

研究成果展開事業 研究成果最適展開支援プログラム
産業ニーズ対応タイプ 完了報告書(公開版)概要

技術テーマ:セラミックスの高機能化と製造プロセス革新

研究課題名:セラミックスプロセスチェーン最適化を目指した構造形成過程のリアルタイム3次元 OCT
観察法による理解とその制御因子の科学的解明

プロジェクトリーダー

機関名 :横浜国立大学

氏 名 :多々見 純一

1. 研究の目的

セラミックスは優れた特性を持ちながら突然の破壊や割れが発生することが最大の課題である。これは製品の内部構造の不均一性に起因しており、その制御が強く求められている。本研究開発では、①セラミックスの製造プロセス全体の中で形成されるスラリー、成形体、焼結体の構造をリアルタイムかつ3次元で観察する手法を確立し、これを利用して従来ブラックボックスとしてきた構造形成過程をリアルタイム3次元観察から理解すること、および、②勘と経験に頼りがちだった分散剤の種類や添加量、焼成プロファイルといった構造形成過程の制御因子を科学的に解明し、③これらに基づいて、あらゆる材料系で原料粉体から焼結プロセスまで一貫したプロセスの連関(セラミックスプロセスチェーン)を最適化することで、セラミックス製品の生産性の向上と機能向上を図ることを最終的な目標とする。

2. 研究成果の創出状況

マイルストーン	達成状況
(1) OCT 観察で得られる像の意味の確認、および、表面から深さ 500 μm の位置にある 50 μm 以下の球状欠陥を検出できることを確認する。(平成 29 年度末)	スラリー、成形体、焼結体の内部構造を OCT を用いて観察し、3次元構造の観察を行った。X 線 CT 等の他の手法での観察結果と比較することで、深さ約 700mm の位置にある約 40 μm の球状欠陥を観察できることを明らかにした。また、適切な画像処理を行うことで不均質構造の明瞭化にも成功した。特に、機械学習を利用した画像処理ツリーの構築が有効であることを示した。さらに、OCT による内部構造観察の有効性を確認するために非破壊検査に適用し、セラミックスの強度と破壊源を予測できることも明らかにした。これらの結果から、平成 29 年度のマイルストーンとして設定した OCT によるセラミックス内部構造の静的三次元構造観察法を確立できた。
(2) MSC を作製し、内部構造と MSC の相関を確認する。(平成 30 年度末)	これまでに、YSZ と NiO-GDC 多孔体をモデル系として、原料粉体調製方法および成形方法を変化させて成形体を作製した。得られた成形体の微構造評価を行ったところ、成形体の内部構造が原料粉体の性状と成形体の作製方法に依存することがわかった。このような成形体の焼結収縮

	曲線をディラトメーターにより測定して MSC を作製した。焼結収縮挙動の差異は微構造の差異で説明でき、当初の目論見通り、成形体内部構造と MSC の相関を確認することができた。
(3) 制御されたせん断場でスラリーの構造が変化していく様子をリアルタイムに観察できることを確認する。(令和元年度末)	まず、せん断場を印加していない状態でのスラリーの OCT 観察を行い、微粒子が凝集しながら沈降していく様子などを定量的に評価可能であることを示した。また、スラリーに制御されたせん断場を印加可能なコーンプレート型レオメーターを導入し、プレートをガラス製とすることで、その直下から OCT 観察が可能となるように OCT カメラを設置した。これまでに、Al₂O₃ スラリーの粒子集合構造を、レオメーターでせん断速度を変化させながらリアルタイム OCT 観察することに成功した。さらに、制御されたせん断場印加時のスラリーの構造形成過程の OCT 観察手法を確立するために、原料粉体、濃度、分散状態などを変化させたスラリーの OCT 観察を行うと共に、焼結体と同様に他の手法で得られる内部構造との比較を行った。
(4) 顆粒および成形体の変形、充填、圧密による構造形成過程をリアルタイムに観察できることを確認する。(令和元年度末)	いくつかのスラリーを用いて、スラリーの乾燥過程および鑄込成形過程を OCT で観察した。その結果、乾燥に起因したき裂の発生や着肉に伴う粒子の凝集の様子がリアルタイム OCT 観察で得られ、湿式成形プロセスの構造形成過程の OCT 観察が可能であることを確認した。また、透明成形型を用意し、乾式成形過程の OCT 観察を行った。加圧に伴って顆粒の移動が起こる様子を観察することに成功した。これらの動きは3次元的事であることから、さらに3次元に観察を拡張することで、顆粒の変形、充填、圧密による空隙消失など、より詳細な乾式成形過程のリアルタイム観察を実現した。
(5) 成形体の3次元的事な変形挙動、内部構造の3次元的事な形成過程をリアルタイムに観察できることを確認する。(令和元年度末)	1800℃まで昇温可能な赤外線集光加熱炉を導入し、その上部から成形体の焼結挙動を観察したところ、輻射の影響を受けずに成形体の内部構造を観察することに成功した。また、2次元的事な寸法変化から求めた高温での成形体の密度は、別途所定の温度で取り出したものの密度とよく一致することがわかった。これと同時に Al₂O₃ 成形体の高温焼成に伴う内部構造の変化を観察することもできた。さらに、不均質を有する成形体のモデル系として一次粒子径の異なる顆粒を添加して作製した成形体の内部構造を OCT で観察した結果、成形体中に潜む不均質構造が焼結後に顕著に表れることも確認した。このように、現時点で

	リアルタイムとしては2次元であるが、成形体の変形挙動、内部構造形成過程を OCT で観察できることを確認できた。高温で成形体の内部構造の3次元観察が可能なことの検証も行い、成形体の3次元的な変形挙動、内部構造の3次元的な形成過程をリアルタイムに観察できた。
--	--

3. 今後の展開

これまでに、セラミックスの構造形成過程を理解し、制御するために、OCT によるリアルタイム3次元観察、粒子界面設計、MSC による焼結研究を進めており、多岐にわたる多くの成果が得られている。これらをさらに発展させることにより、これまでブラックボックスとしてきたセラミックスの構造形成過程に関する科学的な知見を深化させることが可能になるだけでなく、セラミックスのプロセスチェーン最適化による各種機能材料の創出をはかることが可能になる。特に、OCT によるセラミックスの内部構造の動的観察は産業界からも高い期待が寄せられており、研究開発関連部署でのセラミックスプロセスの本質解明だけでなく、製造プロセスのインラインモニタリングへの展開など広く展開が可能となると考えている。これを確固とするためには、現在の成果に基礎研究を積み上げて骨太のシーズとすることが重要である。その結果として、本技術テーマで上げられている多くの課題に新たな切り口から解決をもたらすことが可能になると考えている。さらに、OCT 研究と粒子界面設計・焼結研究を合わせた研究はセラミックスプロセスチェーンを科学的・総合的に最適化するという観点から極めて重要で新規な知見を創出することとなり、その帰結として得られるセラミックスの製造コスト低減や高信頼性化は我が国のセラミックス産業の競争力強化の礎となるものである。

本研究は、これまでに産学の対話を通じて、産業界からの要望を取り入れながら、研究内容の追加、具体的な目標設定等を行い、セラミックスのプロセスチェーン最適化のための非競争領域の研究を充実させてきた。また OCT 研究に関しては、各企業の試料の評価を基本とする個別の競争領域の成果を得るための共同研究に発展しており、基礎研究から実際の系の応用研究まで幅広く関与できている。このような産学連携を生み出す産学の対話は本研究を発展させるために重要であると認識しており、プロジェクト終了後も、積極的に行っていくと考えている。

以上