

機関番号 : 32616

研究種目 : 基盤研究 (C)

研究期間 : 2008~2010

課題番号 : 20560629

研究課題名 (和文) ナトリウム元素含有したアルミニウム高ホウ化物の創製と高硬度材料の探索  
研究課題名 (英文) Preparation of sodium contained aluminum higher borides and a search of higher hardness material

研究代表者

岡田 繁 (OKADA SHIGERU)

国土館大学・理工学部・教授

研究者番号 : 40191952

研究成果の概要 (和文) :  $\text{MgAlB}_{14}$ タイプと同型の化合物である $\text{NaAlB}_{14}$ (斜方晶系 $Imma$ )単結晶をAl自己フラックス法で初めて合成し、その最適合成条件および得られた結晶は硬さと磁化率測定を行った。得られた $\text{NaAlB}_{14}$ は7.3 mm程度の棒状或いは板状結晶である。ビッカース微小硬さは、測定面によって異なり、23.3(1.0)~28.4(0.6) GPaである。これを基にして、固溶体( $\text{Na}_x\text{LE}_{1-x}$ ) $\text{AlB}_{14}$ の結晶合成およびより高硬度の材料開発を行った。即ち $\text{NaAlB}_{14}$ のNa位置を $\text{LE}=\text{Li}$ ,  $\text{Mg}$ および希土類金属にかえて固溶体( $\text{Na}_x\text{LE}_{1-x}$ ) $\text{AlB}_{14}$ 結晶の合成を行った。固溶体( $\text{Na}_x\text{Mg}_{1-x}$ ) $\text{AlB}_{14}$ 結晶が得られたが、それ以外の固溶体高ホウ化物は得られなかった。 $(\text{Na}_x\text{Mg}_{1-x})\text{AlB}_{14}$ 結晶では組成比( $0.21 \leq x \leq 0$ )で存在し、これらの硬さは31.1(0.8)~33.4(0.9)GPaで、 $(\text{Na}_{0.06}\text{Mg}_{0.94})\text{AlB}_{14}$ よりも $(\text{Na}_{0.21}\text{Mg}_{0.79})\text{AlB}_{14}$ の方が硬いことが分かった。以上より、固溶体( $\text{Na}_x\text{Mg}_{1-x}$ ) $\text{AlB}_{14}$ 結晶は $\text{NaAlB}_{14}$ 結晶よりも硬さが大きいことが理解できた。また、 $\text{NaAlB}_{14}$ と固溶体( $\text{Na}_x\text{Mg}_{1-x}$ ) $\text{AlB}_{14}$ の低温度での磁化率測定では常磁性を示していることも分かった。

研究成果の概要 (英文) : Single crystals of a new ternary boride  $\text{NaAlB}_{14}$  (orthorhombic,  $Imma$ ) were obtained from the Na-Al-B system using a high-temperature Al self-flux under an Ar atmosphere. The reagents used to prepare the samples were NaF or  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  powder, crystalline boron powder and Al metal chips. The optimum conditions to obtain relatively large crystals were found to include soaking temperature 1573 K, soaking time 1 h, cooling rate 50 K/h and the atomic ratios ( $n = \text{B}/\text{Na} = 1.0$  to 4.0) of starting materials. The  $\text{NaAlB}_{14}$  crystal prepared had maximum sizes of approximately 7.3mm. The crystals were generally obtained in the form of plate-like crystals with well-developed  $\{010\}$  faces or trapezoidal-shape crystals. The values of Vickers microhardness are in the ranges of 23.3(1.0) and 28.4(0.6) GPa, respectively. Single crystals of quaternary compounds in the solid solution  $(\text{Na}_x\text{RE}_{1-x})\text{AlB}_{14}$  ( $\text{RE}=\text{Li}$ ,  $\text{Mg}$ , rare earths ( $\text{Tb}$ ,  $\text{Dy}$ ,  $\text{Ho}$ ,  $\text{Er}$ ,  $\text{Tm}$ ,  $\text{Yb}$ ,  $\text{Lu}$ )) were grown by the Na-RE-Al-B system using Al-self flux. The single crystals of  $\text{LiAlB}_{14}$ ,  $\text{NaAlB}_{14}$ ,  $\text{MgAlB}_{14}$  and  $(\text{Na}_x\text{Mg}_{1-x})\text{AlB}_{14}$  ( $0.21 \leq x \leq 0$ ) were grown; the quaternary boride  $(\text{Na}_x\text{Li}_{1-x})\text{AlB}_{14}$  and  $(\text{Na}_x\text{RE}_{1-x})\text{AlB}_{14}$  ( $\text{RE}=\text{rare earths}$ ) phases were not obtained at the single crystal growth experiment in the Na-Li-Al-B and Na-RE-Al-B systems. The homogeneity range for the solid solutions of  $(\text{Na}_x\text{Mg}_{1-x})\text{AlB}_{14}$  ( $0.21 \leq x \leq 0$ ) crystals was studied by XRD and chemical analyses. The hardness values of  $(\text{Na}_x\text{Mg}_{1-x})\text{AlB}_{14}$  ( $0.21 \leq x \leq 0.08$ ) crystals were in the range of 31.1(0.8) to 33.4(0.9) GPa. Magnetic susceptibility of as-grown  $(\text{Na}_x\text{Mg}_{1-x})\text{AlB}_{14}$  ( $x=1$ ,  $0.21 \leq x \leq 0$ ) have been measured in the temperature range of 300 K to 2 K. The magnetic susceptibility of  $(\text{Na}_{0.21}\text{Mg}_{0.79})\text{AlB}_{14}$  and  $(\text{Na}_{0.08}\text{Mg}_{0.92})\text{AlB}_{14}$  crystals are diamagnetic and shown an increase at low temperatures indicative of small paramagnetic contributions which can normally be attributed to impurities or defects.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	500,000	150,000	650,000
2009年度	100,000	30,000	130,000
2010年度	100,000	30,000	130,000
年度			
年度			
総計	700,000	210,000	910,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学 無機材料・物性

