



ケイ酸ナトリウム水溶液の X 線小角散乱測定

松山 雄司

富士化学株式会社 テクニカルセンター

1. 背景と研究目的

弊社は昭和 7 年創業以来、主にケイ酸ナトリウム水溶液(水ガラス)の製造販売を手がけてきた。ケイ酸ナトリウムは石けん添加剤をはじめ、接着剤、鋳物、シリカゲル、洗剤、ゼオライト、土木、製紙、医薬品等、多岐にわたる分野への用途展開により画期的な発展を遂げつつある。これに伴いニーズも多様化してきているため、ケイ酸ナトリウム及びケイ酸ナトリウム関連製品の構造を制御することが必要不可欠である。構造制御にあたり、まずは基本的なケイ酸ナトリウムの構造を知る必要があり、今回小角 X 線散乱の測定条件の検討と、測定による粒子の解析を実地研修で試みた。

2. 実験内容

弊社にて製造した 3 種類のケイ酸ナトリウム水溶液(規格: 1 号、3 号、5 号)を用いて小角 X 線散乱測定を行った。測定には、あいちシンクロトロン光センターの BL8S3 を使用した。測定光の波長は 0.092 nm(13.5 keV)、検出器にはイメージングプレート検出器 R-AXIS を用い、カメラ長は 0.45 m とした。放射光照射時間は、事前に試験照射した結果を考慮して 180 秒とし、測定試料はカプトンテープに貼り付けたワッシャーにケイ酸ナトリウム水溶液を入れ、カプトンテープで蓋をすることにより調製した。また、カプトン及び水による散乱を打ち消すため、バックグラウンドサンプルについても上記同様にワッシャーとカプトンテープを用い、水を入れて測定を行った。

3. 結果および考察

ケイ酸ナトリウム水溶液の小角 X 線散乱曲線を図 1 に示す。図中の wave002、003、004 はそれぞれ 1 号、3 号、5 号ケイ酸ナトリウム水溶液に対応しており、号数が小さいサンプルほど Na_2O の濃度が高く、固形分濃度が高いケイ酸ナトリウムであり、液体の比重も大きい。測定結果は、 Na_2O 分の少ないサンプルほど散乱曲線が低角度側にシフトしており、ケイ酸塩コロイドの平均粒子径が大きくなっていることが分かった。また、1 号ケイ酸ナトリウムの散乱ベクトル $q = 5.5 \text{ nm}^{-1}$ 付近に極大がみられたことから、粒子間距離が近く、他のケイ酸ナトリウムよりも比較的粒子同士が接近して存在していることが分かった。しかしながらいずれの曲線もなだらかで、ケイ酸塩粒子の種類が多く粒子径に分布をもっていることから、これ以上の解析(Guinier-plot や polod-plot)は今回行わなかった。希釈系の検討や、Si-NMR の結果と組み合わせた解析を今後検討していく予定である。

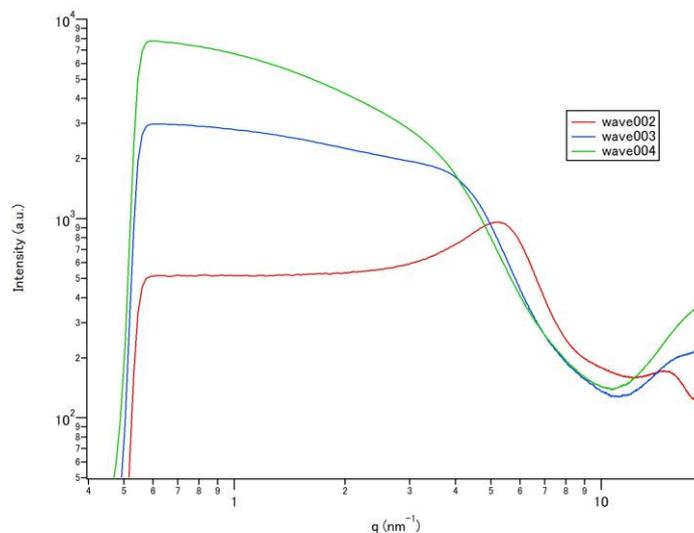


図 1 ケイ酸ナトリウム水溶液の小角 X 線散乱曲線
(wave002、003、004 はそれぞれ 1 号、3 号、5 号規格に対応)