

磁性パルプ紙の製造 (第4報)

パルプ細胞壁細孔への磁性材料の充填

藤原勝壽

Manufacturing of Magnetic Papermaking Pulp and Paper (Part 4)

Micropore-Loading of Magnetite in the Cell Wall

FUJIWARA Katsuhisa

紙パルプ技術協会誌 第57巻,第7号,112-117 (2003)

キーワード:細孔、*in situ*、マグネタイト、フェライト、磁性パルプ、パルプ細胞壁

マグネタイトをパルプ内腔に充填した磁性パルプの細胞壁細孔を透過型電子顕微鏡で観察するとともに、その観察像の電子線回折から結晶構造の解析を行い生成物の同定を行なった。さらに、エネルギー分散型 X 線分析の方法で、磁性パルプ細孔内生成物の元素の確認を行ない、パルプ細胞壁細孔に磁性材料が充填されていることを明らかにした。

実験方法

1. 試料と電子顕微鏡観察試料作成

透過型電子顕微鏡観察及びエネルギー分散型 X 線マイクロ分析に供した試料は、第1報で報告したマグネタイトをパルプ内腔に充填した磁性パルプを使用した¹⁾。

2. 透過型電子顕微鏡観察及び電子線回折測定方法と装置

磁性パルプの試料切片を透過型電子顕微鏡(日本電子(株)製 JEM-2000FX)に装着して磁性パルプの細胞壁細孔を観察した。透過型電子顕微鏡の電子線回折図により、結晶格子面指数ごとの格子面間隔を計算により求め、マグネタイト標準物質の格子面間隔と比較することにより同定した。

3. エネルギー分散型 X 線マイクロ分析方法と装置

透過型電子顕微鏡により観察された電子顕微鏡像を、エネルギー分散型 X 線マイクロアナライザー(株)東洋テクニカ Link eXL)で元素分析を行い、所定元素の同定を行った。

結果と考察

1. 磁性パルプ細胞壁細孔の透過型電子顕微鏡観察

磁性パルプの細胞壁細孔を観察した結果、細孔に磁性材料と思われる生成物が充填されているのが確認された。磁性パルプ細胞壁細孔の大きさは、lamellar 長 100 ~ 1000、lamellar 幅 80 ~ 160 の大きさであった。

別の磁性パルプの細胞壁を観察した結果、細胞壁細孔の形態は、lamellar slit の形態と異なる場合もあり、樹種の違いによるものと推定された。透過型電子顕微鏡像から測定した細胞壁細孔の大きさは、40 ~ 120 であった。

2. 磁性パルプ細胞壁細孔生成物の元素分析

磁性パルプの細胞壁細孔を透過型電子顕微鏡で観察した部分を、X 線マッピングで元素を同定するとともに、エネルギー分散型 X 線マイクロアナライザーで所定元素を分析した。

X 線マッピングでは、電子顕微鏡像の細胞壁細孔の位置に鉄元素の存在を確認した。さらに、細胞壁細孔の生成物のエネルギー分散型 X 線マイクロアナライザーによる元素分析の結果、6.40 keV に Fe-K 線、7.05 keV に Fe-K 線のピークが観察され、鉄元素の存在が確認された。

これらのことから *in situ* 合成反応により磁性パルプの内腔だけでなく、細胞壁細孔にも鉄元素を含む生成物が充填されていることが明らかとなった。

3. 電子線回折図による細胞壁細孔内生成物の同定

in situ 合成反応によって磁性パルプの細胞壁細孔に生成した物質を同定するため、電子線回折図の測定を行った。

磁性パルプの細胞壁細孔に生成した生成物の結晶格子面間隔の実測値は、回折強度の強い順に {311} {220} {511} {400} 面の面間隔が各々 2.53、3.00、1.61、2.10 であった。ASTM (American Society for Testing Materials) 回折データカード 19-0629 に示されたマグネタイト標準物質の結晶格子面指数ごとの格子面間隔と一致した。このことから *in situ* 合成反応により磁性パルプ細胞壁細孔に生成した生成物はマグネタイトであることが確認された。

文献

- 1) Fujiwara K. and Morikawa M.: "Manufacturing of Magnetic Papermaking Fibers and Paper (Part 1) Preparation of Magnetite-Loaded Pulps at their Lumen by *in situ* Synthesis", Japan Tappi J., 57(3), 106-113 (2003)

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。