

ノート

活性化した粘土鉱物の鑑別 モンモリロナイト活性化試験

武藤五生

天然粘土と活性粘土の判定法について今までに数多くの報告があるが、何を基準にして“活性化している”と言うのであろうか。関税率表解説によると「活性化とは、炭素及び鉱物性生産品はそれらを脱色、ガス又は湿気の吸着、触媒、イオン交換、ろ過などの目的に適合させるための熱、化学薬品などによる処理によって、その表面構造が変えられた場合“活性化された”といえることができる。」と説明されている。この判定法には、比表面積値を測定することが最も良い方法と報告されているが、粘土の種類によって比表面積値は大きく変る。

今回筆者は、B.E.T 法による比表面積測定を中心に、その他数多くの方法について粘土の種類別に実験を行った。

1. 緒 言

粘土鉱物は非常に多くの種類があり、その粘土によって構造的、化学的に特有の変化を示す。たとえば比表面積値においてもモンモリロナイトとカオリナイトとは、非常に大きな差がある。では、何を基準にして天然粘土と活性粘土を区別すれば良いのであろうか。B.E.T 法による比表面積値の測定が良いことはすでにのべたが、この装置は取扱いに熟練を必要とする。

$9 \times 10^{-4} \text{ mmHg}$ 以上の高真空中で使用する。-195.8 の低温で測定するなどの条件があり、簡単に測定できるものではない。又、どれだけ m^2/g で天然粘土と活性粘土を区別するのが問題となる。これは、粘土の種類別に測定することによって解決できるものである。そこで、モンモリロナイト鉱物について次の方法を用い、天然粘土と活性粘土の総合的判別法を検討した。

1. B.E.T 法による比表面積値の測定
2. 芳香族、アルコール、及びアルコール比吸着指数の測定
3. 比重の測定
4. かさ比重の測定
5. 発光分光による定性
6. X線回折による測定
7. 光学顕微鏡による観察
8. 電子顕微鏡による観察
9. その他

実験に供した天然粘土は、いずれも、ASTM Card.

3-0016. Montmorillonite. (Basic Aluminium Silicate). $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ の X 線回折図を示し、米国産のものである。

モンモリロナイトには酸性白土も含まれるが、酸性白土については筆者が関税中央分析所所報第 8 号¹⁾、井上氏が関税中央分析所所報第 2 号²⁾に報告しているので除外した。モンモリロナイトと酸性白土の簡単な判別法を Table.1. に示す。

2. モンモリロナイトのアルカリ処理及び酸性処理による活性化

2・1 アルカリ処理

一般にアルカリ処理液として水酸化ナトリウムが用いられる。粘土鉱物が遊りケイ酸 mSiO_2 を含む場合これに作用する。希アルカリで処理すると、粘土本体何の作用も受けず遊りケイ酸のみを溶出する。濃厚アルカリで処理すると、粘土結晶の破壊が行なわれ陽イオンが溶出する。

2・2 酸処理

処理酸として硫酸、塩酸、硝酸、酢酸、修酸及びこれらの混合酸を使用する。

粘土鉱物を酸処理するとその粘土鉱物中の陽イオンが酸中に溶出し、あたかも酸に溶解した様な状態になる。陽イオンの溶出順序は一般に Mg , Fe , Al , Ca の順である。一般に結晶化度が高く粒子の大きいものは溶解性は低い。低濃度の酸で低温処理を行なった場合にはただ層格子間の交換性陽イオンのみが溶出し、酸濃

Table 1. Difference of the property of Montmorillonite and Acid Clay

	Montmorillonite	Acid Clay
Tariff	2507-2 or 3803-2	2507-1 or 3803-2
pH	7.5~6.5	5.0~6.0
Swelling	+	—
SiO ₂ /Al ₂ O ₃	4~6	6~8
Cemical composition	Si, Al, Fe, Mg, Ti, K, Na, Zn.	Si, Al, Fe, Mg, Ca, Kaolinite, Bentonite
Cemical formula	Me ₂ O ₃ ·4SiO ₂ ·H ₂ O·nH ₂ O Me : Exchangeable cation	Me ₂ O ₃ ·4SiO ₂ ·H ₂ O·nH ₂ O Me : Exchangeable cation

度が高く処理温度も高い場合には、反応が交換性陽イオンのみにとどまらず粘土本体におよび、結晶格子内の Al, Mg, などが溶出する。一つの単位胞について考えた場合まず八面体層のイオンが溶出し、ついで四面体層のイオンが溶出すると考えられている。その結果、酸処理を強力に行なえばすべての金属イオンは溶出し最後に純ケイ酸に近いものが残る。既ち、活性ケイ酸が生成される。これを模型的に表わすと Fig.1. の様になり、粘土の表面が酸により溶出されて細孔が多くなるためと考えられる。

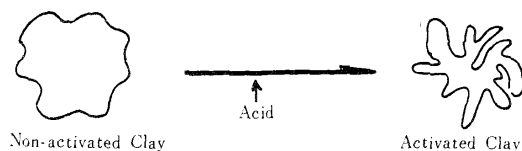


Fig. 1 Model of the activated Montmorillonite

ここで重要なのは、アルカリ及び酸の処理液濃度である。粘土ハンドブック等によると、20~30%硫酸沸点2時間処理、又は、5~10%水酸化ナトリウム沸点2時間処理したのち20~30%硫酸沸点2時間処理がよいと記されている。処理時間については、3・2に、処理液濃度については4・2・2に測定結果を示す。

筆者の活性化方法はFig.2.に示す。

天然のモンモリロナイトを100μふるいを通して

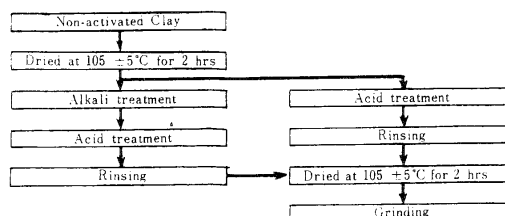


Fig. 2 Diagram of Activation method of Clays.

で粉碎し 105 ± 5 で2時間乾燥する。約 100 g 採取したのち、3~5倍量の処理液と共に分解瓶に入れ沸点2時間処理する。中性になるまで水洗する。アルカリ酸処理の場合は、先ずアルカリで沸点2時間処理したのち冷却する。中和し、酸処理ののち水洗する。遠心分離を行ない沈殿した粘土を 105 ± 5 で乾燥する。ボールミキサーで粉碎し、100μふるいを通してしたものを実験に供した。

3. 活性化最適処理時間の測定

3・1 測定方法

「4・2・1, 比表面積測定方法」による。

3・2 測定結果

酸処理・アルカリ処理及びアルカリ酸処理の濃度変化と処理時間の関係を Table. 2, Table. 3, Fig 3 及び Fig. 4 に示す。測定結果はいずれも3回の平均値である。

処理しようとする粘土に対して最適な酸濃度であれば2時間でピークに達し、それ以上処理時間を延長しても大きく変化しない。即ち、最適な酸濃度であれば沸点2時間処理で、最大の活性化を得ることができるといえる。

Table 2 Relationship among the Specific Surface Area, Various H₂SO₄ concentrations and times

H ₂ SO ₄ , %	min	Clay	30	60	90	120	180	300
5		12.1	30.5	45.9	57.0	65.0	77.2	90.0
10		12.1	40.2	62.5	78.8	90.0	103.1	115.0
15		12.1	62.8	91.0	108.3	115.8	131.3	140.2
20		12.1	152.0	207.3	238.4	250.8	257.0	158.8
25		12.1	82.0	132.1	165.9	180.1	187.5	189.2
30		12.1	51.3	81.8	99.5	110.8	121.4	122.0

