



| | |
|--------------|---|
| Title | Studies on Zirconia/Nickel Nanocomposite with Novel Function |
| Author(s) | 近藤, 広規 |
| Citation | 大阪大学, 2003, 博士論文 |
| Version Type | |
| URL | https://hdl.handle.net/11094/44291 |
| 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"〉 大阪大学の博士論文について 〈/a〉 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

| | |
|------------|---|
| 氏名 | 近藤 広規 |
| 博士の専攻分野の名称 | 博士(工学) |
| 学位記番号 | 第 17803 号 |
| 学位授与年月日 | 平成 15 年 3 月 25 日 |
| 学位授与の要件 | 学位規則第 4 条第 1 項該当 工学研究科物質化学専攻 |
| 学位論文名 | Studies on Zirconia/Nickel Nanocomposite with Novel Function (新機能を有するジルコニア/ニッケルナノコンポジットの創製に関する研究) |
| 論文審査委員 | (主査) 教授 新原 皓一 (副査) 教授 甲斐 泰 教授 桑畑 進 教授 小松 満男 教授 平尾 俊一 教授 城田 靖彦 教授 野島 正朋 教授 大島 巧 教授 田川 精一 教授 町田 憲一 |

論文内容の要旨

本論文は、優れた機械的特性と磁気特性が両立する高機能ジルコニア/ニッケルナノコンポジットの創製を目的とし、その機械的特性および磁気特性と微細組織との相関を明らかにすると共に、新しいナノ複合化プロセス(内部還元法)の開発と新機能である応力センシング機能の評価を行ったものであり、全七章から構成されている。

第一章では、本研究の背景及び目的について記した。

第二章では、還元焼結法を用いて Ni 粒子が約 100~200 nm のサイズで分散した Y-TZP/Ni ナノ複合材料を作製し、少量(1~2 vol%)の Ni 分散で破壊靱性と破壊強度の同時改善に成功した。これらの機能改善は、Ni の塑性変形による高靱化およびナノ Ni 粒子によるマトリックスの効果的な粒成長抑制による高強度化に起因することを明らかにした。

第三章では、Y-TZP/Ni ナノ複合材料の磁気特性と応力センシング機能の評価を行い、Y-TZP/Ni ナノ複合材料が強磁性を示し、さらに応力に応じた磁化変化を示すことを確認した。このことより本ナノコンポジットが応力センシング材料として有望であることを明らかにした。

第四章では NiO の固溶による Y-TZP の破壊靱性への影響を評価し、NiO 添加サンプルの破壊靱性が大幅に向上したこと、ならびにラマン分光分析から NiO 添加サンプルは応力に誘起される変態量が増大し、変態領域が拡大したことを確認した。また、イオン伝導度の測定から粒界近傍に NiO 固溶による影響を確認し、マルテンサイト核の発生と正方晶相の安定性に関連付けて考察を行った。

第五章では、Y-FSZ/NiO 固溶体のラマン分光分析およびイオン伝導度の時間依存性より、NiO の固溶が 1000°C の熱処理による正方晶の析出を抑制することを確認し、NiO の固溶が Y-FSZ を安定化すると結論づけた。

第六章では、新しいナノ複合化技術として固溶-再析出の過程を含む内部還元法を開発し、この新しい方法で Y-TZP/Ni および Y-FSZ/Ni ナノ複合材料の作成に成功した。両ナノコンポジットはジルコニア粒子内部に約 20 nm の Ni 粒子とその隣に同サイズのポアが存在するという特徴的な微細組織を有し、何れも強磁性を示すことを明らかにし、さらに残留応力による磁気異方性の発生と Ni 粒子の超常磁性臨界粒子径の関係について考察を行った。

第七章では、本論文で得られた主な結果をまとめて示した。

論文審査の結果の要旨

本論文は、ナノ複合化技術によりジルコニア/ニッケル系複合材料の高機能化、多機能化を目指したもので、開発した材料の機械的特性および磁気特性と微細組織との関連を明らかにすることにより、応力センシング機能の付与ならびに新しい概念に基づくナノ複合化プロセスの開発に成功している。主な結果を要約すると以下のとおりである。

(1)還元焼結法を用いて Ni が約 100-200 nm で分散した正方晶ジルコニア/ニッケルナノコンポジットを作製し、少量の Ni 添加により正方晶ジルコニア粒子の成長を効果的に抑制することで、破壊靱性と破壊強度の同時改善に成功している。

(2)正方晶ジルコニア/ニッケルナノコンポジットは、ニッケルに由来する強磁性を示し、さらに応力に応じた磁化変化を示すことを確認し、この材料が優れた機械的特性と磁気特性に加え応力センシング機能を具備する多機能調和型材料であることを見出している。

(3)酸化ニッケルの固溶により正方晶ジルコニアの破壊靱性が大幅に改善されることを見出し、酸化ニッケルの固溶が粒界におけるマルテンサイト核の発生を促進する、すなわち、酸化ニッケルの固溶が正方晶ジルコニアの不安定化をもたらすためであることを明らかにしている。

(4)酸化ニッケルの固溶が立方晶ジルコニアのイオン伝導度の時間依存性を緩和することを確認し、それが立方晶ジルコニアの安定性増大による高温での正方晶相析出の抑制に起因することを明らかにしている。

(5)新しいナノ複合化技術として、金属酸化物の固溶と金属の再析出という過程を巧みに利用する内部還元法を開発し、Ni 粒子が約 20 nm で分散したジルコニア/ニッケルナノコンポジットの作製に成功している。さらにナノコンポジット中の Ni 粒子は残留応力による磁気異方性を持つため、超常磁性臨界粒径が計算値よりも小さくなることを明らかにしている。

以上のように、本論文は、金属系強磁性体の持つ特異な機能を有効利用して、ジルコニアセラミックスの持つ卓越した力学的特性を改善しながら、新しく応力センシング機能を付与することに成功し、さらにジルコニアセラミックスの高酸素イオン伝導性を利用して、新しい内部還元ナノコンポジット作製プロセスの開発にも成功しており、セラミックス/金属系ナノコンポジットに関する研究の進展に多大の貢献をするものである。また、これらの成果は多機能型セラミックスナノ複合材料の材料設計に必要な多くの基礎的知見を与えるもので、物質化学、材料工学、複合材料工学の発展に寄与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。