

Title	Structure Control and Characterization of Nanoporous Materials Prepared by Mechanical Method
Author(s)	連, 増文
Citation	大阪大学, 2018, 博士論文
Version Type	VoR
URL	<a href="https://doi.org/10.18910/69572">https://doi.org/10.18910/69572</a>
rights	
Note	

*Osaka University Knowledge Archive : OUKA*

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

Osaka University

## Abstract of Thesis

Name (連 増 文)

Title

Structure Control and Characterization of Nanoporous Materials Prepared by Mechanical Method  
(機械的手法によるナノ多孔質材料の構造制御とその特性評価に関する研究)

## Abstract of Thesis

In this study, nanoporous materials prepared by mechanical method for thermal insulation were selected, and their promising producing conditions were discussed. The compounding of starting materials and the mechanical processing parameters were mainly investigated.

In Chapter 1, the background of this study and its objectives were explained.

In Chapter 2, the effect of the hydrophilic or hydrophobic surface structure of fumed silica particles on the thermal conductivity and mechanical strength of the resultant compact board was investigated. Higher thermal conductivity and higher strength were obtained for the compact using hydrophilic silica. Lower thermal conductivity and lower strength were obtained for the compact using hydrophobic type. The difference of thermal conductivity was mainly resulted from the heat transfer between solid parts. The Si-O bonding between particles played an important role.

In the first part of Chapter 3, a rapid measurement of the thermal diffusivity of porous thermal insulation material by laser flash method was proposed. The specific heat capacity was determined by DSC method. Thermal conductivity was obtained from the results of density, thermal diffusivity, and specific heat capacity. Thermal conductivity of the nanoporous test specimen was 0.039 W/m·K, at room temperature. The thermal conductivities obtained by the laser flash method and DSC method exhibited good agreement with the data obtained by cyclic heat method. It suggested that the proposed method was very promising for rapid measurement of very low thermal conductivity materials. In the second part of Chapter 3, the effect of addition ratio of hydrophobic silica to hydrophilic silica on the thermal conductivity and mechanical property of the fibrous silica compacts was investigated. It was found that with the addition of only 5% of hydrophobic silica particles, the thermal conductivity decreased from 0.042 W/m·K to 0.033 W/m·K; and decreased slightly with increasing the hydrophobic content up to 50%. The strength decreased with the addition of 5% hydrophobic silica; then decreased slightly with increasing the content from 10% to 50%. The change of thermal conductivity and strength was related to the coated surface structure of glass fiber in resultant compact.

In the first part of Chapter 4, a method of measuring the thermal conductivity with the specimen was proposed. The apparatus could measure the specimen from room temperature up to 350 °C. The apparatus had relatively simple structure. Consequently, it was made clear that the thermal conductivity of fibrous fumed silica compact measured by this method showed good agreement with the results obtained from cyclic heat method. The second part of Chapter 4, aimed at developing a fibrous fumed alumina compact board which was available at higher temperature. The effect of mechanical processing conditions on the thermal and mechanical properties of fibrous alumina compact was investigated. The thermal conductivity of the fibrous compact achieved the low value of 0.036 W/m·K. The thermal conductivity kept low with the increase of measurement temperature up to 350 °C. With the increase of rotating speed, the thermal conductivity increased to around 0.042 W/m·K. The strength decreased with the increase of processing time. Therefore, a lower rotating speed and a shorter processing time were favorable for better performance of the compact.

Finally, in Chapter 5, the conclusions obtained throughout this study were summarized. As a result, it is concluded that the present mechanical method is a promising one to prepare the high performance thermal insulation materials with green and energy-saving process. It is expected that present method has possibility to prepare more various functional materials with tailored nanostructure effectively.

## 論文審査の結果の要旨及び担当者

氏 名 (連 増文)			
		(職)	氏 名
論文審査担当者	主 査	教授	内藤 牧男
	副 査	教授	藤原 康文
	副 査	教授	関野 徹

## 論文審査の結果の要旨

高性能の断熱材料は、熱エネルギーの有効利用に貢献する基盤材料として、今後の省エネルギー向上に不可欠である。その中で、近年ナノ粒子集合体中に形成されるナノ気孔を利用して作製したナノ多孔質材料が軽量、かつ数百度までの温度域で優れた断熱特性を示す材料として注目されている。しかし、その作製プロセスは未だ確立されていない。そこで本研究では、酸化物ナノ粒子集合体を無機系繊維粒子で強化したナノ多孔質材料を対象として、機械的手法によって原料粉体を混合処理することで、粒子と繊維から成る複合繊維粒子の特性に及ぼす粉体特性と機械的処理条件の影響を検討している。そして、得られた複合繊維粒子から加圧成形によって成形体を作製し、複合繊維粒子の特性と成形体の熱伝導率、強度等との関係を考察している。本研究によって得られた主な成果は、次の通りである。

- 1) 多数の攪拌羽根を固定した軸の高速回転によって粉体層に圧縮力とせん断力を繰り返し作用させることを特徴とする混合装置を用いて、親水性シリカナノ粒子、ガラス繊維粒子等の原料粉体を処理することによって、シリカナノ粒子から形成されるナノ多孔質層を繊維粒子表面に作製し、得られた粉体を加圧成形することによって、100℃から600℃の範囲で0.031W/mK以下の熱伝導率を有する断熱材料の作製に成功している。
- 2) シリカナノ粒子表面の親水性と疎水性の違いが処理粉体、並びに成形体の特性に及ぼす影響について検討している。その結果、疎水性シリカを用いた場合、300℃で0.018W/mKの熱伝導率が得られ、親水性シリカを用いた場合よりも低い熱伝導率が得られるものの、成形体の加工性に影響する曲げ強度は低下することを見出している。その原因として、親水性シリカ表面の水酸基によって粒子間にSi-O結合が形成され、粒子間が緻密に結合した結果、固体伝熱の増加により熱伝導率は高くなり、また曲げ強度も疎水性シリカを使用した場合よりも増加すると考察している。
- 3) 親水性シリカナノ粒子と疎水性シリカナノ粒子の混合割合を変えて、ガラス繊維粒子とシリカナノ粒子を機械的処理した場合の熱伝導率、曲げ強度に及ぼす影響を検討している。その結果、疎水性シリカナノ粒子を5mass%添加すれば、室温での熱伝導率が顕著に減少する現象を見出している。しかし、曲げ強度も同様に低下することから、粒子間のSi-O結合が両者の値の低下に寄与すると考察している。
- 4) 親水性シリカナノ粒子とガラス繊維粒子から成る成形体よりもさらに高温場で適用できるナノ多孔質材料を作製するため、親水性アルミナナノ粒子とセラミック繊維粒子を原料粉体として、複合繊維粒子を作製し、それから作製される成形体の特性に及ぼす機械的処理条件の影響を検討している。その結果、攪拌羽根の回転数を増加させることによって、成形体の熱伝導率は顕著に増加することを見出している。その原因として、攪拌羽根の回転数が増加すると羽根先端と混合装置内壁間に導入された粉体層に作用する圧縮力とせん断力が増加し、繊維粒子表面のナノ粒子層が緻密な構造になるため、成形体の熱伝導率が増加すると考察している。

以上のように、本論文では、酸化物ナノ粒子と繊維粒子の機械的手法による処理によって、繊維粒子表面にナノ粒子が多孔質状に被覆した複合繊維粒子を作製する場合の粉体特性、並びに機械的処理条件の影響を明らかにするとともに、複合繊維粒子によって作製された成形体が高温領域でも低熱伝導率を有する材料として有望であることを示しており、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。