

中小企業産業技術研究開発（地域中小企業支援型研究開発）

連続式マイクロ波水熱装置を用いた水酸アパタイトの合成と特性評価

古田祥知子

マイクロ波加熱装置を用い、廃石膏を原料とした水酸アパタイトの合成において、調合条件及び加熱条件の違いによる、マイクロ波エネルギー効率、反応速度、生成物の特性変化等について調べ、マイクロ波加熱装置を工業生産に用いるための基礎的な考察を行った。マイクロ波加熱を用いることで、通常の水熱反応と比較して水酸アパタイトへの転化に要する時間は反応温度90℃において70分の1以下に短縮することが可能であった。反応温度が高いほどアパタイト化時間は短くなったが、100℃になると90℃以下と比べエネルギー消費量が極端に増大した。またpHをアルカリ側にシフトさせると、50℃、60℃といった比較的低温でもアパタイト化速度を増大させることができた。合成した水酸アパタイト粉末を用い、水溶液からの鉛及びカドミウムイオンの除去試験を行ったところ、鉛イオンに対して特に迅速な除去効果が見られたが、異なる条件で合成したサンプル間での除去速度の違いはあまり見られなかった。

1. はじめに

近年、社会的に環境問題への関心が高まる中、各産業において廃棄物の再資源化技術の確立が求められている。これまで当センターでは、佐賀県内の陶磁器産業から排出されている石膏廃材の再資源化を試み、石膏廃材がカルシウム成分を含有することに着目して機能性材料のひとつ水酸アパタイト $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$ への転化と応用を検討してきた。その中で、石膏を水酸アパタイトに転換する反応にマイクロ波水熱処理を用いることで、通常の水熱処理と比較して生成速度が200倍以上に向上することが明らかとなった¹⁾。しかしながら、使用したマイクロ波水熱処理装置は家庭用の電子レンジと類似の構造のもので一度に高々数g程度の石膏粉末しか処理できず、またバッチ式で作業性に劣るため実用化には程遠い条件でしか実験ができなかった。

そこで本研究では、原料の投入と排出を手動で半連続的に行えるマイクロ波加熱装置を導入し、廃石膏粉末を原料とした水酸アパタイトの合成実験を行った。実験条件の違いによる、マイクロ波エネルギー効率、反応時間変化、生成物の特性変化等について考察し、水酸アパタイトの大量合成に向けた基礎的検討を行った。

2. マイクロ波水熱処理装置を用いた溶媒加熱効率の比較

2.1 実験装置

図1、2に、今回導入したマイクロ波加熱装置（IDX製）の写真と反応部の概略図を示す。マイクロ波照射方式はシングルモードで、導波管内に450mlの反応容器が位置している。マイクロ波の出力は最高1500Wで右端の反射板にて反射電力を微調整できる。反応容器は上部に液体及び粉末原料の投入口を、下部に生成物の排出口をそれぞれ有し、攪拌モーターによる反応溶液の攪拌が可能である。

2.2 実験方法

水酸アパタイトの合成に用いる1M-リン酸水素二アンモニウム水溶液（以下、PHA溶液と略）400mlについて、マイクロ波の最高出力を1000Wとして50～100℃までの加熱試験を行い、昇温時間、所要エネルギーなどを調べた。また加熱対象を水のみとした系についても同様の試験を行った。次に、加熱時におけるマイクロ波出力の影響を調べるために、マイクロ波の最高出力を500、1000、1500Wと変化させ、400mlの水

