

平成23年度実施方針

電子・材料・ナノテクノロジー部
新エネルギー部

1. 件名：プログラム名 ナノテク・部材イノベーションプログラム・環境安心イノベーションプログラム

(大項目) 希少金属代替材料開発プロジェクト

2. 根拠法

独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構法第15条第1項第2号

3. 背景及び目的・目標

現在及び将来において我が国経済を牽引していく産業分野において、競争力を発揮し世界を勝ち抜いていくために、多様な連携（川上・川下産業の垂直連携、材料創製・加工との水平連携）による研究開発の推進により、当該市場のニーズに応える機能を実現する上で不可欠な高品質・高性能の部品・部材をタイムリーに提供し、又は、提案することができる部材の基盤技術を確立することを目的とした「ナノテク・部材イノベーションプログラム」、及び環境・資源制約を克服し循環型経済システムを構築することを目的とした「環境安心イノベーションプログラム」の一環として本プロジェクトを実施する。

希少金属は我が国産業分野を支える高付加価値な部材の原料であり、近年その需要が拡大している。しかし、途上国における著しい需要の拡大や、そもそも他の金属と比較して、金属自体が希少であり、代替性も著しく低く、その偏在性ゆえに特定の産出国への依存度が高いこと等から、我が国の中長期的な安定供給確保に対する懸念が生じている。これに対する具体的な対策として、平成18年6月、資源エネルギー庁から報告された「非鉄金属資源の安定供給確保に向けた戦略」において、①探鉱開発の推進、②リサイクルの推進、③代替材料の開発、④備蓄、等が整理され、現在それぞれにおける具体的な対策が進められている。

本研究開発は、この総合的な対策の一部として非鉄金属資源の代替材料及び使用量低減技術の確立を目的としている。

なお、平成18年3月28日に閣議決定された「第3期科学技術基本計画」では、「ナノテクノロジー・材料」分野を「重点推進4分野」の一つとして位置づけ、これに優先的に資源配分することとしている。本研究開発は、第3期科学技術基本計画において位置づけられた重点推進4分野等について、分野内においても選択と集中の一層の徹底を図ることを目的として策定した「分野別推進戦略（平成18年3月28日総合科学技術会議）」にて、同分野の中で計画期間中に重点投資する対象となる「戦略重点科学技術」の1つとして挙げられている「資源問題解決の決定打となる希少資源・不足資源代替材料革新技術」にあたるものであり、文部科学省の元素戦略プロジェクトと連携し基礎から実用化までの間隙のない支援体制を確立して行うもので、我が国の科学技術力の向上という観点からも極めて意義が高いものである。

上記目的を達成するために、以下の研究開発を実施する。

(委託事業)

①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発

本研究では、インジウム使用量低減ITO材料開発としてインジウム系新組成材料の開発、新材料及びこれに最適な革新的プロセスの開発等、インジウム使用原単位を現状値より50%以上削減可能な基盤技術及び製造技術を開発するため、(a)「スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」(省In組成のITO並びにその薄膜化技術に関する開発)、(b)「非スパッタリング法による透明電極向けインジウム使用量低減技術開発」(導電性ITOナノインク塗布技術開発)の研究開発項目について研究開発を実施する。

【中間目標】：平成21年度

(1) 新規ターゲット組成では、小型スパッタリングの実験装置でシート抵抗 $50\ \Omega/\text{sq}$ を実現する。

薄膜化スパッタ技術開発では、ITO膜厚を100nm以下で透過率80%以上(測定波長550nm)を達成する。

以上の結果からInの使用原単位を40%以上削減できることを実験的に立証する。

(2) ナノインクによる電導膜について、透過率80%以上、ヘイズ2%以下、表面抵抗率 $1000\ \Omega/\text{sq}$ 以下を達成可能な塗布法を開発を目標とする。

以上の結果からInの使用原単位を6%以上削減できることを実験的に立証する。

【最終目標】：平成23年度

(1) 新規ターゲット組成では、所定の諸特性(体積抵抗率 $200\sim 250\ \mu\Omega\text{cm}$ 、透過率は波長550nmで85%以上、エッチング性、高屈折率)を満足する材料を開発する。また、新規組成ターゲット作製工程の最適化を行い高密度(99.5%以上)ターゲットの工業化技術を完成させる。

薄膜化スパッタ技術開発では、スパッタリング法における大型FPD用のITO膜の厚さを両面合せて現状値220nmから100nm以下とし、シート抵抗 $16\ \Omega/\text{sq}$ ($160\ \mu\Omega\text{cm}$)以下、透過率85%以上(測定波長550nm)とする製造技術を開発することを目標値とする。以上の技術を確認しInの使用原単位を40%以上削減できる工業化・製造技術を確認する。

(2) インクジェット法では、焼成温度 $200\sim 300^\circ\text{C}$ 、膜厚 $< 150\ \text{nm}$ ($R_a < 10\ \text{nm}$)、抵抗値 $< 5 \times 10^{-3}\ \Omega\text{cm}$ 、透明性 $> 96\%$ (450-800nm)、耐擦性 $> 3\ \text{H}$ を満足するITOPインクの確立を目指し、In使用原単位削減率10%を達成可能なインクジェット用ナノインクの開発を目標とする。

静電塗布法では、塗布プロセスと条件の最適化により、焼成温度 200°C 以下で、膜厚200nm以下、透過率90%以上、ヘイズ1%以下、表面抵抗 $100\ \Omega/\text{sq}$ 以下を目指し、In使用原単位削減率10%を達成可能な塗布法を開発を目標とする。

以上の技術を確認しInの使用原単位を10%以上削減できる工業化・製造技術を確認する。

上記(1)、(2)の目標達成により、現在のITO薄膜で使用されているIn使用原単位の50%削減を達成する。

②透明電極向けインジウム代替材料開発

現状では、フラットパネルディスプレイ用透明電極は、ほぼ全面的にマグネトロンスパッタ製膜にて蒸着されたITO透明導電膜が採用されている。酸化亜鉛系材料は、その優れた光学的・電気

的特性によって、従来からITO代替材料として最も有力な候補の一つであるが、製膜の均一性、光学的・電気的特性、耐熱性、耐薬品性等の特性値について所定の目標値を満足する必要がある。したがって、酸化亜鉛系材料を対象にITO代替材料として利用可能な材料開発を実施する。

【中間目標】：平成21年度

スパッタ技術開発及び不純物の共添加等の材料開発により、化学的安定性、均一性に優れる成膜技術を開発し、4インチレベルのパネル試作を実施する。

【最終目標】：平成23年度

抵抗率、透過率、耐熱性、耐湿性、耐薬品性等の透明電極として使用に耐えうる諸特性を満足し、酸化亜鉛系材料及びその成膜技術を確立する。酸化亜鉛系材料を例えば液晶ディスプレイのカラーフィルター側の透明電極に適用することにより、インジウム使用原単位の50%以上低減を達成する。

・抵抗率： $4.5 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$ 以下

・透過率：可視光平均透過率85%以上

・耐熱性：抵抗変化率 $\leq 10\%$ （230℃、大気中30分）

・耐湿性：抵抗変化率 $\leq 10\%$ （60℃、95%、500時間）

・耐薬品性：可視光透過率の変化率 $\leq 2\%$ （NaOH（5%）又は H_2SO_4 （5%）室温10分浸漬）

③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発

現状の商用焼結磁石の保磁力は、理論値である異方性磁場（90kOe）の10%程度の値に留まっている。これは $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 主相の結晶粒界で結晶磁気異方性が小さくなるウィークポイントが存在し、そこを起点として逆磁区が核生成するためと考えられている。よって、永久磁石の保磁力を上昇させるには、（1）逆磁区の発生頻度を下げるために磁石粒子のサイズを小さくすること、及び（2） $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相と粒界相との界面の状態を制御することが必要である。そこで、この2点を実現するための技術と指導原理を追求し、保磁力の向上を目指す。

【中間目標】：平成21年度

結晶粒径の微細化、強磁場プロセスによる界面ナノ構造制御技術等の開発により、ジスプロシウム使用原単位20%削減を達成する。

【最終目標】：平成23年度

下記の各項目について目標を達成し、ジスプロシウム使用原単位を30%以上削減可能な技術を確立する。

（1）結晶粒径 $2 \mu\text{m}$ で元素濃度分布を最適化した原料合金、並びにジスプロシウムフリーで結晶粒径 $2 \mu\text{m}$ 以下の焼結磁石、における量産化技術の確立。

（2）強磁場プロセスやジスプロシウム有効活用技術の導入等によって、高保磁力化の実現（10kOe）。

（3）内部又は界面の微細・平均構造と保磁力との相関や磁化反転機構を明らかにし、高保磁力省ジスプロシウム磁石開発における指導原理の確立。

（4）モータ出力密度3倍のための開発要素の明確化。

④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発

本研究開発では超硬工具（切削工具）のタングステン使用原単位を30%以上低減するため、切削工具の基材部分をタングステン使用量の少ない材料に置きかえる（a）「硬質材料のハイブリッド化」、及び工具の刃先近傍や表面以外について炭窒化チタンを主成分とする（b）「複合構造硬質材料化」を図るための技術開発を行う。

【中間目標】：平成21年度

（1）「ハイブリッド切削工具の開発」

従来よりもタングステン使用原単位を20%以上低減した硬質基材を開発し、先端部cBNとの接合技術を開発する。

（2）「複合構造硬質切削工具の開発」

粉末複合化成形技術の開発により、タングステン使用原単位を15%以上低減する。

【最終目標】：平成23年度

（1）「硬質材料のハイブリッド化」

- ・超硬母材なしcBNとタングステン使用原単位を40%低減した硬質材料基材を接合する。
- ・焼入れ鋼（SUJ2）の高負荷連続切削においてロウ付け工具と同等性能を達成する。

（2）「複合構造硬質材料化」

- ・一般鋼又は鋳鉄用被覆超硬工具におけるタングステン使用原単位を30%低減する。
- ・コーティング処理した3次元ブレーカ付きM級精度の複合構造硬質工具による一般鋼の断続切削試験でコーティングを有する超硬合金と同等の切削性能を達成する。

⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発

超硬工具（切削工具、耐摩耗工具）のタングステン使用原単位を30%以上低減するため、WC基超硬合金に代わる硬質材料として有望な炭窒化チタン（Ti（C，N））基サーメットについて、新規サーメット基材の開発及び新規サーメットを基材とした新規コーティング技術の開発を行い、切削工具及び耐摩耗工具に適用するサーメット及びコーティング技術を開発する。

【中間目標】：平成21年度

下記の各項目について技術を確立する。

- ・サーメットの組織形成シミュレーション技術
- ・新規固溶体粉末を用いたサーメット合成技術
- ・新規コーティング技術

【最終目標】：平成23年度

下記の各項目について目標を達成し、新規炭窒化チタン（Ti（C，N））基サーメット材料を開発することで、WC基超硬工具（切削工具、耐摩耗工具）よりもタングステン使用原単位を30%以上低減する。

（1）「サーメット及びコーティングの基盤研究」

1）「サーメットの解析及び設計技術の開発」

積層体焼結（共焼結）のシミュレーション技術の確立と耐熱衝撃性や高温強度の機構を解明する。さらに、組織形成と破壊メカニズムを解明する。また、成形体構造評価技術を確立し、最終的に設計に必要なデータベースを構築する。

2）「新規サーメット材料の開発」

下記の特性値を満足する新規サーメット材料を開発する。

- ・抗折力：3 G P a
- ・破壊靱性値：15 MP a · m^{1/2}
- ・耐熱衝撃抵抗：75 W · m^{-1/2}

3) 「コーティング技術の開発」

サーメット基材上への安定したコーティングを可能とするために、コーティング時の加熱温度を低温化（800℃）した新規CVDコーティング技術の開発を行う。

(2) 「切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発」

切削工具用サーメットの成形・焼結技術、傾斜組成化技術等を確立し、下記の特性値を達成する。

- ・破壊靱性値：13MPa·m^{1/2}
- ・熱伝導率：30W/m·K
- ・サーメット工具による鋼等の総合的切削性能

このことで、軽切削用スローアウェイ工具で約70%、穴明けドリル用（軸物）切削工具で約70%のタングステン使用原単位の低減を実現する。

(3) 「耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発」

耐摩耗工具用サーメットの成形・焼結技術、研削・放電加工技術等を確立し、下記の特性値を達成する。

- ・硬さ HV≥1400 で破壊靱性 13MPa·m^{1/2} 以上の高硬度型サーメット
- ・硬さ HV≥1200 で破壊靱性 15MPa·m^{1/2} 以上の高靱性型サーメット
- ・サーメット工具によるダイス及び金型の総合的耐摩耗工具性能

このことで、ダイス・プラグ用耐摩耗工具で100%、金型用耐摩耗工具で約94%のタングステン使用原単位の低減を実現する。

⑥-1 排ガス浄化向け白金族使用量低減技術開発及び代替材料開発／遷移元素による白金族代

替技術及び白金族の凝集抑制技術を活用した白金族低減技術の開発

本研究では、ディーゼル車両の排気ガス浄化触媒中の白金族使用量を50%以上低減可能な基盤技術及び製造技術を開発するために、遷移元素による白金族代替技術及び白金族凝集抑制技術を軸とした、白金族使用量を低減した酸化触媒、リーンNO_xトラップ触媒、ディーゼルパーティキュレートフィルター用触媒の開発、プラズマによる触媒活性向上技術の開発、異なる触媒の機能統合化技術の開発の各研究開発項目について研究開発を実施する。

【中間目標】：平成23年度

(1) 遷移元素による白金族代替に関する研究開発

- ・遷移元素酸化物によるTG測定法（TG：Transient Grating Method 過渡回折格子法）を開発する。
- ・DOC、LNT、DPF触媒用として触媒活性の向上策を決定し耐熱性向上技術の確立を行う。
- ・DOC、LNT、DPF触媒用として遷移元素活性点候補を3つ以上決定する。

(2) 白金族凝集抑制手段に関する研究開発

- ・TGを用い低温活性に最適なPdの最適サイズ、最適担体を明確化する。
- ・Pt、Rhを使い最適な担体で耐久試験後の貴金属サイズを実現する。

(3) DPFの反応向上要素とその実現に関する研究開発

- ・反応モデルの妥当性を検証し、PM反応モデルを決定する。
 - ・DPFの反応性を向上させる触媒担持位置を明確にする。
 - ・DPFの触媒担持における重要な制御因子を明らかにする。
 - ・PMの酸化特性を明らかにする。
- (4) プラズマによる活性向上に関する研究開発
- ・触媒に必要な機能を列挙し、試作・評価により触媒設計指針を明確にする。
 - ・常温にて酸素共存下で十分に機能するNO_x分解触媒を絞り込む。
 - ・ハニカム、繊維等の構造やアルミナ等材料組成を検討し、プラズマに効果的な支持体構造と組成を選定する。
- (5) 排気触媒統合化に関する研究開発
- ・白金族、白金族代替を用いた統合化した触媒システム全体での課題を明らかにする。
 - ・解決方策の具体案の検証を行い、耐久試験前で白金族使用量を85%低減可能な統合化システムを決定する。
- (6) 遷移元素化合物の実触媒化、量産化に関する研究開発
- ・耐久試験前において、DOCの白金族使用量60%低減を可能とする触媒仕様を決定する。
 - ・耐久試験前において、LNTの白金族使用量75%低減を可能とする触媒仕様を決定する。
 - ・耐久試験前において、DPFの白金族使用量65%低減を可能とする触媒仕様を決定する。

【最終目標】：平成25年度

- (1) 現行の触媒システム（「DOC」＋「LNT」＋「DPF」の3つの触媒からなるシステム）について、平成21年10月に施行される排出ガス規制（ポスト新長期対応ディーゼル排気ガス基準）をクリアした、耐久試験後の触媒特性が確保できる触媒仕様を決定する。
- ・ディーゼルシステム全体：白金族使用量50%以上低減（自主目標70%低減）
 - ・DOC単体：白金族使用量50%以上低減（自主目標60%低減）
 - ・LNT単体：白金族使用量50%以上低減（自主目標75%低減）
 - ・DPF単体：白金族使用量50%以上低減（自主目標65%低減）
- (2) 触媒機能を統合化した触媒システム（「DOC＋DPF」＋「LNT」等からなるシステム）について、平成21年10月に施行される排出ガス規制（ポスト新長期対応ディーゼル排気ガス基準）をクリアした、耐久試験後の触媒特性が確保できる触媒仕様を決定する。
- ・ディーゼルシステム全体：白金族使用量50%以上低減（自主目標85%低減）

⑥-2 排ガス浄化向け白金族使用量低減技術開発及び代替材料開発／ディーゼル排ガス浄化触媒の白金族使用量低減化技術の開発

本研究では、ディーゼル車両の排気ガス浄化触媒中の白金族使用量を50%以上低減するために、大型ディーゼル車排ガス浄化システムの酸化触媒とディーゼルパーティキュレートフィルター用触媒を対象とし、基盤からプロトタイプ触媒製造までの必要な技術をシームレスにバランス良く取り組むことにより、白金族金属の使用量を低減しかつ高い浄化性能を持つディーゼル排ガス浄化触媒システムを実現する研究開発を実施する。

【中間目標】：平成23年度

- (1) 白金族使用量を低減したディーゼル酸化触媒の開発

- ・活性種・複合化・担体高度化技術：活性・安定性が高く、実用的な反応条件の変動にも対応できる触媒活性種を開発する。複合ナノ粒子を担体に固定化する技術を開発する。担体の長期性能改良の指針を得るとともに、触媒活性種を効果的に担持する技術を開発する。
 - ・担体設計実用化技術：担体用粉末粒子の試作規模をパイロットレベルに高めて実証試験を行うと共に、実排ガス試験用の担体用粉末を提供する。
 - ・触媒機能高度化技術：解明された触媒活性の制御因子に基づいた白金族使用量低減につながる触媒設計指針を提案する。
 - ・複合ナノ粒子調製技術：解明された触媒成分金属の複合化に関する知見に基づき、白金族使用量低減につながる触媒設計指針を提案する。
 - ・実用候補触媒の抽出：以上の技術に基づき、模擬排ガスを用いた条件で白金族使用量を従来より40%低減した酸化触媒を開発する。
- (2) 白金族代替DPF用触媒の開発
- ・非白金族系DPF用触媒のスス燃焼温度400℃以下を達成し、白金族使用量を40%低減したDPF触媒を開発する。
- (3) 触媒の部材化技術とシステム構築
- ・従来と比較して白金族使用量を10%低減できる機能分離コート技術を開発するとともに、各研究項目を総合した実用的なディーゼル排ガス触媒システムを提案する。

【最終目標】：平成25年度

(1) 実用触媒製造技術の確立

白金族使用量を50%以上低減した酸化触媒およびDPFを開発し、市販NO_x除去後処理装置と組み合わせることにより、平成21年10月に施行される排出ガス規制（ポスト新長期対応ディーゼル排気ガス基準）をクリアすることを確認する。

- ・750℃、50時間の耐久に耐えるディーゼル酸化触媒を開発する。
- ・800℃、50時間の耐久に耐えるDPF用触媒を開発する。
- ・プロトタイプ触媒の試作に向けて有望な実用候補触媒を大量に調製するための技術を確立する。
- ・開発した触媒について、実機サイズのハニカムとDPFを用いた触媒システムでトラックエンジンを用いたベンチ評価を行い、課題を確認する。この課題を解決し、実用性をもった触媒システムを開発する。

⑦-1精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／代替砥粒及び革新的研磨

技術を活用した精密研磨向けセリウム低減技術の開発

本研究では、精密研磨向けセリウム使用原単位を30%以上低減可能な基盤技術と製造技術を開発するために、代替砥粒の要求特性解明と代替砥粒の開発、革新的研磨技術を活用した研磨要素技術と研磨プロセス技術開発の各研究開発項目について研究開発を実施する。

【中間目標】：平成23年度

(1) 研磨メカニズムの解明と代替砥粒の設計

- ・量子分子動力学シミュレーションを用いた酸化セリウムによる研磨プロセスの電子論的メカニズムの解明及び、既存砥粒と単純ペロブスカイト酸化物をモデル材とした研磨メカニズムの解析によるモデル材の組成・構造と研磨特性の関連性を明らかにする。

