

## Introduction

## ・リン酸塩インバートガラス (PIG)

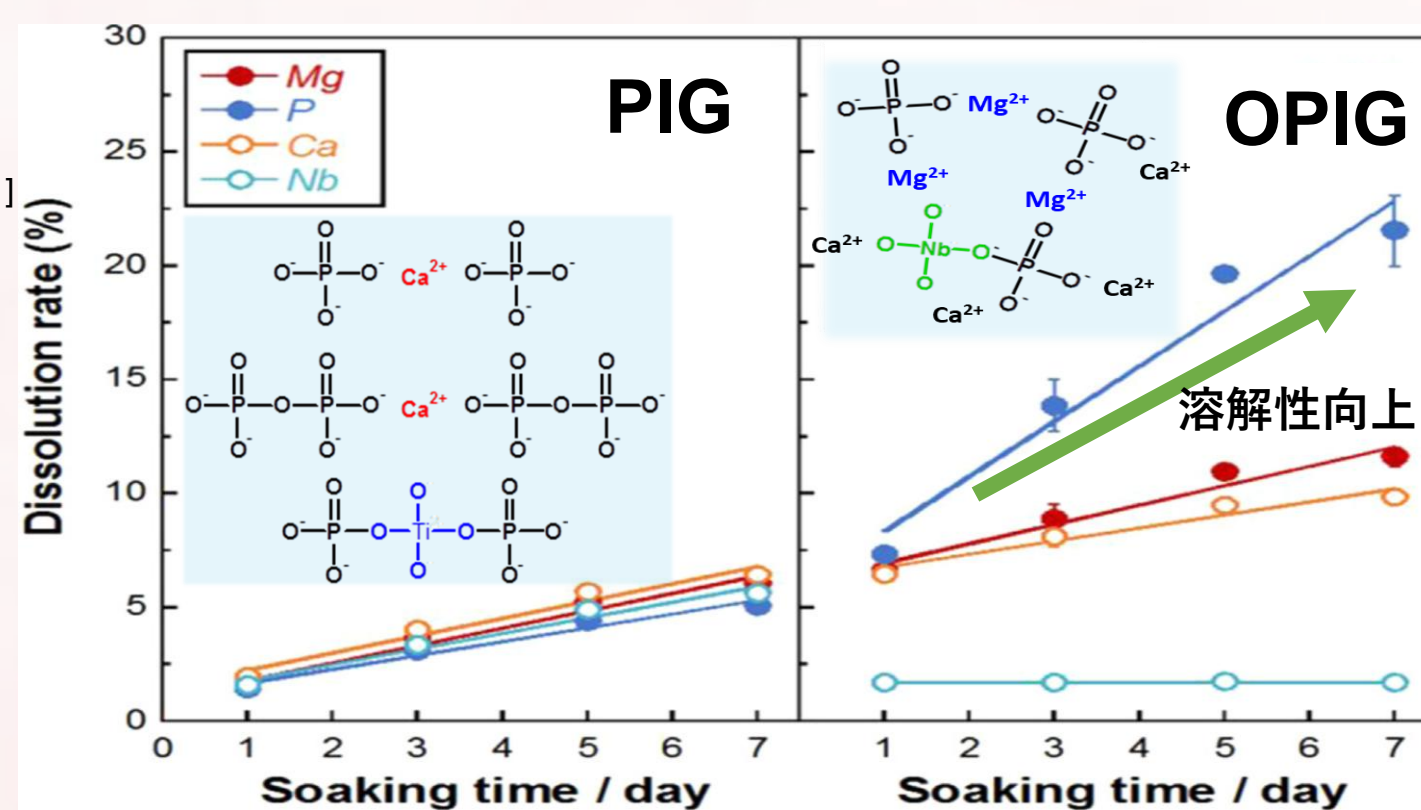
 $[60\text{CaO} \cdot 30\text{P}_2\text{O}_5 \cdot (10-a)\text{Na}_2\text{O} \cdot a\text{TiO}_2]$  [T.Kasuga, J. Non-Cryst. Solids, 1999]

- ・オルトリン酸塩・ピロリン酸塩から構成  
→ 網目形成酸化物 < 網目修飾酸化物

- ・中間酸化物  
→ ガラス形成能の向上

## ・オルトリン酸塩インバートガラス (OPIG)

- ・オルトリン酸塩のみで構成



## ・ビーズミル処理

- ・公転と自転の遠心力  
→ 高エネルギー付加

- ・高い粉碎エネルギー

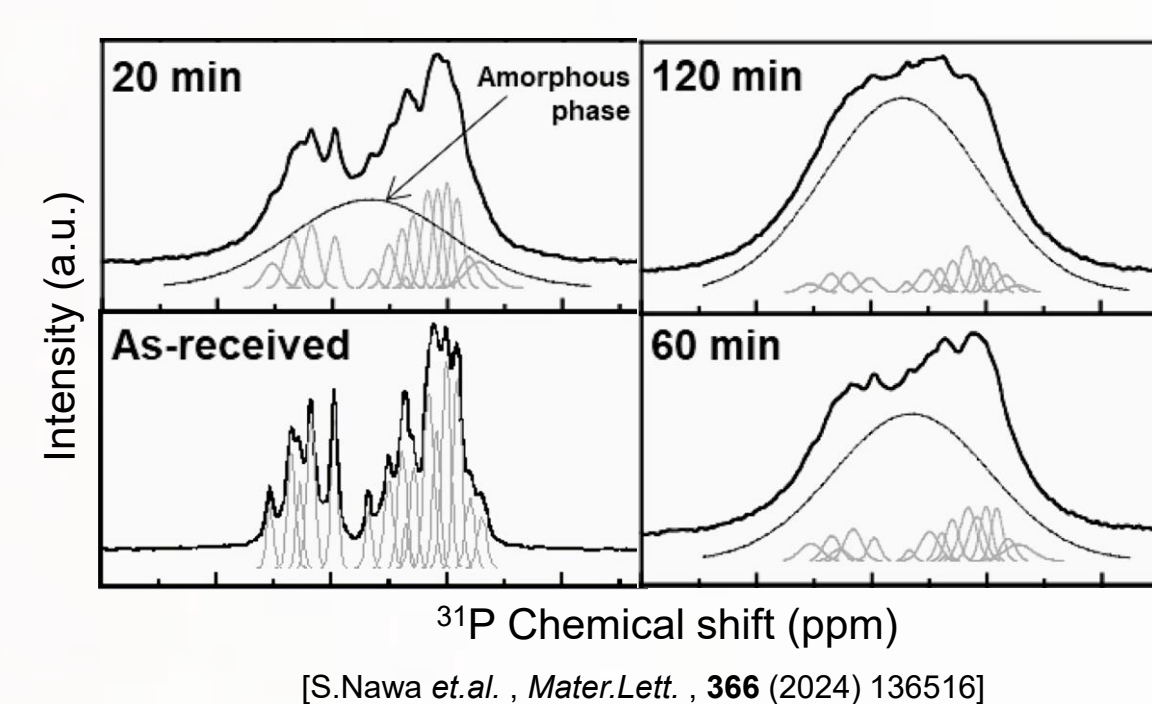
- 材料の非晶質化  
≫ 原料:  $\beta$ -リン酸三カルシウム ( $\beta$ -TCP)

