

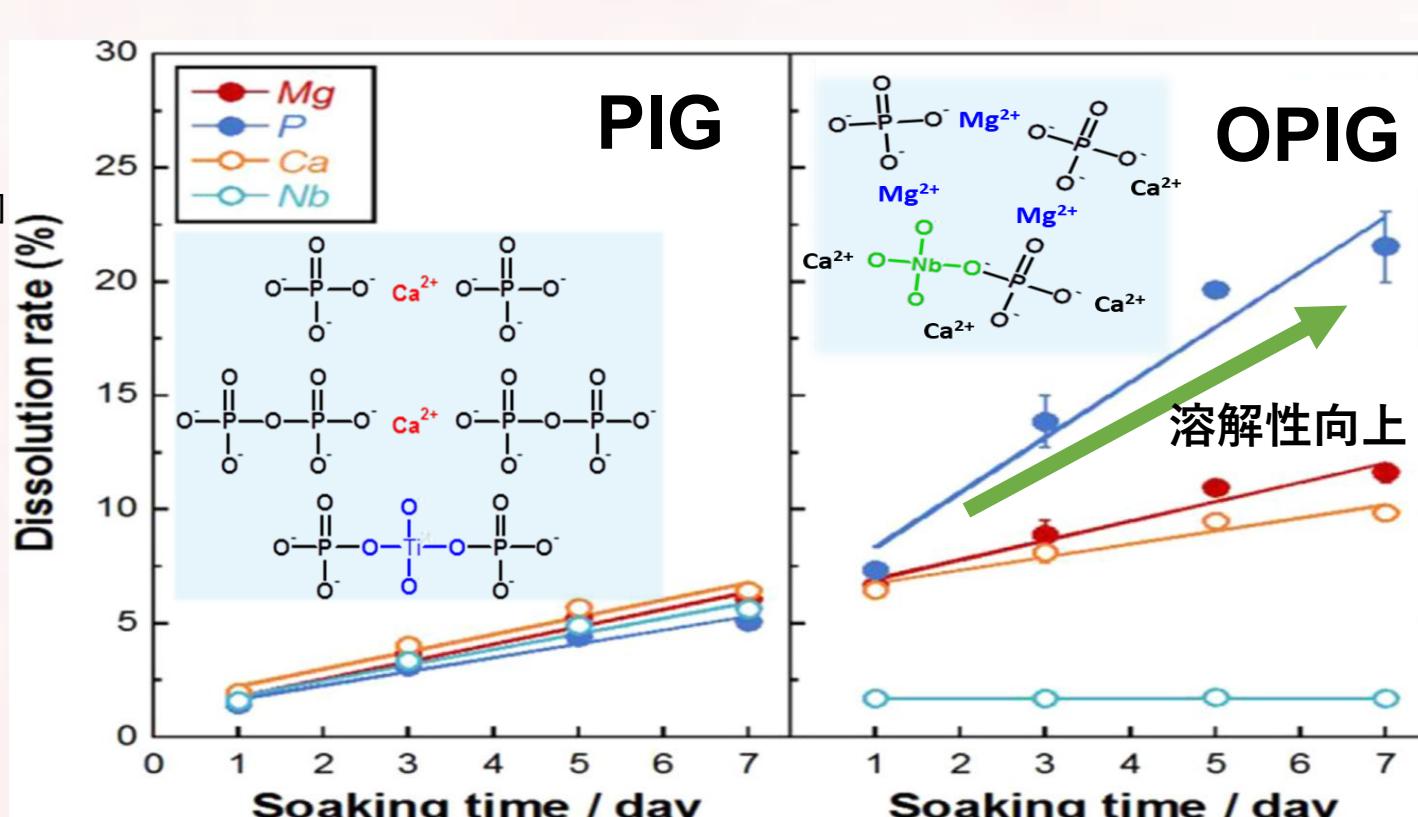
Introduction

・リン酸塩インバートガラス (PIG)

[60CaO · 30P₂O₅ · (10-a)Na₂O · aTiO₂] (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



