

令和 5 年 6 月 20 日現在

機関番号：82108

研究種目：若手研究

研究期間：2019～2022

課題番号：19K15289

研究課題名（和文）結像型X線ナノCT観察によるセラミックスのマルチスケール焼結プロセスの解明

研究課題名（英文）Clarification of multiscale sintering process by using synchrotron X-ray nano-CT

研究代表者

大熊 学（OKUMA, Gaku）

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点・研究員

研究者番号：70838945

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,200,000円

研究成果の概要（和文）：SPRING-8の高分解能X線CTを用いて焼結中の3次元気孔構造変化の観察を行い、セラミックスの破壊源となりうる欠陥が形成されていく過程を追跡した。マイクロからナノに至るマルチスケール構造の膨大な情報を取得し、その意味を深いレベルで読み取ることにより、複雑な気孔形状の時間変化の背後で働く駆動力を見通し、セラミックスのマルチスケール焼結プロセスを解明した。また、この放射光X線CT技術を、耐熱部品、電子部品など産業界で幅広く使われている代表的な酸化物のアルミナや、積層材料、ガラスセラミックスの焼結プロセス開発に展開し、産業発展のための学術的基盤を構築した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

放射光X線CT技術を、耐熱部品、電子部品など産業界で幅広く使われている代表的な酸化物のアルミナや、積層材料、ガラスセラミックスの焼結プロセス開発に展開し、産業発展のための学術的基盤を構築できた。

研究成果の概要（英文）：Synchrotron X-ray multiscale tomography is a 3D imaging method that combines microtomography and nanotomography to perform a high spatial resolution measurement with a wide field of view. We show how this method can be used to track the 3D microstructural evolution at multiple length scales in powder processing, sintering, and microfracture of ceramics. Heterogeneity, complexity, diversity, and hierarchical structure of powder compact lead to various types of defects that control the quality, reliability, and lifetime of products. The elimination and formation of defects are affected by applied stress in spark plasma sintering and by internal stresses generated during differential sintering and constrained sintering. The complex subsurface crack system induced by Vickers indentation demonstrates how heterogeneous microstructures control the toughening mechanisms.

研究分野：材料工学

キーワード：焼結 放射光X線CT 微構造 欠陥

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

セラミックスは“硬い”，“摩耗しない”，“熱に強い”等の優れた特長をもち、多くの分野で様々な産業を支えている。複雑形状のセラミックス部材は原料粉体を成形し、加熱する焼結プロセスにより製造される。ここで、セラミックス製造プロセスにおける最大の課題は、製品の強度信頼性と寸法精度の保証である。セラミックスは脆性材料であるため、数十 μm の大きさの表面傷や内部欠陥から破壊する。これらの欠陥は、焼結中に空隙や気孔が発生・成長することにより生じる。したがって、製品の強度信頼性を向上するには、焼結中の内部欠陥の発生と成長を理解し、それを抑制する原理を見出す必要がある。

近年の X 線マイクロトモグラフィー(CT)技術の進歩により、10~数十 μm のガラス粒子¹⁾や金属粒子²⁾を用いたモデル実験によって、焼結中の複雑な 3 次元 (3D) 気孔構造変化を粒子スケールで直接観察できるようになった。一方、アルミナ(Al_2O_3)などの現実のセラミックス製品の多くは、サブミクロン粒径の 1 次粒子を結合剤で調整した粉末造粒体(顆粒)を加圧した成形体を焼結して製造される。

粗大欠陥は顆粒間の隙間や顆粒の窪みを起点として成長すると考えられている。強度に影響する欠陥の大きさは 30 μm 以上であり、1 次粒径の数倍の大きさである。そのため、今後は、最高分解能をナノレベルまで高めることにより、顆粒サイズの数十 μm から 1 次粒子サイズの数十 nm までのマルチスケールでセラミックスの焼結プロセスを観察し、粗大気孔形成機構を解明する必要がある。しかし、市販の X 線 CT の分解能は 2 μm であり、ミクロ、ナノ粒子を原料とするセラミックスの焼結プロセスの観察には、分解能が十分ではない³⁾。さらに、一回の測定に半日以上、焼結プロセスの追跡には 1 週間程度と長時間を要することが問題であり、X 線 CT 技術のブレークスルーが求められている。

2. 研究の目的

本研究の目的は、セラミックスのマルチスケール焼結プロセスを解明することである。そのために“結像型放射光 X 線 CT”という先端的な実験手法を導入し、高温での焼結におけるナノ・ミクロスケールの 3D 気孔構造の時間変化イメージングにより、内部欠陥の形成過程を追跡する。複雑な気孔構造変化の背後で働く駆動力を見通すことにより、粗大欠陥形成を抑制し、強度信頼性の高いセラミックスを製造するプロセスの実現につなげる。

