

機関番号：13601

研究種目：基盤研究（B）

研究期間：2008～2010

課題番号：20350093

研究課題名（和文） 環境融合プロセスによるエコデバイス用単結晶の創成

研究課題名（英文） Environmentally Friendly Growth of Functional Single Crystals for Eco Devices

研究代表者

大石 修治 (OISHI SHUJI)

信州大学・工学部・教授

研究者番号：50021027

研究成果の概要（和文）：本研究では、溶液法の一つであり、高品質な単結晶を育成できる環境調和型フラックス法により、さまざまなエコデバイス用単結晶を育成することに成功した。特にフラックス種を適切に選択することで、500℃以下という単結晶育成ではきわめて低い温度での単結晶育成を実現できた。その結果、さまざまな機能性単結晶を耐熱性に乏しい物質表面に直接形成できる可能性を見出し、エコデバイスの試作に繋がった。

研究成果の概要（英文）：In this study, various functional single crystals were successfully grown by an environmentally friendly flux growth, which is one of the solution growth. In particular, our novel flux growth can be conducted at relatively low temperatures, that is, 150-500°C. As a result, a variety of functional single crystals were able to grow directly onto various material surfaces, and some eco-devices were successfully fabricated by our environmentally friendly method.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	9,900,000	2,970,000	12,870,000
2009年度	3,100,000	930,000	4,030,000
2010年度	1,800,000	540,000	2,340,000
総計	14,800,000	4,440,000	19,240,000

研究分野：化学

科研費の分科・細目：材料化学・無機工業材料

キーワード：結晶・多結晶材料

1. 研究開始当初の背景

ものづくり技術が革新的に進歩した20世紀、産業の高度発達は目覚ましく、我々は豊かな生活を手に入れた。その反面、さまざまな地球環境問題を引き起こしている。この反省から、21世紀は環境の時代ともいわれる。環境問題意識に立脚すると、新形態のエネルギー、なかでも太陽光発電や燃料電池をはじめとするクリーンエネルギー開発は重要課題のひとつにあげられる。さらに、生命の源である水、生物の生産拠点である土壌、生命活動維持に必須の大気にまつわる環境浄化も重要課題である。また、高齢化社会を見据えると、優れた機能を備えた次代のバイオマ

テリアル開発も不可避な状況である。半導体材料や光学材料なども同様に、エネルギー消費を鑑みると重要課題と位置づけられる。

化学者・技術者のものづくりの観点から、真にこれらの問題を解決するためには“環境に調和した原料”と“環境にやさしい方法”を組み合わせ、新しい機能性材料を創成することが重要である。特に、低温・大気雰囲気での機能性材料・デバイスを創成できれば、さまざまな物質や材料との複合化が容易となり、新しいデバイス作製のためのプロセスイノベーションになり得る。もちろん、産業化（事業化）においてもきわめて優位である。環境負荷が最小と言われる生物生産活動から、

ものづくりを学ぶことも重要であり、そこに解決策の一端を垣間見ることできる。このように環境融合プロセスによる新しいものづくりは、前出のあらゆる分野を先導できると期待する。

2. 研究の目的

本研究の最終目標は、環境融合プロセスにより、先端無機結晶デバイスを提案し、社会に広く普及することである。特に本研究では、天然に豊富に存在し、環境や人体にも全く無害である環境適合フラックス(溶媒)から、ネイチャーミメティック概念を取り入れた結晶育成方法(ネイチャーミメティックフラックス法)により、500℃以下の低温・常圧・大気雰囲気下で新奇エコデバイス用結晶を創成することを目的とする。

ネイチャーミメティックフラックス法では、高品質な結晶を育成できるため、各種デバイスの高機能化も期待できる。ここで、フラックスには溶質を溶解する能力と目的結晶だけを晶出させる能力が必要である(大石修治; 溶液からの結晶成長—構造と形のデザイン, 共立出版, pp. 107-127 (2002))。本研究では、食品としても知られ、天然に豊富に存在し、環境や人体にも無毒な塩化ナトリウムや塩化カリウムをはじめとする塩化物や融点の低い硝酸塩などの混合物をフラックスとして選択した。以下に本研究の期間内の研究方針・目標を具体的に記載する。