・ $\beta$ -TCPのアモルファス化

- ・ $\beta$ -TCPの湿式粉碎  
→ アモルファス化

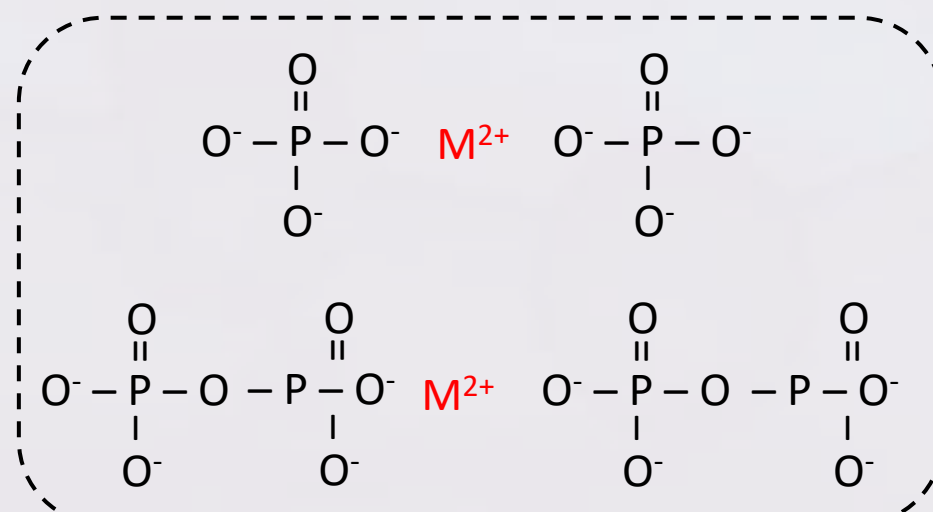
- ・処理時間の増加に伴い  
アモルファス相が増加

- ・結晶由来の16ピークと  
アモルファス相に分離



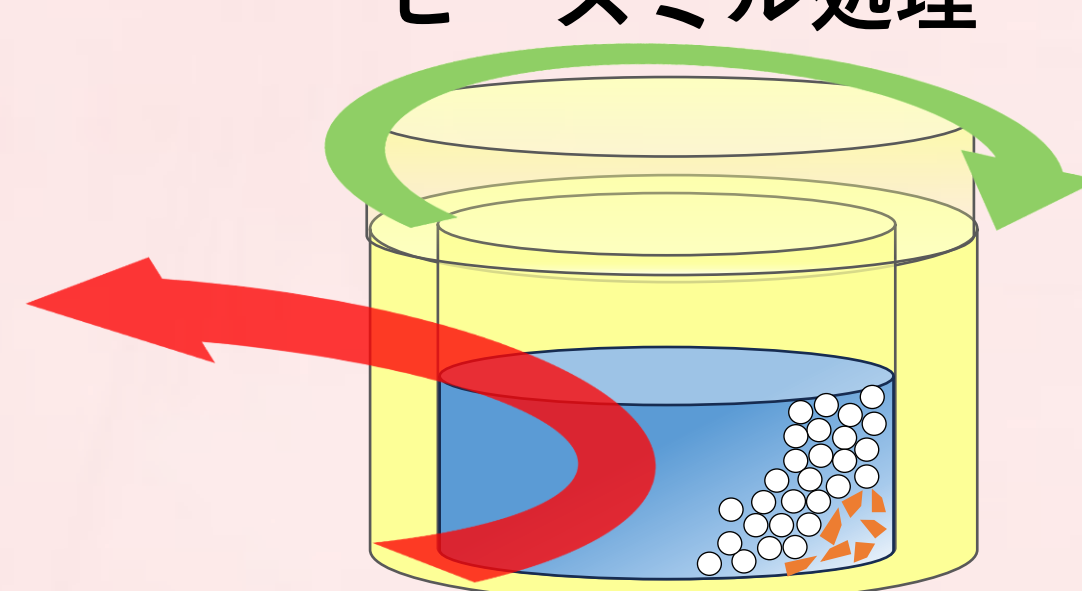
## Strategy

## 従来 (溶融法)



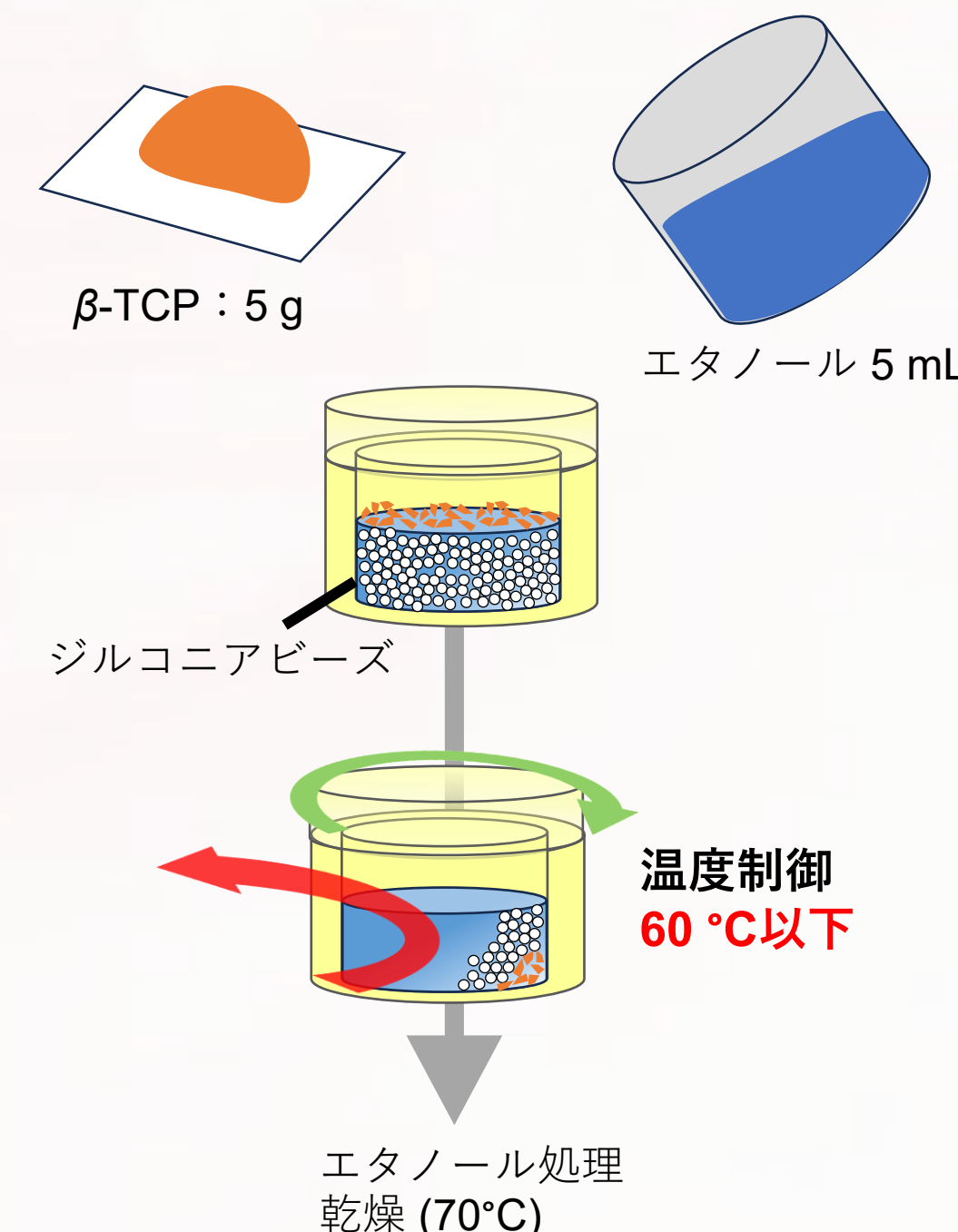
## ・中間酸化物の活用

- ・ガラス形成能向上させガラスを作製可能に
- ・ガラスの化学的耐久性が向上 (溶解性が低下)

