

新素材の測定と評価 －新素材開発を支える粒子のキャラクタリゼーション－

Measurement And Evaluation of Advanced Materials

- Particle Characterization Supporting Development of Advanced Materials -

(財)ファインセラミックスセンター試験研究所 椿 淳一郎

TSUBAKI JunIchiro

料では測定原理が違っても30%以内のばらつきであり、測定結果が何倍もばらつくのは測定者の初步的なミスに起因することが紹介された。

続いてばらつきの原因を、現在広く用いられているレーザー回折散乱法、遠心沈降光透過法、X線透過法を例にとり、測定原理と装置の構造から紹介した。特にレーザー回折散乱法については、その最大の弱点である粒子屈折率の問題を解決する糸口が紹介された。詳細は学会発表前とすることで紹介されなかったが、この方法で屈折率を推定するなら図-1に示すように、機種による違いをかなり小さくできるとのことであった。

「粒子の表面化学」と題する近沢先生の講演では、先ず宇宙、情報、海洋などの先端技術を支える材料の開発には、粉体の制御が必要不可欠であること、その中で表面改質が重要な役割を果たすことが紹介された。目的に応じた改質

チエアマン：

創価大学工学部 教授 山本英夫

コ・チエアマン：

(財)ファインセラミックスセンター

プロセス技術グループ統括部部長 椿 淳一郎
セッション5の15日は、朝から雨で聴衆の出足が遅く、5分遅れて開催された。しかし最初の講演が佳境にはいる頃には、聴衆もそろい熱心に聴講する姿がみられた。

セッション5のテーマは新素材の測定と評価で、先ずチエアマンの山本先生から、新素材の開発など粉体技術に対する新たなニーズに応えるためには、新たな物性評価法が要求されている。と本セッションの企画意図が説明された。午前は粒子のキャラクタリゼーションで、粒度測定、表面化学、直接観察について、それぞれJFCCの椿、都立大の近沢先生、山梨大の小宮山先生から最新の研究成果が紹介された。粒度測定は μm 、表面化学はnm、直接観察はÅの世界の話で講演の主題以外にも、それぞれのスケールにおける研究状況の違いをはかり知ることもできて、興味深いセッションであった。

椿は「精密粒度測定とその評価」という題で、主にJFCCのマルチクライアント研究で得られた成果の紹介を中心に、豊富な実測データによって粒度測定技術の現状と標準化の方向、精密に粒度を測定するためのノウハウの紹介を行った。粒度測定と言うのは、結果が合わないものの代表のように言われるが、測定条件・手順をしっかり標準化するなら、悪くとも結果は倍以内のばらつきに収まること、条件のよい試

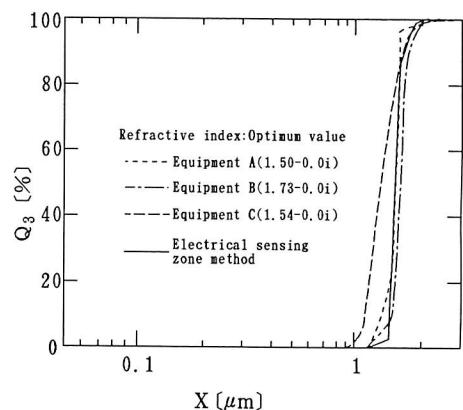


図-1 適正屈折率推定法にて得られた値を入力した場合の粒子径分布
試料：1.4 μm の単分散シリカ粒子

表面の厚さが表-1のように示されたが、実際に表面改質を行う場合の重要な示唆を与えるものである。

表面の化学的特性が、実在表面の構造、酸化還元的性質、表面の酸塩基性の観点から論じられた。コロイド粒子の安定性に密接に関係する酸化物粉体表面の水酸基の解離が、粉体の酸・塩基性に依存し、酸・塩基性は電気陰性度に相關することを知ったことは、表面と言うのは、ただただ難しいものであると思いこんでいた不勉強な筆者にとって、大きな収穫であるとともに驚きでもあった。

最後に漏れ性の制御について講演された。短い時間にもかかわらず、系統的によく整理されたご講演であったため、表面改質の意義目的、表面化学の現状をよく理解できた。

午前のセッション最後の講演は、山梨大学の小宮山先生による、nmからÅの世界の紹介であった。先ず最初に、観察対象の大きさに応じて観察媒体も光、電子、トンネル電子、原子間力と変わってくることが、ポンチ絵を使って分かりやすく説明された。次に光学顕微鏡法、オージェ電子分光法などの、極微の世界の直接観察法が概観され、その中で講演の主題である走査トンネル顕微鏡(STM)が位置づけられた。電子顕微鏡の場合は真空中で観察しなければならないが、STMは測定雰囲気を選ばないことが大きな特徴である。また電顕からは幾何学情報のみが得られるが、STMでは試料表面の仕事関数分布に対応する障壁高さ分布や局所的な電子状態など分光学的情報まで得られる