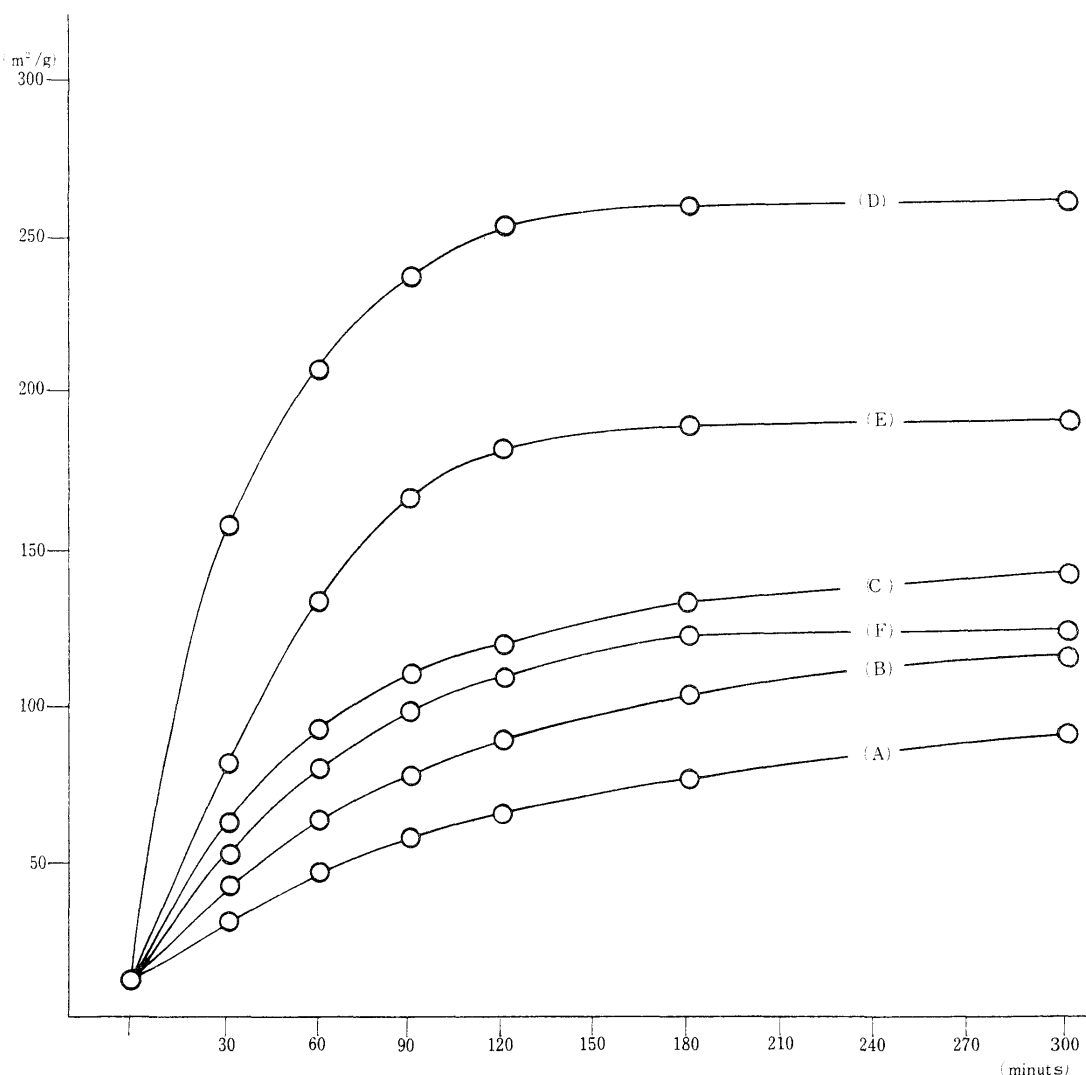


Fig. 3 Relationship among the Specific Surface Area, Various H_2SO_4 concentration and times

(A) 5 % H_2SO_4 (B) 10% H_2SO_4 (C) 15% H_2SO_4

(D) 20% H_2SO_4 (E) 25% H_2SO_4 (F) 30% H_2SO_4

Table 3 Relationship among the Specific Surface Area, various H_2SO_4 concentrations after 5% NaOH treatment and times

$\text{H}_2\text{SO}_4\%$ \ min	Clay	30	60	90	120	180	300	5% NaOH 120min
5	12.1	34.2	53.5	67.8	80.0	94.6	109.8	8.2
10	12.1	48.0	81.2	100.2	112.2	126.7	143.0	8.2
15	12.1	65.0	120.5	157.1	179.8	200.2	220.0	8.2
20	12.1	123.6	207.0	239.1	255.5	265.4	273.8	8.2
25	12.1	190.1	278.1	297.0	299.2	302.0	302.5	8.2
30	12.1	96.3	177.8	212.0	224.0	231.0	230.5	8.2

この結果より筆者は、いずれも沸点2時間処理により活性化を行なった。

4. 実験と結果

4・1 定性

4・1・1 pH

10% (容量) 水溶液において、天然のモンモリロナイトは中性又は微アルカリ性を示すのに対し、活性化処理をした粘土は一般に微酸性を示す。しかし、水洗方法によって左右されるので、必ずしも中性である

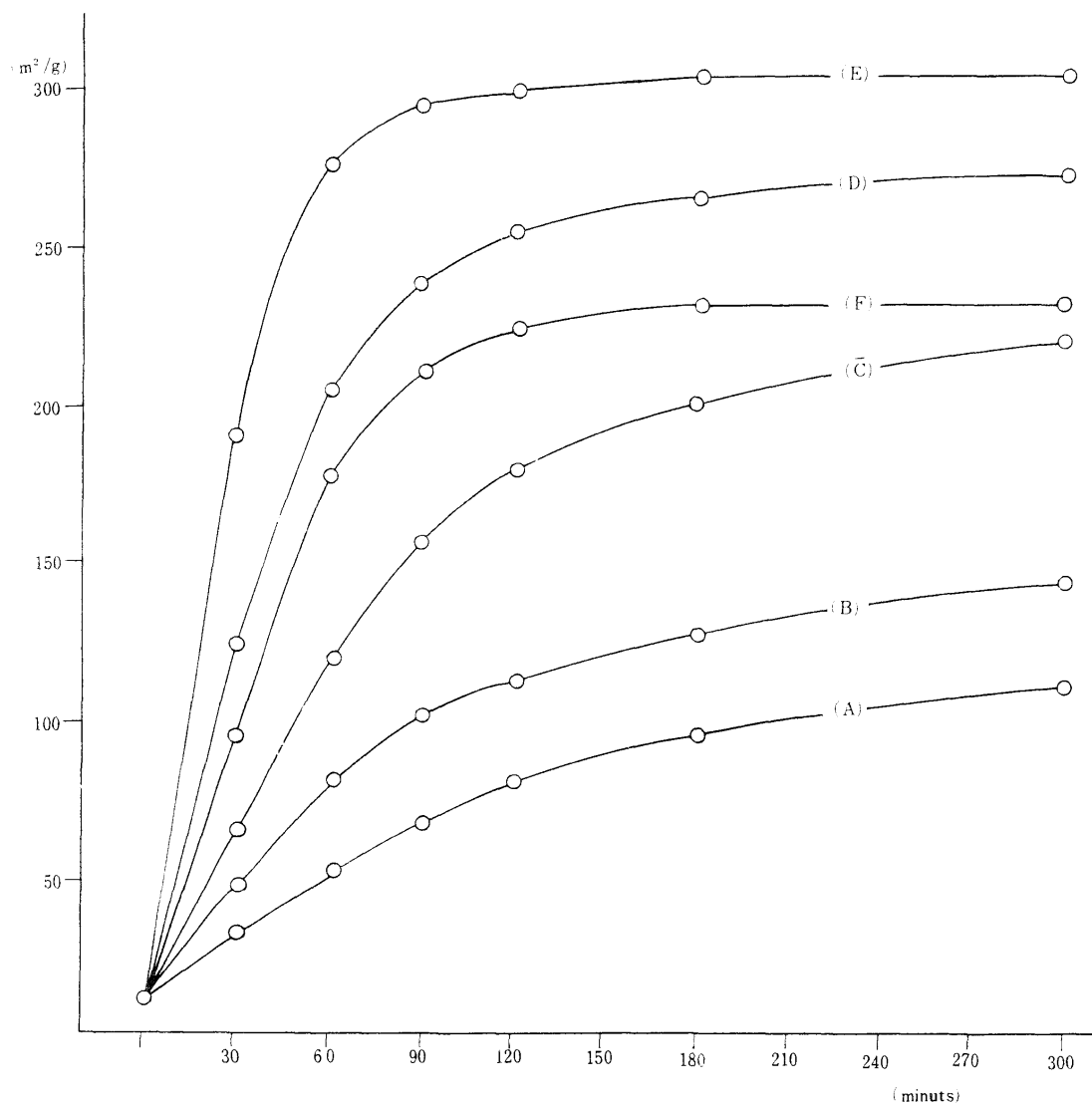


Fig. 4 Relationship among the Specific Surface Area, various H_2SO_4 concentration after 5 % NaOH treatment

