

## 研 究 業 績

先進機能材料研究部門・環境材料研究グループ

〈論文〉

**“Complex Three-Dimensional Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nano-Raspberry: Highly Stable and Active Low-temperature CO”**

T. Fuchigami, R. Kimata, M. Haneda, K. Kakimoto  
Nanomaterials, **8** (9), 662 (2018)

水熱法により酸化コバルトナノ粒子の合成を検討したところ、添加剤を変えることで粒子形状を制御できることを明らかにした。特に、Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>を添加剤として用いるとラズベリー形状の粒子を合成することができ、室温付近においても極めて高いCO酸化活性を示すことを見出した。

**“Oxidative coupling of methane over Ba-doped Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst – Similarity with active site for direct decomposition of NO”**

M. Haneda, M. Tanaka, Y. Doi, N. Bion  
Molecular Catalysis, **457**, pp 74-81 (2018)

NO直接分解反応における触媒の活性点構造がメタン酸化カップリング反応と類似しているのではないかと推察し、Ba/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>触媒について詳細に検討した。その結果、NO直接分解活性とC<sub>2</sub>収率に極めて良好な相関性を得ることができた。FT-IR、酸素同位体交換などのキャラクタリゼーションの結果より、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>表面にナノ分散したバリウムが活性点として作用すること、酸素分子を解離吸着することで効果的に活性化できることを明らかにした。

**“Promoting Effect of Cerium Oxide on the Catalytic Performance of Yttrium Oxide for Oxidative Coupling of Methane”**

M. Haneda, Y. Katsuragawa, Y. Nakamura, A. Towata  
Frontiers in Chemistry, **6**, 581 (2018)

メタン酸化カップリング反応に活性を示すY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の更なる活性向上を目指し、酸素分子の活性化に着目して酸化セリウムの添加効果を詳細に検討した。その結果、最適な酸化セリウム添加量は3mol%であること、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>表面に分散した酸化セリウムが活性であること、酸素同位体交換反応から酸化セリウムの役割は酸素分子の解離吸着を促進することであることを明らかにした。

**“CO Adsorption Site Change Induced by Copper Substitution in a Ruthenium Catalyst for Enhanced CO Oxidation Activity”**

B. Huang, H. Kobayashi,\* T. Yamamoto, T. Toriyama, S. Matsumura, Y. Nishida, K. Sato, K. Nagaoka, M. Haneda, W. Xie, Y. Nanba, M. Koyama, F. Wang, S. Kawaguchi, Y. Kubota, H. Kitagawa  
Angewandte Chemie International Edition, **58**, pp 2230–2235 (2019)

ルテニウム (Ru) と銅 (Cu) の固溶型ナノ粒子はRuおよびCu単独と比較して高いCO酸化活性を示す。Cu<sub>0.2</sub>Ru<sub>0.8</sub>が最も高いCO酸化活性を示すが、両者を合金化することでCO分子の吸着エネルギーが低下すること、CO分子の新たな吸着サイトが生成することを *in situ* FT-IR および第一原理計算により明らかにした。

〈口頭発表〉

“Promoted three-way catalysis of rare earth – doped Rh/ZrO<sub>2</sub>”

M. Haneda, Y. Tomida, H. Sawada  
The Japan-German Joint Symposium on Advanced Catalysis Materials and Characterization, 19-21 June, 2018, Munich, Germany (Invited)

“Characterization of rare earth-doped CeO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> as oxygen storage materials by IR and isotopic transient kinetic analyses”

M. Haneda, Y. Nakamura, S. Yamada, K. Iwashina, R. Oshima, T. Sato, M. Inamura, T. Wakabayashi, Y. Nakahara  
TOCAT8, 5-10 August, 2018, Yokohama, Japan (Invited)

“Improvement of Low Temperature CO Oxidation Activity by Raspberry-Structure of Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanocrystals”

R. Kimata, T. Fuchigami, M. Haneda, K. Kakimoto  
IUMRS-ICEM 2018, 19-24 August, 2018, Daejeon, Korea

「Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ナノ粒子の形態制御による低温触媒活性」

木俣良介・瀧上輝顕・羽田政明・柿本健一  
日本セラミックス協会 第31回秋季シンポジウム  
2018年9月5-7日、名古屋

「ユニ状酸化ニオブナノ粒子の熱安定性と固体酸触媒活性」

瀧上輝顕・黒田真未・木俣良介・山本颯人・中村修一・羽田政明・柿本健一  
日本セラミックス協会 第31回秋季シンポジウム  
2018年9月5-7日、名古屋

“Bimetallic Pt/Pd diesel oxidation catalyst and its implementation by secondary additive metal”

M. Haneda, H. Hamada  
ICEC&EECAT2018, 22-26 September, 2018, Tianjin, China (Invited)

「実機耐久を実施した Pd 系三元触媒の *in situ* FT-IR による解析」

羽田政明・小川 誠・棚橋晃毅・岩知道均一  
第122回触媒討論会、2018年9月26-28日、函館

「第2成分を添加した白金担持バリウム含有複合酸化物の NO<sub>x</sub> 吸蔵脱離特性」

加古悠馬・稲村昌晃・若林 誉・中原祐之輔・羽田政明  
第122回触媒討論会、2018年9月26-28日、函館

「酸化イットリウムにナノ分散した酸化セリウム触媒上でのメタン酸化カップリング反応」

桂川侑也・羽田政明  
第122回触媒討論会、2018年9月26-28日、函館

「活性点構造の類似性に着目した NO 直接分解触媒のメタン酸化カップリング反応への展開」

田中真実・土井泰幸・羽田政明  
第48回石油・石油化学討論会、2018年10月17-18日  
東京（注目発表）

「*in situ* FT-IR および同位体酸素を活用した貴金属担持酸化セリウム系触媒の OSC 特性評価」

中村悠一郎・羽田政明  
第48回石油・石油化学討論会、2018年10月17-18日  
東京

“Studies on three-way catalysts -Improvement of catalytic performance and OSC characterization”

M. Haneda  
Lecture at University of Caen, 26 October, 2018, Caen, France (Invited)

「低分子の吸着架橋による複雑な3次元ナノ構造の創製と構造安定性」

瀧上輝顕・木俣良介・山本颯人・羽田政明・柿本健一  
日本セラミックス協会 東海支部 学術研究発表会  
2018年12月15日、名古屋

「酸化セリウム - 酸化イットリウムをベースとした複合酸化物触媒の高温 NO 直接分解反応」

竹中啓太・林 勇治・羽田政明  
第57回セラミックス基礎科学討論会、2019年1月16-17日、仙台

「IrRh 複合化触媒における三元触媒活性に及ぼす担体酸化物の影響」

高須基暢・山田省吾・金子貴大・羽田政明  
第57回セラミックス基礎科学討論会、2019年1月16-17日、仙台

「FT-IR および同位体酸素を活用した酸化セリウム系触媒の酸素貯蔵特性の評価」

中村悠一郎・羽田政明

第 57 回セラミックス基礎科学討論会、2019 年 1 月 16-17 日、仙台

浅尾直樹

日本化学会第 99 春季年会、2019 年 3 月 16-19 日 神戸

「セリア系酸化物の新規作製法の開発と耐熱性評価」

桑原 聖・佐野花織・梅津理恵・加藤秀実・羽田政明・

「触媒のみで実現可能な高温排ガス NOx 浄化技術の開発」

羽田政明

鉄鋼環境基金 研究助成＜大気分野＞ 成果報告会 2019 年 3 月 22 日、東京（依頼講演）

〈ポスター発表〉

「FT-IR と同位体酸素を活用した Pd/CeO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> の OSC 特性評価」

中村悠一郎・羽田政明

触媒学会西日本支部第 9 回触媒科学研究発表会 2018 年 6 月 8 日、名古屋

「同位体酸素を利用した貴金属担持 CeO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 触媒の OSC 特性評価」

中村悠一郎・羽田政明

第 122 回触媒討論会、2018 年 9 月 26-28 日、函館

「多孔性シリカに担持した Pd 触媒のメタン酸化活性」

伊藤義高・羽田政明

触媒学会西日本支部第 9 回触媒科学研究発表会 2018 年 6 月 8 日、名古屋

「多孔性シリカに担持したパラジウム触媒上でのメタン完全酸化反応」

伊藤義高・羽田政明

2018 JPIJS ポスターセッション、2018 年 10 月 17 日 東京

「アルカリ土類を添加した Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 触媒の高温 NO 直接分解」

竹中啓太・羽田政明

触媒学会西日本支部第 9 回触媒科学研究発表会 2018 年 6 月 8 日、名古屋

「アルカリ土類を添加した Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CeO<sub>2</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 触媒の高温 NO 直接分解活性」

竹中啓太・林 勇治・中村悠一郎・羽田政明

2018 JPIJS ポスターセッション、2018 年 10 月 17 日 東京

“*In situ* FT-IR study of three-way catalytic reaction over palladium catalysts supported on CeO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> based materials”

Y. Nakamura, M. Haneda

The Japan-German Joint Symposium on Advanced Catalysis Materials and Characterization, 19-21 June, 2018, Munich, Germany

“Three-way Catalytic Performance of Fe-doped Pd/CeO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> under Lean/Rich Perturbation Conditions”

Y. Nakamura K. Kusatsugu, M. Haneda

11<sup>th</sup> International Congress on Catalysis and Automotive Pollution Control (CAPOC11), 29-31 October, 2018, Brussels, Belgium

「硫酸根含有ジルコニア多孔体に担持した白金触媒の NO 選択還元活性」

花本浩平・高村研司・羽田政明

第 122 回触媒討論会、2018 年 9 月 26-28 日、函館

「脱合金酸化法を用いたセリア-ジルコニア固溶体の作製」

桑原 聖・佐野花織・梅津理恵・加藤秀実・羽田政明・浅尾直樹

第 123 回触媒討論会、2019 年 3 月 20-21 日、大阪

「第 2 成分添加 CeO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> に担持したパラジウム触媒の変動条件下での三元触媒特性」

草次健人・羽田政明

第 122 回触媒討論会、2018 年 9 月 26-28 日、函館

先進機能材料研究部門・エネルギー材料研究グループ

〈論文〉

**“A novel single-mode microwave assisted synthesis of metal oxide as visible-light photocatalyst”**

K. Kato, S. Vaucher, P. Hoffmann, Y. Xin and T. Shirai

Materials Letters 15 (2019) 125-128

本論文ではシングルモードマイクロ波磁場反応場を利用した金属チタン粒子の酸化反応により  $Ti^{3+}$  自己ドーピング型の酸化チタンを作製し、可視光応答型光触媒への応用について検討した。

**“Surface modification of fly ash by mechanochemical treatment”**

K. Kato, Y. Xin, T. Hitomi and T. Shirai

Ceramics International 45 (2019) 849-853

本論文ではメカノケミカル処理で粉碎・活性化させたフライアッシュ粒子の粉体特性を評価した。さらに、メカノケミカル処理時間に対するアルカリ溶液へのイオン溶出挙動変化について「粉碎効果」と「活性化効果」の複合モデルを提案し議論した。

**“High hole mobility of a semi-conductive alumina/nano-carbon ceramic composite fabricated by gel-casting and reductive sintering”**

Y. Xin, T. Kumazawa, M. Fuji and T. Shirai

Journal of the European Ceramic Society 39 (2019) 1730-1734

本論文ではゲルキャスト法と不活性雰囲気における還元焼成で高いキャリア移動度を持つ半導体ナノカーボン・セラミックス複合材料を開発し、焼成温度による半導体特性の変化について議論した。

