

国立大学法人 横浜国立大学
地方独立行政法人 神奈川県立産業技術総合研究所(KISTEC)

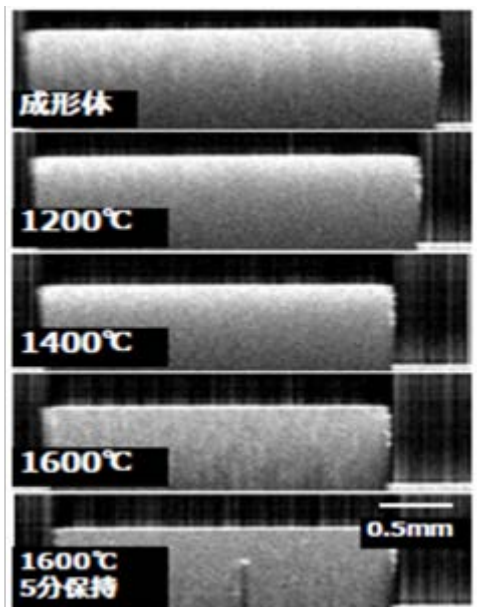
世界初！高温焼成中のセラミックスの内部構造を可視化 光コヒーレンストモグラフィー（OCT）を応用

横浜国立大学大学院環境情報研究院 多々見純一教授と（地独）神奈川県立産業技術総合研究所 高橋拓実研究員の研究グループは、光の干渉を利用した光コヒーレンストモグラフィー（OCT）を用いて、**高温で焼結中のセラミックスの内部構造の変化を世界で初めて直接観察することに成功**しました。

セラミックスの内部の不均質な構造は材料の信頼性を低下させる大きな要因となるため、その形成過程の解明と制御が強く求められています。特にセラミックスの製造プロセスのうち、焼結過程で生じる内部構造の変化については、これまでのところ、高温下で高分解能、かつ高速で直接観察する手法がなかったため、十分には理解されてきませんでした。

OCTはこれまで眼底検査など、医療の分野で発達してきた技術ですが、材料の内部構造の観察にはまだほとんど使われておりません。本研究では、独自に設計した電気炉中に試料を置き、高温下でのOCT観察を可能にしたもので、これまでブラックボックスとなっていたセラミックスの不均質構造の形成過程が視覚化できました。この技術は材料科学の分野のみならず、製造業の技術力強化にも貢献できるものと考えています。

なお本研究は、科学技術振興機構（JST）A-STEPプログラム[*]の支援を受けたもので、成果の一部は9月5日から始まる日本セラミックス協会秋季シンポジウムで発表されます。



焼成中の OCT 断面画像

0.1 μ m 径の酸化アルミニウム（アルミナ）の焼結過程を試料表面からレーザー光をスキャンすることで得た断面画像。昇温に伴い成形体全体が収縮していた。1500 $^{\circ}$ Cまでは比較的均質な内部構造を示したが、1600 $^{\circ}$ Cではコントラストの異なる100~200 μ m程度の島状の領域が現れた。さらにこの温度に保持すると、時間の経過とともに、不均質領域が観察された。これは成長した気孔によるものと考えられる。