を 50、70、100℃に加熱したときの昇温時間及び所要エネルギーを調べた。

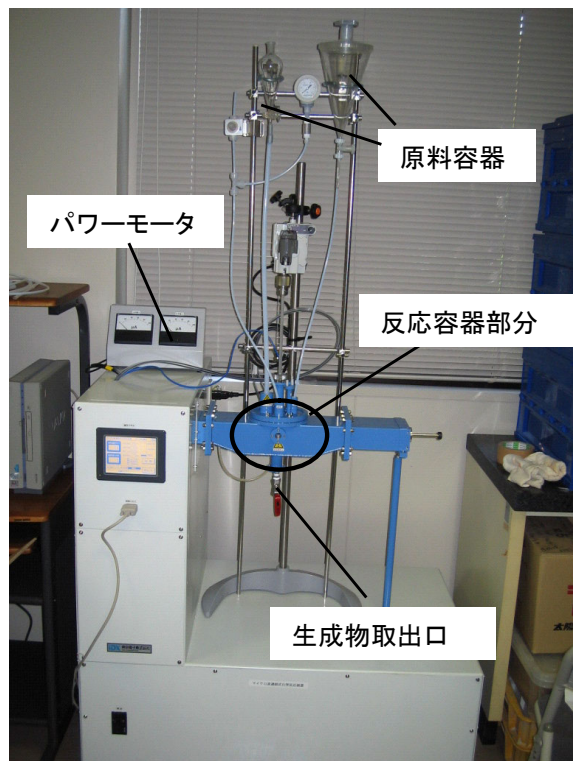


図1 実験に用いたマイクロ波連続式加熱装置

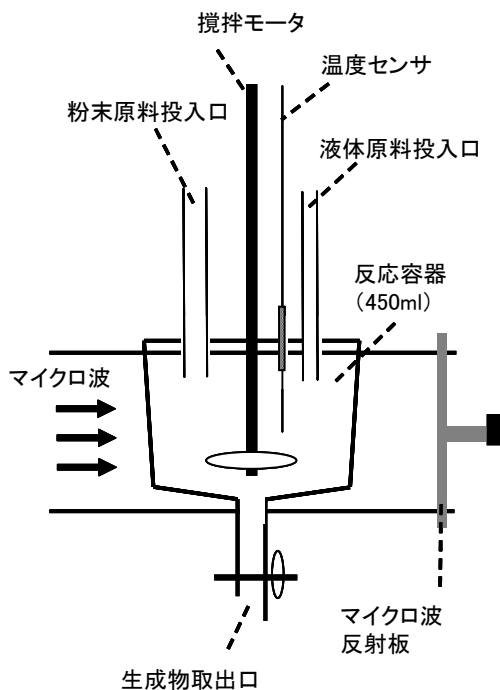


図2 マイクロ波連続式加熱装置の反応部分概略図

2.3 結果と考察

マイクロ波加熱試験においては、出力電力の積算から、加熱に要したエネルギーを算出できる。最高出力 1000W で、水およびリン酸水素二アンモニウム溶液各 400ml を 50～100℃に加熱したときの所要時間、所要エネルギー等まとめたものを表 1 に示す。水だけの加熱と比較し、PHA 溶液の方がエネルギーを多く消費している傾向にあるが、実際の加熱時には周囲の温度変化による誤差もあるので、水と PHA 溶液の加熱に要するエネルギーには、さほど大きな違いはないと思われる。

加熱に際して、入射電力値に対する反射電力値の割合をモニタリングしたところ、およそ 25～33%程度であったので、加熱に実際に寄与したマイクロ波エネルギーは、全エネルギーの約 67～75%であるとみなされる。そこで、平均して出力値の約 70%のマイクロ波エネルギーが反応容器部分に吸収され加熱に寄与したと仮定して、表 1 のデータに 0.7 を乗じて計算された結果が表 2 である。加熱に要したエネルギーを溶液 1g あたり 1℃の加熱に要したエネルギーとして整理しなおすと、水の比熱 (4.18J/gK、1cal) に近い値となり、溶液が吸収したマイクロ波は非常に高い効率で熱に変換されたと考えることができる。本実験装置では反射板を用いた微調整を行う以外に入射電力と反射電力の比をチューニングすることはできないが、マイクロ波加熱において、エネルギー効率をより高くするためには、入射電力に対する反射電力を如何に小さく出来るかがポイントとなる。反射電力は反応容器の形状や内容物の種類によって変化するので、マイクロ波加熱装置を工業化する際には、原料の種類や調合条件等が固定したところで、反射電力を極力小さくするための装置設計およびチューニングを行う必要があるといえる。

次に、最高出力 500、1000、1500W で 50、70、100℃まで加熱したときの所要エネルギーを図 3 に示す。これらの結果より、最高出力を高く設定した方が、加熱に要するエネルギーが少なく済み、特に目標温度が高いほどその違いが顕著である。この理由としては、出力が大きいほど目標温度に到達するまでの時間が短

表1 マイクロ波出力 1000W での溶媒加熱試験

		目標温度(°C)					
		50	60	70	80	90	100
昇温時間(秒)	水	71	94	124	147	182	197
	PHA	79	109	127	155	175	208
目標温度までの加熱に要したエネルギー(KJ)	水	66.16	90.86	121.03	143.99	179.62	194.29
	PHA	74.97	106.00	123.57	151.57	172.39	206.17
溶液 1g を 1°C 加熱するのに要したエネルギー(J/g・°C)	水	5.91	6.14	6.30	6.21	6.60	6.31
	PHA	6.46	6.79	6.30	6.53	6.53	6.61

表2 マイクロ波出力 1000W での溶媒加熱試験(換算後)

		目標温度(°C)					
		50	60	70	80	90	100
目標温度までの加熱に要したエネルギー(KJ)	水	46.31	63.60	84.72	100.79	125.73	136.00
	PHA	52.48	74.20	86.50	106.10	120.67	144.32
溶液 1g を 1°C 加熱するのに要したエネルギー(J/g・°C)	水	4.14	4.30	4.41	4.34	4.62	4.42
	PHA	4.52	4.76	4.41	4.57	4.57	4.63
溶液 1g を 1°C 加熱するのに要したエネルギー(cal)	水	0.99	1.03	1.05	1.04	1.10	1.05
	PHA	1.08	1.14	1.05	1.09	1.09	1.11