本研究  
ビーズミル処理

- ・原料:  $\beta$ -TCP
- ・カルシウムとリンのみから構成
- ・中間酸化物フリー
- ・更なる溶解性の向上

## Experimental



処理時間 (x) / min	SPL名 (78G-x)
5	78G-5
20	78G-20
60	78G-60
120	78G-120
720	78G-720

## 評価方法

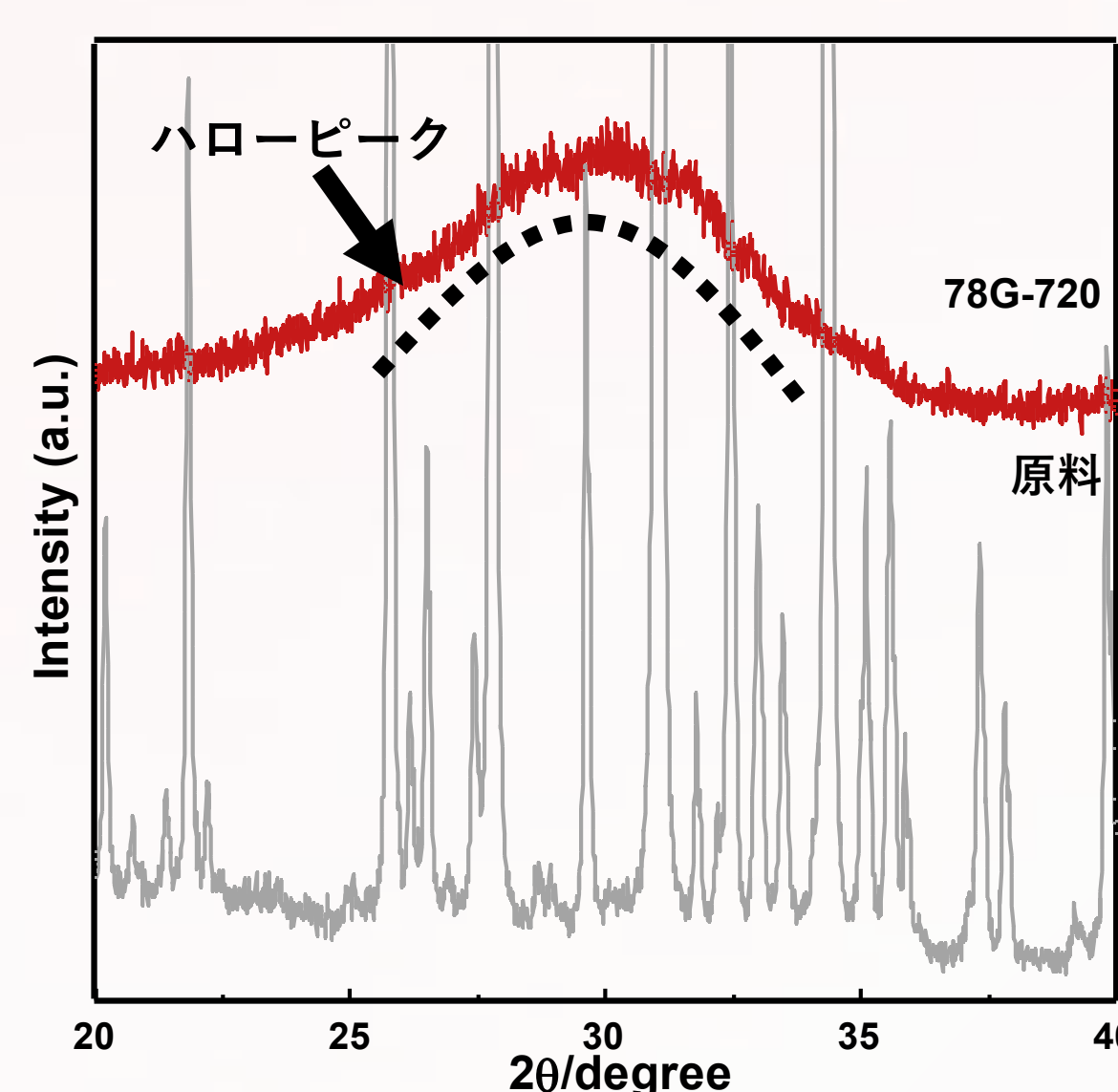
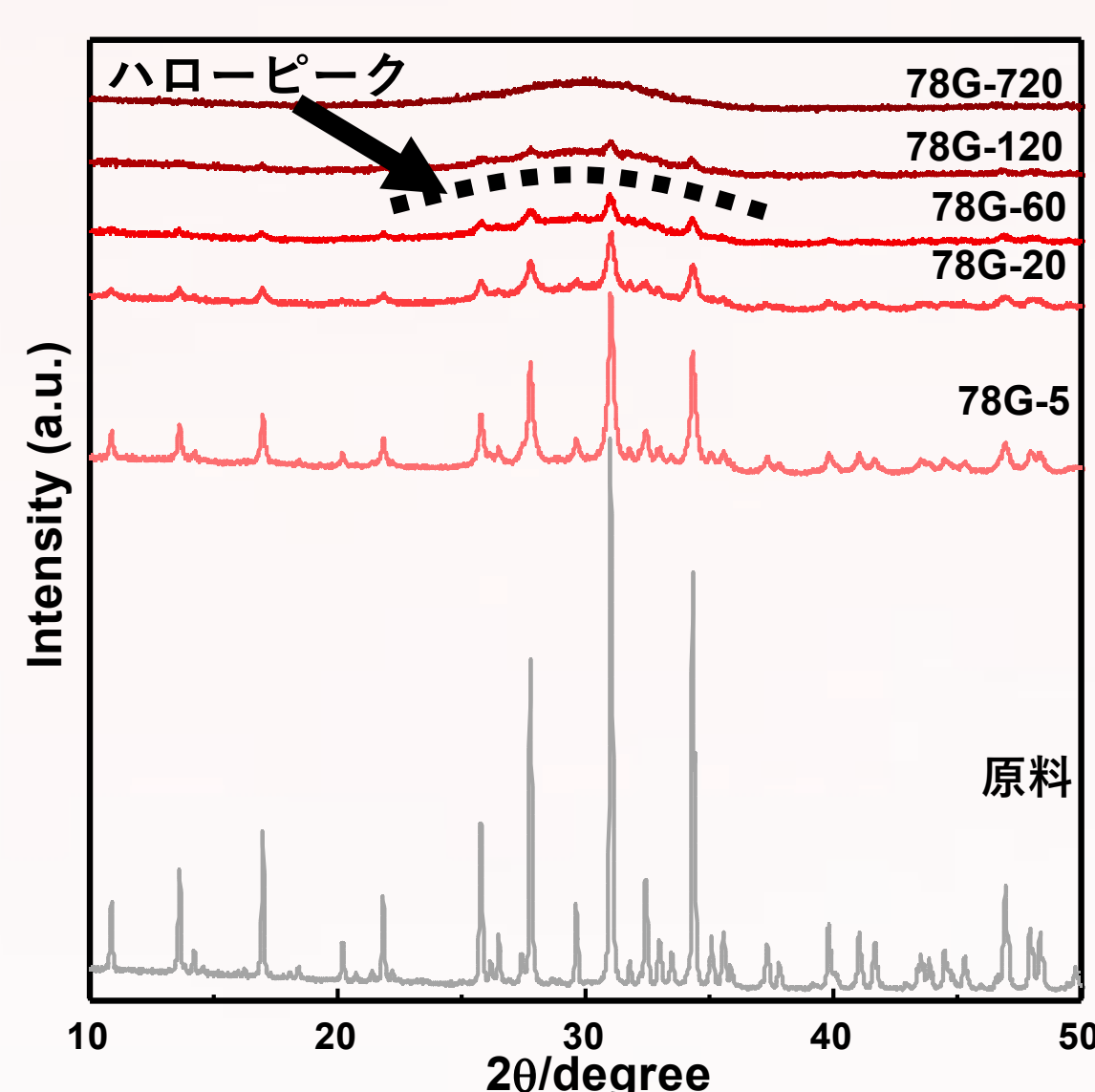
- ・組成, 溶解性 (ICP)
- ・構造評価 (XRD,  $^{31}\text{P}$  MAS-NMR, Raman)