溶解性

OPIG > PIG

・β-TCPのアモルファス化

・β-TCPの湿式粉碎

→アモルファス化

・処理時間の増加に伴い

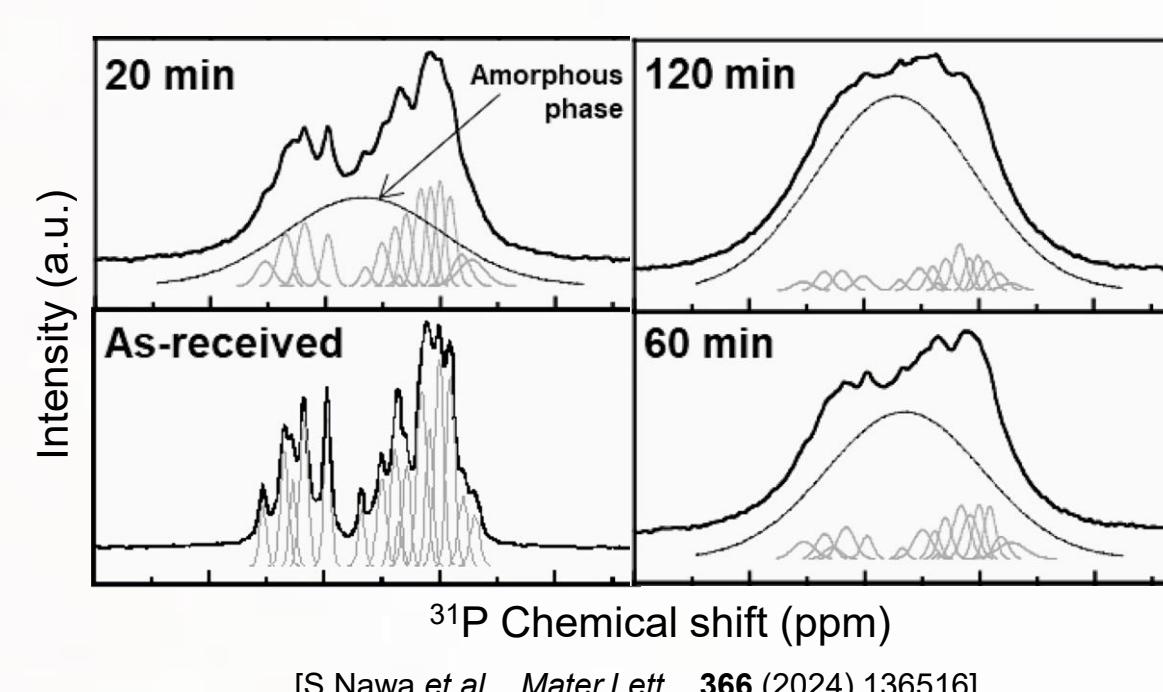
アモルファス相が増加

・高い粉碎エネルギー

→材料の非晶質化

※原料: β-リン酸三カルシウム

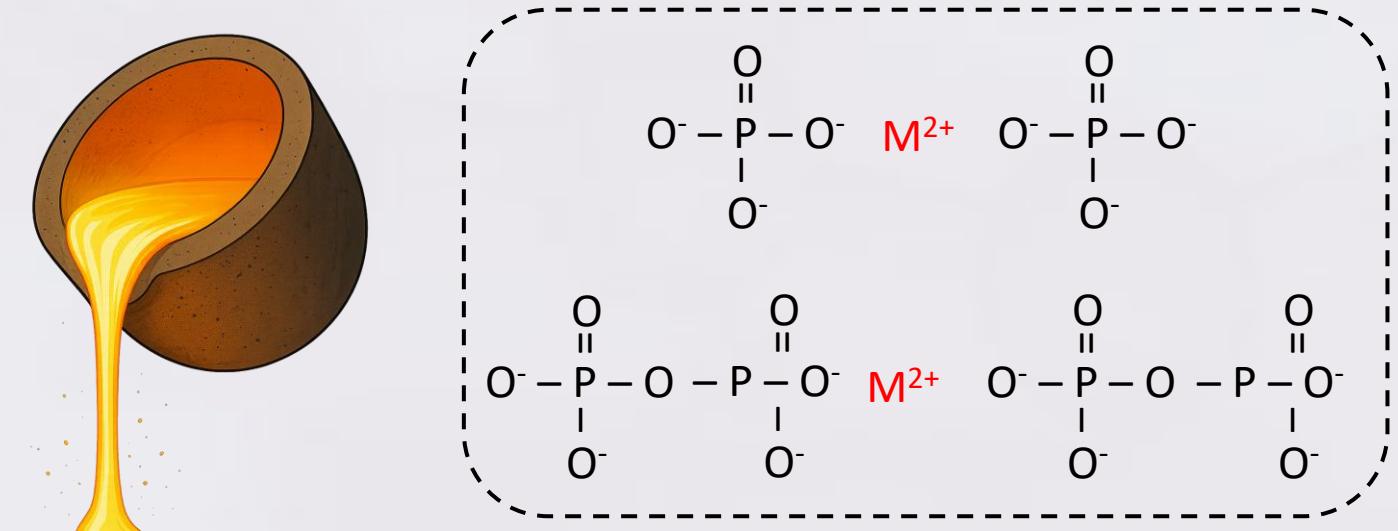
(β-TCP)



[S.Nawa et.al., Mater.Lett., 366 (2024) 136516]

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)

