

(43) Mg 添加による炭酸カルシウム粒子の形態制御
(株式会社白石中央研究所) ○吉田麻弥・毛塚雄己・江口健一郎・田近正彦

Morphology Control of Calcium Carbonate Particles by Magnesium Addition
(Shiraishi Central Lab. Co., Ltd.) ○M.Yoshida, Y.Kezuka, K.Eguchi and M.Tajika

1. 目的

炭酸カルシウム(以下、 CaCO_3)は、石灰石として天然に豊富に存在しており、国内で自給可能な鉱物資源である。また、産業上重要な無機粉体の一つであり、その用途はゴム、プラスチック、シーリング、インキ、製紙、食品添加物など広範囲にわたる。 CaCO_3 の形態を制御することで、より付加価値の高い製品として新たな市場に投入できる可能性がある。 CaCO_3 粉体の工業的な合成方法である炭酸ガス化合法において、合成時に $\text{Mg}(\text{OH})_2$ を共存させることで、アスペクト比の大きい CaCO_3 連鎖状粒子を取得できることが明らかになっている^{1,2)}。そこで本研究では、① $\text{Mg}(\text{OH})_2$ および MgSO_4 を添加して合成を行うことで陰イオンの影響を評価すること、②これらの合成過程の粒子形態変化を明らかにすることを目的とした。

2. 方法

出発材料には、不純物の影響をできる限り排除するため、高純度の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (白石工業製、99.99%、以下 $\text{Ca}(\text{OH})_2$)を使用した。 Mg 化合物は、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (和光純薬工業製、99.9%)および $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (和光純薬工業製、99.9%、以下 MgSO_4)を用い、それぞれ 5 wt% 添加した。合成開始時の濃度、温度を各々、5 wt%、15℃とし、炭酸ガスをエアコンプレッサーで希釈して調整した炭酸ガス濃度 30 vol%の混合ガスを導入した。合成時の電気伝導度および pH をポータブル電気伝導率・pH 計(東亜ディーケーケー製 WM-32EP)を用いて測定した。反応時の懸濁液を逐次サンプリングし、直ちに多量のエタノールに加えて反応を停止させ、ろ過、エタノール洗浄後、室温で減圧乾燥させることで粉体試料を得た。試料の BET 比表面積は N_2 を用いた流動式比表面積測定装置(マウンテック製 Macsorb HM1208)で測定した。また、結晶子サイズは X 線回折装置(リガク製 Multi Flex)を用い、ピークの半値幅からシェラーの式より算出した。さらに、試料の形状とサイズは透過型電子顕微鏡(日本電子製 JEM-2010)で観察した。

3. 結果

(a)無添加、(b) $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 添加、(c) MgSO_4 添加の系について得られた生成物の比表面積および結晶子サイズを Table.1 に、TEM 写真を Fig.2 に示した。また、合成時の電気伝導度および pH の変化を Fig.1 に示した。 Mg 化合物を添加することで、電気伝導度お

よび pH の変化に違いが見られた。pH10 付近で添加した Mg が溶け出すため、(a)無添加と違いが見られたと考えられる。得られた生成物は、Mg 化合物を添加することで比表面積は大きく、結晶子サイズは小さくなり、高アスペクト比の連鎖状粒子が得られた。これは Mg がカルサイト粒子表面に析出することで、粒子の形状変化が抑制されたためであると考えられる。また、陰イオンの影響も見られ、MgSO₄ 添加では、Mg(OH)₂ 添加と比較して粒子幅の小さい粒子が得られた。

これらの生成過程における粒子形態変化や高アスペクト比の連鎖粒子が得られる機構については、発表時に報告する。

Table.1 生成物の比表面積および結晶子サイズ

試料名	比表面積(m ² /g)	結晶子サイズ(nm)
(a) 無添加	32.6	43
(b) Mg(OH) ₂ 添加	50.3	28
(c) MgSO ₄ 添加	51.8	20

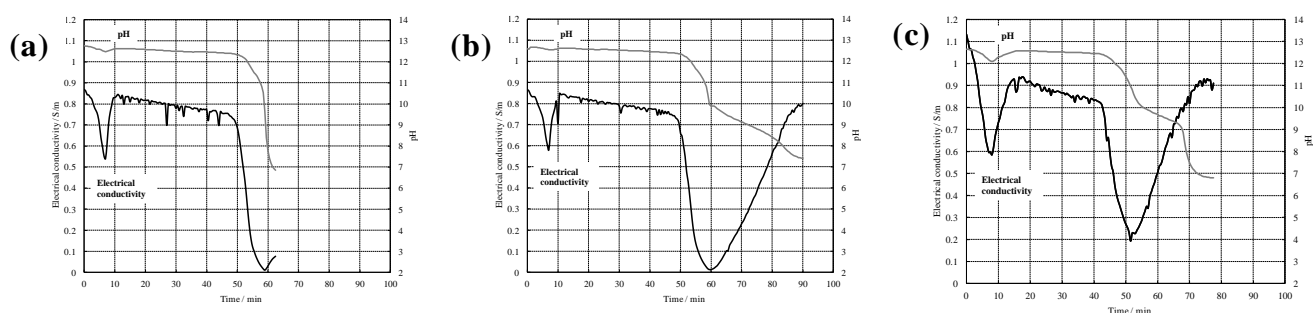


Fig.1 合成時の電気伝導度および pH の変位

(a)無添加、(b)Mg(OH)₂ 添加、(c)MgSO₄ 添加

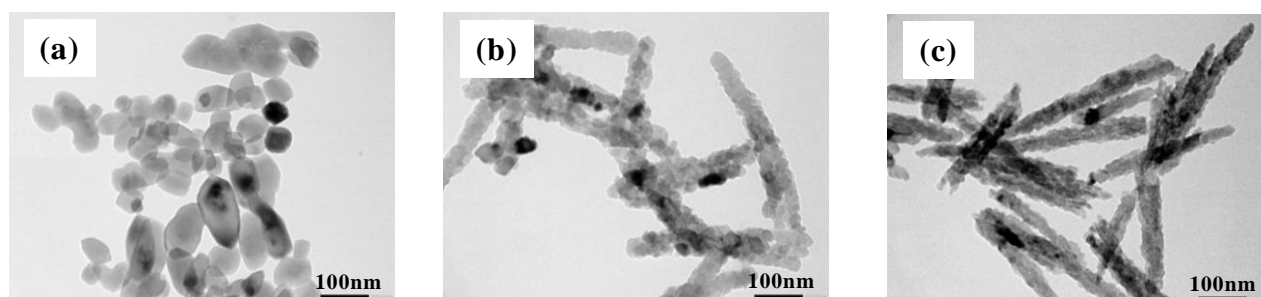


Fig.2 生成物の TEM 写真

(a)無添加、(b)Mg(OH)₂ 添加、(c)MgSO₄ 添加

【参考文献】

- 1)毛塚ら，日本セラミックス協会 2017 年年会，3E17 (2017).
- 2)毛塚ら，日本セラミックス協会第 30 回秋季シンポジウム，2T08 (2017).