

報告番号	甲 第 13608 号
------	-------------

## 主 論 文 の 要 旨

論文題目      テラヘルツ波のセラミックス分野における  
産業応用に関する研究  
(A study on industrial application of  
terahertz wave in the ceramic fields)

氏 名          新島 聖治

## 論 文 内 容 の 要 旨

セラミックスは、天然原料や人工原料を混合・成形し、高温反応を利用して製造される非金属無機固体材料である。粘土や長石などの天然原料を用いて製造される陶磁器、耐火物などの伝統的セラミックスと、高度に精製または合成された人工原料を用い、精密に制御された製法により得られるファインセラミックスがある。セラミックスは、半導体、自動車、航空宇宙、情報通信、医療など様々な分野で利用され、我々の生活を支える材料のひとつである。それゆえ、必要とされる特性・品質も多様化し、その評価方法もまた極めて多岐にわたる。さらに製造現場では、打音や目視による欠陥検査も有効な品質評価方法であり、熟練技術者の知識、経験、勘に依るところが大きい。

現在、セラミックスなどのものづくり製造現場では、プロセスの効率化・最適化、製品の品質向上を図るため、IoT・AI化が推進されている。このことにより、あらゆるモノ・コト・ヒトから収集したデータを集約・分析し、「見える化」することが求められている。そのコアとなる技術は検査技術であり、特に、全数検査を想定すると、インラインで使用できる安全な非破壊検査技術の開発が望まれている。

新たな非破壊検査技術として期待されているテラヘルツ波は、電波のように様々な物質を適度に透過し、光波のようにレンズやミラーを用いて取り回すことが可能である。さらに、X線などと比較して低エネルギーであるため、人体に対する安全性が高く、また、テラヘルツ帯域においては、糖、アミノ酸、医薬品など様々な物質が固有の吸収スペクトル（指紋スペクトル）を持つことが報告されている。

本研究では、テラヘルツ波のセラミックス分野における産業応用を目指して、テラヘル

ツ時間領域分光法 (THz-TDS) 方式の分光イメージングシステムを用いて、セラミックスのテラヘルツ波特性を評価することにより、セラミックス分野における非破壊検査技術の可能性を検討した。一般的に、熱化学反応により得られるセラミックスでは、焼結性 (焼成性状) は極めて重要な基本特性である。まず、セラミックスの焼結性とテラヘルツ波特性の関係を調査し、焼結性の非破壊検査技術および焼成プロセス管理技術の開発を目指した。次に、湿式プロセスで得られるセラミックス成形体の含水率をテラヘルツ波により評価し、乾燥状態の非破壊検査技術の開発を目指した。このことにより、乾燥、焼成、品質検査などセラミックスの各製造プロセスに対するテラヘルツ波の産業応用について検討した。さらに、セラミックスの焼結性とテラヘルツ波特性の関係を応用し、文化財の新たな評価方法の開発を目指した。

以下に本論文の各章の要約を示す。

## **第1章 序論**

本章では、本研究の背景と目的を述べた。まずはセラミックスの定義を示し、セラミックスの品質・特性と製造技術との関係を述べた。また、セラミックス分野で用いられている評価方法を例示し、その多様性を述べた。さらに、近年、ものづくり製造現場で推進される IoT・AI 化に対応するため、非破壊検査技術の高度化の必要性について説明するとともに、新たな非破壊検査技術として期待されるテラヘルツ波の特徴を紹介した。そのうえで、本研究ではテラヘルツ波のセラミックス分野における産業応用を目的に、テラヘルツ時間領域分光法 (THz-TDS) を用いた、セラミックスの焼結性や乾燥状態の非破壊検査技術の開発や、文化財の新たな評価方法の開発を検討することを述べた。最後に本論文の構成を記した。

## **第2章 テラヘルツ時間領域分光法**

本章では、光伝導アンテナ素子を用いたテラヘルツ波発生および検出原理、本研究で用いた評価技術であるテラヘルツ時間領域分光法 (THz-TDS) の原理、使用した評価装置について述べた。THz-TDS では、テラヘルツパルス波の時間領域波形をフーリエ変換することにより、周波数領域の振幅 (強度) と位相を得ることができる。得られた振幅と位相を解析することにより、試料の透過率や反射率、複素屈折率や複素誘電率を求めることができるため、THz-TDS は世界的に広く用いられる分光法である。光伝導アンテナを用いた THz-TDS は汎用的な分光システムであり、数多くの装置が市販されている。

本研究で使用した評価装置は、株式会社アドバンテストと名古屋大学川瀬研究室が共同で開発したものである。本装置は、独自の位相変調方式により、2つのファイバーレーザーの繰り返し周波数を制御することで時間遅延を与える。また、川瀬研究室が開発した  $\text{LiNbO}_3$

導波路および半円錐形状 Si プリズムカップラーをテラヘルツ波発生部に用いており、既存の THz-TDS よりもはるかに広帯域な 7 THz まで分光できる特長を有する。第 3 章以降は、この装置を用いて、セラミックス分野におけるテラヘルツ波の産業応用について検討した。汎用的な分光システムを用いることで、早期の産業応用の可能性が検討できるとともに、汎用機での課題の抽出につながると考えられた。