表-1 表面に特定の機能を与えるための表面層の厚さ

- | | | |
|----|-----------------|--------------|
| 1) | 直接接触した原子間の相互作用 | : ~10 Å |
| | 反応、漏れ、接着、摩擦、印刷 | |
| 2) | 機械的相互作用 | : 0.1 ~10 μm |
| | 表面硬化、摩擦、弾性、塑性変形 | |
| 3) | 物質移動に関係 | : 1 ~100 μm |
| | 腐食、拡散 | |

のことであった。欠点は絶縁性試料の観察が難しいことであるが、最近では絶縁性試料の観察も可能な原子間力顕微鏡(AFM)が開発されているとのことであった。続いて図-2に示すような先生の観察結果を中心に、観察結果が紹介された。

極微の世界の直接観察であるので、さぞかし高価な装置と高度なテクニックが必要であろうと思われるが、先生がご使用の装置は2~3百万円の自作装置で、グラファイトならさしたるノウハウもなく観察できるという話は、驚きであった。

コーヒーブレークをはさんでディスカッションに入ったが、雨にもめげずに参加された方々だけに、ディスカッションには15通もの討議票が寄せられ、山本先生のまとめに大幅に食い込んでしまった。質問は実際の測定に関する現実的なものが多かったが、質疑を通じてノウハウの取扱が測定技術の完成度に応じて、かなり違うことが明らかになり興味深かった。粒度測定ではできるだけノウハウを系統的に整理し公表しようとしているのに対して、STMでは観察すること自体が研究であるため、研究者間でもノウハウを開示することは希であるとのことで

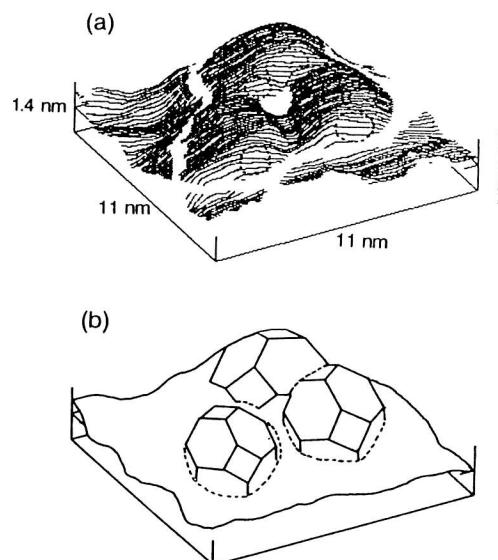


図-2 炭素薄膜上に蒸着したPt超微粒子のSTM像(a)とその形状(b)

あった。セッションは山本先生が実際に簡潔にまとめを済ませて、無事時間内に終了することができたが、セッション終了後も講師を囲んでディスカッションが続くなど熱のこもったセッションとなった。

つばき じゅん いち ろう
椿 淳一郎
㈱ファインセラミックスセンター プロセス技術グループ
統括部長
〒456 名古屋市熱田区六野2-4-1
☎(052)871-3500

<特集> '92粉体技術会議ダイジェスト・セッション5

新素材の測定と評価 －粒子製造・応用を支える測定と評価－

Measurement and Evaluation of New Materials

- The Measurement and Evaluation to Help Manufacturing and Application of Particles -

塩野義製薬(株)エンジニアリング部 井上速男
Hayao INOUE

チアマン：

京都大学工学部化学工学科教授 増田弘昭

コ・チアマン：

塩野義製薬(株)エンジニアリング部

次長 井上速男

午後は粒子集合体としての測定と評価方法に着目し、新しい測定・評価方法について3人の先生方のご講演と討論が行われた。粉体は固体粒子の集合体で相互に影響しあう状態であるが、1個粒子でも評価が大変なのにその大変な粒子が集まり「集合体」で、しかも「相互作用」との関連を評価しなければならぬのは非常に難しい命題である。しかし、実際に粒子を製造している現場では毎日そのことを行わなければならず、現場毎にマクロ的な検査法を工夫したり官能的な検査に頼っているのが実情である。また最近は個々の粒子の精密な形状や表面状態を重要な問題とする場合がでてきており、従来の評価法では評価しきれなくなってきた。これらの問題に対し何らかの方向づけになればとの観点から今回のテーマを選択した旨の増田先生のコメントがあり、以下の講演と討論に移った。

1. フラクタル次元を用いた粒子ならびに粒子集合体の物性評価

スピーカー：姫路工業大学工学部
産業機械工学科講師 鈴木道隆

冒頭、聴講者に「フラクタルという言葉を聞いたことがある人、手を上げて下さい。」との問い合わせに対し、ほとんどの人が手を上げた。次に「フラクタルを使っている人」との問い合わせに対しても1人もいなかった。その理由の一つに「フラクタル次元とは何か」が分からぬこともあると思われる。式で表せば、

$$D = \log(N)/\log(1/r)$$

ここでDはフラクタル次元、Nは単位図形の個数、rは単位長さである。これを分かり易い直線、正方形、立方体の例をあげて説明された。フラクタル次元は自然界でみられる雲、山、河川、海岸、稲妻、血管網などの複雑な構造を定量的に表す方法としても試みられている。粉体粒子形状の場合、投影像の輪郭を一周するのに必要な線分rと個数Nを求めて両対数グラフにプロットし、その傾きに-1を掛けてやれば求められる。これを用いると、従来の円形度では