(1) 環境融合フラックスからの酸化物結晶の低温育成

結晶や無機材料合成として特異条件と言える“低温(500℃以下)・常圧育成”を可能にするフラックスを探求する。

(2) 酸化物結晶の形状・サイズ制御

目的結晶をナノ粒子(0次元)、ウイスキー・チューブ(1次元)、シート(2次元)あるいは多孔質形状などに制御するための育成条件を探求する。

(3) 結晶の複合化

育成した酸化物結晶の構造上の特長をいかに、ドーパント導入による特性向上をはかる。また、基板上に直接結晶層を形成することも試みる。

(4) 結晶やその複合材料の特性評価とエコデバイス試作

先端無機結晶エコデバイスを試作し、その特性などを評価する。

3. 研究の方法

本研究では、ネイチャーミメティックフラックス法を基盤技術とし、さまざまな機能性結晶やその複合体の作製を試みる。このフラックス法では、容器(るつぼなど)と熱源(電気炉など)さえあれば結晶育成研究が遂行できることが特長である。また、フラックスを

適切に選択することで、150~500℃程度の低温・常圧でも結晶を育成できるため、材料スクリーニング研究に適する。大型結晶が得られにくいという欠点も、最近では小型で均一な結晶が得られやすいという解釈で長所となっていることも注目に値する。具体的な研究方法を先述の目的に合わせて記載する(4つに大別)。

(1) 環境融合フラックスからの酸化物結晶の低温育成

ターゲットとなる酸化物結晶の決定には、シミュレーションを活用する。特に、特徴的な結晶構造(ペロブスカイト型構造、トンネル構造、層状構造など)をもつ結晶種を選択する。第1候補として、実績のあるチタン酸塩、ニオブ酸塩、タンタル酸塩、リン酸塩、タングステン酸塩、モリブデン酸塩を提案する。環境融合と低温育成を実現するため、塩化物、硝酸塩、硫酸塩の混合物をフラックスとして選択する。フラックス組成により育成温度などを制御できるため、各フラックスの特徴に合わせた結晶育成を実施する。

(2) 酸化物結晶の形状・サイズ制御

個々の結晶がもつ特徴的な物性は、構成原子や結晶構造などに依存する。しかし、結晶をナノサイズまで小さくすることで発現するサイズ効果や結晶形状に起因する特性もある。本研究では、500℃以下の低温条件で、(1)に記載のチタン酸塩、ニオブ酸塩、タンタル酸塩、リン酸塩結晶の形状とサイズ制御を試みる。具体的には、①結晶核を多発させること、②不均一核形成領域での成長を促すこと、あるいは発生した結晶核が成長しないように③急激な温度勾配環境を形成することなどを結晶微細化の手法とする。

形状制御に関しては、例えば1次元結晶を作製する場合、異方成長が優先的になるように冷却温度勾配に変化をつける。2次元結晶の場合、2次元成長のみが可能な溶液環境を物理的・化学的につくる。さらに、出発原料種などに非酸化物を採用することで酸素ネットワークの制御を試み、形状(やサイズ)を制御する。また、カーボンナノチューブや金属ナノ粒子などのテンプレートも活用する。

(3) 結晶の複合化

本研究では2つの複合化、①ドーパント導入と②物質表面への直接成長に取り組む。①では、酸化物結晶に金属イオンなどのドーパントを添加し、ホスト結晶の機能向上や新奇特性獲得などをめざす。具体的には、上記(1)・(2)で育成した層状結晶がもつインターレーション特性を利用し、個々のナノシート間にドーパントを導入する。あるいは、結晶育成時にドーパントを添加し、ワンステップでの導入を試みる。②では、金属、ポリマ

一、ガラス、炭素材料などの耐熱性に乏しい物質表面に、酸化物結晶の直接育成を試みる。特に、上記(1)の低温育成条件を応用することで、複合材料作製をめざす。また、結晶表面(バルク・薄膜)への別組成の結晶の直接成長も試みる。