くなるので、外部に逃げる熱も少ないことが考えられる。以上のように、溶媒(水)の加熱試験の結果では、マイクロ波の出力値を高くした方が、加熱効率は高いという結論が得られた。

3. 廃石膏粉末を原料とした水酸アパタイトの合成試験

3.1 廃石膏原料粉末について

使用した廃石膏原料粉末は、共同研究機関の(有)遊天窯より提供を受けた。陶磁器製造に用いられた圧力鑄込み用石膏を、300°Cで8時間加熱処理した後にポットミルで粉碎し、50メッシュ以下に篩い分けした粉末である。以下、廃石膏原料粉末をCA50と略記する。X線回折による結晶相の同定により、CA50中には二水石膏、半水石膏、無水石膏の相が混在していることが

わかった(図4)。

3.2 実験方法

CA50粉末 25g (0.177mol) と 1M-PHA 溶液 400ml を水酸アパタイト合成試験に用いた。これは、過去の実験より、石膏と PHA から安定して水酸アパタイトを合成することができた調合比である²⁹⁾。まず CA50 粉末をビーカー中で PHA 溶液に入れて攪拌し、懸濁液の状態です反応容器に流し入れた。原料投入後、マイクロ波出力 1000W または 1500W で、50~100°C まで加熱を行い、目標温度到達後、1~30 分間キープした。反応時には攪拌モーターを 120~160rpm で回転させ、反応容器内の粉末が沈殿しないようにした。加熱処理後、容器下部コックを開いて生成物を取り出し、容器内部の残留物も水で洗い流して完全に回収した。回収した反

