

事後評価

導電性を持つ次世代型多機能セラミックスの開発
(産業技術センター)

令和5年度 ■目的設定 ■中間評価 ■事後評価

機関名	産業技術センター	課題コード	R020903	事業年度	R2年度～R4年度					
課題名	導電性を持つ次世代型多機能セラミックスの開発									
機関長名	斉藤 耕治	担当(班)名	機能性材料・デバイスグループ							
連絡先	018-862-3414	担当者名	関根 崇							
戦略	01_産業・雇用戦略									
目指す姿	02_地域資源を生かした成長産業の発展									
施策の方向性	01_輸送機関連産業の振興									
種別	研究	○	開発		試験		調査		その他	
	県単	○	国補		共同		受託		その他	
評価対象課題の内容										
<p>1 課題設定の背景（問題の所在、市場・ニーズの状況等）</p> <p>近年、自動車や航空機のエンジン部品等へ用いられる材料として、耐熱性や耐食性に優れ、軽量、高強度等の特徴を持つ耐熱合金が注目されているが、これらは従来用いられている超硬合金による切削加工が非常に難しい。Si₃N₄、AlN、SiC等の材料は高温強度に優れており、耐熱合金の加工用工具材料として高い関心を集めている。しかし、これらの材料自体も切削加工による加工が困難である。Si₃N₄、AlN、SiC等は絶縁性のために半導体基板等に用いられるが、絶縁材料であるため放電加工ができない。このことにより、構造材料として用いる場合には、形状の制限や生産コストが高い等の課題がある。また、超硬合金に比べて機械的性質に劣る。これらの材料は高熱伝導率、高温強度や耐食性に優れているため、導電性を付与し、機械的性質を向上させることで、さらなる用途の拡大が期待できる。</p>										
<p>2 研究の目的・概要</p> <p>本研究では、絶縁材料であるSi₃N₄、AlN、SiC等が持つ優れた熱伝導性、耐摩耗性、高温強度等の特性を維持し、導電性を付与した新たな複合セラミックスの開発を目的とする。Si₃N₄、AlN、SiC等は、単体では難焼結性であるため緻密な焼結が難しく、酸化物を添加して作製されているが、本研究では、導電性を有する炭化物等の原料の添加による緻密化を図り、これまでにない新たなセラミックスを作製する。従来のセラミックスは加工性が悪く切削加工が非常に難しい。さらに、絶縁性のために加工が困難である。このようなセラミックスに対して導電性を付与することにより、放電加工が可能になり、形状の自由度が拡がり、生産コストの低減等が期待できる。また、従来のセラミックスは機械的性質も低く構造材料への応用が難しいが、複合化により強度に優れたセラミックスを開発することで、用途を拡大できる。本研究では、熱伝導性に優れた絶縁性のセラミック材料に対して、導電性の付与、及び機械的性質を向上させた次世代型多機能セラミックスを開発し、新たな工具や構造材料への応用を目指す。</p>										
<p>3 最終到達目標</p> <p>[研究の最終到達目標]</p> <p>熱伝導率、耐熱性、耐食性に優れたSi₃N₄、AlN、SiCをベースとし、導電性を付与し、機械的性質に優れた緻密な焼結体の作製指針を確立し、新たな複合セラミックスを開発する。複合組成による焼結体の導電性の付与、機械的性質の制御技術を確立し、輸送機器産業や機械産業における構造材料としての実用化を目指す。</p> <p>[研究成果の受益対象（対象者数を含む）及び受益者への貢献度]</p> <p>輸送用機器、機械部品関連企業へ技術移転し、県内企業の新製品開発及び新たな市場拡大に貢献する。</p>										
<p>4 全体計画及び財源</p> <p>別紙「研究の全体計画及び実績」参照</p>										

■ 目的設定

5 外部有識者等の主な意見及び対応方針	
(1) 必要性	<p>【外部有識者等の主な意見】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・本研究は導電性を付与したセラミックス材料を開発することを目的とし、これによって放電加工等による可能性に優れたセラミックスが実現されると、精密加工が要求される自動車、航空機等の輸送機器のエンジン部品材料の高機能化が実現でき、また電気的性質を制御したセンサ材料等の新たな用途を持つ複合セラミックスに適用可能となるなど幅広い用途拡大が期待できる。県内の電子部品メーカーでの技術展開が期待されるほか、全国規模の技術展開も期待できる。 ・導電材料を混ぜる事によって、本来のセラミックスの材料特性を維持できるかがキーポイントとなる。そのために混合する材料に目処があるのかが、達成可能性を左右する。また、材料を均一に混合できるかどうか成功を左右する。目標とする抵抗率から、結構ハードルは高いと考えられるので、達成出来れば相当なインパクトとなるので、是非とも成功させて欲しい。
(2) 有効性	<p>【外部有識者等の主な意見】</p> <p>導電性セラミックスの開発については、電気抵抗率 $1 \times 10^{-3} \Omega \text{ cm}$ 以下で耐熱温度 $500 \text{ }^\circ\text{C}$ 以上という目標が明確になっており、これによって秋田県発の新たなセラミックスを創出し、輸送機産業や電子部品、機械産業等の県内企業の新製品開発に貢献するとしているが、電気抵抗率と耐熱温度の根拠が明確でない部分があると思う。幅広いパラメータで研究し、ニーズに合わせた条件に合わせこむというアプローチも有効かと思われる。問題点としては、製造方法が通電焼結に限定しているように見受けられ、県内企業において技術展開するには設備の導入がコスト的障壁となる可能性があると思われる。</p> <p>【対応方針】</p> <p>輸送機、機械、電子部品等の産業ニーズに合わせて研究を進め、県内企業への技術展開を視野に入れた開発を進める。製造の点については、通電焼結の経験がある企業もあり、さらには、焼結条件の展開のために焼結温度や焼結に適した組成等を見極めながら進めることから、問題はないと考える。また、電気的特性を新たに付与することで、幅広い分野への応用という観点からも開発を進め、県内企業の新規事業拡大を図っていく。</p>
(3) 技術的達成可能性	<p>【外部有識者等の主な意見】</p> <p>これまでの研究成果を踏まえ、今までの焼結技術との比較や具体的な目標、評価技術に関することを加えると良いと思う。例えば、緻密さについて、これまでの焼結品との比較した評価の指標となる数値やその評価方法、導電性、耐熱性についてもこれまでの焼結品の導電率、耐熱温度に対して、目標を達成できる具体的な解決手段を加えると技術の達成プロセスが明確になってくると思う。研究の進捗とともに、機械加工技術やセンサ材料等、電子部品用材料となる物性が得られる複合化技術と、その評価技術を確立することに期待する。</p> <p>【対応方針】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・企業への技術展開を視野に入れた作製技術、解析技術、評価技術を検討し、材料開発を進めていく。 ・これまでの研究で得られた特性や市場のデータ等と比較し、新たな材料の複合化による組織学的制御や焼結条件の調整により新たなセラミックスの作製を進める。 ・本研究で扱う材料 (Si_3N_4、AlN、SiC 等) は焼結が困難な材料であり、複合組成から求めた理論密度との相対密度が 100% となるように、最適な複合条件を見出す。
(4) その他	<p>【外部有識者等の主な意見】</p> <p>【対応方針】</p>

