

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 2 年 6 月 8 日現在

機関番号：13102

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2017～2019

課題番号：17H03125

研究課題名(和文) 巨大な電気光学効果をもつ非鉛光学用配向多結晶セラミックス開発と制御

研究課題名(英文) Development and control of lead-free crystal-oriented polycrystalline ceramics with enormous electro-optic effect

研究代表者

田中 諭 (Tanaka, Satoshi)

長岡技術科学大学・工学研究科・准教授

研究者番号：20324006

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,600,000円

研究成果の概要(和文)：結晶配向透明セラミックスを目指してK(Ta,Nb)O<sub>3</sub>及びBa<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub>等について、その粉体から焼結までを検討した。成形段階で非水系溶媒でのスラリー分散性を検討し磁場中でのコロイド成形によりc軸配向成形体が得られた。磁場中での配向性に及ぼす粒子径や磁束密度、配向時間依存性を明らかにした。焼結では異方性焼結を検討した。両物質でアルカリ金属の添加が緻密化と粒成長抑止に効果的であることを明らかにした。高温等方圧加圧焼結により透光性までは達成されBa<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub>では波長1100 nmで直線透過率が14%が得られたが、光機能を発現させる透明化に課題が残った。

研究成果の学術的意義や社会的意義

学術的な特色は透明多結晶セラミックスの製造プロセス科学の基盤構築である。多結晶セラミックスは単結晶の特性と多結晶の易製造性をもつ。これまで立方晶系で作製されるが、異方性結晶系では殆ど無く、異方性結晶での粉体合成から焼結までの一連の製造プロセスに関する知見は工業的にも意義がある。また非鉛物質での透明セラミックスを得る知見は、環境への低負荷を促し持続的社會へ貢献する。

研究成果の概要(英文)：From the powder to the sintering of K(Ta,Nb)O<sub>3</sub> and Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> were investigated for the purpose of synthesizing crystal-oriented transparent ceramics and expressing their properties. Slurry dispersibility in a non-aqueous solvent was investigated at the shaping stage, and c-axis oriented compacts were obtained by colloidal shaping in a magnetic field. The particle size dependence on the orientation was confirmed. For sintering, anisotropic sintering was examined and it was clarified that the addition of alkali metal was effective for densification and suppression of grain growth. Transparency was achieved by high-temperature isotropic pressure sintering and Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> showed a linear transmittance of 14% at a wavelength of 1100 nm, but it was not yet achieved to appear the optical function.

研究分野：無機材料科学

キーワード：結晶配向セラミックス 機能性材料 結晶異方性 磁場 焼結 光機能性

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

超伝導磁石による高磁場空間を利用するコロイド成形法は、非接触で球状微粒子を配向でき、任意の形状の成形体も作製可能な魅力的な成形方法である。c 軸配向 (SrCa)<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> では、圧電性能も高く、かつ多結晶故に機械的性質に優れるため、単結晶を上回る振動速度性能と入力電力依存性を発現した。微粒子の配向は焼結緻密化を容易にして、結晶異方性を持つ物質においても透明体の作製を可能にする。最近我々は、磁場中コロイドプロセスでの強力な分散剤を活用してスラリーを調製して、0.1 μm の微細なアルミナ粒子で 40vol% の高濃度スラリーでも磁場中の配向が可能であることを示した。そして従来よりも低温の焼結温度 1300 °C での高温等方圧加圧焼結によって粒成長を抑えることで、極めて高い透明性 (直線透過率で 75% 以上) を達成した。配向結晶粒子の微細化は、結晶間の複屈折と気孔による散乱抑止に有効で、粒成長抑止は粒内気孔抑止にも効果的であった。そこで、優れた光学特性を持つ物質で、この製法を用いて、微細構造制御と添加物による組成制御によって、光学デバイスの開発を目指すことを想定した。

### 2. 研究の目的

本研究では、磁場を用いたコロイドプロセスによる結晶配向制御と高密度焼結によって、結晶異方性をもち、かつ、電気光学効果に優れるタンタル酸ニオブ酸塩の多結晶透明セラミックスを開発することを目的とした。配向と焼結による透明化に加え、本研究によって、多結晶セラミックスの成形・焼結プロセス科学における新たな知見を得ることを目指した。

### 3. 研究の方法

原料には K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、BaCO<sub>3</sub> の炭酸塩、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> を含む酸化物の高純度の粉体を用いた。これらを化学量論組成に秤量し、ボールミル混合の後、1000 °C - 1200 °C で保持時間も 1 - 16h の間で変化させて、K(Ta,Nb)O<sub>3</sub> 及び Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> 粉体を合成した。アルカリ金属を含む固相反応及び焼結を考慮して K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 或いは Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 粉を過剰に添加した。また、K(Ta,Nb)O<sub>3</sub> では Ta と Nb の比を変化させ、Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> においても Nb の一部を Ta で置換した系も合成した。

合成した粉体と溶媒および分散剤を用いてスラリー調製を行った。固体含有率は 30 - 35 vol% となるように調製した。混合はボールミルにより行った。これを直径 2.5 cm の樹脂製の型に入れて 10T の磁場中で自然乾燥させることで成形体を得た。

磁場中で作製した試料の焼結を真空中で K(Ta,Nb)O<sub>3</sub> は焼結温度 1125 °C、Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> は 1275°C から 1350°C の間で変化させて行った。その後一部の試料では高温等方圧加圧焼結を行った。配向の評価を X 線回折で評価し、微構造を電子顕微鏡で観察し、一部の試料では直線透過率を測定した。