(2) 代替砥粒の研究開発

- ・既存砥粒の研磨性能の把握・改良及び、複合酸化物を用いた代替砥粒構築プロセスの開発により、ラボレベルで酸化セリウム使用量の5%の代替を達成する。
- (3) 革新的な遊離砥粒研磨メカニズムに基づく酸化セリウム使用量削減要素技術開発
 - ・電界配置制御された砥粒とガラス試料面における摩擦摩耗による化学反応を援用する研磨技術の創出及びガラス基板と砥粒もしくはその分散媒が活発なラジカル反応場を醸成あるいはフェムト秒レーザーなどによるガラス前処理の導入を検討し、革新的な研磨技術を組み合わせた高度な精密研磨要素技術として従来研磨効率の30%向上を達成する。
- (4) 革新的オングストロームオーダー表面創製技術
 - ・要素技術を、高速電界トライボ片面研磨技術及び革新的な前処理技術を導入する両面研磨技術に適応することにより、ラボレベルで酸化セリウム使用量を10%削減する精密研磨システム技術を実験的に確立する。

【最終目標】：平成25年度

- (1) 研磨メカニズムの解明と代替砥粒の設計
 - ・研磨プロセスシミュレータとコンビナトリアル計算法の融合による酸化セリウム代替砥粒の理論的最適化及び、既存砥粒と単純ペロブスカイト酸化物をモデル材とした研磨メカニズムの解析による材料特性とその特性が研磨に關与する機構を明らかにする。
- (2) 代替砥粒の研究開発
 - ・代替砥粒と研磨パットの最適化及び、複合酸化物を用いた代替砥粒の開発により、ラボレベルで酸化セリウム使用量の10%代替を達成する。
- (3) 革新的な遊離砥粒研磨メカニズムに基づく酸化セリウム使用量削減要素技術開発
 - ・酸化セリウム代替砥粒で構成したスラリーによる高効率な研磨要素技術開発及びガラス基板表面にフェムト秒レーザーやラジカル場を醸成しつつ研磨を試行し、要素技術として従来研磨効率の40%向上を達成する。
- (4) 革新的オングストロームオーダー表面創製技術
 - ・要素技術開発の成果を、高速電界トライボ片面研磨技術及び革新的な前処理技術を導入する両面研磨技術に適応し、最適化することで、ラボレベルで酸化セリウム使用量を20%削減する精密研磨システム技術を開発する。

⑦-2 精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／4BODY研磨技術の概念を活用したセリウム使用量低減技術の開発

本研究では、精密研磨向けセリウム使用原単位を30%以上低減可能な基盤技術と製造技術を開発するために、研磨技術を4つの要素（4BODY）に分けた砥粒、メディア粒子、工具（研磨パッド）、プロセス技術に注目し、従来と同等以上の研磨特性を有し酸化セリウムの成分比を30%削減した研磨材の開発、および従来と同等の酸化セリウムの使用量で研磨能率を向上させる技術開発の各研究開発項目について研究開発を実施する。

【中間目標】：平成23年度

- (1) 複合砥粒の研究開発
 - 1) 無機複合砥粒の開発

- ・酸化セリウムの成分割合を30%以上減じ、代表的なガラス素材であるソーダガラスに対して従来の酸化セリウム砥粒と同等の研磨特性（研磨能率と仕上げ面粗さの比が同一）を実現する無機複合砥粒を見出す。
- 2) 有機無機複合砥粒の開発
 - ・代表的なガラス素材であるソーダガラスに対して従来の酸化セリウム砥粒の研磨特性（研磨能率と仕上げ面粗さの比）の1.4倍以上の研磨特性を実現する有機無機複合砥粒を見出し、サンプルが提供できる状態にする。
- (2) メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発
 - 1) 有機メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発
 - ・代表的なガラス素材であるソーダガラスに対して従来の酸化セリウム砥粒の研磨特性（研磨能率と仕上げ面粗さの比）の1.2倍の研磨特性を実現する有機メディア粒子を見出し、サンプルが提供できる状態にする。
 - 2) 無機メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発
 - ・代表的なガラス素材であるソーダガラスに対して従来の酸化セリウム砥粒の研磨特性（研磨能率と仕上げ面粗さの比）の1.4倍の研磨特性を実現する無機メディア粒子を見出し、サンプルが提供できる状態にする。
- (3) 研磨特性を向上させる研磨パッドの研究開発
 - 1) 多孔質熱硬化性樹脂研磨パッドの研究開発
 - ・代表的なガラス素材であるソーダガラスに対して従来の多孔質ウレタン研磨パッドあるいはセリアパッドに比較して、1.4倍以上の研磨特性（研磨能率と仕上げ面粗さの比）を実現する多孔質研磨パッドを見出し、サンプルが提供できる状態にする。
 - 2) 隙間調整型研磨パッドの研究開発
 - ・直径200mmのソーダガラスの工作物に対してうねりを発生させることなく均質に研磨することが可能な研磨パッドを見出し、サンプルが提供できる状態にする。
- (4) プロセス技術の研究開発
 - 1) パッドエッチング技術の研究開発
 - ・代表的なガラス素材であるソーダガラスに対して従来の酸化セリウムを用いた研磨の研磨特性（研磨能率と仕上げ面粗さの比）と同等の研磨特性を実現するパッドエッチング技術を確立する。
 - 2) 共振研磨技術の研究開発
 - ・水晶の研磨特性（研磨能率と仕上げ面粗さの比）を従来の1.1倍以上にする研磨技術を実現する。

【最終年度】：平成25年度

- (1) セリウム使用量低減に寄与する複合砥粒の開発
 - ・酸化セリウム使用量低減率30%の無機複合砥粒を開発する。
 - ・酸化セリウム使用量低減率30%の有機無機複合砥粒を開発する。
- (2) セリウム使用量低減に寄与する複合粒子研磨法のメディア粒子の開発
 - ・研磨能率40%以上向上できる有機メディア粒子を開発する。
 - ・研磨能率40%以上向上できる無機メディア粒子を開発する。
- (3) セリウム使用量低減に寄与する研磨パッドの開発
 - ・研磨能率40%以上向上できる研磨パッドを開発する。

- ・大型工作物の均一研磨を実現する。
- (4) セリウム使用量低減に寄与するプロセス技術の開発
- ・軟質工作物に対して砥粒フリーの研磨技術を開発する。
 - ・水晶の研磨能率を20%以上向上する。

⑧ 蛍光体向けテルビウム・ユウロピウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／高速合成・評価法による蛍光ランプ用蛍光体向けTb、Eu低減技術の開発

本研究では、蛍光ランプの蛍光体に含まれる Tb、Eu の使用量を80%以上低減する基盤技術と製造技術を開発するために、蛍光ランプ用の材料及び新規製造プロセスの開発、最新の高速理論計算手法、材料コンビナトリアルケミストリを用いた Tb、Eu 低減型蛍光体の開発、ランプの光利用効率を高めるガラス部材の開発、これらの材料のランプシステムの適合性を高速で評価する基盤技術を確立する開発、ランプ製造プロセスとして、製造工程の低温化技術の開発と蛍光体種別分離再利用技術の開発の各研究開発項目について研究開発を実施する。

【中間目標】：平成23年度

(1) 蛍光体の Tb、Eu 使用量低減技術の開発

- ・X線構造解析シミュレータの開発による蛍光体構造の決定、高速化量子化学計算を利用して蛍光体の発光効率を予測するまでの手法を確立し、少なくとも一つ実証例を示す。
- ・ランプでの適合性、量産性に問題のない Tb、Eu の使用量を20%低減できる蛍光体の組み合わせを提示する。
- ・蛍光体の励起発光メカニズム、劣化メカニズムの組成依存性を明らかにする。
この見出された蛍光体の量産技術について目途をつける。

(2) ランプ部材の開発

- ・従来のガラス・蛍光体と組み合わせて15%以上高い光束を実現できるシリカ皮膜を開発する。
- ・全方位光に対して従来のガラス管より10%以上の取り出し効率を有するガラスを開発する。
量産化の方法について目途をつける。

(3) ランプシステムにおける最適化・蛍光体省使用製造技術の開発

- ・蛍光体等の高速評価法を実際の材料に適用し、改良した上で方法論として確立する。
- ・開発された材料を用いて実ランプ試作と性能試験を行い最終目標に向けての問題点を明確にする。
- ・各材料の光束向上への寄与を定量的に明らかにする。
- ・ハロリン酸と3波長蛍光体の分離が可能になっていること。
- ・100℃程度低温化できるプロセス技術を開発する。また新材料に適用する場合の指針を得る。

(1)～(3)で開発された技術をあわせて Tb、Eu の使用量を45%以上低減することを目標とする。

【最終目標】：平成25年度

(1) 蛍光体の Tb、Eu 使用量低減技術の開発

- ・ランプでの適合性、量産性に問題のない Tb、Eu の使用量を30%以上低減できる蛍光体の組み合わせを提示する。
- ・この蛍光体の量産技術を確立する。

(2) ランプ部材の開発

- ・従来のガラス・蛍光体と組み合わせて20%以上高い光束が得られるシリカ保護膜を開発する。
 - ・全方位光に対して従来のガラス管より10%以上の取り出し効率を有するガラスを開発する。
 - ・このガラス部材の量産方法について適切な方法を確立する。
- (3) ランプシステムにおける最適化・蛍光体省使用製造技術の開発
- ・ランプ構成の最適化により Tb、Eu の使用を5%低減できる蛍光体の使用量低減技術を開発する。
 - ・ランプ製造工場内で現在廃棄されている蛍光体が再利用できる技術を開発し、10%以上の蛍光体の使用量を低減する。
 - ・ランプ製造プロセスの改善により、蛍光体のロスを10%程度改善する。
- 最終的には細管ランプなどの技術を併用し、(1)～(3)で開発された技術をあわせて従来のものより製造時の Tb、Eu の使用量を80%以上低減することが可能なランプを提示する。

⑨-1 Nd-Fe-B 系磁石を代替する新規永久磁石及びイットリウム系複合材料の開発／Nd-Fe-B 系磁石を代替する新規永久磁石の研究

資源枯渇に脅かされない至極ありふれた元素である鉄と窒素を主原料とすることにより脱希少金属化を可能とさせ、現行の Nd-Fe-B 系磁石の特性を凌駕するポテンシャルを持つ高飽和磁束・高磁気異方性新規磁石材料の探索を行う。鉄-窒素系化合物として窒化鉄系材料と希土類 (R)-Fe-N に着目し、モータ用途への応用展開をにらみつつ、ナノレベルの微細構造・形成解析と磁気特性評価を通し、窒化鉄の所望相の合成技術指針の獲得と R-Fe-N のバルク化技術の構築を図る。

【最終目標】：平成22年度

(1) 窒化鉄系材料の開発

- ・出来る限り早期に80%以上の $Fe_{16}N_2$ 相からなる微粒子を作製し、高性能磁石化に資する基本特性を確認する。
- ・磁石化に向けて、より保磁力を高める磁性粉末の開発指針を得る。

(2) R-Fe-N 系材料の開発

- ・モータ用磁石としての実用を考え、保磁力20kOe程度を目標とする。

⑨-2 Nd-Fe-B 系磁石を代替する新規永久磁石及びイットリウム系複合材料の開発／超軽量高性能モータ等向けイットリウム系複合材料の開発

本プロジェクトは、ジスプロシウムを含有するモータ部材に将来的に代わる可能性のある次世代モータ部材を実現するイットリウム系複合材料の開発を行う。イットリウム系複合材料は高温超電導材料であり、線材形状をしていることから界磁巻線同期回転機への適用が可能である。超電導材料は電気抵抗が零であることから損失なく電流を流すことができる。特に、イットリウム系超電導体 ($YBa_2Cu_3O_y$) は約90K以上の臨界温度 (T_c) を有し、特に磁場中で高い臨界電流 (I_c) 特性を示すことから、電動機等の回転機の磁場中での応用に適した材料である。しかしながら、コンパクトなモータを実現するためには効果的な磁場環境を作り出すことが必要であり、この条件を満たすためには、強力な電磁力に耐え得る機械的な強度と共に接続損失低減のために単長の長い線材が必要となる。そこで、本研究開発では、まず、必要な特性を有した超長尺イットリウム系複合材料を作製するプロセスを開発する。並行して、更に希少金属の利用率の低減が期待できるプロセス開発を

行うと共に、イットリウム系複合材料を用いたモータに対する構造最適化のための課題を抽出することを目的とした概念設計、巻線技術及び冷却技術等の要素技術開発を実施する。

【最終目標】：平成22年度

(1) 300A/cm幅 (@77K、自己磁場) の特性を有し、1kmを超える超長尺複合材料作製を見通す。

(具体的目標値)

- ・1km長複合材料を作製し、平均 I_c が200A/cm幅以上 (@77K、自己磁場) であることを実証する。
- ・同条件で作製した10m長以上の複合材料で I_c が300A/cm幅 (@77K、自己磁場) 以上を実証する。

(2) 超電導層の連続形成プロセスにおいて、原料収率40%以上を見通す。

(具体的目標値)

- ・全成膜領域に対し、静止成膜により原料収率40%以上を実証する。
- ・成膜領域の一部を通過する移動成膜により、静止成膜結果から予想される成膜量を実証する。

(3) 大容量回転機 (500kW級-1000rpm級) 概念設計により、イットリウム系複合材料による大型回転機の優位性を見通す。また、傘型界磁巻線の試作とその熱的、電磁氣的、機械的特性評価およびサーモサイフォン式冷却試験とその冷却特性評価により、500kW級-1000rpm級回転機的设计に資する。

(具体的目標値)

- ・磁場一応力伝熱を連成した回転機評価用シミュレータを開発する。
- ・上記シミュレータを用いた総合評価により傘型コイル利用回転機で従来の永久磁石回転機に比べ希少希土類元素使用量が1/10となる成立性を示す。
- ・傘型界磁巻線工程等における加工劣化を抑制し、巻線状態での特性で複合材料 I_c の70%以上を得ることを実証する。
- ・Neを用いたサーモサイフォン式冷却装置において高速回転時の回転数と冷却能力の関係を明らかにし、回転機の冷却設計を可能にする。

⑨-3 Nd-Fe-B系磁石を代替する新規永久磁石の実用化に向けた技術開発

資源枯渇に脅かされない元素を主原料とし、現行のネオジム磁石 (Nd-Fe-B系磁石) と同等の性能を有する新規磁石の開発を行う。開発にあたっては、モータ用途への応用展開をにらみつつ、ナノレベルの微細構造・形成解析と磁気特性評価を通し、新たな磁性材料のバルク化技術の構築を図る。これまでにネオジム磁石そのものの代替として研究開発項目⑨-1で窒化鉄系やR-Fe-N系 (Rは希土類元素) の磁性材料の研究開発を行ったが、実用化までには至っていない。

(1) さらなる磁性材料の探索

窒化鉄 ($Fe_{16}N_2$) 以外の磁性材料で、現行のNd-Fe-B系磁石と同等の性能を有する磁性材料の探索を行う。

(2) 磁石化技術の開発

- ・「窒化鉄 ($Fe_{16}N_2$) または上記2.(1)で探索された磁性材料」(以下、「新規磁性材料」と言う。) の大量合成に向けたスケールアップ技術の開発
- ・新規磁性材料の実用化に則した成型技術の開発

等

(上記は例示であり、公募により優れた提案があった場合は、これ以外についても実施するものとする。)

【中間目標】 平成25年度

(1) さらなる磁性材料の探索

新規磁性材料の候補を複数選定し、その材料の合成を行う。また、磁石化に向けた表面処理等の最適化検討に着手する。

(2) 磁石化技術の開発

- ・磁石化の検討を行うために必要な量の新規磁性材料を合成する。
- ・実用化に則した成型化の要素技術開発
- ・新規磁性材料を簡易的に成型し、成型化技術の開発指針を獲得する。

【最終目標】 平成27年度

(1) さらなる磁性材料の探索

調査した全ての材料について、その物性値、磁性材料としての特性値等の情報を取得し、新規磁性材料の選定を終える。

(2) 磁石化技術の開発

- ・選定した新規磁性材料を磁石とするための製造技術等を確立する。
- ・選定した新規磁性材料を用いて製造した磁石によりモータを試作し、その性能を評価する。

⑩-1 排ガス浄化向けセリウム使用量低減技術及び代替材料開発、透明電極向けインジウムを代替するグラフェンの開発／排ガス浄化向けセリウム使用量低減技術及び代替材料開発

自動車排ガス浄化触媒システムにおいて、助触媒としての役割をもつセリウムの使用量を30%以上低減することを目標とする。

- (1) 排ガス浄化に対するセリウムの作用原理の獲得
- (2) セリウムを代替・使用量を低減する材料の開発
- (3) セリウムの使用を低減した触媒付きフィルターの開発
- (4) 触媒付きフィルター製造時のセリウムの省使用技術の開発
- (5) 触媒付きフィルター製造工程内からのセリウム回収システムの開発
- (6) セリウムを使用しない排ガス浄化触媒システムの開発
- (7) セリウム回収技術の開発

等

(上記は例示であり、公募により優れた提案があった場合は、(1)～(7)以外にも実施するものとする。)

【最終目標】：平成23年度

本研究テーマは希少金属安定供給確保に資するものとして、「円高・デフレ対応のための緊急総合経済対策(平成22年度補正予算(第1号))」の一環で実施するため、詳細な目標については採択者が決定した後、NEDO、テーマリーダー及び採択者との間で協議の上、実施期間において実現可能な目標を定めるものとする。

⑩-2 排ガス浄化向けセリウム使用量低減技術及び代替材料開発、透明電極向けインジウムを代替す

るグラフェンの開発／透明電極向けインジウムを代替するグラフェンの開発
グラフェンによる透明電極の実用化に向け、以下の技術を開発することを目標とする。

- (1) 透明電極用途の特性を満足するグラフェンを開発する
- (2) 透明電極用途の特性を満足するグラフェンの大量合成技術を開発する
- (3) 透明電極の使用に供する透明フィルムの製造技術（ロールtoロール製造技術等）を確立する等

（上記は例示であり、公募により優れた提案があった場合は、（1）～（3）以外にも実施するものとする。）

【最終目標】：平成23年度

本研究テーマは希少金属安定供給確保に資するものとして、「円高・デフレ対応のための緊急総合経済対策（平成22年度補正予算（第1号）」の一環で実施するため、詳細な目標については採択者が決定した後、NEDO、テーマリーダー及び採択者との間で協議の上、実施期間において実現可能な目標を定めるものとする。

4. 実施内容及び進捗（達成）状況

各研究開発項目毎に研究開発責任者（テーマリーダー）を設置し、以下の研究開発を実施した。

4. 1 平成22年度までの（委託）事業内容

①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発

- 1) テーマリーダー：国立大学法人東北大学 中村 崇 教授
- 2) 実施体制：国立大学法人東北大学、株式会社アルバック、三井金属鉱業株式会社、DOWAエレクトロニクス株式会社

3) 事業内容

平成20年度の実施事項

- ・コンビナトリアルスパッタリング実験装置の立ち上げ、及び電気電導度測定器、分光光度計、電子顕微鏡、ホール測定器、シート抵抗測定器等の評価装置の設置を行い、研究開発体制を構築した。
- ・シミュレーションにより、第4元素を添加した系の状態密度、電荷密度分布の評価を実施した。その結果、Ti, Al, S, Mg, M, Sbなどが電気伝導度を維持できることを明らかにした。また、塗布法に使用するナノ粒子の形状分布と電気伝導性の関係をパーコレーションモデルにより評価した。
- ・高い伝導性をもつSi, Al, Ti, Mg, Sb等の第4元素を添加したITO膜の探索研究を実施した。
- ・従来組成のITOならびに金属Sbターゲットを同時スパッタで膜生成を行い、抵抗率はITOに比較し一桁高いが、赤外領域での高い透明性を確認した。
- ・従来のITO粒子に比べて4%ほどIn使用量を減らした、単分散立方体状ITOナノ粒子(10-50 nm)をエチレングリコール溶媒を用いた加水分解直接法合成に成功した。
- ・また、アルカリ溶液に対してIn-Sn溶液を加える、逆混法によってIn-Sn系シングルナノ粒子の合成に成功し、それらの熱処理によって、シングルナノサイズのITO粒子を得た。
- ・さらにそれらのナノインクを用い、インクジェット法で作成した膜は従来の本プロジェクトの中間評価の目標である膜厚200 nm以下、透過率90%以上、ヘイズ1%以下、表面抵抗率100 Ω/sqをほぼ達成した。