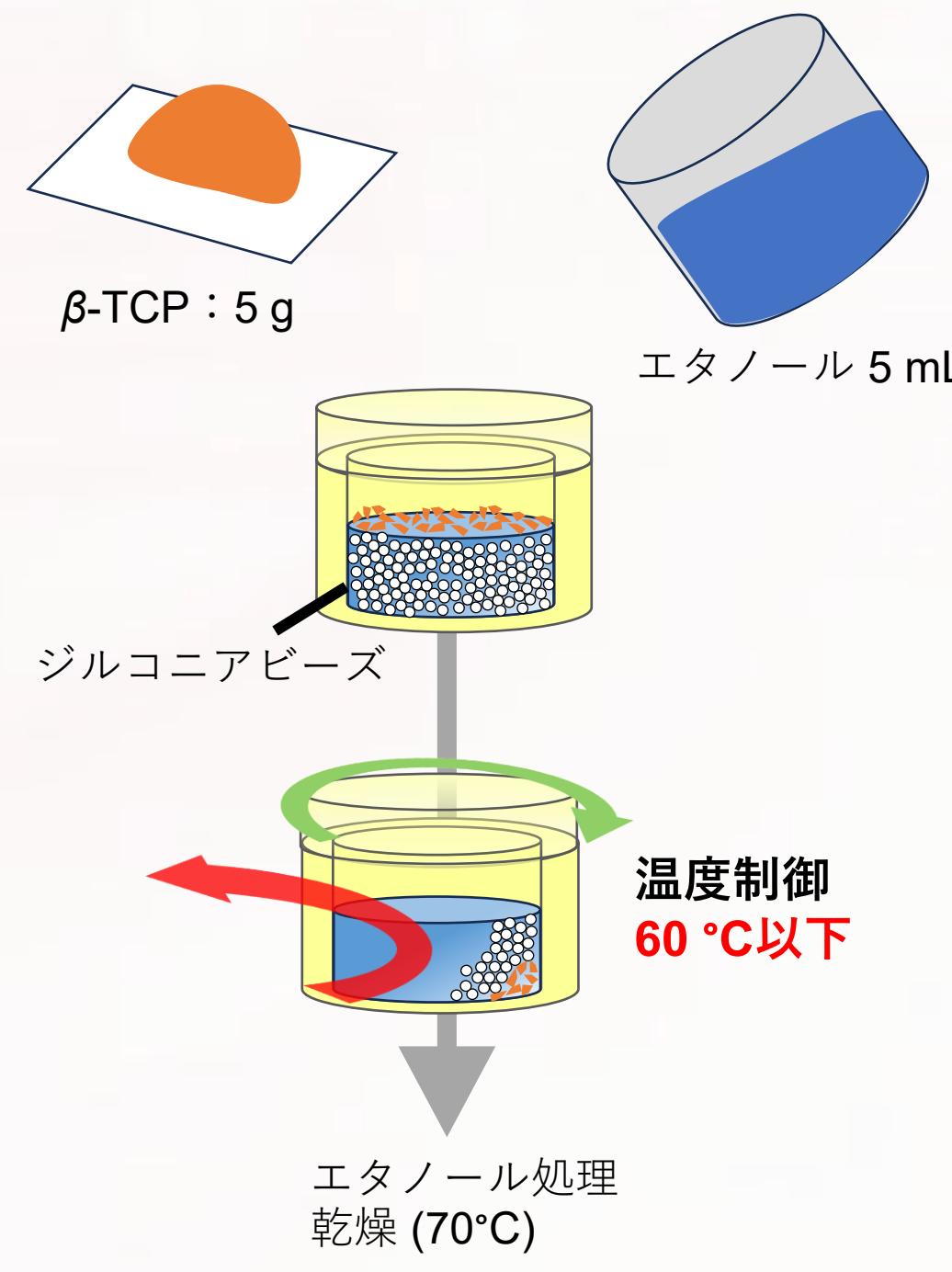
Purpose

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

本研究
ビーズミル処理

- ・原料: β-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

