

# ナノ粒子懸濁液の鋳込み成形により作製した 立方晶ジルコニアの焼結挙動

(岐阜大) ○長谷川明里・吉田道之・櫻田 修

(岐阜県セラミックス研究所) 尾畑成造

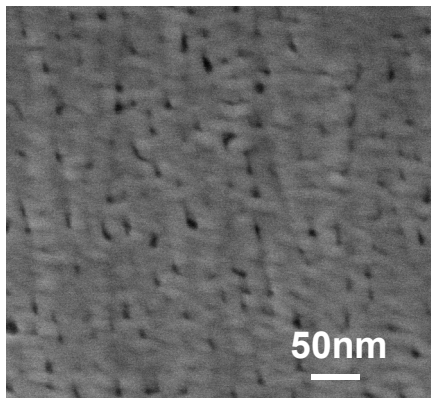
**【緒言】** 立方晶ジルコニアは高屈折率でイオン伝導性に優れ、装飾品や酸素センサーとして広く利用されている。一般的な立方晶ジルコニア焼結体はマイクロメートルオーダーの結晶粒で構成されるが、その結晶粒をナノスケールにまで微細化することによって高強度化、プロトン伝導性といった新たな機能が発現することが期待されている[1]。一方、ナノ粒子を原料として焼結体を作製するプロセスでは、成形体における粒子の充填状態が焼結性に影響を及ぼす重要な因子であると考えられる。本研究では、乾式成形法に比べて高密度な成形体を作製するための手法として知られているコロイドプロセスに注目した。ナノ粒子が分散した懸濁液を用いた鋳込み成形法で作製した成形体について、焼結における微構造変化と焼結挙動を検討した。

**【実験】** 出発原料として 10 mol% YSZ ナノ粒子が分散した水系懸濁液(固体濃度 21 wt%, 平均粒子径 10 nm)を用い、陰イオン性の分散剤であるクエン酸アンモニウムを加え、水酸化テトラメチルアンモニウムを用いて pH を調整した。加熱攪拌により懸濁液を目的濃度まで濃縮し、石こう型( $\phi$  15 mm×6 mm)に流し込み、鋳込み成形を行った。得られた成形体を室温で一週間乾燥した後、成形体中に残存する分散剤などの有機成分を除去するために 800°C で仮焼し、900~1300°C で 2 時間保持して焼成体を得た。得られた仮焼体および焼成体について、窒素吸脱着測定および水銀圧入測定による気孔径分布、アルキメデス法による嵩密度および SEM 観察で得られた結晶粒径の結果から焼結プロセスにおける微構造変化を検討した。

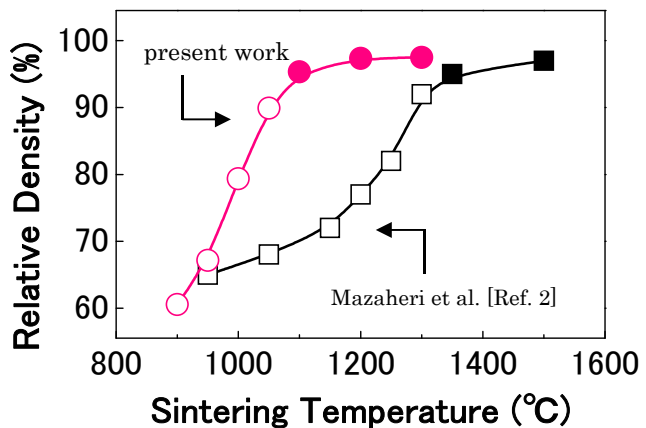
**【結果と考察】** 成形体を仮焼した後の相対密度は 57 % であった(理論密度: 6.0 g/cm<sup>3</sup>)。Figure 1 にイオンミリング処理を行った仮焼体の断面 SEM 写真を示す。仮焼体中には、約 10 nm のメソ孔が存在していることが確認された。Figure 2 に仮焼体を種々温度で加熱した際の焼成体の密度を示す。焼成体の密度は温度の上昇に伴い増大し、1100°C で 96 % まで緻密化した。Figure 2 にあわせて示した Mazaheri らによって報告された乾式プレス法で作製した成形体の緻密化挙動[2]と比較すると、本研究では 300°C ほど低温で緻密化が進行した。1100°C で焼成したサンプルの微細構造観察から平均粒径は約 150 nm であり、焼結温度の低温化により微細な組織が維持されていることがわかった。

[1] G. Chiodelli et al., *Solid State Ionics*, **180**, 297-301 (2009).

[2] M. Mazaheri et al., *J. Am. Ceram. Soc.*, **92**, 990-995 (2009).



**Figure 1** Cross section SEM image of the calcined sample.



**Figure 2** Relative density as a function of sintering temperature for YSZ compacts.