 (水又は 0.05% デキストリン溶液) の入ったビーカーを浸し, 10 分間超音波を照射して, 粉末を分散させた.

XRD 装置: 理学電機製自記 XRD 計に試料回転台及び銅管球を装着し, Table 1 の条件で用いた. 薄層試料は装置備え付けのアルミニウム製角形窓 (20 $\times$ 15 mm) 付き試料ホルダー (35 $\times$ 50 $\times$ 1.5 mm) と手製の円形窓 (23 mm ϕ) 付きアルミニウム薄板 (30 $\times$ 35 $\times$ 0.2 mm) で挟み, セロファンテープで固定すると共に, 薄層試料の厚み分だけ試料ホルダーの両側にセロファンテープをはり, 試料表面がゴニオメーターの中心に一致するようにして用いた.

Table 1 Conditions of XRD

Apparatus: Rigaku Geigerflex

Target	Cu	D. and S. slit	1°
Diffract. line	Cu K α	R. slit	0.3 mm
Voltage	30 kV	Counter	p. c.
Current	16 mA	Sample spinner	"on"
Filter	Ni		(usually)

超微量はかり: Cahn 社製 26 型自動電気はかり (実感量 0.1 μg) を用いた.

低温灰化装置: 柳本製作所 LTA-2S 型プラズマアッシュアー (100 W, 13.56 MHz) を膜フィルターの灰化に酸素流量 3.5~5 ml/min, 圧力 1~3 Torr で用いた.

2.2 定量操作

後述のように種々検討した結果, 定量のための基本操作を次のように定めた.

2.2.1 薄層試料の調製法 顕微鏡で粒度を観察した試料粉末 (数 mg まで) と内標準 Si 粉末 1.00 mg を 25 ml ビーカーに量り取り, 水 5 ml を加えてかき混ぜ, 超音波を照射して良く分散させ, 膜フィルターを用いて一度に速やかに吸引濾別する. 0.05% デキストリン水溶液 2 滴を滴下し, 風乾して調製する. なお, SiC が #1000 より細かい場合は 3.1(i) で述べる懸濁液分取/濾別法により薄層試料を調製してもよい.

2.2.2 強度測定と検量線の作成 共存物の回折線と重ならず, しかも強度が強い SiC の回折線を選び, 内標準 Si の回折線と共にこれらの強度を定時間法で測定する. 選択配向の影響があったり構造型の混合比が変わる場合にはそれらの影響の仕方が異なる 2 本の回折線 {(A) 及び (B) と呼ぶことにする} を選んで測定する. 又, 外部標準試料の回折線強度も測定して, 一次 X 線強度の有意な経時変動があれば補正し, ピーク強度か

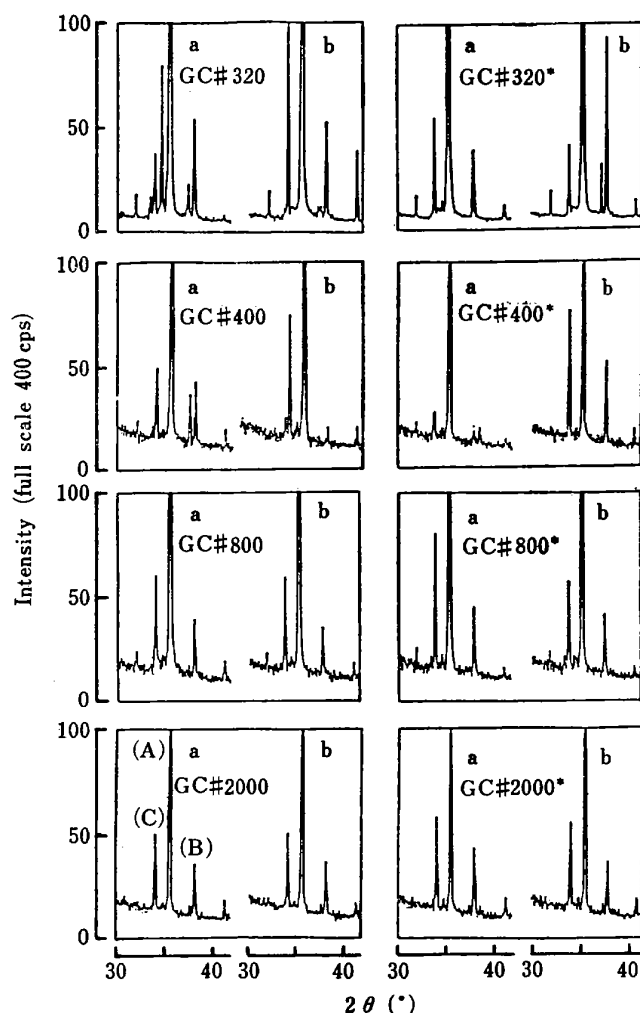


Fig. 1 Effect of particle size of silicon carbide powder (1.0 mg) filtered onto membrane filter (stationary specimen)