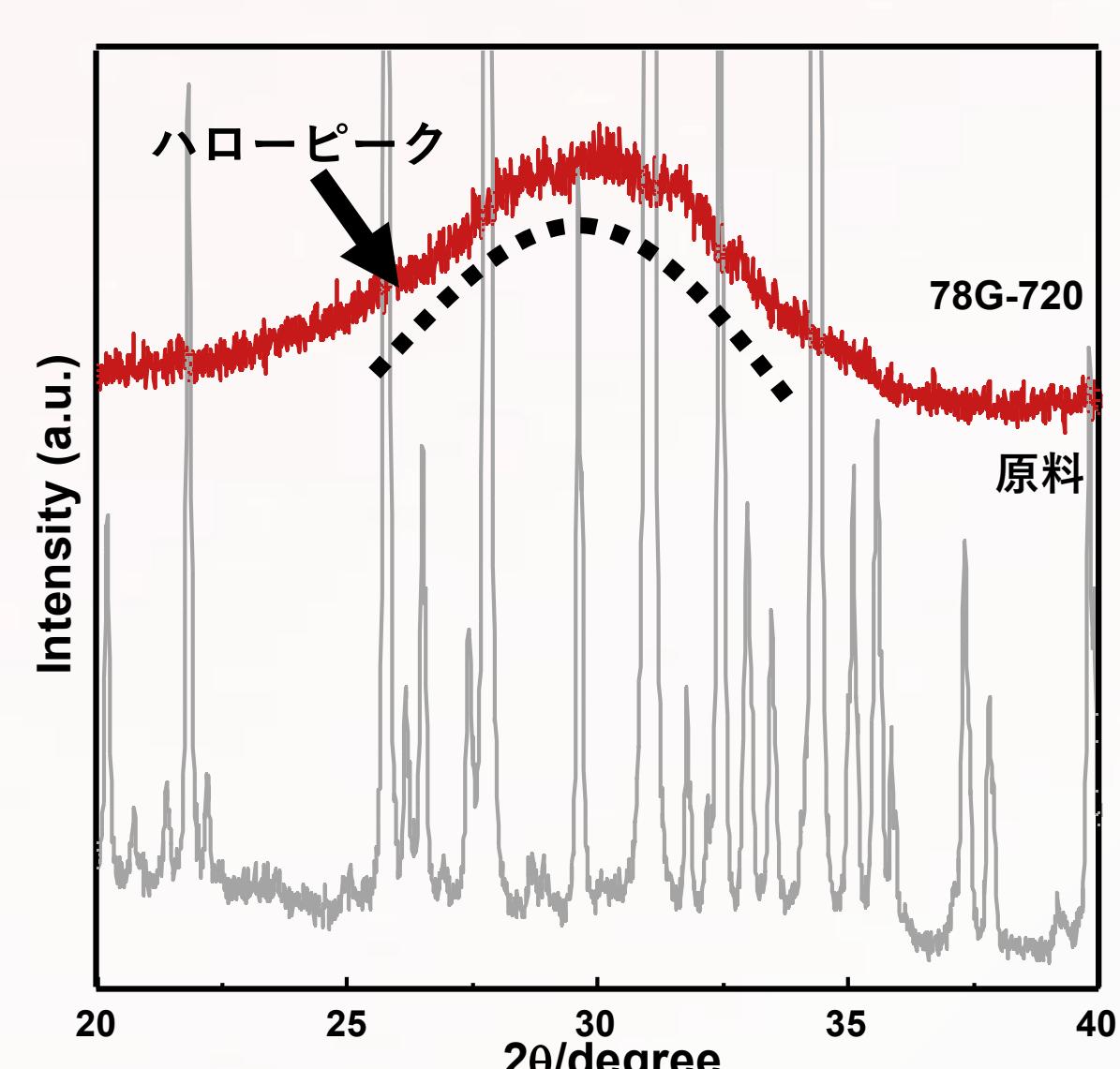
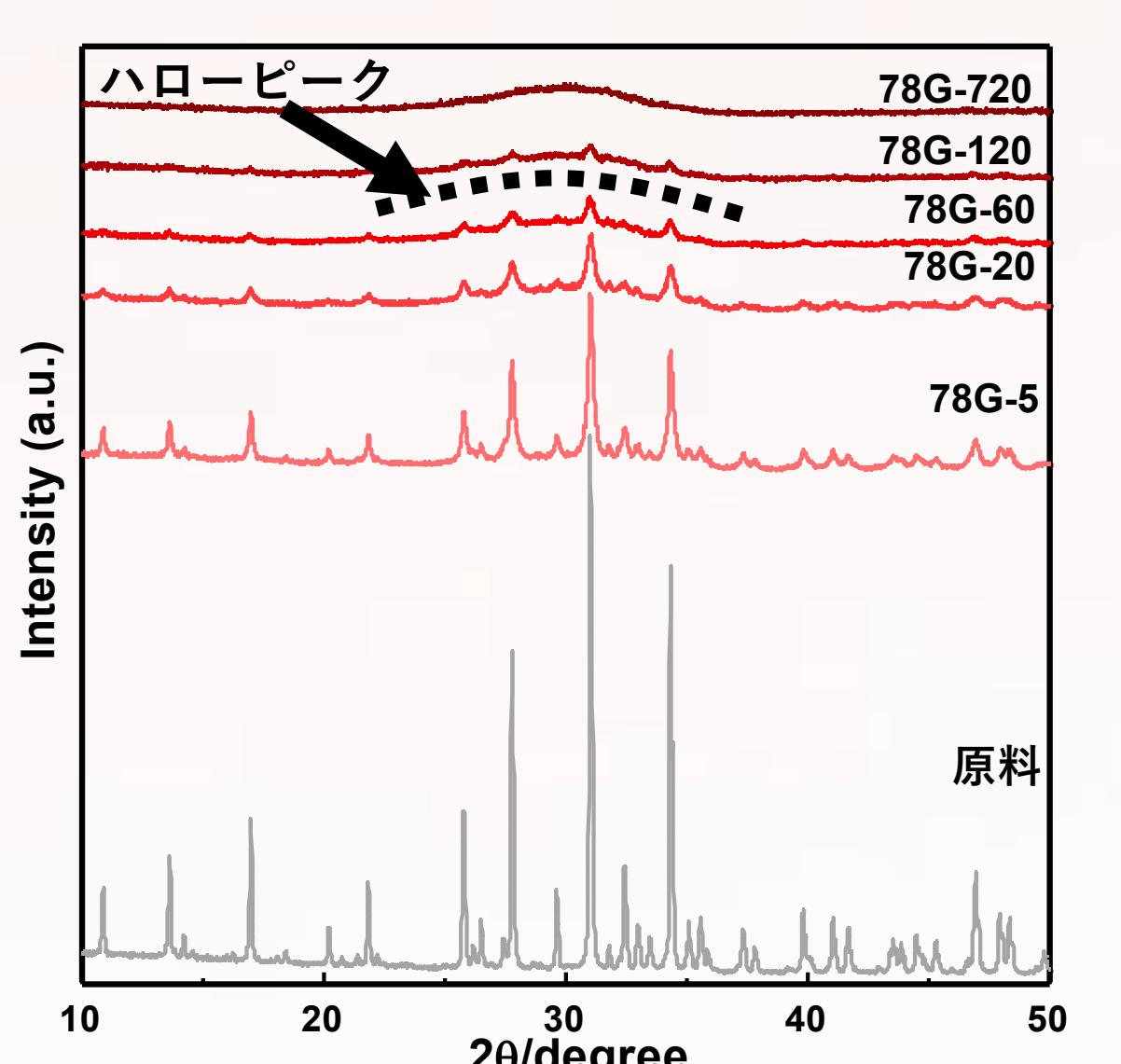
評価方法

・組成, 溶解性 (ICP)

・構造評価 (XRD, ³¹P MAS-NMR, Raman)

