

宝石を作る

2513 荻野 沙也佳 2518 杉江 知穂 2527 林 愛実

要旨

ルビー、サファイアは、主成分である酸化アルミニウム(アルミナ)と、少量の酸化クロム、または酸化チタン・酸化鉄から成る結晶である。よって、それらの試料を溶かし固めることで作ることができると考え、学校の電熱炉でも行えるよう、アルミナは氷晶石を加えることで融点を下げて実験した。その結果、ルビーは見当たらなかったが、サファイアらしき青い結晶を肉眼で確認できた。しかし、それが本当にサファイアであるという識別は行うことができなかった。

1. 目的

ルビー・サファイアの結晶を作る。

2. 使用した材料・器具

材料 酸化アルミニウム (Al_2O_3)、酸化チタン (TiO_2)、酸化鉄 (Fe_2O_3)、氷晶石 (Na_3AlF_6)

実験器具 電気炉(～1000)、陶磁器製坩堝、アルミナ製坩堝、光学顕微鏡、双眼実体顕微鏡

3. 研究・実験の手順

酸化アルミニウムの融点は 2054 と高く、学校の電気炉では加熱ができない。そこで、フラックス法を用いて実験をすることにした。

フラックス法とは、溶媒を溶かして物質の融点を下げ、物質を溶かしやすくする方法である。その時に入れる溶媒をフラックスと呼ぶ。ここでは氷晶石をフラックスとして用い、酸化アルミニウムの融点を 1000 まで下げたことで、学校の電気炉でも加熱することができた。

実験には、アルミナ製のるつぼを使用する予定だったが、学校になかったため、るつぼが届くまでの 3 回分は学校にあった陶磁器製のものを使用した。その後の実験は全てアルミナ製を使用している。

	目標物	主成分	色		フラックス
試料 A	ルビー	酸化アルミニウム	酸化クロム		氷晶石
		0.99g	0.01g		4.0g
試料 B	サファイア	酸化アルミニウム	酸化チタン		氷晶石
		0.99g	0.01g		4.0g
試料 C	サファイア	酸化アルミニウム	酸化チタン	酸化鉄	氷晶石
		0.98g	0.01g	0.01g	4.0g
試料 D	サファイア	酸化アルミニウム	酸化チタン	酸化鉄	氷晶石
		1.3g	0.013g	0.013g	5.2g
試料 E	サファイア	酸化アルミニウム	酸化チタン	酸化鉄	氷晶石
		1.3g	0.026g	0.013g	5.2g

- 1) 上記の試料を混ぜ合わせて、るつぽに入れる。
- 2) るつぽにふたをし、電気炉に入れて、一回り大きなるつぽをかぶせる。
この後の加熱時間・冷却条件を変えて、実験を 8 回行った。

	試料	予熱時間	保持時間	降温時間*1	方法
1 回目	A・B	0.5 時間*2	2 時間	0	電源を切って放置
2 回目	A・B			5 時間	500 まで 30 分ごとに 50 ずつ冷やす
3 回目	A・B			5.5 時間	下記グラフ参照
4 回目	A・B			5 時間	500 まで 30 分ごとに 50 ずつ冷やす
5 回目	B・C			"	"
6 回目	A・B			0	電気炉の扉を開けて冷やす
7 回目	D・E		4 時間	26 時間	950 まで 1 時間ごとに 5 ずつ冷やす
8 回目	D・E	4 時間*3	16 時間	32 時間	960 まで約 1 時間に 5 ずつ下げ、 680 まで 40 ずつ冷やす