(A) 5 % H_2SO_4 (B) 10 % H_2SO_4 (C) 15 % H_2SO_4
 (D) 20 % H_2SO_4 (E) 25 % H_2SO_4 (F) 30 % H_2SO_4

から天然のモンモリロナイトであるということはない。

4・1・2 陰イオン

10% (容量) 水溶液において、活性化処理をしたモンモリロナイトは硫酸根が残留している。しかし、まれに塩酸、硝酸等による処理もあるので、注意する必要がある。

4・1・3 発光分光

島津製作所、平面回折格子分光写真機 GE340 型により、条件、DCA10A, 20 秒, スリット巾 13/1,000 mmで測定した。

アルカリ処理及び酸処理の濃度変化による比表面積測定結果を Table. 4 に示す。この様にアルカリ処理では大きな変化を受けないが、酸処理では濃度が増加するにしたがい陽イオンが減少し、最後にほとんどケイ酸のみになる。

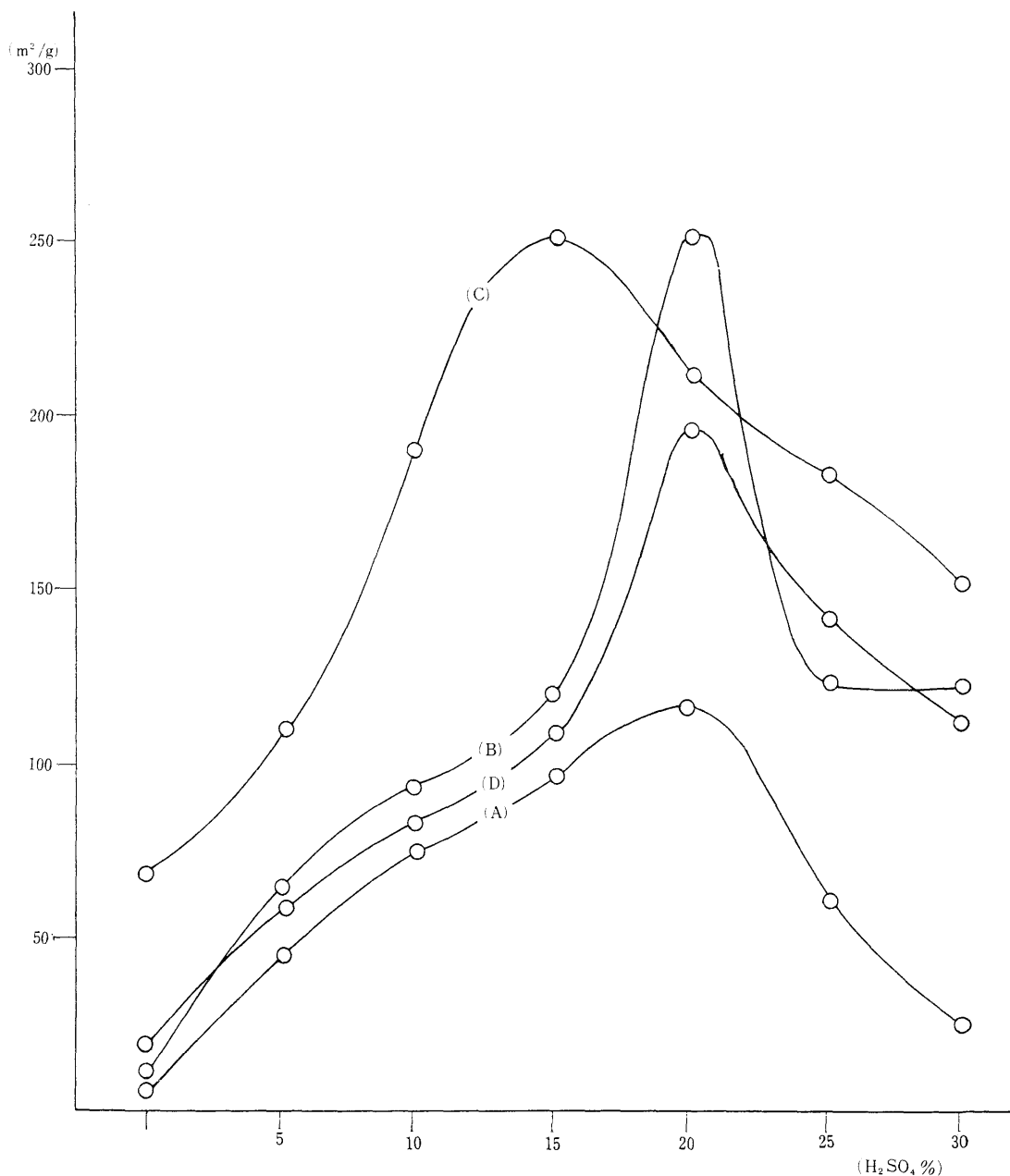


Fig. 5 Relationship between the Specific Surface Area and various H_2SO_4 concentration

Table 4 Metals detected by Emission Spectrophotography

	Si	Al	Mg	Ca	Fe	Ti	K	Na	Zn
Non-activated Clay	+++	+	+	+	+	Tr	Tr	Tr	Tr
Activated Clay	+++	Tr	Tr	Tr	Tr	-	-	-	-
Alkali treatment Clay	+++	+	+	+	+	+	Tr	Tr	Tr

4・2 B.E.T法による比表面積値の測定

4・2・1 測定方法

紫田化学器械工業，P - 600 型により次の条件で測定した。真空度， 9×10^{-4} mm/Hg 以上。吸着ガス，チッ素。冷却剤，液体チッ素。冷却温度， -195.8 。

