

大気中固相反応法による Na 型テニオライト系マイカの合成

(信州大院総合理工¹・信州大工²) ○長津 亮平¹・山口 朋浩²・樽田 誠一²

Synthesis of Na-taeniolite series fluorine micas by a solid state reaction in air

(¹Grad. Sch. Sci. Technol., Shinshu Univ., ²Fac. Eng., Shinshu Univ.) ○Ryohei Nagatsu¹, Tomohiro Yamaguchi², Seiichi Taruta²

Na-taeniolite series fluorine micas ($\text{Na}_x\text{Mg}_{3-x}\text{Li}_x\text{Si}_4\text{O}_{10}\text{F}_2$, $x = 0.4-1.0$) were synthesized by a lower-temperature solid state reaction in air. In this study, in order to reduce the coprecipitation of different products, fumed silica as a SiO_2 source and NaCl as a flux were used for the raw materials of Na-micas. As a result, the use of fumed silica and NaCl led to the formation of Na-micas for shorter sintering time, although small amounts of different products were still coprecipitated. Na-micas having lower layer charges ($x = 0.6, 0.4$) were formed as a swelling (hydrated) phase.

Keywords: Na-taeniolite; mica; solid state reaction; layer charge

【緒言】合成フッ素雲母は、天然雲母に比べ耐熱性や白色性に優れており、不純物が少なく多機能化が期待できる。Na 型テニオライト系マイカ ($\text{Na}_x\text{Mg}_{3-x}\text{Li}_x\text{Si}_4\text{O}_{10}\text{F}_2$, $x = 0.4\sim 1.0$) は膨潤性フッ素雲母として知られ、大気中での低温固相反応でも合成できるが、大気中合成では共生物も多く生成する。本研究では、Na 型テニオライト系マイカの大気中固相反応法での合成において、 SiO_2 源としてフュームドシリカを用いること、およびフラックスとして NaCl を添加することで、共生物の生成抑制を試みた。

【実験方法】目的の Na 型マイカ ($x = 0.4, 0.6, 0.8, 1.0$) の組成に一致するように試薬 (NaF、LiF、MgO、 MgF_2 、フュームドシリカ) を秤量して原料混合物とし、さらに NaCl を生成マイカ 1 mol あたり 0 または 1 mol 添加して混合した。これを 75 MPa で真空一軸加圧成形し、850°C で 0~1.5 時間保持して焼成した。得られた結晶塊を粗く粉砕した後、蒸留水で洗浄し、遠心分離により固相成分を回収してマイカ試料とした。この試料について、XRD、SEM、FT-IR、EDS で分析、評価した。

【結果と考察】 SiO_2 源に、通常の SiO_2 試薬を用いた場合とフュームドシリカを用いた場合のいずれにおいても、検討した全ての x 値の試料でマイカ結晶が生成した。通常の SiO_2 試薬を用いた試料と XRD パターンを比較すると、フュームドシリカを用いた試料の方が共生物の回折線の強度が低下した。また、フュームドシリカを用いると、より短時間でマイカの生成が進行することが判明した。層電荷の小さい試料 ($x = 0.6$ および 0.4) では、マイカ結晶は膨潤相を形成した。また、フュームドシリカを用い、原料混合物に NaCl を添加して 850°C で焼成した場合においても、全ての x 値の試料でマイカ結晶が生成した。この条件では、NaCl を含まない原料混合物からの試料に比べ、共生物の生成をさらに抑制できることが判明した。また、NaCl を添加した場合、層電荷の大きい試料 ($x = 1.0$ および 0.8) ではさらに短時間でマイカの生成が進行し、層電荷の小さい試料 ($x = 0.4$) ではマイカの粒径が大きくなった。NaCl はフラックスとして作用して、共生物の生成抑制とマイカ結晶の生成促進に影響をおよぼしたと判断される。