

マイクロ波化学法による各種材料の簡単合成

高温高圧流体技術研究所
近 田 司

1. 緒 言

低エネルギー電磁波であるマイクロ波は、これまで専ら加熱、乾燥手段として実用に供されてきたが、これを反応系に照射すると化学反応が特異的に加速あるいは進行することが、近年多くの実例によって明らかになりつつある¹⁻⁴⁾。そこで、本研究ではこのマイクロ波化学法を用いて、フェライトをはじめとする磁性材料の合成、あるいは廃棄物の有用物への転換等を試み、その効果の定量あるいは適用の限界に関して検討を行うと共に、効果発現のメカニズムを推定した。

2. 実 験

2.1 原料および実験装置

合成実験に使用したFeやNi等の水溶性金属化合物、塩基あるいは有機溶剤等の試薬は、特に精製処理をすることなくそのまま用いた。また、廃棄物である石炭灰は、(株)ゼオ・ゲイトから提供された。一方、マイクロ波加熱装置としては、Milestone社製ETHOS-1600あるいはultraCLAVEを用いた。また、サンプルの二次焼成には、ヤマト科学製FO200マッフル炉を用いた。

2.2 操作手順

所定量の試薬等を混合した原料をテトラフルオロメタキシル製反応器に充填し、2.45GHzのマイクロ波照射によって高昇温速度で所定温度まで昇温し、その温度で所定時間保持した。反応後、反応物を空冷して常温まで冷却した後、MILLIPORE製孔径0.45 μ mの定性濾紙を用いた減圧濾過、あるいは丸型磁石を用いた磁気分離により固形生成物を分離、洗浄回収した。回収後の生成物は60℃で真空乾燥した後、XRD、SEMあるいはTEM等の各種分析を行った。更に、一部の磁性体については、VSMを用いて磁気特性を測定した。

3. 結 果

3.1 Baフェライトの合成

Baフェライトは、通常は高温、長時間そして多段階の工程を経て製造される^{5,6)}。とこ

ろが、これにマイクロ波化学法を適用すると、低温一段の反応で良好な性状を有す微粒子が生成する。一例として、溶媒に水を用い、温度220℃で合成したBaフェライトのSEM写真を図1に示す。この条件では、六角板状の結晶が1 μ m程度にまで成長することが分かる。また、図2にはこれのVSM測定結果を示すが、保磁力は1kOe程度に達している。

一方、水に替えて、溶媒を水/油および界面活性剤の混合溶媒系にすると、生成するBaフェライトの粒子径は10nm程度にまで低下する。この様子を図3に示す。また、この微粒子の磁気特性を測定したところ、保磁力が消失し、超常磁性状態を呈していることが推察された。

3.2 廃棄物の有用物への転換

従来より、発電所廃棄物等を有用物に転換して利用しようとする試みは為されているが、これらの反応にマイクロ波化学を適用すると、高速かつ温和な反応条件で反応が進行することが明らかになった。

4. 謝 辞

本研究で実施したVSMの測定においては、産業技術総合研究所・四国センターの雪 梅氏から懇切なる御指導を頂いた。また、本研究の一部は、沖縄産学官共同研究推進事業の一環として実施したものである。

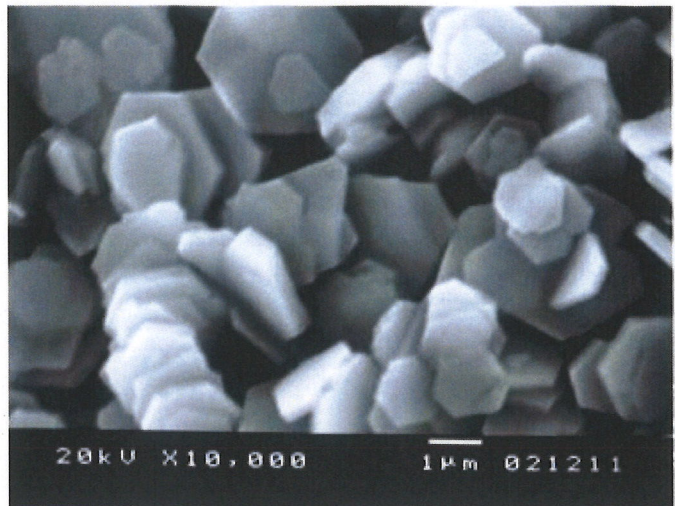


図1 粗粒BaフェライトのSEM写真

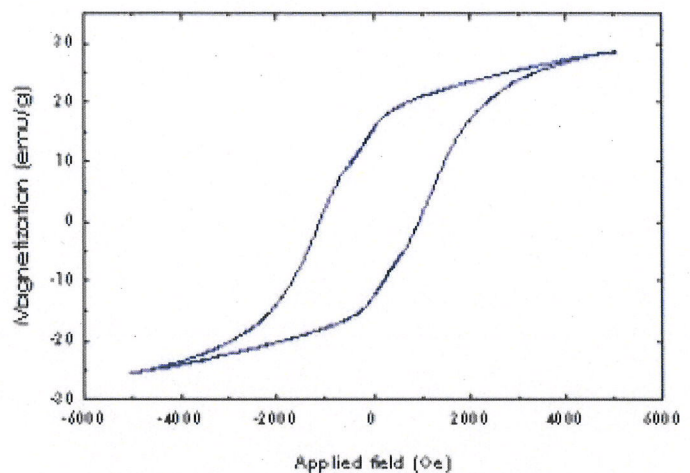


図2 合成Baフェライトの磁気特性

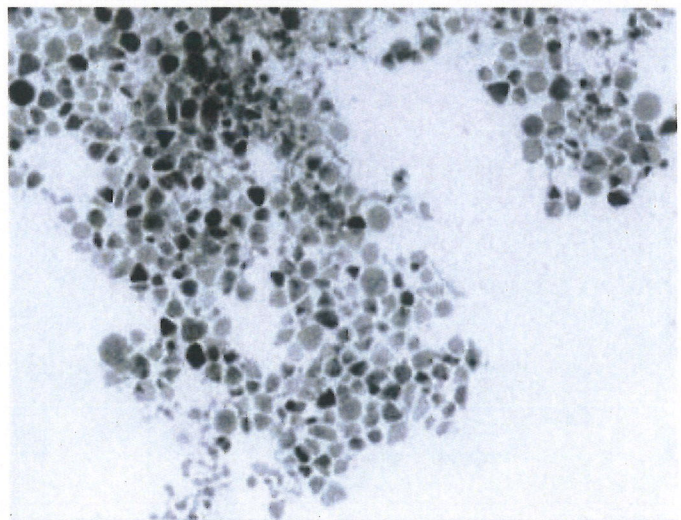


図3 微粒BaフェライトのTEM写真