a: normal sample position, b: 2 mm shifted from normal position; *: reprepared; Diffraction line: (A) 6H(006) (102)+4H(004)+15R(0015) (015), (B) 6H(103)+4H(102), (C) 6H(101)

らバックグラウンド強度を差し引いて, 正味の強度を求める. 内標準 Si の添加量が正確に 1.00 mg でなかった場合は, その回折線強度が量に正比例するとして, 1.00 mg のときの値に補正する. 次に, SiC と Si の回折線の強度の比 $I_{\text{SiC}}/I_{\text{Si}}$ を求める (一線法) か, 又は選択配向の影響があったり, 構造型混合比が異なる場合は, 式(1) から強度比を計算する (二線法).

$$I_{\text{SiC}}/I_{\text{Si}} = (I_{\text{SiC(A)}} + \alpha I_{\text{SiC(B)}}) / 2I_{\text{Si}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで, α は重み係数であり, 強度比が選択配向性や構造型混合比の変化の影響を受けにくいように決める. 強度比と SiC 量との関係をプロットし検量線とするか, 最小二乗法で関係式を求める.

本研究では, SiC の回折線 (A) には最も強い 6H (006) (102) + 4H (004) + 15R (0015) (015) 回折線 (+ は回折線の重なりを示す) を, 回折線 (B) には強度が比較的強く, 配向や構造型混合比の影響の仕方が (A) と異なる 6H (103) + 4H (102) 回折線を選んだ. 内標準 Si では最強線の (111) と, (111) が共存物の回折線と重なる場合も考え, 第二強線の (220) を選び比較した. これらの角度と計数時間を Table 2 に示した. 又, 外部標準試料には手元にあった板状磁器中の α -石英の (101) 回折線を用いた. 更に, 式(1) の重み係数 α は, 本研究では後述のように 3.0 と決めた. なお, 式(1) 右辺の分母の係数 2 は, 実際の定量操作では必ずしも必要ないが, $I_{\text{SiC(A)}}/I_{\text{Si}}$ と比較し, 議論をしやすくするため付け加えた.

Table 2 Angle and counting time for intensity measurements

Line measured		$2\theta/^\circ$	Counting time/s
Si	(220)	47.3	100
	Background	46.5	20
SiC	(B) : 6H(103) + 4H(102)	38.0	400
	Background	37.0	80
SiC	(A) : 6H(006) (102) + 4H(004) + 15R(0015) (015)	35.6	200
	Background	33.0	80
Si	(111)	28.4	40
	Background	27.5	10

3 結果及び考察

3.1 薄層試料調製法の検討

種々の粒度の SiC 粉末を用いて, 次の二つの方法で試料を調製し, SiC の回収率を求め比較検討した.

(i) 懸濁液分取/汙別法: この方法は一度に多量の試

料を量り取り, 懸濁液を作り, 必要に応じてピペットで分取すれば良く, 多くの薄層試料を調製する場合便利なので検討した. デキストリン溶液を用いたのは, SiC の分散を少しでも安定にすることと, デキストリンの接着力により安定した薄層試料を作るためである. デキストリン濃度があまり高いと汙過性が悪かったので, 0.05% とした. 各 SiC 粉末 10.0 mg を 50 ml メスフラスコに入れ, 0.05% デキストリン溶液で標線に合わせ, 超音波を照射し, 手で振り混ぜ, 直ちにピペットで 5 ml (SiC として 1.00 mg) 分取し, 膜フィルターを用いて吸引汙別し, ビーカー器壁をデキストリン溶液 2 ml ずつで 2 回洗浄して同じフィルターで汉別して風乾した.

(ii) 全試料懸濁汉別法: 各 SiC 粉末 1~2 mg を 0.01 mg のけたまで量り取り, 25 ml ビーカーに移し, 0.05% デキストリン溶液又は水 5 ml を加えて振り混ぜ, 超音波を照射後, かき混ぜながら膜フィルターで汉別し, 以下 (i) と同様に洗浄し, 風乾した.