3. 研究の方法

SPring-8 BL20XU の結像型放射光 X 線 CT を用いて、アルミナ顆粒の成形体の焼結プロセスの観察を実施する。放射光とは光速に近い速度の電子が磁場によって方向を変えられた際に発生する電磁波であり、X 線から赤外線までの広い波長領域を含み、極めて明るく平行性が高いという特長がある。マルチスケール CT には SPring-8 のビームライン BL20XU を使用した⁴⁾。マイクロ CT は第一実験ハッチ内の試料ステージと X 線画像検出器で構成され、試料を透過した X 線像を直接画像検出器で撮像する。ナノ CT の光学系は X 線結像顕微鏡をベースとしている。コンデンサーゾーンプレートで X 線を試料上に一様に集光照明し、試料を透過した X 線をフレネルゾーンプレート対物素子で拡大し、その拡大像を画像検出器で撮像して空間分解能を向上させる。CT 計測では試料を 0.1° ごとに 0~180° まで回転させながら透過像を得る。いずれの測定モードも測定時間は 8 分程度である。透過像から三次元画像への再構成は Radon 変換により行われ、8 分程度で処理が可能である。マイクロ CT の画素サイズは 0.5 μm 、視野は約 1mm、ナノ CT の画素サイズは 60 nm、視野は約 60 μm である。使用した X 線のエネルギー 20keV である。

4. 研究成果

(1) アルミナ緻密焼結体の内部欠陥の 3 次元構造観察

マイクロ CT で観察したアルミナ内部欠陥の 3 次元構造を図 1(a) に示す⁵⁾。観察された内部欠陥の体積分率は 1.1% であり、アルキメデス法で測定した気孔率 2% の約半分であった。これは分解能の限界から一次粒子間の微細気孔を検出できないためであり、逆にマイクロ CT では粗大欠陥のみを取り出し効率的に観察できる。これらの欠陥は、直径 10 μm 程度の丸い欠陥(I 型)、分岐した亀裂状欠陥(II 型)、加圧方向に垂直に配向した半円形亀裂状欠陥(III 型)の 3 タイプに分類できた。これらの欠陥をナノ CT で観察した例を図 2(b) に示した。(b1) は図 1(a) の II 型(i)欠陥をさらに拡大したものである。III 型欠陥のナノ CT 像(b2)は、浅いボウル状の形状をしている。これを加圧軸に平行な断面で観察すると線状欠陥として見え、加圧軸に垂直な断面で観察すると半円形亀裂状に見える。

I 型、II 型、III 型の欠陥は、初期焼結段階(相対密度 68%)ですでに形成されていた。これらの内部欠陥の起源を模式図にまとめたものが図 1(c)である。粗大な丸い気孔(I 型)はランダムに分散していることから、顆粒内部に存在する丸い気孔から生じたものと思われる。分岐した亀裂状欠陥(II 型)は顆粒間の境界から形成される。II 型および III 型欠陥は、焼結段階で収縮・消失しなかった。その原因は成形体組織の不均一性による焼結の収縮速度差のため内部欠陥の

収縮が阻害されると考えられた。このため、成形過程で欠陥ができないような粉体プロセスを開発することが、複雑形状部材の信頼性向上には最も重要である。

II 型, III 型欠陥は, I 型欠陥よりもはるかに大きく, プレス成形で製造したアルミナ焼結体の強度を支配する欠陥である。粉体成形時のプレス方向と平行な引張応力が負荷された場合, プレス方向に垂直に配向した円形の III 型欠陥から破壊が生じる。観察された最大の欠陥寸法と材料固有の亀裂先端靱性 K_0 を用いて推定した破壊強度は 本堂ら⁶⁾の 4 点曲げ試験による実測値 330MPa と良い一致を示した。一方, 引張応力がプレス方向と垂直に負荷された場合, III 型欠陥からの破壊は起こらず, 大きな II 型欠陥から破壊するはずである。原理的には, 拡張有限要素法(XFEM)シミュレーションなどによって, 任意の形状を持つ 3 次元亀裂の応力拡大係数を計算することは可能である。しかし, II 型のような複雑形状の欠陥に対する破壊強度を推定する簡単な解析法は存在しない。隣接した 2 つの II 型欠陥の有効寸法は顆粒径を超えることがあり, 2 つの相互作用する亀裂に対する破壊強度は, その周囲を囲む大きな亀裂を考えて推定することができる⁷⁾。

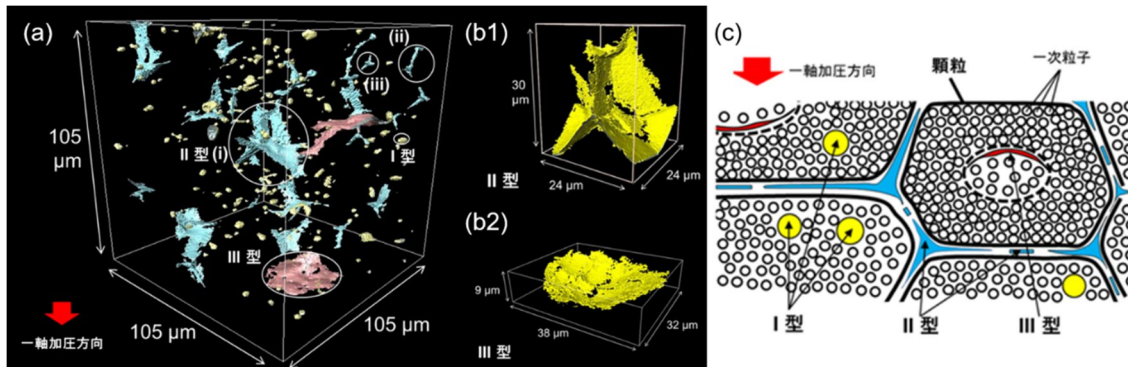


図 1 (a) アルミナ内部欠陥の 3 次元マイクロ CT 像。粗大球状気孔(I 型), 分岐した亀裂状欠陥(II 型), 円形亀裂状欠陥(III 型)の 3 種類の欠陥に分類できる。(b) 内部欠陥のナノ CT 像:(b1) II 型, (b2) III 型。(c) 内部欠陥と粉末充填階層構造の関係を示した模式図。⁵⁾