キーワード：アルミニウム高ホウ化物、 $\text{NaAlB}_{14}$ 、Al-自己フラックス法、単結晶育成、高硬度材料、磁化率

### 1. 研究開始当初の背景

(1) ホウ素系化合物のうち、ホウ素正二十面体を有する高ホウ化物は、ホウ素系半導体で、耐熱性の高温高強度材として期待されている。ホウ化物の中で、炭化ホウ素 $\text{B}_4\text{C}$ や立方晶窒化ホウ素 $\text{CBN}$ などはダイヤモンドの代替として広く用いられている。しかし、それらの化合物は特殊な高圧合成法や高温加熱法で作製しているために高価である。従って、高温高硬度材料の簡単な作製が急務されている。

(2) 米国とヨーロッパ諸国では、 $\text{B}_4\text{C}$ や $\text{CBN}$ の合成装置の改良や新しい装置の作成が主体的に行われている。国内では、著者が主体となって、ダイヤモンド代替材料の研究開発の一環として、高ホウ化物を用いた高硬度材料の探索を行っている。その過程で、 $\text{Li}$ 、 $\text{Mg}$ 、 $\text{Na}$ を含有したアルミニウム高ホウ化物に着目して研究を行っている<sup>1-5)</sup>。

(3) 2003年以降は、原料の比較的安価で、環境に優しい材料、即ち $\text{MgAlB}_{14}$ タイプの結晶に着目して、単結晶育成と硬さについて研究を行った。これらの実験から、 $\text{MgAlB}_{14}$ タイプ結晶は、 $\text{B}_4\text{C}$ や $\text{CBN}$ と同程度の硬さを有することが分かった。即ち、 $\text{MgAlB}_{14}$ タイプ結晶の硬さは25~29GPaである。

(4) 研究の背景は $\text{Mg}$ より天然物質中に多く存在する $\text{Na}$ 元素を用いることにした。即ち $\text{Na}$ を含有したアルミニウム高ホウ化物 $\text{NaAlB}_{14}$ の単結晶合成である。この化合物は、著者が初めて合成した新規化合物である。これを用いて高硬度材料としての探索を試みることにした。

### 2. 研究の目的

$\text{MgAlB}_{14}$ タイプの結晶合成は、アルカリ土類金属、 $\text{Al}$ とホウ素元素の直接合成方法からは合成できないことが、先の実験から明らかになっている<sup>5)</sup>。そこで、著者は $\text{Al}$ 自己フラ