■事後評価

1 1 最終到達目標の達成度（別紙も参照）	
研究機関記入	<p>本研究では、熱伝導率や耐熱性に優れた窒化アルミニウム（AlN）をベースとした、新たなAlN複合セラミックスを開発した。AlNは耐摩耗部材や機械部品、工具材料としての活用が期待されるが、焼結が難しく機械的性質が低い等の欠点があるため応用されていない。また、絶縁性のために放電加工ができず、形状の制約や加工コストが高くなる等の課題がある。これを解決するために、優れた機械的性質や導電性を持つ炭化タングステン（WC）をAlNに添加した、AlN-WC複合セラミックスを合成した。AlNにWCを添加することで、機械的性質の低下を招く焼結助剤の添加をせずに、緻密に焼結することに成功した。また、従来のAlNセラミックスに比べ、約2倍となる高い硬さ及び破壊靱性値となり、ヤング率も1.5倍向上した。さらに、WCとの複合化で目標とする導電性が付与され、放電加工可能な新たな複合セラミックスを創出することができた。</p> <p>上述の優れた機能を有する新たな焼結材料開発に付随して、焼結技術や、材料の機械的性質、電気的性質、熱伝導性等の評価技術を取得した。</p>
内部評価委員評価理由	<p>○ a ● b ○ c</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ AlNにWCを添加することで従来のAlN導電性を有し、機械的性質も向上した新材料を開発できたことは、目標を十分に達成できたと考えられる。また、これらの材料開発にて得られた焼結技術及び機械的・電気的・熱伝導性評価技術の確立したことは、今後の研究及び企業支援に役立つものと期待できる。 ・ 導電性の付与、機械的特性の向上という当初の目標は一応達成されており、一定の達成度に到達したものと考えられる。ただし、ここは根源的な問題ではあるが、やはり熱伝導率の低下が避けられていないため、達成度が充分とはいえない。 <p>a : 十分達成できた b : ほぼ達成できた c : 達成できなかった</p>
1 2 研究成果	
[効果の分類]	<input type="checkbox"/> 解析データ、指針、マニュアル等 <input checked="" type="checkbox"/> 新技術 <input type="checkbox"/> 新品種 <input type="checkbox"/> ステップアップにおける中間成果 <input type="checkbox"/> 新製品 <input type="checkbox"/> その他
[研究成果及び受益者に対する効果]	
研究機関記入	<p>近年、自動車や航空機等のエンジン部材には耐熱合金が多く用いられるが、加工が非常に難しく、高速で高精度な加工のためには、耐熱性や高い強度を持つ工具材料が求められる。また、このような工具材料は、その優れた性質から耐摩耗部材や機械部品等への応用も期待される。本研究で開発した複合セラミックスは、これらの優れた機械的性質を有しており、これまでにない導電性を持つため、セラミックスの課題としてあった放電加工ができないといった、加工性の問題も改善した新たな材料である。これらは工具材料だけでなく、摺動部品や金型等の耐摩耗部材や機械部品への応用も期待でき、輸送機、機械加工、セラミックス部品、電子部品等の幅広い県内産業の競争力強化に貢献できる。</p> <p>また、研究に関連した材料の作製技術（焼結、原料調整等）や、加工技術（研削研磨、熱処理等）、評価技術（機械的性質、組織観察、電気的性質、成分分析等）は秋田県内企業の新製品開発や試作に幅広く活用することができ、今後も県内企業に技術移転可能である。</p> <p>本研究で得られた成果については、論文1件、学会発表5件を実施し、さらには研究会活動を通して技術展開を進めている。</p>
内部評価委員評価理由	<p>○ a ● b ○ c</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 開発したセラミックスは、機械的性質、熱的性質、化学的性質に優れ、さらに導電性が付与されたことにより、従来は困難であった放電加工が可能となり、機械部品、摺動部品、金型等への利用が想定される。展開企業の開拓が不可欠であるが、輸送機、機械加工、セラミックス部品、電子部品等をはじめとする県内企業への技術移転により、企業の新規分野への参入、新製品開発、コストダウン等への貢献が期待される。 ・ 本研究で開発したAlN-WC材料を県内企業等に研究会活動などを通して認知してもらい、県内の輸送機、機械加工、セラミックス部品、電子部品等企業の競争力強化を期待したい。また、この研究にて得られた焼結技術や加工技術及び評価技術の知見は、県内企業への技術支援への効果は大きいと考えられるため、早期に取組んでもらいたい。 ・ 導電性を持つセラミックス材料の実現は画期的であるが、現状では通電加熱焼結法による検証結果となっている。適用分野と要求性能を明確にすることで、他の製造法への展開を図り、研究成果である複合セラミックス材料の幅広い製品展開を推進していただきたい。 <p>a : 効果大 b : 効果中 c : 効果小</p>