**“Oxidative decomposition of volatile organic compounds on hydroxyapatite with oriented crystal structures”**

Y. Xin, H. Ikeuchi, J. Hong, H. Nishikawa and T. Shirai

Journal of the Ceramic Society of Japan 127 (2019) 263-266

本論文では気液界面析出法における a、c 面に配向した二種類の水酸化アパタイトを合成し、揮発性有機物の酸化分解触媒効果への影響について議論した。

**“A novel and facile synthesis of visible photoluminescence Si nanocrystals by room temperature mechanochemical disproportionation of SiO”**

Y. Xin, Y. Xu, J. Lee and T. Shirai

RSC Advances 9 (2019) 8310-8314

本論文では SiO のメカノケミカル処理で室温での不均化反応による、新たな可視光発光性を持つ Si ナノ結晶の作製手法を開発した。

**“Structural-Controlled Synthesis of Highly Efficient Visible Light  $TiO_2$  Photocatalyst via One-Step Single-Mode Microwave Assisted Reaction”**

K. Kato, Y. Xin and T. Shirai

Scientific Report 9 (2019) 4900

本論文ではマイクロ波特異反応場を利用することにより、金属チタン粒子をターゲットとして表面の化学構造が原子レベルで制御された酸化チタンを合成し、合成中の雰囲気を変化させた際のマイクロ波磁場加熱中における金属チタン粒子表面の特異酸化メカニズムを解明した。さらに可視光応答性光触媒への応用を検討した。

**“Solid-state reduction of silica nanoparticles via oxygen abstraction from  $SiO_4$  units by polyolefins under mechanical stressing”**

M. Senna, H. Noda, Y. Xin, H. Hasegawa, C. Takai, T. Shirai and M. Fuji

RSC Advances 8 (2018) 36338-36344

本論文ではシリカとポリオレフィンのメカノケミカル還元法により、一酸化ケイ素を合成し、メカノケミカル処理中の反応メカニズムを解明した。

**“Structural evolution of  $La_2Ti_2O_7$  at elevated temperatures”**

N. Ishizawa, K. Ninomiya and J. Wang

Acta Crystallographica Section B. B75 (2019).

<https://doi.org/10.1107/S2052520619002105>

層状ペロフスカイト構造を持つ  $La_2Ti_2O_7$  強誘電体の高温構造変化を単結晶 X 線回折法で調べた。単斜晶系の低温相 (L) は変調構造をもつ中間相 (IC) を経て斜方晶系の高温相 (H) に変化した。中間相 (IC)

は約 989 K と約 1080 K の間に出現した。L-IC 相転移は一時相転移で、結晶は 989K と 1027K の間で L-IC 二相共存領域をもっていた。中間相 (IC) の結晶構造は 3+1 次元超構造をもち、その変調ベクトルは基本セルの  $a_0$  に平行で、 $q = a a_0$  ( $a \approx 0.49$ ) と表現された。中間相と高温相間の IC-H 相転移は 1080 K 付近にあり、二次相転移に近い。この相転移において、低温相の L 型の原子配列をもつ構造モジュール

が単位胞サイズで交互に双晶した平板状ドメインと、低温相の L 型と高温相の H 型の構造モジュールが単位胞サイズで公互に双晶した平板状ドメインが中間相 (IC) に現れ、温度の低下とともに  $a$  の値は 1/2 に近づき、平板状ドメインの厚みが急速に増加した。しかし、L-IC 二相共存領域に入るとこれらは巨視的的双晶をもつ L 型構造に徐々に再編成され、IC 相は 989 K で最終的に消滅した。

〈著書〉

粉体の表面処理・複合化技術集大成－基礎から応用まで－ 基礎編 第3章 粒子表面特性の評価技術  
白井 孝  
第1節 粒子表面評価のための分析手法、テクノシ

ステム, 285-290  
本書では、TPDMS 法を用いたセラミックス粉体の表面評価に関する研究事例を紹介し、分析結果について考察を行った。

〈総説・解説・報文・その他〉

“Solution-Processed Functional Zinc Oxide Films”  
J. Hong, K. Katsumata, Y. Xin, T. Shirai, N. Matsushita  
先進セラミックスセンター年報 (2017) (名古屋工業大学先進セラミックス研究センター)、6、6-12  
2018年4月

「局所反応場制御による新規セラミックスプロセスの開発」  
白井 孝・藤 正督  
セラミックス (日本セラミックス協会) 53 (1) 38-42  
2018年1月

〈口頭発表〉

「高いキャリア移動度を持つ半導体ナノカーボン・セラミックス複合材料の開発」  
辛 韻子・熊澤知志・藤 正督・白井 孝  
粉体工学会 2018 年度春期研究発表会、2018 年 5 月 15-16 日、京都

「ヘキサメチレンテトラミンの熱分解による水酸化アパタイトの合成」  
安藤友里・辛 韻子・本田銀熙・白井 孝  
粉体工学会 2018 年度春期研究発表会、2018 年 5 月 15-16 日、京都

「マイクロ波磁場加熱技術を用いた特異構造を有する金属酸窒化物の創製とその応用」  
加藤邦彦・辛 韻子・白井 孝  
粉体工学会 2018 年度春期研究発表会、2018 年 5 月 15-16 日、京都

「ゾルゲル法による HAp/TiO<sub>2</sub> の複合粒子の合成とその応用」  
小林史明・辛 韻子・本田銀熙・西川治光・白井 孝  
粉体工学会 2018 年度春期研究発表会、2018 年 5 月 15-16 日、京都



「釉薬中の金属酸化物の構造及びその機能性への影響」  
紫藤壯大・本田銀熙・辛 韻子・白井 孝  
粉体工学会 2018 年度春期研究発表会、2018 年 5 月  
15-16 日、京都

“Controlling of pore structure of porous ceramics  
fabricated by gel-casting method”  
Y. Xin, D. Asai, J. Hong, T. Shirai  
CIMTEC2018, 4-14 June, 2018, Perugia, Italy  
(Invited)

「CNF による多孔質の気孔構造制御および断熱性向上  
技術の検討」  
辛 韻子・文 明・舟橋由晃・白井 孝  
バイオマス利用技術研究発表会、2018 年 8 月 30 日  
静岡大学

「可視光応答性光触媒のマイクロ波合成と室内環境浄化  
材への応用」  
加藤邦彦・辛 韻子・白井 孝  
バイオマス利用技術研究発表会、2018 年 8 月 30 日  
静岡大学

「粉体表面を反応場とした機能性材料の開発とその応用」  
白井 孝  
日本セラミックス協会第 31 回秋季シンポジウム  
2018 年 9 月 5-7 日、名古屋工業大学（招待講演）

「マイクロ波反応場による非量論型金属酸化物の新規合  
成法の開発と光触媒への応用」  
加藤邦彦・辛 韻子・白井 孝  
日本セラミックス協会第 31 回秋季シンポジウム  
2018 年 9 月 5-7 日、名古屋工業大学

「水酸化アパタイトの粒子形態に及ぼす pH 調整剤の影響」  
安藤友里、本田 銀熙、辛 韻子、白井 孝  
日本セラミックス協会第 31 回秋季シンポジウム  
2018 年 9 月 5-7 日、名古屋工業大学

「異なる合成法による HAp/TiO<sub>2</sub> 複合粒子の合成とそ  
の形態制御」  
小林史明・辛 韻子・西川治光・白井 孝  
日本セラミックス協会第 31 回秋季シンポジウム  
2018 年 9 月 5-7 日、名古屋工業大学

「ケイ酸塩化合物中における金属酸化物の構造及びその  
機能性評価」  
紫藤壯大・本田銀熙・辛 韻子・白井 孝  
日本セラミックス協会第 31 回秋季シンポジウム  
2018 年 9 月 5-7 日、名古屋工業大学

「異なる廃棄物系無機粒子におけるメカノケミカル効果  
への影響とその応用」  
亀山健吾・加藤日奈子・辛 韻子・本田銀熙・白井 孝  
日本セラミックス協会第 31 回秋季シンポジウム  
2018 年 9 月 5-7 日、名古屋工業大学

「界面反応場を利用した機能性材料の創製とその応用」  
白井 孝  
第 18 回 五セラミックス研究機関（東工大 - 名工大 -JFCC-  
AIST-NIMS）合同講演会、2018 年 10 月 1 日、名古  
屋（依頼講演）

「半導体ナノカーボン・セラミックス複合材料の開発と  
その特性評価」  
辛 韻子・熊澤知志・藤 正督・Nguyen Huu Hien・  
白井 孝  
日本セラミックス協会 2019 年年会、2019 年 3 月 24 日  
工学院大学

#### 〈ポスター発表〉

「炭素・セラミックス複合材料の開発と半導体特性評価」  
辛 韻子・熊澤知志・藤 正督・白井 孝  
第 56 回日本セラミックス協会東海支部東海若手セラ  
ミスト懇話会、2018 年 6 月 28-29 日、下呂

「マイクロ波磁場反応場を利用した非量論型金属酸化物  
の創製とその応用」  
加藤邦彦・辛 韻子・白井 孝

第 56 回日本セラミックス協会東海支部東海若手セラ  
ミスト懇話会、2018 年 6 月 28-29 日、下呂

「メカノケミカル処理による廃棄物系粒子の活性化と評価」  
亀山健吾・加藤日奈子・辛 韻子・本田銀熙・白井 孝  
第 56 回日本セラミックス協会東海支部東海若手セラ  
ミスト懇話会、2018 年 6 月 28-29 日、下呂

「異なる pH 調整法による水酸化アパタイトの結晶異方性制御」  
安藤友里・辛 韻子・本田銀熙・白井 孝  
第 56 回日本セラミックス協会東海支部東海若手セラミスト懇話会、2018 年 6 月 28-29 日、下呂

「HAp/TiO<sub>2</sub> 複合粒子の形態制御と VOC ガス分解特性の評価」  
小林史明・辛 韻子・本田銀熙・西川治光・白井 孝  
第 56 回日本セラミックス協会東海支部東海若手セラミスト懇話会、2018 年 6 月 28-29 日、下呂

「釉薬中の金属酸化物の違いによるセラミックス機能性への影響」  
紫藤壯大・本田銀熙・辛 韻子・白井 孝  
第 56 回日本セラミックス協会東海支部東海若手セラミスト懇話会、2018 年 6 月 28-29 日、下呂

“Fabrication of Ceramic/Nano-carbon Composites by Combination of Gel-Casting and Reductive Sintering”  
T. Shirai, Y. Xin, H. H. Nguyen  
The 20<sup>th</sup> International Symposium on Eco-Materials Processing and Design, 4-7 January, 2019, Sun Moon University, Korea

“Porous Hydroxyapatite with Controlled Pore Structure Fabricated via Gel-Casting and Its Application as VOC Decomposition Filter”  
Y. Xin, D. Asai, T. Shirai  
The 20<sup>th</sup> International Symposium on Eco-Materials Processing and Design, 4-7 January, 2019, Sun Moon University, Korea

“Effect of Excess Energy through Ball Milling Process on Surface Hydration Behavior of Ceramic Powder”  
W. Shimizu, Y. Xin, H. H. Nguyen, T. Shirai  
The 20<sup>th</sup> International Symposium on Eco-Materials Processing and Design, 4-7 January, 2019, Sun Moon University, Korea