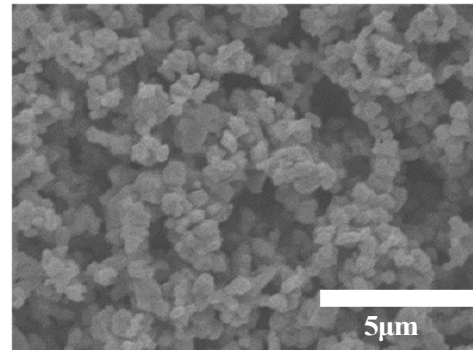


図 1 K(Ta,Nb)O<sub>3</sub> 粉体の概形

### 4. 研究成果

#### 4. 1 結晶配向 K(Ta,Nb)O<sub>3</sub> セラミックスの作製

##### (a) 粉体合成, 磁場中成形, 及び焼結

図 1 に得られた K(Ta,Nb)O<sub>3</sub> 合成粉体の観察例を示す。原料粉の粒径制御, 反応温度 1000°C-1050 °C, 保持時間を 1 - 16 時間で変化させて合成した。平均粒径は 0.4 - 1.5 μm で K(Ta,Nb)O<sub>3</sub> 単相の粉体を得られることを確認した。図 2 に粒度の異なる粉体でスラリー調製し磁場中で成形した成形体の XRD を示す。c 軸配向が確認された。また、粒径が大きい程配向がしやすいことが確認された。次に、焼結条件を検討したが、1075°C で相対密度 74%, 1125 °C で 86% と十分には緻密化しなかった。

##### (b) K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> の添加効果による焼結性の向上

原料粉に 2.5 mol% 過剰 K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> の粉体を添加して合成を行い、スラリーで分散条件を検討後、磁場中で成形した。さらに、焼結を酸素雰囲気で行った。その結果、c 軸配向成形体を得られ、焼結条件を検討することで、相対密度が 96 % まで増加した。この結果は、K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> の添加による化学量論組成の維持が焼結に効果的であることを示している。配向については、c 軸成分は a 軸と c 軸に分かれた。ペロブスカイト相の焼結では、高温で立方晶を経て再度正方晶となる。a、c 軸の回折線は他よりも高いため、配向自体は維持されていると推察される。次に、高温等方圧加圧焼結を 1100°C で酸素 20% を含むアルゴン雰囲気中 200MPa で行った。ただし、現状では透光性は見られるもの

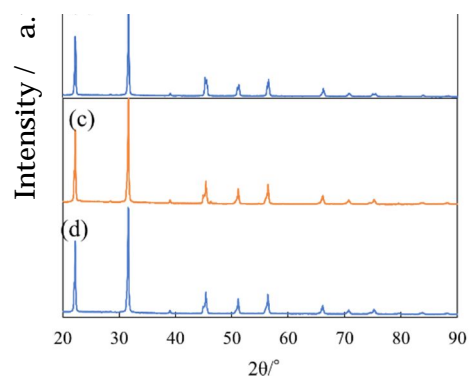


図 2 K(Ta,Nb)O<sub>3</sub> 成形体の X 線回折図

形 (a),(b) 1.3μm 粉, (c),(d) 0.4μm 粉

(a), (c) 磁場有 (10 T), (b), (d) 磁場無

の、光学特性を測定するまでの焼結は達成されなかった。今後、観察を通して原因を解明するとともに、配向性の向上について、検討を行う必要がある。

#### 4.2 結晶配向 Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> セラミックスの作製

##### (a) 粉体合成, 磁場中成形, 及び焼結

Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> セラミックスは正方晶タングステンブロンズ構造をもち、配向の効果が得やすいと考えられた。K(Ta,Nb)O<sub>3</sub> と同様に焼結時にアルカリ成分の分解が課題となると予想された。

高純度の BaCO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> を原料として固相反応により, Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> 粉体を合成した。図3に粉体の概形を示す。平均粒径は約 1.5 μm となった。X線回折図形より Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> 単相の粉体であることが確認された。2プロパノールを用いて分散スラリーを調製して, 磁場中で成形体を作製した。図4に成形体及び焼結体の X線回折図形を示す。これより磁場中で作製した成形体とその焼結体で c 軸の配向が確認された。配向度を Lotgering factor (LF) として求めた。

$$LF = \frac{1 - \rho}{1 - \rho_0} \quad (1)$$

ここで,  $\rho$  および  $\rho_0$  は配向体および無配向体の XRD の c 面に由来する回折線の相対的な強度を用いて次式より求めた。ここで,  $\rho = \sum I(00l) / \sum I(hkl)$ ,  $\rho_0 = \sum I_0(00l) / \sum I_0(hkl)$  である。成形体の LF は 0.7 と高い値となった。さらに焼結後の LF は 0.98 となった(図4)。焼結後の配向の増加はこれまでも見られ、焼結時の著しい粒成長によると考えられた。

図5に焼結体の微構造を示す。焼結により画面上下方向の c 軸方向への優先的なネック形成と粒成長が起きている。これは焼結時に配向した粒子が優先的に粒成長することを示し、これが配向性が向上した原因であることを示している。ただし、相対密度は 77% で同時に縦方向に成長した気孔も多く見られ、早い段階での粒成長が緻密化を妨げると考えられた。

