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：フラッシュ焼結の学理構築と革新的焼結技術への展開
プロジェクトリーダー
機関名　　：名古屋大学
氏　名　　：山本 剛久

１． 研究の目的

焼成プロセスの革新的な省エネルギー化に貢献するフラッシュ焼結の学理構築ならびにフラッシュ接合法の開発を行い、産業展開に貢献するフラッシュ焼結・接合に関するプロセス実施のためのガイドラインを整備する。

２． 研究成果の創出状況

マイルストーン	達成状況
(1)　雰囲気制御のための実験設備整備の確認（平成 29 年 12 月末）	還元雰囲気や酸素雰囲気を炉内に導入した状態でフラッシュ焼結実験を実施できる設備を整備した。
(2) イットリアおよびチタン酸ストロンチウムに関する実験の終了（平成 30 年 10 月末）	イットリアついて微量添加物効果を検証し、2 価の陽イオンの場合にはフラッシュ温度が低下し、4 価では増加すること、還元雰囲気では、緻密化が改善されること見出した。チタン酸ストロンチウムでは、微量の Ti 過剰ではフラッシュ温度が低下すること、内部放電が抑制されることを見出した。その後、直流電界から交流電界に関する研究へと移行させた。
(3) イットリア添加ジルコニア、アルミナ、チタン酸バリウムに関する実験条件の確認（平成 30 年月末）	イットリア添加ジルコニアについては、交流での検証を行うこととし、(9)に集約して述べる。チタン酸バリウムについては直流電界下で生じる放電状態について検証し、放電抑制は極微量の Ti 過剰組成で抑制できる条件を実証した。
(4) モデル試料熱処理炉の作製の確認（平成 29 年 10 月末）	研究指針の変更によりこの研究項目は中止とした。
(5) 人エネック単結晶を用いた実験条件の確認（平成 30 年4月末）	研究指針の変更によりこの研究項目は中止とした。
(6) チタン酸ストロンチウム双結晶実験の進捗の確認（平成 30 年 10 月末）	双結晶実験に関しては、研究指針の変更によりこの研究項目は中止とした。単結晶での実験については、格子欠陥生成の観点から室温塑性変形を実施し、転位を含有する単結晶ではフラッシュ温度が低下することを見出し

	た。また、その熱量解析から、フラッシュ温度と結晶内部での点欠陥形成挙動との関係を明らかにした。
(7) 電子線照射ダメージの確認 （平成 28 年 12 月末）	イットリア添加ジルコニア粉（一次粒径 20nm 程度）について加速電圧 1000keV の電子線照射において結晶格子が維持できることを確認した。
(8) フラッシュその場観察実験に関する記録速度の確認 （令和元年 12 月末）	研究指針の変更によりこの研究項目は中止とした。
(9) フラッシュ焼結時系列的解析実験の凍結条件の確認、および、交流電場効果の確認 （平成 29 年 12 月末、それ以降終了まで）	フラッシュ焼結体の組織の均一性、高密度化を目指し、線収縮率を一定で推移させる制限電流制御フラッシュ焼結法を開発した。さらに、この方法を用いて、焼結時間を大幅に短縮できる手法を開発した。また、易還元性セラミックにおいてフラッシュ焼結中の放電を抑制させる貯め有効となる双極性パルス電界波形を考案し、その実証試験を行った。
(10) フラッシュ焼結時系列静的解析実験 （平成 30 年 10 月末、それ以降終了まで）	純粋なジルコニアにおいて直流電界フラッシュ焼結では結晶粒界部に非晶質相が形成されることを確認した。また、安定化ジルコニアにおいてフラシュ状態を維持すると結晶粒界に過剰酸素空孔による周期構造が形成されることを見出した。
(11) 電場下における相平衡計算のチェック （平成 30 年 10 月末）	フェーズフィールド法を用いて、直流電界印加下においてはジルコニアセラミックスの融点が減少することを実証した。
(12) 不均一組織内における各種場の計算の確認 （平成 30 年 10 月末）	電界印加下での温度、電界、空孔濃度などの各種場をフェーズフィールド法を用いた理論計算により見積もることができるプログラムを作成した。
(13) 焼結組織形態のシミュレーションの確認 （平成 29 年 10 月末、以降終了まで）	電界印加下での温度、電界、空孔濃度などの各種場を取り入れたシミュレーションソフトを構築し、ジルコニア、イットリアセラミックにおいて、フラッシュ温度を見積もることができるソフトを開発した。
(14) 接合実験のための電源、導線を含む装置構築 （平成 29 年 10 月末）	フラッシュ接合のための実験設備の整備を行った。
(15) 接合実験の実施と電圧および制限電流の調査 （令和元年 10 月末）	イットリア添加ジルコニアセラミックス円柱状緻密体（φ約 4mm）を用いて大気中、温度 1000°C で接合実験を行い、接合時間は 10 秒において接合可能であることを実証した。
(16) 接合強度 50%を目指した接合条件の最適化 （令和 2 年 10 月末）	イットリア添加ジルコニアセラミックスを対象として、断面φ6mm 試料において、様々な条件での接合試験を実施

	し、交流 1Hz 電場(矩形波)を印加し、最大電圧 100 V/cm、電流密度 15～64 mA/mm^2、圧縮応力 20 MPa で接合実験を行い、30 mA/mm^2 以上の電流密度で接合が可能であった。また、接合強度は焼結体の強度に対して約 80%であることを確認した。
(17) フラッシュ現象で生じる還元状態と電気分解との相関を検討する (令和 2 年 10 月末)	直流電界から 1KHz交流電界まで変化させたときのフラッシュ焼結体中に生じる還元状態と焼結性について検討した。その結果、複雑形状の圧粉体に関しては周波数の高い交流電界が有効であることを実証した。
(18) 機械試験の実施 (令和 2 年 10 月末)	フラッシュ接合体の強度試験を実施した。その結果、接合体強度は焼結体強度の約 80%を確保できていることを実証した。また、ジルコニア系セラミックスにおける高温変形能は電界印加によって促進されることを実証した。

3. 今後の展開

バルク状で高密度(相対密度に対して～98%程度以上)を達成でき、かつ、結晶粒組織が均一となるフラッシュ焼結技法である、線収縮速度を一定に推移させるフラッシュ焼結(SCF)法を開発した。この手法の有用性を確認するために、イットリア、ムライトなど種々のセラミックスに展開させていきたい。また、電界印加下で生じる点欠陥形成について種々の知見が得られたが、これらの確証実験を行っていきたい。具体的には、結晶粒界の方位を規定したバイクリスタルを用いたモデル試料での系統的な実験である。特に、電界印加下で濃度が増加する点欠陥生成に起因する蛍光発光との関連性について確定させる。

さらには、この研究課題で取り組んできた実験ノウハウを投入した、プロトタイプのフラッシュ焼結実験装置作製していきたい。

以上