## Purpose

ビーズミル処理によるOPIGの作製およびガラス化メカニズム解明

## Result &amp; Discussion

## XRD



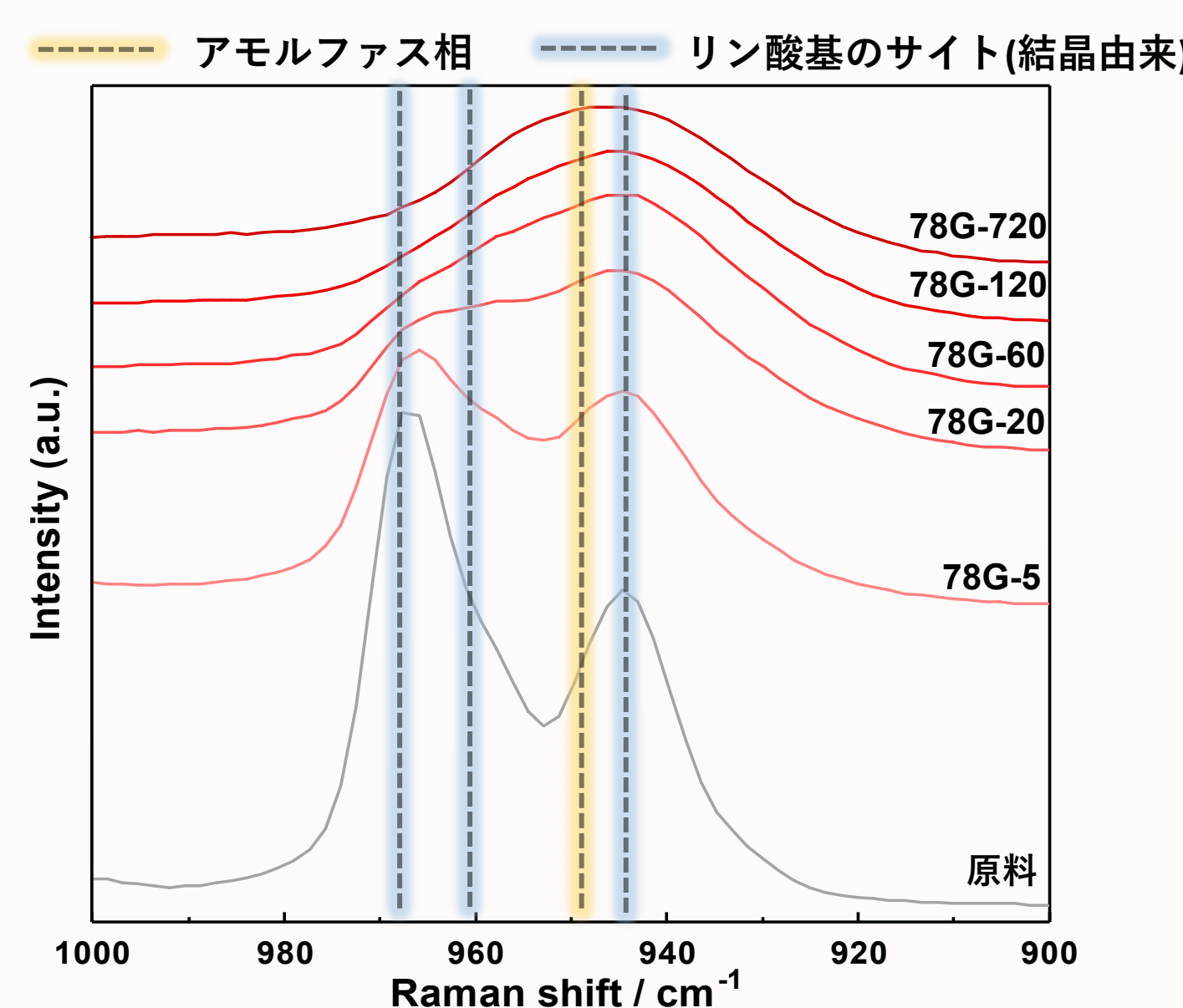
## XRD

- ・処理時間の増加に伴い結晶由来のピーク減少  
→ 78G-720にて結晶由来のピーク 無
- ・78G-xにおいてハローピークを確認  
→ 処理時間の増加に伴い増加