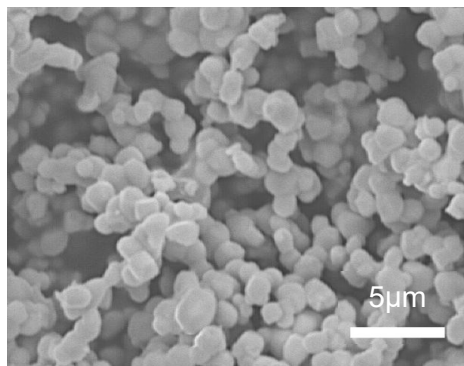


図3 合成 Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> 粉体

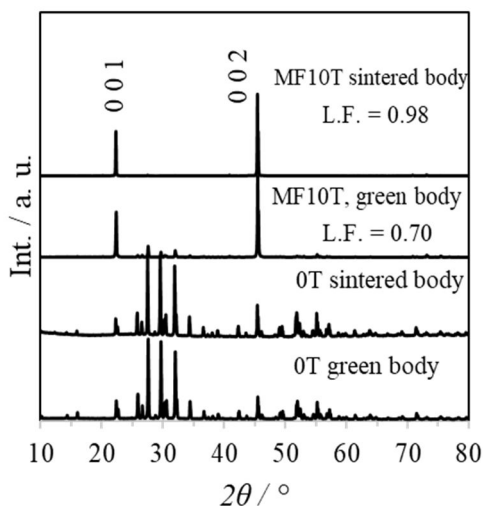


図4 Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> 成形体及び焼結体の X線回折パターン

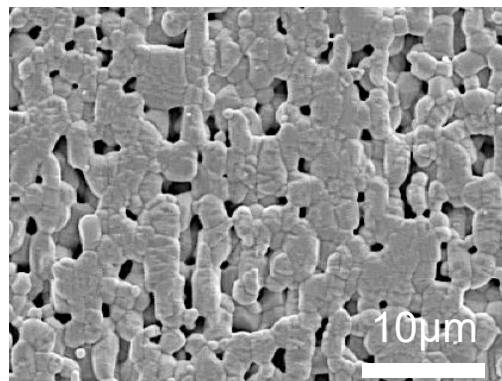


図5 c-軸配向 Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> セラミックスの微構造。

##### (b) 配向体の焼結に及ぼす Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 添加効果

Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> の異方的な粒成長の原因の一つとして Na の損失の影響が考えられた。そこで Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> を 10mol% 過剰に添加して Ba<sub>2</sub>NaNb<sub>5</sub>O<sub>15</sub> 粉体を合成した。その結果、粉体の平均粒径は約 0.5 μm と微細になり、XRD では Na を含む組成は回折線が弱く確認されなかったが、BaNbO<sub>3</sub> 相が確認された。

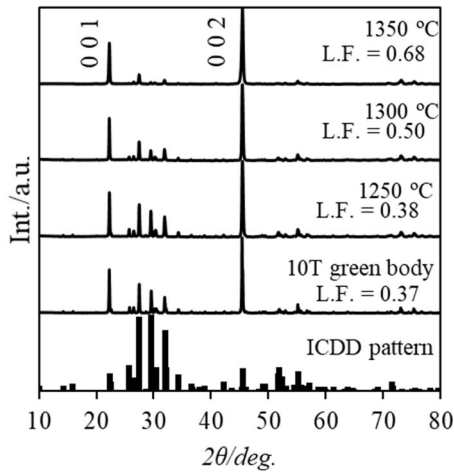


図 6  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  添加  $\text{Ba}_2\text{NaNb}_5\text{O}_{15}$  粉から作製した成形体と焼結体の X 線回折図形．焼結温度は 1250 °C，1300 °C，1350 °C．

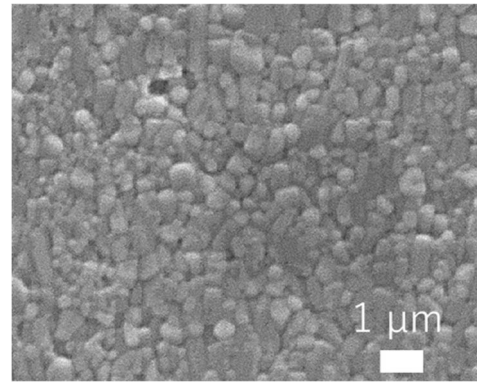


図 7 c 軸配向  $\text{Ba}_2\text{NaNb}_5\text{O}_{15}$  セラミックスの微構造．

図 6 に磁場を用いて作製した成形体とその焼結体の X 線回折図形を示す．成形体では LF は 0.37 となった．これは図 4 で示した成形体と比べ，配向性が下がる結果となった．これは合成した粒子の粒子径が小さくなることで，スラリーでの分散性が下がることと，原料粉に凝集体等が多く含まれたことが原因だと推察された．

焼結体の LF は焼結とともに増加し，1350°C で LF は 0.68 となった．相対密度は 97.3% となった．図 7 に 1300°C 焼結体の微構造を示す．図 5 と比べると粒成長がかなり抑えられ， $\text{Na}_2\text{CO}_3$  の添加が緻密化に有効であることが示された．ただし粒成長の抑制は焼結時の配向性の向上も抑えることも示していた．焼結体を 1275°C，200MPa の条件で高温等方圧加圧焼結を行った．ただし，相対密度は 98% となり，大幅な変化は見られなかった．

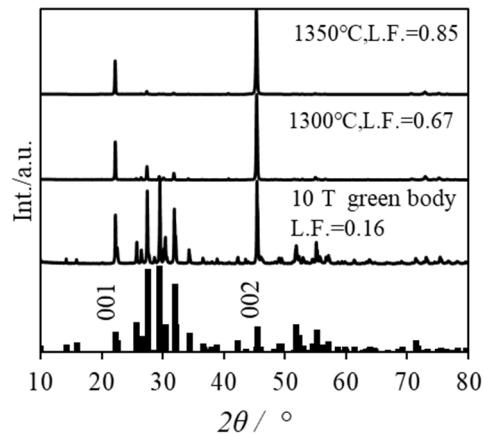


図 8  $\text{BaNa}_2(\text{Nb},\text{Ta})_5\text{O}_{15}$  成形体とその焼結体の X 線回折図形．焼結温度は 1300 °C 及び 1350 °C．