“Structural-Controlled Synthesis of Hydroxyapatite via Hexamethylenetetramine As pH Adjustor”  
Y. Ando, Y. Xin, T. Shirai  
The 20<sup>th</sup> International Symposium on Eco-Materials Processing and Design, 4-7 January, 2019, Sun Moon University, Korea

“VOC decomposition on A HAp/TiO<sub>2</sub> composite synthesized by Sol-Gel Process”  
F. Kobayashi, Y. Xin, T. Shirai

The 20<sup>th</sup> International Symposium on Eco-Materials Processing and Design, 4-7 January, 2019, Sun Moon University, Korea

「製造方法の違いが及ぼすミリング処理による表面変質への影響」  
清水和加子・辛 韻子・Nguyen Huu Hien・白井 孝  
第 7 回日本セラミックス協会 MFD 研究会、2019 年 3 月 4-5 日、東北大学

「メカノケミカル還元法による WO<sub>3</sub> の表面改質とその応用」  
須藤隆文・辛 韻子・Nguyen Huu Hien・白井 孝  
第 7 回日本セラミックス協会 MFD 研究会、2019 年 3 月 4-5 日、東北大学

「元素ドーピングによるセラミックス/ナノカーボン複合体の半導体特性制御」  
竹内優弥・辛 韻子・Nguyen Huu Hien・白井 孝  
第 7 回日本セラミックス協会 MFD 研究会、2019 年 3 月 4-5 日、東北大学

「マイクロ波特異反応場を利用した酸化物の合成と磁場加熱挙動の解明」  
永田 拓・辛 韻子・Nguyen Huu Hien・白井 孝  
第 7 回日本セラミックス協会 MFD 研究会、2019 年 3 月 4-5 日、東北大学

「アルミノケイ酸塩含有廃物の有効利用とその評価」  
齋藤拓也・辛 韻子・Nguyen Huu Hien・白井 孝  
第 7 回日本セラミックス協会 MFD 研究会、2019 年 3 月 4-5 日、東北大学

“Heat Resistance of Transparent Polycrystalline Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Dopant Produced by Two-step Pulsed Electric Current Sintering”  
Nguyen Huu Hien, T. Shirai, M. Nanko  
日本セラミックス協会 2019 年年会、2019 年 3 月 24 日、工学院大学

「マイクロ波合成による銀ナノ粒子生成過程の解明」  
岩崎亮太・辛 韻子・Nguyen Huu Hien・白井 孝  
日本セラミックス協会 2019 年年会、2019 年 3 月 24 日、工学院大学

「ヨウ素溶液含浸による炭素複合セラミックスの導電率向上」  
竹内優弥・辛 韻子・Nguyen Huu Hien・白井 孝  
日本セラミックス協会 2019 年年会、2019 年 3 月 24 日、工学院大学

〈受賞〉

- |  |   |
|--|---|
| <p>「第56回日本セラミックス協会東海支部東海若手セラミスト懇話会夏季セミナー優秀発表賞」<br/>加藤邦彦・辛 韻子・白井 孝<br/>2018年6月29日、下呂</p>        | <p>2018年9月7日、名古屋工業大学</p>  |
| <p>「第56回日本セラミックス協会東海支部東海若手セラミスト懇話会夏季セミナーベストディスカッション賞」<br/>加藤邦彦・辛 韻子・白井 孝<br/>2018年6月29日、下呂</p> | <p>「第57回日本セラミックス協会東海支部東海若手セラミスト懇話会秋季講演会ベストディスカッション賞」<br/>加藤邦彦<br/>2018年10月19日、名古屋工業大学</p>   |
| <p>「日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム優秀発表賞」<br/>加藤邦彦・辛 韻子・白井 孝<br/>2018年9月7日、名古屋工業大学</p>                  | <p>「第57回日本セラミックス協会東海支部東海若手セラミスト懇話会秋季講演会ベストディスカッション賞」<br/>舟橋由晃<br/>2018年10月19日、名古屋工業大学</p>   |
| <p>「日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム優秀発表賞」<br/>紫藤壮大・本田銀熙・辛 韻子・白井 孝<br/>2018年9月7日、名古屋工業大学</p>             | <p>「第57回日本セラミックス協会東海支部東海若手セラミスト懇話会秋季講演会ベストディスカッション賞」<br/>岩崎亮太<br/>2018年10月19日、名古屋工業大学</p>   |
| <p>「日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム優秀敢闘賞」<br/>亀山健吾・加藤日奈子・辛 韻子・本田銀熙・白井 孝<br/>2018年9月7日、名古屋工業大学</p>       | <p>「第7回日本セラミックス協会 MFD 研究会ポスター奨励賞」<br/>須藤隆文・辛 韻子・Nguyen Huu Hien・白井 孝<br/>2019年3月5日、東北大学</p> |
| <p>「日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム優秀敢闘賞」<br/>小林史明・辛 韻子・西川治光・白井 孝<br/>2018年9月7日、名古屋工業大学</p>             | <p>「第7回日本セラミックス協会 MFD 研究会ポスター奨励賞」<br/>竹内優弥・辛 韻子・Nguyen Huu Hien・白井 孝<br/>2019年3月5日、東北大学</p> |
| <p>「日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム優秀敢闘賞」<br/>安藤友里・本田銀熙・辛 韻子・白井 孝</p>                                   | <p>「第7回日本セラミックス協会 MFD 研究会ポスター奨励賞」<br/>齋藤拓也・辛 韻子・Nguyen Huu Hien・白井 孝<br/>2019年3月5日、東北大学</p> |

先進材料設計研究部門・材料創製研究グループ

〈論文〉

- |   |  |
|---|--|
| <p>“The synthesis of a porous-type of TiO<sub>2</sub> with rutile structure”<br/>Y. Yamashita, K. Ishiguro, D. Nakai, M. Fuji</p> | <p>Advanced Powder Technology, 29 (10), 2521-2526, 2018<br/>本研究は、ルチル構造を持つ多孔質チタニア粒子の合</p> |
|---|--|



成を試みたものである。垂直型環状炉内で自然落下法を用いてフェームドチタニアに熱処理を施した。特に熱処理の温度や時間を検討した。熱処理時間1秒未満ではアナターゼ型からルチル型への劇的な多形化が観察された。また、ルチル型生成比と多孔質チタニアの比表面積の関係には熱処理温度が依存することが明らかとなった。さらに得られた多孔質チタニア粒子は沈降試験により高い分散性が示したが、粒子径は比較的大きいことが明らかとなった。

**“Non-firing ceramics: Activation of silica powder surface for achieving high-density solidified bodies”**

Y. Nakashima, Hadi Razavi Khosroshahi, C. Takai, M. Fuji

Advanced Powder Technology, 29 (8), 1900-1903, 2018.8

本研究は、セラミックス無焼成製造技術における粒子表面活性化を水蒸気吸着法により明らかとしたものである。セラミックスの無焼成製造技術では、原料粉体をボールミルなどにより機械的処理することで粒子表面を活性化させ、アルカリ溶液などで処理することで粒子間に固体架橋を形成させ、セラミックスを製造する手法である。本研究では、この活性化を水蒸気吸着法により分析した。水蒸気吸着法により、分析することで粒子表面での水酸基の形成、活性サイトの形成を定性的に評価し、処理時間の増大に対しそれらの構造が粒子表面に導入されることを明らかとした。

**“Effect of CNTs on morphology and electromagnetic properties of non-firing CNTs/silica composite ceramics”**

Bo Peng, C. Takai, Hadi Razavi Khosroshahi, M S EL Salmawy, M. Fuji

Advanced Powder Technology, 29 (8), 1865-1870, 2018.8

本研究は、シリカセラミックスにカーボンナノチューブ (CNTs) を複合し、その形態や電磁特性への影響を調査したものである。炭素複合セラミックスは高い靱性や電気伝導率が期待されている。しかし、高温焼成を必要とする一般のセラミックスでは、炭素が分解され、複合化が難しい。本研究では、低温でセラミックスを作製できる無焼成固化プロセスを用いることでCNTsとシリカの複合化に成功した。作製したCNTs/シリカ複合体は電気抵抗 66.6  $\Omega$  を示し、曲げ強度は 13.8 MPa を示した。また、広い周波数において電磁波吸収率 70% を超えることが明らかとなった。このことから、CNTs/シリカ複合体は電磁波吸収体としての応用が期待できる。

**“Chemical and thermal properties of VO<sub>2</sub> mechanochemically derived from V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> by co-milling with paraffin wax”**

C. Takai, M. Senna, S. Hoshino, Hadi Razavi Khosroshahi, M. Fuji

RSC Adv., 8, 21306-21315, 2018

本研究は、メカノケミカル還元法を用いて V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> から得られた VO<sub>2</sub> の化学・熱特性を評価したものである。還元剤としてパラフィンワックスを用いて V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> と共粉砕することで還元を行った。粉砕時間が3時間、V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>:パラフィンの質量比 30:1 で VO<sub>2</sub> の純粋な相が形成されることが明らかとなった。また、53 - 60°C 及び 67 - 79°C の加熱・冷却時に正方晶系と単斜晶系の可逆的な転移が観察された。得られた VO<sub>2</sub> 粒子 0 の潜熱は 20 Jg<sup>-1</sup> を超え、従来のものよりも優れていることが示された。Cr または Mo を 1wt% ドープした VO<sub>2</sub> の潜熱に増加は見られなかった。イオンエッチングと X 線光電子分光法を組み合わせることで V<sub>2p3/2</sub> のピークを分析した結果、ドープしていない VO<sub>2</sub> 粒子では全体的に V<sup>4+</sup> が豊富であることが明らかとなった。このことから少量のパラフィンワックスと共粉砕することで V の低配位化を促すことができると示唆された。

**“Experimental Investigation of a Rising Bubble in Aqueous Gelatin Solution under Gelation Process”**

S. Iwata, Y. Saiki, R. Nagumo, H. Mori, M. Fuji, Ruben Labandera Menchavez

Journal of the Society of Rheology, 46 (3), 107-115, 2018

ゲル化プロセスにおける溶液中の泡の上昇速度と形状の変化を調べた。二つの異なる大きさの泡を生成させるために、ゼラチン水溶液で満たされた二つの異なる実験系で実験を行った。ゲル化は温度を制御した冷却システムによって進行を遅くした。その時の粘弾性は、レオメーターを用いて調べ、温度はすべての試料で同じにした。測定結果より、泡の形状はゲル化の進行によって溶液の粘度が変化することと一致した。ゼラチン溶液のゲル化したタイミングは、上昇する泡の形が球状から上下に長い形などに変化することから判断した。また、測定において泡周囲のゲル構造に依存しないという観点から、測定には小さな泡が適していることが観察された。本研究で用いた測定方法は、簡単でプロセスの観察に便利である。

**“Effects of hydrothermal temperature and time of hydrochar from Cattail leaves”**

Dolrudee Jaruwat, Parncheewa Udomsap, Nuwong Chollacoop, M. Fuji, Apiluck Eiad-ua

American Institute of Physics Conference Proceedings 2010, 020016-1-020016-8, 2018