1 3 その他委員からの意見等

- ・ 応用先も求められる性能も自ら想定によるものなので、研究の価値を客観的に評価し難い。応用先を明確にして、応用先と共に研究開発を進めること。

1 4 総合評価結果

	評価	点数
目標達成度	b	2
効果	b	2
合計点		4

総合評価	B
------	---

(参考) 過去の間接評価 結果	R 3 年度	年度	年度	年度
	B			

機関名	産業技術センター	課題コード	R020903	事業年度	R2年度～R4年度
課題名	導電性を持つ次世代型多機能セラミックスの開発				

全体計画及び財源（全体計画において ≡≡ 計画、—— 実績）								
実施内容	最終到達目標	R2 年度	R3 年度	R4 年度	年度	年度	各年度到達目標	進捗の到達状況
緻密な導電性セラミックスの開発	Si ₃ N ₄ 、AlN、SiC等の絶縁材料をベースとした導電性複合セラミックスの開発	≡≡	≡≡	——				AlNに対して、硬質炭化物(WC、TiC、SiC)、酸化物Y ₂ O ₃ を添加した複合セラミックスを作製した。放電プラズマ焼結装置を用いて焼結することで、AlN-(5～50 mol%)WCで緻密な焼結体が得られた。
導電性・機械的性質の評価および制御技術確立	配合組成、焼結条件により導電性や機械的性質の制御技術を確立	≡≡	——	——				AlNにWCを添加することにより導電性が付与され、AlN-(20～50 mol%)WCで抵抗率が1×10 ⁻³ Ω cm以下となった。また、WC添加および、添加量の調整により高い機械的性質を持つ緻密なAlN-WCセラミックスを得ることができた。
加工性の評価・解析	放電加工による加工性の評価および構造部材試作		≡≡	≡≡				各種添加物(WC、SiC、Y ₂ O ₃)を含むAlNセラミックスの放電加工試験を実施した。AlN-WCセラミックスにおいて、放電加工が可能であった。
企業への展開	県内企業への展開と実用化	≡≡	≡≡	≡≡				研究会活動や企業支援を通して本研究成果を紹介し、県内企業展開を進めている。また、研究により得られた材料作製技術や評価技術を活用し、県内企業の新製品開発、品質改善等の技術支援を実施した。
							合計	
計画額又は当初予算額(千円)		3,257	2,870	2,838			8,965	
財源内訳	一般財源	3,257	2,870	2,838			8,965	
	国費							
	その他							

導電性を持つ次世代型多機能セラミックスの開発（産業技術センター、R2～R4）

絶縁性のセラミック材料に対して導電性を付与し、機械的性質や熱伝導率に優れた次世代型多機能セラミックスを開発し、輸送機器や電子部品等の産業分野において新たな特性を持つセラミックスの創出を目指す。

【従来のセラミックス】

AIN Si₃N₄ SiC

- 【特徴】
- ・ 絶縁性
 - ・ 優れた耐熱性
 - ・ 高熱伝導率
 - ・ 半導体基板材料、放熱部材に応用

【課題】

- ・ 難焼結材料
- ・ 機械的性質（硬さ、強度等）が低い
- ・ 加工が困難（絶縁性のため放電加工不可）

複合化

硬質・高強度炭化物

WC TiC TaC

【特徴】

- ・ 優れた機械的性質
- ・ 導電性

新たな複合セラミックス材料

- ・ 高熱伝導率
- ・ 優れた硬さ，破壊靱性値，強度，耐摩耗性等
- ・ 易加工性（放電加工可）

【結果概要】

Fig. 1 AlNセラミックスの硬さ

Fig. 2 AlNセラミックスの破壊靱性値

Fig. 3 AlN-30 mol% WCの放電加工試験サンプル

【研究成果の受益対象及び受益者への貢献度】

- ・ 輸送機器、機械部品、電子部品等の産業分野において、県内企業の新たな市場拡大が期待できる。

導電性を持つ次世代型多機能 セラミックスの開発

秋田県産業技術センター
先端機能素子開発部
機能性材料デバイスグループ
関根 崇

●自動車，航空機等の輸送機器のエンジン部品材料の高機能化

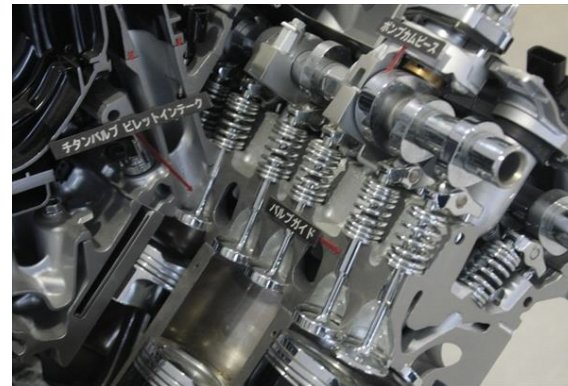
⇒耐熱合金（ニッケル基，チタン基，コバルト基）

- ・耐熱性、耐食性に優れる
- ・軽量
- ・高強度

（耐熱合金使用製品）



エンジン部品



自動車エンジンバルブ

難削材

耐熱性や高温強度に優れているが、切削加工が困難。

耐熱合金（難削材）

加工



セラミックス工具

耐熱合金の加工 ⇒ セラミックス工具

- ・ Si_3N_4 、 AlN 、 SiC 等の複合材料
- ・ 高温強度に優れている
- ・ 従来の超硬合金工具に比べて高温での摩耗や折損が少ない

【課題】

セラミックス自身の加工が困難

【課題】

セラミックス自身の加工が困難で形状が制限される

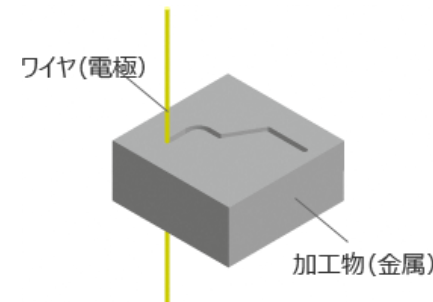
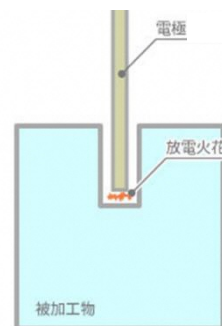
切削加工（切る・削る等）不可



放電加工

放電加工とは...

加工対象物と放電電極との間の放電現象によって発生する熱を利用し、加工対象を溶かして加工する方法。溶けた部分は加工液で冷やされ、飛散し、除去される。



**※セラミックスは絶縁材料（非導電性）であるため
放電加工ができない...**

導電性を付与することで、放電加工が可能になる

⇒加工性に優れたセラミックス

従来のセラミックス

AlN

Si₃N₄

SiC

- ・ 放熱部材
- ・ 耐熱材料
- ・ 耐摩耗材料など

- ・ 熱伝導率や高温強度に優れる
- ・ 耐熱性、耐食性、耐摩耗性
- ・ 高温構造材料への応用が期待される

【課題】

- ・ 加工が困難（絶縁性のため放電加工不可）
- ・ 焼結が難しい
- ・ 機械的性質（硬さ、強度等）が低い

複合化

硬質・高強度炭化物

WC

TiC

TaC

- 【特徴】
- ・ 優れた機械的性質
 - ・ 導電性

新たな複合セラミックス材料

- ・ **導電性**
- ・ 優れた機械的性質（硬さ、強度等）



工具、金型、ノズル、耐摩耗部品、etc...