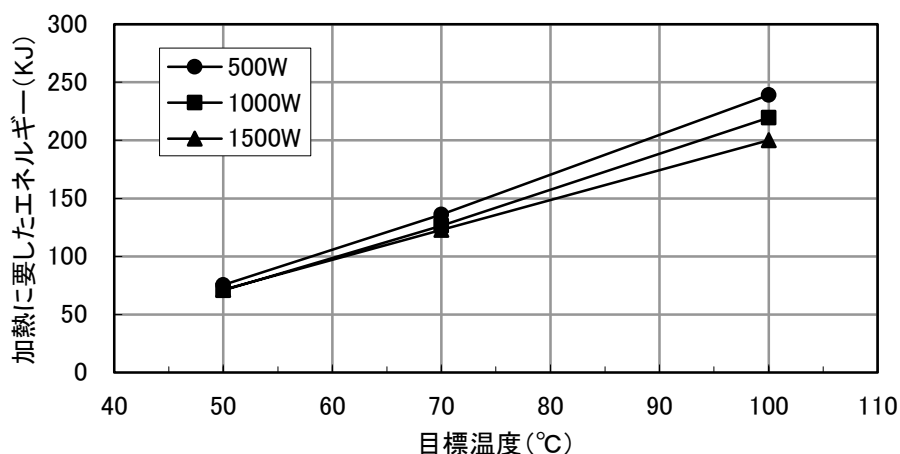


図3 マイクロ波出力 500~1000W で 400ml の水を加熱したときの所要エネルギー

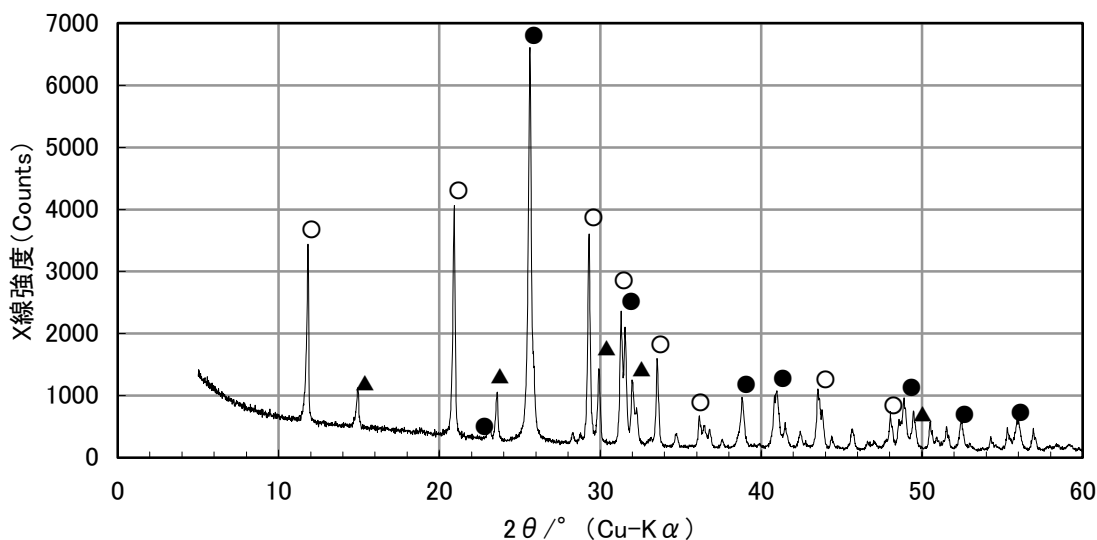


図4 使用した石膏原料(CA50)のX線回折パターン ○二水石膏、▲半水石膏、●無水石膏

応生成物は、洗浄、乾燥後、X線回折で生成物を同定するとともに、TEMで粒子観察を行った。

次に、450mlの反応容器で一度にどれだけ多くの石膏を処理できるか検討するために、上記調査と比較して石膏を2倍まで増量してHAP合成を試みた。但し、石膏が増加すると反応系内のpHが低下し、HAP化の妨げになるので、各調査においてNaOHを0~4g添加し、pH調整を行った。マイクロ波加熱処理は60~90°C

で、キープ時間は2~15分間とした。得られたサンプルはX線回折により生成物の同定を行った。

3.3 結果と考察

3.3.1 石膏からの水酸アパタイト合成における所要エネルギーの評価

CA50を原料に用い、マイクロ波の最高出力1000Wで反応を行った時の反応温度、反応時間と得られた生

成物の一覧を表3に示す。なお、表中では水酸アパタイトを HAP と表記した。反応前の原料は二水石膏、半水石膏、無水石膏の混合相であるが、反応途中ではその一部が Brushite に変化し、Brushite、無水石膏、HAP が共存した状態を経て Brushite 相が消失し、最終的には無水石膏の相も消失して水酸アパタイトの単一相へと変化している。図5に、100°Cで10分間処理して得

られた水酸アパタイトの X 線回折パターンを示す。反応温度が高いほどアパタイト化に要する時間は短く、100°Cでは僅か1分で完全にアパタイト化が完了したのに対し、50°C、60°Cでは30分反応後でも完全にはアパタイト化しなかった。それぞれの反応温度、反応時間で要したマイクロ波の出力エネルギーを表4に、これをグラフとして表したものを図6に示す。表4中に下

表3 CA50を原料に用い、マイクロ波出力1000Wで反応を行った時の生成物

反応温度 (°C)	反応時間(min)					
	1	2	5	10	20	30
50		二水石膏 Brushite 無水石膏 HAP	HAP 無水石膏 Brushite 二水石膏	HAP 無水石膏 Brushite	HAP 無水石膏 Brushite	HAP 無水石膏 Brushite (tr.)
60		HAP 無水石膏 Brushite 二水石膏	HAP 無水石膏 Brushite	HAP 無水石膏	HAP 無水石膏 (tr.)	HAP 無水石膏 (tr.)
70		HAP 無水石膏 Brushite	HAP 無水石膏 Brushite (tr.)	HAP 無水石膏 (tr.)	HAP 無水石膏 (tr.)	HAP
80	HAP 無水石膏 Brushite (tr.)	HAP 無水石膏	HAP 無水石膏 (tr.)	HAP		
90	HAP 無水石膏 (tr.)	HAP 無水石膏 (tr.)	HAP	HAP		
100	HAP	HAP	HAP	HAP		

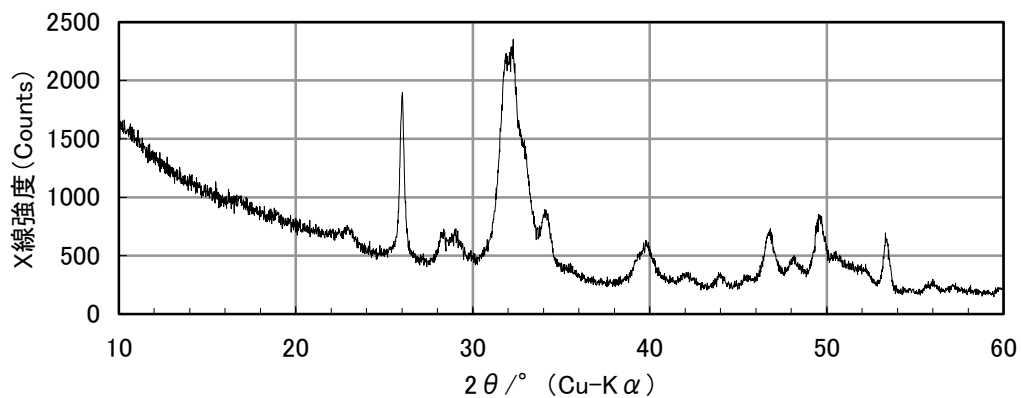


図5 CA50を原料に用い、100°C-10分間マイクロ波加熱処理して合成した水酸アパタイトの X 線回折パターン

線で、図6では点線枠で囲んで示しているのがアパタイト化の完了した領域である。エネルギーがおおよそ200KJを超えた付近でアパタイト化は完了していることがわかる。これより、反応温度が100°Cの場合、完全アパタイト化に要した時間は非常に短い、80°C、90°Cでのアパタイト化完了時点と比べ、より多くのエネルギーを消費していることがわかる。これは、反応容器の内圧が急激に上昇することを避けるために原料投入口の部分が僅かに開放された構造になっているので、沸点温度である100°Cにおいてはより多くの熱が外部に逃げ、結果として多くのエネルギーが必要となった