水熱炭化法によってガマの葉から水熱炭化物を生成させることを成功した。細孔の生成や表面積に与える影響を調べるために、水熱炭化処理の温度を 160 ~ 200℃、反応時間を 4 ~ 24 時間で変化させて評価を行った。試料の評価には、走査型電子顕微鏡 (SEM) や FT-IR、ラマン測定を、それぞれ形態変化の評価・表面基の評価・表面の炭素評価のために用いた。これらの結果より、水熱炭化処理の温度や時間が増加すると、表面にアモルファス炭素や芳香族基が増加することがわかった。また、ガマの葉の水熱炭化は、200℃、12 時間で最もヘミセルロースやセルロースの分解が進行することがわかった。

**“Effects of transition metal during the hydrothermal carbonization on characteristics of carbon materials”**

Peeranuch Sangjumras, Parncheewa Udomsap, Napat Kaewtrakulchai, Apiluck Eiad-ua, M. Fuji, Sutech Chutipachit

American Institute of Physics Conference Proceedings 2010, 020014-1-020014-6, 2018

農業廃棄物から生み出されるバイオマスは、水熱炭化法を用いることで炭素によって変化する。本研究では、バイオマスを 200℃で 24 時間、水熱炭化処理を行い、金属に変化させる触媒として用いることを検証した。実験には、Cu (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Cd (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Fe (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, Ni (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Ba (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> などの金属塩溶液を用い、濃度は 5 wt% とした。それらの表面の性質や生成した炭素の形態的な変化を調べるために FT-IR と SEM を用いて評価を行った。

生成した炭素上に残った金属粒子は、高い触媒機能を持っていることが判明した。このことから、水熱炭化法において、金属の変遷を組み合わせることは、簡単な方法で触媒を用意することが出来る効率的な手法である。

**“Zeolite P from kaolin via hydrothermal method”**

Apiluck Eiad-ua, Phanwasa Amnaphiang, Panuruj Asawaworarit, Nongluck Hounghamhang, Nuwong Chollacoop, M. Fuji

American Institute of Physics Conference Proceedings 2010, 020021-1-020021-5, 2018

ゼオライト P は天然カオリンから二段階水熱法により合成した。タイの Lampang 産の天然カオリンをこ

の研究に用いた。最初の水熱工程では、カオリンを水酸化ナトリウム溶液と 200℃で 3 ~ 5 時間の異なる反応時間で混合した。水酸化ナトリウムおよび塩酸を混合物に添加して、それらがゲルになる前にそれらの pH を調整した。2 番目の水熱工程では、ゲルを 90℃で 3 日間保持してゼオライト P を得た。合成したゼオライト P は、型と結晶化を同定するために X 線回折 (XRD) により特性化した。形態は走査電子顕微鏡 (SEM) を用いて観察した。官能基はフーリエ変換赤外分光 (FT-IR) により特性化した。この研究から、最初の水熱活性化および塩酸濃縮における反応時間の増加が高品質のゼオライト P をもたらすことが見出された。

**“Influence of hydrothermal and calcination process on metakaolin from natural clay”**

Suphada Srilai, Napat Kaewtrakulchai, Gasidit Panomsuwan, M. Fuji, Apiluck Eiad-ua

American Institute of Physics Conference Proceedings 2010, 020018-1-020018-6, 2018

本研究では、メタカオリンを Lampang 地方の天然粘土から水熱および煅焼プロセスを介して合成した。水熱過程は 160℃、180℃ および 200℃ から 4、8、12 時間の異なる温度で研究した。煅焼工程は 2 時間 500 から 900℃までの異なる温度で研究した。得られた生成物の物理的形態を走査型電子顕微鏡により観察したところ、得られた生成物の表面は、温度が上昇すると表面積が増大し、より粗くなった。また、化学構造分析に FT-IR 分光法を用いた結果、ランバーン粘土が 200° C で 8 時間の水熱合成、続いて 800° C と 900° C での煅焼、そしてほとんどの条件を通してメタカオリンに変換できることが示唆された。メタカオリンの表面積の改善は、触媒の触媒活性のための高い金属分散をもたらす。

**“Effect of silane modification on CNTs/silica composites fabricated by a non-firing process to enhance interfacial property and dispersibility”**

Bo Peng, C. Takai, Hadi Razavi Khosroshahi, M. Fuji  
Advanced Powder Technology, 29 (9), 2091-2096, 2018.9

カーボンナノチューブ/セラミック複合材料は、その優れた特性により注目を浴びている。焼結は信頼性の観点からセラミック製造における極めて重要な部分だが、カーボンナノチューブ (CNT) ベースのセラミック複合材料の焼結は困難である。この研究では、シラン官能基化 CNT とシリカセラミックとの界面結合を、非焼成焼結法によって調べた。最初に、CNT にシラン 3 - アミノプロパルトリエトキシシラン (APTES)

を用いて混酸によって処理し、セラミック体における CNT の化学結合および分散性を改善する。CNT / シリカセラミック複合材料の APTES 化学官能化の範囲と機械的性質は、ラマン分光計、FT-IR 分析、X 線光電子分光法 (XPS)、走査型電子顕微鏡 (SEM) および三点曲げ強度試験を用いて解析した。結果は、安定した CNT - シリカ界面、優れた分散性、および良好な機械的性質を有する複合材料が焼結なしでうまく調製されたことを示した。

**“Influence of the PAA concentration on PAA/NH<sub>3</sub> emulsion template method for synthesizing hollow silica nanoparticles”**

Y. Nakashima, C. Takai, Hadi Razavi Khosroshahi, M. Fuji

Colloids and Surfaces A, 546 (5), 301-306, 2018

この論文では、異なるポリアクリル酸 (PAA) 濃度による中空粒子の合成のメカニズムと合成した中空粒子の構造への PAA 濃度の影響について記載されている。アンモニア水と反応する PAA は、エタノール中でシリカコーティングのテンプレートとしてはたらし、中空粒子を作製するに当たって水によってテンプレートを除去できるため簡便な方法である。テンプレートとして低い濃度の PAA 溶液 (1mM 以下) を用いた場合、PAA 凝集体の高い表面分子運動に起因して PAA の凝集体上にシリカシェルがほとんどできる。15mM を超える高濃度 PAA 溶液の場合は、エタノール中の PAA 凝集体の高い溶解度に起因して中空粒子と共に高密度のシリカナノ粒子も分散する。結果、安定した PAA 凝集体は 3 ~ 15mM の PAA 濃度で作製できる。この範囲では、中空粒子は PAA 濃度の減少に伴ってより小さくとり単分散となる。結果として、PAA とアンモニアの相互作用は、中空粒子の単分散を制御するに当たって最も重要であるということが分かった。

**“Solid-state reduction of silica nanoparticles via oxygen abstraction from SiO<sub>4</sub> units by polyolefins under mechanical stressing”**

M. Senna, H. Noda, Yunzi Xin, H. Hasegawa, C. Takai, T. Shirai, M. Fuji

RSC Adv., 8, 36338, 2018

最も高い酸化数より低い酸化数を有する金属酸化物は魅力的な機能特性を示すことがある。しかし、安定な酸化物の従来の化学的または熱的還元は面倒であり、そして適当な還元度で止めることはできない。したがって、ここで外部加熱を行わず、固体状態で従来とは違う還元プロセスを模索する。SiO<sub>2</sub> の亜酸化物である SiO<sub>x</sub> (1 < x < 2) への還元プロセスの独自の特徴

は、ヒュームドシリカナノ粒子をポリオレフィン (POL)、言い換えれば、ポリプロピレン (PP) またはポリエチレン (PE) およびフッ素含有シリカ、ポリフッ化ビニリデン (PVDF) とミリングすることによって可能になった。<sup>29</sup>Si の電子状態と配位状態を、それぞれ Si2p XPS スペクトルと <sup>29</sup>Si MAS NMR で調べた。それらは、熱経路を介して得られる類似の市販品とは著しく異なる結果であった。SiO<sub>2</sub> の還元度の基準として Si MAS NMR の化学シフトから判断すると、還元剤としての POL の機能は PP > PE > PVDF の順で良い。現在の固相反応は中間体としての不安定なガス状 SiO の形成がないので、生成物は金属 Si に近い Q<sup>0</sup> 状態で Si 成分を含まない。これらの結果から、我々は現在のシリカを POL と共粉砕することによって得られる亜酸化ケイ素は、ランダム混合モデルよりも SiO のランダム結合モデルとして定義されるものに近く、前者は熱処理によって達成することができない。固体還元の主なメカニズムは、分極した POL による SiO<sub>4</sub> ユニットからの酸素分離であり、同時に炭素状態までの酸化分解である。反応プロセスは、亜酸化ケイ素の新たな手頃な価格の製造方法を提供することができるように、単純で規模が大きいのである。

**“Electrical conductivity of hydrothermally synthesized sodium lithium magnesium silicate”**

Chunxi Hai, Yuan Zhou, M. Fuji, T. Shirai, Xiufeng Ren, Jinbo Zeng, Xiang Li

Materials Research Bulletin, 97 (1), 473-482 2018.1

本研究は、Qarhan Salt Lake の塩水から水熱合成したナトリウムリチウムマグネシウムシリケート (Na ヘクトライト) 分散液の導電率に関する研究である。用いた水熱処理手順の継続時間によって、70~500 の範囲の調整可能なアスペクト比を有する多孔質ヘクトライト試料を、c 軸に沿って積み重ねて剥離した試験片から製造した。さらに、これらの積み重ねられた層の外観および拡大されたサイズのおかげで、180℃で 96 時間以上処理することで得られた Na ヘクトライトは、濃度が 1.25 mg · mL<sup>-1</sup> より高いときに × 10<sup>-4</sup> S/cm を超える平均導電率を有する。この平均導電率は、大きさ、結晶化度およびアスペクト比によって大きく影響される。

**“Optimization of ionic liquid-incorporated PLGA nanoparticles for treatment of biofilm infections”**

C. Takahashi, Y. Kawashima, S. yagi, C. Takai, T. Murai, M. Tanemura, M. Fuji, H. Yamamoto, Y. Hattori, N. Ogawa

Materials Science & Engineering C, 97, 78-83, 2019



イミダゾリウム系カチオンによるイオン溶液は、細胞への高い浸透性・高い抗菌活性・生態適合性を持つ。本研究の、ヘキサフルオロリン酸を取り入れた1-メチル-3-メチルイミダゾリウム、修飾キトサン、サブミクロン PLGA ナノ粒子は水中エマルジョン溶媒拡散法により準備された。ツイン 80 やポリクサマー 188 のような表面活性剤を使って準備された、イオン溶媒を取り入れた PLGA 粒子はバイオフィーム中の細菌に対して高い抗菌活性を示した。加えて STEM の環状検出器による暗視野法により抗菌メカニズムを明らかにした。以上より、PLGA 粒子を使った、バイオフィーム感染症治療のためのドラッグデリバリーシステムの可能性を高めた。

**“Oxidation/reduction control of the VO<sub>2</sub> nanoparticle in the nano-confined space of the hollow silica nanoparticle”**

C. Takai-Yamashita, M. Ando, Hadi Razavi Khosroshahi, M. Fuji

Colloids and Surfaces A, 566, 134-140, 2019

二酸化バナジウムは優れたサーモクロミック特性を示す。しかし可視光透過性が乏しいため、中空シリカナノ粒子のシリカシェル上への固定化を提案した。テンプレート法により作製された中空シリカナノ粒子の細孔を通して、バナジウム前駆体が内部に浸透、窒素雰囲気下での結晶化プロセスにより、バナジウム粒子を高い分散性にて固定化した。水中でのバナジウム / 中空シリカナノ粒子は、市販のバナジウム粒子よりも高い可視光透過性を示し、赤外領域におけるサーモクロミック特性は、市販品に近い性能を示した。