ックス法を用いて、 $\text{Na-Al-B}$ 三成分系から $\text{NaAlB}_{14}$ の結晶合成を行った<sup>3)</sup>。この化合物は、新規化合物であるので、単結晶の育成方法と構造解析については報告した<sup>3)</sup>。 $\text{NaAlB}_{14}$ の結晶構造(orthorhombic, *Imma*)を図1に示す。これより、 $\text{NaAlB}_{14}$ の結晶構造は、ホウ素原子が作るホウ素正二十面体と単離ホウ素によって構成されていることより、高硬度材料の可能性を秘めている。しかし、研究目的である硬さについては詳細に研究を行っていない

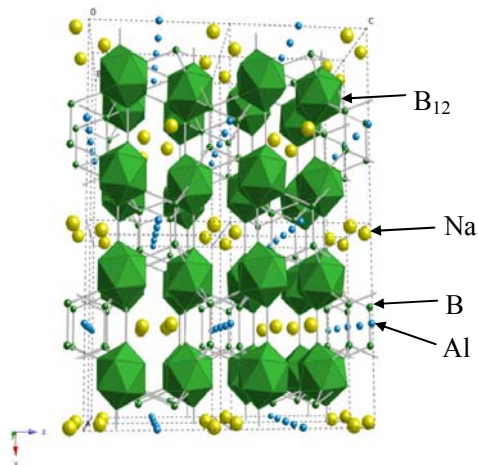


図1  $\text{NaAlB}_{14}$ の結晶構造

い。また、 $\text{NaAlB}_{14}$ 結晶の合成方法は、出発原料の $\text{Na}$ 源を $\text{NaCl}$ 、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{NaF}$ 、 $\text{NaI}$ 、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ などにかえて、低温度、短時間で合成する方法を確立するために実験を行った。これは $\text{Na}$ 元素を含有する化合物の合成が困難な場合が多いためである。それは $\text{Na}$ 自体が比較的低温で揮発しやすいために $\text{NaAlB}_{14}$ の合成が困難である。そのような背景で、 $\text{Na}$ 塩を用いて $\text{NaAlB}_{14}$ 結晶を作製することが本実験での特徴である。また、得られた結晶は、

ホウ素原子が作るホウ素正二十面体の骨格によって作られていることより、高硬度材としての可能性がある。それを明らかにするのが目的である。更にNaAlB<sub>14</sub>結晶の結果から、固溶体(Na<sub>x</sub>LE<sub>1-x</sub>)AlB<sub>14</sub>の結晶合成とより高硬度の材料開発の研究を行った。即ちNaAlB<sub>14</sub>のNa位置をLE=Li, Mgおよび希土類金属にかえて固溶体(Na<sub>x</sub>LE<sub>1-x</sub>)AlB<sub>14</sub>結晶の合成を行った。

### 3. 研究の方法

高温Al自己フラックス法を用いて、Na-Al-B三成分系から新規NaAlB<sub>14</sub>結晶の合成を行う。実験は、著者の過去の研究から、出発原料のNa源として蒸気圧の高い金属ナトリウムのかわりにNaCl, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, NaF, NaI, Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>などを用いる。Na塩と結晶性ホウ素との反応をAlフラックス中で、加熱温度 1573~1773 K、保持時間 1~3 h、冷却速度 50 K/hの条件で、NaAlB<sub>14</sub>の結晶育成を行う。混合原料はAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>製ルツボ中に入れて結晶合成を行った。それをアルゴン雰囲気の高温電気炉中に入れた。加熱保持後、炉内で冷却し、過剰のAlフラックスを塩酸処理して、合成した結晶を取り出した。得られた結晶は粉末X線回折計で、結晶相の同定と格子定数を調べる。EDS装置を用いて、結晶の組成分析、

