

セラミックス多孔体の物性 —炭化焼成物による環境制御材料の開発(1)—

中村哲男*・高橋孝誠**・永山賛平***

* 情報デザイン部、** 生産技術部、***材料開発部

Characteristics of Porus Ceramics

— Development of environmental control materials with sintered carbonized product —

Tetsuo NAKAMURA* , Kousei TAKAHASHI** and Sanpei NAGAYAMA***

木質系廃棄物や窯業系廃棄物の再利用技術の開発を目的に、これらの素材を用いて、液相に対する環境制御効果(水質浄化機能)を有する素材の開発の可能性について検討した。

酸化鉄と木粉を配合し無酸素下で高温焼成することでセラミックス中に炭素分が形成され、多孔質化出来ること、および酸化鉄が還元されることなどにより、メチレンブルーの色素が吸着・脱色されることが確認され、水質浄化機能を持つ多孔質セラミックスの開発の可能性が示唆された。

1. はじめに

製材業、木質木製品製造業などの製造業をはじめ、建築解体業など木材を取り扱う分野での廃棄物処理問題は、今や避けがたい重要課題となっている。また、優れた磁器原料である天草陶石は、その大半は不純物である鉄分を除去して利用されているが、この除去された鉄分(酸化鉄)については利用方法が幾つか検討されているものの、まだ十分に活用されるに至っていない。

そこで本研究では、これら木質系廃棄物や窯業系廃棄物の再利用技術の開発を目的に、これらの素材を用いて、液相に対する環境制御効果(水質浄化機能)を有する素材の開発の可能性について検討した。

2. 実験方法

使用原料は、製材・木材加工処理後に排出される木粉と、磁器原料用陶石から塩酸で除去後、水洗処理された酸化鉄および熊本県内でいぶし瓦用として開発、使用された粘土を用いた。これらの原料を、配合割合焼成温度を変えて多孔質セラミックスを製造した。さらに、これら多孔体の気相に関する最適な焼成条件について検討した。なお、実験方法については以下のとおり行った。

2.1 使用原料

本実験で使用した原料は以下のとおり。

- 1) 粘土：いぶし瓦用粘土。現在、いぶし瓦は900℃で焼成されており、800℃で素焼きを行っている。なお、この粘土は焼成温度600℃では固まらず、700℃から焼締まる。さらに1100℃で焼結し、1200℃では熔融する。
- 2) 鉄粉：天草陶石を塩酸で処理した際に生じる鉄分を

さらに水洗した酸化鉄。

3) 鋸屑：製材所で製材過程で生じた鋸屑を篩い分けしたもので、鋸屑の大きさ及び比重は以下のとおり。

- ①850 μ m～1180 μ m 0.112g/cm³
- ②600 μ m～850 μ m 0.129g/cm³
- ③425 μ m～600 μ m 0.112g/cm³

2.2 試料の作成

試料は、粘土、鉄粉及び水を配合し、磁性乳鉢で攪拌した。この中に篩い分けされた鋸屑を混入し、各材料が均一に分散されるよう再度攪拌した。この攪拌された試料を注射器シリンダに充填し、注射器ピストンで押出して円筒状態とした。これを一定間隔で切断してほぼ同一形状の試料とした。試験における試料構成を表1に記す。

表1 成分構成と焼成温度

番号	成分構成(配合 w/w)	焼成温度(℃)
1	粘土 100:酸化鉄 30:木粉 20(425～600 μ m)	800
2	粘土 100:酸化鉄 30:木粉 20(600～850 μ m)	800
3	粘土 100:酸化鉄 30:木粉 20(850～1180 μ m)	800
4	粘土 100:酸化鉄 30:木粉 20(425～600 μ m)	1000
5	粘土 100:酸化鉄 30:木粉 20(600～850 μ m)	1000
6	粘土 100:酸化鉄 30:木粉 20(850～1180 μ m)	1000
7	粘土 100:酸化鉄 30:木粉 20(425～600 μ m)	1200
8	粘土 100:酸化鉄 30:木粉 20(600～850 μ m)	1200
9	粘土 100:酸化鉄 30:木粉 20(850～1180 μ m)	1200

2.3 焼成実験

実験に使用した電気炉は、(株)シリコニット製 DSpsH-22GV、プログラム調節計は(株)チノー製 KP-1000 デジタルプログラム調節計を用いた。試料を磁性のボ