**“Non-firing ceramics: Activation of silica powder surface by a planetary ball milling”**

Y. Nakashima, Hadi Razavi Khosroshahi, H. Ishida, C. Takai, M. Fuji

Advanced Powder Technology, 30 (2), 461-465, 2019

本研究は、粉碎を伴う遊星ボールミル処理における粒子表面の活性化に言及したものである。粉碎を伴う条件下では、粉体の表面活性化に加え、粉碎により形成される新生面での活性化が生じる。粒子表面の活性化の大部分は、処理の最初期で完了し、その後は新生面の形成により活性化が進行することを明らかとした。また、水蒸気吸着量と実際に作製した無焼成セラミックスのビッカース硬度との間に強い相関性があることを明らかとした。

**“High hole mobility of a semi-conductive alumina/nano-carbon ceramic composite fabricated by gel-casting and reductive sintering”**

Yunzi Xin, T. Kumazawa, M. Fuji, T. Shirai

Journal of the European Ceramic Society, 39, 1730-1734, 2019

従来品の 80 倍の正孔移動度を有する半導体アルミナ / ナノカーボンセラミック複合材料をゲルキャストリングと還元焼結によって製造した。この優れた半導体性能は、制御されたグラファイト構造を有するナノカーボンによって誘起された均一な導電経路に起因すると考えられる。加えて、ナノカーボンの構造に及ぼす焼結温度の影響と複合材料の半導体特性との関係を系統的に調べた。

**“Acceleration of tungsten doping on vanadium dioxide (VO<sub>2</sub>) by alkali species”**

C. Takai-Yamashita, M. Ando, Hadi Razavi Khosroshahi, M. Fuji

Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 567, 1-6, 2019

単斜晶系二酸化バナジウムは、単斜晶系（半導体）から正方晶系（金属）への可逆的相転移を起こし、良好なサーモクロミック特性を示す。本研究では、サーモクロミズムのためのタングステンドーピングの有無にかかわらず VO<sub>2</sub> 結晶形成に対する NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>、NH<sub>3</sub> / H<sub>2</sub>O、および NaOH の添加の影響を調べた。

**“Manipulating the chemical affinity and kinetics of 3D silica particle network via the phase-separation technique”**

C. Takai, H. Nagamine, Y. Nakashima, Peng Bo, M. Fuji

Advanced Powder Technology, 29, 3062-3069, 2018

非溶媒誘起マイクロ相分離（NIPS）法に基づく粒子の自己組織化ネットワークのための簡潔で多用途な技術を開発した。この技術を様々な物理的性質を有する粒子に応用するために、粒子の表面をハンセン分散性パラメータ（HDP）を用いて同定した。未改質シリカと改質シリカの HDP の比較から、ポリマーとしての酢酸セルロースによるシリカの捕捉には NH<sub>2</sub> 基が適している。提案した技術は、球状酸化物粒子だけでなく、非酸化物、様々な形状および構造に対しても有効である。また、粒子特性に応じて、断熱、光拡散、および導電性発現のための機能性フィルムおよびバルク材料を得ることができる。

**“Influence of CaCO<sub>3</sub> pore-forming agent on porosity and thermal conductivity of cellulose acetate materials prepared by non-solvent induced phase separation”**

W. Suthabanditpong, C. Takai, Hadi Razavi Khosroshahi, Y. Okada, M.S. El-Salmawy, M. Fuji  
Advanced Powder Technology, 30 (1), 207-213, 2019

管状セルロースアセテート (CA) を用いた断熱材料の作製を試みた。実験に用いた CA は、非溶媒誘起相分離 (NIPS) 法によって調製した。CA 濃度は 20 ~ 40wt% の範囲で変化させた。また、非溶媒として用いた水の温度は 5 ~ 50℃ とした。FE-SEM の結果より、20℃ における 30wt% の CA 溶液が元の CA と比較して高気孔構造を有する管状 CA 材料を提供した。しかし、その気孔径は空気の平均自由行程と比較して大きすぎたため、炭酸カルシウム (CaCO<sub>3</sub>) を気孔径を減少させるための孔形成剤として使用した。CA シート中の (CaCO<sub>3</sub>) 粒子の量は、調製した材料の気孔率と熱伝導率の影響を調査するために 50 および 60wt% で変化させた。結果として、60vol% の (CaCO<sub>3</sub>) を除去した後の CA シートが、空気の平均自由行程よりも小さいサイズの孔を有した。得られた試料は、熱伝導率 0.043W/mk を示した。

**“Direct growth of lithium magnesium silicate nanotubes on a glass slide”**

Chunxi Hai, Yuan Zhou, Feng Wang, M. Fuji  
CrystEngComm, 20, 4694-4701, 2018

ケイ酸塩ガラススライド上にケイ酸リチウムマグネシウム (ヘクトライト) ナノチューブを直接成長させるための新規で容易な一段階水熱法を開発した。格子欠陥により誘起された表面張力により、はじめに合成された二次元ヘクトライトナノシートはその場で自発的に硬化し、水熱条件下でスライドガラス基板上に約 100-200nm の外径および数マイクロメートルの長さを有するナノチューブを形成した。これは、ケイ酸塩源として様々な水コロイド材料を使用する従来の水熱

法から調製されたものとは全く異なる。また、特性評価により、バルク基板ガラススライドおよびアルカリ条件を用いることが、高強度の表面負電荷を有するチューブ状合成ヘクトライトを得るためには重要であることを示唆している。ヘクトライトナノチューブのバンドギャップは拡散反射分光法 (DRS) によると 3.16eV であり、これはヘクトライトシートのバンドギャップよりはるかに狭い。さらに、同じ測定条件下における合成ヘクトライトのイオン伝導率は増加するが、これは主にキャリア濃度の増大およびキャリアの移動度の増大に起因する。

**“Large-scale synthesis of uniformly dispersed hexagram-like gibbsite by a controlled replacement reaction”**

Chunxi Hai, Yuan Zhou, Lijuan Zhang, abd Yanxia Sun, Xiang Li, Yue Shen, Huaijin Zhan, Qier Han, Jianghua Liud, Hongbo Ren  
CrystEngComm, 19, 3850-3855, 2017

Al 粉末と水の置換反応を介して横サイズが約 2.5 μm、厚さが約 100nm の均一に分散した 2 次元の六角形の星状ギブサイトマイクロ-ナノ結晶の大量合成のための容易で便利で温和な方法を開発した。反応溶媒の水をエチレングリコールで置き換えることが反応を効果的に緩和するだけでなく、形状、結晶構造、および分散性の制御にも有益であるという結論を得た。一方で、反応速度を低下させること以外に、同じ機能を他の無機溶媒、例えば無水エタノールに起因させることはできない。この結論は、XRD、FE-SEM、TEM、FT-IR、TGA および PSD 測定によって得られた。また、EG-H<sub>2</sub>O 混合物中の調製されたままのギブサイト粉末のバンドギャップは 5.78eV であり、これは主にその表面の O<sup>2-</sup> に起因する。

理論的には、高い結晶化度および純度を有するギブサイト粉末を大量生産するためのこの簡単な合成手順のスケールアップは非常に容易であるはずであると考えられる。

〈著書〉

粉体入門セミナーⅢ「粉をあやつる」

5. 粉体成形・粉体を形にする

藤 正督

日本粉体工業技術協会、129-153

粉体成形を利用したセラミックス製造では、最終製品

の材料特性に影響する微構造が重要となるがこの微構造は成形体内の粉体充填構造により決定される。成形時に発生した大きな空隙は焼結後でも気孔として存在する。すなわち、プロセスの前半で材料の運命は決まっている。焼結後に残った気孔の中で最大で扁平な気孔



が材料の破壊減となる。また、まったく同じ材料であっても強度をそのまま測定するときと、小さく分割して測定するときでは、平均強度は後者のほうが高い。これは材料の体積効果として知られている。さらに、成形時の粒子充填状態や偏析で焼結時の変形が運命付けられている。成形体の上が密充填や小粒子で下が疎充填や大粒子であると、収縮に差が生じてしまい、クラックが発生してしまうことがある。その他、粒子配向によって変形を生じることもある。

粉体成形に関して、固/気/液分散系の充填状態ではドライ域からスラリー域の中のいずれかの充填状態をとるが、飽和度  $S$  という指標はマクロな充填状態を定量的に表現するに当たって重要となる。 $S = 0\sim 0.5$  では加圧成形、 $0.9\sim 1$  では射出成型と押出成形、 $1.5\sim 2.0$  では鑄込み成形という目安がある。また、動的なキャラクタリゼーションとしてレオロジーがある。レオロジーによっても成形方法が決まる。

加圧成形に関しては、乾式一軸加圧成形は量産性と寸法精度に優れている成形方法であり、電子材料・耐火レンガ・タイル・機械部品・切削工具などに応用されている。欠点として、金型壁面と粉体間の摩擦によって不均一な密度分布になることがある。この摩擦は、ゴムなどの可撓(かとう)型を用いる静水圧成形によって摩擦による不均一密度分布を避けることができる。その他に金型表面への潤滑剤塗布、顆粒体の使用によって摩擦を低減することができる。顆粒体に関しては、顆粒強度が材料特性にもプロセスにも極めて重要である。

押出成形は、一定断面形状物の作成に向いている。応用例は、耐火物(中空)、ハニカム触媒担体、透明アルミナ管などがある。粒子配向はこの方法の欠点である。押出成形では、コンパウンドはキャピラリー域に調整される。このキャピラリー域では、わずかな液量の違いによりレオロジー特性は大きく変化する。また、押出成形の際の押出物の外縁部と中心部では乾燥や収

縮率に差異が発生しクラックや変形の原因となることがある。さらに、空気の巻き込み、弱い圧縮力、弱い付着力などでもクラックが発生する。

射出成形は、射出成形機内で粉体と樹脂のコンパウンドを加熱溶解して流動性を付与した後、溶融コンパウンドを金型に射出充填し、冷却して成形体を作製する方法である。タービンブレード、ギア、高寸法精度が求められる場合に有効な成形法である。この成形方法の最大の課題は脱脂であり、改善手段が様々挙げられている。

鑄込み成形では、液中で粒子間に作用する力が重要である。引力としては、ファンデルワールス力、斥力としては、電気二重層の重なりによる静電相互作用が挙げられ、この二つのポテンシャルの曲線の形によって凝集するかが決まる。また、斥力の制御として静電反発、高分子による立体障害が挙げられる。

テープ成形では、一般的に有機溶剤を用いたスラリーが用いられ、概ね  $0.02\text{mm}\sim 1\text{mm}$  のシートが得られる。多層基板、多層コンデンサー、圧電素子などの製造に用いられる。この成形方法では、粒子のアスペクト比が大きい場合には粒子配向が生じる。また、テープ成形は乾燥により硬化を行うため、有機溶剤を用いるが環境に配慮して水系でも試みられている。しかし、乾燥温度が高くなる、長時間化することが問題となり、さらに長時間化は偏析などの原因にもなる。また、水の大きな表面張力により乾燥時にひび割れが生じやすい。新しい成形方法として、ゲルキャスト成形法がある。セラミックス粉体と結合剤モノマーと分散材、水を混合したスラリーを鑄込みゲル化させ、離型する。その後、乾燥、脱脂、焼結を得て固化体を作成する。A.C.Young らによって報告されたゲルキャスト成形法の特徴は、①多品種、少量生産、②複雑形状対応、③既存スラリー調整、④型安価、⑤含有樹脂少量、高成形体強度である。一方で、ゲル化に酸素を嫌うこと、乾燥に注意が必要などの欠点もある。