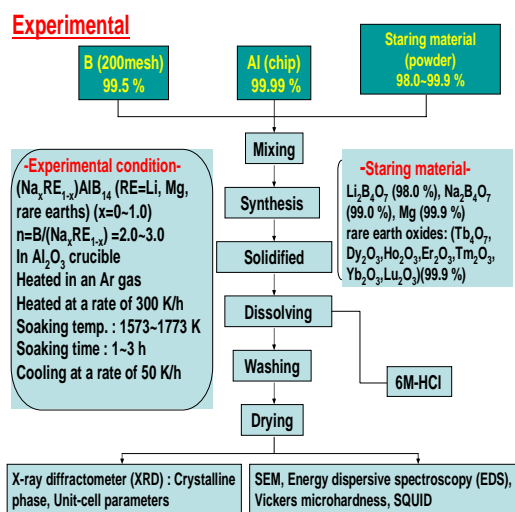


図2 NaAlB<sub>14</sub>結晶の合成方法

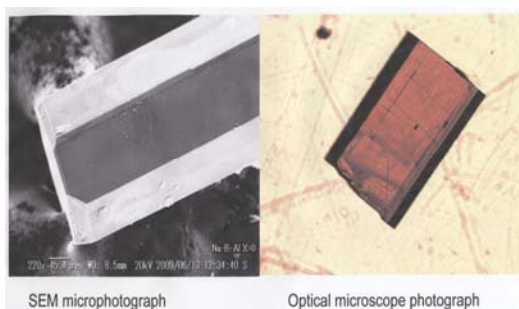


図3 NaAlB<sub>14</sub>結晶の顕微鏡写真

組成比変化と不純物元素の確認を行った。更にCCD-X線回折計を用いて結晶の解析用データを収集し、出発原料の違いがNaAlB<sub>14</sub>結晶の構造変化に与える影響を調べた。その結果から、他のMgAlB<sub>14</sub>タイプとNaAlB<sub>14</sub>の結晶構造の相違を比較する。更にNaAlB<sub>14</sub>のNa位置をLE=Li, Mgおよび希土類金属にかえた固溶体(Na<sub>x</sub>LE<sub>1-x</sub>)AlB<sub>14</sub>結晶の合成と硬さの関係を調べる実験を行った。固溶体(Na<sub>x</sub>LE<sub>1-x</sub>)AlB<sub>14</sub>結晶の合成方法を図2に示す。

### 4. 研究成果

MgAlB<sub>14</sub>, LiAlB<sub>14</sub>とNaAlB<sub>14</sub>結晶の最適合成条件は配合比 $n = M/B = 2.0 \sim 3.0$ のときである。それらは配合原子比 $M/B (= n)$ が比較的小さいときにMgAlB<sub>14</sub>, LiAlB<sub>14</sub>或いはNaAlB<sub>14</sub>結晶が得られ易いことが分かった。得られた結晶は、MgAlB<sub>14</sub>では黒色、LiAlB<sub>14</sub>とNaAlB<sub>14</sub>では赤茶けたオレンジ色で半透明体を呈している。得られたNaAlB<sub>14</sub>は{100}, {010}, {011}と{001}面を有した $7.3 \times 3.3 \times 2.8 \text{ mm}^2$ の大きさの棒状 (NaAlB<sub>14</sub>結晶) (図3)或いは板状結晶である。NaAlB<sub>14</sub>の格子定数は $a=1.046 \text{ nm}$ ,  $b=0.584 \text{ nm}$ ,  $c=0.823 \text{ nm}$ である。これから、LiAlB<sub>14</sub>は先に報告している値に極めて近い値である。NaAlB<sub>14</sub>はLiAlB<sub>14</sub>やMgAlB<sub>14</sub>よりも単位格子の体積が大きいことが理解できる。これは単位胞中に存在する金属イオンのイオン半径の大きさ(Mg<sup>2+</sup>: 0.72 (配位数 6), Li<sup>+</sup>: 0.76 (配位数 6), Na<sup>+</sup>: 1.02 (配位数 6))<sup>6)</sup>に関係している。また、固溶体(Na<sub>x</sub>Mg<sub>1-x</sub>)AlB<sub>14</sub>結晶では $(0.21 \leq x \leq 0)$ の範囲で存在し、その格子定数値は、(Na<sub>0.06</sub>Mg<sub>0.94</sub>)AlB<sub>14</sub>では $a=0.584(2) \text{ nm}$ ,  $b=0.811(2) \text{ nm}$ ,  $c=1.033(3) \text{ nm}$ で、(Na<sub>0.21</sub>Mg<sub>0.79</sub>)AlB<sub>14</sub>では $a=0.585(2) \text{ nm}$ ,  $b=0.812(3) \text{ nm}$ ,  $c=1.034(2) \text{ nm}$ の範囲内である。また、それ以外の固溶体(Na<sub>x</sub>LE<sub>1-x</sub>)AlB<sub>14</sub> (LE=Li, 希土類元素)結晶は得られなかったが、LiAlB<sub>14</sub>或いは希土類四ホウ化物LEB<sub>4</sub>や希土類六ホウ化物LEB<sub>6</sub>が、それぞれ一緒に得られることがあった。