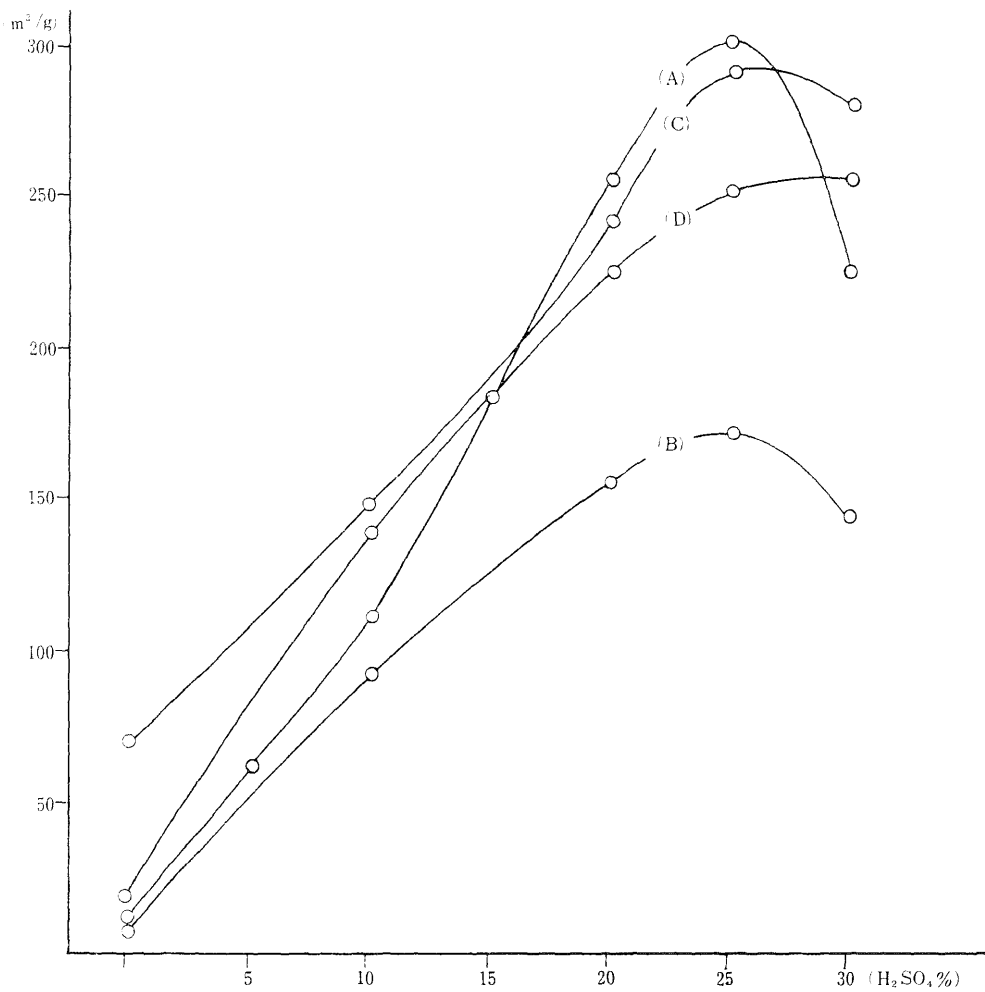


Fig.6 Relationship between the Specific Surface Area and various H₂SO₄ concentration, after 5 % NaOH treatment

4・2・2 測定結果

酸処理 ,アルカリ処理及びアルカリ 酸処理の濃度変化による測定結果の一例を Table. 5 , Table. 6 , Fig. 5 ,

及び Fig. 6 に示す。測定結果はいずれも 3 回の平均値である。

Table 5 Relationship between the Specific Surface Area and various H₂SO₄ concentration

<div>Sample</div> <div>H₂SO₄%</div>	Clay	5	10	15	20	25	30
A	12.1	65.1	94.5	120.0	250.8	123.0	121.5
B	9.5	46.0	76.5	97.7	116.6	59.4	23.9
C	70.2	111.0	190.0	248.0	210.1	182.0	149.9
D	18.6	60.0	84.5	110.0	196.5	140.2	111.0

Table 6 Relationship between the Specific Surface Area and various H₂SO₄ concentration after 5% NaOH treatment or 5% NaOH treatment

<div>Sample</div> <div>H₂SO₄%</div>	Clay	10	20	25	30	5 % NaOH
A	12.1	112.2	255.5	299.2	224.0	8.2
B	9.5	92.5	154.2	170.1	141.4	10.8
C	70.2	147.2	242.1	291.7	280.5	55.2
D	18.6	140.0	224.2	250.3	253.5	20.0

Table. 6, にみられるようにアルカリ処理をすると, 非晶質ケイ酸ゲルが除去されるが, モンモリロナイトの比表面積値は, 原土にくらべて低下する。これをふたたび酸処理すると, 単に酸処理した粘土より非常に大きな比表面積値をもつようになる。酸濃度を増せば比表面積値は増加するが, ある濃度になるとふたたび減少してくる。これは注目すべき現象である。

アルカリ処理濃度, 5%, 10%, 15%における沸点処理時間, 30分, 60分, 90分について測定したが大きな変化は得られなかった。

20~25%硫酸沸点2時間処理にくらべて, 5%水酸化ナトリウム沸点2時間処理したのち20~25%硫酸沸点2時間処理が, 大きな比表面積値, 即ち, 最大の活性化を示しているが, この方法による活性化では長時間を必要とするため一般工業的な方法として用いられず, 硫酸処理だけで行なわれている。工業的には, その粘土に対する最適の酸濃度によって活性化が行なわれている。

4・3 芳香族, アルコール, アルコール比吸着指数の測定

この方法は, 日本石油の水谷らによって報告された方法である³⁾。

4・3・1 芳香族吸着指数の測定方法

活性粘土の吸着能を支配するのは比表面積と表面の特性と考えられる。これは物理吸着の性質に近いものである。吸着能と比表面積はある程度比例すると考えられ, 炭化水素混合物中の芳香族選択吸着作用もこの比表面積と比例することが認められている。いいかえれば, 「芳香族吸着指数は吸着剤の比表面積値に比例する」といえる。

トルエン 30% (容量), イソオクタン 70% (容量) の混合液 2 ml に吸着剤, 1.00 g を加えて (共栓付の試験管又は遠沈管がよい。) 20 ± 1 で 90 分ふりまぜたのち 30 分静置し, 上澄液を得る。原液の屈折率 (n_D^{20}) と吸着液の屈折率 (n'_D^{20}) を求め次式により吸着指数を求めた。

$$\text{吸着指数} = (n_D^{20} - n'_D^{20}) \times 10^4$$

4・3・2 アルコール吸着指数の測定方法

活性粘土の吸着能の大きな特徴は比表面積に支配されるが, 吸着作用よりもその特殊な化学吸着能にあるとも考えられる。芳香族吸着が物理吸着と考えられるのに対しアルコール吸着は, 化学吸着によるものといえることができる。

エチルアルコール 20% (容量), ベンゼン 80% (容量) の混合液 2 ml に吸着剤, 1.00 g を加えて (共栓付の試験管又は遠沈管がよい。) 20 ± 1 で 90 分ふりまぜたの

ち 30 分静置し, 上澄液を得る。原液の屈折率 (n_D^{20}) と吸着液の屈折率 (n'_D^{20}) を求め次式により吸着指数を求めた。

$$\text{吸着指数} = (n_D^{20} - n'_D^{20}) \times 10^4$$

これは吸着剤, 1.00 g に吸着されたアルコールの量に比例する値である。

4・3・3 アルコール比吸着指数の求め方

芳香族吸着指数が吸着剤の比表面積に比例する値であるとする, アルコール吸着指数を芳香族吸着指数で除した値は, 吸着剤の一定表面積がアルコールに対してもつ撰択吸着能を示す値であるといえることができる。この事より次式がみちびかれる。

$$\text{アルコール比吸着指数} = \frac{\text{アルコール吸着指数}}{\text{芳香族吸着指数}} \times 20$$

4・3・4 測定結果

アルカリ及び酸の単独処理粘土については測定可能 (上澄液を得ることができる) であるが, アルカリ酸処理の場合は混合液を完全に吸着して上澄液を得ることができない。

アルカリ処理及び酸処理の濃度変化による結果を, Table. 7, Table. 8, 及び Fig. 7 に示す。測定結果はい Table 7 Relationship between Adsorption Index and various H₂SO₄ concentration or 5% NaOH.