Result & Discussion

XRD



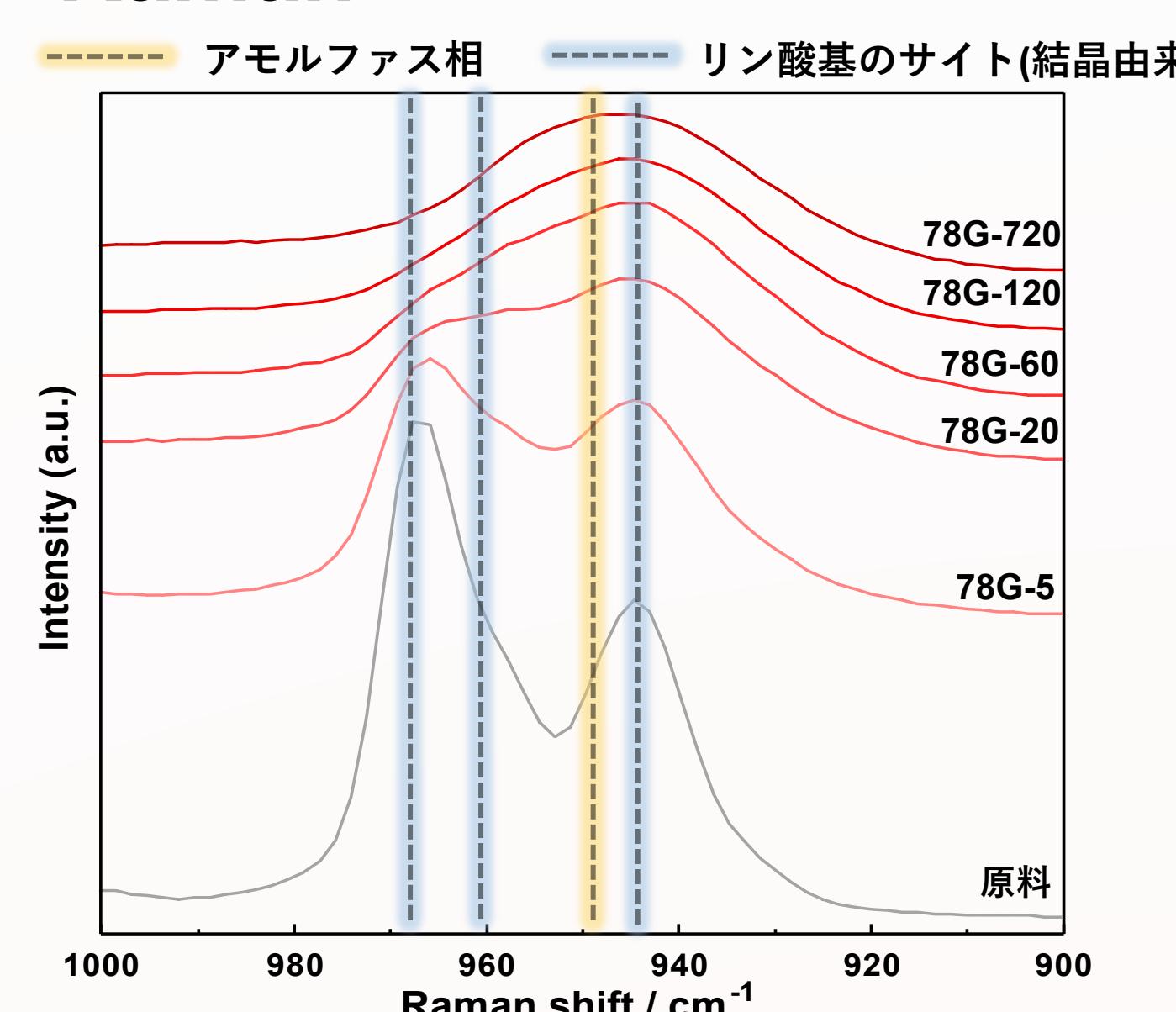
XRD

- ・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