平成21年度の実施事項

- ・表面元素分析装置、高速シミュレータ、パラレル合成装置、噴霧乾燥機、インク分散機、静電塗布装置、大型ターゲット成形装置などの装置を設置し、より研究開発を加速した。
- ・高濃度のSn、第4元素を添加した系を計算対象にし、バンド構造、キャリア濃度、有効質量の濃度依存性を明らかにし、最適な添加元素、添加量を見出した。その結果、Ti, Sbについては30%以上添加しても電気伝導度を維持できることを明らかにした。また、塗布法に使用するナノ粒子の形状分布と電気伝導性の関係を明らかにするパーコレーションモデルの改良を行い、塗布を行った場合の電気伝導確保の粒子分布の理論的解析を行った。
- ・高い伝導性をもつTi、Sb等の第4元素を添加したITO膜の探索研究を実施した。
- ・Sb - Sn 複合酸化物からなるターゲットを用いてコンビナトリアルスパッタ法を行い、熱処理の有無によらず比較的良好な可視光透過率および熱処理によりITO側の値よりも高い導電率を得た。
- ・二源同時スパッタ法によりTiあるいはSbの添加、基板加熱および積層化により、従来のITO薄膜と同程度あるいはそれ以上の体積抵抗率および可視光透過率を有する省インジウム組成ITOスパッタ薄膜を実現した。
- ・10nm以下のAgを挟み込んだITO薄膜の作製を行い、薄膜の厚さをトータル50nmでほぼ従来の特性と同等の薄膜作製に成功した。また、その薄膜は通常環境ではかなり安定であることも確認した。
- ・従来のITO粒子に比べて4%ほどIn使用量を減らした、単分散立方体状ITOナノ粒子(10-50 nm)のエチレングリコール溶媒を用いた加水分解直接法合成に成功した。
- ・また、アルカリ溶液に対してIn-Sn溶液を加える、逆混法によってIn-Sn系シングルナノ粒子の合成に成功し、それらの熱処理によって、シングルナノサイズのITO粒子を得た。
- ・さらにそれらのナノインクを用い、インクジェット法で作製した膜は従来の本プロジェクトの中間評価の目標である膜厚200 nm以下、透過率90%以上、ヘイズ1%以下、表面抵抗率100 Ω /sqをほぼ達成した。

平成22年度の実施事項

- ・高濃度のSn、第4元素を添加した系を計算対象にし、バンド構造、キャリア濃度、有効質量の濃度依存性を明らかにし、最適な添加元素、添加量を見出した。その結果、Ti, Sbについては30%以上添加しても電気伝導度を維持できることを明らかにした。また、塗布法に使用するナノ粒子の形状分布と電気伝導性の関係を明らかにするパーコレーションモデルの改良を行い、塗布を行った場合の電気伝導性を確保する粒子分布の理論的解析を行った。
- ・赤外線分光光度計、粉体物性評価装置、微粉碎機、RF電源、アークモニタ、粉体特性装置などを設置し、インクの研究開発、省インジウム組成の研究開発を加速した。
- ・Sbを添加した省インジウム組成ITOターゲット(直径100 mm)を試作し、DCスパッタ法により薄膜を作製し、基板加熱および積層化により従来のITO薄膜と同程度の体積抵抗率および可視光透過率を有する省インジウム組成ITOスパッタ薄膜を実現した。また、本年度に購入した赤外線分光光度計を用い、熱処理あるいは基板加熱により赤外光領域において従来のITO薄膜よりも非常に高い透過率が確認された。
- ・二源同時スパッタ法で作製したFe添加省インジウム組成ITO薄膜でも、平成21年度に開発した手法で従来のITO薄膜と同程度あるいはそれ以上の電気伝導度と光透過度を実現した。

- ・ In_2O_3 を 50 mass%まで減少させた薄膜について、従来通りのエッチング性能が確保できるための湿式エッチング技術を検討した。
- ・ 量産用カソード (610 mm×300 mm×5 mm) にて省インジウム組成の ITO (In_2O_3 -50 mass% SnO_2) ターゲット製造法を検討し、相対密度 80% (目標 99.5%) のターゲットを試作した。
- ・ 省インジウム組成 ITO (In_2O_3 -50 mass% SnO_2) ターゲットにて 250°C加熱成膜した ITO 膜の体積抵抗率は、単層膜で 700 $\mu \Omega \text{cm}$ 、下地に結晶化した ITO 膜を挿入した積層膜で 500 $\mu \Omega \text{cm}$ を達成できた (最終目標 250 $\mu \Omega \text{cm}$ の約 2 倍)。透過率は単層膜、積層膜共に 96% (測定波長 550 nm) で目標値 85%以上を達成した。
- ・ 省インジウム組成 ITO 間に 10 nm 以下の Ag 合金を挟み込んだ薄膜を作製し、従来の特性と同等の薄膜作製に成功した。しかし、金属挟み込み技術による高導電性 ITO 薄膜の耐候性について調べた結果、金属薄膜の膜厚が 30 nm 以下においては耐候性が不十分であった。
- ・ 平成 21 年度の噴霧乾燥機に続き粉体特性装置を設置し粉体特性の最適化を図り、 In_2O_3 が 50 mass%組成の実機スパッタ装置に搭載可能サイズのターゲットを作製した。
- ・ アルカリ溶液に対して In-Sn 溶液を加える、逆混法によって In-Sn 系シングルナノ粒子の合成についてソルボサーマル法を適用することにより、低温焼成性を有するシングルナノサイズの ITO ナノ粒子の液相直接合成に成功した。
- ・ 逆混法により得られた ITO ナノインクを用いて作製した膜は、膜厚 15 nm 以下、透過率 95% 以上、ヘイズ 1% 以下、表面抵抗率 100 Ω / sq であり、本プロジェクトの最終目標にきわめて近い特性を示すことが明らかとなった。

②透明電極向けインジウム代替材料開発

- 1) テーマリーダー：公立大学法人高知工科大学 山本哲也 教授
- 2) 実施体制：公立大学法人高知工科大学、アルプス電気株式会社、株式会社オルタステクノロジー、ジオマテック株式会社、ハクスイテック株式会社、三菱瓦斯化学株式会社
- 3) 事業内容

平成 20 年度の実施事項

- ・ 樹脂から成るカラーフィルター (CF) 上成膜と同じ基板温度条件下で、反応性プラズマ蒸着法 (RPD法)、及び、スパッタ法、両面におけるガラス基板上製膜条件、製膜プロセスを検討した。両成膜技術の優位性の検討を通して、相乗効果を図ったその結果、ガラス基板上で膜厚 150nm の Ga ドープ ZnO 膜 (GZO 膜) において、シート抵抗及び透過率の年度目標値を満足し、かつ、耐熱性、耐薬品性における最終目標値を達成する製膜を実現した。
- ・ 膜厚 150nm の GZO 膜の耐湿性向上を目的としたキャップ層の効果を検討し、その効果を確認した。
- ・ GZO 膜の熱安定性を検討し、熱処理雰囲気、製膜法、製膜条件の違いが与える影響、熱処理による薄膜内亜鉛の蒸発と残留膜応力、電気特性、光学特性の変化との相関について新たな知見を得た。
- ・ 3 インチ小型液晶ディスプレイパネルに実装可能な基本特性 (電気特性・光学特性) を有し、密着性及び耐薬品性においてパネル製造プロセスに適合性のある ZnO 系透明電極付 CF 基板のスパッタ法による製膜技術を開発した。
- ・ 薄膜トランジスタ (TFT) 画素電極において、厚さ 50nm~100nm に対して、線幅 (L) / 線間隔 (S) = 4 μm / 4 μm の微細加工を実現するエッチング液を開発した。加えて、3 μm / 3 μm の加工

見通しまで得た。

- ・ TFTのアルミニウム金属電極とZnO透明電極間のオーミック接触を実現した。
- ・ CF 側共通電極としてZnO系透明電極を用いた3インチ小型液晶ディスプレイパネルの実現に世界で初めて成功した。信頼性評価として、温度60°C、湿度90%の環境下で、パネル点灯特性が変わることなく、連続動作1,000時間以上を達成、実用レベルであることを確認した。本研究開発の意義として、ZnO透明導電膜形成プロセス以外は、ITO電極を用いた従来の液晶ディスプレイパネル製造プロセスから変更することなく、パネル製造ができることを実証したことにある。

平成21年度の実施事項

酸化亜鉛透明電極材料に関する事業：

「ZnO透明導電膜部材（ZnO薄膜）の開発」

- ・ 反応性プラズマ蒸着法による酸化亜鉛透明導電膜材料開発において、Ga添加ZnO（GZO）に微量のインジウム（1%以下）を添加することにより耐湿熱性向上を実現し、耐湿熱性における抵抗変化率の中間目標値を達成した。なお、本件は特許出願（平成22年10月01日）を行っている。
- ・ 反応性プラズマ蒸着法により製膜したGZO膜の光吸収特性や電気特性について、成膜条件および熱処理条件との相関を解明するとともに、キャリア散乱機構の膜厚依存性、ドーパント周囲の局所構造を解明した。
- ・ 製膜法（反応性プラズマ蒸着法とスパッタ法の製膜法）の相違が、GZO膜の電気特性、光学特性にもたらす影響を電気特性・光学特性および耐熱性の観点から検討した。その結果、応用に対する要求特性を満足する適当な製膜法に対する知見を得た。加えて製膜法に依存なく、従来のITO透明導電膜に対する酸化亜鉛透明導電膜の優位性、特に光学特性に対する優位性を明らかにした。
- ・ 薄膜トランジスタ（TFT）アレイ基板側の画素電極において、酸化亜鉛透明導電膜の微細加工に必要なフォトリソグラフィ技術に関連するアルカリ性薬液のpH値、処理温度そして処理時間ならびに酸化亜鉛膜向けの酸性エッチング液の最適化を行った。その結果、フォトリソグラフィに用いる露光装置（コンタクトアライナー）の光学的適用限界を超えた、これまで内外において報告のない、線幅（L）／線間隔（S）＝2 μm／2 μmの微細パターン形成に成功した。
- ・ TFTに用いられるMo／Al重ね電極と酸化亜鉛透明画素電極間の接触抵抗率を評価するためのフォトリソグラフィ用マスクの設計と作製を行った。このマスクを用いて接触抵抗率を評価するためのケルビン多層構造素子の作製技術を開発した。

酸化亜鉛透明電極の液晶ディスプレイパネルへの応用に関する事業：

「大型基板対応製膜技術の開発」

- ・ 大型基板に対応可能な酸化亜鉛透明導電膜製膜技術開発として、反応性プラズマ蒸着法の特徴の一部を直流マグネトロンスパッタ法に応用するための、研究開発用スパッタ製膜装置の設計および製作を行った。

「大型液晶パネルの応用開発」

- ・ 量産用のスパッタ製膜装置を用い、20インチクラス液晶ディスプレイパネル製造プロセスに対応可能な基板サイズ680×880 mmのガラス基板上で、前年度までの320×400 mmのガラス基

板上と同等の電気特性、光学特性を有するGZO膜の成膜を確認した。

- ・大型液晶パネルと同等の製造プロセスからなる20インチ液晶ディスプレイパネルを試作した。酸化亜鉛透明導電膜の今期の耐湿性に関する知見を活かし、酸化亜鉛透明電極表面にキャップ層を設けた透明電極を用いた。その結果、カラーフィルター上透明電極への酸化亜鉛膜の適用にあたって、3インチ小型液晶パネル製造プロセスとは異なる工程に関連した課題（薬液対応、上記キャップ層の本事業の目的を睨んだ膜厚最適化など）を抽出することができた。
- ・酸化亜鉛系透明電極に関する標準化検討委員会の立ち上げに先駆け、有識者からの助言を得るための酸化亜鉛フォーラムを開催（平成22年1月28日、東京秋葉原、参加人数180名）した。

平成22年度の実施事項

酸化亜鉛透明電極材料に関する事業：

「ZnO透明導電膜部材（ZnO薄膜）の開発」

- ・反応性プラズマ蒸着法による酸化亜鉛透明導電膜材料開発において、Ga添加ZnO（GZO）に対して、昨年度のような第3元素（インジウム）を添加することなしに、成膜条件の制御のみにより、耐湿熱性向上を実現し、耐湿熱性における抵抗変化率の中間目標値を達成した。
 - ・反応性プラズマ蒸着法により製膜したGZO膜の光吸収特性や電気特性について、成膜条件および熱処理条件との相関を解明するとともに、粒界のホール移動度への負（大きさの減少）の影響を解明し、その影響を軽減するための方針を立てた。
 - ・製膜法（反応性プラズマ蒸着法とスパッタ法の製膜法）の相違が、GZO膜の電気特性、光学特性にもたらす影響を電気特性・光学特性および耐熱性の観点から検討した。その結果、応用に対する要求特性を満足する適当な製膜法に対する知見を得た。加えて製膜法に依存なく、従来のITO透明導電膜に対する酸化亜鉛透明導電膜の優位性、特に低温成膜条件での光学特性に対する優位性、差別性を明らかにした。
 - ・薄膜トランジスタ（TFET）アレイ基板側の画素電極において、昨年に引き続き、酸化亜鉛透明導電膜の微細加工に必要なフォトリソグラフィ技術に関連するアルカリ性薬液のpH値、処理温度そして処理時間ならびに酸化亜鉛膜向けの酸性エッチング液の最適化および管理方法の精査を行った。その結果、フォトリソグラフィに用いる露光装置（コンタクトライナー）の光学的適用限界を超えた、これまで内外において報告のない、線幅（L）／線間隔（S）＝2μm／2μmの微細パターン形成の再現性確認に成功した。
 - ・TFETに用いられるMo/A1重ね電極と酸化亜鉛透明画素電極間の接触抵抗率を評価するためのフォトリソグラフィ用マスクの設計と作製、およびこのマスクを用いて接触抵抗率を評価するためのケルビン多層構造素子の作製技術の開発を実用化に活かすべく装置の設計を行った。
- 酸化亜鉛透明電極の液晶ディスプレイパネルへの応用に関する事業：

「大型基板対応製膜技術の開発」

- ・大型基板に対応可能な酸化亜鉛透明導電膜製膜技術開発として、反応性プラズマ蒸着法の特徴の一部を直流マグネトロンスパッタ法に応用した研究開発用スパッタ製膜装置により、従来のスパッタリング法よりも、より低抵抗率のZnO透明導電膜を得ることに成功した。

「大型液晶パネルの応用開発」

- ・量産用のスパッタ製膜装置を用い、20インチクラス液晶ディスプレイパネル製造プロセスに対応可能な基板サイズ680×880mmのガラス基板上で、前年度までの320×400mmのガラス基板上と同等の電気特性、光学特性を有するGZO膜の成膜および特性の膜厚依存性を確認した。

- ・大型液晶パネルと同等の製造プロセスからなる20インチ液晶ディスプレイパネルの2回目の試作を行った。
- ・上記、試作に当たって、本プロジェクトの成果を広報し、酸化亜鉛材料開発の推進を国内で図るべく、「酸化亜鉛の最先端技術と将来」なるタイトルの書籍（出版社：シーエムシー出版、平成23年1月31日発刊）の監修（「液晶ディスプレイ用透明導電膜」なる章に本プロジェクトの成果をまとめた）を行った。

③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発

- 1) テーマリーダー：国立大学法人東北大学 杉本 諭 教授
- 2) 実施体制：国立大学法人東北大学、国立大学法人山形大学、独立行政法人物質・材料研究機構、独立行政法人日本原子力研究開発機構、株式会社三徳、インターメタリックス株式会社、TDK株式会社、トヨタ自動車株式会社
- 3) 事業内容

平成20年度の実施事項

- ・磁石原料合金の結晶粒径の微細化では、現在の量産品の結晶粒径より小さい $3.9\mu\text{m}$ を実現した。
- ・原料粉末の超微細化・高純度化装置の雰囲気を高純度化することにより、従来より微細かつ低酸素量の粉末の作製に成功した。また、Nd-Fe-B系焼結磁石を作製して粉末微細化により保磁力増加の傾向を実証した。
- ・ストリップキャスト材において $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の層間隔と凝固長さを評価する技術を確立した。また、焼結磁石においてNdリッチ相存在形態の均一性を評価する技術を確立し、水素処理後の粗粉におけるNdリッチ相存在頻度、ジェットミル後の微粉末におけるNdリッチ相存在状態も明確化した。
- ・磁場中熱処理後急冷することにより、 4kOe 程度の保磁力の上昇を確認した。
- ・粒子サイズ $3\mu\text{m}$ 以上の $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ エピタキシャル薄膜を作製した。
- ・Dyリッチ原料合金の組成・組織の検討、粉体特性の最適化により、シエル化率：80%以上を達成し、焼結磁石における保磁力、残留磁化の増加を確認した。
- ・既存の商用焼結磁石のマルチスケール解析により、最適化熱処理の有無、Cu、Al添加の有無による保磁力変化のメカニズムの解明を行い、焼結磁石で保磁力を高めるために必要な界面ナノ構造について知見を得た。
- ・中性子小角散乱で強磁場プロセス中のその場観察を行えるようにするための超伝導磁石の設計・製作を行った。また、Nd-Fe-B焼結磁石に対する中性子小角散乱測定を実施し、内部平均構造と保磁力の相関について示した。
- ・Nd-Fe-B系焼結磁石において微細結晶粒子群の磁化測定に成功し、結晶粒子集団における反転領域の発生機構が保磁力発現機構に重要な役割を果たしていることを示した。
- ・ $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ の結晶粒表面の磁気特性を電子論的立場から評価し、保磁力が結晶粒の表面状態によって強く支配されることを明らかにした。
- ・磁石の損失分布を提示するとともに到達磁石性能のケーススタディーを完了した。

平成21年度の実施事項

研究開発の中間目標である「結晶粒径の微細化、強磁場プロセスによる界面ナノ構造制御技術等の開発により、ジスプロシウム（Dy）使用量原単位20%削減」に対し、結晶粒径の微細化技術

の開発により、粉末粒径を $2.7\mu\text{m}$ まで小さくすることにより高保磁力を実現し、Dy 20%~30%削減に相当する磁気特性を有するDyフリー焼結磁石の作製に成功した。一方、界面ナノ構造制御技術の開発により、全粒子の82%にDyリッチシェルを形成させ、Dy20%削減に相当する磁気特性を有する焼結磁石の作製に成功しており、研究開発の中間目標を達成している。

なお、本研究開発テーマでは参画機関を(a)から(d)に示した研究開発グループに分け、各グループ間の連携を図って研究を行ってきた。これまでににおける各研究開発グループの進捗を示すと以下ようになる。

(a) 「結晶粒の微細化・原料粉末最適化による保磁力向上技術の開発」 (微細化Grp)

- 原料合金開発では dendrite 間隔 $2\mu\text{m}$ を達成し冷却速度によるDyの分布傾向を把握した。また、結晶核生成段階で溶湯に応力を加えることによりさらなる微細化が可能であることを知見した。
- 焼結磁石においてはジェットミルの最適化により原料粉末粒径 $1\mu\text{m}$ まで微細化を達成し、Dy削減率20%相当磁石の開発に成功した。
- 組織最適化に関する研究では、ストリップキャスト(SC)材の組織とジェットミル(JM)粉末におけるNdリッチ相の存在形態の定量的評価から、SC材の厚みを薄くすればラメラ間隔を小さくできること、JM粉末粒径が小さいほど、Nd-richの付着率が低下することを明らかにした。この結果から、新原料合金作製手法を提案した。さらに薄膜を用いた粒界モデルの組織観察から、保磁力の回復には粒界に形成されるアモルファス相が関係することを世界で初めて提唱した。

(b) 「界面ナノ構造制御による保磁力向上技術の開発」 (界面Grp)