セラミックスの作製方法



焼結

粉末を成形した圧粉体を高温で焼き固める方法。
粉末粒子同士が結合し、固化（緻密化）する。



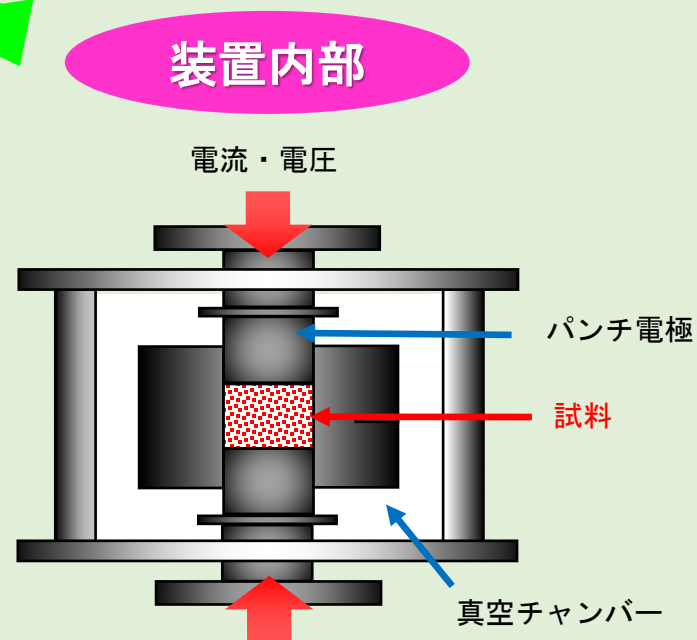
●通電加圧焼結技術



＜通電加圧焼結装置＞

- ・ 焼結時間が短い
- ・ 操作が簡単
- ・ 難焼結材料の緻密化

●粉末の複合化技術



【材料作製】



出発原料



原料外観



原料の混合 (ボールミル)



蒸留



乾燥



混合粉末



混合粉末の焼結
(通電加圧焼結装置)



焼結体



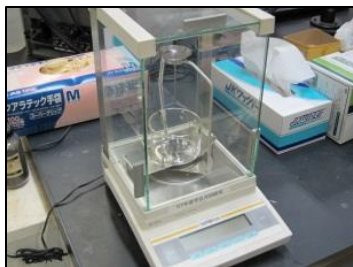
焼結体の研削
(平面研削盤)



焼結体の研磨
(研磨装置)

【材料評価】

アルキメデス法



密度測定

XRD



結晶相評価

超音波パルス法



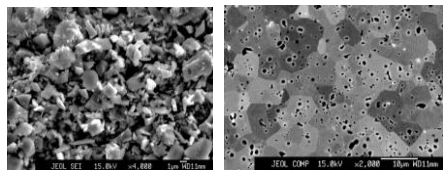
ヤング率測定

レーザーフラッシュ法



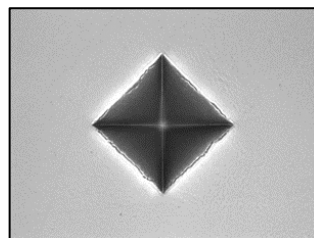
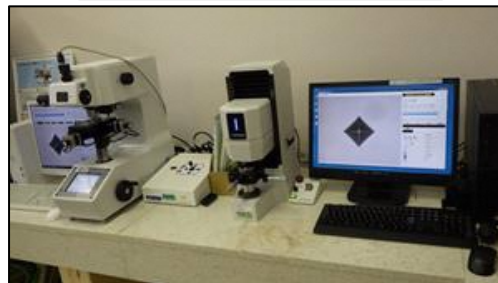
熱伝導率測定

EPMA



微構造観察・分析

ビッカース硬さ



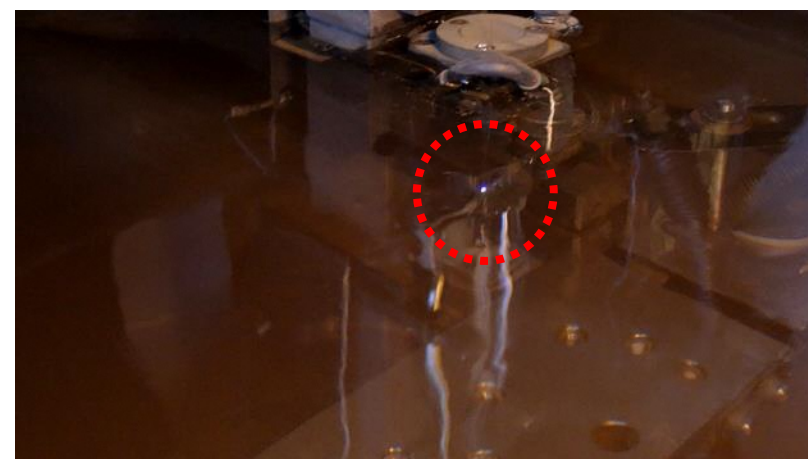
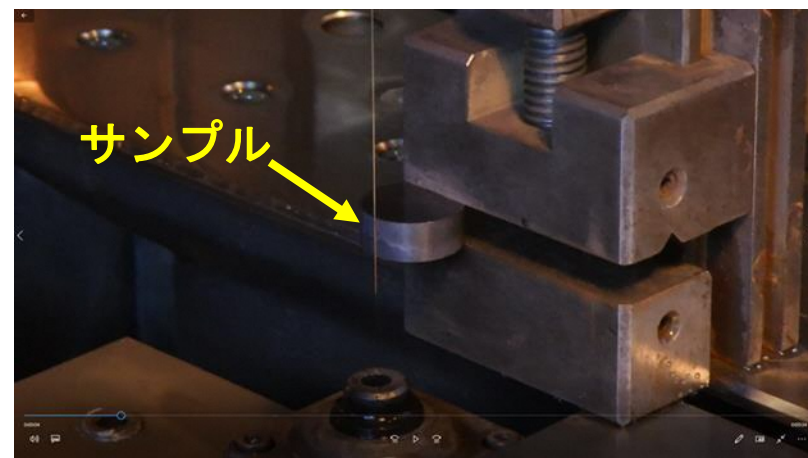
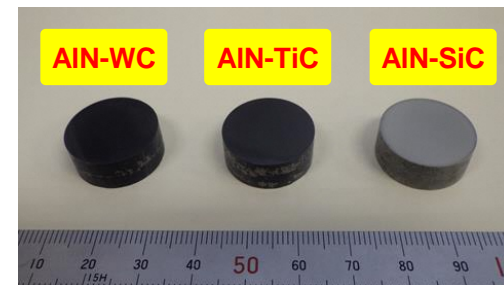
硬さ・靱性測定

放電加工



●実施内容

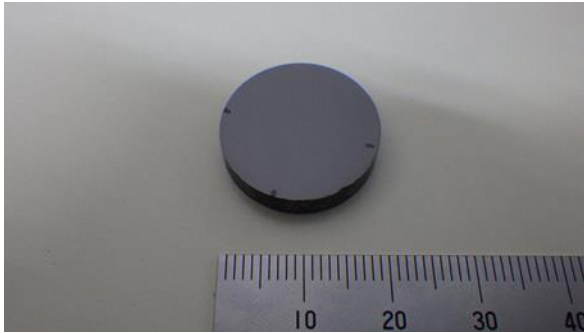
- ・ AlNに対して、WC、TiC、SiCをそれぞれ複合化し、焼結。
- ・ 3試料について放電加工試験を実施。



