The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

Title	水熱法による高品質酸化物粉体の作製と評価
Author(s)	西澤, 均
Citation	大阪大学, 1985, 博士論文
Version Type	
URL	https://hdl.handle.net/11094/34739
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、大阪大学の博士論文についてをご参照ください。

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

The University of Osaka

【67】

氏名・（本籍）	西澤　均（にしざわ　ひとし）
学位の種類	工学博士
学位記番号	第　6742　号
学位授与の日付	昭和60年3月4日
学位授与の要件	学位規則第5条第2項該当
学位論文題目	**水熱法による高品質酸化物粉体の作製と評価**
論文審査委員	（主査）教授 小泉 光恵 教授 庄野 利之　教授 塩川 二朗　教授 金丸 文一 教授 三川 禮　教授 艸林 成和　教授 高椋 節夫

論文内容の要旨

本論文は，水熱結晶化法による高品質酸化物微粉体の作製とその評価に関するもので，ジルコニアやチタニア水和ゲルからの酸化物微粉体の生成過程の解明，金属EDTA錯体の水熱分解による酸化物微結晶の作製および水熱ホットプレス法の開発の結果について論じており，5章から構成されている。

第1章においては，本研究の背景と従来のセラミックス原料粉体作製法の問題点を示すとともに，研究の目的と意義を述べて，この分野における本研究の占める位置を明らかにしている。

第2章においては，ジルコニアおよびチタニアの水和ゲルが水熱条件下で脱水結晶化する過程について記述している。溶媒に含まれる各種イオンが結晶化温度や結晶相の安定化に及ぼす効果について明らかにし，350℃まで加熱するだけで0.2 μm以下と微細で，均一な粒径を持ち，2次粒子を含まず，組成に関しても均質なジルコニアやチタニア酸化物微粉体が得られることを示している。

第3章においては，金属EDTA錯体水溶液の高温度での安定性とその分解過程について記述している。各種金属EDTA錯体の分解に伴ってイオン状態から急激に酸化物が結晶化し，自形と均一な粒径をもった純度の高い酸化物微結晶が得られることを示している。

第4章においては，結晶化温度や結晶相の安定化への圧力効果について記述している。高圧力下では，イオンの固溶によってかなり歪んだ結晶構造の安定化も可能で，各種金属イオンを置換したザクロ石型酸化物が準安定相として得られることを示している。

第5章においては，水熱結晶化法によって得られる酸化物微粉体の焼結特性と微粉体をより効率的に成形する水熱ホットプレス法の開発について記述している。水和ゲルを水熱結晶化すると同時に成形を行ない，微細な結晶粒子が均質にパッキングした成形体が出来ることを明らかにしている。Y_2O_3−ZrO_2

系共沈物ゲルから作製した成形体を1350℃にて30分間焼成することにより，ほぼ理論密度を持つ立方晶ジルコニア焼結体が得られることを記している。それらは従来の方法により作製された焼結体に比べ，粒成長がかなり抑制されており透光性を示している。

論文の審査結果の要旨

高度の機能をもつセラミックスを製造するプロセスにおいて，原料粉体の占める役割は非常に重要で高品質な原料粉体を作製する技術が要求されている。水熱法は従来，単結晶育成の技術として応用されてきたが，他方，高温水の鉱化作用を利用して低温度で均質な酸化物微粉体を作製できる可能性が考えられる。しかし，今までそのような研究例には見るべきものがほとんどなかった。

本論文は，水熱結晶化法による酸化物微粉体の生成過程の究明と，この方法による焼結性に優れた新しい酸化物微粉体の開発について著者が行なった研究をまとめたものであり，主要な成果を要約すると次の通りである。

(1) ジルコニア水和ゲルを水熱条件下で加熱処理を行なうと，260℃で結晶化が起こるがこの温度は大気中（約400℃）に比べかなり低い。また得られる結晶は微細（30μm以下）で，かつ均一な粒径をもつ単一粒子から成り，これらの生成過程において高温水の鉱化作用が重要な役割を果していることを立証している。

(2) ジルコニアの水熱結晶化において，NaOHやLiOHを添加すると140℃で立方晶ジルコニアが結晶化し，270～290℃で急激に転移し，均一な粒径をもつ単斜晶ジルコニアの針状結晶が生成する。ナトリウムやリチウムイオンのジルコニウムイオン置換により立方晶が安定化されるが，高温でナトリウムが結晶から放出されることにより転移が起こり，その結果，針状の単斜晶ジルコニア結晶が生成すると結論している。

(3) ジルコニアの水熱結晶化において，金属酢酸塩を添加すると結晶化温度は290℃まで上昇し，非晶質状態において金属イオンを構造中に取り込みそのまま立方晶ジルコニアの球状の微結晶（10μm）が生成することを示している。このことから金属イオンの置換固溶量も金属酢酸塩水溶液濃度により制御が可能であることを明らかにしている。

(4) 金属EDTA錯体は水溶液中において350～400℃まで加熱すると，錯体の安定度に応じた温度で急激に分解し，同時に金属酸化物の結晶化が起こることを示し，亜鉛EDTA錯体は350℃にて分解し直径1～3μm，長さ～1cmのファイバー状の酸化亜鉛結晶が生成することを見出している。

(5) 水熱結晶化法によって得られる酸化物微粉体をより効率的に成形する水熱ホットプレス法の開発にも取り組んでいる。水和ゲルを水熱結晶化すると同時に成形を行ない，微細な結晶粒子が均質にパッキングした成形体が出来ることを明らかにしている。$Y_2O_3-ZrO_2$系共沈物ゲルから作製した成形体を1350℃にて30分間焼成することにより，ほぼ理論密度を持つ透光性の立方晶ジルコニア焼結体の製造に成功している。

以上のごとく，本論文は水熱結晶化法による酸化物微粉体の生成過程を明らかにするとともに，焼結性に優れた新しい酸化物微粉体の開発にも成功し，新しいセラミックス原料粉体の製造技術の発展に貢献するところが大きい。よって，本論文は博士論文として価値あるものと認める。