#### (c) 配向体の焼結に及ぼす $\text{Ta}^{5+}$ の置換効果

$\text{Ba}_2\text{NaNb}_5\text{O}_{15}$  粉合成時に  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  粉を過剰に添加して合成することで粒成長が抑えられた．ただし， $\text{Ba}_2\text{NaNb}_5\text{O}_{15}$  の融点は 1432°C であるため，さらに高温での焼結はできない．そこで， $\text{Ta}^{5+}$  で  $\text{Nb}^{5+}$  を置換することで融点を上げて，高温での焼結を検討した． $\text{Na}_2\text{CO}_3$  は前節と同様に 10mol% 過剰に添加した．粉体の合成温度も 1200°C から 1250°C に上昇する．Ta を 10 mol% 添加して合成した  $\text{Ba}_2\text{Na}(\text{Nb},\text{Ta})_5\text{O}_{15}$  粉体では，粉体の平均粒径は約 0.6μm となった．

図 8 に成形体及び焼結体の XRD を示す．成形体では LF は 0.16 となり，配向性が低い結果となった．原料粉に含まれる凝集体の解砕が不十分であると推察される．焼結体の LF は焼結とともに増加し，1350°C で LF は 0.85 となった．相対密度は 94 % となった．

図 9 に 1250°C で高温等方圧加圧焼結した焼結体の微構造を示す．相対密度は 96.2% である．全体は十分緻密化されていたが周囲に気孔が多くみられ，見かけ上密度は低めの値となったと推察される．厚さ 500 μm の直線透過率を測定した結果，波長 1100nm で直線透過率が 14% となった (図 10)．透光性は見られるものの，光学特性を測定するまでの焼結は達成されなかった．

本研究では結晶配向透明セラミックスを目指して  $\text{K}(\text{Ta},\text{Nb})\text{O}_3$  セラミックス及び  $\text{Ba}_2\text{NaNb}_5\text{O}_{15}$  セラミックスについて，その合成プロセスを検討した．成形段階では，非水系溶媒でのスラリー分散性について知見が得られ，磁場中でのコロイド成形により配向成形体を得られた．配向では粒子径の依存性が確認された．焼結では，異方性焼結が顕著であり，緻密化には粒成長抑止が重要であることが明らかとなった． $\text{K}(\text{Ta},\text{Nb})\text{O}_3$  セラミックス及び  $\text{Ba}_2\text{NaNb}_5\text{O}_{15}$  ではアルカリ成分の過剰添加が焼結時の緻密化に有利であることが明らかとなった．高温等方圧加圧焼結は，透光性までは達成され， $\text{Ba}_2\text{NaNb}_5\text{O}_{15}$  では 1100 nm の波長で直線透過率が 14% が得られるが，光機能を発現させる透明化までは未達となった．光を散乱する気孔の原因について 粉体での粒度分布、

凝集体除去等について再度検討する必要がある。また、添加するアルカリ金属成分の最適化、焼結時の雰囲気制御等についても最適化する必要があると考えられる。

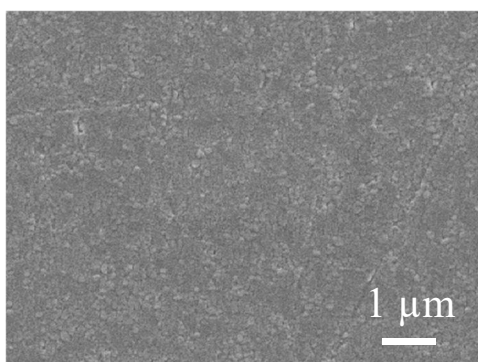


図 9  $c$  軸配向  $\text{BaNa}_2(\text{Nb,Ta})_5\text{O}_{15}$  セラミックス . 焼結温度  $1300^\circ\text{C}$ .

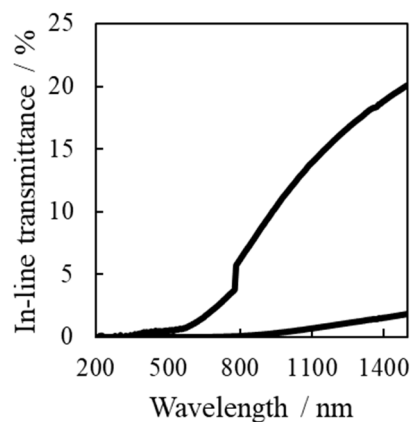


図 10  $c$  軸配向  $\text{BaNa}_2(\text{Nb,Ta})_5\text{O}_{15}$  セラミックスの直線透過率 . 試料厚さ  $500\ \mu\text{m}$ .