(2) 積層セラミックスコンデンサー (MLCC) の電極形成プロセス観察

積層セラミックコンデンサー (MLCC) は, 電極層 (Ni) と誘電体 (BaTiO₃) を交互に積層した構造をもつ。図 2 にナノ CT で観察した Ni 電極の上面図を示す。電極層は多孔質であり, Ni 領域は細い連結部でつながった複雑なネットワーク構造を形成している。一方, 互いに連結した領域から孤立した島状の部分も見られる。黒い背景部分が不連続部を示し, 小さな丸い穴や不規則な溝のような形状をしている。X 線 CT から求めた不連続部面積の全面積に対する比 (100% - 被覆率) は MLCC の積層に垂直な断面の SEM 像から測定した不連続性の値と良く一致した。不連続部に加えて, 孤立した島状部分の存在も, 実効的な交差電極面積の減少につながり, 静電容量は理想的な平行電極板の場合より低下する⁸⁾。

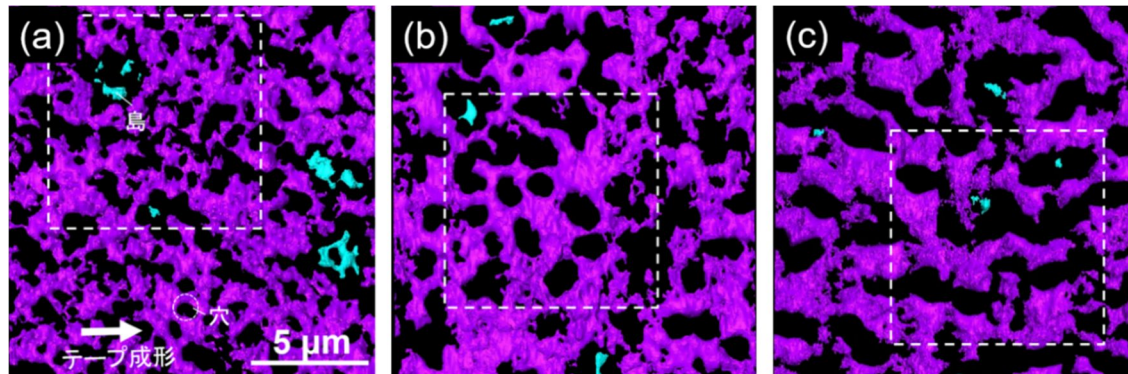


図 2 電極層内の Ni 金属分布のナノ CT 像:(a)1000 , (b)1150 , (c)1250⁸⁾

図 2 を見ると焼結温度の上昇とともに電極構造の粗大化が起こっていることがわかる。電極構造の不均質さを表す特性長さとして, 以下の 3 種類を定義した。(1)SEM 像の不連続部長さの平均, (2)平均切片長さ, (3)比表面積(S_v)の逆数 $1/S_v$ 。(1), (2)の特性長さは焼結温度とともに増大した。不連続部の成長は特性長さの粗大化と関連することがわかった。

電極の形状変化は表面拡散あるいは電極/誘電体界面に沿った拡散により, 表面/界面面積を減少する方向に起こる。その駆動力は表面張力と曲率勾配である。細い棒状の連結部は表面拡散によるレイリー不安定性の結果, 分断される。一方, 内部応力や外力は積層体の構造不安定性に影響し, 形状変化は弾性ひずみエネルギーを減少する方向に起こる⁹⁾。MLCC の共焼結中の収縮速度差による内部応力のため, 電極の薄い部分から厚い部分への表面拡散が起こることが, 表面粗さの増大, 不連続部の増大につながると考えられる¹⁰⁾。表面張力に駆動された表面拡散によるナノポーラス金属の粗大化では表面積が減少するので, 比表面積の逆数 $1/S_v$ が増加する¹¹⁾。一

方, (3) MLCC 電極の比表面積の逆数 $1/S_v$ の増加は顕著ではない. このことは, 電極構造の粗大化の駆動力として表面張力に加えて内部応力の寄与が大きいことを示している.

電極層の厚みがマイクロメートルからサブミクロンスケールに減少すると, 不連続部の形成が著しくなる. これは電極層中の Ni 粒子の初期充填構造の不均質性が, 電極層厚さ/粒子径比の低下とともに, 増大することが一因である. 粒子スケールで不均質な構造を均質な連続体として扱うことのできる条件は, 対象とする物体のスケールが代表体積要素の大きさよりもずっと大きいことである. X線マイクロトモグラフィーによる球粒子の充填構造解析によると, 代表体積要素は粒子径の 11~17 倍程度である¹²⁾. 電極層の不均質性を, 層の厚みを一辺の長さとする立方体の充填密度のばらつきで定義すると, 層の厚みが代表体積要素の大きさより小さくなるにつれ, ばらつきは著しく増大する. このばらつきが不連続部形成の原因と考えられる.

(3) ビッカーズインデンテーション誘起のガラスセラミックス表面下亀裂形態のマルチスケール CT 観察

X線 CT で不均質な微構造をもつガラスセラミックスである結晶化ガラスのビッカーズインデンテーション表面下亀裂の複雑な形態を調査した. 結晶化ガラスとは, ガラスに結晶を析出させ, ガラスと結晶の複合体とした材料であり, 析出する結晶の性質とそれが形作る組織によって材料の特性が決まる. したがって, ガラスでは得られない優れた性質を持たせることができ, 特に耐熱性や強度が向上する.