- 強磁場印加による保磁力向上の研究では、Dyを10%含有する試料において、強磁場中熱処理による 6 kOe の保磁力上昇を観測した。一方、粒径微細化試料に対しても、強磁場中熱処理による 5 kOe の保磁力上昇を観測した。
- 薄膜を用いたモデル界面を作製する研究では、 $\text{SiO}_2/\text{Ta}(110)$ 上で最大粒径 $5\mu\text{m}$ 程度の $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 粒子作製に成功した。また、サファイア(110)/ $\text{Mo}(110)$ 上で最大粒径 $2\sim 3\mu\text{m}$ 程度のエピタキシャル $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 単結晶粒子の作製に成功し、Nd overlayer を被覆して熱処理することによって、 14 kOe の保磁力上昇を実現した。
- Dyを結晶粒界に集中させて高保磁力磁石を開発させる技術では、中間目標値であるDy削減率20%磁石(8%Dy-30kOe)を実現した。また、同磁石の界面組成が従来と異なることを確認した。

(c) 「界面構造解析と保磁力発現機構解明による指導原理の獲得」 (解析Grp)

- 高速アトムプローブ用検出器の導入によって解析手法を高度化し、焼結磁石粒界近傍のDy他の元素分布を定量的に明らかにした。
- 中性子小角散乱法で得られる散乱パターンに、焼結温度や焼結粒径による内部平均構造の相違が敏感に現れること、散乱パターンと保磁力の間に強い相関があることを確認した。
- 粒子集団での磁化反転を確認、協同現象単位としての粒子集団径を $10\sim 100\mu\text{m}$ サイズと磁区構造観察から見定め、そのサイズの微小磁石試料を作製し、体積測定を行い、表面全体にDy等の金属スパッタを行う手法を確立した。また、試料の調製から測定まで、一切大気と遮断して行える手法も確立した。
- 電子状態に関する第一原理計算からR-Fe-Bの磁気特性を評価する手法を確立し、NdFeB粒界における磁気異方性定数が面方位によってバルクと異なる符号になることを示した。この結果を

マイクロ磁気シミュレーションに用いることにより、粒界近傍から磁化反転が始まり、粒全体の保磁力が40%程度低下する可能性があることを示した。

(d) 「自動車用磁石への応用」 (応用Grp)

- ・シミュレーションにより最適モータ設計を行い、Dy30%低減させたNd-Fe-B系焼結磁石の使用によるモータトルク向上率ならびにその場合における必要保磁力を明らかにした。

平成22年度の実施事項

研究開発の最終目標である、「結晶粒径の微細化、強磁場プロセスによる界面ナノ構造制御技術等の開発により、ジスプロシウム (Dy) 使用量原単位30%削減」に対し、結晶粒径微細化技術によって粉末粒径を1.2 μ mまで小さくし、高保磁力でかつDy量40%削減に相当する磁気特性を有するDyフリー焼結磁石の作製に成功した。一方、界面ナノ構造制御技術でも、全粒子に均一にDyリッチシェルを形成させるH-HAL (Homogenous High Anisotropy Field layer) 法によって、Dy量25%削減に相当する磁気特性を有する焼結磁石の作製に成功しており、研究開発は順調に進捗している。

なお、本研究開発テーマでは参画機関を (a) から (d) に示した研究開発グループに分け、各グループ間の連携を図って研究を行ってきた。これまでににおける各研究開発グループの進捗を示すと以下のようなになる。

(a) 「結晶粒の微細化・原料粉末最適化による保磁力向上技術の開発」 (微細化Grp)

- ・原料合金開発では結晶核生成段階で溶湯に応力を加えることで2 μ m以下の結晶粒を持つ合金が作製可能になった。また、量産化に向けた検討では、ストリップキャスト法を改良し、連続的に溶湯に応力を加える鑄造法の完成に向け検討を進めた。
- ・焼結磁石においてはジェットミルの最適化により原料粉末粒径1 μ mまで微細化を達成し、焼結・熱処理条件の最適化と合わせて、Ndリッチ相をある程度細かく分散することに成功した。これによりDy削減率40%相当磁石の開発に成功した。
- ・組織最適化に関する研究では、焼結体組織の定量化評価を行い、1 μ m程度の微細な粒子からなる焼結体の粒子が、a面方向に伸びていること、高い保磁力が得られた磁石においては、そのNdリッチ相の三重点の分布が理想状態に近づいていることを見出した。

(b) 「界面ナノ構造制御による保磁力向上技術の開発」 (界面Grp)

- ・強磁場印加による保磁力向上の研究では、新規に構築したネオジム系焼結磁石のための強磁場プロセス装置を用いることで、Ndリッチ相に力を生じさせることでその構造制御の可能性を示し、最大6 kOeの保磁力上昇を確認した。
- ・薄膜を用いたモデル界面を作製する研究では、サファイア/Mo(110)単結晶下地層上で50 nmから2 μ m程度の粒径のエピタキシャルNd₂Fe₁₄B粒子の作製に成功した。また、MgO(100)/Mo(100)単結晶下地層上で粒径100 nm程度の孤立したエピタキシャルNd₂Fe₁₄B単結晶微粒子の作製に成功した。両試料ともにNd overlayerを被覆して熱処理することによって、11 kOeの保磁力上昇を実現し、最高26 kOeの保磁力を達成した。
- ・Dyを結晶粒界に集中させて高保磁力磁石を開発する技術では、上記H-HAL法において、平成21年度までにDy削減率20%(8%Dy-30kOe)の結果を得ていたが、平成22年度は主に組成調整によりDy削減率を25%(7%Dy-29kOe)に改善し、最終目標のDy削減率30%(7%Dy-30kOe)に着実に近づいている。

(c) 「界面構造解析と保磁力発現機構解明による指導原理の獲得」 (解析Grp)

- ・高速アトムプローブ用検出器の導入によって解析手法を高度化し、焼結磁石粒界近傍のDy他の元素分布解析の効率を著しく高め、試作焼結磁石の結晶粒界の定量解析を実施した。
 - ・非偏極及び偏極中性子小角散乱法を用いて、焼結主相粒の異方的な形状と保磁力の間に相関があることを明らかにした。
 - ・粒子集団の磁化反転について、平均結晶粒子径が $5\mu\text{m}$ と $3\mu\text{m}$ の2種の試料について、表面酸化と機械的ダメージの保磁力と飽和磁化に及ぼす影響を分離するため、 $20 - 120\mu\text{m}$ サイズの微小試料を異なる酸素分圧下で調製し、約100試料の高感度測定を行い、酸化の影響の方が大きいことを確認した。また、微小試料でも研磨面（c面とそれに垂直面）の相違の影響が顕著であることを確認した。
 - ・電子状態に関する第一原理計算からDyFeBの結晶磁気異方性を評価し、DyFeB粒界においてもNdFeB粒界と同様、磁気異方性定数が面方位によって負符号になることを示した。ただし、NdFeB結晶粒において表面から5層程度をDyで置換することで保磁力は増大することがマイクロ磁気シミュレーションにより示された。
- (d) 「自動車用磁石への応用」 (応用Grp)
- ・シミュレーションにより最適モータ設計を行い、Dyを30%低減させる事で得られると期待される高磁束密度により、出力密度を1.65倍に向上させた。

④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発

- 1) テーマリーダー：独立行政法人産業技術総合研究所 小林 慶三 相制御材料研究グループ長
- 2) 実施体制：独立行政法人産業技術総合研究所、住友電気工業株式会社
- 3) 事業内容

平成20年度の実施事項

- ・試作した雰囲気制御型の通電接合装置によりタングステン量を70質量%未満にしたサーメット合金基材に超硬母材つきcBNを接合した。接合には機械的合金化等の処理によって作製したインサート材料を使用。接合強度が100MPa以上であることを確認。さらに1000°Cの加熱を行っても剥離しないことを確認した。
- ・TiCNを主成分とするサーメット合金とWCを主成分とする超硬合金を同時に焼結した際の界面状態を詳細に調べた。界面での反応に炭素量が影響することを明らかにし、同時焼結のための基礎データを収集した。さらに積層プレス成形を行うため、新しいコンセプトの装置を導入し、プレス条件等について検討した。また、焼結時の硬質粒子の結晶成長メカニズムを調べ、構成粒子の大きさを制御した焼結技術の基礎検討を行った。

平成21年度の実施事項

- ・雰囲気制御通電接合技術により耐熱性を損なわずに、タングステン量が70質量%未満のサーメット合金基材に超硬合金母材つき硬質材料を120秒/個以内で接合できるインサート材料を開発した。得られた実用チップ形状の試作品は、焼入れ鋼の連続切削試験において従来のロウ付け切削工具と同等の性能を達成した。なお、評価はコーティング処理を行わずに実施し、チップ材質のみの評価を精密に行った。超硬母材なしの硬質材料をタングステン量が70質量%未満のサーメット合金基材に通電接合する技術へ高度化を図っている。

- ・炭窒化チタン系硬質粒子と結合金属相との反応性を評価し、焼結特性及び伝熱特性の改善を行った。さらに、多相組織硬質材料と被削材との反応性を評価し、切削工具としての性能を確認した。
- ・これらの知見から、異種硬質材料粉末から複合構造硬質切削工具をプレス成形したのち、同時焼結できる技術を構築した。タングステン量を72質量%未満とした3次元ブレーカ付チップを試作してコーティング処理を施した後、一般鋼の連続旋削試験を行い、従来の超硬合金切削チップと同程度の性能を達成した。

平成22年度の実施事項

- ・雰囲気制御通電接合技術により、タングステン量が55質量%未満のサーメット合金基材に超硬合金母材つき硬質材料を120秒/個以内で接合できるインサート材料を開発した。さらに、接合強度を向上するため、インサート材料の配置技術についても開発した。超硬母材なしの硬質材料をサーメット合金基材に100MPa以上の接合強度を得ることができた。一連の接合作業をさらに短時間で実現するため、ロボットを組み込んだ接合技術の高度化を図っている。
- ・炭窒化チタン系硬質粒子を主成分とするサーメットと超硬合金の焼結特性を詳細に調べ、同時焼結するための要素技術を精査した。サーメット粉末と超硬合金粉末を積層状にプレス成形する技術を開発し、合金組成や焼結条件などを適正化して、変形量を抑えた切削工具（M級チップ）を試作した。また、サーメット/超硬界面における反応相を詳細に調べ、同時焼結における密着性を改善した。硬質粒子を球状化することで破壊靱性 K_{1c} が $10\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$ を超える材料を開発した。
- ・タングステン量を60質量%未満とした3次元ブレーカ付チップを試作して、断続切削試験が行えるよう技術の高度化を図っている。

⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発

- 1) テーマリーダー：国立大学法人東京大学 林 宏爾 名誉教授
- 2) 実施体制：独立行政法人産業技術総合研究所、財団法人ファインセラミックスセンター、株式会社タンガロイ、富士ダイス株式会社
- 3) 事業内容

平成20年度の実施事項

- ・新規炭窒化物固溶体粉末の合成条件を確立し、同粉末を用いたサーメットの焼結条件の検討、焼結したサーメットの組織の観察と解析、破壊靱性、硬さ、熱伝導率などの特性を明らかにした。また、レーザーCVD法によってアルミナ等のハードコーティング温度を従来よりも低温化することに成功し、サーメット基材へのコーティング技術開発を大きく進展させた。
- ・切削工具用サーメット開発のための新規固溶体粉末等を用いたサーメットを作製し、切削工に成功し、サーメット基材へのコーティング技術開発を大きく進展させた。
- ・耐摩耗工具用サーメット開発についても新規固溶体粉末等を用いたサーメットを作製し、組織、材料特性等を明らかにすると共に、サーメット大型部材の焼結時の割れの原因を解明した。

平成21年度の実施事項

- ・新規固溶体粉末等を用いて開発したサーメットの強度、靱性、熱伝導率などと組織学的因子との関係を明らかにし、また TEM 観察等によって新規サーメット組織の特徴を明らかにした。
- ・サーメット焼結体の変形・そりなどのシミュレーション技術、液相の接触角の精密測定技術を

確立した。

- ・サーメット基材にレーザーCVD法によってアルミナおよび窒化チタン膜をコーティングする条件を明らかにした。切削工具用および耐摩耗用の新規サーメットの材料特性、切削性能、耐摩耗性、被研削性を明らかにした。そして、それらの研究を通して本テーマに関する中間目標を達成した。

平成22年度の実施事項

- ・(Ti, Mo) (C, N)等の新規固溶体粉末等を用いてサーメットを作製し、均質化および微粒化技術を確立した。
- ・サーメットのTEM観察技術によって硬質相粒子界面等の微構造の特徴を明らかにし、サーメットの成形体構造評価技術を確立した。
- ・レーザーCVD法によるサーメット基材へのアルミナのコーティングにおいて、その組織制御技術等を確立した。
- ・切削工具用サーメットとして、新規固溶体粉末を用いた高熱伝導率及び高破壊靱性値サーメットを開発すると共に、サーメット表面の傾斜組成化を実施して高靱性層を形成することに成功した。
- ・耐摩耗工具用サーメットとして、(Ti, Mo) (C, N)等の新規固溶体粉末を用いたサーメットの組織と特性を明らかにし、また大型サーメットのための成形・焼結技術、加工技術を開発した。

⑥-1 排ガス浄化向け白金族使用量低減技術開発及び代替材料開発／遷移元素による白金族代替技術及び白金族の凝集抑制技術を活用した白金族低減技術の開発

- 1) テーマリーダー：日産自動車株式会社 関場 徹 主幹研究員
- 2) 実施体制：国立大学法人電気通信大学、国立大学法人名古屋大学、早稲田大学
- 3) 事業内容

平成21年度の実施事項

- ・Feを使った触媒活性点として触媒活性を高めるためにはFeを2価の状態にしておくことが必要であること、COとの結合エネルギーが高いと触媒活性点として機能低下することが粉末を使った触媒活性試験及び第一原理計算に基づくシミュレーションから明らかになった。これを具現化する活性点としてFeにLaやPrを添加したペロブスカイト型酸化物等が有効であることがわかった。今回の結果からCOとFe活性点の結合エネルギーが遷移元素触媒活性点選択の指標の一つとして使えることが明確になった。
- ・耐久試験後の貴金属粒子径をシングルナノオーダーに留める方策として基材粒子径を数百nmに小さくすることが有効であるが、従来よりも約20%基材粒子径を小さくする触媒製造法を明らかにした。
- ・DPF触媒において、HC、CO、O₂、NOを考慮したPM反応速度の定量化手法及び気孔率約60%、平均細孔径16 μmのDPFをベースに、HC、CO、O₂、NOを考慮したPMの反応モデルを作った。
- ・プラズマによる触媒反応性向上確認試験として、充填層及びディップコート触媒を用いた反応装置によるNOの分解、および吸蔵能力の評価を行い、常温でもプラズマ併用下ではPt/Ba系触媒は高いNO分解能、吸着能を有していることを明らかにした。
- ・プラズマを触媒層上流で発生させた状況を模擬し、触媒にオゾンを供給してC₃H₈、CO、NO酸化反応試験を行い、いずれも反応温度が低温化することを確認した。さらに、オゾンによる低温

化の効果代とPt担持量との関係から、反応温度200～250℃の範囲でPt担持量が50%程度低減できる可能性が示された。一方、NO_x直接分解反応への促進効果は確認できなかった。

- DOCとDPFとの機能一体化のため、エンジン始動時のHCおよびCO浄化に対するDOCとDPFの分担率を求めた。COは、ほぼすべてDOCで浄化しているが、HCはDPFも浄化に寄与していることが明らかになった。

平成22年度の実施事項

- 白金族代替材料技術

Feを使った触媒活性点として触媒活性を高めるためには、Feの電子状態を還元側にシフトすることが必要である。酸化セリウム等の酸素吸蔵放出材料に担持することによって担持基材とFe酸化物の間の相互作用によりFeの酸化数が還元側にシフトし、反応の酸化還元サイクルが促進されることを明らかにした。

微細な鉄化合物活性点は、高温の使用条件で容易に凝集粗大化し活性低下することが問題であるが、この問題に対し、担持基材のナノ粒子間に鉄化合物を配置する調製法を開発した結果、800℃以上のエンジン排ガス耐久後も数ナノメートルの微粒子を維持することに成功した。

耐久試験後の白金族粒子径をシングルナノオーダーに留める方策として基材粒子径を数百nmに小さくすることが有効であるが、従来よりも基材粒子径を約50%小さくする触媒製造法を明らかにした。

白金ナノ粒子の粒径、触媒活性、白金ナノ粒子にレーザー光を当てた時の電子の（緩和）応答特性との間に相関関係があることが分かった。

- プラズマによる触媒反応促進技術

プラズマ反応場における触媒反応促進効果を解析し、プラズマ放電時の触媒へのNO_x吸着促進挙動、酸素及び水蒸気の共存影響、投入電圧の効果、NO_x吸蔵材料濃度の影響を明らかにした。プラズマ反応場でPt-Ba/アルミナ等の触媒を使用することによって200℃以下の低温域においてもNO分解反応におけるN₂への選択性が90%以上にまで高まる。触媒とプラズマ反応場の組み合わせの有効性を検証した。

- DPF反応性向上シミュレーション技術

X線CTによって得られたDPF内部構造のデータ、酸化反応の活性化エネルギー等を用いてシミュレーション解析のための計算コードを作成した。これによりDPF内部のガス流れ及びパーティキュレートの堆積・反応過程の解析が可能となった。

- 触媒機能統合システム

酸化機能を統合したDOC+DPF触媒は、HCの低温活性向上が課題であることがわかった。エンジン始動時のHCおよびCO浄化に対するDOCとDPFの分担率を調べると、COについては、ほぼすべてDOCで浄化しているのに対して、HCについてはDPFも浄化に寄与していることが明らかになった。

また、DOC+DPF触媒の下流にLNTを配置することを考慮し、還元雰囲気下での還元剤の透過量を調べた。DOCのみに比べ約1/4まで低下することがわかった。

⑥-2 排ガス浄化向け白金族使用量低減技術開発及び代替材料開発／ディーゼル排ガス浄化触媒の白金族使用量低減化技術の開発

- 1) テーマリーダー：独立行政法人産業技術総合研究所 浜田秀昭 新燃料自動車技術センター副センター長

2) 実施体制：国立大学法人名古屋工業大学、国立大学法人九州大学、三井金属鉱業株式会社、水澤化学工業株式会社

3) 事業内容

平成21年度の実施事項

- ・酸化触媒に関し、種々の酸化物担体に白金を担持した触媒の炭化水素酸化およびNO酸化活性を評価し、触媒活性と耐久性に対する担体効果ならびに白金分散度の効果を明らかにし、触媒活性支配因子の解明につながる知見を得た。
- ・酸化触媒の調製法として、シングルナノサイズの白金及びパラジウムを凍結乾燥ゲル担体に高分散するプロセッシング技術を確立し、その最適化により市販触媒に比べて30℃以上触媒反応温度を低温化させることに成功した。また、白金および第2成分金属のセリウムを複合化したナノ粒子の液相合成について検討し、白金粒子の周囲にセリウムを単分子層状に固定化した新規複合ナノ粒子を得ることに成功した。
- ・触媒担体に関し、各種金属イオンを添加したシリカアルミナ系メソ多孔質材料を検討し、金属イオンの添加手法とメソ細孔径分布の制御手法を確立した。また、耐熱性および耐硫黄性に優れたベース担体としてアルミナが優れていることを明らかにした。さらに、担体の多元構造を表現する計算手法としてハニカムチャンネル部におけるシミュレーションプログラムを作成した。
- ・DPF用白金代替銀触媒に関し、種々の添加元素によりHC/CO浄化性能が変化することを確認した。また、銀の分散状態および酸化能力を調べ、CeO₂上の銀は高分散状態かつ高酸化能を有し、ZrO₂上の銀は低分散でも酸化作用を示す酸素種を多く保持することを見出した。
- ・多様なコート法によってコートされた触媒をディーゼル発電機排ガス評価装置とエンジンベンチで評価し、多層化コート法によるNO酸化活性が低温領域において促進することを確認した。また、既存触媒（中型トラック）に関するベンチマーク試験を行った。

