

繊維状セラミックスの評価・分析技術

○志田賢二・坂本武司・山室賢輝

熊本大学工学部 技術部 k-shida@tech.eng.kumamoto-u.ac.jp

1. 緒言

セラミックスは耐熱性、化学的安定性、機械的特性に優れることから衛生陶器や食器、タイルといった構造材料から、センサー、電気・電子デバイス、生体代替材料まで幅広く実用化されている材料である。セラミックス材料の研究現場では材料の合成法、評価法に関する研究が数多くされている。評価・分析方法にはJISによって規格化されているものから、研究者自らが考案した評価法まで多種多用にわたっている。一般的などころでは、走査型電子顕微鏡 (SEM) による微細組織観察、X線回折法 (XRD) による結晶構造や結晶パラメーターの同定、EPMAによる元素分析、TG-DTAによる熱分析法などが挙げられる[1]。

筆者らは近年、コロイドの自己組織化プロセスを応用したナノサイズ粒子から成る繊維状セラミックスの新規合成方法について報告している[2]。繊維状セラミックスはバルク体や薄膜と形状やサイズが大きく異なることからそれらの特性評価にはいくつかの工夫を必要とした。繊維状セラミックスの作製方法及び各種特性の評価方法について報告する。

2. 実験方法

(1) YSZ 繊維の作製

イットリア安定化ジルコニア (YSZ) 繊維は、4mol%のイットリアを含有するジルコニアゾル (平均粒径: 100nm) をガラス製試験管もしくはポリプロピレン製容器に入れ、温度 68~90°Cで乾燥することにより作製した。得られた as-prepared 繊維は空气中 200~1400°Cで熱処理し特性の評価に供した。

(2) YSZ 繊維の電気物性の測定

YSZ 繊維の電気的特性は交流インピーダンス法により酸素イオン伝導性を測定することにより行なった[3]。図1に電気伝導度の測定装置の概略図を示す。装置は加熱炉、石英管を加工した試料セル、インピーダンスアナライザー (Solartron SI-1260) から構成されており、試料は白金ペーストにより白金線に固定した。測定は空气中 600~1200°Cで行なった。試料と電極の熱膨張差による剥離を防ぐため、電極線 ($\phi 0.4$) と試料の間に極細白金線 ($\phi 0.1$) を挟んだ。

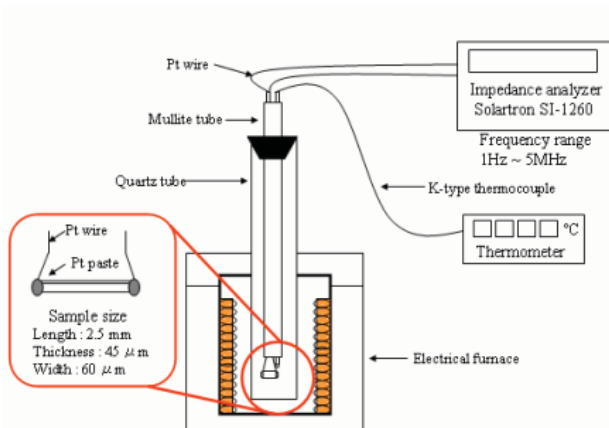


図1 電気伝導度測定装置

3. 結果と考察

図2に作製したYSZ繊維を示す。繊維は白色で透光性を有する。繊維幅は20~80 μm であり作製条件（ゾル濃度、乾燥温度、粒子径）により制御することができた。as-preparedの繊維は結晶性の低い単斜晶であるが熱処理により600 $^{\circ}\text{C}$ 付近で正方晶/立方晶に結晶化した。また1200 $^{\circ}\text{C}$ 、1時間の熱処理で相対密度は97%に達した。

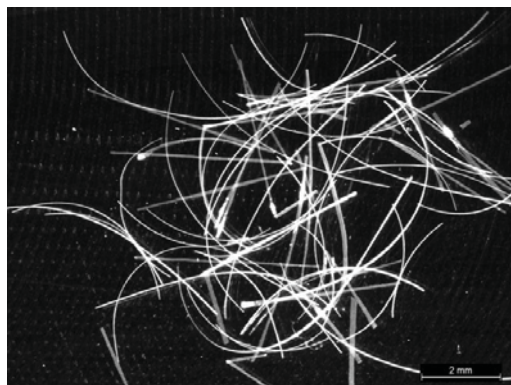


図1 イットリア安定化ジルコニア繊維

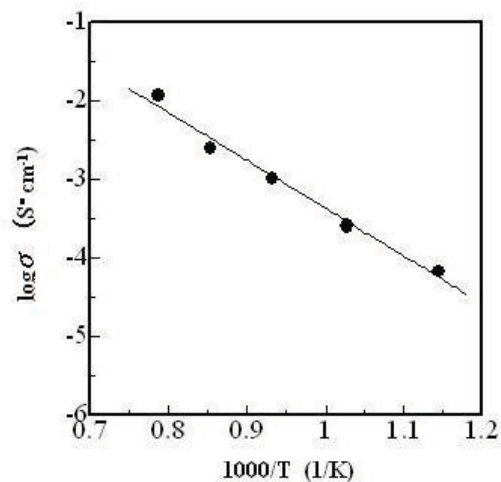


図2 YSZ繊維の酸素イオン電導度

図2は1000 $^{\circ}\text{C}$ で1時間熱処理をしたYSZ繊維の酸素イオン伝導度のアレニウスプロットを示す。試料と電極線の剥離はみられず、YSZ繊維の酸素イオン伝導性を測定する事ができた。YSZ繊維の酸素イオン伝導性はバルク体や薄膜と同様に測定温度に依存することが分かった。測定の原理原則は試料の形状やサイズに依存しないことから、バルク体の物性と比較を行なうことができる。本YSZ繊維においても同一組成のバルク体とは異なる物性を示すことが明らかとなった。

4. まとめ

本報告の方法により形状、サイズに関係なく通常バルク体と同様な分析方法で評価を行なうことが明らかとなった。セラミックスの物性は形状、サイズ、微細構造に大きく依存する。特に近年、デバイスの極小化、高性能化に伴い種々の形状、微細な構造を有するセラミックス材料が盛んに研究されている。そのような材料の誘電率、電気伝導度、光学特性などの評価分析に本法は有効であると考え、現在も様々な材料の評価・分析技術の開発に取り組んでいる。

5. 謝辞

本研究の成果の一部は科学研究費補助金（奨励研究：No. 24921008）の交付を受け行なった。

6. 参考文献

- [1] (社)日本セラミックス協会編：セラミックスのキャラクタリゼーション技術（1987）。
- [2] K. Shida and Y. Suyama, *J. Ceram. Soc. Japan*, 114, 590-593 (2006).
- [3] K. Shida, Y. Ohara, M. Matsuda and Y. Suyama, *J. Ceram. Soc. Japan* 120, 1-5 (2012) (in press).