のではないかとと思われる。80°C、90°Cにおいても5~10分という比較的短い時間でアパタイト化は完了しており、原料の投入、排出作業まで考慮に入れば100°Cで1分との処理時間の差は比較的小さいとみなすこともできるので、実際の反応温度としては80~90°C程度が適当と思われる。なお、今回は200KJ以上がアパタイト化完了の領域であったが、反応時の気温、溶液の初期温度は変化する可能性があるため、必ずしも200KJが目安になるとは限らない。しかしながら、反応温度100°Cでは所要エネルギー量が極端に増加する傾向はあると考えて良さそうである。

表4 CA50を原料に用い、マイクロ波出力1000Wで反応を行った時の所要エネルギー(KJ)

反応温度 (°C)	反応時間(min)					
	1	2	5	10	20	30
50		79.677	81.742	93.80	113.44	126.30
60		111.88	117.43	129.39	142.33	168.96
70		153.35	154.10	165.98	192.37	<u>210.48</u>
80	165.29	180.64	178.09	<u>206.32</u>		
90	197.33	191.68	<u>202.92</u>	<u>229.36</u>		
100	<u>260.98</u>	<u>259.03</u>	<u>274.18</u>	<u>300.25</u>		

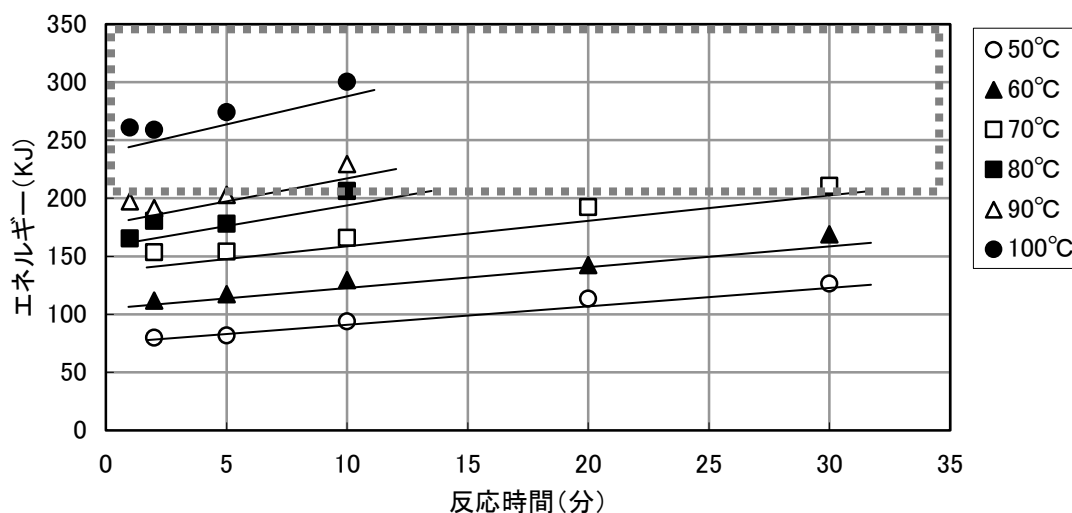


図6 CA50を原料に用い、マイクロ波出力1000Wで反応を行った時の所要エネルギー

3.3.2 マイクロ波の出力を変化させたときの石膏の水酸アパタイト化状況

CA50 を原料に用い、マイクロ波の最高出力 1500W で行った反応において、反応温度、反応時間で得られた生成物の一覧を表5に示す。前節の表3と比較すると、いずれの温度においても水酸アパタイトに完全に転化する時間が長くなっていることがわかる。この原因は明らかではないが、出力 1500W の下では所定の温度まで加熱されるまでの時間が1000W と比べて30%程度短くなっているため、結果としてキープにより長い時間を要したのではないかと考えることもできる。

3.3.3 原料石膏の増量試験

石膏を増量したときの調合条件は以下のものである。ただし、調合③、④については 450ml の反応容器に収まりきらないよう、全体の 90% のスケールで実験を行った。

<調合①>

- ・石膏粉末：25g (0.177mol)
- ・1M-PHA 溶液：400ml (0.4mol)

<調合②>

- ・石膏粉末：30g (0.207mol)
- ・1M-PHA 溶液：400ml (0.4mol)