Adsorption Index H ₂ SO ₄ %	Aromatic	Alcohol	Alcohol-ratio
Clay	27	82	60.7
5	28	26	22.0
10	32	25	18.0
15	34	24	14.2
20	67	22	6.6
25	28	18	12.9
30	14	14	20.0
5%NaOH	21	27	25.7

Table 8 Relationship between Adsorption Index and 20% H₂SO₄ concentration

Adsorption Index H ₂ SO ₄ %	Aromatic	Alcohol	Alcohol-ratio
A	Non-activated	27	82
	Activated	67	22
B	Non-activated	20	54
	Activated	60	23
C	Non-activated	24	44
	Activated	56	10
D	Non-activated	20	44
	Activated	55	24

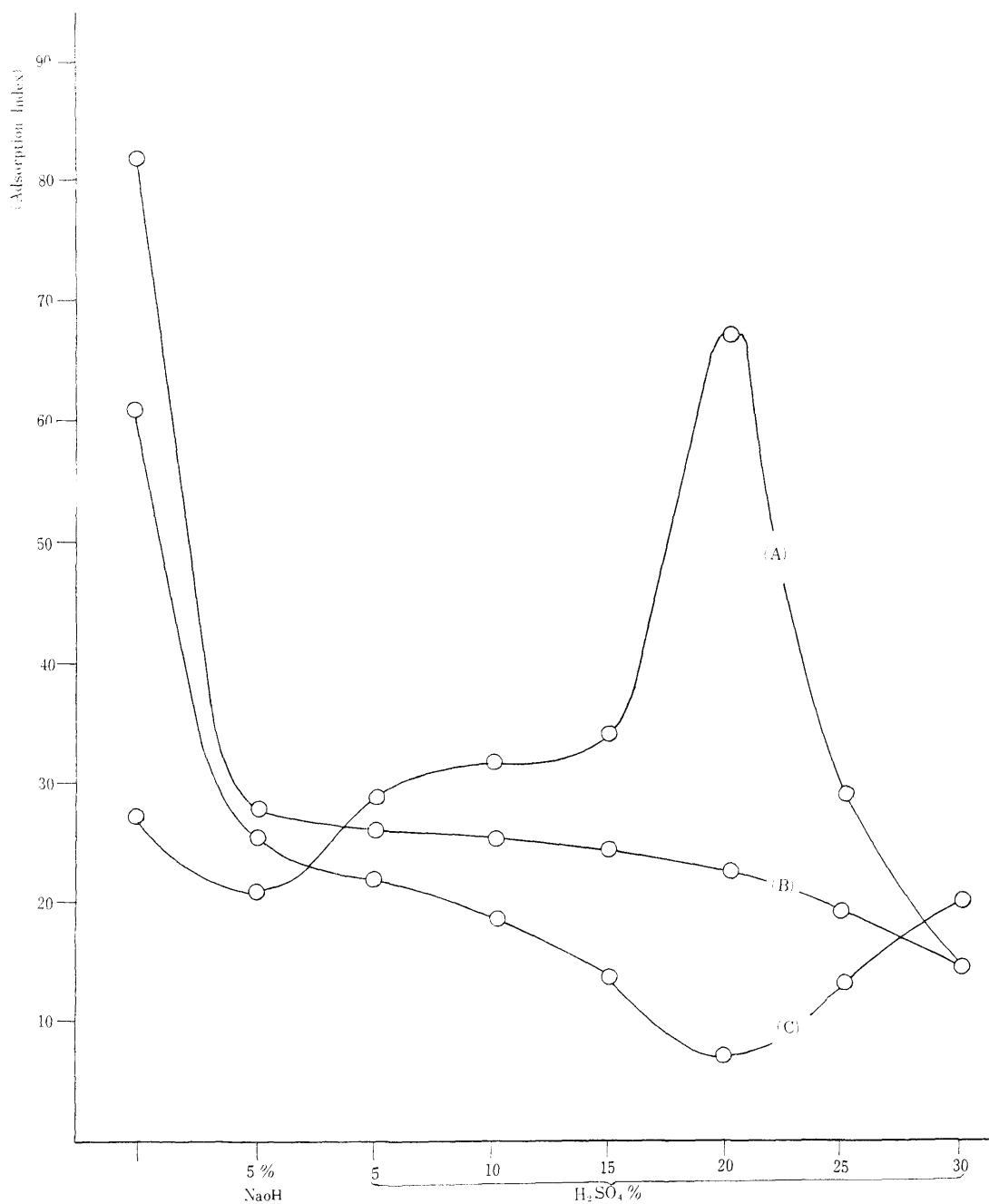


Fig. 7 Relationship between the Adsorption Index and 5 %NaOH or Various H₂SO₄ concentration

(A) Aromatic Adsorption Index

(B) Alcohol Adsorption Index

(C) Alcohol-ratio Adsorption Index

ずれも 3 回の平均値である。

芳香族吸着指数は 5 % 水酸化ナトリウム処理で減少する。酸処理では酸濃度が増加するに従がい吸着指数も増加し、15% ~ 20% に於て急激に増加してピークに達する。その後、酸濃度の増加に従がい吸着指数も減少する。これは比表面積値とほぼ比例している。一方アルコール吸着指数は 5 % 水酸化ナトリウム処理又は 5 % 硫酸処理において、約 1/3 に減少する。15% ~ 20% 硫酸処理の値とほとんど変わらない。この結果は、サンプル B, C, D についても同様のことがいえる。

4・4 比重, かさ比重の測定

4・4・1 比重の測定方法

東芝ベックマン, 空気比較式比重計 930 型により, ヘリウムガス置換法で測定した。

4・4・2 かさ比重の測定方法

50ml 又は 100ml のメスシリンダーを用い Fig. 8 に示す様な斗より, 試料を静かに一定速度で落下させ定容になったらサンプルの重量を測定する。50ml 以下のメスシリンダーを使用すると誤差が大きくなる。

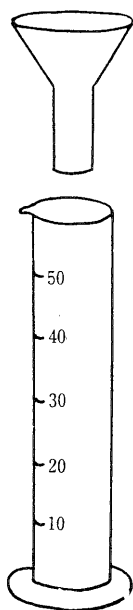


Fig. 8 Messurment of the Bulk Spceific Gravity

4・4・3 測定結果

酸処理, アルカリ処理及びアルカリ 酸処理の濃度変化による結果を, Table. 9, Table.10, Table.11, Table.12, Fig. 9, 及び Fig.10 に示す。測定結果はいずれも 3 回の平均値である。

Table 9 Relationship between the Specific Gravity and various H_2SO_4 concentration

Sample \ H_2SO_4 %	Clay	5	10	15	20	25	30
A	2.70	2.60	2.52	2.30	2.10	2.15	2.18
B	2.91	2.80	2.74	2.29	2.30	2.26	2.36
C	2.81	2.72	2.48	2.20	1.90	1.99	2.05
D	2.45	2.35	2.28	2.22	2.18	2.22	2.25

Table 10 Relationship between the Specific Gravity and various H_2SO_4 concentration after 5 % NaOH treatment or 5 % NaOH treatment

Sample \ H_2SO_4 %	Clay	20	25	30	5 % NaOH
A	2.70	2.06	2.01	2.06	2.70
B	2.91	2.30	2.20	2.20	3.00
C	2.81	1.93	1.90	1.88	2.84
D	2.45	2.14	2.05	2.05	2.40

Table 11 Relationship between Bulk Specific Gravity and Various H_2SO_4 concentration.

Sample \ H_2SO_4 %	Clay	5	10	15	20	25	30
A	64.5	45.0	33.0	31.5	32.0	35.8	46.0
B	76.3	55.0	40.0	33.5	37.8	44.3	51.6
C	64.6	43.5	32.0	30.2	27.0	31.5	40.8
D	49.6	—	—	—	19.5	—	—

Table 12 Relationship between Bulk Specific Gravity and various H_2SO_4 concentration after 5 % NaOH treatment or 5 % NaOH treatment.