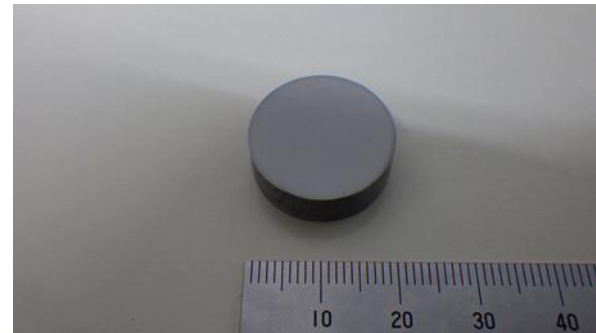
放電加工機（ソディック，AQ360L）

試験状況

× AIN-TiC



× AIN-SiC



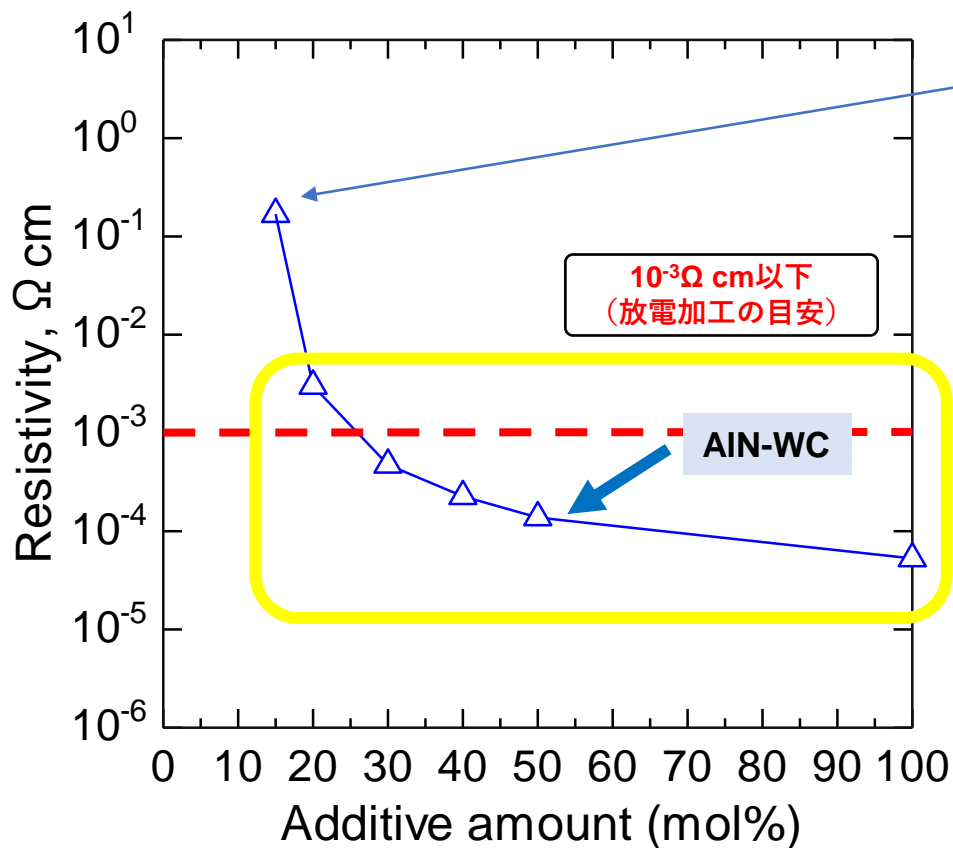
○ AIN-WC



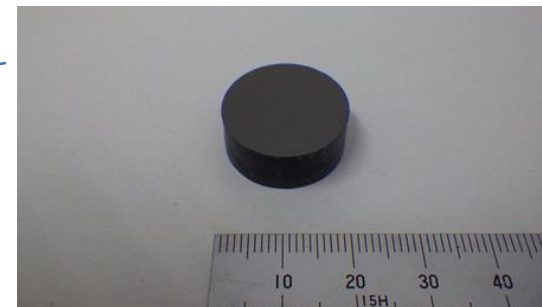
組成	放電加工可否
AIN-TiC	× 不可
AIN-SiC	× 不可
AIN-WC	○ 可