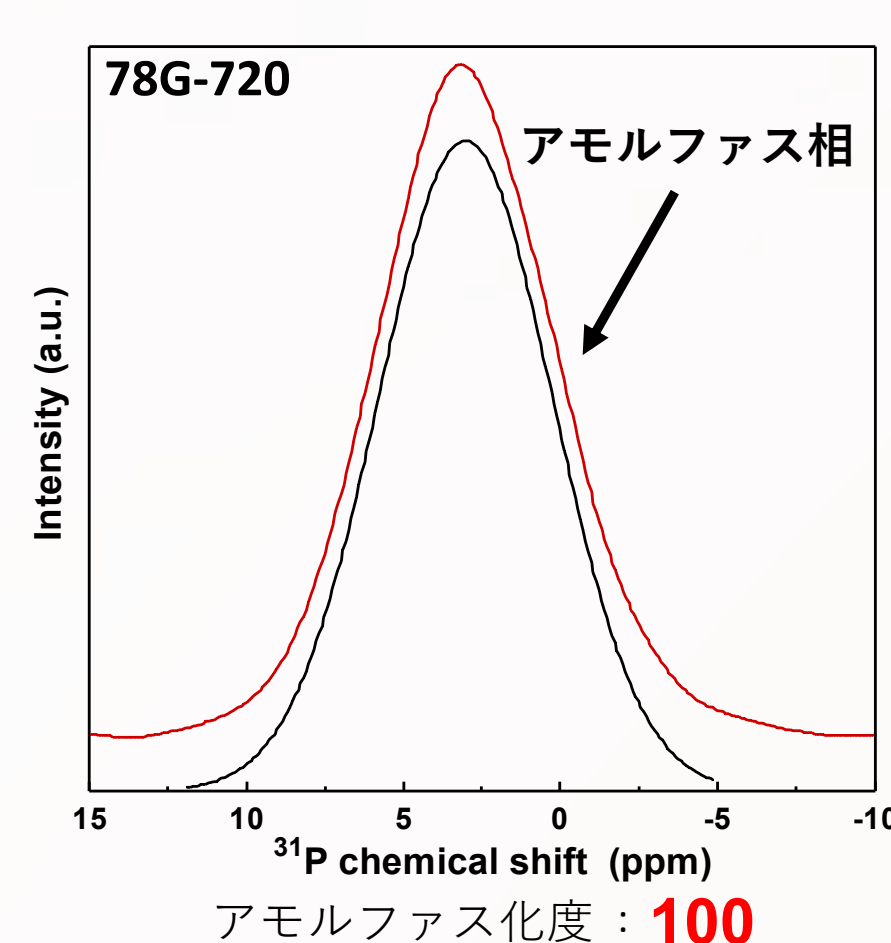
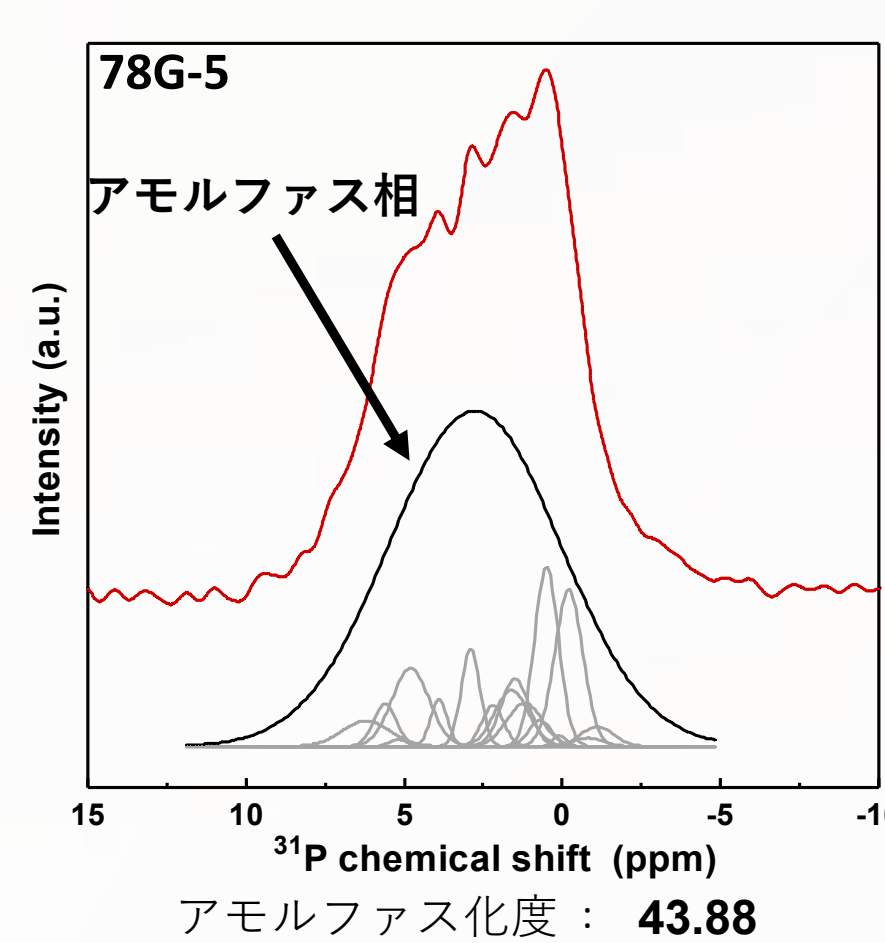