- ・NaOH：0~4g (0~0.4mol)

<調合③>

- ・石膏粉末：40g (0.276mol)
- ・1M-PHA 溶液：400ml (0.4mol)
- ・NaOH：0~4g (0~0.4mol)

↓

石膏粉末：36g
1M-PHA：360ml
NaOH：0~3.6g

実際の調合
(90%スケール)

<調合④>

- ・石膏粉末：50g (0.344mol)
- ・1M-PHA 溶液：400ml (0.4mol)
- ・NaOH：0~4g (0~0.4mol)

↓

石膏粉末：45g
1M-PHA：360ml
NaOH：0~3.6g

実際の調合
(90%スケール)

調合④よりさらに石膏の量を増加させた場合、容器内の攪拌を十分に行うことが困難となり、排出口で粉末が目詰まりすることが多くなった。よって、450ml

表5 CA50 を原料に用い、マイクロ波出力 1500W で反応を行った時の生成物

反応温度 (°C)	反応時間(min)					
	1	2	5	10	20	30
70				Brushite HAP 無水石膏	HAP Brushite 無水石膏	HAP 無水石膏
80		Brushite HAP 無水石膏	HAP Brushite 無水石膏	HAP 無水石膏 Brushite	HAP 無水石膏(tr.)	HAP
90	HAP 無水石膏 Brushite	HAP 無水石膏 Brushite(tr.)	HAP 無水石膏(tr.)	HAP	HAP	
100	HAP 無水石膏(tr.)	HAP	HAP	HAP		

の容器では、調合④までの石膏使用量が限界であると判断できる。

反応温度を 90°C、キープ時間を 15 分としたときの生成物を表 6 に示す。使用した石膏の量が最も多い調合④においても、NaOH を添加して pH をコントロールすることで完全 HAP 化が可能であることがわかる。次に、調合④で反応温度、キープ時間を変化させたときの生成物およびマイクロ波の所要エネルギーを表 7、表 8 に示す。80°C、90°C においては、いずれも 2 分以内でアパタイト化が完了し、70°C では 10 分、60°C でも 15 分で完全にアパタイト化した。このように、NaOH を

添加して pH をアルカリ側に調整すれば、より多くの石膏が一度に使用できるだけでなく、反応温度が低い場合でもアパタイト化に要する時間が短縮できるという効果も認められた。これは、反応溶液の pH がアルカリ側になるほど、水酸アパタイトの溶解度が小さくなるので、水酸アパタイトの結晶核がより迅速に生成されるからと考えられる。表 8 からわかるように反応温度が低いほど少ないエネルギーで水酸アパタイト化が可能であり、NaOH を添加することはエネルギーの低減にもつながると結論付けられる。

表6 90°Cにおいて石膏の使用量と初期 pH を変化させたときの生成物の変化

NaOH 添加量(g)	0	1	2	3	4
初期 pH	8.0	8.3	8.6	8.9	9.1
調合①	HAP				
調合②	HAP Brushite	HAP	HAP	HAP	HAP
調合③		HAP Brushite	HAP	HAP	HAP
調合④			HAP 無水石膏(tr)	HAP	HAP

表7 CA50 を 60~90°C で 2~15 分間マイクロ波水熱処理したときの生成物

反応温度(°C)	反応時間(min)			
	2	5	10	15
60		HAP Brushite 無水石膏(tr.)	HAP Brushite(tr.)	HAP
70	HAP 無水石膏	HAP 無水石膏(tr.)	HAP	HAP
80	HAP	HAP	HAP	HAP
90	HAP	HAP	HAP	HAP

3.3.4 廃石膏から合成した水酸アパタイト粉末の特性

CA50 を原料に用いてマイクロ波加熱処理で合成した水酸アパタイトの TEM 写真を図7に示す。いずれの加熱温度でも棒状の水酸アパタイト結晶が生成している。全体的に凝集しているので結晶サイズは判別しにくい。反応温度の違いによる極端な大きさの違いは見られなかった。

生成したアパタイト結晶は凝集しやすく、高分散の水酸アパタイト微粒子を得ることはできなかった。今後、長さ数十 nm 程度の微粒子水酸アパタイトを得るためには、一次粒子をいかにして分散させるかが課題である。

4. 水酸アパタイトを用いた重金属イオンの捕集試験

4.1 実験方法

マイクロ波水熱合成で得られた各種水酸アパタイト粉末を用い、水溶液中からの鉛イオン、カドミウムイオンの除去試験を行った。まず、1000ppm の鉛イオンおよびカドミウムイオンの標準液を 10 倍に希釈し、NaOH および HCl で pH を 4.5 に調整し 100ppm の鉛イオン、カドミウムイオンを含む試験液とした。

用いたアパタイト粉末は表9に示す7種類とした。A-1～A-2 までは、CA50 を原料に用い、NaOH を共存させないで合成したもの、C-1～C-5 までは NaOH で pH をコントロールした条件で合成したものである。