### **第 3 章 種々の温度で焼成した陶磁器素地のテラヘルツ波透過特性**

本章では、3 種類の陶磁器素地のテラヘルツ波特性と焼結性の関係と、テラヘルツ波透過イメージングの結果について述べた。陶磁器素地のテラヘルツ波透過特性は、焼成温度に強く依存し、変化することがわかった。特に、テラヘルツ帯域における屈折率は、かさ密度と密接に関係していた。焼成温度に伴うテラヘルツ帯域における屈折率の変化から、陶磁器素地の緻密さに関する情報を得ることができた。さらに、テラヘルツ波透過イメージングでは、X 線では捉えることができない焼結性を可視化することに成功した。これらの結果から、テラヘルツ波を用いた、セラミックスの焼結性の非破壊検査技術や焼成プロセス管理技術の可能性を示した。

### **第 4 章 陶磁器素地の結晶相と微細構造がテラヘルツ波透過特性に及ぼす影響**

本章では、陶磁器素地の結晶相と微細構造がテラヘルツ波透過特性に及ぼす影響を調査し、第 3 章で観測した陶磁器素地のテラヘルツ波特性が焼結性により変化する理由を述べた。陶磁器素地のテラヘルツ波透過率は、焼成により陶磁器素地中のカオリナイトが脱水すると増加し、ムライトとガラスが生成すると低下した。また、焼成により陶磁器素地中に気孔が生成するとミー散乱の影響を受け、テラヘルツ波透過率は低下した。一方、テラヘルツ帯域の屈折率もムライトおよびガラス相の生成による緻密化と、焼成により生成する気孔の影響を受けることが明らかとなった。これらの結果は、天然原料（主にケイ酸塩鉱物）を用いて製造される陶磁器全般に当てはまるため、本研究で提案する焼結性の非破壊検査や焼成プロセス管理は、食器のみならず、建材（瓦、タイル）、衛生陶器（トイレ、洗面台）、絶縁性陶磁器（碍子、プラグ）など、幅広い製品への適用が可能と考えられた。

### **第 5 章 テラヘルツ分光によるセラミックタイルの焼結性の非破壊検査**

本章では、セラミックタイルの焼結性とテラヘルツ波特性（透過率、吸収係数、屈折率、反射率）との関係を調査し、焼結性の非破壊検査における各評価項目の適用性に関して述べた。試料の厚さの影響を受ける透過率や、最大値を示す焼成温度前後で同一の値を示す可能性がある屈折率および反射率では、焼結性を正しく評価することが困難になるケースが想定された。したがって、

焼結性を評価するためには、吸収係数を用いる方法が適していると考えられた。さらに、テラヘルツ波透過イメージングおよびミリ波透過イメージングにより、焼結性の可視化に成功した。特に、迅速な画像取得が可能なミリ波スキャナーに対して、早期の産業応用の可能性が示唆された。

## **第6章 テラヘルツ分光によるセラミックス成形体の乾燥状態の非破壊検査**

本章では、水分に極めて敏感なテラヘルツ波を活用して、セラミックス成形体の乾燥状態の非破壊検査の可能性について述べた。セラミックス成形体のテラヘルツ波透過および反射特性は、その含水率に強く依存し、テラヘルツ帯域における誘電率や反射率から、目視では判断できない乾燥状態を非破壊で評価することができた。また、乾燥終期において成形体の内部にわずかに残る水分を検知することができた。テラヘルツ分光による乾燥状態の非破壊検査は、その人体に対する安全性の高さから製造ラインへの導入も可能であり、乾燥プロセスの管理技術として有効なツールであると考えられた。

## **第7章 テラヘルツ分光による陶片の焼成温度推定法の開発**

本章では、第3章で述べた陶磁器のテラヘルツ波特性の焼成温度依存性を活用して、遺跡などから出土される陶片の焼成温度を高精度に推定する新たな方法を提案した。有田焼と18世紀に製造された萬古焼の陶片に対して、焼成温度を推定した結果、それぞれ1235-1240℃と1130-1139℃であった。これらの結果は、他の方法で推定された温度範囲内に収まることがわかった。本研究で提案する焼成温度推定法は、特定の値を与えることも可能であり、より高精度な推定方法であると考えられた。テラヘルツ分光による推定法と、他の方法を相補的に用いることにより、陶片の焼成温度推定の精度向上が期待できる。

## **第8章 結論**

本章では、以上の内容に対する総括を行い、得られた成果に関する結論ならびに今後の課題について述べた。本研究では、セラミックスの焼結性の非破壊検査および焼成プロセス管理技術、セラミックス成形体の乾燥状態の非破壊検査の可能性を示すとともに、文化財分野におけるテラヘルツ波の新たな応用の可能性も示した。

今後は、機械的特性や熱的特性などのセラミックス製品の諸特性とテラヘルツ波特性との関係を構築し、セラミックス分野における非破壊検査技術の可能性を広げていきたいと考えている。また、文化財分野については、本研究で提案した焼成温度推定方法を、土器や須恵器などの低温で焼成された陶磁器へと展開していく予定である。