(4) 結晶やその複合材料の特性評価とエコデバイス試作

酸化物結晶単体や複合材料のさまざまな特性の評価結果を上記(3)にフィードバックし、特性の最適化を推し進める。エコデバイスとしては、色素増感太陽電池(DSSC)、リチウムイオン二次電池(LIB)、環境浄化材料(光触媒・吸着剤)、バイオマテリアルなど、実使用を前提にした試作品作製に取り組む。

4. 研究成果

本研究では、高品質な酸化物結晶やその複合材料を低温作製し、新しいエコデバイスを提案することをめざした。4つの課題に対する詳細な成果を下述する。

(1) 環境融合フラックスからの酸化物結晶の低温育成

はじめに、KCl-LiCl 混合フラックスから、無色透明で立方体を基本形状とした光触媒 LiTaO_3 結晶を育成した(図 1a)。この化合物の融点は 1500°C 以上であり、通常、高温合成条件を必要とする。本研究では、上述の混合フラックスを用いることで、 500°C 以下での結晶育成を実現できた。つぎに、塩化物よりも融点の低い硝酸塩混合フラックスを用い、 500°C 以下の低温で水酸アパタイト [HAp, $\text{Ca}_5(\text{OH})(\text{PO}_4)_3$] 結晶の育成にはじめて成功した。低温育成であるにもかかわらず、六角柱を基本形状とした、きわめて高品質な HAp 結晶であることを確認した。さらに、 NaTaO_3 結晶(光触媒)、 LiCoO_2 結晶(イオン伝導体)、 $\text{NaYF}_4:\text{Ln}$ 結晶(アップコンバージョン)、チタン酸塩結晶(吸着体)、W 系・Sb 系ブロンズ結晶(電気伝導体)などの育成にも成功した。

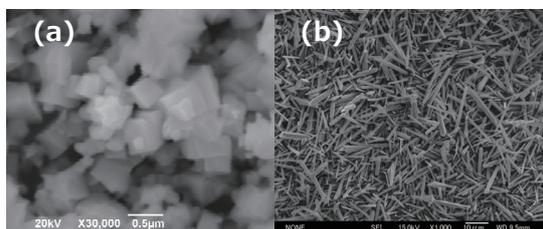


図 1 (a) LiTaO_3 結晶, (b)水酸アパタイト結晶

(2) 酸化物結晶の形状・サイズ制御

さまざまな育成条件、具体的には出発原料組成、保持温度、冷却速度を制御することで、結晶サイズや形状を制御した。具体的には、上記(1)の硝酸塩混合フラックスにて、育成条件を制御し、nm~cm オーダーの針状・柱状

(1次元)、板状(2次元)、バルク状(3次元)などの HAp 結晶を育成することに成功した(図 2)。特に、硝酸塩混合フラックスは溶解度が小さいため、ナノ結晶育成に適している。さらに、 LiCoO_2 や $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ などの LIB 正極・負極用結晶のサイズ・形状制御に取り組み、高品質な板状・バルク状ナノ/マイクロ結晶を育成することに成功した。他にも、上記(1)のチタン酸塩やニオブ酸塩結晶などの形状・サイズ制御にも成功している(業績参照)。

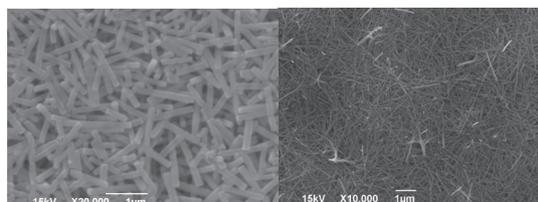


図 2 サイズ・形状制御した HAp ウィスカー

(3) 結晶の複合化

本研究では2つの複合化、①ドーパント導入と②物質表面への直接成長に取り組み、下述するユニークな成果を得た。①では、層状 $\text{K}_4\text{Nb}_6\text{O}_{17}$ 結晶に Ni や Cr 元素をインターカレーション法により導入することに成功した。その結果、ホスト化合物とは異なるバンドギャップをもつ新規化合物を得られた。②では、 150°C 以下で融解する硝酸塩混合フラックスを用いることで、Ti(金属)や PET(ポリマー)表面などに HAp 結晶層を形成できた(図 3)。基材の表面組成や微細凹凸形状を変化させ、結晶成長状態を制御できた。さらに、アップコンバージョン発光する $\text{NaYF}_4:\text{Ln}$ 結晶をガラス基板表面に直接育成できた(図 4)。