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計14件（うち査読付論文 12件 / うち国際共著 2件 / うちオープンアクセス 6件）

1. 著者名 Yutaka Doshida, Hideki Tamura, Satoshi Tanaka, Tomohiro Harada, Hiroyuki Shimizu	4. 巻 59
2. 論文標題 High-power properties of (Sr, Ca) 2NaNb5O15 piezoelectric ceramics in a longitudinal mode	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 SKKA07
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) <a href="https://doi.org/10.35848/1347-4065/ab827d">https://doi.org/10.35848/1347-4065/ab827d</a>	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 Yuuki Ono, Satoshi Tanaka, Tsuyoshi Honma, Tomohiro Harada, Hiroyuki Shimizu, Yutaka Doshida	4. 巻 8
2. 論文標題 Effective oriented direction for enhancement of the piezoelectric properties of crystal-oriented (Li, Na, K) NbO3 ceramics	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Journal of Asian Ceramic Societies	6. 最初と最後の頁 318-326
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) <a href="https://doi.org/10.1080/21870764.2020.1743414">https://doi.org/10.1080/21870764.2020.1743414</a>	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 Shoko Baba, Alexandre Maitre, Nicolas Pradeilles, Guy Antou, Nobuo Saito, Satoshi Tanaka	4. 巻 17
2. 論文標題 Graded evolution of anisotropic microstructure during sintering from crystal oriented powder compact	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 International Journal of Applied Ceramic Technology	6. 最初と最後の頁 677-684
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) <a href="http://orcid.org/0000-0002-5843-9855">http://orcid.org/0000-0002-5843-9855</a>	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 Yuuki Ono, Tomohiro Harada, Hiroyuki Shimizu, Yutaka Doshida, Tsuyoshi Honma, Satoshi Tanaka	4. 巻 127
2. 論文標題 101-Oriented (Li, Na, K) NbO3 ceramics prepared by magnetic field-assisted forming, sintering, and electric poling	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Journal of the Ceramic Society of Japan	6. 最初と最後の頁 887-892
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) <a href="http://doi.org/10.2109/jcersj2.19053">http://doi.org/10.2109/jcersj2.19053</a>	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 Gaku Okuma, Shuhei Watanabe, Kan Shinobe, Norimasa Nishiyama, Akihisa Takeuchi, Kentaro Uesugi, Satoshi Tanaka, Fumihiro Wakai	4. 巻 8
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) doi: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 Yutaka Doshida, Hideki Tamura, Satoshi Tanaka	4. 巻 58
2. 論文標題 High-power properties of crystal-oriented (Sr,Ca)2NaNb5O15 piezoelectric ceramics and their application to ultrasonic motors	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 SGGA07
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) DOI:10.7567/1347-4065/ab0bad	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 Takuma Takahashi, Junichi Tatami, Hiromi Nakano, Satoshi Tanaka	4. 巻 127
2. 論文標題 Anisotropic sintering shrinkage and microstructural evolution of c-axis-oriented Si3N4 ceramics	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Journal of the Ceramic Society of Japan	6. 最初と最後の頁 435 ~ 442
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) DOI: 10.2109/jcersj2.19023	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 Chiharu Akatsuka, Tsuyoshi Honma, Ralf Müller, Stefan Reinsch, Satoshi Tanaka, Takayuki Komatsu	4. 巻 510
2. 論文標題 Surface crystallization and gas bubble formation during conventional heat treatment in Na2MnP207 glass	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Journal of Non-Crystalline Solids	6. 最初と最後の頁 36-41
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jnoncrysol.2019.01.030	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 Satoshi Tanaka, Keisuke Sano, Tomohiro Harada, Hiroyuki Shimizu, Yutaka Doshida	4. 巻 126
2. 論文標題 Influence of tetragonality on crystal orientation induced by a strong magnetic field and on the piezoelectric properties of the (Bi0.5, Na0.5)1-xBaxTiO3 ceramic system	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Journal of the Ceramic Society of Japan	6. 最初と最後の頁 655-661
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2109/jcersj2.18013	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 Shoko Baba, Satoshi Tanaka	4. 巻 34
2. 論文標題 Particle Rotation in Colloidal Processing under a Strong Rotating Magnetic Field	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Langmuir	6. 最初と最後の頁 6462-6469
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1021/acs.langmuir.7b04344	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 Okuma Gaku, Kadowaki Daiki, Hondo Tsuyoshi, Tanaka Satoshi, Wakai Fumihiro	4. 巻 7
2. 論文標題 Interface topology for distinguishing stages of sintering	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 Scientific Reports	6. 最初と最後の頁 11106
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) <a href="http://dx.doi.org/10.1038/s41598-017-11667-2">http://dx.doi.org/10.1038/s41598-017-11667-2</a>	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 Hondo Tsuyoshi, Yasuda Kouichi, Wakai Fumihiro, Tanaka Satoshi	4. 巻 38
2. 論文標題 Influence of binder layer of spray-dried granules on occurrence and evolution of coarse defects in alumina ceramics during sintering	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Journal of the European Ceramic Society	6. 最初と最後の頁 1846 ~ 1852
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) <a href="https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2017.12.014">doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2017.12.014</a>	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 田中諭	4. 巻 53
2. 論文標題 セラミックスの脱脂体構造可視化と後工程への影響	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 セラミックス	6. 最初と最後の頁 9~12
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 田中諭	4. 巻 52
2. 論文標題 異方性結晶における透明多結晶セラミックスの開発	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 セラミックス	6. 最初と最後の頁 238~241
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 オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

〔学会発表〕 計70件 (うち招待講演 7件 / うち国際学会 26件)

1. 発表者名 Satoshi Tanaka
2. 発表標題 Direct observation of flowed particles in concentrated slurry using confocal laser scanning microscopy
3. 学会等名 International Symposium on Powder Processing Technology for Advanced Ceramics (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年~2020年

1. 発表者名 Satoshi Tanaka, Shuntaro Yamaguchi
2. 発表標題 Suppression of coarse pore evolution in zirconia-alumina ceramic system
3. 学会等名 The 13th Pacific Rim Conference of Ceramic Societies (PACRIM13) (国際学会)
4. 発表年 2019年~2020年