平成22年度の実施事項

- ・酸化触媒の活性種について、担体効果、金属粒子径効果、添加物効果を検討し、NO酸化については担体の表面酸塩基性や活性種の複合により特性が向上すること、また炭化水素酸化については金属粒子径効果とともに、第2成分添加、活性種の複合により活性が向上することを見出した。
- ・酸化触媒に関して、凍結乾燥ゲルの細孔構造を最適化することにより、高温耐久後の触媒活性を改善し、市販触媒と比較して高い活性を有する触媒の開発に成功した。また、白金および第2成分金属のセリウムを複合化したナノ粒子の合成を検討し、セリウムの周囲に白金を単分子層状に固定化した新規複合ナノ粒子を得ることに成功した。
- ・酸化触媒の担体について、金属イオン添加シリカが高い炭化水素酸化活性を有すること、及び、酸化活性と担体酸性に相関性があることを見出した。また、担体のマクロ構造制御によりミストの影響を抑制できることを見出すとともに、確立した3次元マルチスケールシミュレーションの技術により、マクロ孔構造とハニカム触媒の性能の相関を明らかにした。
- ・酸化触媒の触媒構造やコート方法を検討し、大細孔を有する触媒構造にすることで低温での触媒性能が向上することを見出し、白金族金属を大幅に低減できる可能性を示した。
- ・DPF用白金代替銀触媒に関し、機能分離コートの最適化で炭化水素酸化性能が向上すること、及び、銀合金系触媒により耐熱性が大きく向上することを見出し、白金族を大幅に低減できる

可能性を示した。また、スス燃焼反応の速度論的解析を行い、燃焼に対する担体酸素の関与が銀上の酸素の寄与に比べて少ないことを明らかにした。

- ・酸化触媒とDPF触媒の組み合わせシステムの評価が可能となり、既存触媒に対する開発触媒のベンチマーク試験を行った。

⑦-1精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／代替砥粒及び革新的研磨技術を活用した精密研磨向けセリウム低減技術の開発

1) テーマリーダー：財団法人ファインセラミックスセンター 須田 聖一材料技術研究所エレクトロ・マテリアル部長

2) 実施体制：財団法人三重県産業支援センター、財団法人ファインセラミックスセンター、国立大学法人東北大学、国立大学法人九州大学、国立大学法人京都大学、秋田県産業技術総合研究センター、株式会社小林機械製作所、サイチ工業株式会社

3) 事業内容

平成21年度の実施事項

- ・使用するガラスのモデル化をおこなった。様々な種類、粒径、密度、硬度、格子欠陥を有する砥粒を用いた時の研磨プロセス計算が可能になるよう、研磨プロセスシミュレータの開発を行った。
- ・既存砥粒の研磨メカニズムの解明を行うため砥粒特性の評価技術を構築するとともに、既存砥粒の固溶元素と研磨特性との関係を明らかにした。
- ・代替砥粒の候補となる複合酸化物について、 $0.5\sim 2.0\mu\text{m}$ の範囲で粒径や粒度分布を合成できるプロセスを最適化し、モデル候補材についても化学研磨特性が発現することを明らかにした。
- ・既存砥粒等によるガラス基板の研磨条件の詳細を明らかにするとともに、ガラス表面の前処理（レーザー等）による研磨特性に及ぼす効果を実証した。
- ・電界砥粒制御技術における研磨メカニズムを解明するために可視化実験装置を開発し、研磨中の挙動を明らかにした。また、既存の研磨設備に導入が可能なシステムキットを開発した。

平成22年度の実施事項

- ・酸化セリウム砥粒による研磨シミュレーションを行うことで、原子拡散、電子状態、化学反応を解明し、酸化セリウムがこれまでに有効な砥粒として利用されてきた理由を明らかにした。
- ・モデル材の組成および構造、特に欠陥構造が研磨特性に対する影響について、酸化セリウムを中心に検討し、酸素欠損の局在が研磨特性に大きく影響することを明らかにした。
- ・カチオンを部分置換した SrFeO_3 の研磨特性について検討し、Bサイトへの置換が研磨特性向上に極めて有効であることを明らかにした。
- ・既存砥粒の改良により酸化セリウムに匹敵する代替砥粒を開発した。また、各種砥粒の化学反応性の程度を示す指標を発見した。ガラスの研磨機構メカニズムで重要となる、水のガラスに対する影響について調査する。高温高压状態の水環境を実現できるチャンバーの中でガラスの処理を行い、表面状態の変化を確認した。
- ・密閉式ベルジャー型CMP装置を適用して、高压空気環境下で通常の研磨の2倍以上の研磨レートが得られることを発見し、酸化セリウム砥粒の50%低減の可能性を見出した。
- ・酸化マンガン系砥粒によっても、通常研磨の1.5倍の研磨特性を確認した。

- ・新しいスラリーの流入/排出タイプのパッド溝パターンを設計・提案し、スラリー供給量が少なくても効果的な研磨特性が得られる可能性を明らかにした。
- ・片面高速研磨技術である電界制御トライボケミカル研磨技術を発明し、研磨レートが通常の2倍にさらに砥粒使用量を80%削減可能な研磨技術を開発した。ここで、1wt%のスラリー濃度においても良好な研磨特性が得られることを実験を通して明らかにし特許申請を行った。
- ・電界研磨技術の評価実験機である大型電界制御研磨評価装置を導入し、トライボケミカル研磨技術の効果及び電界トライボケミカル研磨技術における電界効果を検証し、実用化に向けての課題を抽出した。
- ・砥粒の使用量削減技術として、ラボベースにてスラリー濃度10wt%を用いて、両面研磨技術である電界スラリー制御CMP研磨技術にて研磨レートが34%向上することを明らかにした。
- ・電界研磨技術の評価実験機である大型電界制御研磨評価装置を用いて1wt%の低濃度スラリーを用いて研磨レートが20%向上することを確認した。

⑦-2 精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／4BODY研磨技術の概念を活用したセリウム使用量低減技術の開発

- 1) テーマリーダー：立命館大学 谷泰弘 教授
- 2) 実施体制：立命館大学、株式会社アドマテックス、九重電気株式会社、株式会社クリスタル光学
- 3) 事業内容

平成21年度の実施事項

- ・有機無機複合砥粒の母粒子としてウレタン素材が優れていることを確認した。従来多用されている多孔質ウレタン樹脂研磨パッドとの組合せで仕上げ面粗さが向上することを見出した。
- ・メディア粒子として利用するポリマ微粒子の製造時に使用される界面活性剤が研磨能率を低下させることを突き止めた。無機メディア粒子の場合はその現象が生じず、添加率とともに研磨特性が向上する条件が存在することを明らかにした。
- ・酸化セリウムを砥粒に使用したガラス研磨のための研磨パッドとして、多孔質エポキシ樹脂研磨パッドが優れていることを確認した。多孔質エポキシ樹脂研磨パッドの場合には研磨パッド内にセリアを含有させない方が研磨能率が向上することを明らかにした。
- ・研磨パッドに0.1mm以上の硬質粒子を含有させた隙間調整型研磨パッドを使用して、直径100mmのガラス質工作物を溝加工を施すことなく均一に加工できることを確認した。

平成22年度の実施事項

- ・多孔質エポキシ樹脂研磨パッドを使用すれば、研磨能率が2倍以上となり、仕上げにかかる時間を半減できることを見出した。また酸化ジルコニウムを代替砥粒として使用できることを明らかにした。これを受けて、有識者委員および実用化推進委員に前倒しでサンプル提供を開始した。
- ・多孔質エポキシ樹脂研磨パッドが優れる理由は砥粒のパッド上への滞留性であることを見出した。そのことから、砥粒の滞留性が悪化する高加工圧・高工具速度・低砥粒濃度の加工条件の時にその効果が顕著となることを確認した。また、硬質なガラス質工作物の研磨に対しては、砥粒の滞留性が向上する低硬度の多孔質エポキシ樹脂研磨パッドが優れていることを確認した。

- ・有機無機複合砥粒の滞留性を向上させるために、シリカを含有させて比重を高めた複合砥粒および異形粒子を母粒子とした複合砥粒を開発した。その結果研磨能率が4割以上向上することを見出した。これを受けて、有識者委員および実用化推進委員に前倒しでサンプル提供を開始した。
- ・上記の比重を向上させた有機粒子および異形の有機粒子を複合粒子研磨法の母粒子として採用した結果、複合砥粒の場合と同様に研磨特性が向上することを確認した。
- ・化学研磨により遊離砥粒研磨と同等の研磨特性を実現するためには、エッチャントの選択および加工面へのエッチャントの効率的な供給が重要であることを見出した。

⑧蛍光体向けテルビウム・ユウロピウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／高速合成・評価法による蛍光ランプ用蛍光体向け Tb、Eu 低減技術の開発

- 1) テーマリーダー：独立行政法人産業技術総合研究所 赤井智子 高機能ガラスグループ長
- 2) 実施体制：独立大学法人産業技術総合研究所、国立大学法人新潟大学、国立大学法人東北大学、三菱化学株式会社、パナソニック株式会社

3) 事業内容

平成21年度の実施事項

- ・試料溶融・合成炉を購入し、蛍光体の新規組成探索を行った。また、希土類量が削減できる可能性があると考えられる蛍光体組成が見出されたため、蛍光特性の評価や量産方法の検討を行った。
- ・X線構造シミュレータを用いて実際に得られた新規蛍光体の構造とX線パターンの検討を行った。また、発光メカニズムや温度特性を検討するための計算手法の検討を行った。
- ・発光シリカを作製するためにCuの発光に適切なポラスシリカの種類、添加組成を検討した結果、適切な孔径、添加剤を見出した。また、ゾルゲル法を用いてガラス上に皮膜を形成する手法について検討した。
- ・蛍光体を塗布したガラスからの可視光の外部への取り出し効率を評価する装置を設計・購入し、実際のランプの試料と比較した。また、放電下での加速劣化装置について、実際のランプ条件を模倣した予備的な試験を行い、装置を設計・試作した。
- ・電磁石型の低磁場タイプの磁石でR、G、Bの混合した蛍光体の分離性能を予備検討し、その結果、蛍光体が種別分離できる可能性を見出した。

平成22年度の実施事項

- ・イメージ炉、及び、高速昇温炉を導入し、蛍光体試料の大量合成法を確立し、特に赤色蛍光体をターゲットとしてMn系代替組成、Eu³⁺系の組成を探索した。
- ・蛍光体の発光波長と量子化学計算から求められる構造因子との関連を明らかにした。その結果、Eu²⁺の発光波長と構造因子の間の相関パラメーターが明らかになった。
- ・Tbを含む既存組成の緑色蛍光体の希土類濃度依存性を検証した。その結果から、青、赤、緑、青の蛍光体を混合した場合には、単体の緑色蛍光体の輝度低下率ほど粉体輝度が低下しないことが予測されたため、低減型蛍光体を用いてランプ試作を行い、初期光束、光速維持率の評価を行った。
- ・発光シリカの高輝度化を行った。CuにAl、Gaを添加すると蛍光強度が著しく増大することを見出した。またMnをドーピングしても高効率な蛍光体が見出された。

- ・市販の高磁場勾配磁選法を用いて、ハロリン酸カルシウム、青色、赤色、緑色の各色の蛍光体を分離することのできる分散媒組成の組み合わせを見出した。
- ・蛍光体の高速評価装置の作製と基本性能の検証を行った。

⑨-1 Nd-Fe-B 系磁石を代替する新規永久磁石及びイットリウム系複合材料の開発／Nd-Fe-B 系磁石を代替する新規永久磁石の研究

- 1) テーマリーダー：東北大学未来科学技術共同研究センター 高橋研教授
- 2) 実施体制：東北大学、京都大学、倉敷芸術科学大学、千葉工業大学、戸田工業、帝人、トヨタ自動車、物質・材料研究機構、
- 3) 事業内容

平成 21 年度～平成 22 年度の実施事項

Fe-N 系：

- ・直接合成法/間接合成法において、多岐の合成プロセスを検討し Fe-N 系を実現し得る新たな合成手法の獲得ならびに最適な合成条件を探索する。
- ・材料計算化学的手法として、第一原理計算を用いて、新たな Fe-N 系高直異方性材料の探索を行う。
- ・既存の希土類磁石を用いたモータと比較・検討することで、モータ応用の観点から見た新規磁石 (Fe-N) の特徴と位置づけを明らかにする。

R-Fe-N 系：

- ・バインダ技術、複合場焼結技術、冷間圧縮せん断法、超高压法などの固化方法—磁気特性—組織に関する情報を得る。
- ・微細構造をミクロスケールから原子レベルまでのマルチスケール解析を行い、微細構造と保磁力の因果関係を解明し、磁石特性を最適化するための微細構造因子を検討する。

⑨-2 Nd-Fe-B 系磁石を代替する新規永久磁石及びイットリウム系複合材料の開発／超軽量高性能モータ等向けイットリウム系複合材料の開発

- 1) テーマリーダー：産業用超電導線材・機器技術研究組合 和泉輝郎 特別研究員
- 2) 実施体制：産業用超電導線材・機器技術研究組合、東北大学、名古屋大学、九州大学、早稲田大学
- 3) 事業内容

平成 21 年度～平成 22 年度の実施事項

- ・超長尺イットリウム系複合材料における希少金属使用量低減技術開発として、エキシマレーザー PLD 法及び TFA-MOD 法に対し、超長尺成膜時の課題を抽出し、対策を施した装置の開発を行った。具体的には、エキシマレーザー PLD 法では高速移動対応加熱システムなどの機能を、TFA-MOD 法ではガス流及び温度シミュレーションによる制御構造などを取り入れた装置を開発し、これらを用いて、超長尺イットリウム系複合材料作製のプロセス条件の適正化を実施し、目標を達成した。
- ・イットリウム系複合材料の製造工程における希少金属利用率等の効率向上技術開発として、レーザーCVD 法及び YAG レーザーPLD 法の連続成膜装置を導入し、高収率プロセスの開発を行った。レーザーCVD 法による効率向上技術開発においては、液体原料供給装置を具備した成膜装置を設計・製作し、成膜条件の適正化を行ない、YAG レーザーPLD 法では、プルーム

内での成膜条件の検討を行なうことで、いずれの手法においても約 $2\text{MA}/\text{cm}^2$ (@77K, 自己磁場) の特性を得ると共に収率 40%を見通す技術を開発した。

- ・イットリウム系複合材料を用いた回転機要素技術開発における、回転機適正構造の概念設計においては、下突型コイル形状を採用した 500kW 級モータの粗設計を行い、同規模の永久磁石モータに比して使用する希土類重量が 1/10 以下になることが明らかになった。また、磁場、応力及び温度の解析が可能な連成評価シミュレータを開発し、上記粗設計モータの成立性を示した。
- ・界磁巻線及び冷却要素技術においては、上記の粗設計に基づいて、小型下突型コイルを試作し、通電評価により 30~50 K において I_c の 70%以上の通電特性を確認した。また、液体ネオンを用いたサーモサイフォン型冷却装置の設計及び製作を行い、冷却能力評価試験を実施した。

4. 2 実績推移

	平成 19 年度*	平成 20 年度	平成 21 年度	平成 22 年度
一般勘定 (百万円)	1, 100	849	1, 542	5, 712
特許出願件数 (件)	6	11	13	37
論文発表数 (報)	10	46	50	77
学会発表等 (件)	24	55	165	276

※平成 19 年度は経済産業省で実施。

5. 事業内容

上記の目的を達成するため、各研究開発項目毎に研究開発責任者（テマリーダー）を設置し、以下の研究開発を実施する。実施体制については、別紙を参照のこと。なお、研究開発項目⑩については、委託者選定後に具体的に設定する。

5. 1 平成 23 年度（委託）事業内容

①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発

- ・第一原理計算の精度の向上と Ti, Sb 以外の元素の高濃度添加におけるバンド構造、キャリア濃度、有効質量の濃度依存性を計算する。また、パーコレーションモデルを発展させ、ITO ナノ粒子の濃度と電流値の関係についてさらに詳細に評価を行う。
- ・広範な第 4 元素を高濃度添加した ITO におけるバンド構造、キャリア濃度、有効質量の濃度依存性および光透過率の波長依存性を計算する。バンドギャップ値の算定を GW 近似で行う。また、パーコレーションモデルを 3 次元化し、ITO ナノ粒子の濃度と電流値の関係をさらに詳細に評価を行う。
- ・Al 等の添加元素で、平成 21 年度に開発した手法で電気伝導度と光透過度で従来の ITO 薄膜と同等あるいはそれ以上の性能を持つ薄膜の作製を行う。
- ・ In_2O_3 を 50 mass%まで減少させた薄膜の従来とおりのエッチング性能が確保できるための湿式エッチング技術を確立する。
- ・更なる原料の造粒、成型・焼成工程の最適化を図り、高密度で実機スパッタ装置へ搭載可能な In_2O_3 が 50 mass%組成の ITO 大型ターゲットの製法を確立する。

- ・上記ターゲットを用いて大型スパッタ装置での省インジウム組成 ITO 膜作製を行い、体積抵抗率 $250 \mu \Omega \text{ cm}$ 以下、透過率 85%以上の特性を持つプロセス技術を完成させる。
- ・インクジェット法塗布用ナノインクの工業化技術確立を目指して、インクとなる単分散粒子の再現性のある安定的な生産技術の開発を重点的に行う。ITO ナノインクの経時安定性向上に関する検討を行い、インクの完成度を高める。
- ・インクジェット法塗布用ナノインクのパイロットプラントの製作と工業化技術の確立を行う。この際、ITO ナノインクのさらなる低抵抗化のため、ガス・有機物吸着分析装置を導入し、ITO ナノ粒子表面の吸着物の解析を行う。また、In 使用量削減率 6%を達成可能な微粒子の合成を達成する。
- ・これまでに開発した高性能 ITO ナノ粒子に低温焼成ナノ粒子を混合し、低抵抗かつ低温焼成性を有する ITO ナノインク開発を行うことで本プロジェクトの最終目標を達成する。低温焼成ナノ粒子としては、表面修飾 ITO ナノ粒子もしくは結晶性の低い ITO ナノ粒子を用いて開発検討を行う。

②透明電極向けインジウム代替材料開発

- ・大型基板対応製膜技術開発の推進として、平成 22 年度導入した飛来粒子のエネルギーを制御した低ダメージを実現するためのスパッタ製膜装置では期待通りの薄膜特性が実現しつつある。そこで考えている効果の原因の検証を行うとともに、平成 22 年度 ZnO 透明導電膜部材の開発として実施していた ZnO 透明導電膜の課題である耐湿熱性向上のための材料開発の成果について、平成 23 年度は上記検証との両立、および相乗効果を図るべく、精査する。
- ・液晶ディスプレイパネルへの応用開発では、大型液晶パネルと同等の製造プロセスからなる 20 インチ液晶ディスプレイパネルの平成 22 年度試作（第 2 回目）により抽出されたカラーフィルター側共通電極としての課題に対する対策技術の開発を引き続いて行う。加えて、TF T 画素側電極としての膜特性とプロセス適合性、さらに積層膜でのコンタクト特性の検討を平成 22 年度に引き続いて行う。
- ・上記研究開発を推進するとともに、平成 22 年度立ち上げた標準化検討委員会を継続し、酸化亜鉛透明導電膜に関する標準化可能性の検討を有識者からの情報を取り入れながら行う。
- ・その他、総合的な情報収集・分析および本プロジェクト成果の広報として、上記研究開発項目に関する技術動向の情報収集・分析および広報のための一般講演、展示等を強化する。具体的には、国内学会、国際会議参加およびフラットディスプレイパネル関連の展示会参加や、本プロジェクト主催による委員会、研究会の開催等を必要に応じて実施する。

③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発

以下に各研究開発グループにおける事業内容を簡単にまとめた。平成 22 年度からは最終目標実現のため、さらに各研究開発グループ間の連携を深めて研究を加速させる。

(a) 「結晶粒の微細化・原料粉末最適化による保磁力向上技術の開発」(微細化 Grp)

原料合金では、結晶粒径の微細化と元素分布の最適化を進め、安定的に生産できる工業的条件を確立する。また、焼結磁石の作製では、Dy フリーで結晶粒径 $2 \mu \text{ m}$ 以下・保磁力 20kOe 以上の焼結磁石量産化技術を確立するとともに、Dy 量 50%削減に相当する技術の実現を目指す。さらに焼結組織の最適化では Nd リッチ相の分布評価などの組織観察を通じて、Dy 無添加合金において結晶粒径 $2 \mu \text{ m}$ 以下の焼結磁石作製工程の最適化に寄与する。