図 3 に 9.8N 荷重圧痕下の結晶化ガラス内部の亀裂構造を示す. マイクロ CT (図 3(a), (b)) では複雑な亀裂系全体の構造を観察した¹³⁾. 上面図(a)では, 圧子押し込み面に平行な横方向のラテラルクラック (SL, IL, IL1, IL2) と圧痕対角線方向に沿って直線的な縦方向のラジアルクラック (SR) が観察できる. (a)の矢印 b の方向から側面図(b)では, 傾いたラテラルクラック (IL1) がはじめて発見できた. また, 表面付近の中央部には, マイクロクラック領域が見られる. 図 3(c), (d)は(a)の赤色の枠線で囲まれる領域を, それぞれ矢印 c, d の方向から観察したナノ CT 像である. 粗い表面は結晶化ガラスのハウスカード構造¹⁴⁾に由来し, ラジアルクラックのたわんだ表面の様子が明瞭に観察できた. 表面の真下で垂直方向に生じるメジアンクラック (M1~M5) は平たい. このように, 亀裂の偏向は, 亀裂のタイプ, 破壊モード, 局所的な応力場に依存する. 図 3(c)では, リボン状欠陥が並列した様子 (赤色矢印) がみられるが, これもハウスカード構造に由来する. また, (c), (d)の長方形の亀裂 (S1, S2, S3) は板状晶とガラス母相の界面亀裂である. (d)の黒色の枠線内では, ラジアルクラック内に細長く黒い窓が 2 本並列している様子が見られるが, これは亀裂表面に平行な板状晶が亀裂架橋による強靭化に寄与している様子を表している.

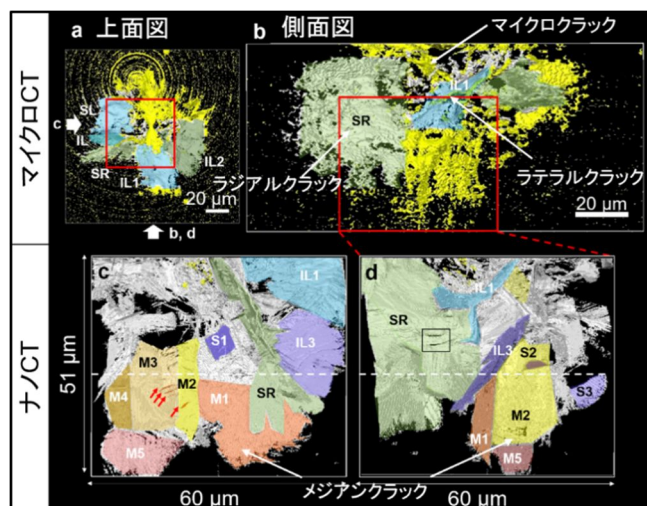


図 3 9.8N 荷重圧痕下の結晶化ガラス内部の亀裂構造. (a), (b) マイクロ CT, (c), (d) ナノ CT 像.¹³⁾

< 引用文献 >

- 1) D. Bernard, D. Gendron, J. Heintz, S. Bordere, J. Etourneau. Acta Mater, 53, 121-128 (2005).
- 2) A. Vagnon, J.P. Riviere, J.M. Missiaen, D. Bellet, M. Di Michiel, C. Josserond, D. Bouvard. Acta Mater, 56, 1084-1093 (2008).
- 3) T. Hondo, Z. Kato, K. Yasuda, F. Wakai, S. Tanaka. Adv. Powder Tech. 27, 1006-1012 (2016).
- 4) A. Takeuchi, K. Uesugi, M. Uesugi, F. Yoshinaka, and T. Nakamura, Microsc. Microanal. 24 106-107 (2018).
- 5) G. Okuma, S. Watanabe, K. Shinobe, N. Nishiyama, A. Takeuchi, K. Uesugi, S. Tanaka and F. Wakai, Sci. Rep. 9, 11595 (2019).
- 6) T. Hondo, K. Yasuda, F. Wakai, S. Tanaka, J. Euro. Ceram. Soc, 38, 1846-1852 (2018).

- 7) I. Milne, R. A. Ainsworth, A. R. Dowling, A. T. Stewart, *Int. J. Pres. Ves. & Piping*, 32, 3-104 (1988).
- 8) G. Okuma, N. Saito, K. Mizuno, Y. Iwazaki, H. Kishi, A. Takeuchi, M. Uesugi, K. Uesugi, and F. Wakai, *Acta Mater.* 206, 116605 (2021).
- 9) N. Sridhar, J.M. Rickman, and D.J. Srolovitz, *Acta Mater.* 45, 2715-2733 (1997).
- 10) A.V. Polotai, G.-Y. Yang, E.C. Dickey, and C.A. Randall, *J. Am. Ceram. Soc.* 90, 3811-3817 (2007).
- 11) Y. K. Chen-Wiegart, S. Wang, Y. S. Chu, W. Liu, I. McNulty, P.W. Voorhees, and D.C. Dunand, *Acta Mater.* 60, 4972-4981 (2012).
- 12) G. Okuma, D. Kadowaki, Y. Shinoda, T. Akatsu, O. Guillon, and F. Wakai, *J. Ceram. Soc. Jpn*, 124, 421-425 (2016).
- 13) G. Okuma, K. Maeda, S. Yoshida, A. Takeuchi, F. Wakai. *Sci. Rep.* 12, 6994 (2022).
- 14) K. Maeda, A. Yasumori, *Mater. Lett.* 180, 231-234 (2016).