*1 温度を下げ始めてから、電源を切るまでの時間。

*2 1000 に設定して電源を入れ、1000 になるまでの時間。

*3 500 に設定して電源を入れ、500 から 1000 まで上げた時間。

4. 結果

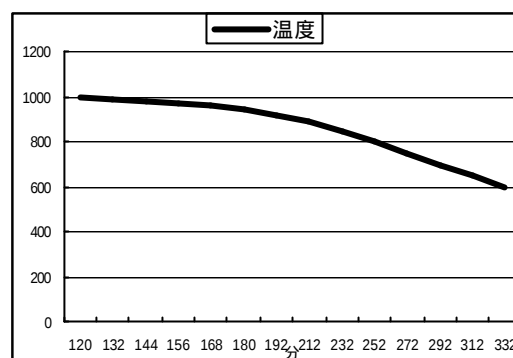
全 8 回の実験結果を表にした。

	試料	るつぽ	底に残ったもの	ふたの状態	結晶
1 回目	A	陶磁器	黄色いかたまり	赤茶色	×
	B		白いかたまり	少し赤茶色	×
2 回目	A	陶磁器	黄色いかたまり	赤茶色	×
	B		白と青の層	赤茶色	×
3 回目	A	陶磁器	黄色いかたまり	赤茶色	×
	B		薄茶色のかたまり	赤茶色	×
4 回目	A	アルミナ	白いかたまり	白	×
	B		黄色いかたまり	白	○
5 回目	B	アルミナ	白いかたまり	白	○
	C		淡黄色のかたまり	白	○
6 回目	A	アルミナ	黄色いかたまり	黄色	×
	B		白いかたまり	白	○
7 回目	D	アルミナ	黄色いかたまり	白	○
	E		淡黄色のかたまり	白	○
8 回目	D	アルミナ	黄色いかたまり	白	○
	E		白いかたまり	白	○

5. 考察

1 回目の実験で結晶が見られなかった原因は、急激に冷やしたことで、結晶が十分に成長しなかったからではないかと考えた。

そこで、2 回目からは冷却時間を変えて実験した。2 回目に結晶ができなかった原因も、冷却時間の間隔がまだ広すぎたためだと考え、3 回目は、1 回目よりもなだらかに下げること、ゆっくりと結晶が作られると考え、右のグラフの様に冷却した。しかし、結晶は見られなかった。



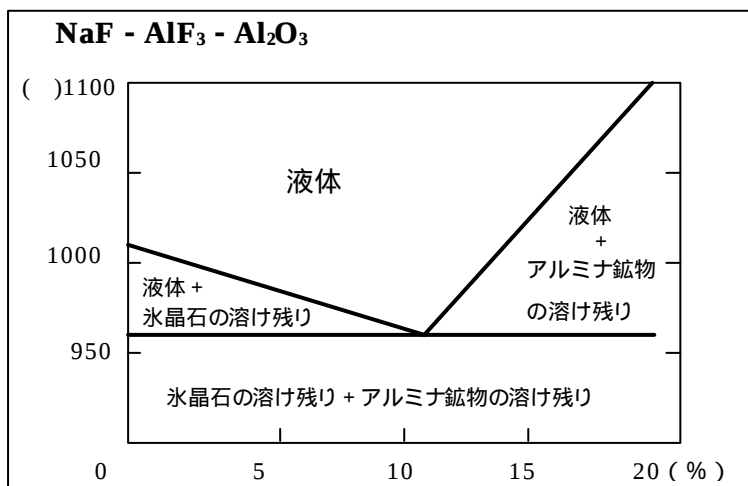
4 回目の時、ようやくアルミナ製のるつぼが届いたので、4 回目の実験は、るつぼの比較をするために 2 回目と同じ条件で実験を行った。すると、ふたの裏に小さな青い結晶ができた。これは、肉眼で確認することができた。生成した青い結晶がサファイアであるという確認はできなかったが、私たちはそれをサファイアだと考え、実験を進めた。

偶然にできてしまった可能性もあるので、5 回目はもう一度同じ実験を行うことにした。結果は、期待通り同じような青い結晶ができた。

冷やし方が結晶の有無に関係あるかどうかを調べるため、6 回目は急激に冷やす実験を行った。結果は、冷やし方が急激だったにもかかわらず青い結晶ができてしまった。私たちは冷やし方が急激だと、結晶はできないと思っていたので、予想外の結果となった。結晶ができてしまったことで、『冷やし方が結晶の有無に関係がある』という仮説が、成り立たなくなってしまった。