## 〈総説・解説・報文・その他〉

### 「中空ナノシリカ粒子の環境低負荷合成とその応用」

藤 正 督・中島 佑 樹・高井 千 加・Hadi Razavi Khosroshahi

色材協会誌、91 (6) 193-197、2018

中空シリカ粒子は内部に空気層を有する固体-気体コンポジット粒子である。特性としては、低見かけ密度・高比表面積・物質内包・徐放性、光高透過・散乱性などの特性発現の報告がある。また、内部に空気を含有

していることから、低熱伝導性、低誘電率などの特性発現も報告されている。中でもバレーボールコーティングに用いた際は、高い滑り止め効果を示すため、ボールのスリップが軽減し長くラリーを続けることが出来る。そのため、現在世界バレーボール連盟公式試合で使用され続けている。このような中空シリカ粒子の今後の応用展開が期待されている。

「透明断熱フィルムへの応用を目指した中空シリカナノ粒子の設計」

藤 正督・高井千加・中島佑樹・Hadi Razavi Khosroshahi

Nanofiber, 9 (1) 17-21, 2018

省エネルギー対策の一環として断熱材料が住宅のいたるところに施工されており、特に熱の出入りが多い窓ガラスにおいては透明性も必要不可欠な要素である。材料中に可視光波長よりも小さな空気層を導入し断熱性、透明性を兼ね備えた材料設計を可能にするため、ナノサイズの空洞を持つシリカナノ粒子を着想した。中空シリカナノ粒子の魅力と構造制御、透明断熱フィルムとしての応用例について紹介する。

「粉体の表面活性化が可能にする無焼成セラミックスと複合材料の実現」

藤 正督・Hadi Razavi Khosroshahi・高井千加・佐藤知広・尾畑成造・立石賢司

粉体および粉末冶金, 65 (10), 1-7, 2018

殆どのセラミックスや複合材料の焼結は、材料の高融点故に 1000℃ 以上の温度でのみ可能となる。焼結は数時間から数日かかり、高コストな工程として認知されている。本研究グループは、焼結工程を必要とせず緻密化を達成できる“無焼成焼結”を考案した。この方法の基となる考えは、ボールミルによって粒子表面がボールでこすられ、粉体表面の化学活性化を伴うことに関連する。本論文では、この方法のメカニズムやいくつかの技術情報を、炭化ケイ素固化体、カーボンナノチューブ (CNT) とシリカの複合体、有機/無機複合材料の製造例と共に紹介する。

「セラミックスの製造プロセス技術の向上」

高井千加・藤 正督・佐藤知広・Hadi Razavi Khosroshahi・中島佑樹・尾畑成造・立石賢司

トライボロジスト, 63 (12), 799-805, 2018

ほとんどのセラミックスや複合体の焼結は融点が高いため 1000℃ 以上の高温で焼結させなければならない。焼結はご存知の通り、時間がかかり、また費用もかか

るプロセスである。さらに、高温に伴う粒子の粗大化、また化学量論の変化が起こる。私たちの研究グループでは、無焼成固化プロセスという固化方法を用い、高密度な固化体の作製に成功した。このプロセスのメカニズムは、粉体表面をボールによって摩砕するボールミルを用いて粉体表面を化学的に活性させることによって固化させることである。この論文では、いくつかの例を挙げるとともにこのプロセスのメカニズムだけでなくノウハウも紹介する。シリカ同士の反応機構をわかりやすく説明するためにシリカのシミュレーションモデルを用いた。

「炭酸カルシウムをテンプレートに用いたシリカナノ中空粒子の合成とその応用」

藤 正督・高井千加・中島佑樹・Hadi Razavi Khosroshahi

Journal of the Society of Inorganic Materials, Japan, 26, 41-46, 2019

中空粒子とはシェルとシェル内部の空間からなる粒子であり、低密度、高比表面積、物質内包、断熱性、誘電性、光学特性といった機能性を持つことが期待される。主にテンプレート表面にシェル材となる材料をコーティング後、テンプレートを除去し中空構造を得るテンプレート法で合成するが、低環境負荷のため炭酸カルシウムをテンプレートとする方法を考案した。この方法で 20nm 以下のシリカナノ中空粒子を得ることができた。また、シリカコーティングにかかる時間の短縮のため、フッ素を有する塩基触媒下で TEOS のシリカシェルへの転化率を EDS で評価した。その結果、TEOS の消費量が短時間で飛躍的に増加した。さらに、作製した中空粒子を用いて熱の出入りが最も多い窓の断熱性を評価するとともに透明性の評価も行った。結果は、見かけ密度の低下とともに断熱性が向上した。また、可視光波長範囲で 90% 以上の透明性を示した。さらに、実証実験により開発フィルムを窓ガラスに施工することによりエアコン消費電力量が約 30% 削減できることが明らかになった。

〈口頭発表〉

“Design of Nano/Micro Structures of Hollow, Skeletal, and Porous Particles”

C. Takai, M. Fuji

WCPT8, 23 April, 2018, Florida, America, (Keynote)

「無焼成セラミックス固化メカニズムの解明」

藤 正督・Hadi Razavi Khosroshahi・高井千加・佐藤知広・尾畑成造・篠田安弘・立石賢司

粉体粉末冶金協会平成 30 年度春季大会、2018 年 5 月 14 日 -15 日、京都 (招待講演)

「無焼成セラミックスの強度発現における空隙率の影響」

石田 元・Hadi Razavi Khosroshahi・高井千加・石原真裕・藤 正督  
粉体粉末冶金協会平成30年度春季大会、2018年5月14日-15日、京都

“Multi-scale structure control of nanoparticles and their application”

C. Takai, M. Fuji  
Prof. Patrik Hoffmann's lab seminar, 2 July, 2018, Switzerland

「シリカ二粒子間固体架橋の強度評価」

麻生将司・高井千加・Hadi Razavi Khosroshahi・藤正督  
粉体粉末冶金協会平成30年度春季大会、2018年5月14日-15日、京都

“Enhancement of interfacial interaction and dispersibility in CNTs/silica composite by silane coupling agent”

Bo Peng, C. Takai, Hadi Razavi Khosroshahi, M. Fuji  
ICCCI2018, 9-12 July, 2018, Kurashiki, Japan

「高いキャリア移動度を持つ半導体ナノカーボン・セラミックス複合材料の開発」

辛 韵子・熊澤知志・藤 正督・白井 孝  
粉体工学会2018年度春期研究発表会、2018年5月15-16日、京都

“Synthesis and shell thickness control of TiO<sub>2</sub> hollow particles with enhanced photocatalytic activity”

W. Shao, C. Takai, Hadi Razavi Khosroshahi, M. Fuji  
ICCCI2018, 9-12 July, 2018, Kurashiki, Japan

“Structure control of skeletal silica nanoparticle and its optical application”

C. Takai, M. Fuji  
IACIS2018, 22 May, 2018, Rotterdam, Nederland, (Keynote)

“Preparation and characterization of silica-cellulose ceramics using emulsion induced phase separation”

W. Suthabanditpong, C. Takai, Hadi Razavi Khosroshahi, M. Fuji  
ICCCI2018, 9-12 July, 2018, Kurashiki, Japan

“Micro- and macro-structure controls of hollow/skeletal silica nanoparticles to improve their functionalization”

C. Takai, M. Fuji  
Prof. Wolfgang Peukert's lab seminar, 4 June, 2018, Germany (invited)

“Multi-scale structure control of hollow/skeletal silica nanoparticles and their application”

C. Takai, M. Fuji  
Prof. Hans-Jürgen Butt's lab seminar, 12 July, 2018, Germany (invited)

「転動ボールミル処理によるシリカの活性化とその評価」

藤 正督・中島佑樹・高井千加・Hadi Razavi Khosroshahi  
無機マテリアル学会第136回学術講演会、2018年6月7日-8日、東京

「無焼成セラミックスプロセスの解析とそれに基づく革新的材料の創生」

藤 正督  
「セラミックスの高機能化と製造プロセス革新」産学共創の場、2018年7月13日-14日、名古屋工業大学

“Visible-Light-Driven Zinc Oxide Photocatalyst for Water Purification”

Hadi Razavi Khosroshahi, Kaveh Edalati, Z. Horita, M. Fuji  
CCMR2018, 12-13 June, 2018, Seoul, Korea (invited)

“CaCO<sub>3</sub>@TiO<sub>2</sub> Core-Shell and TiO<sub>2</sub> Hollow Nanospheres by a Sol-Gel Method”

M. Fuji, C. Takai, Hadi Razavi Khosroshahi  
STEMa2018, 18-20, July, 2018, Pattaya, Thailand

“Multi-scale structure control of hollow/skeletal silica nanoparticles and their application”

C. Takai, M. Fuji  
Prof. Sotiris Pratsinis's lab seminar, 29 June, 2018, Switzerland (invited)

“Improved optical property of skeletal silica nanoparticle/polymer composite film”

C. Takai, K. Fujimoto, M. Fuji  
CMCEE2018, 23, July, 2018, Singapore

“Silica porous membrane based on nonsolvent-induced micro-phase separation”

C. Takai, H. Nagamine, M. Fuji  
CMCEE2018, 24, July, 2018, Singapore (invited)

**“High-Pressure Rocksalt ZnO as Visible-Light-Active Photocatalyst”**

Hadi Razavi Khosroshahi, K. Edalati, Z. Horita, M. Fuji

CMCEE2018, 24, July, 2018, Singapore

「無焼成セラミックスへの挑戦と現状」

藤 正督・高井千加・Hadi Razavi Khosroshahi

日本ブルーゲル学会第16回討論会、2018年8月6-7日  
大阪

「スイス連邦材料試験研究 (Empa) における研究生活紹介」

高井千加

日本セラミックス協会2018年度エンジニアリングセラミックス若手セミナー、2018年8月28日、熱海（招待講演）

「透明断熱薄膜を目指したナノシリカ中空粒子の微構造設計」

高井千加

第1回界面特性を利用した粒子設計とプロセス開発に関するワークショップ、2018年9月4日、名古屋工業大学（招待講演）

「無焼成固化とその応用」

藤 正督・高井千加・Hadi Razavi Khosroshahi

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム  
2018年9月5-7日、名古屋工業大学（基調講演）