ビッカース微小硬さは、NaAlB<sub>14</sub>では23.3(1.0)~28.4(0.6)GPaで、MgAlB<sub>14</sub>やLiAlB<sub>14</sub>の各面で測定した値とほぼ同程度であった。また、(Na<sub>0.06</sub>Mg<sub>0.94</sub>)AlB<sub>14</sub>と(Na<sub>0.21</sub>Mg<sub>0.79</sub>)AlB<sub>14</sub>の範囲での硬さは31.1(0.8)~33.4(0.9)GPaで、NaAlB<sub>14</sub>や(Na<sub>0.06</sub>Mg<sub>0.94</sub>)AlB<sub>14</sub>よりも(Na<sub>0.21</sub>Mg<sub>0.79</sub>)AlB<sub>14</sub>の方が硬いことが分かった。この原因は、NaAlB<sub>14</sub>にMg元素が固溶することによって結晶構造にひずみを与えるか或いはB<sub>12</sub>正二十面体ユニットとB-B結合の数に密接に関係していることが硬さから推察できた。ただし、本実験で得られたNaAlB<sub>14</sub>或いは(Na<sub>x</sub>Mg<sub>1-x</sub>)AlB<sub>14</sub>結晶の{001}面の硬さは、図3に見られるように成長面が小さくて測定が不可能であった。

室温での磁気特性は、 $\text{MgAlB}_{14}$ では  $5.0 \times 10^{-7} \text{ emug}^{-1}$ 、 $\text{NaAlB}_{14}$ では  $-4.0 \times 10^{-7} \text{ emug}^{-1}$  (図4)、 $\text{LiAlB}_{14}$ では  $-4.4 \times 10^{-7} \text{ emug}^{-1}$ で、それぞれ同程度の値である。 $\text{MgAlB}_{14}$ タイプと固溶体 ( $\text{Na}_x\text{Mg}_{1-x}\text{AlB}_{14}$ ) (図5)結晶の低温での磁化率測定は、室温から2 Kで、その値がやや大きくなり、どの高ボウ化物でも常磁性的な振る舞いを呈していることが分かった。

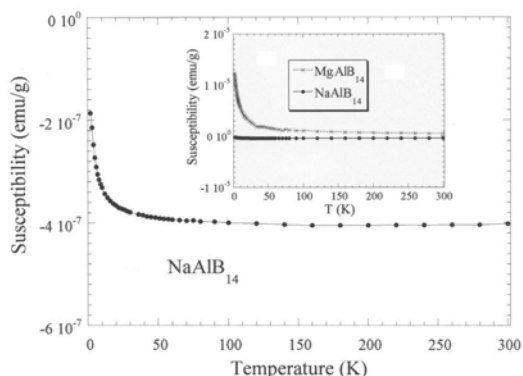


図4  $\text{MgAlB}_{14}$ タイプの磁化率測定

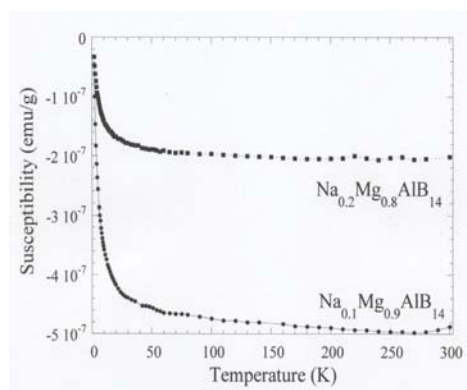


図5 固溶体( $\text{Na}_x\text{Mg}_{1-x}\text{AlB}_{14}$ )の磁化率測定

文献

- 1) S. Okada (他 6 名, 1 番目), Syntheses and Properties of Higher Borides from Melts in the Systems Al-M-B (M=Be, Mg, Cu), J. Alloys Compds., Vol.442, 320-323 (2007) 査読有
- 2) S. Okada (他 5 名, 1 番目), Crystal Growth of a New Aluminum Sodium Boride  $\text{NaAlB}_{14}$  and Some Properties, J. European Ceramic Soc., Vol.26, 631-634 (2006) 査読有
- 3) S. Okada (他 6 名, 1 番目), Crystal growth and structure refinement of a new aluminum sodium boride  $\text{NaAlB}_{14}$ , J. Alloys Compds., Vol.395, 231-235 (2005) 査読有
- 4) S. Okada (他 7 名, 1 番目), Crystal Growth of Aluminum Magnesium Borides from Al-Mg-B Ternary System Solutions and Properties of the Crystals, Designing, Processing and Properties of Advanced Engineering Materials, Vols.449-452,