これらの薄層試料を, アルミニウムはくで作製した円形皿 (28 mm ϕ $\times$ 3 mm) に入れ, アルミニウムはくで覆い, ガラス板に載せて, 低温灰化装置に入れ酸素プラズマにより灰化した. 灰化に約 2 時間を要したが, その間 SiC 粉末及びアルミニウムはくの質量には有意な変化は認められなかった. 残留物をひょう量して SiC の回収率を計算し, 粒度との関係を求めた.

その結果, 懸濁液分取/汉別法では, #1000 より細かい粒度ならば, 数日間放置後に分取する場合でも, 振り混ぜ超音波照射すれば, 十分良い回収率が得られるが, それより粗くなるに従って, 回収率もその再現性も極めて悪くなることが分かった. 一方, 全試料懸濁汉別法では微量はかり又は超微量はかりが必要のうえ, その都度ひょう量の必要があるが, どの粒度でも, 又デキストリンを用いなくて水だけでも, 十分な回収率が得られ, 3.2 で述べるようにあまり粗くなければ強度の再現性も良い試料が調製できることが分かった.

3.2 回折図形の再現性に対する粒度の影響と試料回転の効果

どんな試料でも粒度が粗いと, 回折図形の再現性が悪くなる. SiC は粉碎が困難なので, 得られた種々の粒度の SiC を用い, 次のように回折図形の再現性を調べた. 各 SiC 粉末をそれぞれ 1.00 mg ひょう取し, 3.1(ii) 全試料懸濁汉別法で薄層試料を調製した. これをゴニオメーターの標準の試料位置に取り付けた場合と試料に平行に 2 mm ずらせた場合について, $2\theta = 30 \sim 42^\circ$ の間を走査して回折図形を測定した. 又, 別の日に薄層試料

を再調製して同様に測定しその再現性を調べた。更に、試料を面内に回転させて同様に測定し、試料回転の効果を調べた。結果を Fig. 1, 2 に示した。

試料を回転しないと、Fig. 1 の試料移動、再調製試料の回折図形の相対強度から分かるように、 $\#320$ 、 $\#400$ では回折図形のばらつきが著しく、同定さえ困難なほどであった。 $\#800$ より細かくなると回折図形の再現性は良い。一方、試料を回転させると、Fig. 2 が示すように回折図形の再現性が良くなり、 $\#320$ でも同定ができるほどになった。更に、 $\#400$ より細かい試料では再現性が良い。

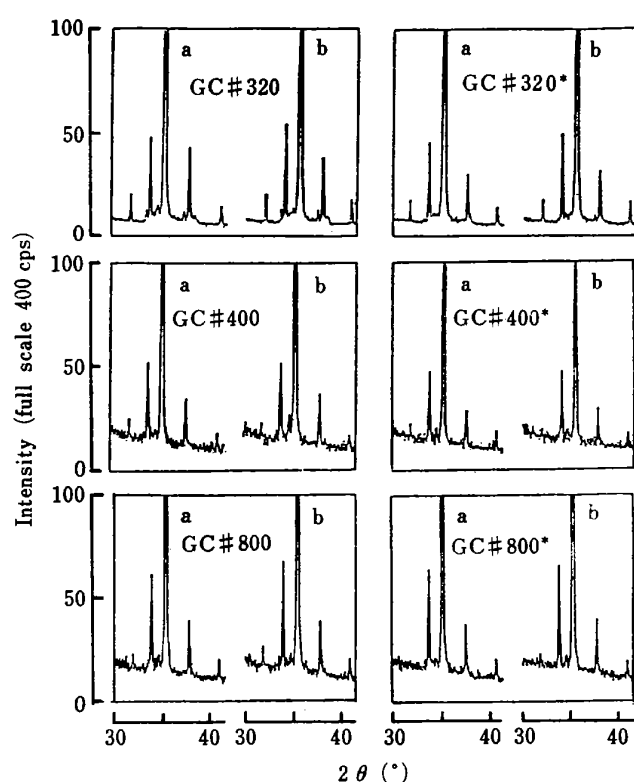


Fig. 2 Effect of particle size of silicon carbide powder (1.0 mg) filtered onto membrane filter (rotated specimen)

Symbol : see Fig. 1.