試験液 50ml 中に水酸アパタイトの粉末 0.1g を投入

表8 CA50 を 60～90°C で 2～15 分間マイクロ波水熱処理したときの所要エネルギー (KJ)

反応温度(°C)	反応時間(min)			
	2	5	10	15
60		119.69	131.70	<u>140.73</u>
70	132.86	138.52	<u>149.88</u>	<u>167.22</u>
80	<u>175.21</u>	<u>184.91</u>	<u>202.63</u>	<u>218.68</u>
90	<u>221.98</u>	<u>231.63</u>	<u>253.83</u>	<u>307.53</u>

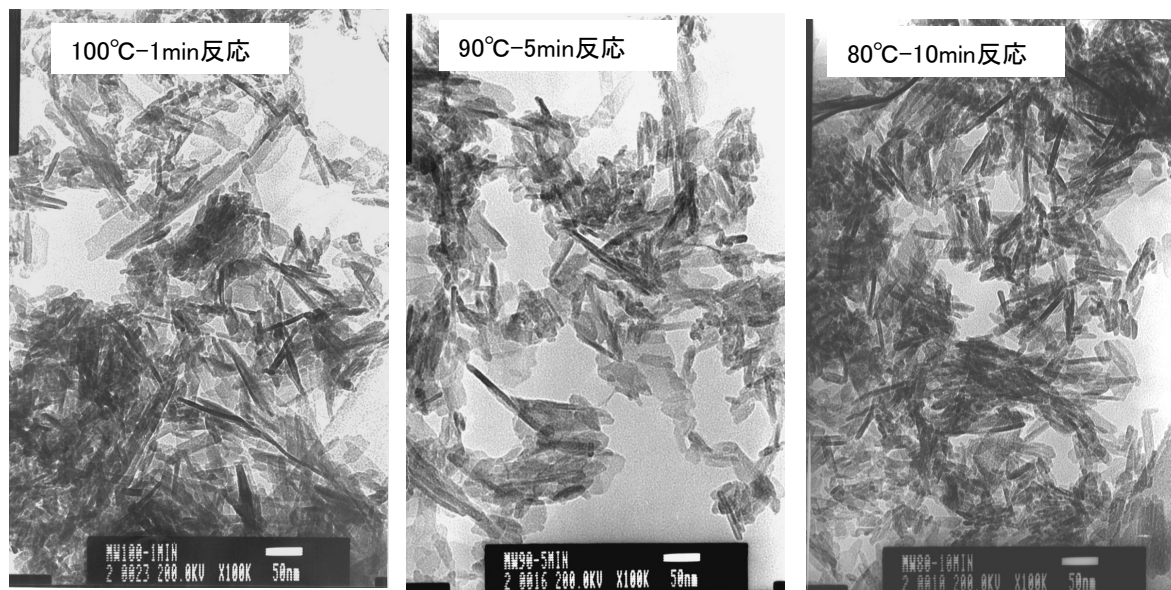


図7 CA50 を原料とし、マイクロ波水熱処理で合成した水酸アパタイトの TEM 写真

表9 重金属除去試験に用いた水酸アパタイトの合成条件など

試料	調合条件	合成温度 (°C)	反応時間 (分)
A-1	石膏:0.177mol PHA:0.4mol	100	10
A-2	石膏:0.177mol PHA:0.4mol	90	10
C-1	石膏:0.207mol PHA:0.40mol NaOH:0.025mol	90	15
C-2	石膏:0.207mol PHA:0.40mol NaOH:0.10mol	90	15
C-3	石膏:0.344mol PHA:0.40mol NaOH:0.10mol	90	2
C-4	石膏:0.344mol PHA:0.40mol NaOH:0.10mol	90	15
C-5	石膏:0.344mol PHA:0.40mol NaOH:0.10mol	70	15

し、2~10 分間攪拌処理を行った後、5C の定量ろ紙を用いてアパタイト粉末をろ別した。ろ液中の鉛イオン及びカドミウムイオンの濃度を原子吸光分析で測定することにより、水酸アパタイト粉末の重金属イオン捕集能を評価した。

4.2 結果と考察

2~10 分間処理後の鉛イオン及びカドミウムイオンの濃度変化を表 10、11 に示す。鉛イオンの場合、いずれのサンプルにおいても 100ppm の初期濃度が 2 分間で 1ppm 以下まで減少した。鉛イオン濃度に多少の違いは見られるものの各サンプル間で大きな差はなく、いずれのアパタイト粉末も高い鉛イオン捕集能を有しているといえる。一方のカドミウムイオンについては、

表 10 鉛イオン除去試験結果(ppm)