・ AIN-WCセラミックスのみ放電加工ができた。

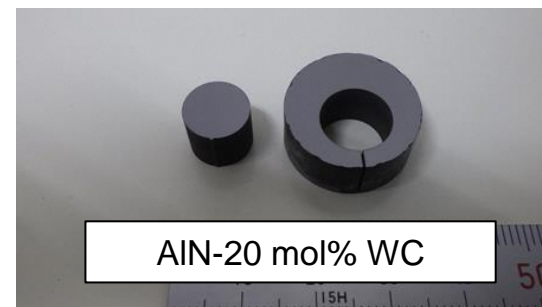
体積抵抗率



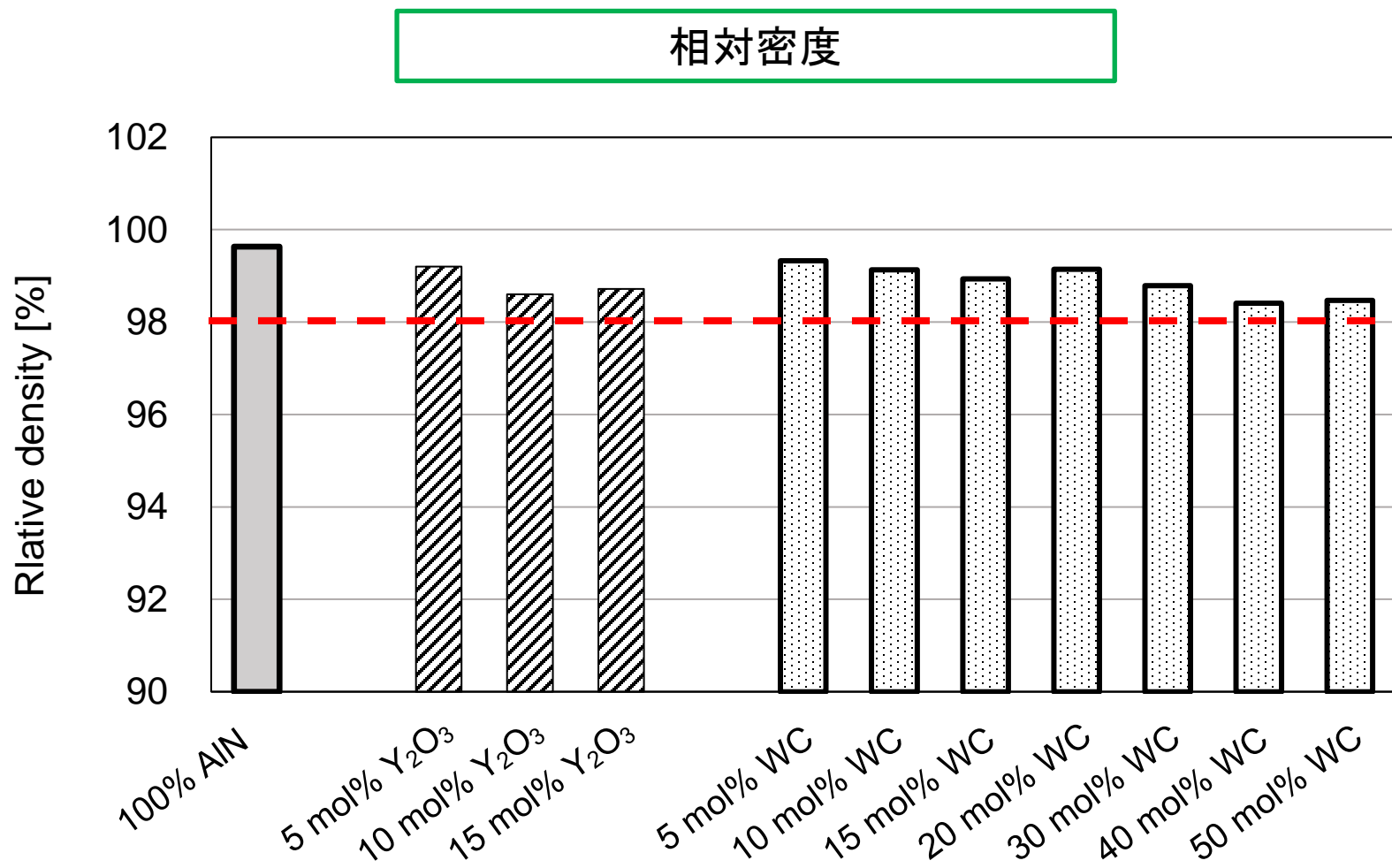
× AlN- 5~15 mol% WC
(抵抗率 : $1.7 \times 10^{-1} \Omega$ cm)



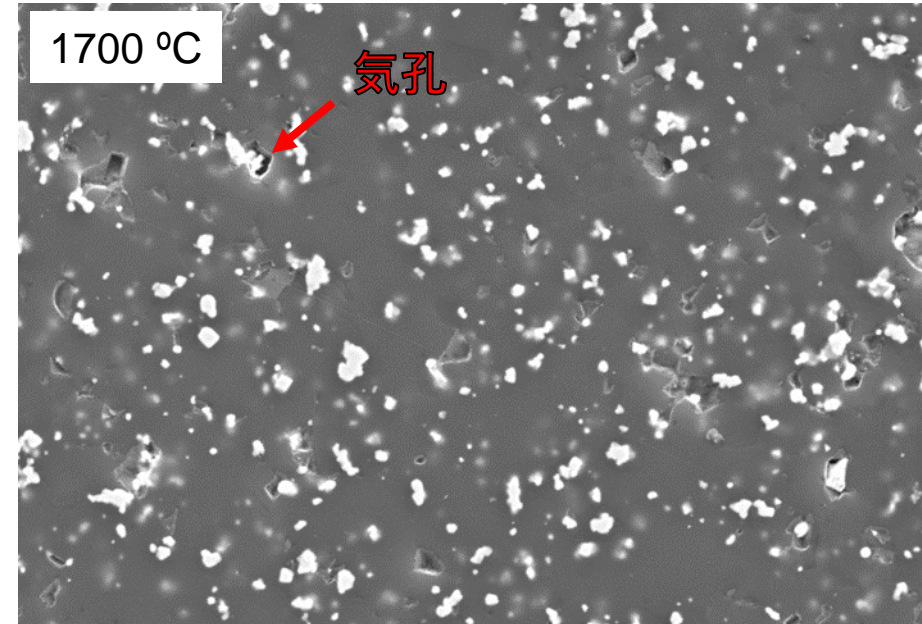
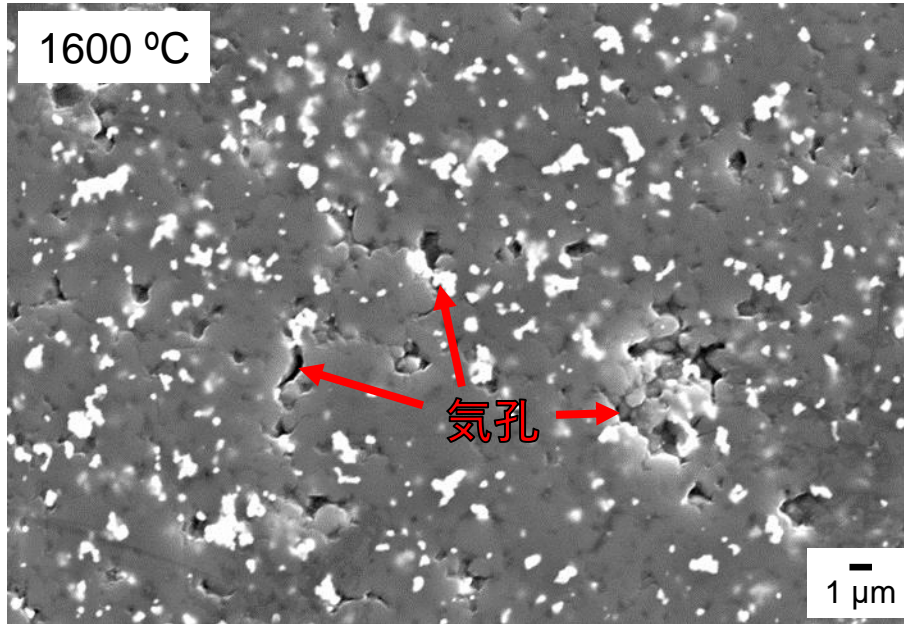
○ AlN- 20~50 mol% WC
放電加工可
(抵抗率 : $10^{-3} \Omega$ cm以下)



- ・ 20 mol%以上のWC添加で、放電加工ができた。
- ・ 体積抵抗率が $5 \times 10^{-3} \Omega$ cm以下で放電加工ができた。