6 回目の実験結果から、冷やし方だけが結晶の生成に関係しているわけではないことが分かった。そして、『降温時間が予熱時間・保持時間と共に関係しあうことによって結晶が生成する』のではないかと考えた。

その仮説をもとに、7 回目の実験からはひとまず保持時間を増やして実験することにした。また、降温時間も増やして数日にわたって実験した。



左の資料によると、「950 くらいまで下げる過程で結晶が冷え固まる」ということだったので、950 まではゆっくり冷却した。結果は、青い結晶がふたの裏についていた。今までの実験では保持時間を変化させてこなかったが、今回の実験では保持時間を増やすことも結晶の有無に関係すると思ったので、いくつかの点を変えた。しかし、結晶の大きさがあまり変わっていなかったので残念だった。

8 回目の実験では、予熱時間・保持時間・降温時間をどれも 7 回目より増やした。また、950 を過ぎても、いきなり冷却を止めると結晶の成長によくないのではないかと考えて 680 までは徐々に降温した。結果は、前回の結晶よりきれいな形の結晶ができた。

まとめとして、予熱時間・保持時間・降温時間を調節したけれど、結晶はあまり大きくならなかった。しかし、8 回目の実験から言えるように、この 3 つの時間を調節していくことで、結晶の形はサファイア結晶の形に近い六角板状形に近づいた。だから、この 3 つの時間は、結晶を形作る上で重要な要素であると考えられる。また、この結晶が六角板状形であることから、サファイアの結晶であると考えられる。

❖ 配合については酸化アルミニウムと氷晶石を 1 : 4 の比で混ぜ合わせた。

❖ 酸化鉄と酸化チタンを、結晶を青くするために着色料として入れたが、4 回目・5 回目の実験から、酸化鉄による色の影響はあまりないことがわかった。

❖ 底に溶け残ったかたまりを砕いて、電子顕微鏡で見た結果、微量だが最大数十 μm の六角板状結晶があり、それがアルミナの結晶（サファイア）だと考えられる。溶け残ったかたまりの中には、他にも氷晶石や溶け残ったアルミナなどがあった。

6 . 感想

人工宝石を作るための資料を探し始めたとき、ほとんど見つからなくて大変だった。それは工業的製法の資料はあるが、学校などの設備で作れるような人工宝石の資料が少なかったからだと思う。それでもなんとか資料を見つけ、結晶を作ることができて嬉しかった。でも、結晶ができるまでには、いろいろ試行錯誤を重ねた。始めのうち、私たちは結晶の生成に関係することは冷やし方だけだと思っていたけれど、実験を重ねるうちに、余熱時間や保持時間との関係も重要だということがわかった。

名古屋大学のつくり領域でセラミックスの研究をされている、大門先生をお伺いして、できた結晶の電子顕微鏡写真を撮っていただいた。また、結晶や実験内容についての資料をいただき、実験のアドバイスもしていただいた。その結果、960 という温度で、結晶はほぼ冷え固まるということや、960 までの温度の下げ方をゆるやかに変化させればよい、ということがわかった。また、氷晶石に対する酸化アルミニウムの割合を 13% ぐらいにすると、溶け残りが減ることがわかった。これを参考にして 7・8 回目の実験を行ったところ、実際のアルミナ結晶の形である六角板状形に近づいた。

7 . 参考文献・引用文献

人工宝石 <http://www.ths.titech.ac.jp/~meb/2002/Ruby/Ruby.htm>

アルミ缶からルビーをつくる <http://www.ths.titech.ac.jp/~meb/2003/ruby/ruby.htm>

ルビーの合成 <http://www.tuyama.okayama-c.ed.jp/risu/kaken/H11/ruby.html>

宝石読本 <http://www15.plala.or.jp/gemuseum/gemstry-rbsp-5.htm>

8 . ご協力

名古屋工業大学・つくり領域 大門啓志先生