365-368 (2004) 査読有

5) S. Okada, T. Shishido, Syntheses, Hardness, Oxidation Resistance and Magnetic Susceptibility of  $\text{MgAlB}_{14}$  and  $\text{MgAlB}_{22}$  Crystals, The Pacific Science Review, Vol.6, 182-187 (2004) 査読有

6) D. R. Lide (Ed.), "Handbook of Chemistry and Physics," 76<sup>th</sup> ed., pp.12-14, CRC Press, New York, 1995-1996.

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 21 件)

- ① Shigeru Okada, Kudou Kudou, Toetsu Shishido, Kunio Yubuta, Takao Mori, Syntheses and physical properties of  $\text{Na}_x\text{RE}_{1-x}\text{AlB}_{14}$  (RE=Li, Mg, rare earths) obtained by molten Al flux, J. Solid State Phenomena, Vol.170, 150-153 (2011) 査読有
- ② Shigeru Okada, Toetsu Shishido and Takao Mori, Synthesis and Physical Properties of Solid Solution  $\text{MgAlB}_{14}$ -Type Compounds, Pacific Science Review, Vol.12, No.2, 258-262 (2011) 査読有
- ③ Toetsu Shishido, Shigeru Okada, Kunio Kudou, Kunio Yubuta, Akira Yoshikawa and Takao Mori, Synthesis, boron nonstoichiometry and properties of the perovskite-type  $\text{ErRh}_3\text{B}$ , Pacific Science Review, Vol.12, No.2, 254-257 (2011) 査読有
- ④ Shigeru Okada, Kunio Kudou and Toetsu Shishido, Crystal Structure of Molybdenum Diboride  $\text{MoB}_2$  with  $\text{Mo}_2\text{B}_{5-x}$ -Type Compound, Pacific Science Review, Vol.12, No.2, 231-235 (2011) 査読有
- ⑤ Takeshi Kajitani, Kunio Yubuta, Toetsu Shishido and Shigeru Okada, Electron density distribution in  $\text{Mn}_4\text{Si}_7$ , J. Electronic Materials, Vol.39, No.9 1482-1487 (2010) 査読有
- ⑥ Takao Mori, Toetsu Shishido, Kazuo Nakajima, Shigeru Okada, Kunio Kudou, Klaus Kiefer and Konard Siemensmeyer, High Field Magnetic Properties of  $\text{Tm}_2\text{AlB}_6$ , an  $\text{AlB}_2$ -type Analogue Compound, J. Physics: Conference Series, Vol. 200, 012127 (4pp), (2010) 査読有



- ⑦ Shigeru Okada, Kunio Kudou and Toetsu Shishido, Synthesis and Some Properties of Molybdenum Diboride  $\text{MoB}_2$ , Pacific Science Review, Vol.11, No.2, 164-171 (2009) 査読有
- ⑧ Toetsu Shishido, Kunio Kudou and Shigeru Okada, Synthesis and properties of the perovskite-type rare earth palladium borides, Pacific Science Review, Vol.11, No.1, 30-34 (2009) 査読有
- ⑨ Kudou Kudou, Shigeru Okada, Takao Mori and Toetsu Shishido, Syntheses and Some Properties of Silicon added WB and  $\text{WB}_2$  Compounds, Pacific Science Review, Vol.11, No.1, 26-29 (2009) 査読有
- ⑩ Shigeru Okada, Kudou Kudou, Toetsu Shishido, Syntheses of Manganese Silicides by High-temperature Metal Flux Method, Pacific Science Review, Vol.11, No.1, 22-25 (2009) 査読有
- ⑪ Ryoji Sahara, Toetsu Shishido, Akiko Nomura, Kunio Kudou, Shigeru Okada, Vijay Kumar, Kazuo Nakajima and Yoshiyuki Kawazoe, Si-doping effect on bonding nature and elasticity of  $\text{AlMB}_{14}$  with  $M=\text{Li, Mg, and Na}$ , J. Phys.: Conf. Ser. Vol.176, 012018 (8pp) (2009) 査読有
- ⑫ Shigeru Okada, Takao Mori, Kunio Kudou, Toetsu Shishido, Takaho Tanaka, Growth and physical properties of  $\text{Sc}_2\text{AlB}_6$  crystals, J. Phys.: Conf. Ser. Vol.176, 012008 (6pp) (2009) 査読有
- ⑬ Kunio Yubuta, Takao Mori, Andreas Leithe-Jasper, Yuri Grin, Shigeru Okada, and Toetsu Shishido, Direct observation of the intergrown  $\alpha$ -phase in  $\beta\text{-TmAlB}_4$  via high-resolution electron microscopy, Materials Research Bulletin, Vol.44, 1743-1746 (2009) 査読有
- ⑭ Shigeru Okada, Toetsu Shishido and Takao Mori, Growth and characterization of  $\text{LiAlB}_{14}$  and  $\text{NaAlB}_{14}$  crystals by Al self-flux, Pacific Science Review, Vol.10, No.2, 207-212 (2009) 査読有