図 3 Ti 表面に直接成長した HAp ウィスカー

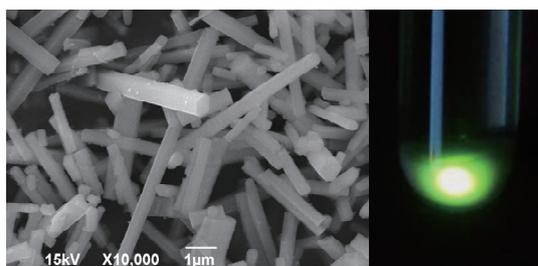


図 4 低温育成した $\text{NaYF}_4:\text{Ln}$ 結晶とその発光

(4) 結晶やその複合材料の特性評価とエコデバイス試作

上記(1)のニオブ酸塩とチタノニオブ酸塩結晶を層剥離処理し、各種ナノチューブやナノシートを作製し、DSSC電極として用いると、電池として動作することがわかった。また、これらをガラス表面に固定し、光触媒基板として応用すると、高効率で有機有害物質を無害化できた。さらに、低温育成したイオン伝導性結晶のLIB性能は、市販品よりも高品質であることがわかった(図5)。最終的に、上記(1)~(3)の成果をもとに、HAp結晶複合体のバイオマテリアル・環境浄化材料応用あるいはアップコンバージョン NaYF₄:Ln結晶層の太陽電池用波長変換デバイス応用をめざしたエコデバイスも試作した。

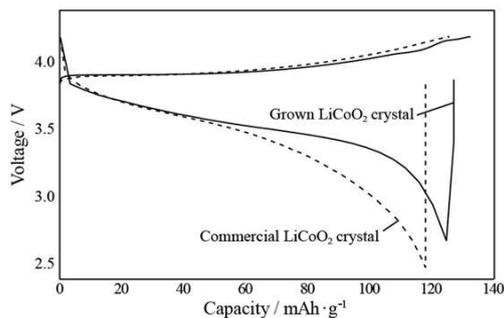


図5 フラックス育成したLiイオン伝導性結晶のLIB性能(充放電特性評価)

本研究では、低温育成を実現するフラックスを用いた環境融合プロセスにて、きわめて多様な酸化物結晶を育成することに成功した。500℃以下という低温育成を実現できたことは、結晶をつくるというだけでなく、さまざまな物質表面に結晶を直接形成できるという点で、学術的かつ産業的にきわめて有意義である。フラックス概念を導入した結晶育成技術は、簡便・安全・安価を実現できるため、幅広い産業分野に応用できる可能性を秘めている。今後更に、フラックスクリスタルサイエンスを深耕し、次代を担うものづくり技術(フラックスプロセスイノベーション)の実現をめざす。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計11件)

- 1) Katsuya Teshima, SunHyung Lee, Nobutaka Shikine, Toshiko Wakabayashi, Kunio Yubuta, Toetsu Shishido, Shuji Oishi; Flux Growth of Highly Crystalline NaYF₄:Ln (Ln=Yb, Er, Tm) Crystals with Upconversion Fluorescence; Crystal Growth & Design, 2011, 11, 995-999. 査読有
- 2) Katsuya Teshima, SunHyung Lee, Akiko Yamaguchi, Sayaka Suzuki, Kunio Yubuta,

Takahiro Ishizaki, Toetsu Shishido, Shuji Oishi; The Growth of Highly Crystalline, Idiomorphic Potassium Titanoniobate Crystals by the Cooling of a Potassium Chloride Flux; CrystEngComm, 2011, 13, 1190-1196. 査読有