1. 発表者名 Shoko Baba, Satoshi Tanaka
2. 発表標題 Fabrication of C-axis oriented bulk hydroxyapatite in rotating high magnetic field using UV curable binder
3. 学会等名 The 13th Pacific Rim Conference of Ceramic Societies (PACRIM13) (国際学会)
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 Yuuki Ono, Tomohiro Harada, Hiroyuki Shimizu, Yutaka Dosihda, Tsuyoshi Honma, Satoshi Tanaka
2. 発表標題 Piezoelectric property of [101]-oriented (Li, Na, K)NbO <sub>3</sub> ceramics
3. 学会等名 The 13th Pacific Rim Conference of Ceramic Societies (PACRIM13) (国際学会)
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 Satoshi Tanaka, Tsuyoshi Hondo
2. 発表標題 3-dimensional observation of coarse pore evolution during sintering in alumina ceramics
3. 学会等名 UNITECR 2019 CONGRESS (国際学会)
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 Satoshi Tanaka
2. 発表標題 Particle-orientation behavior in concentrated slurry under magnetic field using photo polymerization reaction
3. 学会等名 7th International Conference on Shaping of Advanced Ceramics (国際学会)
4. 発表年 2019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 processing-induced defects formed during sintering of alumina observed by multiscale X-ray CT
3. 学会等名 The eleventh International Conference on the Science and Technology for Advanced Ceramics (STAC-11) (国際学会)
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 Satoshi Tanaka
2. 発表標題 3-Dimensional Intermittent Observation of Coarse Defects Evolution during Sintering in Alumina Ceramics
3. 学会等名 The eleventh International Conference on the Science and Technology for Advanced Ceramics (STAC-11) (国際学会)
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 Satoshi Tanaka
2. 発表標題 Influence of pore distribution on mechanical strength of porous alumina ceramics
3. 学会等名 International Conference on High-Performance Ceramics(CICC-11) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 Satoshi Tanaka
2. 発表標題 REAL STRUCTURES IN COLLOIDAL PROCESSING USING CONCENTRATED SLURRY
3. 学会等名 XVI Conference and Exhibition of the European Ceramic Society (国際学会)
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 Shoko Baba, Satoshi Tanaka
2. 発表標題 Anisotropic sintering for c-axis particle-oriented (Sr,Ca)2NaNb5O15 ceramics
3. 学会等名 XVI Conference and Exhibition of the European Ceramic Society (国際学会)
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 田中諭、小野佑介
2. 発表標題 マイクロ押出成形におけるペースト特性と成形及び焼結フィラメントの構造評価
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 2020年年会
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 管修平、田中諭
2. 発表標題 磁場中コロイド成形法とHIP焼結による透光性結晶配向Ba2NaNb5O15セラミックスの作製
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 2020年年会
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 吉岡恭平、田中諭
2. 発表標題 結晶配向フルオロアパタイトの磁場中配向成形と焼結による異方構造発達
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 2020年年会
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 井守優和、田中諭
2. 発表標題 顆粒乾式プレスで作製したジルコニア添加アルミナセラミックスのマクロ-マイクロ欠陥形成
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 2020年年会
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 馬場 翔子、田中諭
2. 発表標題 磁場を用いたc軸配向モルデナイトゼオライト膜の作製と特性評価
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 2020年年会
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 小野 悠綺、田中諭
2. 発表標題 高磁場で作製した結晶配向(Li,Na,K)NbO <sub>3</sub> の圧電特性に及ぼす101配向の影響
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 2020年年会
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 田中諭
2. 発表標題 磁場成形と焼結による結晶異方性材料の透光性化
3. 学会等名 粉体粉末冶金協会2019年度秋季大会
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 田中諭
2. 発表標題 磁場配向による圧電セラミックスの作製と配向性の評価
3. 学会等名 第14回日本磁気科学会年会（招待講演）
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 馬場翔子、田中諭
2. 発表標題 回転磁場成形における粒子回転挙動の解析
3. 学会等名 第14回日本磁気科学会年会
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 小野 悠綺、田中諭
2. 発表標題 高磁場と電場を用いた正方晶(Li,Na,K)NbO <sub>3</sub> セラミックスの配向構造制御
3. 学会等名 第14回日本磁気科学会年会
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 管修平、田中諭
2. 発表標題 高磁場成形と焼結による結晶配向Ba <sub>2</sub> NaNb <sub>5</sub> O <sub>15</sub> セラミックスの作製
3. 学会等名 令和元年度日本セラミックス協会東北北海道支部研究発表会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 西崎公宣、田中諭
2. 発表標題 共晶点レーザー走査型顕微鏡によるセラミックス製造プロセスに伴う構造変化の観察
3. 学会等名 令和元年度日本セラミックス協会東北北海道支部研究発表会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Satoshi Tanaka
2. 発表標題 Particle orientation rate in condensed slurry in strong magnetic field
3. 学会等名 The 35th International Korea-Japan Seminar on Ceramics (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 Satoshi Tanaka
2. 発表標題 Advanced techniques for green body characterization and control of sintered texture
3. 学会等名 14th International Ceramics Congress (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 Shoko Baba, Satoshi Tanaka
2. 発表標題 Fabrication of c-axis oriented (Sr, Ca) <sub>2</sub> NaNb <sub>5</sub> O <sub>15</sub> in rotating high magnetic field with stereolithography
3. 学会等名 43rd International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites (国際学会)
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 田中諭、馬場翔子
2. 発表標題 微弱な磁気異方性をもつセラミック濃厚系スラリーでの 磁場配向に関する実験的研究
3. 学会等名 日本磁気科学会年会
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 田中諭、馬場翔子
2. 発表標題 磁場中成形法における粒子配向速度と配向成形体の異方性焼結
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 第31回秋季シンポジウム
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 加川庸一、田中諭
2. 発表標題 直接観察法を用いたマイクロ流路中を流れる高濃度スラリーの評価
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 第31回秋季シンポジウム
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 谷川和樹、田中諭
2. 発表標題 磁場中コロイド成形法によるc軸配向Ba <sub>2</sub> NaNb <sub>x</sub> Ta <sub>1-x</sub> O <sub>15</sub> セラミックスの作製
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 第31回秋季シンポジウム
4. 発表年 2018年～2019年