Sample \ H_2SO_4 %	Clay	20	25	30	5 % NaOH
A	64.5	36.5	34.7	42.6	75.0
B	76.3	31.8	30.5	36.4	63.5
C	64.6	28.0	25.8	34.2	64.0
D	49.6	17.7	—	—	47.5

比重は硫酸処理の濃度が増加すると減少し、15% ~ 20% で大きく減少する。かさ比重に於ては、硫酸処理の濃度が 10% ですでに最低値近くになり 20% 硫酸処理とほぼ同じ値を示す。比重, かさ比重共に、20% 以上の硫酸処理では測定値が増加してくる。これはモンモリロナイトに含まれている大部分の金属イオンが溶出し純ケイ酸に近いものになるために、粒子が非常に細くなってくるためでないかと考えられる。

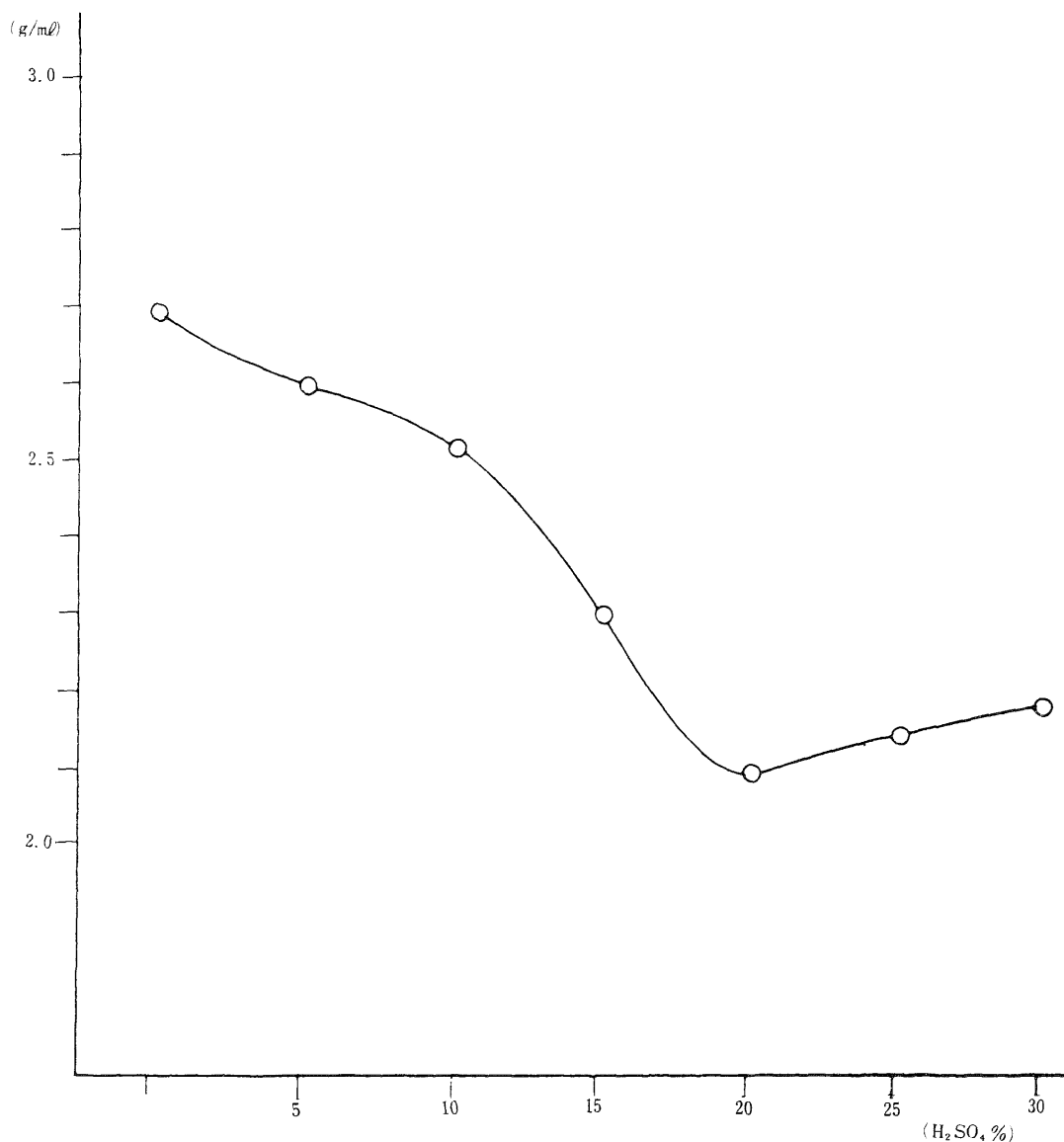


Fig. 9 Relationship between the Specific Gravity and various H₂SO₄ concentration

4・5 X線回折による測定

4・5・1 測定方法

理学電機，X線回折装置D-2型を用い次の条件で測定した。Cu-K α ，35KV，20mA。

4・5・2 測定結果

試料は，モンモリロナイト及びアルファ型石英のピークに一致する。アルカリ処理をした場合，X線回折図はほとんど変化を示さない。しかし，酸濃度の増加に従ってモンモリロナイトのピークは低くなり，逆

に，アルファ型石英のピークはすどくなってくる。

30%硫酸沸点2時間処理においては，ほとんどアルファ型石英のピークのみになる。

アルカリ処理及び酸処理の濃度変化による結果を，Fig.11に示す。

4・6 光学顕微鏡による観察

4・6・1 観察方法

透視法により，150倍で観察した。

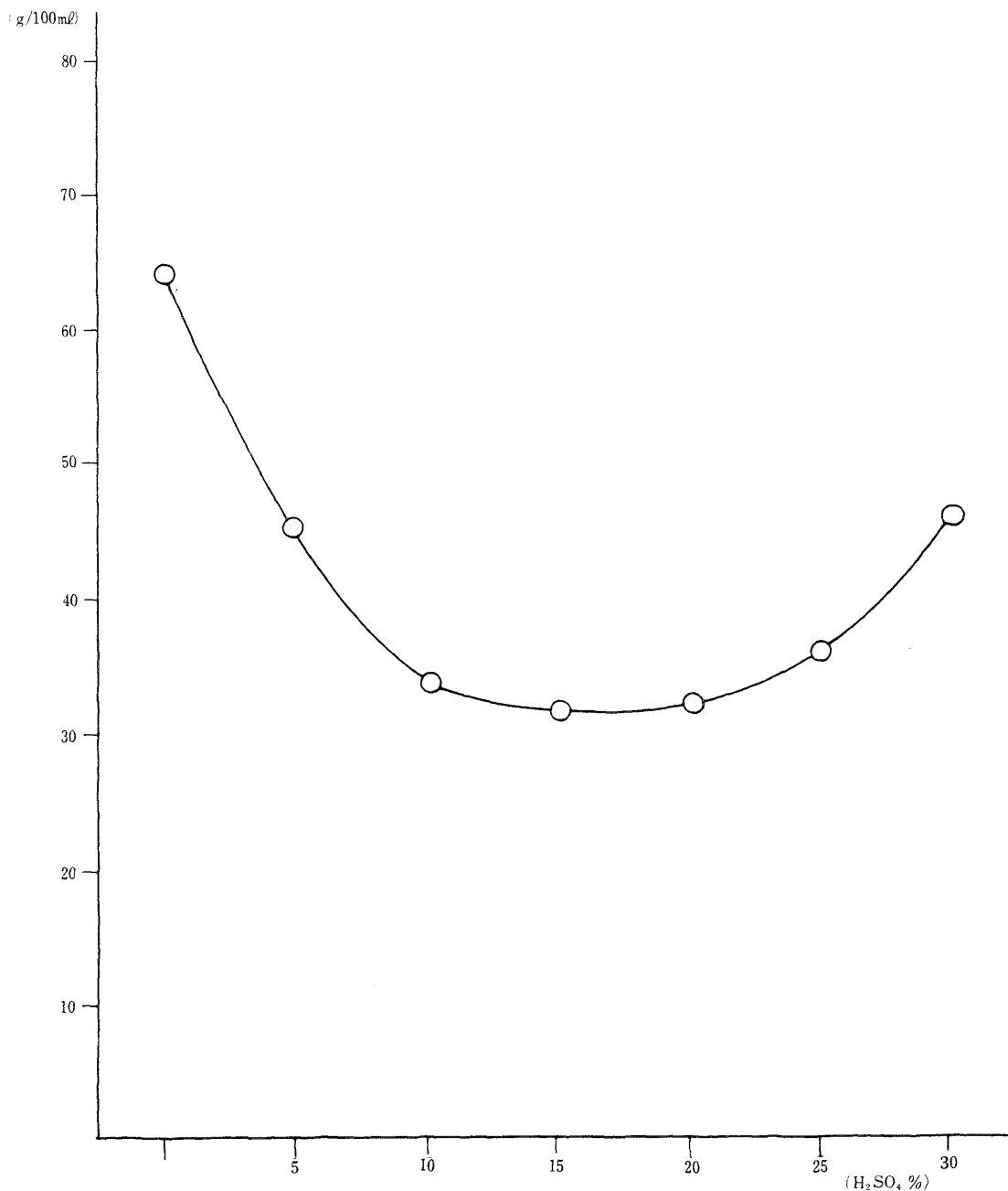


Fig.10 Relationship between the Bulk Specific Gravity and various H₂SO₄ concentration