- 3) Katsuya Teshima, SunHyung Lee, Yusuke Mizuno, Hikaru Inagaki, Masato Hozumi, Keiichi Kohama, Kunio Yubuta, Toetsu Shishido, Shuji Oishi; Environmentally Friendly Growth of Well-Developed LiCoO₂ Crystals for Lithium-Ion Rechargeable Batteries Using a NaCl Flux; Crystal Growth & Design, 2010, 10, 4471-4475. 査読有
- 4) SunHyung Lee, Katsuya Teshima, Yusuke Mizuno, Kunio Yubuta, Toetsu Shishido, Morinobu Endo, Shuji Oishi; Growth of Well-Developed Sodium Tantalate Crystals from a Sodium Chloride Flux; CrystEngComm, 2010, 12, 2871-2877. 査読有
- 5) Katsuya Teshima, SunHyung Lee, Serika Murakoshi, Sayaka Suzuki, Mizuho Kiyohara, Kunio Yubuta, Toetsu Shishido, Morinobu Endo, Shuji Oishi; A Unique Three-Dimensional Photocatalytic Structure Consisting of Highly Crystalline Na₂Ti₃O₇ Whiskers Grown from a NaCl Flux; Crystal Growth & Design, 2010, 10, 2533-2540. 査読有
- 6) Katsuya Teshima, SunHyung Lee, Serika Murakoshi, Sayaka Suzuki, Kunio Yubuta, Toetsu Shishido, Morinobu Endo, Shuji Oishi; Highly Crystalline, Idiomorphic Na₂Ti₆O₁₃ Whiskers Grown from a NaCl Flux at a Relatively Low Temperature; European Journal of Inorganic Chemistry, 2010, 2010, 2936-2940. 査読有
- 7) 手嶋勝弥, 大石修治; 微細構造制御した機能性結晶の環境調和プロセス育成; ケミカルエンジニアリング, 2010, 55, 192-197. 査読無
- 8) 手嶋勝弥, 大石修治; クリーンエネルギー材料・環境機能材料用結晶の創成と応用; 機械と工具, 2009, 53, 34-37. 査読無
- 9) Katsuya Teshima, SunHyung Lee, Mitsuo Sakurai, Yoshitaka Kamenno, Kunio Yubuta, Takaomi Suzuki, Toetsu Shishido, Morinobu Endo, Shuji Oishi; Well-Formed One-Dimensional Hydroxyapatite Crystals Grown by an Environmentally Friendly Flux Method; Crystal Growth & Design, 2009, 9,

- 2937-2940. 査読有
- 10) Katsuya Teshima, SunHyung Lee, Kunio Yubuta, Yoshitaka Kamenno, Takaomi Suzuki, Toetsu Shishido, Morinobu Endo, Shuji Oishi; Direct Growth of Highly Crystalline, Idiomorphic Fluorapatite Crystals on a Polymer Substrate; Crystal Growth & Design, 2009, 9, 3832-3834. 査読有
 - 11) 大石修治, 手嶋勝弥; ルビー結晶薄膜のフラックスコーティング; Journal of the Society of Inorganic Materials, Japan, 2009, 16, 3-7. 査読有

[学会発表] (計 26 件)