既報¹⁾では SiC 粉末をガラス板のくぼみに詰め、2% コロジオン酢酸アミル溶液数滴を加え固定して XRD 分析した。従って、薄層試料にすることによりどの程度配向しやすくなるかを知るため、この場合についても実験し、薄層試料と比較した。

ガラス板くぼみに詰めた試料では、回転しない場合、 $\#220$ では回折図形の再現性は極めて悪く、同定さえ困難と思われたが、 $\#400$ では同定が十分可能であった。一方、試料を回転させると、 $\#220$ でも同定は可能であ

り、 $\#320$ より細かい粒度では再現性が良かった。このことから、ガラス板くぼみに試料を詰めて測定する場合より、薄層試料のほうが配向性の影響が大きく、SiC が配向しやすいことが分かった。いずれの場合でも、試料を回転させたほうがはるかに強度の再現性が良く、薄層試料を用いる場合は顕微鏡による SiC の粒度観察と試料回転が特に重要であることが分かった。

3.3 粒度、種類の異なる SiC の検量線及び一線法と二線法の比較

(i) 一線法：種々の粒度の GC 又は C の SiC 粉末を用い、2.2 の操作に従って薄層試料を調製し X 線回折測定した結果について、SiC 量 (x) と強度比 (y) との関係式 ($y=ax+b$) と、1 mg の SiC に対する相対精度 σ (%) を Table 3 の左側の欄に示す。一般的に細かい粒度のほうが精度がよく、C $\#3000$ ではどの回折線強度比でも σ は 4% 以内であった。GC $\#2000 \sim$ GC $\#800$ では $\sigma=12, 13\%$ の場合もあったが、一般に $\sigma \leq 10\%$ であった。又、SiC 試料によって検量線のこう配 a が異なった。これは構造型混合比や選択配向の違いによるものと思われる。従って、これらのうち比較的 a の値が近い GC $\#2000 \sim$ GC $\#800$ をまとめて一つの検量線で表すと $\sigma < 11\%$ であった。従って、一線法でも、又どの回折線強度比でも $\#800$ より細かければ定量できるが、構造型混合比が大きく変わったり、 $\#400$ より粗いものはばらつきが大きい。

(ii) 二線法：上記のような選択配向と構造型混合比の影響をできるだけ少なくするため、2 本の回折線の併用を検討した。Table 3 のように、粒度が粗くなると、 $I_{\text{SiC(A)}}/I_{\text{Si}}$ の検量線のこう配が大きくなり、一方 $I_{\text{SiC(B)}}/I_{\text{Si}}$ のそれは逆に多少小さくなる傾向があった。又、JCPDS カード²⁾³⁾ によると、SiC 回折線 (A) と (B) に含まれる各構造型回折線の相対強度は、6H 型では 100 : 35 であるのに対し、4H 型では逆に 65 : 94 である。従って、2.2.2 で述べた式 (1) のように回折線 (A) と (B) を組み合わせれば、選択配向や構造型混合比の変化の影響を軽減できる可能性がある。本研究では式 (1) 中の重み係数 α を式 (2) から決めた。

$$a_{\text{SiC(A)}/\text{Si}(220), \text{GC}} + \alpha a_{\text{SiC(B)}/\text{Si}(220), \text{GC}} \\ = a_{\text{SiC(A)}/\text{Si}(220), \text{C}} + \alpha a_{\text{SiC(B)}/\text{Si}(220), \text{C}} \cdots \cdots (2)$$

ここで $a_{\text{SiC}/\text{Si}, \text{GC}}$ は Table 3 に示した GC $\#2000 \sim$ GC $\#800$ 試料の強度比を用いて得た検量線のこう配の平均を、 $a_{\text{SiC}/\text{Si}, \text{C}}$ は C $\#3000$ 試料で得た検量線のこう配を示す。得られた $\alpha=3.0$ を用いて計算した二線法の

Table 3 Calibration curves for silicon carbide powder of different particle sizes

