

高温その場放射光粉末 X 線回折実験による sillimanite の mullite への分解の観察

伊神洋平・大井修吾・高谷真樹・兒玉 優・三宅 亮 (京大・理)
Youhei IGAMI, Shugo OHI, Masaki TAKAYA, Yu KODAMA,
and Akira MIYAKE (Kyoto Univ.)

Sillimanite の高温での相変化については、多くの研究が行われてきた。例えば、Holland & Carpenter (1986) は、1300-1685°Cで加熱した sillimanite の格子定数の変化から sillimanite は mullite との固溶体を形成したとしている。また、TEM 観察により、反位相構造と SiO₂ に富む析出物を観察している。Tomba et al. (1999) は、1550 °C 以上で加熱した sillimanite が mullite(Al₂(Al_{2+2x}Si_{2-2x})O_{10-x})とSiO₂に分解することを確認している。Raterron et al. (2000) は、1465、1675°Cで加熱した sillimanite 中に、Holland & Carpenter (1986) と同様な組織を観察しており、組成分析の結果から、sillimanite の部分的な mullite 出現によるものとしている。この組織を解明する上で、保持温度・時間と mullite 出現率の関係が重要であるが、この関係については明確にされていない。

そこで本研究では、sillimanite の高温その場 X 線回折実験を行い、mullite 出現開始の温度・時間を明らかにすることを目的としている。Mullite と sillimanite のピークを精度よく分解するためには高い角度分解能が必要であり、そのため、放射光施設 PF の BL-4B2 に設置されている高分解能多連装粉末回折計と 1600°Cまで昇温可能な電気炉を用いて、粉末 X 線回折実験を行った。

試料は南極の Lützow-Holm 岩体の Rundvågshetta 産の sillimanite 結晶を粉末状にして用い、①室温～1500°Cで6点をその場観察(0.01° 間隔で1ステップあたり1.5s)、②室温～1400°Cで23点をその場観察(0.01° 間隔で1ステップあたり1.5s)、③1420°Cで40h・140.5h保持した試料の室温での観察(0.004° 間隔で1ステップあたり3.0s)を行った。

実験の結果:①で、室温からの昇温開始から7.5h後の1400°Cの測定以降で新たなピークの出現が認められた。②では室温からの昇温開始から33.5h後の1280°Cの測定以降で新たなピークの出現が認められた。これらのピークは mullite で説明することができた。ただし、SiO₂ のピークは検出されず、これ以降も認められなかった。③の1420°Cで140.5h等温保持した試料からは sillimanite、mullite のピークに加え cristobalite(SiO₂)の最強線が検出された。この結果は、Raterron et al. (2000) などで報告されているような組織と対応する。本研究から、1280°Cで等温保持した場合、長くても33.5hで mullite が出現すること、1400°Cで等温保持した場合、長くても7.5hで mullite が出現することが示された。