- 1) 若林俊子, 手嶋勝弥, 李先炯, 大石修治; フラックスコーティング法による赤外-可視変換発光 $\text{NaYF}_4:\text{Yb, Er}$ 結晶層のビルドアップ形成; 表面技術協会第 123 回講演大会, 2011 年 3 月 17 日, 関東学院大学(神奈川)
- 2) Shoko Mori, Katsuya Teshima, SunHyung Lee, Kunio Yubuta, Toetsu Shishido, Shuji Oishi; Flux Coating Method of Calcium Apatite Crystal Layers on Various Substrates; Eleventh International Symposium on Biomimetic Materials Processing, 2011 年 1 月 26 日, Nagoya University, Japan.
- 3) 稲垣光, 手嶋勝弥, 李先炯, 大石修治; リチウムイオン二次電池用 LiMn_2O_4 結晶の LiCl-KCl フラックス育成; 第 5 回日本フラックス成長研究発表会, 2010 年 12 月 3 日, 信州大学(長野)
- 4) 遠藤慧, 手嶋勝弥, 李先炯, 大石修治; 水酸化リチウムフラックスからの高結晶性リチウムイオン伝導性固体電解質結晶の低温育成; 第 5 回日本フラックス成長研究発表会, 2010 年 12 月 3 日, 信州大学(長野)
- 5) 山口亜希子, 手嶋勝弥, 李先炯, 大石修治; $\text{La}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ 結晶のモリブデン酸塩フラックス育成; 第 5 回日本フラックス成長研究発表会, 2010 年 12 月 3 日, 信州大学(長野)
- 6) 森晶子, 手嶋勝弥, 李先炯, 湯蓋邦夫, 宍戸統悦, 大石修治; アパタイト結晶層のフラックスコーティングおよびタンパク質吸着特性; 第 5 回日本フラックス成長研究発表会, 2010 年 12 月 3 日, 信州大学(長野)
- 7) 武井基樹, 手嶋勝弥, 李先炯, 大石修治; $\text{Na}_2\text{O-MoO}_3$ フラックスからの Na_2WO_3 結晶の育成; 第 5 回日本フラックス成長研究発表会, 2010 年 12 月 3 日, 信州大学(長野)
- 8) Hikaru Inagaki, Katsuya Teshima, SunHyung Lee, Masato Hozumi, Keiichi Kohama, Shuji Oishi; Low-Temperature Flux Growth of LiCoO_2 and LiMn_2O_4 Crystals for Rechargeable Lithium Ion Batteries; 3rd International Congress on Ceramics, 2010 年 11 月 16 日, Osaka, Japan.
- 9) Syohei Tanaka, Katsuya Teshima, SunHyung Lee, Masato Hozumi, Keiichi Kohama, Shuji Oishi; Low-Temperature Flux Growth of $\text{Li}_7\text{La}_3\text{Zr}_2\text{O}_{12}$ Crystals for Crystalline Lithium-Ion Batteries; 3rd International Congress on Ceramics, 2010 年 11 月 16 日, Osaka, Japan.
- 10) Akiko Yamaguchi, Sayaka Suzuki, Katsuya Teshima, SunHyung Lee, Shuji Oishi; Fabrication of KTiNbO_5 Crystal Photoactive Electrodes for the Dye-Sensitized Solar Cells; 3rd International Congress on Ceramics, 2010 年 11 月 16 日, Osaka, Japan.
- 11) Shoko Mori, Sayaka Suzuki, Katsuya Teshima, SunHyung Lee, Kunio Yubuta, Toetsu Shishido, Shuji Oishi; Environmentally Friendly Growth and Characterization of Highly Crystalline and Idiomorphic Hydroxyapatite Crystals; 3rd International Congress on Ceramics, 2010 年 11 月 16 日, Osaka, Japan.
- 12) 森晶子, 手嶋勝弥, 李先炯, 湯蓋邦夫, 宍戸統悦, 大石修治; フラックスコーティング法によるアパタイト結晶層の新規形成手法; 無機マテリアル学会第 121 回学術講演会, 2010 年 11 月 5 日, 東北大学(宮城)
- 13) 若林俊子, 手嶋勝弥, 李先炯, 大石修治; 環境調和型フラックス育成した $\text{NaYF}_4:\text{Ln}$ 結晶のアップコンバージョン発光; 第 26 回日本セラミックス協会関東支部研究発表会, 2010 年 7 月 22 日, 茨城
- 14) 若林俊子, 手嶋勝弥, 李先炯, 大石修治; アップコンバージョン $\text{NaYF}_4:\text{Ln}$ ($\text{Ln}=\text{Yb, Er, Tm}$) 結晶の低温フラックス育成; 日本セラミックス協会 2010 年年会, 2010 年 3 月 24 日, 東京農工大学(東京)
- 15) 山口亜希子, 手嶋勝弥, 李先炯, 大石修治; $\text{KNO}_3\text{-KCl}$ フラックス冷却法による KTiNbO_5 結晶の低温育成; 日本セラミックス協会 2010 年年会, 2010 年 3 月 24 日, 東京農工大学(東京)
- 16) 森晶子, 手嶋勝弥, 李先炯, 湯蓋邦夫, 宍戸統悦, 大石修治; Ti 表面への水酸アパタイトウイスキアの $\text{KNO}_3\text{-LiNO}_3$ フラックス低温育成; 第 4 回日本フラックス成長研究発表会, 2009 年 12 月 12 日, 愛知
- 17) 若林俊子, 手嶋勝弥, 李先炯, 大石修治; Environmentally Friendly Flux Growth