1. 発表者名 小野悠綺、田中諭
2. 発表標題 配向多結晶ニオブ酸タンタル酸カリウム焼結体の作製
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 第31回秋季シンポジウム
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 石関悠希、田中諭
2. 発表標題 磁場による結晶配向希土類添加ハイドロキシアパタイトセラミックスの作製
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 第31回秋季シンポジウム
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 田中諭、井形徹央、(東工大)若井史博
2. 発表標題 c軸配向多結晶アルミナセラミックスの異方性焼結
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 第31回秋季シンポジウム
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 小野悠綺、田中諭
2. 発表標題 配向ニオブ酸タンタル酸カリウムセラミックスの作製
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会エンジニアリングセラミックス部会若手セミナー
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 馬場翔子、田中諭
2. 発表標題 成形時の配向構造が焼結体の微構造発達に及ぼす影響
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会エンジニアリングセラミックス部会若手セミナー
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 Yuki Ono, Satoshi Tanaka
2. 発表標題 Crystal-oriented tetragonal lithium sodium potassium niobate ceramics
3. 学会等名 The 7th International GIGAKU Conference (国際学会)
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 Shoko Baba, Satoshi Tanaka
2. 発表標題 Particle orientation behavior in colloidal processing with UV curable binder under a rotating magnetic field
3. 学会等名 The 7th International GIGAKU Conference (国際学会)
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 谷川和樹、田中諭
2. 発表標題 c 軸配向多結晶Ba <sub>2</sub> NaNb <sub>5</sub> O <sub>15</sub> セラミックスの焼結に及ぼすNa <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 添加の効果
3. 学会等名 第57回セラミックス基礎科学討論会
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 石関悠希、田中諭
2. 発表標題 希土類添加によるハイドロキシアパタイトセラミックスの磁気応答性の変化
3. 学会等名 第57回セラミックス基礎科学討論会
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 田中諭、加川庸一
2. 発表標題 高濃度スラリーの内部構造観察とレオロジー
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 2019年年会
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 小野悠綺、田中諭、本間剛、原田智宏、清水寛之、土信田豊
2. 発表標題 高磁場を用いた101配向ニオブ酸リチウムナトリウムカリウムの作製及び特性評価
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 2019年年会
4. 発表年 2018年～2019年

1. 発表者名 馬場翔子、田中諭
2. 発表標題 回転磁場中光造形法によるc軸配向 (Sr,Ca) <sub>2</sub> NaNb <sub>5</sub> O <sub>15</sub> の作製と特性評価
3. 学会等名 公益社団法人日本セラミックス協会 2019年年会
4. 発表年 2018年～2019年

1 . 発表者名 S. Tanaka
2 . 発表標題 Internal structures of dispersed and flocculated slurries with high concentration
3 . 学会等名 12th Pacific Rim Conference on Ceramic and Glass Technology ( 国際学会 )
4 . 発表年 2017年 ~ 2018年

1 . 発表者名 Y. Ono, S.Tanaka
2 . 発表標題 Crystal-oriented tetragonal (Li,Na,K)NbO <sub>3</sub> ceramics
3 . 学会等名 12th Pacific Rim Conference on Ceramic and Glass Technology ( 国際学会 )
4 . 発表年 2017年 ~ 2018年

1 . 発表者名 Tsuyoshi HONDO, Kouichi YASUDA, Fumihiro WAKAI, Satoshi TANAKA
2 . 発表標題 Micro CT observation of structural change from green compact to sintered ceramics
3 . 学会等名 The 34th International Japan-Korea Seminar on Ceramics, Nov. 2017. ( 招待講演 ) ( 国際学会 )
4 . 発表年 2017年 ~ 2018年

1 . 発表者名 G. Okuma, D. Kadowaki, S. Tanaka and F. Wakai
2 . 発表標題 Distinction of Sintering Stage by Interfacial Topology
3 . 学会等名 The Tenth International Conference on the Science and Technology for Advanced Ceramics (STAC-10) ( 国際学会 )
4 . 発表年 2017年 ~ 2018年