[学会発表] (計 60 件)

- (1) 岡田 繁, 工藤 邦男, 湯蓋 邦夫, 宍戸 統悦, メカノケミカル工程を経由した Fe-Si系化合物の合成, 日本セラミック

ス協会 2011 年年会講演会、2011 年 3 月 17 日 p.159, (浜松市).

- (2) Kunio Kudou, Shigeru Okada, Takao Mori, Toetsu Shishido, Single Crystal of Iron Silicides, as obtained from Gallium Metal Solutions, and their Properties, The 2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies (PACIFICHEM 2010) in Hawaii, U.S.A. December 15-20, CD-R, 2010.
- (3) Toetsu Shishido, Shigeru Okada, Kunio Kudou, Synthesis and crystal structure of the quaternary borocarbide  $\text{GdCo}_2\text{B}_2\text{C}_x$  ( $x=0 \sim 1$ ), The 2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies (PACIFICHEM 2010) in Hawaii, U.S.A. December 15-20, CD-R, 2010.
- (4) Toetsu Shishido, Shigeru Okada, Kunio Kudou, Takao Mori, Syntheses and physical properties of  $\text{REPd}_3\text{B}_x$  ( $\text{RE} = \text{La, Gd, Lu, Sc}$ ), The 2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies (PACIFICHEM 2010) in Hawaii, U.S.A. December 15-20, CD-R, 2010.
- (5) Shigeru Okada, Kunio Kudou, Toetsu Shishido, Takao Mori, Syntheses, Hardness and Magnetic Properties of  $\text{Sc}_2\text{AlB}_6$  and  $\text{Lu}_2\text{AlB}_6$  Crystals, The 2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies (PACIFICHEM 2010) in Hawaii, U.S.A. December 15-20, CD-R, 2010.
- (6) Shigeru Okada, Kiyomi Kamamoto, Kunio Kudou, Kiyokata Iizumi, Synthesis and  $\text{NO}_x$  adsorption of lithium ferrite powder by mechanochemical method, The 2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies (PACIFICHEM 2010) in Hawaii, U.S.A. December 15-20, CD-R, 2010.
- (7) Kunio Kudou, Shigeru Okada, Syntheses and properties of higher borides  $\text{RB}_{50}$ -type ( $\text{R} = \text{rare earth elements}$ ) compounds, The 2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies (PACIFICHEM 2010) in Hawaii, U.S.A. December 15-20, CD-R, 2010.
- (8) Shigeru Okada, Kudou Kudou, Toetsu Shishido, Takao Mori, Syntheses and physical properties of  $\text{Na}_x\text{RE}_{1-x}\text{AlB}_{14}$