- of Various Corundum Crystal and Thin Films ; 第 19 回日本 MRS シンポジウム, 2009 年 12 月 7 日, 神奈川
- 18) 榎本弘美, 手嶋勝弥, 李先炯, 大石修治; 配向制御した SrTiO₃ 結晶薄膜の溶液成長; 表面技術協会第 120 回講演大会, 2009 年 9 月 17 日, 千葉
 - 19) 近藤人資, 若林俊子, 手嶋勝弥, 李先炯, 大石修治; 着色コランダム結晶の環境調和型フラックス育成; 日本セラミックス協会第 22 回秋季シンポジウム, 2009 年 9 月 16 日, 愛媛大学(愛媛)
 - 20) 田中翔平, 水野祐介, 手嶋勝弥, 李先炯, 大石修治; Li₄Ti₅O₁₂ 結晶の塩化物フラックス育成; 第 25 回日本セラミックス協会関東支部研究発表会, 2009 年 7 月 30 日, 群馬
 - 21) 水野祐介, 手嶋勝弥, 李先炯, 鈴木孝臣, 大石修治; KCl-LiCl フラックス冷却法による LiTaO₃ 結晶の育成; 第 3 回日本フラックス成長研究発表会, 2008 年 12 月 19 日, 国土舘大学(東京)
 - 22) 李先炯, 亀野由嵩, 手嶋勝弥, 鈴木孝臣, 遠藤守信, 大石修治; 環境浄化用光触媒/リン酸塩複合結晶の新規合成手法; 第 3 回日本フラックス成長研究発表会, 2008 年 12 月 19 日, 国土舘大学(東京)
 - 23) 新名優貴, 手嶋勝弥, 湯蓋邦夫, 李先炯, 鈴木孝臣, 宍戸統悦, 大石修治; 層状 K₄Nb₆O₁₇ 結晶からの光触媒ナノチューブの作製; 第 3 回日本フラックス成長研究発表会, 2008 年 12 月 19 日, 国土舘大学(東京)
 - 24) Yoshitaka Kamenno, Katsuya Teshima, Kunio Yubuta, Takaomi Suzuki, Toetsu Shishido, Shuji Oishi; Growth of Ca₅(OH)(PO₄)₃ Crystals from KNO₃-LiNO₃ Flux; The IUMRS International Conference in Asia 2008, 2008 年 12 月 11 日, Nagoya, Japan.
 - 25) Yuki Niina, Katsuya Teshima, Kunio Yubuta, Takaomi Suzuki, Toetsu Shishido, Shuji Oishi; Preparation of Nanotubes from Potassium Niobate Crystal Grown by Environmentally Friendly, Nature-Mimetic Flux Method; The IUMRS International Conference in Asia 2008, 2008 年 12 月 10 日, Nagoya, Japan.
 - 26) 亀野由嵩, 手嶋勝弥, 鈴木孝臣, 大石修治; 硝酸塩フラックス冷却法によるフッ素アパタイト結晶の低温育成; 第 24 回日本セラミックス協会関東支部研究発表会, 2008 年 7 月 24 日, 神奈川

〔図書〕(計 1 件)

- 1) 大石修治, 宍戸統悦, 手嶋勝弥著; フラックス結晶成長のはなし; 日刊工業新聞社, 2010 年 11 月 30 日, 東京

〔その他〕

ホームページ等

<http://www.kankyo.shinshu-u.ac.jp/~oishi/olab/index.html>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

大石 修治 (OISHI SHUJI)

信州大学・工学部・教授

研究者番号: 50021027

(2) 研究分担者

手嶋 勝弥 (TESHIMA KATSUYA)

信州大学・工学部・教授

研究者番号: 00402131

(3) 連携研究者

鈴木 孝臣 (SUZUKI TAKAOMI)

信州大学・工学部・准教授

研究者番号: 20196835