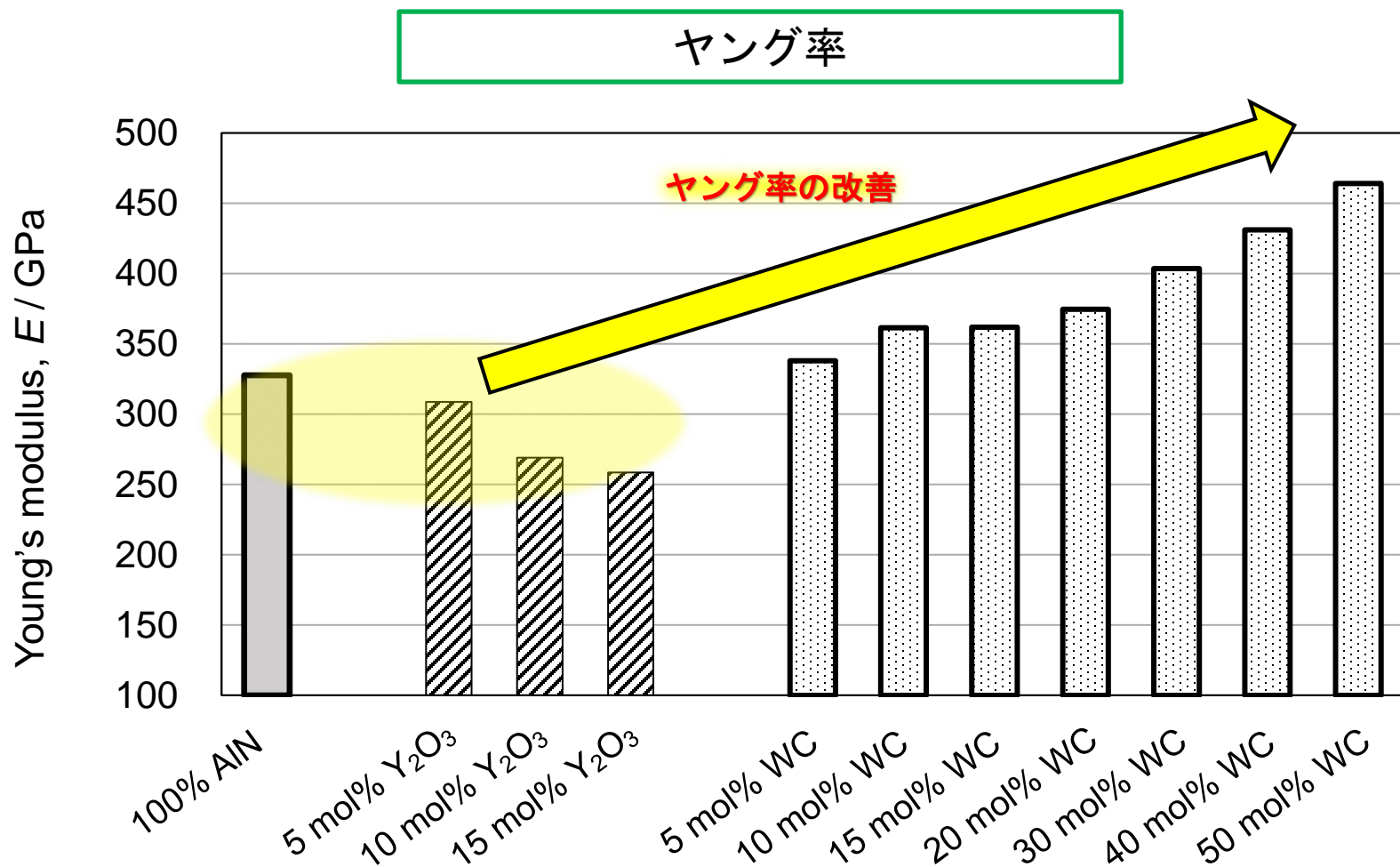


- ・ 全ての試料で相対密度98%以上となり、緻密に焼結することができた。

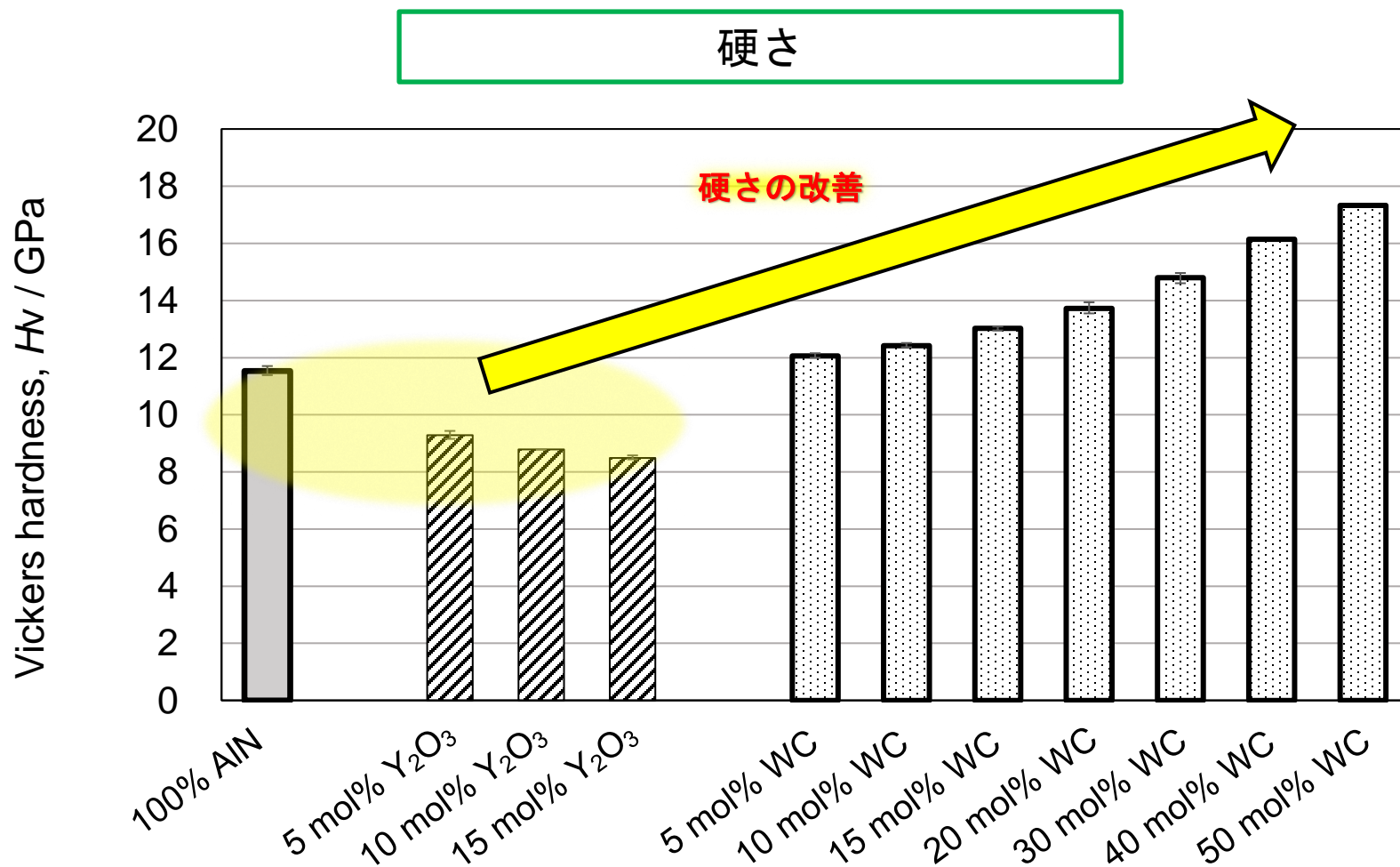


電子顕微鏡を用いたAlN-5 mol% WCの組織観察写真.
(温度の異なる試料)

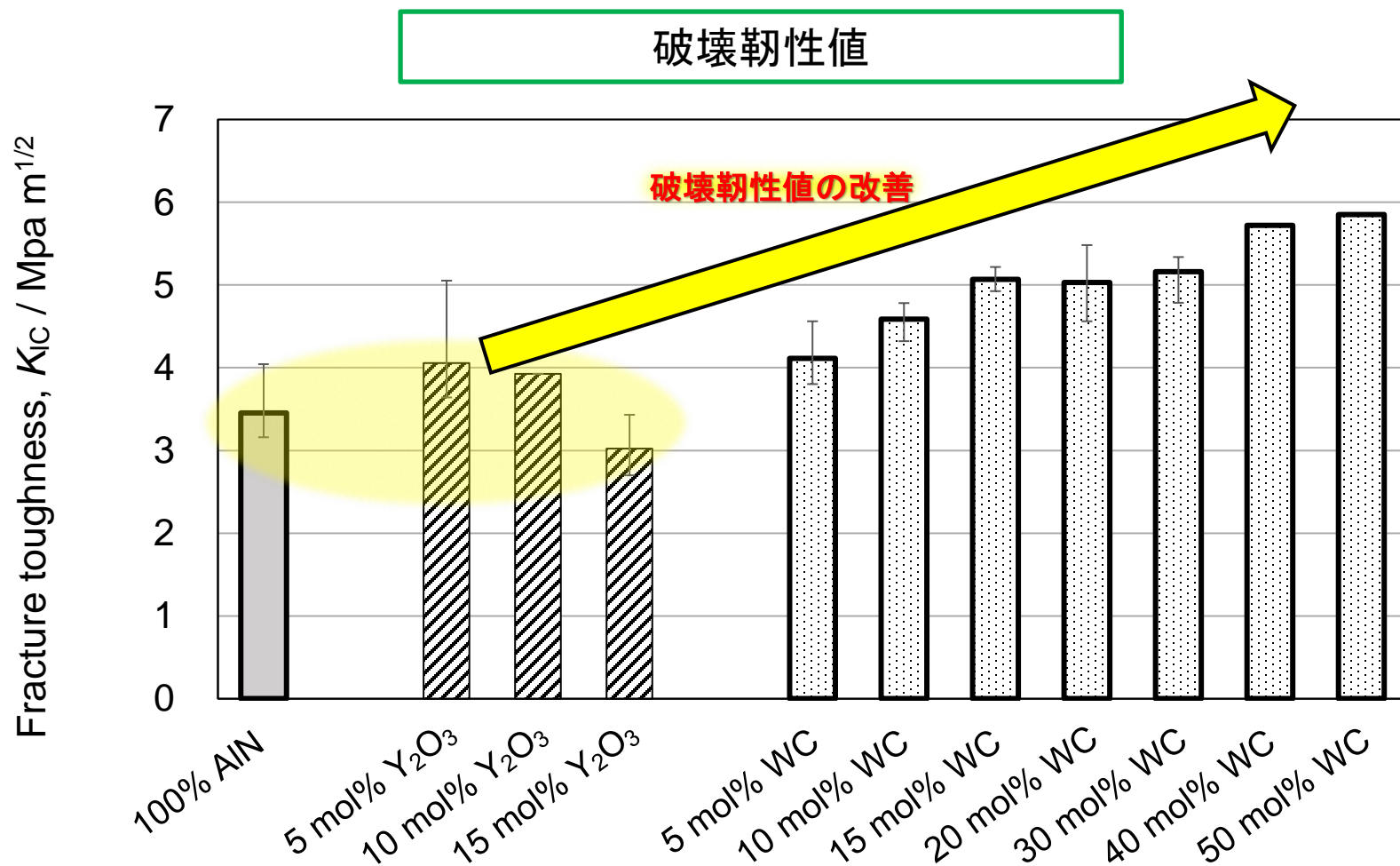
- ・ 電子顕微鏡による組織観察で、焼結状態を確認。
- ・ 同じ組成でも焼結温度が下がると焼結できていない（焼結し難い）ことを確認



- ・ ヤング率は、WCを添加することで大きく増加し、最大で約470 GPaとなった。



- ・ 硬さは、WCを添加することで大きく増加し、最大で約17 GPaとなった。



- ・ 破壊靱性値は、WCを添加することで大きく増加し、最大で約6 $\text{MPa m}^{1/2}$ となった。

- ・従来のセラミックスの窒化アルミニウム（AlN）に対し、優れた機械的性質や導電性を持つ炭化タングステン（WC）を添加した、AlN-WC複合セラミックスを合成し緻密化に成功した。
- ・WCとの複合化で目標とする導電性が付与され、放電加工可能な新たなAlN複合セラミックスを開発した。
- ・従来のAlNセラミックスに比べ、AlN-WC複合セラミックスは機械的性質が大幅に向上した。（硬さが約2倍、破壊靱性値・ヤング率が1.5倍に改善）
- ・本研究で開発した複合セラミックスは、セラミックスの課題としてあった放電加工ができないといった加工性の問題も改善した新たな材料である。工具材料、摺動部品や耐摩耗部材への応用が期待でき、輸送機、機械加工、セラミックス部品、電子部品等の幅広い県内産業の競争力強化に貢献できる。
- ・材料の作製技術（焼結、原料調整等）や、加工技術（研削研磨、熱処理等）、評価技術（機械的性質、組織観察、電気的性質、成分分析等）は秋田県内企業の新製品開発や試作に幅広く活用できる。