(b) 「界面ナノ構造制御による保磁力向上技術の開発」(界面 Grp)

強磁場印加による保磁力向上の研究では、結晶粒微細化試料およびDyリッチシェル試料に対して強磁場プロセスを応用し、従来に比べ保磁力が10 kOe上昇する条件を確立するとともに、焼結磁石において高保磁力が得られる理想的な界面ナノ構造を解明し、事業化への礎を築く。また、薄膜技術によるモデル界面作製研究では、overlayer成膜時に保磁力が10 kOe以上増加する良質な試料を作製し、その知見を他の研究項目へフィードバックする。さらに、Dy有効活用技術研究では、H-HAL法の条件の最適化により、結晶粒径6 μ m以下、Dyリッチシェル層の厚み1 μ m以下を実現することで、Dy量を30%削減することを目標とする。

(c) 「界面構造解析と保磁力発現機構解明による指導原理の獲得」 (解析 Grp)

微細構造解析では、改良された微結晶焼結磁石、強磁場熱処理焼結磁石、Dy界面固着焼結磁石、薄膜磁石のマルチスケール解析を行い、省Dyで高保磁力焼結磁石の製造条件についての具体的な方策を提案し、省Dyで高保磁力焼結磁石の開発に役立てた。一方、中性子小角散乱では、粒界相、主相の内部の平均構造と保磁力の間の相関に関する定量的な構造情報を提供し、(a)、(b)、そして(c)のグループからの情報と合わせて整理することで、Dyを削減した高保磁力Nd-Fe-B磁石の実現に寄与する。また、磁化反転機構の解析では、微小粒子のDy金属等による表面修飾と、それによる保磁力の増加及び粒子集団の単磁区粒子様磁化反転挙動の確認、同粒子の2粒子以上の焼成接続による集団化を検討する。さらに計算科学では、粒界相を含む $R_2Fe_{14}B$ の保磁力向上のための最適構造を示し、高保磁力 $R_2Fe_{14}B$ 磁石材料の製造に寄与する。

(d) 「自動車用磁石への応用」 (応用 Grp)

モータ評価、一連のシミュレーションを完了し、Dyを30%以上削減したNd-Fe-B系磁石の性能を提示する。

④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発

- ・平成22年度までに開発した基盤技術を基に、実用工具形状に対して超硬母材なしの硬質材料をタングステンの削減割合が40質量%以上とした炭窒化チタン系硬質材料基材に強固で耐熱性を持って接合する技術を高度化させる。さらに、実作業時間を60秒以内とする周辺技術を確立する。得られたハイブリッド切削工具を用いて、高負荷切削加工を実施して工具性能を評価する。
- ・超硬合金とサーメットの積層構造を有する複合構造硬質工具における残留応力を詳細に評価し、M級(焼結まま)の3次元ブレーカ付き切削チップを試作する。特に、焼結時の変形量を抑制するための技術を開発する。得られたチップにコーティングを施し、断続切削試験を実施して、実用化に向けた工具性能を評価する。

⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発

- ・サーメットの材料特性と組織学的因子との関係の解明及び濡れのメカニズムの総括を通じて材料設計の指針を示すとともに、焼結プロセスのシミュレーション技術の開発及び大型サーメット成形技術を確立する。開発サーメットの諸特性を評価すると共に、開発した新規サーメット基材へのコーティング技術を確立する。
- ・スローアウェイ工具用新規サーメットの焼結技術および軸物工具用サーメットの成形・焼結技術を確立するとともに、傾斜組成化材料の安定製造技術、コーティング基材の安定製造技術等を確立する。耐摩耗工具用の新規サーメットの成形・焼結などの製造技術を確立し、超硬合金工具の代替工具としてのサーメット耐摩耗工具の総合的な性能を評価する。

⑥-1 排ガス浄化向け白金族使用量低減技術開発及び代替材料開発／遷移元素による白金族代替技術及び白金族の凝集抑制技術を活用した白金族低減技術の開発

- ・各触媒（DOC、LNT、DPF）の貴金属を目標値まで低減した時に不足する機能を明確にし、その機能を補うことができる遷移元素活性点の候補材料を決める。第一原理計算に基づくシミュレーション及び反応性評価実験、物性評価等を行う。また、触媒構造等を明確化するため、助触媒の酸素吸収放出量測定、吸収放出速度測定、CO 被毒耐性評価、及び複数の触媒層の組み合わせによる性能評価等を行う。
- ・H22 年度に確立した DPF の PM 反応モデルの妥当性を検証するため、実際のエンジンを使って DPF 中の PM 燃焼実験を行う。DPF 中の触媒担持量を低減するため、DPF 中の触媒担持位置と PM の反応性との関係をシミュレーションと実験の両面から検討し、PM を処理する最適な触媒量を明らかにする。
- ・プラズマを使った反応促進及び被毒特性を把握するため、触媒設計指針を明確にするために、反応促進および被毒抑制に対応する機能、具体的には物性を有する触媒を試作、改良して活性との関連性を検証する。また、ハニカム化した触媒で同様の検証を行うため、H21 年度に導入したラボ評価装置に H22 年度に導入したプラズマ反応装置を組み込み、各種支持体、触媒構造体を有する触媒を試作し評価を行う。
- ・DOC と DPF の機能一体化を行うため、DOC と DPF の統合化の解決策の具体案の検証を行ない、統合化システム全体での課題を明らかにし、解決策を立案する。
- ・目標値まで貴金属を低減した触媒の課題を明らかにし、解決策を立案するため、各触媒を試作し、ラボ評価及び車両評価を行う。

⑥-2 排ガス浄化向け白金族使用量低減技術開発及び代替材料開発／ディーゼル排ガス浄化触媒の白金族使用量低減化技術の開発

- ・酸化触媒について、これまでの成果を総合して活性が高くかつ安定性もある触媒を見出し、実排ガス条件における評価と改良を行う。あわせて、粒子径・表面構造が制御されたモデル触媒について検討し、触媒性能向上に必要な問題点・改良点を明らかにする。
- ・酸化触媒に関して、触媒活性種の探索、及び複合ナノ粒子の触媒活性の研究により得られた知見に基づき、有効な活性種を凍結乾燥ゲルに担持する技術を開発する。また、担体にも配慮して複合ナノ粒子を固定化した触媒を調製し、その特性評価を行うことで触媒性能改良のための設計指針を得る。
- ・開発した耐久性の高い多元構造担体の長期性能を評価し必要な改良の指針を得る。特にアルミナ系担体の金属添加による効果を見極めつつ、パイロットスケール担体製造装置を導入し、実機評価用担体を提供する。
- ・上述の要素技術を総合して、白金族を低減した実用酸化触媒の候補を抽出し、実排ガス条件における性能評価を行う。また、酸化触媒および DPF 用触媒に関して、量産適合性についてプロトタイプでの検討を行い、コート方法における課題を明らかにする。
- ・DPF 用白金代替銀触媒に関して、銀合金触媒をベースにして耐熱性と酸化性能を両立させた触媒仕様を確立する。また、そのときの燃焼酸化メカニズムを明らかにし、更なる活性向上を図る。
- ・開発品の実用性について検討するために、実機エンジンベンチによりシステムでの耐久性性能を評価し、触媒システムとしての基本性能を明らかにする。

⑦-1精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／代替砥粒及び革新的研磨技術を活用した精密研磨向けセリウム低減技術の開発

- ・研磨プロセスシミュレータを活用し、砥粒の種類、構造、格子欠陥などが原子拡散、電子状態、化学反応ダイナミクスなどに与える影響を解明し、代替砥粒設計のための指針を得る。
- ・研磨レートのみならず、研磨特性として欠くことのできない研磨寿命について検討する。固溶酸化セリウム研磨材の劣化メカニズムについて明らかにする。
- ・カチオンを部分置換したペロブスカイト型酸化物について、固溶置換量を最適化することによって、研磨特性の向上を図り、5%の代替を実現する。
- ・代替砥粒に適した研磨パッドの表面およびバルク特性について、研磨レートならびに表面粗さとの関係を把握することでその最適な研磨パッドの指針を得る。
- ・ガラスの研磨機構メカニズムで重要となる、水のガラスに対する影響について調査する。前年度までは、高温水と臨界状態の水との2つの要因がガラスの表面状態の変化を引き起こした。今年度は、高温水の影響をカットしたチャンバーの作製を行い、表面状態の変化の確認と前年度の結果との比較を行うことで、ガラス研磨機構の解明につなげる。
- ・考案・試作するスラリー流入/排出デュアルタイプのパッド溝を適用してスラリーの流れを観察しつつ、摩擦/温度特性などと合わせて高能率と高品位を充足するガラス研磨法を確立し、酸化セリウム30%以上低減もしくは代替砥粒の効果的加工条件を明示する。そして革新的研磨装置化の指針を提案する。
- ・ラボベースにて両面对応型電界制御トライボケミカル研磨技術を開発するとともに最適なスラリー溶媒の検討、ならびに開発された代替砥粒を用いて至適な研磨条件を明らかにする。
- ・大型電界制御研磨評価装置における電極形状やパッド溝形状をかえて、スラリー流れの最適化を図り、研磨レートの向上技術を開発する。またラボベースで得られた片面对応型電界制御トライボケミカル研磨技術を実用化に近づける検討を行う。
- ・両面研磨技術である電界スラリー制御CMP技術におけるスラリー供給方法の最適化を検討するとともに、従来10w t %のスラリーから低濃度スラリーにて高能率な研磨レートが得られる両面对応の電界印加方法について研究開発する。

⑦-2 精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／4 BODY研磨技術の概念を活用したセリウム使用量低減技術の開発

- ・複合粒子研磨に対して最も優れた研磨特性を実現するメディア粒子を確定し、そのメディア粒子を用いた複合粒子研磨の加工特性および加工品質を評価する。
- ・有機無機複合砥粒の母粒子として最も優れた研磨特性を実現する母粒子を確定し、その母粒子を用いた複合砥粒の工業的製造方法を確立したうえ、その複合砥粒を用いた研磨の加工特性および加工品質を評価する。
- ・多孔質エポキシ樹脂研磨パッドの研磨特性のガラス材質依存性を明確にし、それぞれのガラス材質に適した多孔質エポキシ樹脂研磨パッドの供給体制を整える。
- ・隙間調整型研磨パッドに含有する粒子の材質および寸法を確定し、その研磨特性の加工条件依存性を明確にし、また加工品質を最も高める使用形態を明確にする。

- ・化学研磨に最適なエッチャントを確定し、その効果が最もよく現れる装置およびシステムを明確にしたうえ、生産に使用できる装置を開発する。

⑧蛍光体向けテルビウム・ユウロピウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／高速合成・評価法による蛍光ランプ用蛍光体向けTb、Eu低減技術の開発

- ・平成22年度に導入した高速合成装置を用いて引き続き低減型、代替型蛍光体を探索する。特に赤色蛍光体をターゲットとして、Mn系等を中心に探索を行う。また、見出された新規組成の蛍光体の評価、量産技術の開発を行う。最終的に低減型の蛍光体も含めて蛍光体のTb、Euの20%以上を低減できる蛍光体の組み合わせを提示する。
- ・高速化量子化学計算を利用して蛍光体の発光効率を予測する新規手法を確立する。また、平成22年度までに開発されたX線構造シミュレータも含めた組成開発支援を確立する。
- ・発光シリカと蛍光体を組み合わせて従来より15%以上光束を向上させる。また、発光シリカの表面状態を改良して、実ランプ試作に供するものとする。また、ガラス上にパターンニングを行い、全方位光に対して10%以上光取り出し効率が高いガラスを開発する。
- ・蛍光体の高速評価法を確立する。また、開発された各種材料を用いてランプ試作を行い最終目標達成に向けての課題を明確にする。
- ・磁気力分離によって蛍光体を種別分離する手法を確立する。またプロセスの低温化について方針の目途を立てる。

⑩-1 排ガス浄化向けセリウム使用量低減技術及び代替材料開発、透明電極向けインジウムを代替するグラフェンの開発／排ガス浄化向けセリウム使用量低減技術及び代替材料開発

排ガス浄化に対するセリウムの作用原理の獲得、セリウムを代替・使用量を低減する材料の開発、セリウムの使用を低減した触媒付きフィルターの開発、触媒付きフィルター製造時のセリウムの省使用技術の開発、触媒付きフィルター製造工程内からのセリウム回収システムの開発、セリウムを使用しない排ガス浄化触媒システムの開発、セリウム回収技術の開発等に係る研究体制を構築した上で、基盤技術開発を開始する。

⑩-2 排ガス浄化向けセリウム使用量低減技術及び代替材料開発、透明電極向けインジウムを代替するグラフェンの開発／透明電極向けインジウムを代替するグラフェンの開発

透明電極用途の特性を満足するグラフェンの開発、透明電極用途の特性を満足するグラフェンの大量合成技術の開発、透明電極の使用に供する透明フィルムの製造技術（ロール to ロール製造技術等）の開発等に係る研究体制を構築した上で、基盤技術開発を開始する。

その他、総合的な情報収集・分析として、上記研究開発項目に関する技術動向の情報収集・分析等を行う。

5. 2 平成23年度事業規模

	委託事業
平成22年度補正予算額（一般勘定）	5,000百万円（継続・繰越）
一般勘定	712百万円（継続・追加）
計	5,712百万円

事業規模については、変動があり得る。

6. 事業の実施方式

平成23年度の公募は、研究開発項目⑨-3について実施する。

6.1 公募

(1) 掲載する媒体

「NEDOホームページ」及び「e-Radポータルサイト」等を実施する。

(2) 公募開始前の事前周知

公募開始の1ヶ月前にNEDOホームページで行う。本事業は、e-Rad対象事業であり、e-Rad参加の案内も併せて行う。

(3) 公募時期・公募回数

平成23年7月頃に行う。

(4) 公募期間

原則30日間とする。

(5) 公募説明会

神奈川県で開催する。

6.2 採択方法

(1) 審査方法

e-Radシステムへの応募基本情報の登録は必須とする。

委託事業者の選定・審査は、公募要領に合致する応募を対象にNEDOが設置する審査委員会（外部有識者で構成）で行う。審査委員会（非公開）は、提案書の内容について外部専門家（学識経験者、産業界の経験者等）を活用して行う評価（技術評価及び事業化評価）の結果を参考とし、本事業の目的の達成に有効と認められる委託事業者を選定する。NEDOはその結果を踏まえて委託事業者を決定する。

申請者に対して、必要に応じてヒアリング等を実施する。

審査委員会は非公開のため、審査経過に関する問合せには応じない。

(2) 公募締切から採択決定までの審査等の期間

45日以内とする。

(3) 採択結果の通知

採択結果については、NEDOから申請者に通知する。なお不採択の場合は、その明確な理由を添えて通知する。

(4) 採択結果の公表

採択案件については、申請者の名称、研究開発テーマの名称・概要を公表する。

7. その他重要事項

(1) 評価の方法

NEDOは、技術的及び政策的観点から、研究開発の意義、目標達成度、成果の技術的意義並びに将来の産業への波及効果等について、外部有識者による研究開発の評価を行う。研究開発項目①～⑤については、事後評価を平成24年度に実施する。研究開発項目⑥～⑧については中間評価を平成23年6月に実施する。

研究開発項目⑨—3については中間評価を平成25年度、事後評価を平成28年度に実施する。

(2) 運営・管理

研究開発全体の管理・執行に責任を有するNEDOは、経済産業省及び研究開発責任者と密接な関係を維持しつつ、プログラムの目的及び目標並びに本研究開発の目的及び目標に照らして適切な運営管理を実施する。具体的には、必要に応じて設置される技術検討委員会等における外部有識者の意見を運営管理に反映させるほか、四半期に一回程度、研究開発責任者等を通じてプロジェクトの進捗について報告を受けること等を行う。

(3) 複数年度契約の実施

研究開発項目	契約期間
①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発	複数年度契約：平成20～23年度
②透明電極向けインジウム代替材料開発	複数年度契約：平成21～23年度
③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発	複数年度契約：平成20～23年度
④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発	
⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発	
⑥排ガス浄化向け白金族使用量低減技術開発及び代替材料開発	複数年度契約：平成21～23年度
⑦精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発	
⑧蛍光体向けテルビウム・ユウロピウム使用量低減技術開発及び代替材料開発	
⑨—1 Nd—Fe—B系磁石を代替する新規永久磁石の研究	平成21～22年度
⑨—2 超軽量高性能モータ等向けリットリウム系複合材料の開発	平成21～22年度
⑨—3 Nd—Fe—B系磁石を代替する新規永久磁石の実用化に向けた技術開発	複数年度契約：平成23～27年度
⑩排ガス浄化向けセリウム使用量低減技術及び代替材料開発、透明電極向けインジウムを代替するグラフェンの開発	平成22～23年度

(4) その他

本研究によって得られたあらゆる知的財産、また本研究の過程又は成果に基づき開発したプログラム、サンプル若しくは装置などの成果物について、本プロジェクト外（国内外）への供試・開示については、事前に研究開発責任者とNEDOに連絡する。その際に、NEDOが申請書の提出を求めた場合は、これに応じ速やかに提出する。