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計18件（うち査読付論文 15件／うち国際共著 12件／うちオープンアクセス 6件）

1. 著者名 Okuma Gaku, Endo Masaya, Minagawa Haruki, Inoue Ryo, Kakisawa Hideki, Kohata Takuma, Osada Toshio, Yamamoto Takafumi, Azuma Masaki, Takeuchi Akihisa, Uesugi Masayuki, Guillon Olivier, Wakai Fumihito	4. 巻 2201534
2. 論文標題 3D Visualization of Morphological Evolution of Large Defects during Spark Plasma Sintering of Alumina Granules	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Advanced Engineering Materials	6. 最初と最後の頁 2201534 ~ 2201534
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1002/adem.202201534	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 該当する

1. 著者名 Wakai Fumihito, Okuma Gaku	4. 巻 235
2. 論文標題 Rigid body motion of multiple particles in solid-state sintering	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Acta Materialia	6. 最初と最後の頁 118092 ~ 118092
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.actamat.2022.118092	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Okuma Gaku, Maeda Kei, Yoshida Satoshi, Takeuchi Akihisa, Wakai Fumihito	4. 巻 12
2. 論文標題 Morphology of subsurface cracks in glass-ceramics induced by Vickers indentation observed by synchrotron X-ray multiscale tomography	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Scientific Reports	6. 最初と最後の頁 6994
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41598-022-11084-0	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 該当する

1. 著者名 Okuma Gaku, Osada Toshio, Minagawa Haruki, Arai Yutaro, Inoue Ryo, Kakisawa Hideki, Shimoda Kazuya, Takeuchi Akihisa, Uesugi Masayuki, Tanaka Satoshi, Wakai Fumihito	4. 巻 43
2. 論文標題 Heterogeneities and defects in powder compacts and sintered alumina bodies visualized by using the synchrotron X-ray CT	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Journal of the European Ceramic Society	6. 最初と最後の頁 486 ~ 492
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jeurceramsoc.2022.10.020	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 該当する

1. 著者名 大熊 学	4. 巻 57
2. 論文標題 放射光X線CTを用いた高信頼性材料設計のための3次元マルチスケール解析. Ceramics Japan. (2022) 531-534	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Ceramics Japan	6. 最初と最後の頁 531-534
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Maeda Kei, Akatsuka Kosho, Okuma Gaku, Yasumori Atsuo	4. 巻 11
2. 論文標題 Mechanical Properties of CaO-Al ₂ O ₃ -SiO ₂ Glass-Ceramics Precipitating Hexagonal CaAl ₂ Si ₂ O ₈ Crystals	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Crystals	6. 最初と最後の頁 393 ~ 393
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jeurceramsoc.2021.09.040	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Okuma Gaku, Miyaki Ryo, Shinobe Kan, Sciazko Anna, Shimura Takaaki, Yan Zilin, Hara Shotaro, Ogashiwa Toshinori, Shikazono Naoki, Wakai Fumihiro	4. 巻 215
2. 論文標題 Anisotropic microstructural evolution and coarsening in free sintering and constrained sintering of metal film by using FIB-SEM tomography	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Acta Materialia	6. 最初と最後の頁 117087 ~ 117087
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jeurceramsoc.2021.10.013	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Wakai Fumihiro, Okuma Gaku, Mucke Robert, Guillon Olivier	4. 巻 41
2. 論文標題 Modelling of elimination of strength-limiting defects by pressure-assisted sintering at low stress levels	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of the European Ceramic Society	6. 最初と最後の頁 202 ~ 210
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41598-022-11084-0	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Okuma Gaku, Tanaka Satoshi, Wakai Fumihiro	4. 巻 42
2. 論文標題 Domain coarsening in viscous sintering as a result of topological pore evolution	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of the European Ceramic Society	6. 最初と最後の頁 729 ~ 733
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41598-022-11084-0	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Okuma Gaku, Saito Naoya, Mizuno Kotaro, Iwazaki Yoshiki, Kishi Hiroshi, Takeuchi Akihisa, Uesugi Masayuki, Uesugi Kentaro, Wakai Fumihiro	4. 巻 206
2. 論文標題 Microstructural evolution of electrodes in sintering of multi-layer ceramic capacitors (MLCC) observed by synchrotron X-ray nano-CT	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Acta Materialia	6. 最初と最後の頁 116605 ~ 116605
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.actamat.2020.116605	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 該当する

1. 著者名 大熊 学, 斎藤 直哉, 水野 高太郎, 若井 史博	4. 巻 56
2. 論文標題 放射光X線ナノCTによる電子デバイスの信頼性解析: MLCCの電極構造形成プロセス	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Ceramics Japan	6. 最初と最後の頁 39 ~ 43
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 大熊 学, 若井 史博	4. 巻 55
2. 論文標題 放射光マルチスケールトモグラフィーで見る粉体成形・焼結 プロセスにおける欠陥形成と強度信頼性	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 CERAMICS JAPAN	6. 最初と最後の頁 514 ~ 517
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Hou Minjie, Qu Tao, Zhang Qingkai, Yaochun Yao, Dai Yongnian, Liang Feng, Okuma Gaku, Hayashi Katsuro	4. 巻 177
2. 論文標題 Investigation of the stability of NASICON-type solid electrolyte in neutral-alkaline aqueous solutions	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Corrosion Science	6. 最初と最後の頁 109012 ~ 109012
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41598-019-48127-y	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 該当する