本件に関するお問い合わせ先

横浜国立大学 産学官連携推進部門 早川 正俊

電話 045-339-4447 FAX 045-339-4387 Mail hayakawa-masatoshi-yn@ynu.ac.jp

神奈川県立産業技術総合研究所 研究開発部 前川 真喜子 小林 文子

電話 044-819-2034 FAX 044-819-2026 Mail res@newkast.or.jp

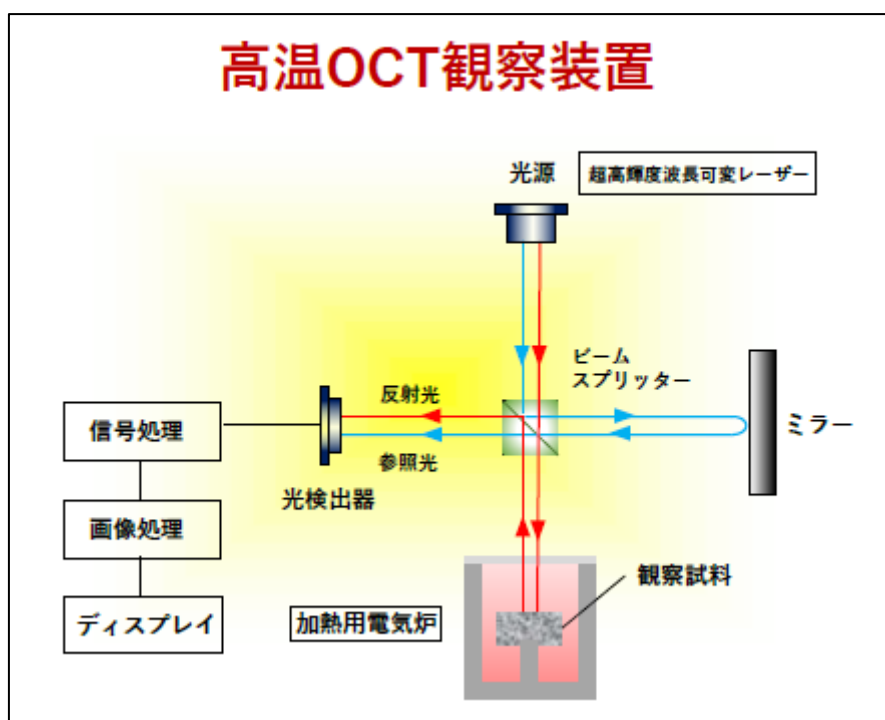
世界初！高温焼成中のセラミックスの内部の可視化に成功

光コヒーレンストモグラフィー（OCT）を応用

【本研究の背景】

セラミックスは原料粉体から出発し、混合、成形、焼成などのプロセスを経て製品になりますが、その粒子の集合状態は原料から焼結体に至るまでに大きく変化します。特に材料内部の不均質性については、製品の信頼性にも深く関係することから、材料研究者だけでなく、製造者やユーザーからも強く関心が持たれています。これまでも材料の内部構造の観察手法については、X線CTをはじめ、様々な方法が検討されてきましたが、非破壊・高深度、高分解能・高速度などの全ての条件を満たす観察手法は見いだされていませんでした。特にセラミックスを製造する際の高温下での焼結過程では、原材料の形態や構造が大きく変化するにもかかわらず、内部の状態をリアルタイムで観察する手段はこれまでありませんでした。本研究は、このような状況に対して一つの解決策を提供するもので、従来ブラックボックスとされていたプロセスを、科学的に解明するための情報を得る目的で行なったものです。

【本技術の概要】



光は波の性質をもっており、同じ波長の2つの光を観察するとき、波の山と山が重なれば明るく、山と谷が重なれば暗くなる、干渉という現象を示します。OCTはこの光の干渉を利用した測定技術で、これまでにいくつかの方式が開発されていますが、本研究では高速画像取得に適しているSS(Swept Source)-OCTという方式を採用しています。

図は本研究に用いた装置を模式的に示したもので、光源には連続的に波長が変化する波長可変レーザーを用います。光源から出た光はビームスプリッター（分離器）に入り、一部は試料に、一部はミラーへと向かいます。試料に入った光は内部に周囲と屈折率の異なる、例えば空隙などがあれば、そこで反射され、反射光となってビームスプリッターに戻ります。試料からの反射光とミラーからの反射光（参照光）はビームスプリッターで重なり、光の強弱を電気信号に変換する光検出器に入ります。光検出器には様々な波長の光が入りますが、試料表面から深い位置から反射される光ほど波長が短くなるという光の性質から、干渉を起こした波長とその時の光の強度を知ること、深さ方向の情報を得ることができます。また、試料への入射光の位置を順次移動させながら測定を行えば、その軌跡に沿った断面構造を反映した画像が得られます。

本研究では、試料を電気炉内に置き、試料を高温に加熱しながら測定を行います。高温下では試料からの発光もありますが、こちらの光は波長も、光の山と谷の関係（位相）もレーザー光と違い一定ではないため、干渉を利用する OCT の観察結果に影響を与えることはありません。

【従来技術との比較】

材料の表面および内部を観察する主な技術を下表にまとめました。このうち内部の構造を観察する手段としては X 線 CT と超音波 CT とがあります。X 線 CT は物質の X 線吸収係数の差を画像化する内部構造の観察法で、材料中の金属異物や粗大気孔などの検出に利用されます。しかし、密度差の小さな物質を見分けることは困難で、また観察速度と分解能とがトレードオフの関係にあるため、構造変化のリアルタイムな観察には不向きと言えます。超音波断層法は音響インピーダンスの差異を画像化する装置ですが、分解能は 100 μm 程度と大きく、材料特性を支配する不均質な構造の検出には分解能の点で限界があります。

電子顕微鏡を利用し、FIB（収束イオンビーム装置）などと組み合わせて 3 次元構造を得る高分解能の観察手段もありますが、基本的には破壊試験になってしまいます。

また光を利用した内部構造観察法として、透過光を利用した光学顕微鏡法や共焦点レーザー顕微鏡法がありますが、不透明な材料の観察には試料を薄片化することが必要で、材料の内部構造を表面から手を加えることなく観察するには限界があります。さらに、高温では試料からの発光により観察が大きく制限されます。以上の点から、OCT は内部構造の観察に対して最もバランスの取れた手法だと考えられます。

従来技術との比較						
手法	3D	非破壊	深さ	速度	分解能	価格
光学顕微鏡	×	×	×	ビデオレート○	数μm ○	○
共焦点顕微鏡	○	○	×	数min△	数μm ○	○
X線CT	○	○	○	数十min~10h×	数μm ○	×
超音波CT	○	○	○	ビデオレート○	約100μm ×	○
FIB-SEM	○	×	×	破壊観察×	<1μm ○	×
OCT	○	○	○	ビデオレート○	数μm ○	○

【今後の展開】

OCT 法は3次元、高分解能、非破壊、リアルタイム性など従来手法ではカバーできない数々の特徴があります。

今後は材料科学の立場からも製造技術の立場からも要望の強い、深さ方向の観察可能領域の拡大を目指します。そのためにはより長波長、より高出力の波長可変レーザーが必要になりますが、積極的に新技術を取り込みます。また観察される画像をより鮮明にするためには、ハードウェアだけでなく、画像信号の数理的解析技術の高度化も必要で、共同研究等を通じてこの分野にも注力するつもりです。さらに本技術はセラミックスだけでなく、プラスチック等にも適用できるため、さらなる用途拡大が期待されます。

【研究者からのメッセージ】

3次元、非破壊、高分解能、深部計測、高温下、リアルタイム性など、他の手法では容易に実現できない、ユニークな観察手法と考えています。共同研究先の KISTEC との連携も深め、産業界への普及を目指し、日本のモノ作り力強化に貢献したいと考えています。

*本成果は、以下の事業・研究課題によって得られました。

国立研究開発法人科学技術振興機構（JST）

研究成果展開事業 研究成果最適展開支援プログラム(A-STEP)産業ニーズ対応タイプ

□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

（プログラムオフィサー：目 義雄 物質・材料研究機構 特命研究員）

□研究課題：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：多々見 純一（横浜国立大学 大学院環境情報研究院 教授）

□研究期間：平成 28 年 12 月～平成 33 年 3 月（予定）