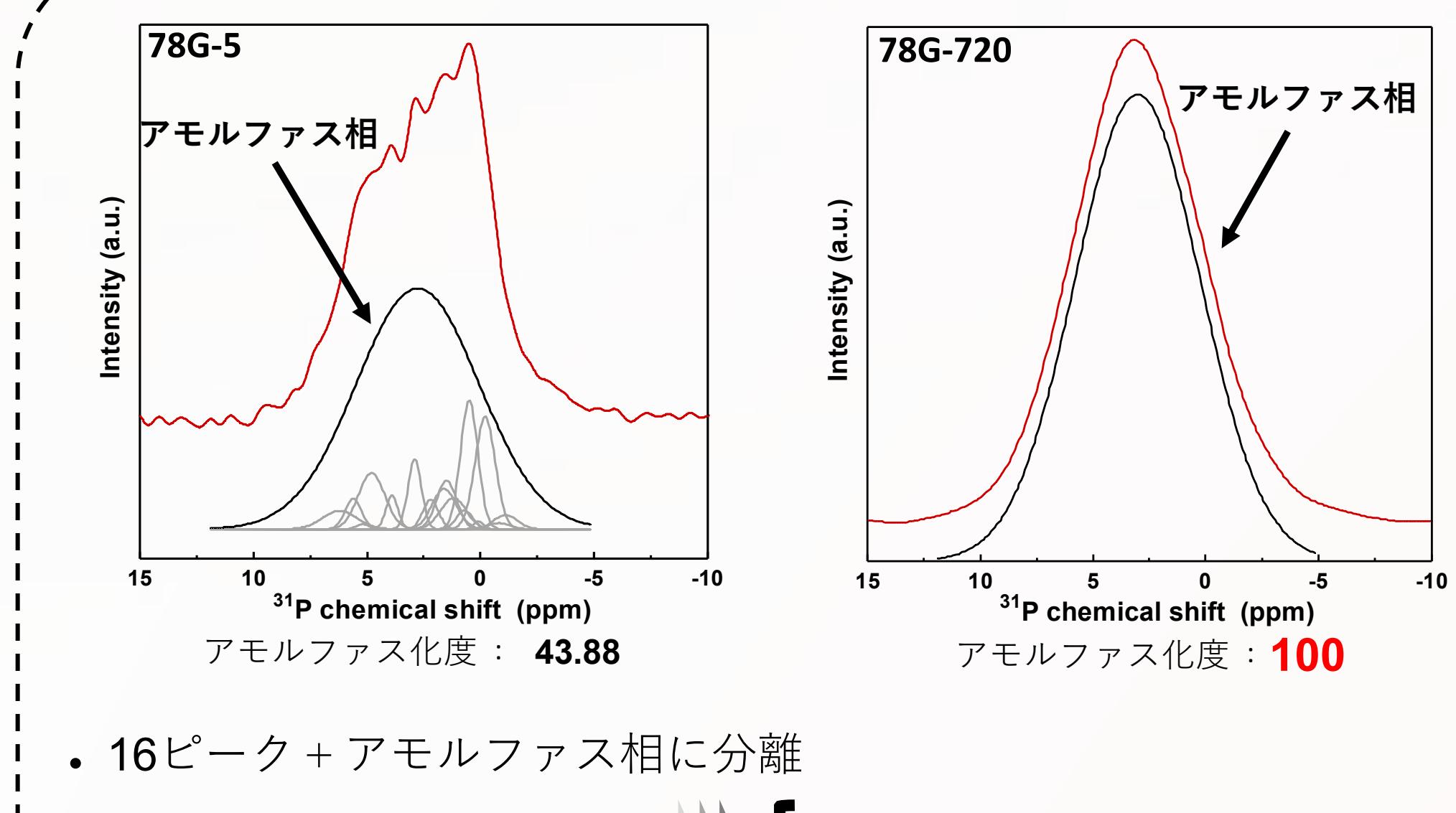
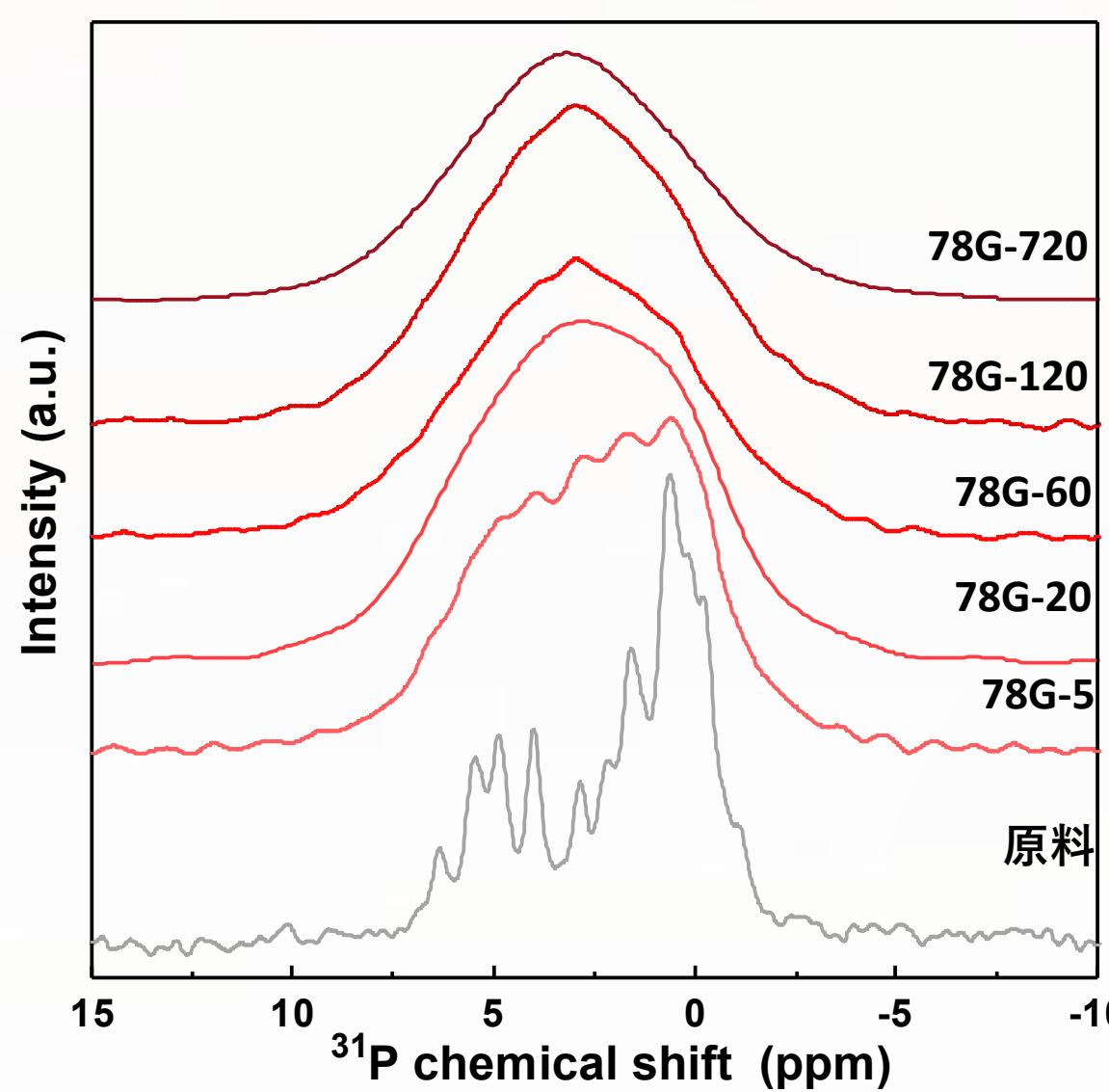
Raman

