

炭酸ナトリウムを添加した水熱処理によるベーマイト粒子の合成

(岐阜大学) ○瀬口隼大・吉田道之・櫻田 修・(河合石灰工業) 木戸健二

【諸言】 ベーマイトは、アルミニウムの水酸化物の一つであり、耐薬品性に優れ、脱水温度が高い(400~500°C)といった特徴から樹脂の補強材や難燃剤などに用いられている。また、ベーマイトは合成条件で粒子の形状・サイズが変化することが知られている。本研究室では水熱合成時に pH や添加剤の種類、量などの条件を変化させることでベーマイト粒子の形態制御の検討を行ってきた。本研究では、水熱合成によって得られるベーマイト粒子について炭酸ナトリウム添加量と合成時間が粒子形態に及ぼす影響について検討した。

【実験】 テフロン製内筒の耐圧容器に所定量の水と水酸化アルミニウム、炭酸ナトリウム(水酸化アルミニウムに対して 0-50mol%)を加え保持時間(0-20h)を変化させて 170°Cで水熱処理を行った。得られた試料について XRD 測定、SEM 観察を用いて評価した。

【結果と考察】 炭酸ナトリウム添加量を変化させて合成した試料の XRD 測定結果から、炭酸ナトリウムを添加するにしたがってベーマイト(020)面の回折強度が大きくなる傾向が認められた。これは、合成されたベーマイト粒子の形状が、Fig. 1 に示すような厚さが薄く粒形の大きな板状粒子となったことで粒子が配向しやすくなったためであると考えられる。また、添加量の増大とともに短い合成時間でベーマイトのピークが認められたことから、炭酸ナトリウムが水酸化アルミニウムからベーマイトへの反応を促進することがわかった。また、20mol% 炭酸ナトリウムを添加し経時変化を追跡した結果、反応初期において原料粒子表面に六角形板状粒子が析出し、さらに合成時間とともに結晶が成長していく傾向が確認された。各合成時間の XRD 測定結果を Fig. 2 に示す。また、XRD 測定結果から得られたギブサイト(002)面およびベーマイト(020)面の回折強度と合成時間の関係を Fig. 3 に示す。10h 合成後にギブサイトのピークは消失し、ベーマイト単相が得られた。10h 以降、SEM 観察によるベーマイトの粒径はほとんど変化していないが、XRD のベーマイト(020)のピーク強度は時間とともに強くなっており、配向性が高くなっていることを示唆している。

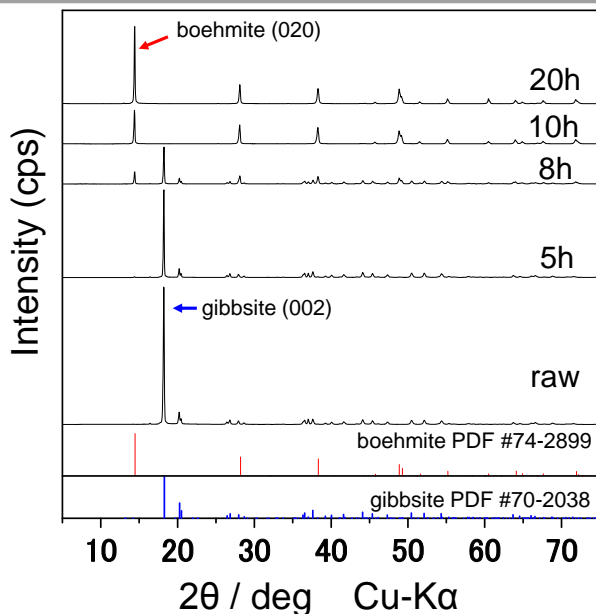


Fig.2 種々時間、水熱合成(20mol% Na₂CO₃, 170°C)して得られた試料の XRD 測定結果

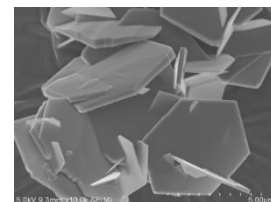


Fig.1 板状ベーマイトの SEM 像 (20mol% Na₂CO₃, 170°C, 20h)

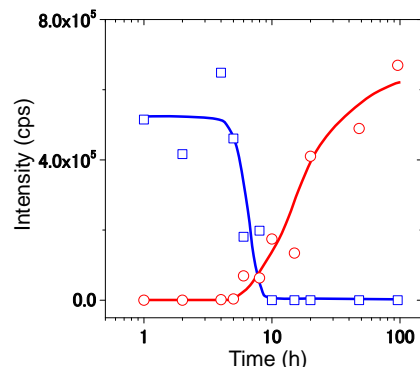


Fig.3 ギブサイト(002)面(□)およびベーマイト(020)面(○)における XRD 回折強度