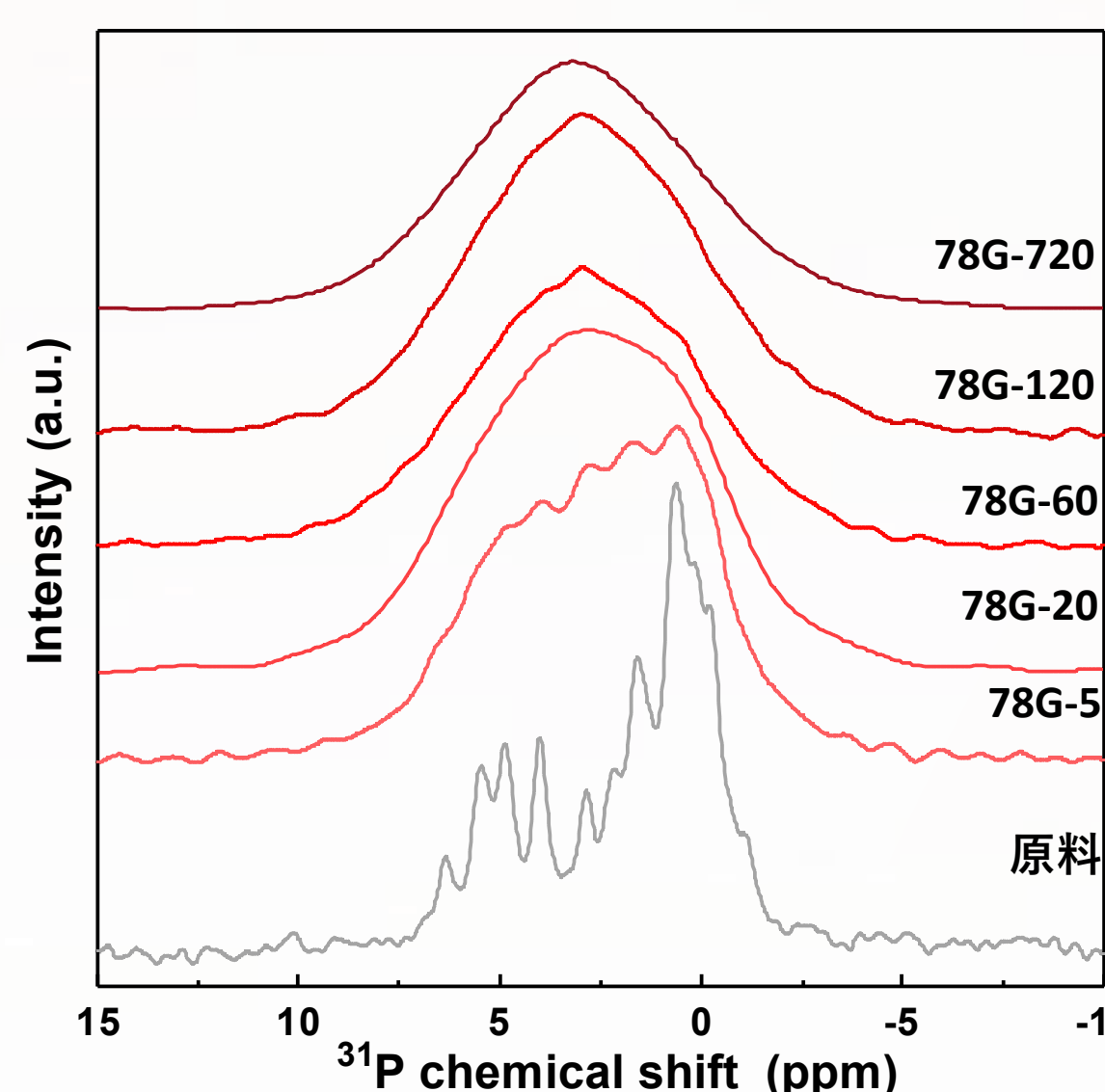
## Raman