「二酸化バナジウム担持中空シリカナノ粒子の合成」

高井千加・安藤雅文・Hadi Razavi Khosroshahi・藤正督

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム  
2018年9月5-7日、名古屋工業大学

「無焼成固化プロセスを用いた固体架橋シリカの作製とその強度発現機構」

石田 元・Hadi Razavi Khosroshahi・高井千加・石原真裕・藤 正督

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム  
2018年9月5-7日、名古屋工業大学

「無焼成固化法による炭化ケイ素セラミックスの作製と熱伝導特性評価」

堀 雅裕・Hadi Razavi Khosroshahi・高井千加・石原真裕・本庄由美子・藤 正督

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム  
2018年9月5-7日、名古屋工業大学

「無焼成固化法を用いた固体架橋シリカの作製とその強度発現機構」

石田 元・Hadi Razavi Khosroshahi・高井千加・石原真裕・藤 正督

粉体工学会界面特性を利用した粒子設計とプロセス開発に関するワークショップ2018年度若手研究者討論会、2018年9月10日、静岡

「無焼成固化法を用いた難焼結性粉体によるセラミックスの作製」

堀 雅裕・Hadi Razavi Khosroshahi・高井千加・石原真裕・本庄由美子・藤 正督

粉体工学会界面特性を利用した粒子設計とプロセス開発に関するワークショップ2018年度若手研究者討論会、2018年9月10日、静岡

**“Micro/Nano-Size Hollow Silicate Particles For Thermalsuperinsulation Application”**

Raymond V. Rivera Virtudazo, C. Takai, M. Fuji

First Ceramic Research Colloquium, 18-19 September, 2018, Iligan, Philippines

「拡散フィルムへの応用を目指したスケルトン粒子の設計」

高井千加・藤本恭一・藤 正督

第69回コロイドおよび界面化学討論会、2018年9月19日、茨城

「白色顔料開発を目指したチタニア/シリカ複合中空粒子の設計」

藤 正督

第56回粉体に関する討論会、2018年9月25-27日  
静岡

「マイクロ相分離を用いた三次元シリカ粒子網目構造の形成」

高井千加・長嶺英範・藤 正督

第56回粉体に関する討論会、2018年9月25-27日  
静岡

**“Multi-scale structure control of hollow/skeletal silica nanoparticles”**

C. Takai

ICPAC Langkawi2018, 31 October-1 November, 2018, Malaysia (invited)

「やかずにつくるセラミックスの現状と挑戦」

藤 正督

平成30年度資源・環境関連材料部会講演・討論会  
2018年11月2日、東京（依頼講演）



**“Chemical Solidification of Inorganic Powder Surface-activated by Mechanochemical Treatment for Fabrication Non-firing Ceramics”**

M. Fuji, Hadi Razavi Khosroshahi  
Tunisia-Japan Symposium, 23-26 November, 2018, Tunisia

**「BiVO<sub>4</sub> 基半導体複合粒子の合成と光触媒特性の評価」**

ラザヴィ ホソロシャヒ ハディ・モハマドザデ、ホジャムベルディエフ ミラボス・北野 翔・山内美穂・藤正督

粉体工学会 2018 年度秋期研究発表会、2018 年 11 月 27 日 -28 日、東京

**「スポーツに貢献する中空無機微粒子～オリンピックで採用されたバレーボール塗料～」**

藤 正督  
コロイド先端技術講座 2018 ～スポーツで活躍するソフトマター～、2018 年 11 月 30 日、東京（依頼講演）

**「無焼成プロセスを用いたシリカ固化体の作製と空隙の制御」**

石田 元・Hadi Razavi Khosroshahi・高井千加・石原真裕・藤 正督  
日本セラミックス協会東海支部 2018 年度学術研究発表会、2018 年 12 月 15 日、名古屋大学

**「無焼成セラミックスへの挑戦と現状」**

藤 正督  
低温加熱処理でコーティングできる「セラミックス素材（釉薬）」とその加工方法に関する研究会、2018 年 12 月 19 日、愛知（依頼講演）

**“My (research) experience in Switzerland”**

C. Takai  
APSTJ Global Education Seminar 2018, 20 December, 2018, Nagoya City University (invited)

**“Fabrication of Non-firing solidified silica bodies by wet granule compression method”**

H. Ishida, Hadi Razavi Khosroshahi, C. Takai, M. Ishihara, M. Fuji  
GREEN 2018: Global Research Efforts on Energy and Nanomaterials 2018, 21-24 December, 2018, Taipei, Taiwan

**“Effect of solid bridges on strength of Non-firing ceramics”**

H. Ishida, Hadi Razavi Khosroshahi, C. Takai, M.

Ishihara, M. Fuji  
IC-LYMS 2018: International Conference for Leading and Young Materials Scientists 2018, 23-26 December, 2018, Zhuhai, China

**「SiO<sub>2</sub>/CNF 無焼成多孔体の作製および断熱特性評価」**

藤 正督  
CNF 性能評価事業年度末報告会、2019 年 1 月 24 日 岡山

**「焼かずに作るセラミックスのシンクロトロンによる解析と産業応用」**

藤 正督  
公開セミナーファイナル モノづくりを支える先端材料・加工技術開発プロジェクト、2019 年 2 月 20 日 愛知（依頼講演）

**「ナノシリカ粒子と CNF の複合化のメカニズム CNF/ナノシリカ粒子が断熱に及ぼす影響」**

藤 正督  
第 3 回実証研究検討会、2019 年 2 月 28 日、東京

**「マルチスケール構造制御によるシリカナノ中空粒子の機能発現」**

高井千加  
愛知学院大学医療生命薬学研究所サイエンスフォーラム、2019 年 3 月 7 日、名古屋（招待講演）

**「バナジウム酸ビスマス基 pn 接合の合成と光触媒特性の評価」**

ラザヴィ ホソロシャヒ ハディ・モハマドザデ サラ・ホジャムベルディエフ ミラボス・北野 翔・山内美穂・藤 正督  
日本化学会第 99 回春季年会、2019 年 3 月 16-19 日 甲南大学、神戸

**「焼かずに作るセラミックスのシンクロトロンによる解析と産業応用」**

藤 正督  
知の拠点あいち重点研究プロジェクトⅡ最終成果発表会、2019 年 3 月 18 日、愛知（依頼講演）

**「BiVO<sub>4</sub>/BiOI 光触媒の水熱合成と光触媒特性の評価」**

ラザヴィ ホソロシャヒ ハディ・モハマドザデ サラ・ホジャムベルディエフ ミラボス・北野 翔・山内美穂・藤 正督

日本セラミックス協会 2019 年年会、2019 年 3 月 24-26 日、工学院大学、東京



〈ポスター発表〉

**“Manipulating the chemical affinity and kinetics of 3D silica nanoparticle networking via the phase-separation technique”**

C. Takai, H. Nagamine, M. Fuji  
IPNF2018, 12-13 June, 2018, Frankfurt, Germany

「炭素・セラミックス複合材料の開発と半導体特性評価」

辛 韵子・熊澤知志・藤 正督・白井 孝  
第 56 回日本セラミックス協会東海支部東海若手セラミスト懇話会、2018 年 6 月 28-29 日、岐阜

**“Zeolite P from Kaolin via Hydrothermal Method”**

Apiluck Eiad-ua, Phanwatsa Amnaphiang, Panuruj Asawaworarit, Nongluck Hounghamhang, Nuwong Chollacoop, M. Fuji  
STEMa2018, 18-20 July, 2018, Pattaya, Thailand

**“Fundamental study of carbon materials from empty fruit bunch via hydrothermal carbonization with H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> and NaOH activation”**

Kanogpan Guntagerng, Gasidit Panomsuwan, M. Fuji, Apiluck Eiad-ua  
STEMa2018, 18-20 July, 2018, Pattaya, Thailand

**“Influence of Hydrothermal and Calcination Process on Metakaolin from Natural Clay”**

Suphada Srilai, Napat Kaewtrakulchai, Gasidit Panomsuwan, M. Fuji, Apiluck Eiad-ua  
STEMa2018, 18-20 July, 2018, Pattaya, Thailand

**“Influence of Acid Treatment on Nanoporous Carbon from Lignin”**

Nutchaporn Ngamthanacom, Napat Kaewtrakulchai, Weerawut Chaiwat, M. Fuji, Apiluck Eiad-ua  
STEMa2018, 18-20 July, 2018, Pattaya, Thailand

**“Effect of humic acid extracted from Thailand’s leonardite on rice growth”**

Buntita Jomhataikool, Kajornsak Faungnawakij, Sanchai Kuboon, Wasawat Kraithong, Sutee Chutipachit, M. Fuji, Apiluck Eiad-ua  
STEMa2018, 18-20 July, 2018, Pattaya, Thailand

**“Effects of transition metal during the hydrothermal carbonization on characteristics of carbon materials”**

Peeranuch Sangjumras, Parncheewa Udomsap, Napat Kaewtrakulchai, Apiluck Eiad-ua, M. Fuji, Sutee Chutipajit  
STEMa2018, 18-20 July, 2018, Pattaya, Thailand

**“Influence of Molybdenum disulfide (MoS<sub>2</sub>) catalyst on carbon from sugarcane bagasse via hydrothermal carbonization for jatropha oil residue upgrading”**

Peerawith Sumtong, Vituruch Goodwin, Nuwong Collacoop, M. Fuji, Apiluck Eiad-ua  
STEMa2018, 18-20 July, 2018, Pattaya, Thailand

**“Influence of the Hydrothermal-carbonization Process on Biochar Properties from cattail weed waste”**

Araya Smuthkochorn, Nardnutda Katunyoo, Napat Kaewtrakulchai, Duangduen Atong, Kanit Soongprasit, M. Fuji, Apiluck Eiad-ua  
STEMa2018, 18-20 July, 2018, Pattaya, Thailand

**“Porous carbon adsorbent from Humin derived from Thailand leonardite for methylene blue dye adsorption”**

Jtaporn Sayjumpa, Buntita Jomhataikool, Kajornsak Faungnawakij, Sanchai Kuboon, Wasawat Kraithong, M. Fuji, Apiluck Eiad-ua  
STEMa2018, 18-20 July, 2018, Pattaya, Thailand

**“Effects of hydrothermal temperature and time of hydrochar from Cattail leaves”**

Dolrudee Jaruwat, Parncheewa Udomsap, Nuwong Chollacoop, M. Fuji, Apiluck Eiad-ua  
STEMa2018, 18-20 July, 2018, Pattaya, Thailand

「拡散フィルムへの応用を目的としたスケルトンシリカナノ粒子の設計」

高井千加・藤本恭一・藤 正督  
日本ゾル-ゲル学会第 16 回討論会、2018 年 8 月 6-7 日  
関西大学、大阪

「炭素複合セラミックス材料の作製および電気特性に関する研究」

彭 博・高井千加・Hadi Razavi Khosroshahi・藤正督

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム  
2018年9月6日、名古屋工業大学

「各種セルロースナノファイバーを用いたシリカセラミックスの断熱性と機械的特性の向上」

Suthabanditpong Walaiporn・高井千加・Hadi Razavi Khosroshahi・藤正督

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム  
2018年9月6日、名古屋工業大学

「光触媒活作用を有した TiO<sub>2</sub> 中空粒子の作製とその膜厚制御」

邵 文昊・高井千加・Hadi Razavi Khosroshahi・藤正督

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム  
2018年9月6日、名古屋工業大学

「有機酸被覆炭酸カルシウムをテンプレートとしたスケルトン粒子の合成におけるシリカフレーム構造制御」

池田弘樹・藤本恭一・高井千加・Hadi Razavi

Khosroshahi・石原真裕・藤正督

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム  
2018年9月6日、名古屋工業大学

「シラスのアルカリ処理条件と低温発泡の関係」

濱崎昂壺・中山一郎・石原真裕・高井千加・Hadi Razavi Khosroshahi・藤正督

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム  
2018年9月6日、名古屋工業大学

「無焼成固化プロセスを用いたシリカ固化体のセルロース複合効果」

川端秀明・高井千加・Hadi Razavi Khosroshahi・藤正督

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム  
2018年9月6日、名古屋工業大学

「無焼成固化プロセスを用いて作製した固体架橋シリカの強度」

石田 元・Hadi Razavi Khosroshahi・高井千加・石原真裕・藤正督

粉体工学会 2018年度秋期研究発表会、2018年11月27日、東京

〈受賞〉

「無機マテリアル学会 学術賞」

藤正督

炭酸カルシウムをテンプレートに用いたシリカ名の中

空粒子の合成とその応用

第59回無機マテリアル学会、2018年6月7日

先進材料設計研究部門・材料機能研究グループ

〈発表〉

“Synthesis and Characterization of Magnetic Garnet film for Magneto-Optical Imaging”