1. 著者名 Okuma Gaku, Watanabe Shuhei, Shinobe Kan, Nishiyama Norimasa, Takeuchi Akihisa, Uesugi Kentaro, Tanaka Satoshi, Wakai Fumihiro	4. 巻 9
2. 論文標題 3D multiscale-imaging of processing-induced defects formed during sintering of hierarchical powder packings	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Scientific Reports	6. 最初と最後の頁 11595
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41598-019-48127-y	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 OKUMA Gaku, WATANABE Shuhei, SHINOBE Kan, NISHIYAMA Norimasa, TAKEUCHI Akihisa, UESUGI Kentaro, TANAKA Satoshi, WAKAI Fumihiro	4. 巻 66
2. 論文標題 Evaluation of Macroscopic Mechanical Properties from 3-D Visualization of Microstructure in Sintering	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy	6. 最初と最後の頁 604 ~ 610
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2497/jjspm.66.604	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 WAKAI Fumihiro, OKUMA Gaku, NISHIYAMA Norimasa, GUILLON Olivier	4. 巻 66
2. 論文標題 Dynamics of Sintering of Multi-Particles	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy	6. 最初と最後の頁 598 ~ 603
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2497/jjspm.66.598	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Okuma Gaku, Wakai Fumihiro, Tanaka Satoshi, Hondo Tsuyoshi, Gonzalez-Julian Jesus, Guillon Olivier	4. 巻 16
2. 論文標題 Determination of sintering stress and bulk viscosity from sinter-forging and X-ray microtomography methods: a Review	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Materials Today: Proceedings	6. 最初と最後の頁 42~48
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.matpr.2019.05.285	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Wakai Fumihiro, Okuma Gaku, Nishiyama Norimasa	4. 巻 16
2. 論文標題 Sintering mechanics of ceramics: a short review	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Materials Today: Proceedings	6. 最初と最後の頁 4~13
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.matpr.2019.05.304	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

〔学会発表〕 計42件 (うち招待講演 10件 / うち国際学会 16件)