- (RE=Li, Mg, rare earths) by molten Al flux, 17<sup>th</sup> International Conference on Solid Compounds of Transition Elements (SCTE2010), pp.86. September 9, 2010, Annecy France.
- (9) Kudou Kudou, Shigeru Okada, Toetsu Shishido, NiSi and NiSi<sub>2</sub> Prepared by Mechanochemical Processing of Ni-Si System, 17<sup>th</sup> International Conference on Solid Compounds of Transition Elements (SCTE2010), pp.82. September 9, 2010, Annecy France.
- (10) Kunio Yubuta, Toetsu Shishido, Takao Mori, Andreas Leithe-Jasper, Yuri Grin, Shigeru Okada, Intergrowth structure of alpha-type phase in beta-type TmAlB<sub>4</sub> studied by high-resolution electron microscopy, 17<sup>th</sup> International Conference on Solid Compounds of Transition Elements (SCTE2010), pp.49. September 6, 2010, Annecy France.
- (11) Takao Mori, Keven Ianchuk, Andreas Leithe-Jasper, Shigeru Okada, Kudou Kudou, Toetsu Shishido, Physics and chemistry of rare earth boride “tilling” compounds, 17<sup>th</sup> International Conference on Solid Compounds of Transition Elements (SCTE2010), pp.29. September 6, 2010, Annecy France.
- (12) Toetsu Shishido, Kunio Kudou, Shigeru Okada 他 7 名, A Study on the Formation and Hardness of Perovskite-Type Solid Solution La<sub>1-x</sub>Sc<sub>x</sub>Rh<sub>3</sub>B, ナノ学会第 8 回大会, pp.334, 2010 年 5 月 13 日～5 月 15 日 (岡崎市).
- (13) 宍戸 統悦, 工藤 邦男, 岡田 繁 他 15 名, ペロブスカイト型固溶体 La<sub>1-x</sub>Sc<sub>x</sub>Rh<sub>3</sub>B の硬さに関する研究, 平成 21 年度日本セラミックス協会東北北海道支部研究発表会 pp.62, 平成 21 年 10 月 29 日 (札幌市).
- (14) 鎌本 喜代美, 岡田 繁, 工藤 邦男, 宍戸 統悦, MgME<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (ME=Al, Fe) の合成と NO<sub>x</sub> 吸着処理, 平成 21 年度化学系学協会東北大会, 2009 年 9 月 19 日～21 日 pp.198, (郡山市).
- (15) 岡田 繁, 森 孝雄, 工藤 邦男, 湯蓋 邦夫, 宍戸 統悦, フラックス法による Yb-Al-B 系化合物の合成と性質, 平成 21 年度化学系学協会東北大会, 2009 年 9 月 19 日～21 日 pp.198, (郡山市).
- (16) 工藤 邦男, 岡田 繁, 宍戸 統悦, Si 添加 MB(M=W, Nb, V) 化合物の合成とそれら化合物の硬さおよび耐酸化特性について, 第 22 回日本セラミックス協会秋季シンポジウム, 2009 年 9 月 16 日～18 日 pp.394, (松山市).
- (17) 岡田 繁, 工藤 邦男, 宍戸 統悦, 鎌本 喜代美, Na<sub>x</sub>Mg<sub>1-x</sub>AlB<sub>14</sub>(x=0-1.0) 結晶の合成と性質, 第 22 回日本セラミックス協会秋季シンポジウム, 2009 年 9 月 16 日～18 日 pp.273, (松山市).
- (18) Takeshi Kajitani, Kunio Yubuta, Toetsu Shishido and Shigeru Okada, Electron density distribution in Mn<sub>4</sub>Si<sub>7</sub>, The 28th International Conference on Thermo-electrics (ICT09), 12/1, pp.122, (2009).
- (19) Takao Mori, Toetsu Shishido, Kazuo Nakajima, Shigeru Okada, Kunio Kudou, Klaus Kiefer and Konard Siemensmeyer, High Field Magnetic Properties of Tm<sub>2</sub>AlB<sub>6</sub>, an AlB<sub>2</sub>-type Analogue Compound, The International Conference on Magnetism-ICM 2009 in Karlsruhe, Germany, July 27, pp.25, 2009.
- 〔図書〕 (計 1 件)
- (1) 掛川 一幸, 岡田 繁 他 6 名, DVD セラミックス入門ビデオ編 “見て学ぶセラミックス実験操作”, 日本セラミックス協会編, 平成 21 年 4 月発行, DVD 版
- 〔産業財産権〕
- 出願状況 (計 1 件)
- 名称: 窒素酸化物および二酸化炭素の吸着材料
- 発明者: 岡田 繁
- 権利者: 岡田 繁, 鎌本喜代美, 宍戸統悦, 鈴木孝之
- 種類: 特願 2009-086598
- 番号: 識別番号 110000420
- 出願年月日: 平成 21 年 3 月 31 日
- 国内外の別: 国内
6. 研究組織
- (1) 研究代表者
- 岡田 繁 (OKADA SHIGERU)
- 国士舘大学・理工学部・教授
- 研究者番号: 40191952