Sample	One line method						Two line method					
	$I_{SiC(A)}$			$I_{SiC(B)}$			$I_{SiC(A)} + 3I_{SiC(B)}$			$I_{SiC(A)} + 3I_{SiC(B)}$		
	$I_{Si(220)}$			$I_{Si(111)}$			$2I_{Si(220)}$			$2I_{Si(111)}$		
	$\sigma, \%$			$\sigma, \%$			$\sigma, \%$			$\sigma, \%$		
	a	b	$\sigma, \%$	a	b	$\sigma, \%$	a	b	$\sigma, \%$	a	b	$\sigma, \%$
C # 3000	1.02	+0.01	3	0.42	-0.008	2	0.35	-0.005	3	0.145	-0.006	4
GC # 2000	1.26	-0.05	6	0.33	-0.012	5	0.43	-0.018	7	0.115	-0.004	7
GC # 1500	1.26	0.00	3	0.30	-0.027	8	0.46	-0.018	8	0.108	-0.014	12
GC # 1000	1.41	-0.09	7	0.36	-0.024	9	0.48	-0.034	7	0.131	-0.014	13
GC # 800	1.39	+0.07	10	0.30	0.000	4	0.49	-0.005	9	0.105	-0.006	7
GC # 2000 ~GC # 800	1.35	-0.06	9	0.33	-0.036	9	0.48	-0.045	8	0.115	-0.020	11
GC # 400	1.64	+0.10	17	0.23	+0.001	12	0.53	+0.031	19	0.074	+0.001	12
C # 3000 ~GC # 400	1.34	-0.01	22	0.32	-0.012	23	0.46	-0.014	20	0.111	-0.007	25
C # 220	1.93	-0.16	11	0.37	-0.060	28	0.68	-0.070	14	0.131	-0.023	30

$y = ax + b$, y : intensity ratio, x : mg SiC; SiC(A): $6H(006)(102) + 4H(004) + 15R(0015)(015)$; SiC(B): $6H(103) + 4H(102)$; $\sigma(\%) = (\sigma_x/\bar{x}) \times 100$

検量線の式と精度を Table 3 の右側の欄に示した。C # 3000 から GC # 400 までの検量線のこう配は、一線法では $I_{SiC(A)}/I_{Si(220)}$ が 1.02~1.64, $I_{SiC(B)}/I_{Si(220)}$ が 0.23~0.42, $I_{SiC(A)}/I_{Si(111)}$ が 0.35~0.53, $I_{SiC(B)}/I_{Si(111)}$ が 0.074~0.145 であったのに対し、二線法によれば $I_{SiC}/I_{Si(220)}$ が 1.08~1.23, $I_{SiC}/I_{Si(111)}$ が 0.38~0.43 となり、変化が少ない。又、C # 3000~GC # 400 をまとめた検量線の σ は約 9% であり、一線法の 20~25% に比べ半分以下に改善された。従って、二線法によれば、C # 3000~GC # 400 の範囲では検量線を粒度別又は種類別に作成せずに定量でき、構造型混合比や配向による影響を大幅に少なくできることが分かった。

3.4 共存物の影響

既報¹⁾の土壌試料中に含まれていた α -アルミナ、クロマイトなど化学的に安定で密度の高い鉱物を SiC に共存させて、強度比への影響を検討した。7 個の 25 ml ビーカーに、C # 3000 の SiC 粉末 1.00 mg と内標準 Si 粉末 1.00 mg を含む懸濁液 5 ml をそれぞれとった(懸濁液分取法)。これらに α -アルミナ粉末(粒径 1~3 μ m) 又はクロマイト粉末(1~5 μ m) の 5 mg 以下の種類の量を超微量はかりでひょう取して移し、0.05% デキストリン溶液各 5 ml を加えた。以下、2.2 の操作に従って作製した薄層試料について回折線強度比を測定した結果を Fig. 3, 4 に示した。

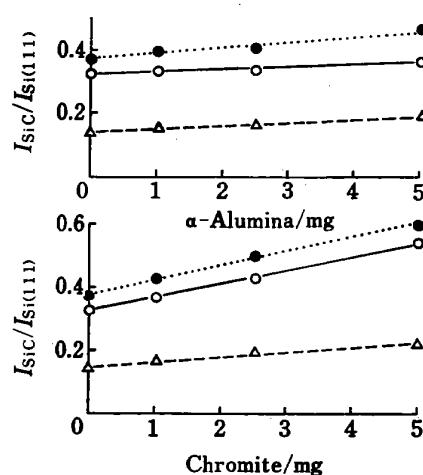


Fig. 3 Relationships between SiC/Si(111) peak intensity ratios and quantity of α -alumina or chromite

○ $I_{SiC(A)}/I_{Si(111)}$, △ $I_{SiC(B)}/I_{Si(111)}$, ● $[I_{SiC(A)} + 3.0 \times I_{SiC(B)}]/[2I_{Si(111)}]$. All specimens contain SiC (C # 3000) and Si of 1.00 mg each.

