



廃液処理のための低温固化ガラスの XRD 測定

梶並 昭彦¹, 木村響¹, 渡部 創², 中原 将海²,
1 神戸大学, 2 日本原子力研究開発機構、

キーワード：ホウケイ酸ナトリウムガラス, 凍結乾燥法, 熔融急冷法, X 線回折

1. 背景と研究目的

酸化ガラスを合成する一般的な方法として、酸化ケイ素 (SiO_2) や酸化ホウ素 (B_2O_3) などを 1000°C 以上の高温に加熱融解し、その融液を急冷する熔融急冷法が使用されている。しかし、融解するためには、大量のエネルギーが必要であり、また、急冷プロセス技術が必要である。そこで、ガラス成分を水に溶解し、その混合溶液を凍結乾燥させることにより、低温でのガラス合成を試みた。今回は、低温でのホウケイ酸ナトリウムガラスの合成を試み、後処理で耐水性を向上させた試料について、X 線回折測定を行い、動径分布関数 $D(r)$ を計算し、その構造について検討を行った。また、熔融急冷法で作成したホウケイ酸ナトリウムガラスも測定を行い、その構造との比較を行った。

2. 実験内容

ホウケイ酸ナトリウムガラス試料については、以下の 2 種類の方法で作成した。(1) メタケイ酸ナトリウム溶液とホウ酸溶液を所定の割合で混合し、真空凍結乾燥機により混合溶液中の水分を除去し固化した。固化物を真空で 200°C 2 時間加熱して、凍結乾燥ガラス試料 (以下 FD ガラスと示す。) を作成した。(2) 同じ混合溶液を加熱して、蒸発乾固し、その固化物を 1100°C 、2 時間加熱、融解し、融体を銅板により急冷して、熔融急冷ガラス (以下 MQ ガラスと示す。) を作成した。

FD 試料および MQ 試料をそれぞれ内径 0.3 mm 厚み 0.01 mm のリンデマン製ガラス毛细管に充填、封入した。PILATUS4 連装システムにより、 0.6 \AA の X 線で透過回折測定を行った。 $2\theta = 0.06^\circ$ から 132.50° の範囲を 0.01° 間隔にて各角度で 200 秒以上積算した。空のガラス毛细管の X 線回折強度は 201601001 のデータを利用した。試料の回折強度からガラス毛细管回折強度を差し引き、電子単位に規格化し、換算強度 $Q_i(Q)$ を求めた。換算強度をフーリエ変換し、 $D(r)$ を求め両者の構造について検討を行った。¹⁾

3. 結果および考察

Fig. 1 に、FD ガラスおよび MQ ガラスの動径分布関数を示した。いずれも 1.5 \AA 付近に第 1 ピークが見られたが、これは B-O と Si-O 相関に起因していると思われる。FD ガラスの方が長距離側にピークが現れることが分かる。第 2 ピークは Na-O 相関に起因すると思われる、MQ ガラスの方がピークが大きく、Na-O 相関が顕著に現れた。これらの FD ガラスと MQ ガラス内の B-O、Si-O、Na-O の相関に差は、ガラス化過程の差に起因すると思われるが、FD ガラスには 12wt% 程度の水が残存しているため、これも影響を及ぼしている可能性がある。より詳細な検討を現在行っている。

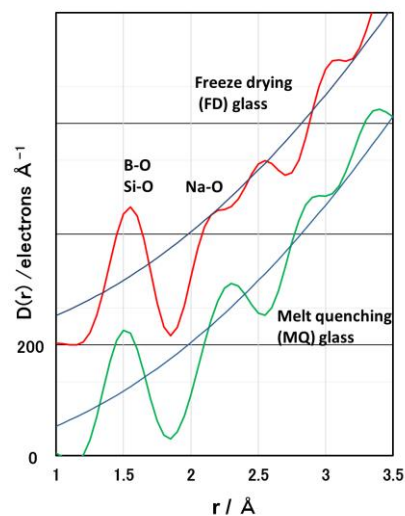


Fig.1 真空凍結法と熔融急冷法により作成したホウケイ酸ナトリウムガラスの X 線動径分布関数

4. 参考文献 1. H. Ohno, K. Igarashi, N. Umesaki, and K. Furukawa, “X-Ray Diffraction Analysis of Ionic Liquids”, Trans Tech Publications, Zurich, pp.6 (1994).