

セッコウの透明薄膜の作製

Preparation of transparent gypsum thin film

秦 義彦

指導教員 大倉利典, 吉田直哉

工学院大学工学部環境エネルギー化学科 ナノセラミックス化学研究室

キーワード：セッコウ・硫酸カルシウム・薄膜・生体材料

1. 緒言

セッコウとは硫酸カルシウム(CaSO_4)の一般名として知られている物質である。硫酸カルシウムには複数の形態が存在し、結晶水の数で分類すると三種類(二水セッコウ、半水セッコウ、無水セッコウ)に分類できる。二水セッコウはいわゆる焼きセッコウ製造原料としてはもちろん、セメントの凝結遅延材料や農業用、さらに無水セッコウとともに顔料などとして広く利用されている。半水セッコウは焼きセッコウとして建築材料として多く利用されており、さらに陶磁器工業、歯科、外科医療、美術工芸などにおける型材として広く利用されている。

これまでセッコウは、生体材料のための複合化材料や燃料電池のためのプロトン伝導材料、重金属吸着のための環境浄化材料などといった付加価値を持たせる研究が行われてきた。生体材料のための複合化材料として使用されているセッコウは、人間の体内で一定の時間が経過することによって骨に置き換わる性質がある。そこで本研究では、生体材料の人工骨の表面に使用することが可能である新材料として、セッコウの透明薄膜を作製することを目的とする。

2. 実験

2. 1. CaCl_2 と $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ を用いたセッコウの薄膜の作製

モル濃度がそれぞれ 0.1, 0.25, 0.5, 1.0 mol/L の CaCl_2 及び $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ の混合水溶液を作製し、

作製した溶液と添加物(2-アミノエタノール)を 15 min 攪拌し、コート液を作製した。5 cm×5 cm にカットしたガラス基板を、非イオン系界面活性剤を用いて 30 min 超音波洗浄したのちに純水で洗剤を洗い流し、乾燥器(50°C)で乾燥させた。ガラス基板にコート液を 1500 rpm, 10 sec の条件でスピコートし、その後、ヒートガンで 10 sec 乾燥し、マッフル炉を用いて 500°C, 30 min の条件で焼成を行った。

2. 2. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ と $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ を用いたセッコウの薄膜の作製

モル濃度がそれぞれ 0.05, 0.1, 0.15, 0.2 mol/L になるように $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ と有機溶媒(エタノールと2-エトキシエタノール)を用いて溶液を 10 mL 作製した。これと同時に、モル濃度がそれぞれ 0.05, 0.1, 0.15, 0.2 mol/L になるように $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ と混合溶媒(水と有機溶媒)を用いて溶液を 10 mL 作製した。モル濃度が同じ組み合わせで二つの溶液を 15 min 攪拌し 20 mL のコート液を作製した。コート液作製後の手順は 2.1 と同様の操作を行った。

モル濃度がそれぞれ 0.3, 0.4, 0.5 mol/L の $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 及び $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ の混合水溶液を作製し、15 min 攪拌しコート液を作製した。コート液作製後の手順は 2.1 と同様の操作を行った。

3. 結果・考察

3. 1. CaCl_2 と $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ を用いたセッコウの薄膜の作製

目視観察を行い、全ての条件でガラス基板の光の反射に変化がみられ、薄膜のようなものができた。しかし、全ての濃度の条件で多数の白濁がみられた。白濁はモル濃度が上昇するにつれて増加した。

3. 2. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ と $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ を用いたセッコウの薄膜の作製

目視観察および顕微鏡観察を行ったところ、水と有機溶媒の混合溶媒を用いてモル濃度を 0.1, 0.15, 0.2 mol/L とした条件では均一な薄膜を作製することができた。しかし薄膜全体が灰色になり無色透明の薄膜を作製することはできなかった。灰色になってしまった理由として、使用した試薬に含まれるアミノ基や有機物の不完全燃焼が原因ではないかと考えられる。

水のみを溶媒とし、溶液のモル濃度を 0.3, 0.4, 0.5 mol/L とした条件では、薄膜にはならなかった。

3. 3. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ と $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ を用いて作製した薄膜の XPS 測定及び透過スペクトル測定

有機溶媒を用いてモル濃度 0.15 mol/L の条件で作製した薄膜の XPS 測定を行い、Fig. 1 に示す XPS スペクトル、Table 1 の原子濃度比が得られた。これらの結果から炭素が多く残っていることがわかるため、出発原料である $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ と $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ の薄膜ができたと考えられる。Fig. 2 の透過スペクトルより、薄膜の透過率は高いことがわかる。今後は作製した原料の薄膜を焼成し検討していく。

4. 参考文献

無機マテリアル学会 編：
セメント・セッコウ・石灰ハンドブック
技報堂出版株式会社 P138～141 (1995)

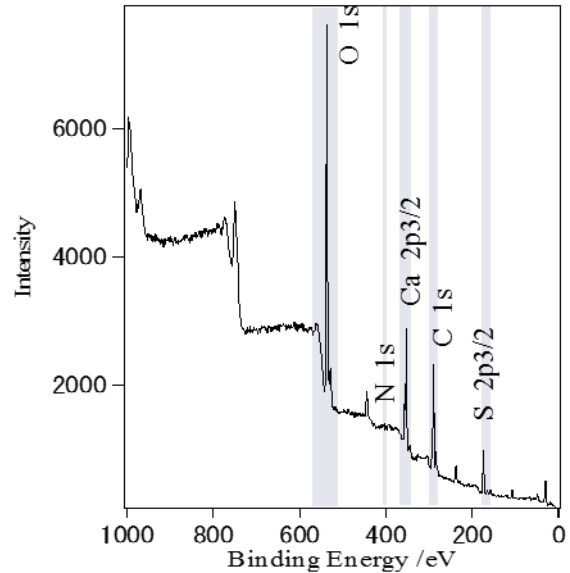


Fig. 1 モル濃度 0.15 mol/L で作製した薄膜の XPS スペクトル

Table 1 モル濃度 0.15 mol/L の条件で作製した薄膜の原子濃度比

元素	原子濃度比(%)
Ca	21.10
C	63.52
S	15.38

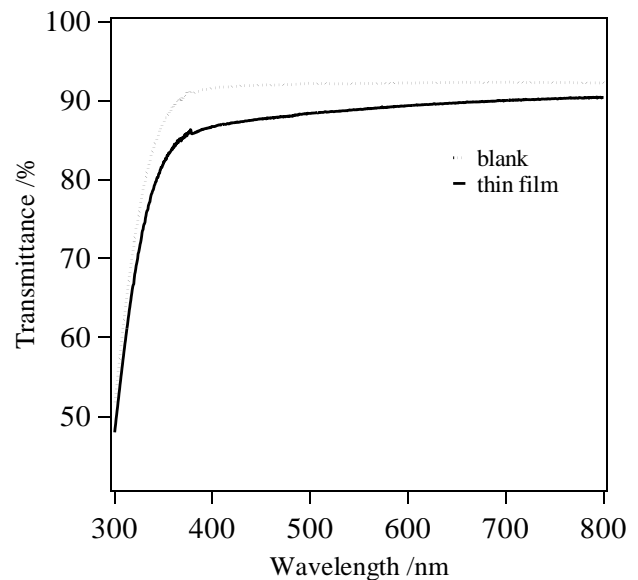


Fig. 2 モル濃度 0.15 mol/L で作製後に 1h 追加焼成した薄膜の透過スペクトル