

フィチン酸カルシウムと塩化カルシウムとの反応によるリン酸カルシウムの合成における焼成温度の影響

(大阪技術研) ○前田 和紀・青戸 義希・道志 智

Effect of calcination temperature on the synthesis of calcium phosphates by the reaction of calcium phytate with calcium chloride (Osaka Research Institute of Industrial Science and Technology) ○Kazuki Maeda, Yoshiki Aoto, Satoru Dohshi.

Hydroxyapatite (HAP) has been used in a variety of applications such as biomaterials and catalysts. Hence, sustainable synthesis methods of HAP have been developed with natural sources. Phytic acid, which has six phosphate esters per molecule, is the biomass contained in plants and can be used as a phosphorus source to synthesize calcium phosphates. We have revealed that calcination of a mixture of calcium phytate and calcium chloride at a Ca/P ratio of 1.67 yields $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ at 1100 °C, but the reaction mechanism is unclear. In this study, we investigated the effect of calcination temperature on the crystal structure of the products in the range of 600 °C to 1100 °C using X-ray diffraction (XRD) to estimate the reaction mechanism (Fig.1). $\text{Ca}_2\text{PO}_4\text{Cl}$ was obtained as the main product at the calcination temperature of 700 °C, and $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ was obtained as the main product from 800 °C to 1000 °C. These results suggested that the reaction is via these compounds as reaction intermediates.

Keywords : Biomass; Phytic acid; Hydroxy apatite, reaction mechanism

ハイドロキシアパタイト (HAP) は、生体材料、触媒材料など様々な用途で利用されている。そのため、天然資源を用いた持続可能な合成法が検討されている。我々は、植物に含まれるフィチン酸を天然由来のリン資源として活用した新規 HAP の合成法を開発してきた。これまでに、フィチン酸とカルシウム塩であるフィチン酸カルシウムと塩化カルシウムとを、Ca/P 比率が 1.67 となるように物理混合した後、空气中、1100 °C で焼成すると HAP が得られることを明らかにしたが、HAP の生成メカニズムは未解明である。

本研究では前述の反応において、焼成温度が反応生成物の結晶構造に与える影響を検討し、反応メカニズムの推定を行った。まず、600 °C から 1100 °C の間に設定した焼成炉で、フィチン酸カルシウムと塩化カルシウムを 3 時間反応させて粉末状の生成物を得た。次に XRD を用いて各焼成温度で得られた生成物の同定を行った (図 1)。その結果、HAP 以外に、 $\text{Ca}_2\text{PO}_4\text{Cl}$ およびクロロアパタイト (CIAP) が生成したことが明らかとなった。 $\text{Ca}_2\text{PO}_4\text{Cl}$ は、700 °C では主生成物だが、焼成温度上昇に伴い回折ピークの減少が見られ、900 °C の時点でほとんど消失した。一方、CIAP は 800 °C から 1000 °C までの高温領域で主生成物であった。以上の結果から HAP 生成反応において、 $\text{Ca}_2\text{PO}_4\text{Cl}$ および CIAP を中間体として経過していることが示唆された。

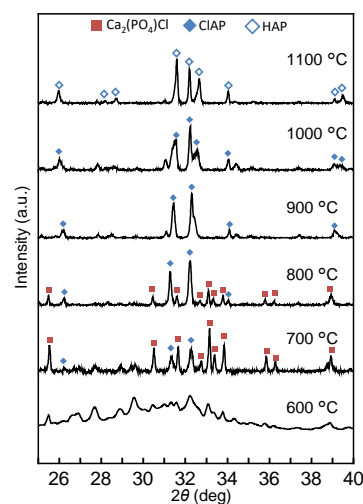


Fig. 1 XRD patterns of samples with different calcination temperatures