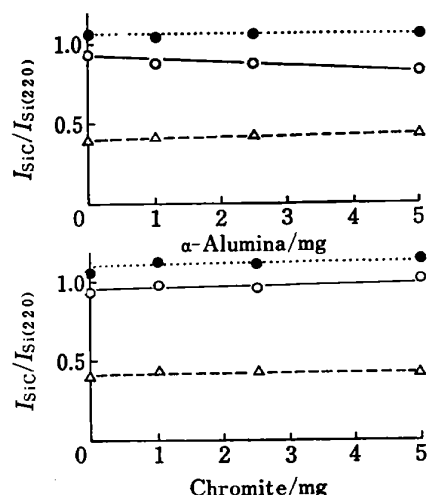


Fig. 4 Relationships between SiC/Si(220) peak intensity ratios and quantity of α -alumina or chromite

○ $I_{\text{SiC(A)}}/I_{\text{Si(220)}}$, △ $I_{\text{SiC(B)}}/I_{\text{Si(220)}}$, ● $[I_{\text{SiC(A)}} + 3.0 \times I_{\text{SiC(B)}}] / [2I_{\text{Si(220)}}]$. All specimens contain SiC (C#3000) and Si of 1.00 mg each.

Si(111) 回折線を用いた場合： α -アルミナやクロマイトの量が増えると、二線法の場合も含めいずれのSiC/Si(111) 強度比も増加した。この理由は、既報⁵⁾で示したように、Si 粉末が粗くなったとき、Si(220) 強度はほぼ一定であったのに対し、(111) 強度は大きく増大し、(111) のほうが選択配向しやすいと考えられること、実験中 Si(111)/(220) 強度比が共存物の添加と共に減少したことなどから、Si 粉末の(111) 方向の選択配向が共存物の添加により抑えられ、その回折強度が希釈比以上に減少したためと思われる。この場合でも、 α -アルミナは約 2 mg 以下、クロマイトは約 0.8 mg 以下であれば、10% 以下の誤差で定量できる。

Si(220) 回折線を用いた場合：SiC(A)/Si(220) 強度比は α -アルミナ量の増大と共に減少し、SiC(B)/Si(220) 強度比は逆に多少増大する傾向を示したが、二線法ではほぼ一定値となった。又、クロマイト共存のときはその量によらず、SiC(A)/Si(220)、SiC(B)/Si(220) 強度比ともほぼ一定値を示した。従って、この場合は α -アルミナ又はクロマイトが少なくとも 5 mg まで共存しても影響がない。

以上から、内標準 Si の回折線には (111), (220) 共使えるが、特に (220) を用いるほうが共存物の影響が少なく、Si(220) との強度比を用いる二線法によれば、アルミナやクロマイトを混在した数 mg 程度の試料中の 1 mg 前後の SiC が 10% 以下の精度で定量できることが分かった。

文 献

- 1) 伊藤醇一, 川島英毅, 遠藤克則, 前田倫男, 深沢力: 分析化学, **34**, 472 (1985).
- 2) JCPDS Diffraction Data File No. 29-1128 (1979).
- 3) JCPDS Diffraction Data File No. 29-1127 (1979).
- 4) JCPDS Diffraction Data File No. 22-1301 (1972).
- 5) T. Fukasawa, M. Iwatsuki, L. Rajapakse, *Anal. Chim. Acta*, **158**, 247 (1984).

☆

X-Ray diffractometric determination of silicon carbide in milligram samples. Jun'ichi Ito*, Masaaki IWATSUKI, Michio MAEDA, Katsunori ENDO and Tsutomu FUKASAWA** (*Powder Research Center, Showa Denko K.K., Soga-1, Shiojiri-shi, Nagano 399-64; **Department of Applied Chemistry, Faculty of Engineering, Yamanashi University, 4-3-11, Takeda, Kofu-shi, Yamanashi 400)

A study is described on the X-ray diffractometric determination of 0.5~2 mg silicon carbide (SiC) in a milligram sample formed into a thin layer. The preparation of thin-layer specimens was studied using SiC powders of different particle sizes. Reproducibility of diffraction patterns was examined on the prepared specimens to estimate a critical particle size required for reliable XRD analysis. Relationships of SiC amounts *vs.* intensity ratios of SiC to internal standard silicon were compared among specimens with different sized SiC and among different lines of SiC and silicon. An appropriate combination of the ratios gave a calibration curve common to determination of SiC through #3000 to #400. Mixed SiC specimens with α -alumina and chromite were also examined.

(Received December 24, 1987)

Keyword phrases

XRD determination of silicon carbide; thin-layer specimen of milligram amount; reproducibility of diffraction pattern; particle size effect.