

天然の単結晶を原料とした ディオプサイド細粒多結晶体の焼結

坪川祐美子・石川正弘
横浜国立大学大学院 環境情報

Sintering of fine-grained polycrystalline diopside

Yumiko Tsubokawa · Masahiro Ishikawa
Yokohama National University

This paper investigates a method for preparing the fine-grained polycrystalline diopside via sintering the diopside nanopowder. Two types of diopside single crystals (①:Ca₁Mg_{0.97}Fe_{0.03}Si₂O₆, ②:Ca_{0.97}Na_{0.02}Mg_{0.86}Fe_{0.13}Si₂O₆) were crushed and milled with two different milling media (hardened steel balls or zirconia beads). The powders were pressed into cylindrical shape under a uni-axial pressure of 10 Mpa for 1 minutes or 2.0 MPa for 10 minutes. The pellets were then sintered at 1130 - 1280 °C for 2h and 6h. As a result, the X-ray diffraction analysis results from sintered samples show that diopside phase in all the samples. Grain size increased and the porosity decreased with increasing sintering temperature or sintering time.

鉱物の粒径は岩石の流動特性に影響を及ぼす重要なパラメータの一つであり、地球内部現象を再現するために、実験室では粒径 1 μm 以下の粒子で構成される細粒緻密な鉱物多結晶体が合成されている(e.g. Koizumi et al., 2010). 本研究では地殻下部の主要構成鉱物の一つである単斜輝石に着目し、鉱物化学組成の異なる 2 種類の天然のディオプサイド単結晶 (ディオプサイド①: Ca_{0.99}Na_{0.01}Mg_{0.97}Fe_{0.03}Si₂O₆, デイオプサイド②: Ca_{0.97}Na_{0.02}Mg_{0.86}Fe_{0.13}Si₂O₆) を出発物質として、鉱物化学組成の違いが及ぼす粒成長過程の差を検討することを目的とした焼結実験を行った。2 種類の実験試料はまず鉄乳鉢とメノウ乳鉢を用いて粉砕を行った後、ジルコニア製ビーズミルによる粉砕を行った。得られた粉末は圧力 2MPa で一軸成型し、1180-1280°C、常圧にて 2-6 時間の焼成した。またこれらとは別に、ディオプサイド①については、鉄乳鉢とメノウ乳鉢による粉砕後、硬化鋼製ボールミルを用いた粉砕と沈降法による回収を行い、得られた粉末を圧力 10MPa で一軸成形し 1250°C で 2 時間焼成した。得られた各焼結体は、表面組織観察を走査型電子顕微鏡(SEM)で行い、焼結体の同定には X 線回折分析(XRD)、ラマン分光分析およびエネルギー分散型 X 線分析(EDS)による元素マッピングを行った。

得られた焼結体は、粉末をビーズミル粉砕した場合、ボールミル粉砕後に沈降法を行うよりも緻密化する(Fig.1A,B)。またどちらのディオプサイド単結晶を用いた場合も、より高温または長時間の焼成を行うことで、粒成長・緻密化は進行した。焼結体の表面は、ディオプサイド①を原料として用いた場合、球状で比較的揃った結晶粒により構成される(Fig.1A,B)。一方、ディオプサイド②を用いた焼結体の表面は、成長した大きな結晶粒と周りの小さな結晶粒が共存する組織を示し、粒子は多角形で粒界は直線状をなしていることが多い(Fig.1C)。焼結体の XRD 分析の結果は、全ての焼結体についてディオプサイドの回折ピークが認められた。また、ディオプサイド①を原料として用いてビーズミル粉砕を行った場合のみ、得られた焼結体からはディオプサイドに加えオケルマナイト(Ca₂MgSi₂O₇)が同定され、これは焼成の過程で生成されたと考えられる。

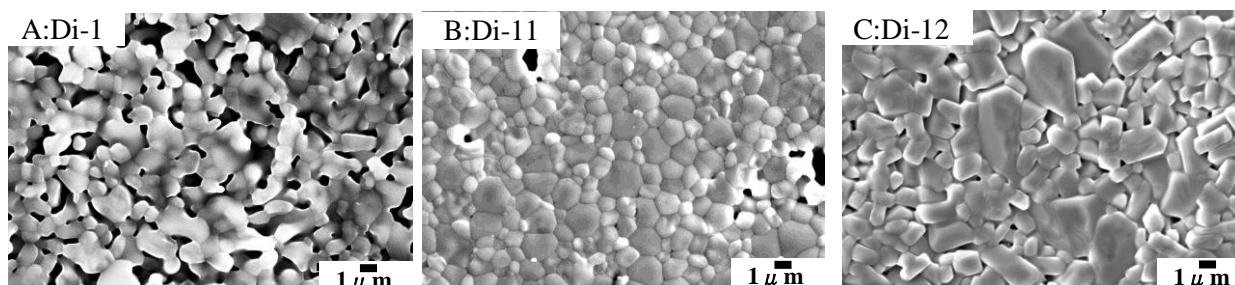


Figure 1. SEM images of the fine-grained polycrystalline diopside sintered at 1,250°C for 2h. A Di-1, B Di-11, C Di-12.

References

Koizumi, S., Hiraga, T., Tachibana, C., Tasaka, M., Miyazaki, T., Kobayashi, T., Takamasa, A., Ohashi, N. and Sano, S., 2010. Synthesis of highly dense and fine-grained aggregates of mantle composites by vacuum sintering of nano-sized mineral powders. *Phy Chem Minerals*, vol.37, p505-518.