8. スケジュール

本年度のスケジュール

平成23年7月29日 公募開始
 平成23年8月8日 公募説明会の開催
 平成23年8月下旬 公募締切り

平成23年9月中旬 契約・助成審査委員会
平成23年9月下旬 採択決定

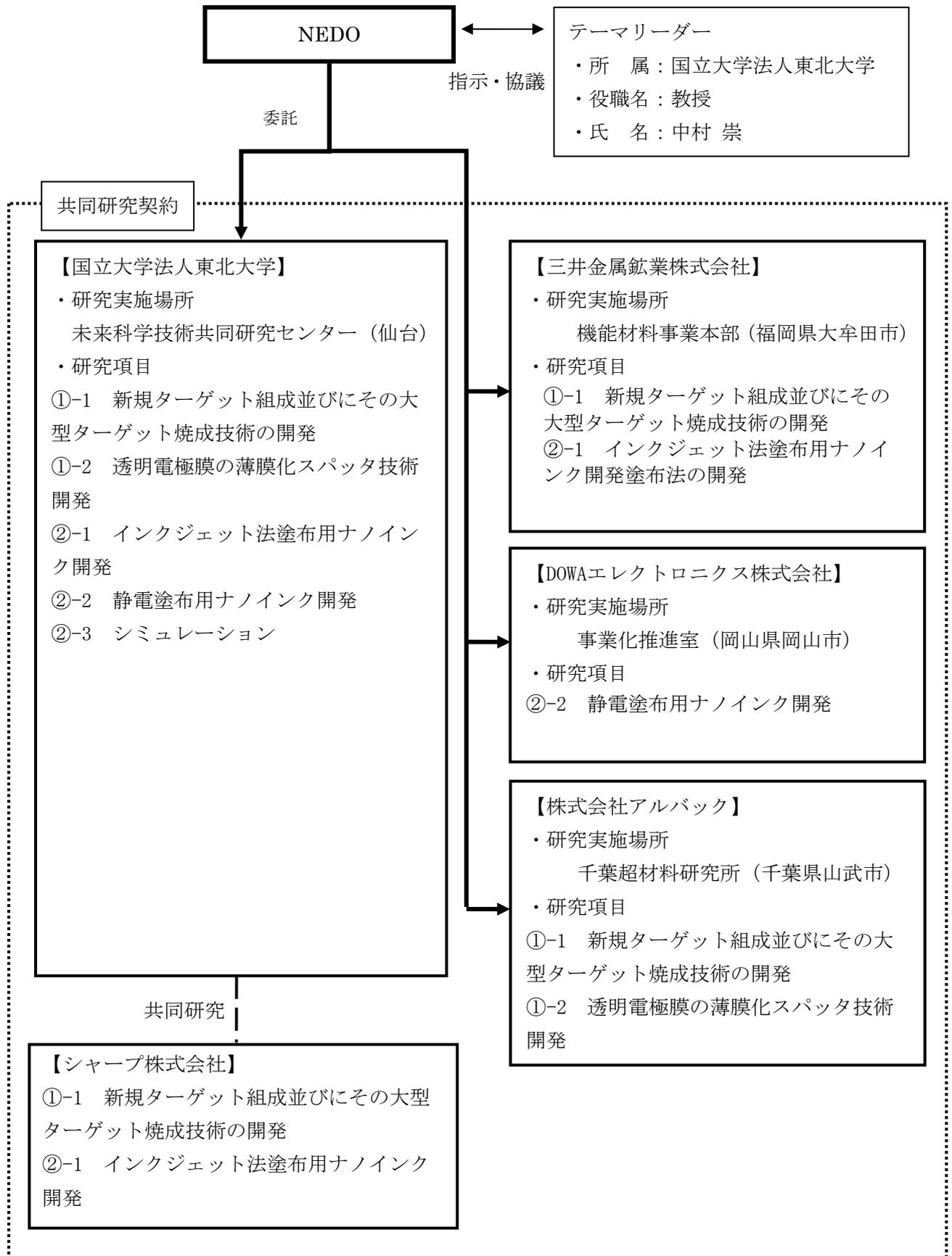
9. 実施方針の改定履歴

平成23年3月 制定

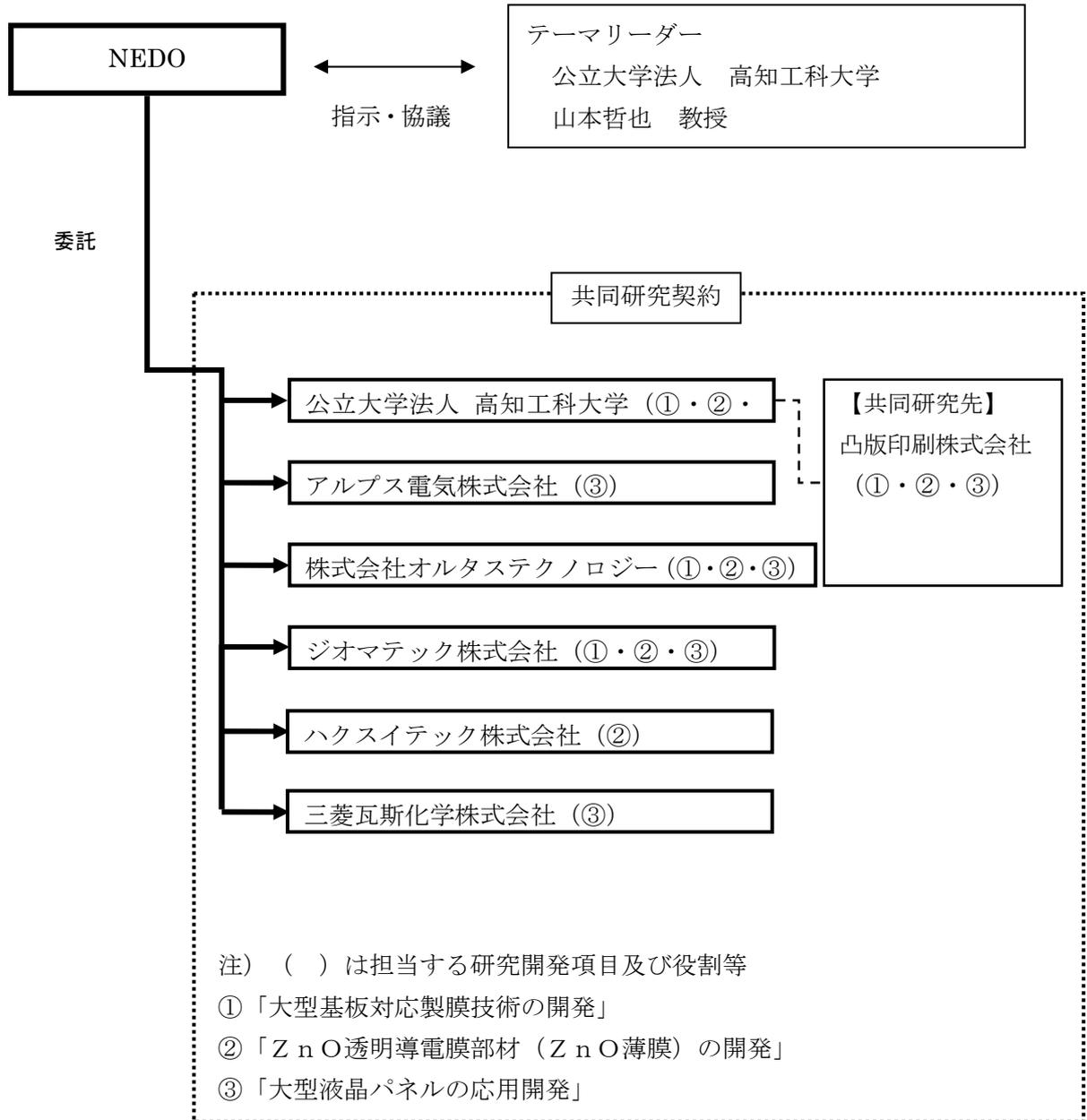
平成23年7月 平成23年度予算による研究開発項目⑨-3の追加

(別紙1)

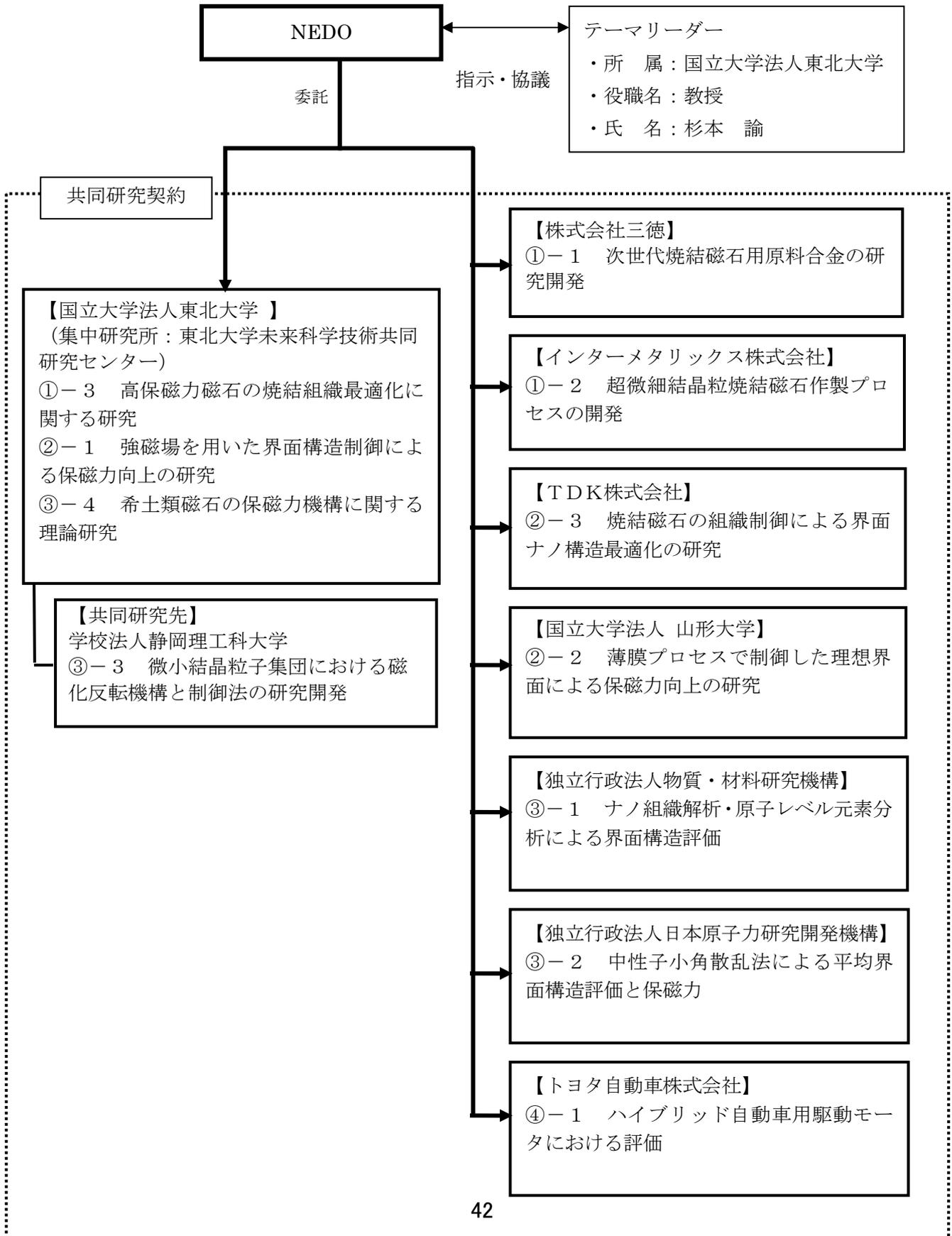
「①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発」実施体制



「②透明電極向けインジウム代替材料開発」実施体制

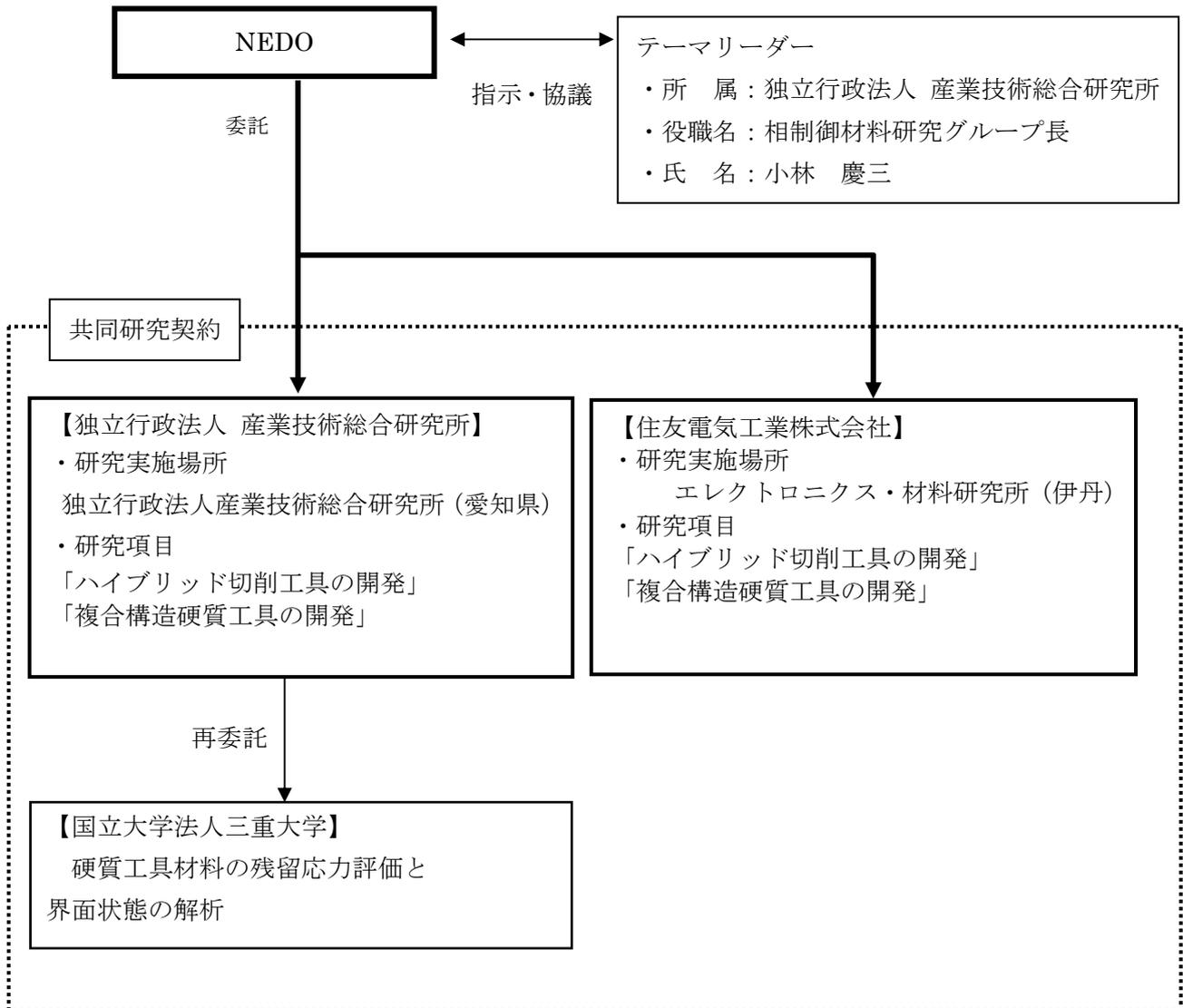


「③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発」実施体制

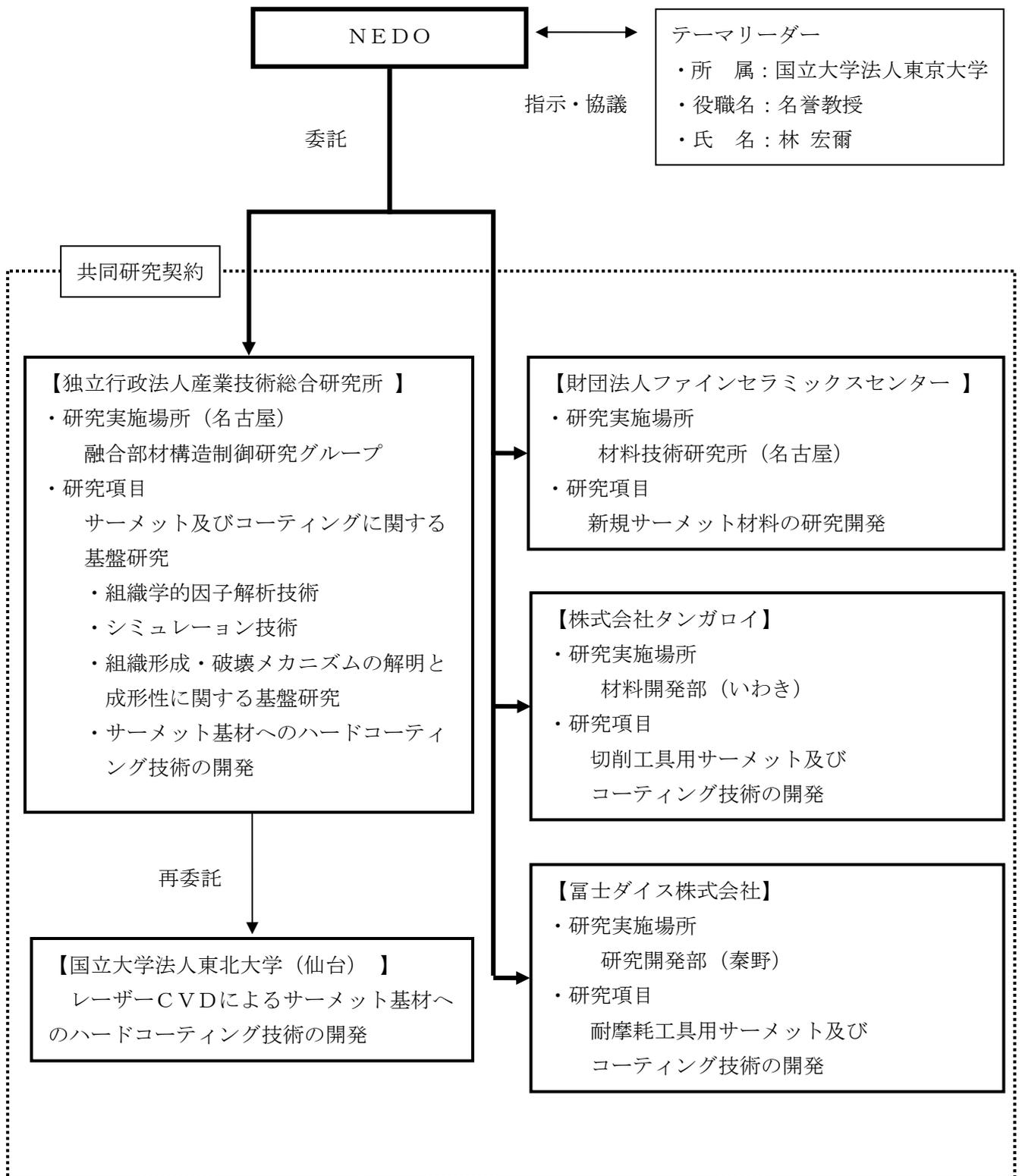


(別紙4)

