

## 連鎖状炭酸カルシウム粒子の凝集構造解析

(白石中央研究所) ○毛塚雄己・隈善貴・松原桂・田近正彦

**Agglomeration Structure Analysis of Chain-like Calcium Carbonate Particles** / (Shiraishi Central Laboratories, Co., Ltd.) Yuki Kezuka, Yoshiki Kuma, Kei Matsubara, Masahiko Tajika / Abstract: Structure and agglomeration states of chain-like calcium carbonate particles were investigated using TEM (transmission electron microscopy), FE-SEM (field emission scanning electron microscopy) and mercury porosimetry, in order to understand the mechanism of high dewaterability of the material. It has been shown that pore diameter within agglomerates of chain-like particles were much larger than that of colloidal particles. The details on the structure and agglomeration state differences between chain-like particles and colloidal particles will be discussed in the presentation.

問合せ先: E-mail: kezuka\_yuki@shiraishi.co.jp

### 【緒言】

炭酸カルシウムは主にフィラーとしてシーリング材、ゴム、プラスチック、インキ、塗料、製紙などに広く利用される産業上重要な粉体材料である。水酸化カルシウムスラリーに炭酸ガスを導入する炭酸ガス化合法により炭酸カルシウムを作製するとコロイド状粒子が形成されるが、この合成過程で水酸化カルシウムスラリーを添加することで粒子が特定方向に連なった連鎖状粒子が形成されることがわかっている。このようにして合成された連鎖状炭酸カルシウムは通常のコロイド状粒子と比較して著しく高い脱水性を発現することがわかっているが、その凝集構造に関する詳細な報告はなく、高脱水性発現機構は明らかになっていない。そこで、本研究では連鎖状炭酸カルシウム粒子およびその凝集構造を TEM、FE-SEM 等により観察・解析することで、高脱水性発現機構にアプローチした。

### 【実験方法】

水酸化カルシウムスラリー(純度>99.5%)を出発材料として、炭酸ガス化合法(水酸化カルシウムスラリー添加あり/なし)により連鎖状炭酸カルシウムスラリー/コロイド状炭酸カルシウムスラリーをそれぞれ合成した。両スラリーを凍結乾燥することで粉体試料を取得し、TEM(日本電子製 JEM-2100、加速電圧 200 kV)による連鎖状粒子の構造解析、FE-SEM(日本電子製 JSM-6330F、加速電圧 3.0kV)による凝集構造観察、また水銀ポロシメータ(サーモフィニガン製 Pascal 140/240)による凝集粒子内の細孔分布測定を行った。

### 【結果と考察】

はじめに、水酸化カルシウムスラリーの添加あり/なしの条件で合成したそれぞれの粒子を TEM 観察することで、連鎖状粒子/コロイド状粒子が所望の通り合成されていることを確認した。連鎖状粒子を $[1\bar{1}00]$ 晶帯軸入射で観察した TEM 明視野像と対応する制限視野電子回折図形を Fig. 1 に示す。方位解析の結果、連鎖状炭酸カルシウムの長軸方向はカルサイト $[0001]$ 方向に相当することが明らかになった。

連鎖状粒子の凝集構造を FE-SEM により観察した結果を Fig. 2 に示す。連鎖状粒子同士が空隙を伴って凝集している様子が確認される。一方で、水銀ポロシメータにより細孔分布を測定したところ、最多確率空隙径は連鎖状粒子で 74 nm、コロイド状粒子で 34 nm となっており、凝集粒子内の細孔サイズに大きな違いがあることが確認された。以上のような凝集構造の違いが、連鎖状粒子がコロイド状粒子と比較して高い脱水性を持つ理由であると考えられる。講演では以上のような連鎖状粒子およびその凝集構造に関して、X 線回折、BET 比表面積測定、Cryo-SEM 観察の結果を加味した考察を報告する予定である。

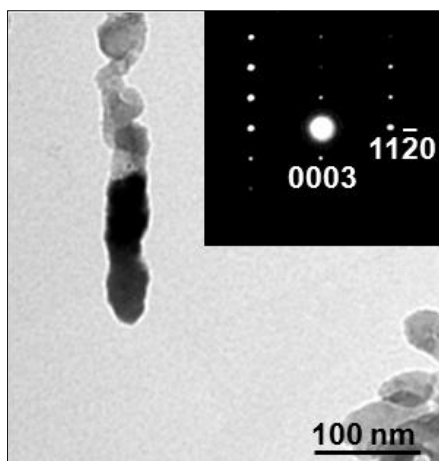


Fig. 1 A bright field TEM image and a selected area diffraction pattern of a chain-like particle.

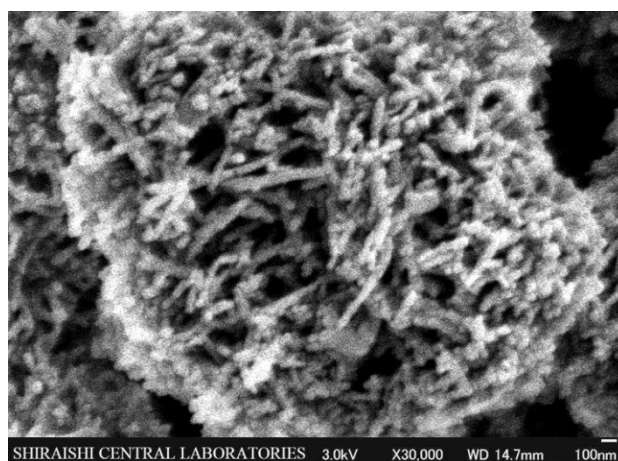


Fig. 2 A FE-SEM image of an agglomerate of chain-like particles.