- ・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

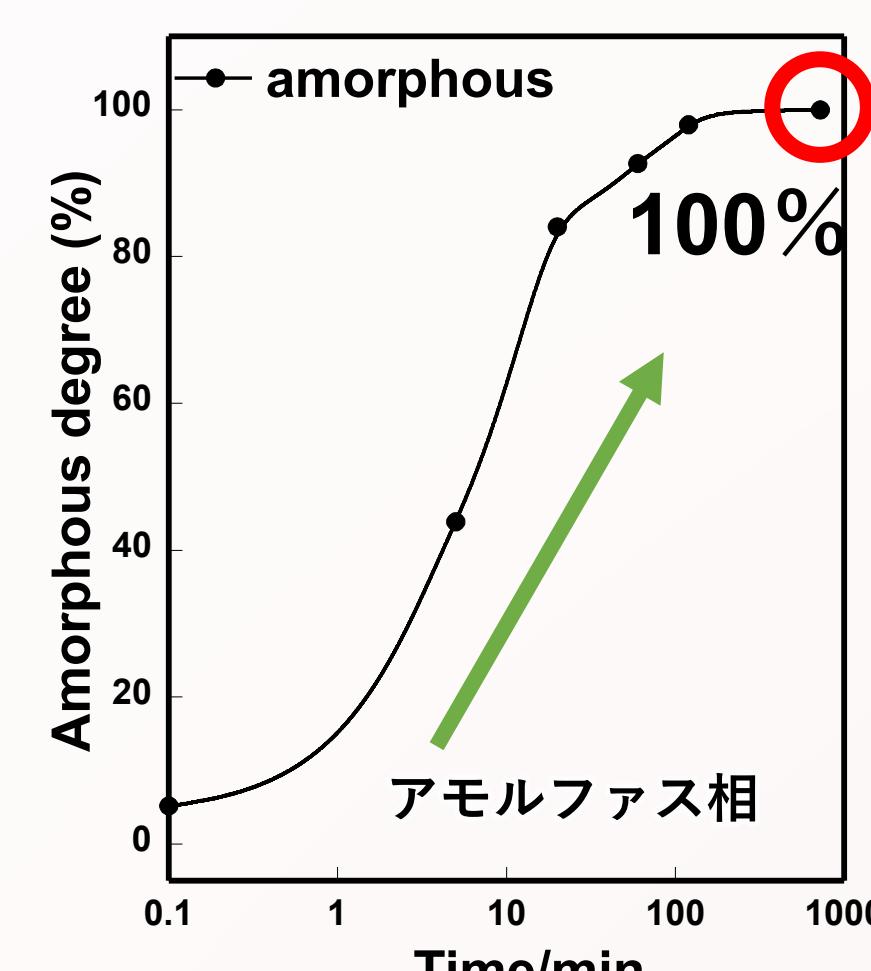
Raman



NMR



NMR



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

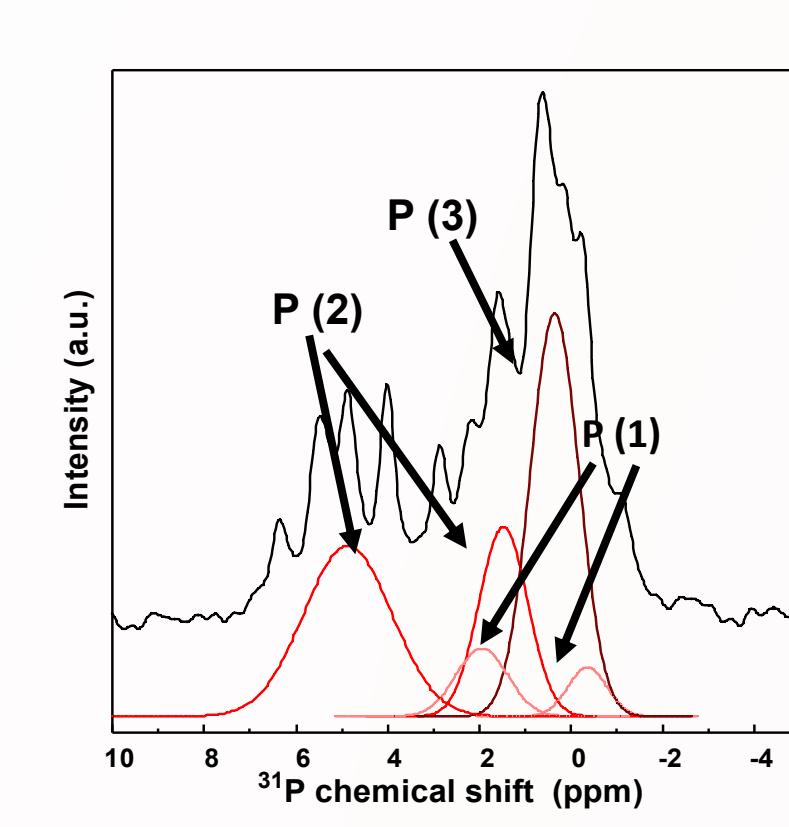
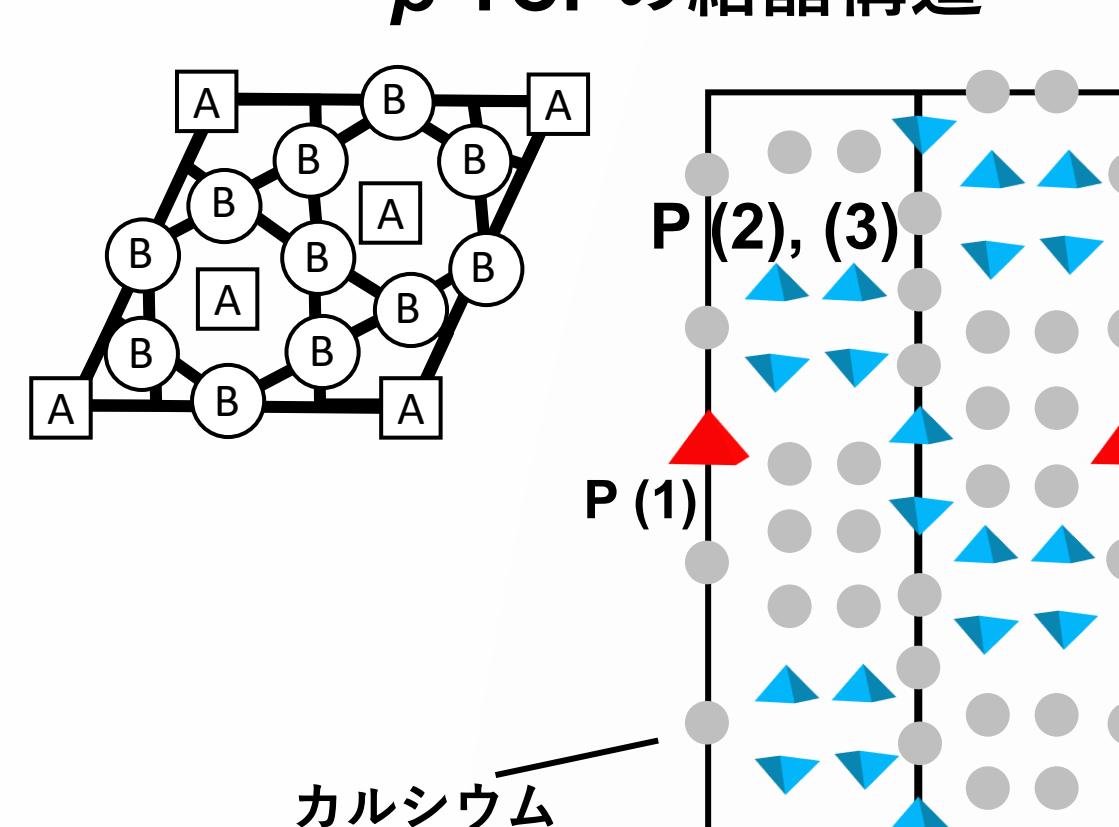
