

Na 型フッ素金雲母の合成と膨潤化

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

Synthesis of Na-fluorine phlogopite micas and their swellability

(¹Grad. Sch. Sci. Technol., Shinshu Univ. ・²Fac. Eng., Shinshu Univ.)

○Hiroshi Fujiwara¹, Tomohiro Yamaguchi², Seiichi Taruta²

Synthesis of Na-fluorine phlogopite micas ($\text{NaMg}_3\text{AlSi}_3\text{O}_{10}\text{F}_2$) from raw batches containing an excess amount of NaF or NaCl as a flux by a solid state reaction method, as well as from stoichiometric raw batch by a melting method, was undertaken. In the case of the solid state reaction, Na-micas were obtained by the calcination of raw batches at 900-1150°C and the yield of Na-micas changed depending on the calcination conditions. Na-micas were obtained as a single phase of anhydrate state by the melting method. The anhydrate phase changed into hydrate phase after the treatment in water.

Keywords : Na-fluorine phlogopite, melting method, solid state reaction, swelling

【緒言】合成フッ素雲母（マイカ）は、天然雲母に比べ耐熱性や白色性などに優れており、不純物が少ないため広く利用されている。また、ある種の組成の合成フッ素雲母は、層間に水分子を取り込むことで、天然雲母にはない膨潤能を発現することが知られている。本研究では、Na 型フッ素金雲母($\text{NaMg}_3\text{AlSi}_3\text{O}_{10}\text{F}_2$, Na-mica)を熔融法および固相反応法で合成し、雲母結晶の生成や膨潤挙動を比較した。

【実験方法】Na-micaの組成に一致するように試薬を秤量して原料混合物とした。固相反応法では、これに過剰のNaF又はNaClを添加し、その混合物を真空一軸加圧成形した。白金容器に原料混合物を充填して乾燥させた後、容器を密封した。これを固相反応法では900-1150°Cで2h焼成し、また熔融法では1350°Cで2h熔融後に徐冷し、結晶塊を得た。結晶塊を粗粉碎し、蒸留水中又はLiCl水溶液中で攪拌して洗浄した。得られた粉末を乾燥させてマイカ試料とし、XRD、SEMおよびFT-IR等で分析・評価した。

【結果と考察】固相反応法で作製した試料では、焼成温度に依存してNa-micaの生成量が異なり、高温(1150°C)ではNa-micaが単一相で得られた。このNa-micaは非膨潤相として生成したが、蒸留水中での処理により膨潤相に変化した。過剰のNaF又はフラックスとしてNaClを加えて作製したマイカ試料においても、非膨潤相として生成したNa-micaは蒸留水中での処理により膨潤相へと変化した。熔融法で作製したマイカ試料では、非膨潤相のNa-micaがほぼ単一相として生成し、アスペクト比の大きなフレーク状のマイカ結晶粒子が観察された。熔融法で作製した試料についても、蒸留水中で攪拌すると、マイカ結晶は非膨潤相から膨潤相へと変化した。特に、7日以上蒸留水中で攪拌した場合には非膨潤相は消失して膨潤相のみとなった。また、LiCl水溶液中で1日攪拌した場合にも、非膨潤相が消失して膨潤相のみとなった。このことから、LiCl水溶液を用いるとより短時間で膨潤性Na-micaに変質できることが明らかになった。