

【研究活動報告】 機械精製研究分野(2000. 1~2000. 12)

教 授 : 齋藤文良
 助 手 : 加納純也, 張 其 武
 博士研究員 : 水上浩一
 研究留学生 : Kim Wan-Tae
 受託研究生 : 宮崎 幸, 井上 毅, 杉野昌美
 大学院生 : Lee Jae-Ryeong, 佐伯 周, 中川貴雄, 松本弘樹, 三尾 浩,
 慮 金 鳳, 山元一生, 吉川祥平, 稗田真人
 学部学生 : 今井 亮, 三橋克則, 東条孝俊, 森 洋人

本研究分野のメンバーの主な移動は以下のとおりである: M. Baron 氏(Prof., The Ecole des Mines d'Albi, France)が1999年10月より2000年6月まで, 当研究所客員教授として滞在し, 共同研究に従事. 慮金鳳氏(中国)は4月より技術補佐員から大学院修士へ移籍. 水上浩一氏は4月より学振博士研究生として本学工学研究科(材料化学専攻)より移籍. Kim Wan-Tae 氏は9月に博士号を取得して帰国(韓国). 8月より杉野昌美氏(旭化成メタルズ)が受託研究生として加入.

本研究グループでは, メカノケミカル法(機械的手法)を利用した材料開発, 廃棄物処理, 有価物分離を図る新しい原理やプロセス開発の研究を中心にして, アークプラズマ法による複合超微粉体の直接製造等に関する研究等を実施している. 2000年に実施した研究活動の概略は以下のとおりである.

1. 機械的手法(メカノケミカル法)を利用した素材精製法

(1) 廃蛍光管からのレアアースの非加熱抽出

機械的手法による結晶質物質を粉砕するとその構造が乱れ, その後に溶媒抽出操作を行うと破壊した構造から特定成分が容易に抽出される. この手法を三波長型蛍光材に適用し, 室温では抽出不可能であった含有レアアース(Y, La, Ce など)を容易に高収率で抽出できることを示した. 本年度は, メカノケミカル処理操作条件の最適化因子探索を確立し, スケールアップの基礎資料を得るための検討を行っている. なお, 本研究は(協)仙台清掃公社との共同研究であり, NEDO 支援継続研究となっている.

(2) リチウムイオン2次電池正極材スクラップからの Co の非加熱回収

リチウムイオン2次電池正極材料(LiCoO₃)の乾式 MC 処理により, その結晶構造を無定形化した後, 弱酸による室温下での有価物(Co 等)の浸出を試みた. その結果, 従来法(加熱法)では不十分であった同正極材からの Co 回収率が著しく向上することを見出し, その溶出機構を解明した.

(3) PVC からの非加熱脱塩素

PVC の非加熱脱塩素法の確立を目指す研究の一環として, 本年度は CaO, 高炉スラグ以外の無機物質(CaCO₃, Fe₂O₃, SiO₂, Al₂O₃ 等)をPVCに添加し, MC 処理した場合の脱塩素率や反応機構について検討した. その結果, 選定した脱塩素材も脱塩素に有効であることを確認し, また, 用いる脱塩素材構成元素の価数によって脱塩素反応となる場合や, 脱塩化水素反応となる場合など, 反応機構が異なることが判明した. なお, 本研究は, 平成12年度より厚生科学研究助成として承認され, 軟質 PVC の処理を対象に実証試験を進めている.

(4) 難燃性ポリマー(ハロゲン含有有機物)の非加熱処理

難燃性ポリマーは炭化水素中に官能基として F や Br を含むが, (3)と類似の処理(但し, 脱ハロゲン材は異なる)を施すことにより, 非加熱で脱ハロゲン化を達成でき, その反応機構解明を行った. なお, 本研究の反応機構解明(ラジカル反応など)については, 本学反応化学研究所, 手老研究室, 中西研究室との共同研究として

進めている。

2. メカノケミカル法による材料開発

(1) ペロブスカイト型複合酸化物のメカノケミカル合成

酸化物を出発原料にして、例えば、 LaMnO_3 、 $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ 、 LaCrO_3 などのペロブスカイト型複合酸化物を乾式粉砕法(メカノケミカル(MC)法)により合成することを試み、合成機構を明確にした。また、合成物の触媒特性評価についても実験的検討を進めている。

(2) MC 処理を利用したゼオライトの低温合成

カオリナイトを MC 処理し、その結晶構造を無定形化して機械的活性とし、その後 NaOH 水溶液中に一定時間懸濁(エージング)させて反応し、ゼオライト-A 型を低温で合成することに成功した。また、乾式粉砕により無定形化させた後、アルカリ水溶液中で湿式粉砕し、エージングするとゼオライト-X 型が合成できることを明確にした。

(3) 混合粉砕法による粉体のナノ複合化と焼結体特性向上

2種以上の原料を同時に粉砕し、原料の微細化と組成の均一化を達成し、それを加熱処理することによって高性能なファインセラミックスを製造する研究や、高機能性複合粒子の製造を行う研究を実施している。本年は、ムライトやフォルステライトの製造において、原料粉体混合物への乾式、湿式粉砕処理の相違が焼結体とした場合の焼結体強度特性に及ぼす影響を明らかにした。なお、本研究は、一関高専との共同研究である。

(4) メカニカルアロイングによる水素吸蔵合金(Mg_2Ni)の合成

金属 Mg と Ni を出発物質として、微量の金属を添加して Ar ガス雰囲気下で遊星ミルによる乾式粉砕(メカニカルアロイング)を行い、 Mg_2Ni 系合金を直接合成し、その水素吸蔵特性(PCT 特性曲線)を測定・評価している。本研究では、水素吸蔵量を約3%に維持したまま、放出温度を 200°C 以下まで低下させることに成功した。

3. 粒子要素法によるミル内媒体運動のシミュレーションとスケールアップならびに最適設計

(1) 媒体型粉砕機の最適設計法開発

媒体粉砕機を対象として、粉体共存下での媒体の運動の3次元解析(ボールミルシミュレーション)を行い、媒体の衝突運動エネルギーを求める手法を提案しているが、この値は、別の実験により定まる碎料の粉砕速度の支配要因であることを見出した。これより、粉砕機のスケールアップ法を構築し、大型粉砕機での設計指針を得ている。なお、本法は、粉砕機のみならず、ボールを媒体とする回転ロータ型複合化・混合装置についても適用可能であり、その実証も行っている。

(2) MC 反応の予測手法への適用

MC 反応収率の処理時間による変化の実験結果に基づき、処理時間を粉砕機内媒体運動の衝突エネルギーを求め、上記3. (1)で示した検討を行い、これより反応予測の支配要因を明確にし、ミル(MC 反応機)のスケールアップ法や最適ミル処理操作要因を明確にしている。

4. アークプラズマ法による複合化超微粒子の直接製造

金属をターゲットとして各種ガス雰囲気下でアークプラズマを照射してナノスケールの複合化超微粒子を作製し、生成機構を解明する研究を進めている。本年度は、金属表面に酸化物系セラミックス相をナノスケールでコーティングすることに成功したが、その場合の雰囲気ガス組成がコーティングの成否に重要な役割を果たすことを見出した。なお、酸化物系セラミックス相と金属相とが逆転したコーティング超微粒子合成の可能性についても検討を進めている。