1. 発表者名 S.Tanaka
2. 発表標題 Macro and Microscopic Pore Structures during Ceramic Powder Processing
3. 学会等名 The Tenth International Conference on the Science and Technology for Advanced Ceramics (STAC-10) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 S.Tanaka, S. Baba
2. 発表標題 Fabrication of crystal oriented ceramics by UV curable reaction under strong magnetic field
3. 学会等名 IUMRS-ICAM 2017 (国際学会)
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 S. Tanaka
2. 発表標題 Grain-oriented polycrystalline transparent alumina ceramics prepared by colloidal processing
3. 学会等名 42nd International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites (国際学会)
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 S. Tanaka
2. 発表標題 Micro CT observation of macroscopic pore evolution in alumina ceramics during sintering
3. 学会等名 42nd International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites (国際学会)
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 G.Okuma, S. Tanaka, F. Wakai
2. 発表標題 Distinction of stages of sintering from 3D visualization of microstructure in sintering by using X-ray microtomography
3. 学会等名 42nd International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites (国際学会)
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 S. Tanaka, T. Igata, F.Wakai
2. 発表標題 Anisotropic sintering shrinkage and microstructures of crystal-oriented alumina ceramics
3. 学会等名 6th International Symposium on Advanced Ceramics (ISAC-6) (国際学会)
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 小野 悠綺・田中 諭
2. 発表標題 配向多結晶タンタル酸ニオブ酸カリウムの作製
3. 学会等名 日本セラミックス協会秋季シンポジウム
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 馬場 翔子・田中 諭
2. 発表標題 磁場内粒子の配向時間に及ぼす磁束密度の影響
3. 学会等名 日本セラミックス協会秋季シンポジウム
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 田中 諭・永澤 嘉浩
2. 発表標題 高濃度シリカスラリー中での不均一な粒子流れの直接観察
3. 学会等名 日本セラミックス協会秋季シンポジウム
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 大熊 学・門脇 大騎・田中 諭・若井 史博
2. 発表標題 焼結段階を区別するための界面トポロジー
3. 学会等名 日本セラミックス協会秋季シンポジウム
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 井形 徹央・田中 諭・若井 史博
2. 発表標題 配向アルミナセラミックスの焼結時の異方的な微構造発達
3. 学会等名 日本セラミックス協会秋季シンポジウム
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 安田 公一・大西 宏司・小野 孝・北 英紀・高橋 学・高橋 洋佑・田中 諭・樽田 誠一・本多 沢雄・光岡 健・武藤 浩行・山本 周一・吉澤 友一
2. 発表標題 各種のセラミックス多孔体の曲げ強度分布
3. 学会等名 日本セラミックス協会秋季シンポジウム
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 田中諭、馬場翔子
2. 発表標題 磁場中配向成形におけるセラミック微粒子の配向時間
3. 学会等名 第12回日本磁気科学会年会
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 田中諭、澁谷竜明
2. 発表標題 顆粒を用いたセラミック粉体成形における密度分布
3. 学会等名 2017年度粉体工学会春期研究発表会
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 田畑雅士、田中諭
2. 発表標題 結晶配向 ( $Sr_x Ba_{1-x}$ )Nb <sub>2</sub> O <sub>6</sub> セラミックスの作製におけるSr/Ba比の影響
3. 学会等名 平成29年度日本セラミックス協会東北北海道支部研究発表会
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 井形徹央、田中諭
2. 発表標題 粒子配向アルミナセラミックスにおける異方性焼結挙動
3. 学会等名 平成29年度日本セラミックス協会東北北海道支部研究発表会
4. 発表年 2017年～2018年



1. 発表者名 本堂 剛・安田 公一・若井 史博・田中 諭
2. 発表標題 アルミナセラミックスの焼結時の粗大欠陥成長の解明
3. 学会等名 日本セラミックス協会2018年年会
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 石関 悠希・田中 諭
2. 発表標題 Eu添加結晶配向ハイドロキシアパタイトセラミックスの作製
3. 学会等名 日本セラミックス協会2018年年会
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 加川 庸一・田中 諭
2. 発表標題 マイクロ流路中を流れる高濃度スラリーの直接観察
3. 学会等名 日本セラミックス協会2018年年会
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 谷川 和樹・加茂 雄大・田中 諭
2. 発表標題 磁場中コロイド成形法によるc軸配向Ba <sub>2</sub> NaNb <sub>5</sub> O <sub>15</sub> セラミックスの作製
3. 学会等名 日本セラミックス協会2018年年会
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 馬場 翔子・田中 諭
2. 発表標題 高磁場を用いた透明配向多結晶ルビーの作製
3. 学会等名 日本セラミックス協会2018年年会
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 小野 悠綺・田中 諭
2. 発表標題 多結晶ニオブ酸タンタル酸カリウムの磁場配向におよぼす粒子径の影響
3. 学会等名 日本セラミックス協会2018年年会
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 大熊学, 門脇大騎, 田中諭, 若井史博
2. 発表標題 焼結中の微構造の 3次元可視化による焼結段階の分類
3. 学会等名 日本セラミックス協会第56回セラミックス基礎科学討論会
4. 発表年 2017年～2018年

1. 発表者名 FUMIHIRO WAKAI, Gaku Okuma, Satoshi Tanaka.
2. 発表標題 焼結プロセスにおける内部応力の起源のミクロスケール力学解析,
3. 学会等名 第37回エレクトロセラミックス研究討論会, Oct. 2017.
4. 発表年 2017年～2018年

〔図書〕 計3件

1. 著者名 田中 諭	4. 発行年 2020年
2. 出版社 技術情報協会	5. 総ページ数 総ページ487、担当10ページ
3. 書名 全固体電池の界面抵抗低減と作製プロセス 第9章第3節 セラミックスの成形焼結技術とプロセス最適化	

1. 著者名 Satoshi Tanaka	4. 発行年 2019年
2. 出版社 Springer Singapore	5. 総ページ数 総ページ233、担当30ページ
3. 書名 Materials Chemistry of Ceramics, Chapter 3 Solid State Reactions and Sintering	

1. 著者名 田中 諭	4. 発行年 2017年
2. 出版社 技術情報協会	5. 総ページ数 総ページ475、担当8ページ
3. 書名 全固体電池のイオン電導性向上技術と材料、製造プロセスの開発 第9章第2節 粉体成形セラミックスにおける製造プロセスの最適化技術	

〔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
研究分担者	本間 剛  (Honma Tsuyoshi)  (70447647)	長岡技術科学大学・工学研究科・准教授    (13102)	