「④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発」実施体制

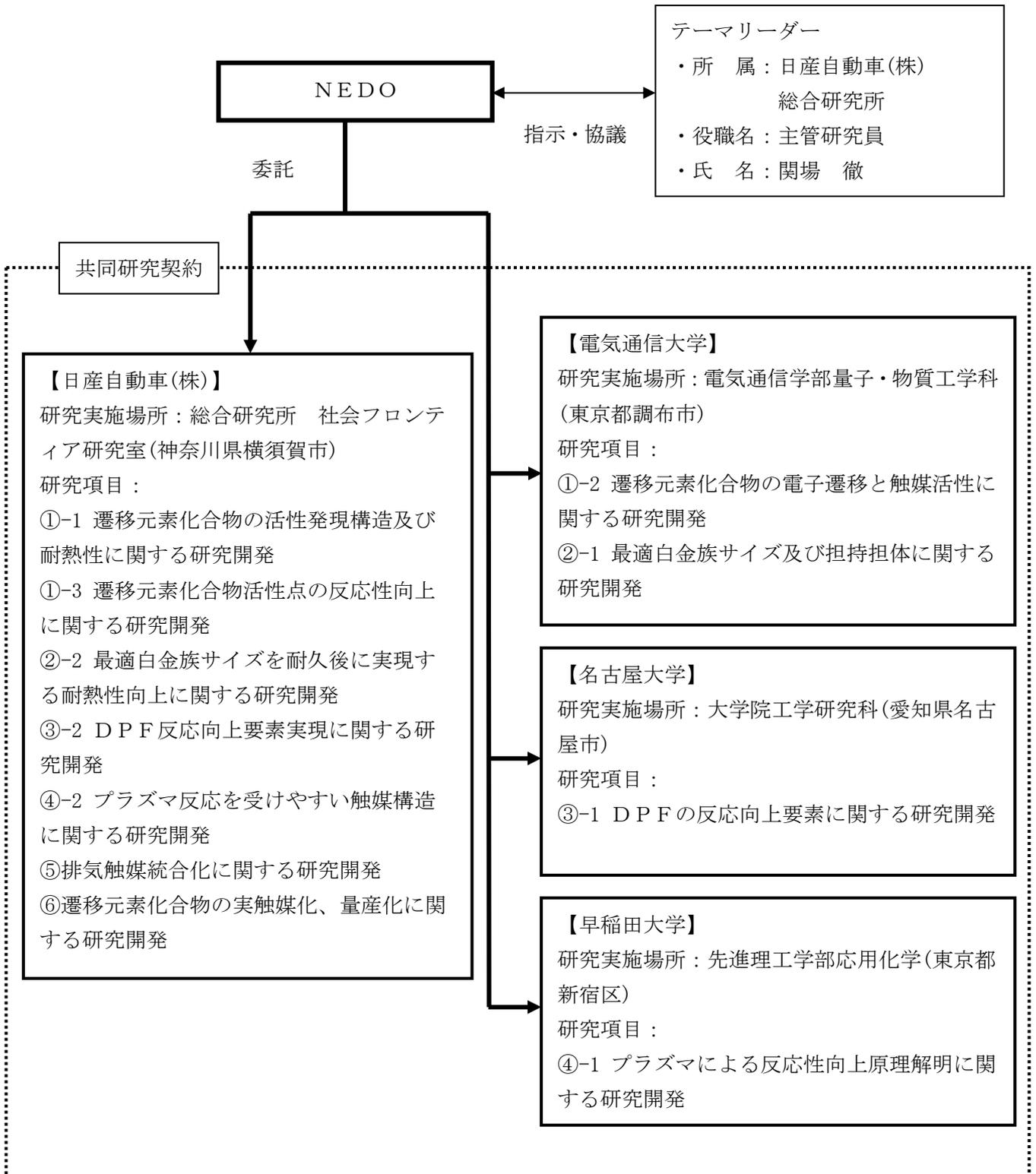


「⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発」実施体制



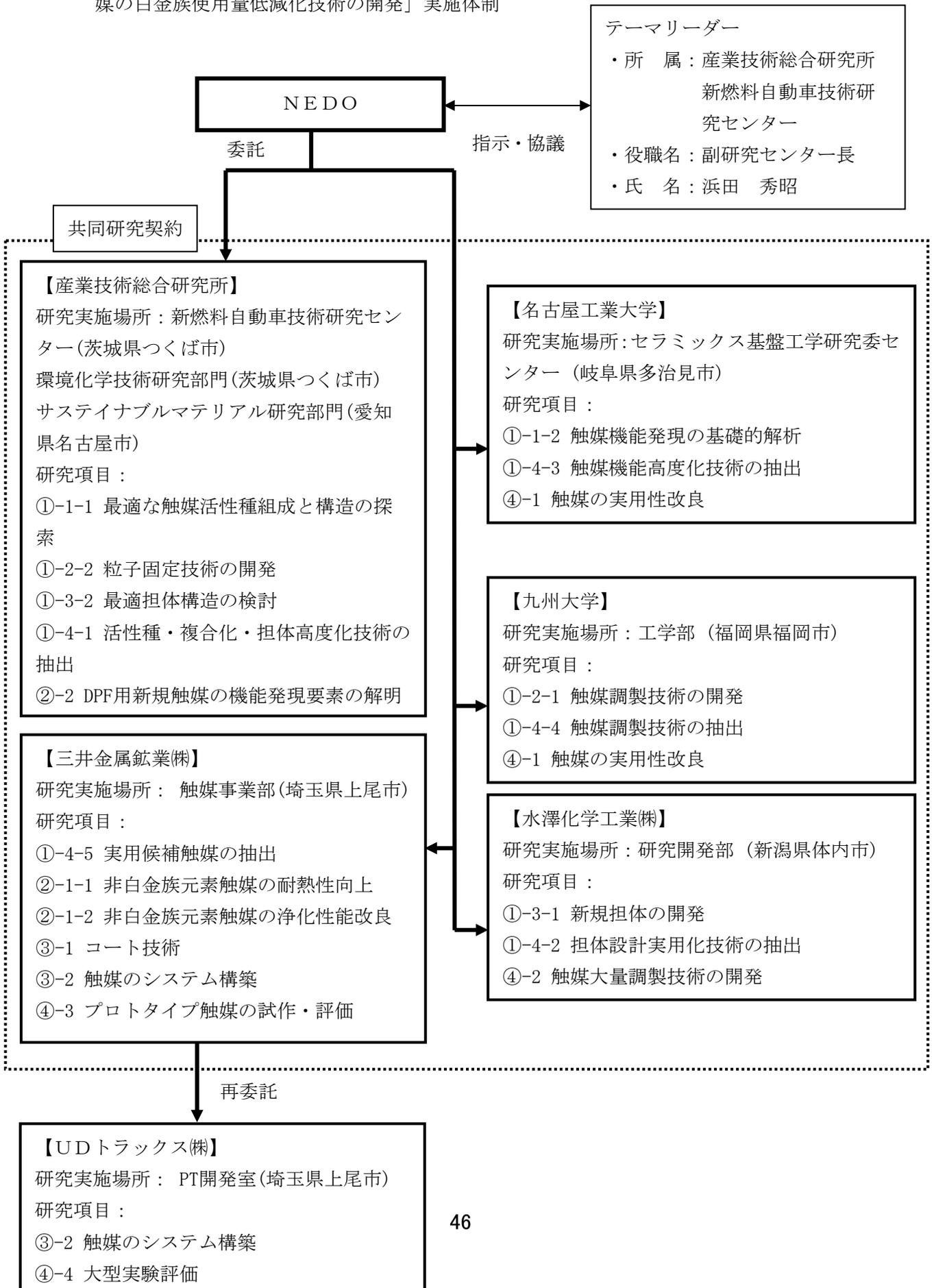
(別紙6)

「⑥-1 排ガス浄化向け白金族使用量低減技術開発及び代替材料開発／遷移元素による白金族代替技術及び白金族の凝集抑制技術を活用した白金族低減技術の開発」実施体制



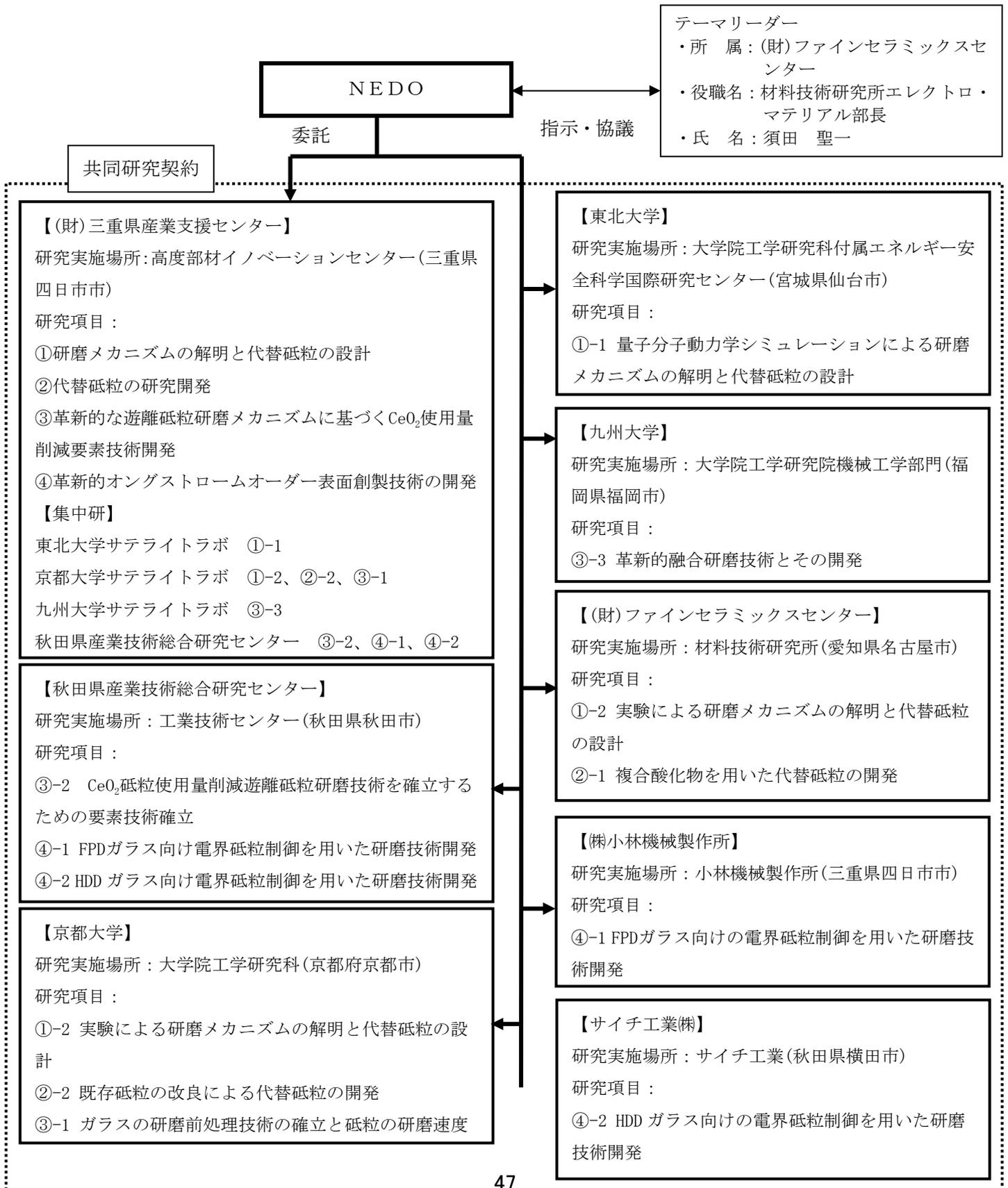
(別紙7)

「⑥-2 排ガス浄化向け白金族使用量低減技術開発及び代替材料開発／ディーゼル排ガス浄化触媒の白金族使用量低減化技術の開発」実施体制



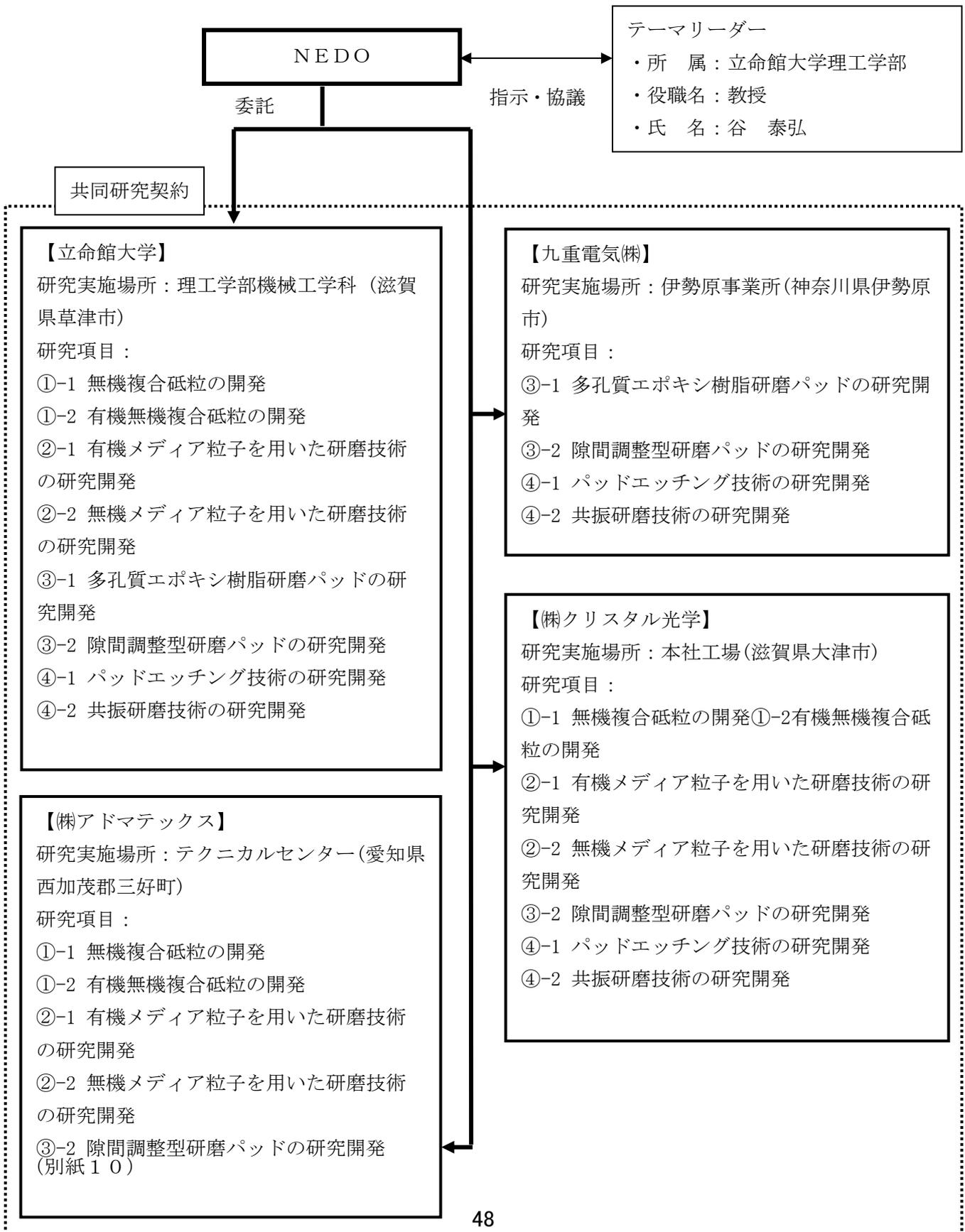
(別紙 8)

「⑦-1 精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／代替砥粒及び革新的研磨技術を活用した精密研磨向けセリウム低減技術の開発」実施体制



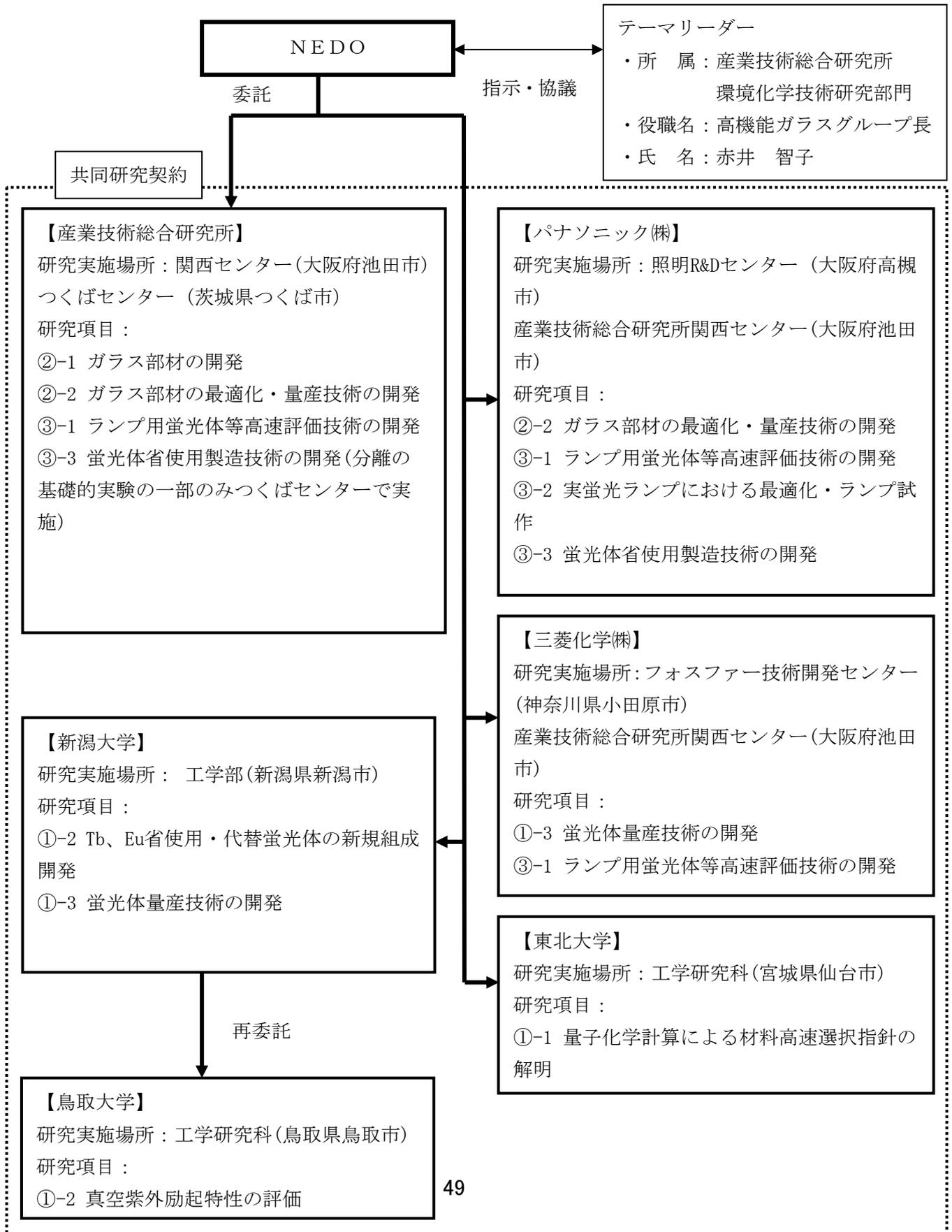
(別紙9)

「⑦-2 精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／4BODY研磨技術の概念を活用したセリウム使用量低減技術の開発」実施体制



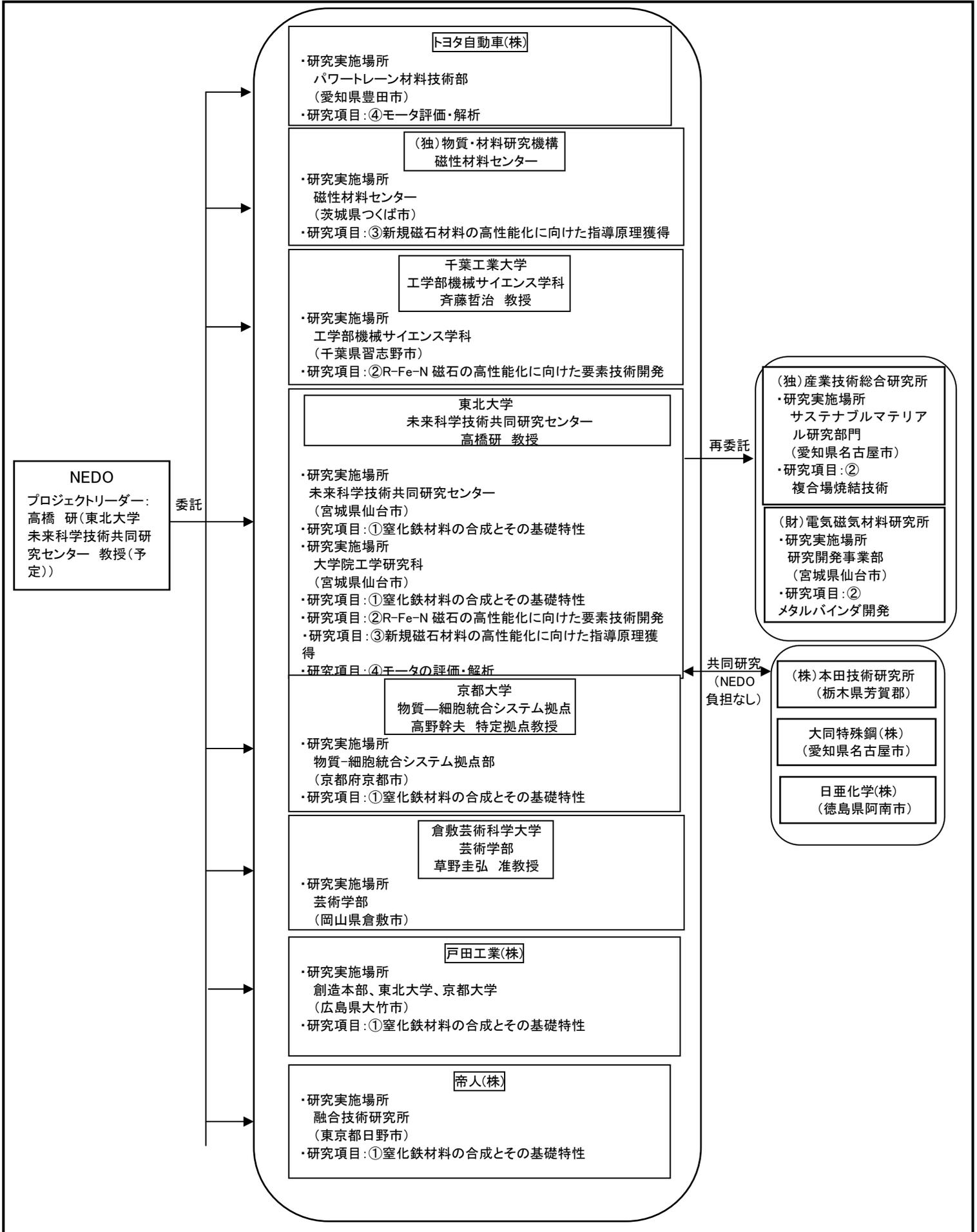
(別紙10)

「⑧蛍光体向けテルビウム・ユウロピウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／高速合成・評価法による蛍光ランプ用蛍光体向けTb、Eu低減技術の開発」実施体制



(別紙 1 1)

「⑨-1 Nd-Fe-B 系磁石を代替する新規永久磁石及びリットリウム系複合材料の開発／Nd-Fe-B 系磁石を代替する新規永久磁石の研究」実施体制



(別紙12)

「⑨-2 Nd-Fe-B系磁石を代替する新規永久磁石及びリットリウム系複合材料の開発／超軽量高性能モータ等向けリットリウム系複合材料の開発」実施体制

