

磁性パルプ紙の製造 (第1報)

In situ 合成反応法によるマグネタイト内腔充填パルプの調製

藤原勝壽 森川政昭

Manufacturing of Magnetic Papermaking Fibers and Paper (Part 1)
Preparation of Magnetite-Loaded Pulps at their Lumen by *in situ* Synthesis
FUJIWARA Katsuhisa and MORIKAWA Masaaki

紙パルプ技術協会誌 第57巻, 第3号, 106-113 (2003)

キーワード: 磁性パルプ、*in situ*、ルーメン、マグネタイト、パルプ内腔

スピネル型結晶構造を有するマグネタイト(Magnetite、 Fe_3O_4)を、湿式法により 100 以下の第一鉄塩水溶液系から合成する方法を見出し、更にこの合成をパルプ共存下で行うことにより、マグネタイトをパルプ内腔に *in situ* 合成した¹⁾。この方法により、パルプ内腔にマグネタイトを充填した磁性パルプを調製した。

実験方法

1. 試料・試薬

マグネタイト合成原料として、硫酸第一鉄及び 8N 水酸化ナトリウム水溶液を用いた。供試パルプは、乾燥履歴のない未ざらし及びざらし針葉樹クラフトパルプを使用した。

2. マグネタイトのパルプ内腔充填反応方法

パルプが分散した第一鉄塩水溶液を反応装置に注ぎ、攪拌しながら 200 ml/min. の窒素ガスを流し反応装置内を不活性ガス雰囲気とした。その後、8N の水酸化ナトリウム水溶液を第一鉄イオンに対して 0.5 ~ 4.0 当量の所定当量になるよう攪拌しながら滴下し、水酸化第一鉄を生成させた。これに純水を加え全容を 1,500ml とした。さらに、攪拌しながら窒素ガスを流し、反応系の温度を 40 ~ 90 の所定温度に上げ、水酸化第一鉄を約 1 時間熟成させた。

その後、窒素ガスを空気に切り替えて 500ml/min. の空気を流し、水酸化第一鉄の酸化反応を開始した。反応は 4 ~ 7 時間で終了するが、反応終点はジフェニルアミンを指示薬として重クロム酸規定液で滴定して第一鉄イオンを定量分析し第一鉄イオンの減少が恒量になった点とした。

3. 反応生成物の定性分析及内腔観察

in situ 反応生成物の定性分析は、X線回折により行った。パルプ内腔に生成した磁性酸化鉄微粒子の形態観察は走査型電子顕微鏡を使用した。

4. マグネタイトのパルプ内腔充填量の測定

パルプ内腔にマグネタイトを充填した磁性パルプを 110 で十分乾燥した後、900 で焼成して灰分として求めた。なお、900 焼成によりマグネタイトは結晶系がヘマタイト

(Hematite、 Fe_2O_3)に相変化するため、補正計算によりマグネタイトの含有量として表した。

5. 磁気特性の測定

磁性パルプの 5mg を振動試料型磁力計に装着し、 $\pm 10\text{k Gauss}$ の外部磁場を与えて Hysteresis loop を求め、飽和磁化、残留磁化、保磁力を計算により求めた。

結果と考察

湿式法により第一鉄塩水溶液にアルカリを添加し空気酸化を制御することにより、磁性酸化鉄のマグネタイトを生成させる条件の検討を行った。

その結果、第一鉄塩に対してアルカリ添加量が当量付近では反応温度が 50 以上で磁性酸化鉄のマグネタイトが生成し、反応温度が 90 付近ではアルカリ添加量が 0.6 ~ 4.0 当量の範囲で磁性酸化鉄のマグネタイトが生成することが明らかとなった。

パルプ共存下で第一鉄塩水溶液から *in situ* 化学反応法によりパルプ内腔に磁性酸化鉄のマグネタイトを充填する方法を見出した。この方法では反応条件を選ぶことにより従来法に比べ多量のマグネタイトをパルプ内腔に充填でき、最大 33 wt% の内腔充填が可能となった。

本報で得られたマグネタイト内腔充填パルプの磁気特性は、マグネタイト含有量が 30.4wt% の場合、飽和磁化 16.3 emu/g of magnetite-loaded pulp、残留磁化 3.6 emu/g of magnetite-loaded pulp、保磁力 240Oe であった。

in situ 化学反応法によりパルプ内腔中でマグネタイトを生成させた磁性パルプ断面の走査電子顕微鏡写真及びのマグネタイト充填量からわかるように、従来報告されている強攪拌法ならびに *in situ* 合成法に比べてパルプ内腔に結晶性の良好なマグネタイトを多量充填できることが明らかとなった。

文 献

1) Fujiwara K. and Morikawa M.: Proceedings of Pan-Pacific Pulp and Paper Technology Conference B-17, 131 (1992)

この研究は、「エレクトロニクス関連特殊機能紙の開発研究」の予算で実施した。