4・6・2 観察結果

観察の結果を Photo. 1 に示す。光学顕微鏡では、特に大きなちがいは観察できない。又、倍率を上げても同様であり、むしろピントボケなどが生じてくるので観察が困難になる。

4・7 電子顕微鏡による観察

4・7・1 観察方法

日本電子 電子顕微鏡 JEM - T7 型を使用し、10,000 倍で観察した。



Fig. 11 The X-Ray diffractometry of NaHO or various H_2SO_4 Concentration

(A) Non-activated Clay (B) 5 % NaOH (C) 5 % H_2SO_4
 (D) 10% H_2SO_4 (E) 20% H_2SO_4 (F) 30% H_2SO_4

Table 13 Criteria for Identification of activated Montmorillonite

	Activated Clay	Non-activated Clay	Re-examination
Specific Surface Area	120m ² /g over	80m ² /g under	80~120m ² /g
Aromatic Adsorption Index	35 over	25 under	25~35
Alcohol Adsorption Index	25 under	35 over	25~35
Alcohol-ratio Adsorption Index	10 under	25 over	10~25
Specific Gravity	2.4 under	2.6 over	2.4~2.6
Bulk Specific Gravity	50g/100ml under	60g/ 100ml over	50~60g/100ml
Electron Microscope	Porous	Non-porous	Mixture
X-ray diffractometry	α -SiO ₂	Montmorillonite, α -SiO ₂	α -SiO ₂
Emission Spectrophotograph	Al, Mg, Ca, Fe trace	Al, Mg, Ca, Fe many	
Colours	Nearly White	Coloured	
pH	Weak acid	Weak alkali	
SO ₄ ²⁺	+	—	

4・7・2 試料作成方法

コロジオン分散法による。酢酸イソアミル希釈による0.5%コロジオン溶液約10mlに微量の粉末試料を入れ、高周波を用いて分散する。ただちに、みがいたスライドガラス上に流して分散膜を作り、乾燥したのち分散膜を水面に浮かす。別に用意した、150 B型シートメッシュを固定したスライドガラスに、分散膜をすくい上げ室温で乾燥したのち、シャドウイングとカーボン蒸着をして検体とする。

4・7・3 観察結果

観察の結果をPhoto. 2.に示す。この写真で明らかな様に、アルカリ処理では粘土の表面状態に何の変化もみられないが、酸処理が進むにつれて表面状態がいちぢるしく変化する。粘土の表面に細孔がいちぢるしく増加しているのが観察できる。比表面積測定において、硫酸の濃度が30%の場合値が低くなっているが、これとの関係は電子顕微鏡の観察では明らかでない。

5. 考 察

比表面積値測定による活性化の判定が最も良い事は言うまでもないが、ここにのべた方法のうち特に、電子顕微鏡、芳香族吸着指数、アルコール吸着指数によって天然のモンモリロナイトであるか、活性化処理をしたモンモリロナイトであるか判定が可能である。発光分光、X線回折、及び比重の測定結果はこれらの判定の重要な裏付けとなるものである。その一方、かさ比重については10%の酸処理ですでに大きく測定値が変化するので、これのみで判定するには問題がある。

これらの結果をまとめ、天然のモンモリロナイトが活性化処理をしたモンモリロナイトであるかの判定基準をTable.13.に示す。

比表面積値、芳香族吸着指数、及びアルコール吸着指数の、はるかにはなれた測定値のものであれば問題はないが、接近したものについては、電子顕微鏡、X線回折、発光分光などによる総合的判定が必要であろう。

Photo. 1. With Optical microscope. X150

Sample A

1. Non-activated Clay.



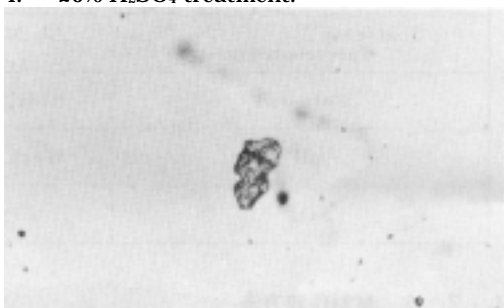
2. 5% NaOH treatment.



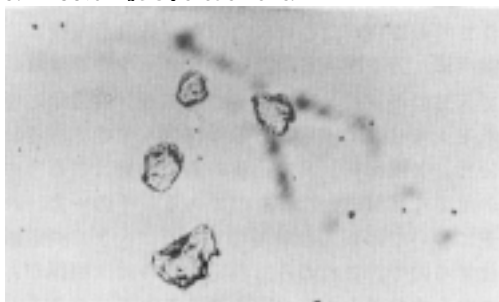
3. 15% H₂SO₄ treatment.



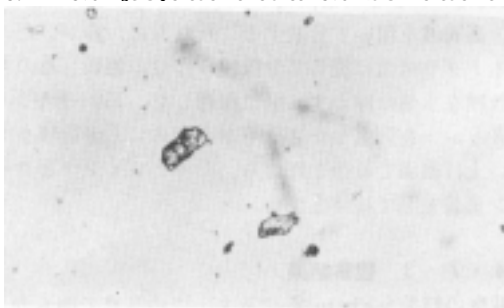
4. 20% H₂SO₄ treatment.



5. 30% H₂SO₄ treatment.

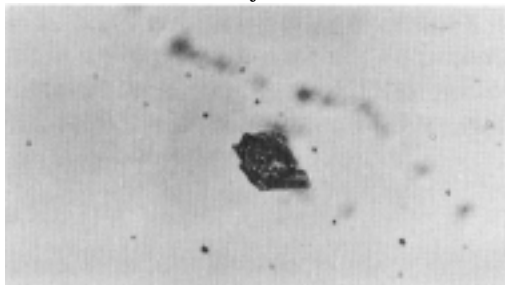


6. 25% H₂SO₄ treatment after 5% NaOH treatment.

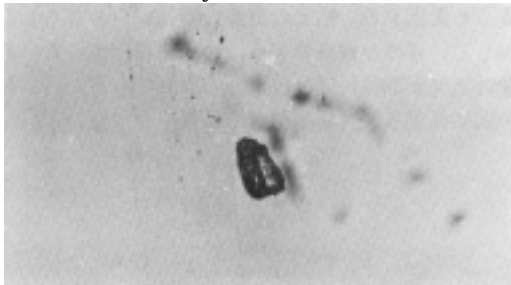


Sample B

7. Non-activated Clay



8. Activated Clay



Sample C

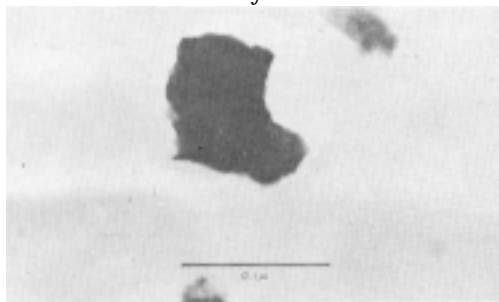
9. Non-activated Clay



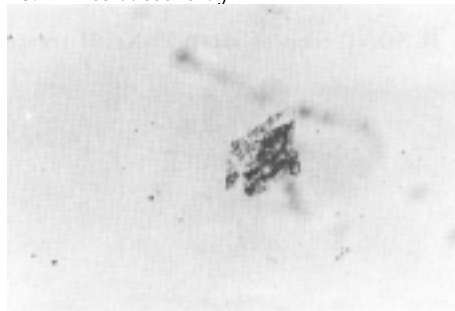
Photo. 2. With Electron microscope. X 10,000