- ・処理時間の増加に伴い結晶由来のピーク減少
- ・78G-xにおいてアモルファス相を確認  
→ 処理時間の増加に伴い増加

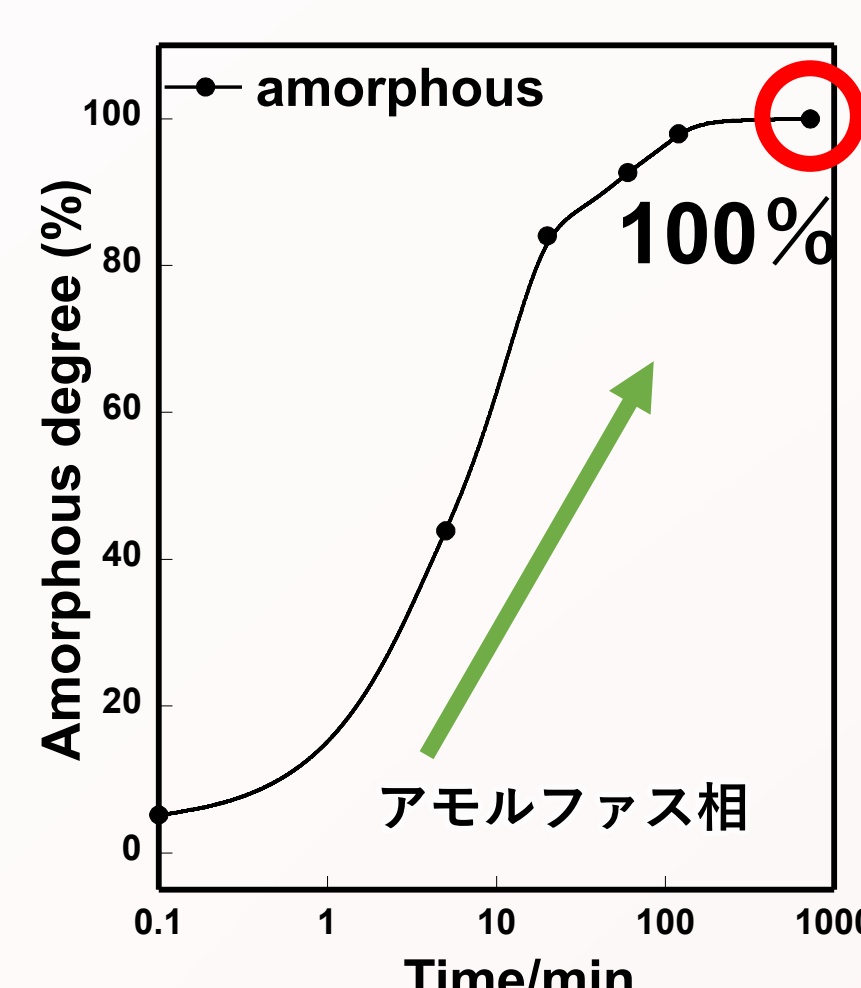
## Raman



## NMR



## NMR



$$\text{アモルファス化度 (\%)} = \frac{\text{アモルファス相由来のピーク面積}}{\text{全ピークの面積}} \times 100$$

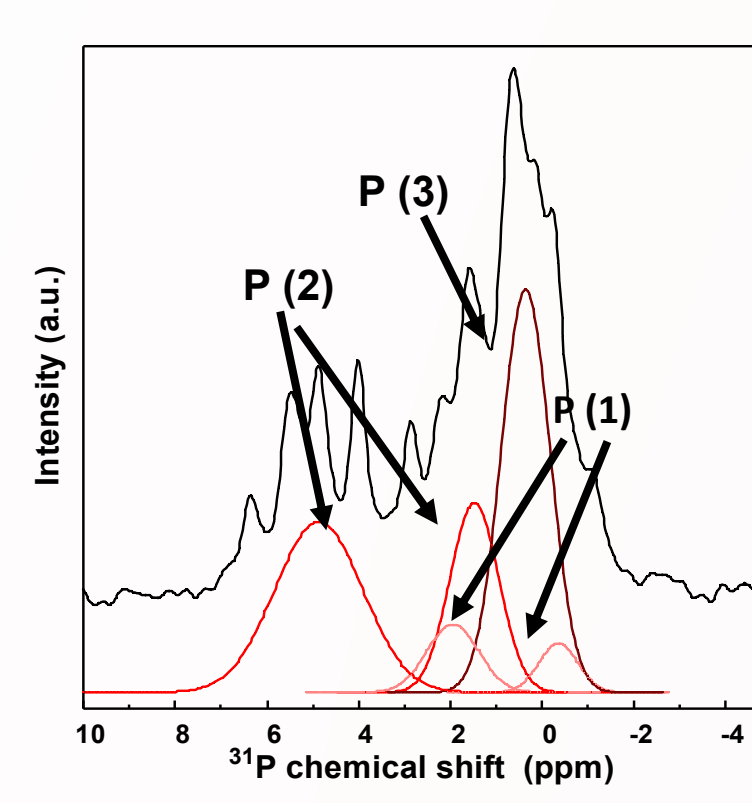
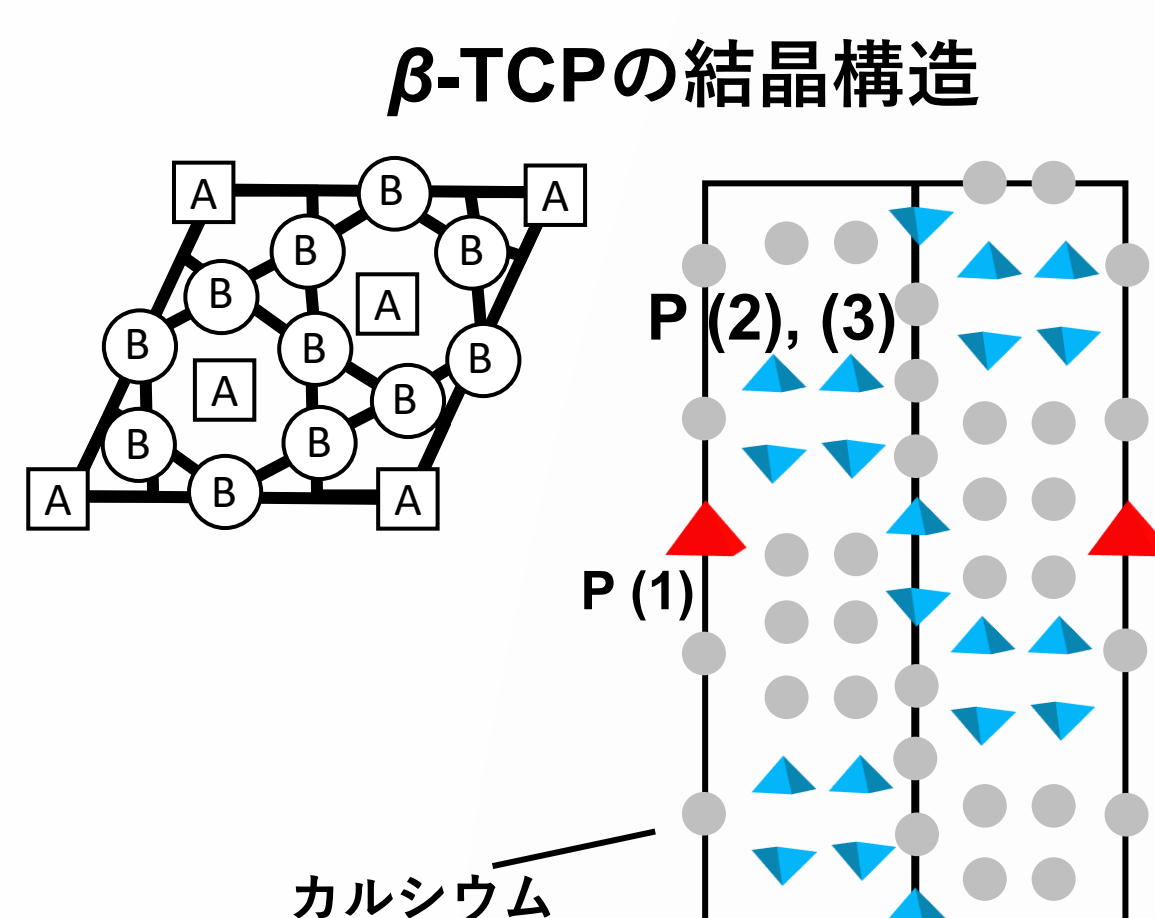
- ・処理時間の増加に伴いアモルファス化度の増加