ートおよびステンレス製ボートに乗せ、炉内が完全に窒素ガスに置換された後、窒素気流(100ml/min, 0, 01kg/cm²)中で試料ごとに 800℃、1000℃、1200℃に加熱した。このときの昇温速度は約 4℃/min とした。設定温度に到達後、1 時間一定温度に保った後、室温まで窒素気流中で冷却した。

2.4 多孔質セラミックスの特性計測

異なる条件下で焼成された多孔質セラミックスの空隙や構成元素の種類、含有分布状況の違いによる液相に対する効果の違いを判断するため、SEM(株証製作所製 ALPHA-30A)、EPMA(日本電子製 JEOLJXA-8800)を用いて分布状態の測定や分析を行った。

また、液相における吸着性能は、メチレンブルーの吸着量で評価した。試験は JIS-K-1474(活性炭試験法)に準拠した。この際、吸光度は分光光度計(日本エンジニアリング(株)製 V-550-ST)を用いて測定した。また、吸着性の指標となる比表面積は湯浅アイオニク(株)製(カンタープ JR-QSJR-2)比表面積計測器を用いて BET 式により算出した。

3. 実験結果及び考察

3.1 比表面積およびメチレンブルー吸着効果

図1に焼成温度の違いによるメチレンブルー吸着量(mg/g)と比表面積(m²/g)の関係について示す。

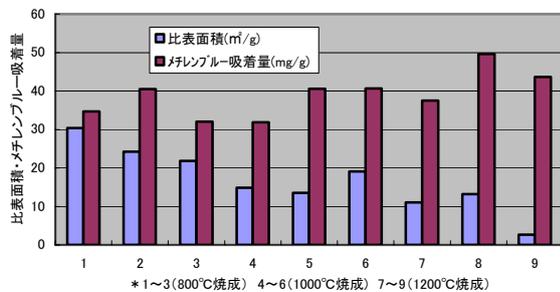


図1 焼成温度による特性変化

図1から明らかなように、焼成温度が高くなるにつれて比表面積が減少する傾向が分かる。しかし焼成温度毎における比表面積の変化は一定でなく、例えば1~3 までの 800℃焼成であれば木粉の粒度が多きいものほど比表面積も大きくなる傾向を示したが、その他の焼成温度ではその傾向は一定ではなく、例えば1000℃焼成では最も粒度の細かい木粉を添加したものが比表面積が大きかったのに対し、1200℃焼成では比表面積が最も少なくなるなど一定の傾向を示さなかった。そのため、粒度の違いによる焼成温度と比表

面積の関係については再考の余地がある。

次に、メチレンブルーの吸着量と焼成温度、木粉粒度の関係について図2に示す。本図からメチレンブルー吸着量は焼成温度が高くなるに従い、大きくなる傾向にあることが分かる。また、同一温度における吸着量は、どの温度帯でも粒度が 600 μm~850 μm の木粉を混入したものが大きくなることが分かる。

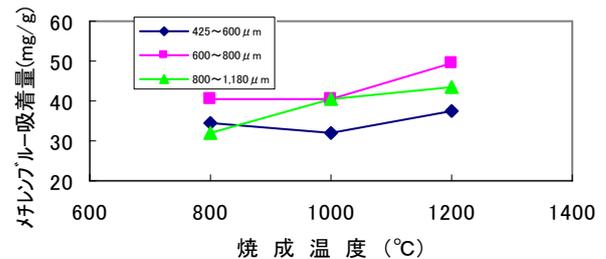


図2 焼成温度の違いによるメチレンブルー吸着量と木粉粒度の関係

ところで、図1では焼成温度が高くなるにつれて比表面積が小さくなる傾向を示している。一般にメチレンブルー吸着量は比表面積が大きくなるにつれ多くなることが予想されるが、今回の試験では焼成温度が高くなるにつれメチレンブルーの吸着量も増大している。この理由として、原料の一つである木粉の効果が考えられる。すなわち、焼成時に原料の一つである木粉が炭化する。この炭素成分により、配合原料中の酸化鉄が還元されて鉄分が出現し、この鉄分との反応によってメチレンブルーの色素成分が取り除かれたものであることが推定される。

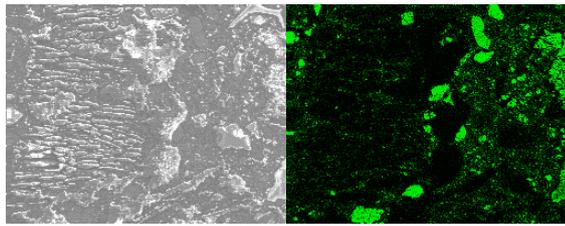
3.2 焼成温度の違いによる組成形状の変化

図3~5に、粒度 850 μm~1180 μm に篩い分けした木粉を重量比で 30%含有させ 800℃、1000℃、1200℃で焼成した各試験体の組成形状変化の SEM、EPMA 写真を示す。