N. Adachi, A. Ohashi, G. Igarashi, Y. Kiba, T. Ota

Asia Pacific Society for Materials Research 2018 Annual Meeting, 19-22 July 2018, Sapporo, Japan (Invited speech)

「有機金属分解法により合成した ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> のフェリ磁気特性 2」

中田勇輔・安達信泰・太田敏孝

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム  
2018年9月5-7日、名古屋工業大学

「フェライト中空粒子の作製と磁氣的性質」

林 勇治・太田敏孝・安達信泰

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム、  
2018年9月5-7日、名古屋工業大学

日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム、  
2018年9月5-7日、名古屋工業大学

「ビスマス鉄ガーネット薄膜中の金属ナノ粒子による磁気光学効果の増大波長について」

大橋厚哉・太田敏孝・安達信泰

「金銀合金ナノ粒子によるビスマス鉄ガーネット薄膜の磁気光学効果の増大について」

安達信泰・大橋厚哉・太田敏孝

日本セラミックス協会2019年年会、2019年3月  
24-26日、東京

先進材料設計研究部門・材料設計研究グループ

〈論文〉

“Deconvolution-convolution treatment on powder diffraction data collected with CuK $\alpha$  X-ray and NiK $\beta$  filter”

T. Ida, S. Ono, D. Hattan, T. Yoshida, Y. Takatsu & K. Nomura

*Powder Diffr.* **33**, 80–87 (Jun. 2018).

Cu ターゲットの X 線発生源と Ni 箔フィルターの組み合わせで測定される粉末回折強度データから、Cu K $\alpha_2$  副ピークだけでなく弱い Cu K $\beta$  ピークと Ni K- 吸収端による段構造を除去するための方法を提案した。この方法は現実的な X 線源分光強度分布の形状と適切なスケール変換、フーリエ変換処理に基づく。LaB $_6$  標準粉末 (NIST SRM660a) について測定されたデータにこの方法を適用し、処理後のデータの背景強度形状に Cu K $\beta$  微小ピークと Ni K- 吸収端による段構造の影響が認められなくなることを示した。

小ピークは全て除去することが可能である。標準 Si 粉末の測定データの解析結果から得られたパラメータを用いて、同じ条件で測定された LaB $_6$  粉末回折データから微小ピークが同様に除去されることを示した。このことはこれらの微小ピークが装置に由来するものであり、標準試料の測定に基づいてパラメーターを最適化すれば、自動処理が可能であることを意味する。

“Removal of small parasite peaks in powder diffraction data by a multiple deconvolution method”

T. Ida, S. Ono, D. Hattan, T. Yoshida, Y. Takatsu & K. Nomura

*Powder Diffr.* **33**, 108–114 (Jun. 2018).

Cu ターゲットの X 線源と Ni フィルターを用いて観測された粉末回折データに、Cu K- 放射に帰属されない 4 種類のサブピークの微小ピークの系列を見出した。そのうちの 1 系列は W La- 放射に帰属され、負極フィラメントに用いられるタンゲステンによるものと解釈されたが、他の 3 系列は、Bragg の法則からは該当する特性 X 線が存在しない。しかし、それでも現象論的なモデル化を適用することにより、これらの微

“Improvement of deconvolution-convolution treatment of axial-divergence aberration in Bragg-Brentano geometry”

T. Ida, S. Ono, D. Hattan, T. Yoshida, Y. Takatsu & K. Nomura

*Powder Diffr.* **33**, 121–133 (Jun. 2018).

実験室で広く用いられるブラッグ・ブレンターノ型の粉末回折計で測定された粉末回折データから、装置収差によるピーク・シフトとピーク形状の非対称な変形の効果を補正する逆畳み込み・畳み込み処理に関して改善された方法を提案する。従来の手法では装置収差関数の低次キュムラントを完全には再現できなかったが、改善された方法では 1 次および 3 次キュムラントを完全に再現する。また、装置収差関数のフーリエ変換の複素絶対値について逆フーリエ変換を施せば、奇数次キュムラントは全てゼロになり、偶数次キュムラントは変化しないことから「対称化された装置収差関数」とみなせることを示した。このことを利用すれば、データの統計的な性質に大きな変更を加えることなくピーク・シフトと非対称性のみを除去しうる。この処理を精密格子定数評価に適用した場合、数学的にはほぼ同等である基礎パラメーター法と比較して、容易に良好な結果が得られることも明らかとなった。

〈総説・解説・報文・その他〉

“逆畳み込み・畳み込み処理における誤差伝播”

T. Ida

名古屋工業大学先進セラミックス研究センター年報,  
6, 19-22 (July, 2018)

最近提案した粉末回折データに対する逆畳み込み・畳

み込み処理の際の誤差伝播に関して、理論的な側面と技術的な側面から解説をした。逆畳み込み・畳み込み処理を施したデータに関する最尤推定解析法を適用するためには、さらに実験的・解析的な研究を実施することが必要であることを示した。

〈発表〉

「X線回折」

井田 隆

栄光学園中学高等学校 OB セミナー、2018年5月9日  
鎌倉

「粉末X線回折データに対する逆畳み込み・畳み込み処理の自動化」

井田 隆・野村勝裕

平成30年度日本結晶学会年会、2018年11月10-11日  
東京工業大学

「通常光源と放射光源を使った粉末回折」

井田 隆

黒田・太田シンポジウム、2018年8月4日、立命館  
大学、草津（依頼講演）

“Automation of deconvolution-convolution treatment on powder X-ray diffraction data”

T. Ida,

Asia Crystallographic Association (AsCA 2018), 2-5  
December, 2018, Auckland, New Zealand

「逆畳み込み・畳み込み計算による粉末回折データ処理」

井田 隆

第54回X線分析討論会、2018年10月26日、東京  
理科大学

「通常光源とシンクロtron光源を用いた粉末X線回折」

井田 隆

X線分析研究懇談会、2019年1月22日、瀬戸（依  
頼講演）

地域連携グループ

〈論文〉

「酸化チタンの熱励起活性ラジカル生成を利用した不完全燃焼成分の酸化・分解」

井原禎貴・上家康平・西川治光・高橋周平

日本燃焼学会誌、60, 209-215 (2018)

酸化チタン（アナターゼ型）の加熱下におけるラジカル生成を利用して、燃焼排ガス中の不完全燃焼成分で

あるCOやアルデヒド類の酸化・分解を検討した。COからCO<sub>2</sub>への酸化率は500℃において70%程度であったが、アセトアルデヒドの分解率は300℃において90%以上となった。また、加熱下における活性ラジカルの生成は、加熱時の酸化チタン結晶の格子欠陥生成に起因するものと推定された。

〈発表〉

「粉末回折データの解析技術 — リートベルト法」、**「粉末回折データの解析技術 — パターン分解、未知構造解析、MEM」**

泉 富士夫

第 22 回ナノ構造研究所 材料計算セミナー「RIETAN-FP・VENUS システムと外部プログラムによる粉末構造解析」講習会（ファインセラミックスセンター）  
2018 年 5 月 7・8 日、名古屋

「粉末回折データの解析技術 — リートベルト法」、**「粉末回折データの解析技術 — パターン分解、未知構造解析、MEM」**

泉 富士夫

第 24 回ナノ構造研究所 材料計算セミナー「RIETAN-FP・VENUS システムと外部プログラムによる粉末構造解析」講習会（ファインセラミックスセンター）  
2018 年 8 月 7・8 日、名古屋

「粉末回折データの解析技術 — リートベルト法」、**「粉末回折データの解析技術 — パターン分解、未知構造解析、MEM」**

泉 富士夫

「RIETAN-FP・VENUS システムと外部プログラムによる粉末構造解析」講習会、2018 年 9 月 12・13 日  
大阪府立大学、堺市

「セラミックス系人工骨の商品化」

奥山雅彦

日本セラミックス協会九州支部、平成 30 年度 第 8 回 KYCF & 第 48 回窯業基礎九州懇話会、2018 年 9 月 13 日、宮崎

「AD 法による半導体製造装置用低発塵性部材の商品化」

清原正勝

日本セラミックス協会平成 30 年度、第 8 回九州若手セラミックフォーラム（KYCF）& 第 48 回窯業基礎九州懇話会、2018 年 9 月 13・14 日、宮崎

「粉末回折データの解析技術 — リートベルト法」、**「粉末回折データの解析技術 — パターン分解、未知構造解析、MEM」**

泉 富士夫

「RIETAN-FP・VENUS システムと外部プログラムによる粉末構造解析」講習会 2018 年 9 月 24・25 日  
東京工業大学

「RIETAN-FP, Dysnomia, superflip, PyAbstantia 等との連携」

泉 富士夫

第 25 回ナノ構造研究所 材料計算セミナー「VESTA を利用した三次元可視化と粉末構造解析」（ファインセラミックスセンター）、2018 年 10 月 24 日、名古屋

「環境とセラミックス材料」

左合澄人

平成 30 年度名古屋工業大学 先進セラミックス研究センター公開講座「グリーンテクノロジーに資する機能性材料」、2018 年 11 月 1 日、多治見

「熱励起酸化チタン触媒による排ガス分解反応と加熱下結晶構造との関係」

粕谷直輝・井原禎貴・西川治光・小林芳成・高橋周平  
第 56 回燃焼シンポジウム、2018 年 11 月 16 日、堺市

「セラミックス系人工骨の商品化」

奥山雅彦

日本セラミックス協会東海支部、2018 年度日本セラミックス協会東海支部講演会、2019 年 2 月 8 日、名古屋

「セラミックス系人工骨の商品化」

奥山雅彦

名古屋工業大学先進セラミックス研究センター、平成 30 年度成果報告会、2019 年 3 月 7 日、多治見

「耐プラズマ性部材のパーティクルコンタミネーション評価」

清原正勝

第 33 回 エレクトロニクス実装学会春季講演大会  
2019 年 3 月 11 日、拓殖大学

「RIETAN-FP, Dysnomia, superflip, PyAbstantia 等との連携」

泉 富士夫

「VESTA を利用した三次元可視化と粉末構造解析」講習会、2019 年 3 月 19 日、京都大学

「イットリアコーティング微細組織とプラズマ腐食挙動」

清原正勝

日本セラミックス協会 2019 年年会、2019 年 3 月 26 日  
工学院大学



〈受賞〉

「日本ファインセラミックス協会（JFCA）技術振興賞」

奥山雅彦・澤村武憲・水谷洋一郎・笠原真二郎

形態付与型骨補填材の開発と実用化

2018年5月30日

「平成30年度（第49回）大倉和親記念財団表彰受賞」

清原正勝

2018年11月30日

「日本無機リン化学会技術賞」

奥山雅彦・澤村武憲・水谷洋一郎・笠原真二郎

リン酸カルシウム骨ペーストの開発

2018年8月30日