## 78G-720

→ アモルファス化度: 100%

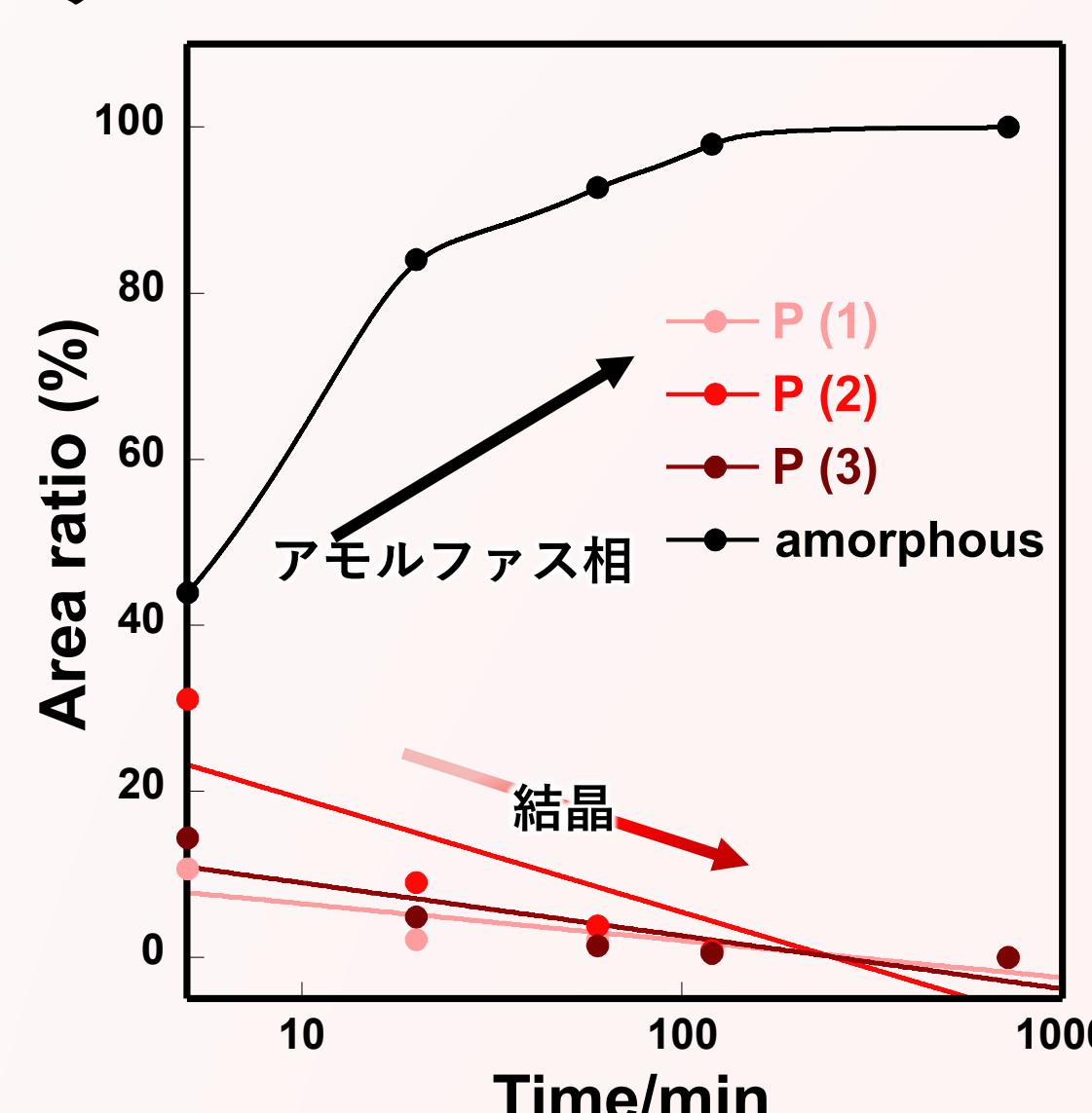
→ 組成 CaO: 74.6 mol%, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>: 25.4 mol%溶融法では作製困難な組成の  
オルトリン酸塩インバートガラス作製に成功

## NMR ~結晶由来のピーク~



結晶由来の16ピークをリン酸基ごとに分離

- P (1): リン酸基が単独で存在
- P (2, 3): リン酸基が向かい合って存在



結晶由来のピーク減少率

P (1) &lt; P (2), P (3)

≫ P (2), P (3) の間が破壊

## Conclusion

- ・ビーズミル処理によるOPIGの作製に成功

- ・P (2, 3)の間が破壊 → アモルファス化が進行