

機能性材料の合成・分析を通じた研究教育支援

志田賢二

熊本大学工学部 技術部 生産構造技術系（機器分析・化学 WG.）

1. 緒言

筆者は平成 23 年 4 月より機器分析・化学 WG. に所属し、工学研究機器センター、マテリアル工学科共通機器の保守管理（SEM、XRD、TG-DTA 等）、学生実験（マテリアル工学科）、薬品、廃棄物の管理、安全教育などの業務に従事している（表 1）。その中でも機能性材料の合成・分析に関する依頼を数多く受けている。ルーチンの依頼分析等とは異なり、急を要する案件（研究発表等の締切り間近）、高度な知識や技術を要する案件も少なくない。それらに対して指導教官、学生、技術職員が連携して取組んだ研究教育支援業務の取り組みについて事例を挙げ報告する。

表 1 研究教育支援に関する業務（平成 23 年 4 月～）

業務	業務内容	学科
装置管理	XRD、熱分析装置等の保守、管理、操作講習	工研センター、マテリアル工学科
学生実験	実践ものづくり、マテリアル工学実験	マテリアル工学科
安全管理	薬品取扱い、廃棄物関連、事故防止	マテリアル工学科
研究支援	次世代エネルギー材料の合成・評価	マテリアル工学科
	光触媒反応の解明	機械システム工学科
	炭素材料の形状観察	
	土壌成分の分析、セメントの分析	社会環境工学科
	金属錯体の分析	情報電気電子工学科
セラミックス粒子の形状観察		

2. 事例紹介

燃料電池、リチウムイオン電池材料の合成

燃料電池材料として Ba-Y-Ce 系酸化物微粒子、Li イオン電池材料として Li-Fe-Si 系酸化物および Li-Mn-Ni-Co 系酸化物微粒子の合成に関する支援依頼を受けた。既存の合成技術をベースとしながらも、特性向上へ向けて「今までにない新しいアイデアを」との目標の下、液相合成法、噴霧凍結乾燥法と固相反応法を組合せ、焼成雰囲気の精密制御により目的物の合成を行なった。

実験は所定の濃度に調製した金属塩水溶液を液体窒素浴中のガラス製フラスコに噴霧器で吹き込み、凍結乾燥した（図 1）。噴霧凍結乾燥法により調製した前駆体粉末は酸素分圧を精密に制御した電気炉（図 2）で熱処理し目的酸化物粒子を得た。Li-Mn-Ni-Co 系酸化物については所定の濃度に調製した金属塩水溶液を水酸化ナトリウムで水酸化物として共沈させ、2 段階の熱処理を行い合成した。Li-Mn-Ni-Co 系酸化物については所定の濃度に調製した金属塩水溶液を水酸化ナトリウムで水酸化物として共沈させ、2 段階の熱処理を行い目的の酸化物微粒子を合成した。得られた粒子について SEM 観察、XRD 分析を実施し電池特性の評価に供した。



図1 噴霧凍結乾燥装置



図2 雰囲気精密制御焼成システム

本年度、当該研究テーマに配属された学生は卒業研究に取り組む学部4年生であった。本格的な「研究」に取り組むのは初めての事で当初は非常に緊張していた。指導教官のご意向もあり、事故防止の観点からも、実験にはできる限り立会い学生が単位操作を確実に習熟するよう心がけた。指導教官、学生、技術職員で実験の進捗状況やデータの解釈についてのディスカッションを定期的に行なった。研究開始から半年が過ぎた現在では材料の合成から機器分析まで一連の操作を全て学生が単独で実施している。

後日、今回合成したLi-Mn-Ni-Co系酸化物の充放電試験結果は理論容量のおよそ80%と高く、サイクル特性も良好との報告を受け、さらなる性能向上のため実験を継続している。

3. まとめ

機能性材料の合成・分析を通じた研究教育支援の一例について報告した。当該研究を通じて（1）薬品や寒剤（液体窒素）の安全な取扱い、（2）秤量、ガラス器具の取扱い、（3）ガス配管、電気炉の配線、工具の使い方、（4）材料の分析・評価（SEM、XRD、TG-DTA）を学部4年生と一緒に行なった。これらの各操作は学生実験や講義で経験済な項目もいくつか含まれている。しかしながら、自分の研究テーマとして単独で実施できるようになるまでにはトレーニングを重ねる必要がある。その際に、操作に習熟した技術職員が立会う事は非常に有効である。本事例より技術職員による研究教育支援において以下の点が重要であるとわかった。

- （1） 指導教官-学生-技術職員間の密なコミュニケーション。
- （2） 綿密な実験計画。
- （3） 実験への立会い、非常時にすぐ駆けつけられる体制。

日進月歩でめまぐるしく研究の高度化が進む中で、常に新しい知識、技術の研鑽に努め、依頼者の要望に応えられるような研究教育支援業務に取り組んでいきたいと思う。

4. 謝辞

技術研究会報告集へ事例の掲載をご快諾いただいた工学部マテリアル工学科松田元秀教授に感謝いたします。