1. 発表者名 大熊 学
2. 発表標題 放射光X線CT技術を駆使した高信頼性材料設計
3. 学会等名 日本セラミックス協会2023年年会 (招待講演)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 大熊 学
2. 発表標題 超高信頼性セラミックス創成に貢献する焼結プロセスの放射光X線マルチスケールCT観察
3. 学会等名 第171回 超塑性研究会 (招待講演)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 OKUMA Gaku, OSADA Toshio, WAKAI Fumihiro
2. 発表標題 Synchrotron X-ray Multiscale CT observation of sintering process for reliable ceramics
3. 学会等名 9th Tsukuba International Coating Symposium (TICS 9) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 OKUMA Gaku, OSADA Toshio, MINAGAWA Haruki, ARAI Yutaro, INOUE Ryo, KAKISAWA, Hideki, TANAKA Satoshi, WAKAI Fumihiro
2. 発表標題 Heterogeneous evolution of pore distribution during sintering of a submicron alumina powder observed by using synchrotron X-ray CT
3. 学会等名 ICCC12022 (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 OKUMA Gaku, MAEDA Kei, YOSHIDA Satoshi, WAKAI Fumihiro
2. 発表標題 Morphology of subsurface cracks induced by Vickers indentation observed by synchrotron X-ray multiscale tomography: a case study of CaO - Al ₂ O ₃ - SiO ₂ glass-ceramic
3. 学会等名 ICM&P 2022 (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 大熊 学, 前田 敬, 吉田 智, 若井 史博
2. 発表標題 放射光X線マルチスケールCTで観る結晶化ガラスCaO - Al ₂ O ₃ - SiO ₂ のピッカースインデンテーション誘起の表面下亀裂形態
3. 学会等名 日本金属学会2022年秋期(第171回)講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 大熊 学, 前田 敬, 吉田 智, 若井 史博
2. 発表標題 ピッカーズインデンテーション誘起の表面下亀裂形態の放射光X線マルチスケールCT観察: 結晶化ガラス CaO - Al ₂ O ₃ - SiO ₂
3. 学会等名 日本セラミックス協会第35回秋季シンポジウム
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 大熊 学, 若井 史博
2. 発表標題 金属膜の自由焼結および拘束焼結中の異方的な微細構造進展のFIB-SEMトモグラフィー解析
3. 学会等名 日本金属学会2022年春季(第170回)講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 大熊 学, 斎藤 直哉, 水野 高太郎, 若井 史博
2. 発表標題 放射光X線ナノCTによる電子デバイスの信頼性解析: MLCCの電極構造形成プロセス
3. 学会等名 日本金属学会 2021年秋季(第169回)講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大熊 学
2. 発表標題 高信頼性材料設計のための放射光X線CT3次元ナノスケール解析
3. 学会等名 第6回全固体電池MOP講習会(招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大熊 学, 若井 史博
2. 発表標題 高信頼性材料設計のための 放射光X線CT3次元ナノスケール解析
3. 学会等名 日本セラミックス協会 第34回秋季シンポジウム (招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大熊 学
2. 発表標題 放射光X線マルチスケールCTで見る焼結プロセスにおける欠陥形成と強度信頼性
3. 学会等名 日本物理学会 第31回格子欠陥フォーラム (招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大熊 学, 若井 史博
2. 発表標題 放射線X線CTによる電子デバイスの信頼性解析:MLCCの電極構造形成プロセス
3. 学会等名 耐熱複合材料・コーティングの高度化に関する研究会 第4回ワークショップ (招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大熊 学, 斎藤 直哉, 水野 高太郎, 若井 史博
2. 発表標題 放射光X線ナノCTによる電子デバイスの信頼性解析: MLCCの電極構造形成プロセス
3. 学会等名 日本機械学会第 29 回機械材料・材料加工技術講演会(M&P2021), 一般社団法人 日本機械学会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 皆川 開, 大熊 学, 田中 諭, 垣澤 英樹, 若井 史博, 井上 遼
2. 発表標題 熱間等方加圧 (HIP) による欠陥収縮過程の放射光X線CT観察
3. 学会等名 日本機械学会第 29 回機械材料・材料加工技術講演会(M&P2021), 一般社団法人 日本機械学会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大熊 学, 若井 史博
2. 発表標題 金属膜の自由焼結および拘束焼結中の異方的な微細構造進展と粗大化プロセスのFIB-SEMトモグラフィー解析
3. 学会等名 2021年度秋季大会 (第128回講演大会) 粉末冶金協会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大熊 学
2. 発表標題 高信頼性材料設計のための放射光X線CT 3次元マルチスケール解析
3. 学会等名 セラミック材料研究会2021
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大熊 学, 若井 史博
2. 発表標題 金属膜の自由焼結および拘束焼結中の異方的な微細構造進展のFIB-SEMトモグラフィー解析
3. 学会等名 日本金属学会 2022年春期講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Gaku Okuma, Naoya Saito, Kotaro Mizuno, Fumihiro Wakai
2. 発表標題 Reliability analysis of electronic device by using synchrotron X-ray nano-CT : Microstructural evolution of electrodes of MLCC
3. 学会等名 International Conference on the Science and Technology for Advanced Ceramics (STAC-12) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Gaku Okuma
2. 発表標題 Reliability analysis of electronic device by using synchrotron X-ray nano-CT : Microstructural evolution of electrodes of MLCC
3. 学会等名 9th Tsukuba International Coating Symposium (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大熊 学, 遠藤 順也, 田中 諭, 若井 史博
2. 発表標題 放射光マルチスケール CTで見る粉体成形・焼結プロセスにおける欠陥形成と強度信頼性
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 第33回秋季シンポジウム (招待講演)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 大熊 学, 田中 諭, 若井 史博
2. 発表標題 SPring-8 放射光マルチスケール CTで見る粉体成形・焼結プロセスにおける欠陥形成と強度信頼性
3. 学会等名 第28回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2020)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 大熊 学, 齋藤 直哉, 若井 史博, 竹内 晃久, 上杉 健太郎, 水野 高太郎, 岩崎 誉志紀, 岸 弘志
2. 発表標題 放射光X線ナノCTによる電子デバイスの信頼性解析~MLCCの電極構造形成プロセス~
3. 学会等名 バルクセラミックスの信頼性に関するワークショップ(招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大熊 学, 齋藤 直哉, 若井 史博, 水野 高太郎
2. 発表標題 結像型X線ナノCTによる電子デバイスの信頼性解析:MLCCの電極構造形成プロセス
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会2021年年会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 遠藤 順也, 大熊 学, 若井 史博
2. 発表標題 加圧焼結によるアルミナ焼結体中の 内部欠陥収縮過程の放射光X線CT観察
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会2021年年会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大熊学, 齋藤直哉, 竹内晃久, 上杉健太郎, 水野高太郎, 岩崎誉志紀, 岸弘志, 若井史博
2. 発表標題 放射光X線ナノCTを用いた積層セラミックスコンデンサーの焼成過程における緻密化挙動の3D解析
3. 学会等名 第2回 3次元可視化による機能性セラミックス製造プロセス基礎科学に関する研究会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 大熊 学, 宮木 亮, 篠部 寛, 若井 史博, Anna Sciazko, 鹿園 直毅, 志村 敬彬, 原 祥太郎, 小柏 俊典
2. 発表標題 FIB-SEBトモグラフィーで見るAuサブミクロンペーストの自由焼結および拘束焼結中の異方的な微細構造進展
3. 学会等名 日本セラミックス協会2020年年会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Gaku Okuma, Shuhei Watanabe, Kan Shinobe, Norimasa Nishiyama, Fumihiro Wakai, Akihisa Takeuchi, Kentaro Uesugi, Satoshi Tanaka
2. 発表標題 3D Multiscale-imaging of Processing-induced Defects Formed during Sintering of Alumina
3. 学会等名 MATERIALS SCIENCE & TECHNOLOGY (MS&T19) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Fumihiro Wakai, Gaku Okuma, Norimasa Nishiyama, Olivier Guillon
2. 発表標題 Mechanics of Sintering in Formation and Disappearance of a Closed Pore
3. 学会等名 The 13th Pacific Rim Conference of Ceramic Societies (PACRIM13) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Gaku Okuma, Shuhei Watanabe, Kan Shinobe, Norimasa Nishiyama, Fumihiro Wakai, Akihisa Takeuchi, Kentaro Uesugi, Satoshi Tanaka
2. 発表標題 Processing-induced defects formed during sintering of alumina observed by multiscale 3D X-ray tomography
3. 学会等名 The 13th Pacific Rim Conference of Ceramic Societies (PACRIM13) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Fumihiro Wakai, Gaku Okuma, Norimasa Nishiyama, Olivier Guillon
2. 発表標題 Sintering Forces Acting among Particles during Sintering by Grain Boundary/Surface Diffusion
3. 学会等名 MATERIALS SCIENCE & TECHNOLOGY (MS&T19) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Gaku Okuma, Shuhei Watanabe, Kan Shinobe, Norimasa Nishiyama, Fumihiro Wakai, Akihisa Takeuchi, Kentaro Uesugi, Satoshi Tanaka
2. 発表標題 3D processing-induced defects formed during sintering of alumina observed by multiscale X-ray CT
3. 学会等名 International Conference on the Science and Technology for Advanced Ceramics (STAC-11) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Masaya ENDO, Gaku OKUMA, Norimasa NISHIYAMA, Fumihiro WAKAI
2. 発表標題 Fabrication of transparent polycrystalline MgO by combination of spark plasma sintering and high pressure - high temperature synthesis
3. 学会等名 MATERIALS RESEARCH MEETING 2019 (MRM2019) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Shuhei WATANABE, Gaku OKUMA, Yosuke SATO, Tomoki SEKIYA, Norimasa NISHIYAMA, Fumihiro WAKAI
2. 発表標題 Prediction of fracture from various shaped defects by XFEM
3. 学会等名 MATERIALS RESEARCH MEETING 2019 (MRM2019) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1 . 発表者名 Fumihiro WAKAI, Gaku OKUMA, Norimasa NISHIYAMA, Olivier GUILLON
2 . 発表標題 Micromechanics of Sintering: Pinch-off of Pore Channel, Formation and Disappearance of a Closed Pore
3 . 学会等名 MATERIALS RESEARCH MEETING 2019 (MRM2019) (国際学会)
4 . 発表年 2019年