各図において白黒の部分は SEM による画像であり、色つきの部分が EPMA による画像である。赤色がアルミ(Al)成分、青色がシリカ(Si)成分、緑色が鉄(Fe)成分の分布状況を示す。なお、SEM による画像、EPMA による画像は同一場所を撮影したものである。

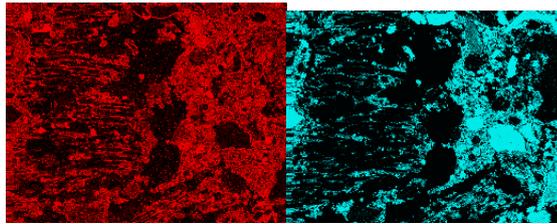
焼成温度が高くなるにつれて、比表面積が減少する傾向があることは述べた。この原因として、表面積を増やすための素材である木粉が、高温になるほど炭化される割合が減って燃えること、同時にセラミックスそのものが収縮することが考えられる。また図5に見られるように、焼成温度が 1200℃になって、シリカ

(Si)成分が溶融し、細孔を塞いだことも原因と考えられる。



SEM 像

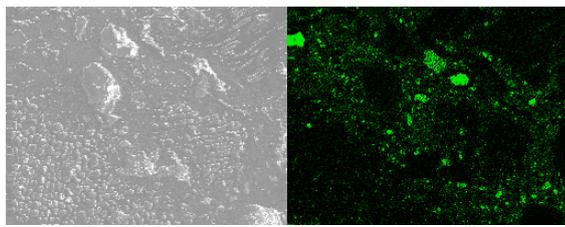
Fe の分布



Al の分布

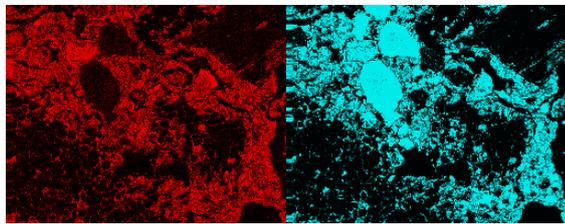
Si の分布

図 3 800°C焼成時におけるEPMA 像



SEM 像

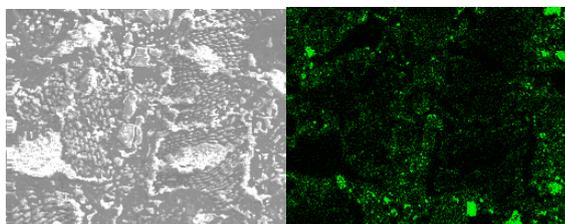
Fe の分布



Al の分布

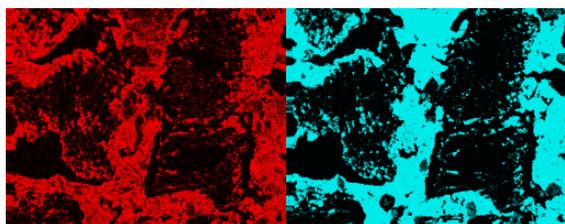
Si の分布

図 4 1000°C焼成時におけるEPMA 像



SEM 像

Fe の分布



Al の分布

Si の分布

図 5 1200°C焼成時におけるEPMA 像

以上のことから、多孔質セラミックス体として本研究に用いた試料を焼成する場合、1200°C以上の焼成温度は適さないといえる。

4. おわりに

本研究では、木質系廃棄物や窯業系廃棄物の再利用技術の開発を目的に、これらの素材を用いて液相に対する環境制御効果（水質浄化機能）を有する多孔質セラミックス素材の開発の可能性について検討した。

その結果、

1) 木粉を混入する場合、粒子の大きさ(粒度)の違いによるメチレンブルー吸着効果に差異が見られ、600 μm ~ 850 μm の木粉を混入したものが大きくなることが分かった。

2) 焼成温度が高くなるにつれて比表面積が小さくなる傾向を示したがメチレンブルーの吸着量は増える傾向を示した。

3) この理由として、原料の1つである木粉の効果が考えられる。すなわち、焼成時に原料である木粉が炭化する。この炭素成分により、配合原料中の酸化鉄が還元されて鉄分が出現し、この鉄分との反応によってメチレンブルーの色素成分が取り除かれたものであることが推定される。

など幾つかの知見を得ることが出来た。