	処理時間 (min)			
	0	2	5	10
A-1	106.43	0.2277	0.1605	0.1605
A-2	106.43	0.1874	0.1807	0.1874
C-1	106.43	0.221	0.2076	0.2076
C-2	106.43	0.2412	0.2277	0.2344
C-3	106.43	0.2613	0.2546	0.2546
C-4	106.43	0.3082	0.2881	0.2613
C-5	106.43	0.2881	0.268	0.2613

表 11 カドミウムイオン除去試験結果(ppm)

	処理時間 (min)			
	0	2	5	10
A-1	104.06	42.88	36.31	28.63
A-2	104.06	35.66	32.18	25.34
C-1	104.06	46.98	41.2	33.48
C-2	104.06	51.43	44.36	39.78
C-3	104.06	42.77	36.57	30.98
C-4	104.06	47.29	41.97	34.25
C-5	104.06	42.2	34.95	29.13

処理時間が長くなるにしたがって濃度は低下し、10 分間の処理で約 25~30ppm まで、すなわち初期濃度の 25~30%まで下がった。各サンプル間の比較では、顕著な差はみられないものの、A-2 が最も短時間でカドミウムイオンを捕集した。合成時に NaOH を用いたものとそうでないものの比較では、NaOH を用いないものの方がカドミウムイオンの濃度をより低下させる傾向があった。これは水酸アパタイト粉末の Ca/P 比などの要因が影響しているのではないと思われる。

当センターで以前、通常の水熱処理で合成した水酸アパタイトを用い、重金属イオンの除去試験を行ったときは、鉛イオンについては今回の試験と同様、迅速

な除去能が認められたが、カドミウムイオンについては10分間処理で約50%、30分間処理でも30~40%の濃度低下に留まっていた⁴⁾。マイクロ波加熱で合成した水酸アパタイトの場合、通常水熱処理で合成したものよりも一次結晶が微細化したことで、カドミウムイオンをより速く低濃度まで除去できたと考えられる。よって、微結晶の水酸アパタイトを高分散で得ることができれば、カドミウムイオンの除去能はさらに向上するのではないかと期待される。

5. まとめ

マイクロ波加熱装置を用い、廃石膏を原料として水酸アパタイトの合成試験を行い、以下の結果を得た。

(1) これまでに行った少量バッチ式での実験¹⁾と同様、マイクロ波加熱を用いることで、通常の水熱反応と比較して水酸アパタイトへの転化に要する時間は大幅に短縮された。

(2) 反応温度が高いほどアパタイト化時間は短くなったが、100℃になるとエネルギーのロスが大きいことがわかった。

(3) 反応時にNaOHを添加しpHをアルカリ側にシフトさせることによって50℃、60℃といった比較的低温でもアパタイト化速度を増大させることができた。

(4) 反応系内のpHを適正化することにより、450mlの反応容器で45gまでの石膏粉末が一度に処理可能であった。

(5) マイクロ波加熱による反応では、通常の水熱処理より微結晶の水酸アパタイトが得られたが、凝集体を作りやすく、高分散の微結晶アパタイトを得ることは困難であった。これをいかに分散させるかは今後の検討課題である。

(6) 鉛及びカドミウムイオンの除去試験では、鉛イオンに対して特に迅速な除去効果が見られたが、異なる条件で合成したサンプル間での除去速度の違いはあまり見られなかった。

以上のように、本研究で導入したマイクロ波水熱装置を用い、石膏からの水酸アパタイト合成におけるマ

イクロ波エネルギー効率、反応速度、生成物の特性変化等について調べ、マイクロ波加熱装置を水酸アパタイトの工業生産に用いるための基礎的な考察を行った。期待された水酸アパタイト結晶の微粒化については、分散性を高める必要があるという課題は残ったが、通常の水熱処理と比較して短時間で水酸アパタイトの合成が可能であるという結果は確認できた。今回用いた450mlの反応容器では45gまでの石膏が一度に処理できたので、原料の投入、排出などの工程まで含めて作業時間が1サイクル15分であるとすれば、1日10時間の運転で1.8kgの石膏が処理できる。反応温度とエネルギー効率に関するデータも併せ、今回の研究で得られた結果は、今後装置をスケールアップして工業化する際の検討材料として生かせるであろう。

参考文献

- 1) H.Katsuki, S.Furuta and S.Komameni, J.Am.Ceram.Soc., **82**, 2257-2259 (1999)
- 2) S.Furuta, H.Katsuki and S.Komameni, J.Mater.Chem., **8**, 2803-2806 (1998)
- 3) S.Furuta, H.Katsuki, J.Soc.Inorg.Mater.Jpn., **8**, 221-227 (2001)
- 4) 古田祥知子, 佐賀県窯業技術センター平成14年度業務報告書, 98-103 (2003)

(本研究は、中小企業産業技術研究開発、「マイクロ波水熱合成によるCa系機能性材料の開発」の分担課題であり、(有)遊天窯と共同で独立行政法人産業技術総合研究所の委託研究として行ったものである。)