1 . 発表者名 Gaku OKUMA, Shuhei WATANABE, Kan SHINOBE, Norimasa NISHIYAMA, Akihisa TAKEUCHI, Kentaro UESUGI, Satoshi TANAKA, Fumihiro WAKAI
2 . 発表標題 Synchrotron X-ray CT imaging of processing-induced defects formed during sintering of alumina
3 . 学会等名 MATERIALS RESEARCH MEETING 2019 (MRM2019) (国際学会)
4 . 発表年 2019年

1 . 発表者名 Ryo MIYAKI, Kan SHINOBE, Gaku OKUMA, Anna SCIAZKO, Takaaki SHIMURA, Shotaro HARA, Toshinori OGASHIWA, Naoki SHIKAZONO, Norimasa NISHIYAMA, Fumihiro WAKAI
2 . 発表標題 Evolution of anisotropic microstructures in free sintering and constrained sintering of Au sub-micron particles observed by FIB-SEM tomography
3 . 学会等名 MATERIALS RESEARCH MEETING 2019 (MRM2019) (国際学会)
4 . 発表年 2019年

1 . 発表者名 Ryo Miyaki, Gaku Okuma, Kan Shinobe, Anna Sciazko, Takaaki Shimura, Shotaro Hara, Toshinori Ogashiwa, Naoki Shikazono, Norimasa Nishiyama, Fumihiro Wakai
2 . 発表標題 3D evolution of anisotropic microstructures in free sintering and constrained sintering of Au sub-micron particles observed by FIB-SEM tomography
3 . 学会等名 The 4th International Symposium on Creation of Life Innovation Materials for Interdisciplinary and International Researcher Development (iLIM-4) (国際学会)
4 . 発表年 2019年

1. 発表者名 大熊 学, 遠藤 順也, 渡辺 修平, 西山 宣正, 竹内 晃久, 上杉 健太郎, 田中 諭, 若井 史博
2. 発表標題 通電加圧焼結による亀裂状内部欠陥消失過程の放射光X線CT観察
3. 学会等名 2019 年度 第1回バルクセラミックスの信頼性に関するワークショップ
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 大熊 学, 渡辺 修平, 篠部 寛, 西山 宣正, 若井 史博, 竹内 晃久, 上杉 健太郎, 田中 諭
2. 発表標題 SPring-8のマルチスケールX線CTで見るアルミナの焼結中の3次元内部欠陥形成プロセス
3. 学会等名 019年度フロンティア材料研究所若手研究者発表会及び先端無機材料共同研究拠点報告会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 大熊 学, 渡辺 修平, 篠部 寛, 西山 宣正, 若井 史博, 竹内晃久, 上杉 健太郎, 山口 駿太郎, 田中 諭
2. 発表標題 SPring-8のマルチスケールX線CTで見るアルミナの焼結中の3次元内部欠陥形成プロセス
3. 学会等名 2019年度春季大会 (第123回講演大会) 粉末冶金協会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 若井 史博, 大熊 学, 西山 宣正, Guillon Olivier
2. 発表標題 焼結プロセスのミクロ力学原理
3. 学会等名 2019年度春季大会 (第123回講演大会) 粉末冶金協会
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計1件

1. 著者名 大熊学、若井史博	4. 発行年 2020年
2. 出版社 技術情報協会	5. 総ページ数 8
3. 書名 全固体電池の界面制御と作製プロセス 第22節 放射光マルチスケールCT技術を用いたセラミックス内部欠陥の3次元形状観察	

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------