

|           |      |        |
|-----------|------|--------|
| 環境・生命工学専攻 | 学籍番号 | 005008 |
| 申請者氏名     | 呉 世雄 |        |

|        |                        |
|--------|------------------------|
| 指導教員氏名 | 金 熙濬<br>木曾 祥秋<br>内田 裕久 |
|--------|------------------------|

## 論文 要旨 (博士)

|      |                                                                                                                                                                         |
|------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 論文題目 | <b>Preparation and sintering behavior of nanostructured ceramic prepared with nanosized Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder</b><br>ナノサイズアルミナ粉末から製造されたナノ構造セラミックスの製造及び焼結挙動 |
|------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

(要旨 1,200字程度)

最近二十年間、ナノ構造セラミックスの開発のための、製造技術に関心がますます高まっている。その理由として、平均粒径、1 nm から 30 nmを持つナノ構造セラミックスはマイクロ構造セラミックスと比べて低温焼結化、高密度及び高活性化エネルギーなどの優れている特性を持っているという事が挙げられる。

なお、セラミックスは熱的・化学的安定性、絶縁性、高密度及び生体に対する親和性などの優れている特性を持つため、電気、構造及び生体材料に応用されてきた。しかし、金属と比べてセラミックスは脆性(割れる性質)という欠点がある。それで、セラミックスの脆性を克服するために多くの研究者たちが試みた。その中でKarchらはセラミックスを構成する粒径を小さくすることにより、セラミックスは可塑性(plasticity)を持つと指摘した。

本研究ではCVD法(化学蒸着法)を用いてナノサイズアルミナ超微粒子の合成を行った。出発物質は塩化アルミニウム(AlCl<sub>3</sub>)を用い、合成されたアルミナ超微粒子の粒径と反応温度、AlCl<sub>3</sub>の濃度と反応部の圧力の関係を調べた。その結果、AlCl<sub>3</sub>の濃度が0.014 mol%の条件下で、典型的なγ相アルミナ超微粒子は900℃以上で合成された。反応部の圧力を101 kPa から 42.5 kPaに減少することにつれ、アルミナ超微粒子の粒径は8.2 nm から 3.7nmに小さくなった。特に反応部の圧力が42.5kPaでは粒径3.7nmと標準偏差(σ) 0.8 nmを持つ最も小さい超微粒子を得た。TEMの観察から、合成されたアルミナ超微粒子は球形であることが確認できた。また、AlCl<sub>3</sub>の濃度が0.014 mol%で、反応温度が600℃から1000℃に高くなると、アルミナ粒径は8.9 nm から 6.1 nmに減少した。なお、AlCl<sub>3</sub>の濃度と反応部の圧力が減少することにより、より均一なアルミナ超微粒子を得た。

また、より低い焼結温度とより高い密度を持つナノ構造アルミナを得るために、ナノサイズγ-アルミナ粉末(9.7 ± 3.2 nm)を用いて調べた。アルミナサンプルは0.25 GPa から 1.25 GPaの成型圧力で成型した。成型したアルミナサンプルは焼結温度を1000℃から1300℃に変化して、その焼結特性を観察した。成型圧力1 GPa、焼結時間1時間、焼結温度1050℃でアルミナサンプルはγ相からα相に相転移が起こり始めた。なお、焼結温度と成型圧力が高くなることにより、α結晶相は増えた。焼結温度と成型圧力の変化につれ、焼結されたアルミナサンプルの密度は2.4 g/cm<sup>3</sup>(α-アルミナ(3.99 g/cm<sup>3</sup>)の理論的密度の60%)から3.6 g/cm<sup>3</sup>(90%)に、粒径は9.8 nmから63.1 nmに変化した。焼結温度1050℃で、0.25 GPaで成型されたアルミナサンプルの相対密度は1.25 GPaで成型されたサンプルより10%増加した。なお、焼結時間と成型圧力の変化につれ、アルミナの密度は2.3 g/cm<sup>3</sup>(58%)から3.0 g/cm<sup>3</sup>(76%)に増加した。

最後にマイクロアルミナ粉末の機械的特性を向上させるために、焼結温度とナノサイズアルミナ粉末の添加率(N/M ratio)の変化して、マイクロアルミナサンプルの機械的特性(Meyer hardness (H<sub>M</sub>)とelastic modulus (E'))を調べた。焼結温度1300℃に一定した時、ナノサイズアルミナ超微粒子の添加により、Meyer hardness (H<sub>M</sub>)値は0.08 GPaから6.98 GPaに、elastic modulus (E')は32 GPaから152 GPaにそれぞれ増加した。その理由として、ナノサイズアルミナ超微粒子は表面積が広く、表面エネルギーが高いため、低温焼結が可能であり、マイクロアルミナ粉末の機械的特性の向上にも重要な役割をしたと考えられる。