Sample A

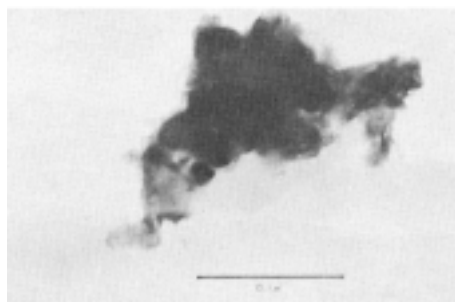
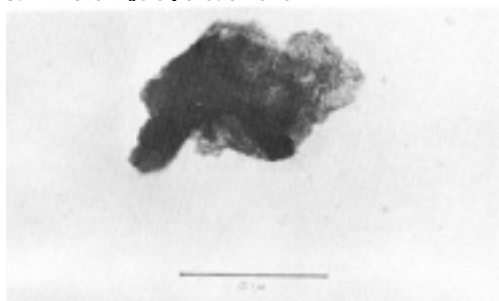
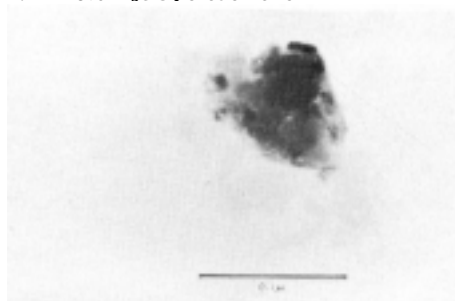
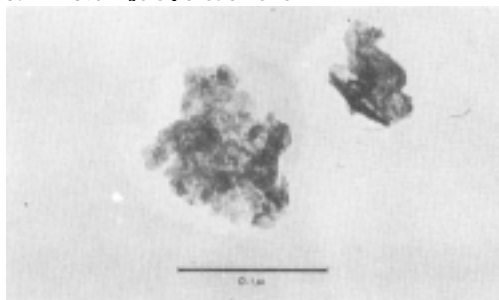
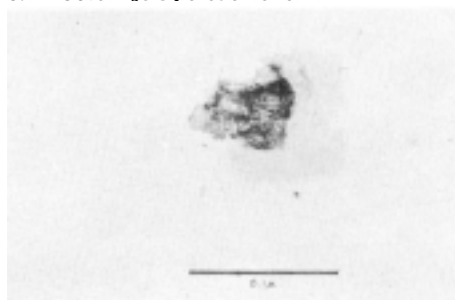
1. Non-activated Clay

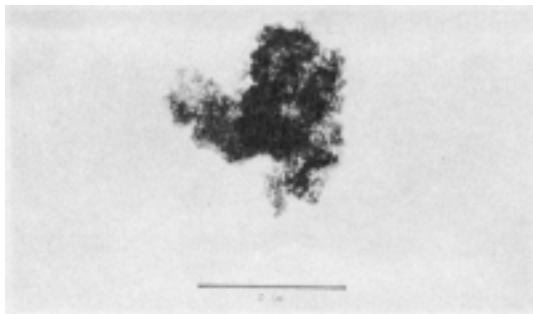
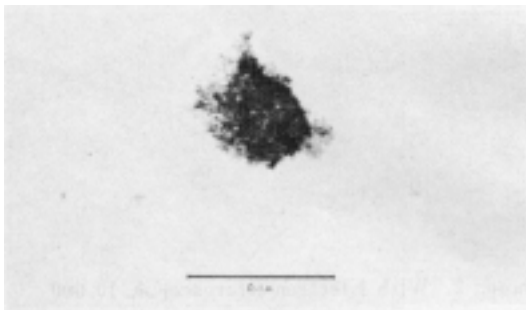
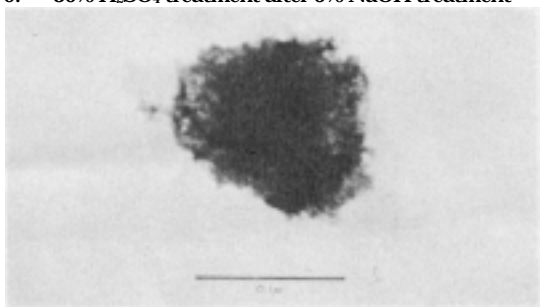


10. Activated Clay

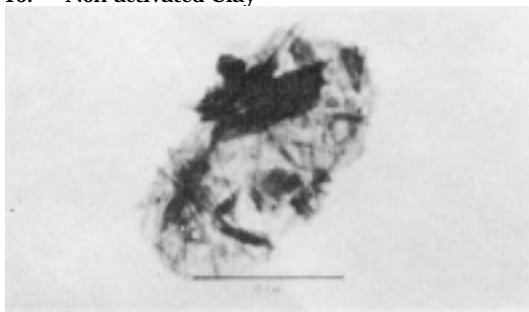


2. 5% NaOH treatment

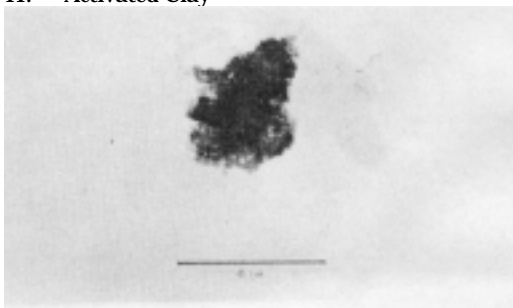
3. 15% H₂SO₄ treatment4. 20% H₂SO₄ treatment5. 25% H₂SO₄ treatment6. 30% H₂SO₄ treatment

7. 20% H_2SO_4 treatment after 5% NaOH treatment8. 25% H_2SO_4 treatment after 5% NaOH treatment9. 30% H_2SO_4 treatment after 5% NaOH treatment**Sample B**

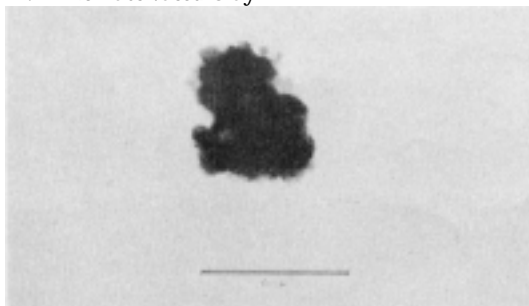
10. Non-activated Clay



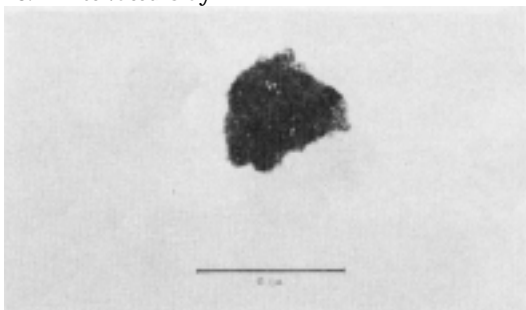
11. Activated Clay

**Sample C**

12. Non-activated Clay



13. Activated Clay



文 献

- 1) 武藤五生；関税中央分析所所報第 8 号，P81.
(1969).
- 2) 井上昭朗；関税中央分析所所報第 2 号，P37.
(1966).
- 3) 水谷，阪口；工業化学雑誌第 59 巻第 12 号，P1399.
(1956).
- 4) 技報堂；粘土ハンドブック

Identification of Activated Clays(1)**Activation Tests of Montmorillonite**

Itsuo MUTO

The Central Customs Laboratory

531，Iwase MATUDO，Chiba Pref.

Received Apr.10，1970