

Title	微粒子の構造制御による材料特性向上に関する基礎研究
Author(s)	堀田, 禎
Citation	大阪大学, 2001, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/42350">https://hdl.handle.net/11094/42350</a>
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、 <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉</a> 大阪大学の博士論文について <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈/a〉</a> をご参照ください。

***Osaka University Knowledge Archive : OUKA***

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

Osaka University

氏名	ほった 堀田 ただし 禎
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第 16218 号
学位授与年月日	平成13年3月23日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当 工学研究科マテリアル応用工学専攻
学位論文名	微粒子の構造制御による材料特性向上に関する基礎研究
論文審査委員	(主査) 教授 野城 清  (副査) 教授 永井 宏 教授 宮本 欽生

### 論文内容の要旨

本論文は、微粒子の構造制御を個々の微粒子に加えてその集合体である粉体に対して検討し、セラミックス系材料を対象として材料特性向上のための基礎研究を実施している。

第1章は序論であり、本論文の目的と構成について述べている。

第2章から第4章では、セラミックス製造プロセスに着目し、セラミックスの強度特性向上のための微粒子集合構造の解析を行っている。第2章では、焼結体の不均質構造評価方法を開発し、アルミナ焼結体の強度変動が微量粗大気孔により影響されることを明らかにするとともに、これら粗大気孔の製造プロセスにおける生成過程を解明している。第3章では第2章の評価技術をベースとして、顆粒体作製条件が窒化ケイ素焼結体の強度に及ぼす影響を検討している。その結果、強度差は焼結体中の粗大気孔サイズの違いにより説明できることを示すとともに、成形体中に不均質構造を残さない顆粒体設計が重要であることを指摘している。第4章では、焼結体中の異常粗大粒子等の原因となる粉体中の微量粗大粒子を湿式ふるい分け法により精密評価し、粗大粒子の粉砕向上に必要なプロセス条件を明らかにしている。

次に第5章から第9章では、個々の微粒子に対する構造制御を目的として、新しい複合化技術である高速楕円ローター型混合装置による微粒子複合化過程について基礎的な検討を行っている。第5章では、粒子表面への微粒子複合化プロセスを解明するとともに、複合化に及ぼすローター回転数、処理時間の影響を明らかにしている。第6章では、複合化操作における微粒子の添加方法について検討し、微粒子の粉体への微量繰り返し処理が、粒子表面への微粒子付着率の向上と被覆層の平滑化に効果があることを明らかにしている。第7章では、複合化する微粒子の粒子径が複合化に及ぼす影響を実験的に明らかにしている。第8章では、ローターの形状が粒子複合化速度に及ぼす影響を、実験と計算により解明している。第9章では第5章～第8章で解析した複合化技術を、熔融炭酸塩型燃料電池のカソード電極合成に応用した結果について検討している。その結果、Ni/CoO 複合粒子から作製された電極は、従来の電極に比べて耐久性に優れるなどの特性を示すことを明らかにしている。

最後に第10章では、本研究で得られた成果を総括している。

## 論文審査の結果の要旨

本論文は、幅広い産業基盤の基礎となる微粒子の構造制御に関する基礎研究を行うことにより、材料工学の体系化に寄与することを目的としている。本研究においては、微粒子の構造制御を個々の微粒子としての機能とその集合体である粉体としての機能の観点からとらえ、セラミックス系材料を対象として材料特性向上のための基礎研究を実施している。

本論文の成果を要約すると次のようになる。

まず微粒子の集合構造制御に関しては、セラミックスの基本的課題である信頼性向上の基礎となる機械的強度に着目し、その特性に及ぼす焼結体の不均質構造の解析を行うとともに、焼結体組織構造とセラミックスの製造過程で生じる微粒子集合構造との関係を解明している。

第2章～第4章における主な成果は下記にまとめられる。

- (1)焼結体の不均質構造評価手法を開発し、アルミナ焼結体の強度変動が微量粗大気孔により影響されることを定量的に明らかにするとともに、これら粗大気孔の生成過程を解明している。
- (2)開発した評価技術をベースとして顆粒体作製条件が窒化ケイ素焼結体の強度に及ぼす影響を検討し、強度差は焼結体中の粗大気孔サイズの違いにより説明できることを示すとともに、成形体中に不均質構造を残さない顆粒体設計が重要であることを指摘している。
- (3)焼結体中の異常粗大粒子の原因となる粉体中の微量粗大粒子評価法として湿式ふるい分け法を採用し、粉体中の粗大粒子粉碎に必要なプロセス条件を明らかにしている。

以上より、微粒子集合構造制御については、原料粉体、スラリー、顆粒体、成形体及び焼結体に至るまでのセラミックス製造プロセス各段階での微粒子集合構造制御（特に不均質構造制御）がセラミックス材料特性向上に不可欠であることを、系統的実験と新しい解析技術により明らかにしている。

次に、個々の微粒子に対する構造制御に関しては、最近注目されている機械的手法による粉体／粉体系の微粒子複合化技術を対象とし、高速楕円型ローターを特徴とする新しい混合機を例として、微粒子複合化過程の基礎的解析、複合化に及ぼす諸条件の影響を検討している。さらに、この技術と上記微粒子集合構造制御とを連携させて、セラミックス機能材料の一つである燃料電池材料の微構造制御への適用可能性について基礎的検討を行っている。

第5章～第9章における主な成果は下記にまとめられる。

- (1)粒子表面への微粒子複合化プロセスを検討するとともに、複合化に及ぼすローター回転数、処理時間などの諸条件の影響を明らかにしている。
- (2)微粒子を微量ずつ粉体に供給することにより、粒子表面への微粒子付着率の向上と被覆層の平滑化に効果があることを明らかにしている。
- (3)複合化する微粒子の粒子径が複合化プロセスに与える影響を明らかにしている。
- (4)ローター形状が複合化速度に及ぼす影響を実験と計算により解明している。
- (5)複合化技術を溶融炭酸塩型燃料電池のカソード電極の合成に応用し、Ni/CoO 複合粒子から作製された電極は、従来の電極に比べて高い特性を示すことを明らかにしている。

以上、個々の微粒子に対する構造制御に関しては、新しい高速楕円ローター型混合機の微粒子複合化過程および複合化に及ぼす諸条件の影響を系統的に解明するとともに、この複合化技術により電池用電極を試作し、材料特性向上に極めて有効な基礎技術であることを明らかにしている。

以上のように、本論文は、セラミックス材料に焦点を当てて、その構造特性並びに機能特性向上のための微粒子並びにその集合構造制御の基礎を築くことにより、これまでブラックボックスと言われてきたセラミックス製造プロセス科学の発展に寄与するものである。さらにここで得られた成果は、他の材料に対してもその特性向上に資するとともに、新たな産業創製の基盤として寄与するものと考えられる。よって本論文は、博士論文として価値のあるものと認める。