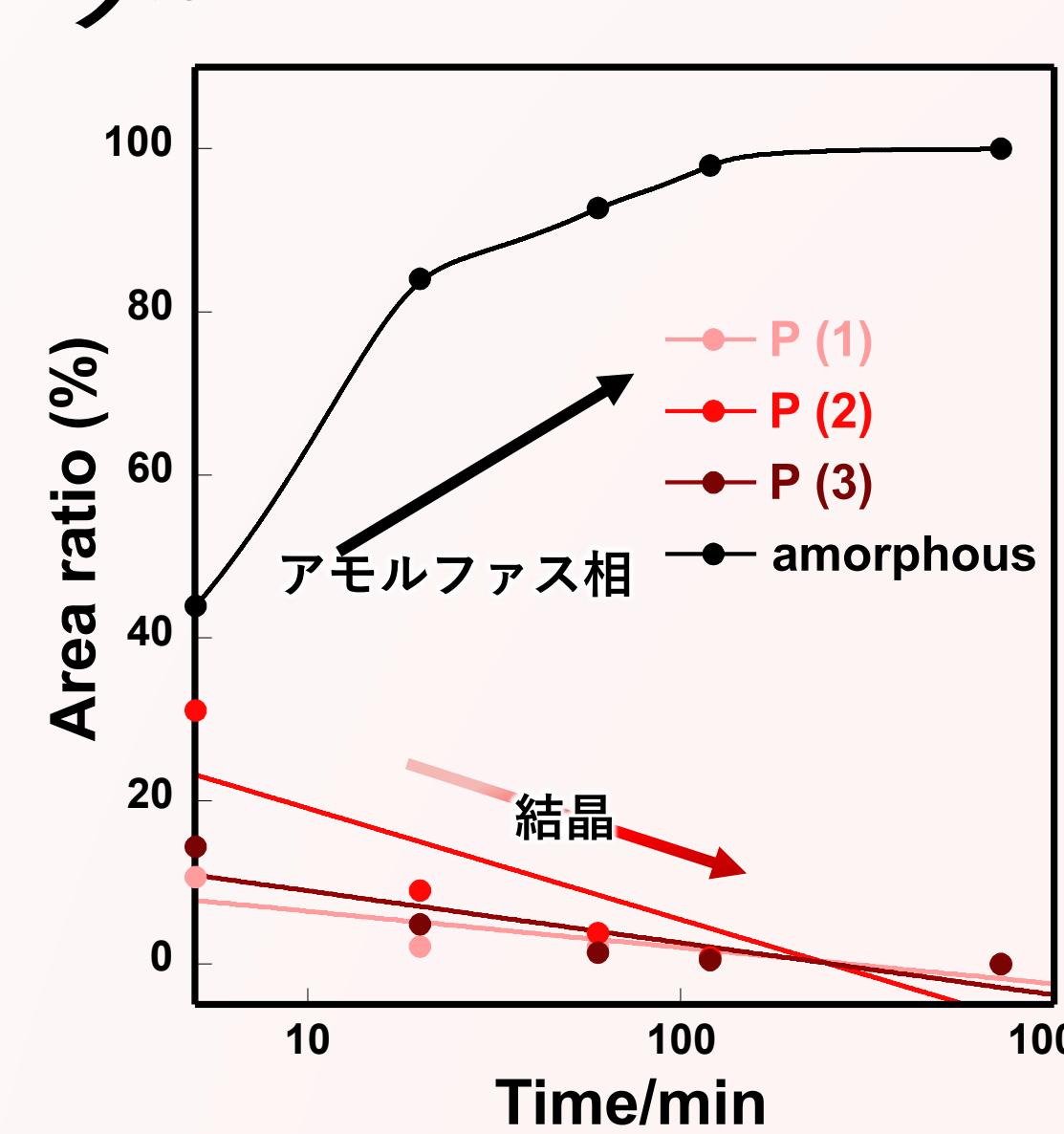
- ・処理時間の増加に伴いアモルファス化度の増加

78G-720

・アモルファス化度: 100%

・組成 CaO: 74.6 mol% P₂O₅: 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

β-TCPの結晶構造

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) < 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