

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

「希少金属代替材料開発プロジェクト」

事業原簿【公開】

担当部	独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 電子・材料・ナノテクノロジー部
-----	--

—目次—

概 要

プロジェクト用語集

I. 事業の位置付け・必要性について

- 1. NEDOの関与の必要性・制度への適合性…………… I-1
 - 1.1 NEDOが関与することの意義…………… I-1
 - 1.2 実施の効果(費用対効果)…………… I-2
- 2. 事業の背景・目的・位置づけ…………… I-5

II. 研究開発マネジメントについて

- 1. 事業の目標…………… II-1
- 2. 事業の計画内容…………… II-28
 - 2.1 研究開発の内容…………… II-28
 - 2.2 研究開発の実施体制…………… II-41
 - 2.3 研究の運営管理…………… II-45
 - 2.4 研究開発成果の実用化に向けたマネジメントの妥当性…………… II-45
- 3. 情勢変化への対応…………… II-48
- 4. 中間評価結果への対応…………… II-53

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

III. 研究開発成果について

- 1. 事業全体の成果……………(⑥-1)-1
- 2. 研究開発項目毎の成果……………(⑥-1)-5

IV. 実用化の見通し及び取り組みについて

- 1. 実用化に向けての見通し及び取り組みについて……………(⑥-1)-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

III. 研究開発成果について

- 1. 事業全体の成果……………(⑥-2)-1
 - 1.1 研究開発と成果の内容……………(⑥-2)-1
 - 1.2 成果のまとめ……………(⑥-2)-2
- 2. 研究開発項目毎の成果……………(⑥-2)-4
 - 2.1 成果の内容と目標の達成度……………(⑥-2)-4
 - 2.2 知的財産の取得及び標準化の取り組み……………(⑥-2)-8
 - 2.3 成果の最終目標の達成可能性……………(⑥-2)-8

IV. 実用化の見通しについて

1. 実用化の見通し	(⑥-2)-9
1.1 成果の実用化可能性	(⑥-2)-9
1.2 事業化までのシナリオ	(⑥-2)-9
1.3 波及効果	(⑥-2)-10

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

III. 研究開発成果について

1. 事業全体の成果	(⑦-1)-1
1.1 研究開発内容	(⑦-1)-1
1.2 全体の成果	(⑦-1)-3
2. 研究開発項目毎の成果	(⑦-1)-5
2.1 目標の達成度	(⑦-1)-5
2.2 成果の意義	(⑦-1)-7
2.3 知的財産の取得及び標準化の取り組み	(⑦-1)-7
2.4 成果の普及	(⑦-1)-8
2.5 成果の最終目の達成可能性	(⑦-1)-8
2.6 研究開発内容の成果概要	(⑦-1)-9

IV. 実用化の見通しについて

1. 実用化の見通し	(⑦-1)-19
1.1 成果の実用化可能性	(⑦-1)-19
1.2 本成果の波及効果	(⑦-1)-20
2. 事業化の見通し	(⑦-1)-21

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

III. 研究開発成果について

1. 事業全体の成果	(⑦-2)-1
2. 研究開発項目毎の成果	(⑦-2)-3
2.1 成果の内容	(⑦-2)-3
2.2 知的財産権等の取得及び標準化の取り組み	(⑦-2)-13

IV. 実用化の見通しについて

1. 実用化の見通し	(⑦-2)-14
1.1 成果の実用化可能性	(⑦-2)-14
1.2 事業化までのシナリオ	(⑦-2)-14
1.3 波及効果	(⑦-2)-15

⑧ 蛍光体向けテルビウム・ユー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

Ⅲ. 研究開発成果について

1. 事業全体の成果	(8)-1
1.1 研究開発内容	(8)-1
1.2 全体の成果	(8)-4
2. 研究開発項目毎の成果	(8)-6
2.1 目標の達成度	(8)-6
2.2 成果の意義	(8)-14
2.3 知的財産権等の取得・標準化	(8)-15
2.4 成果の普及	(8)-15

Ⅳ. 実用化の見通しについて

1. 実用化の見通し	(8)-16
1.1 成果の実用化可能性	(8)-16
1.2 実用化のシナリオ	(8)-16
1.3 波及効果	(8)-17

(添付資料)

- ・ナノテク・部材イノベーションプログラム基本計画
- ・環境安心イノベーションプログラム基本計画
- ・プロジェクト基本計画
- ・事前評価関連資料(事前評価書、パブリックコメント募集の結果)
- ・特許論文リスト

概要

		最終更新日	平成26年 11月 20日
プログラム (又は施策) 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(資源制約克服/3R)		
プロジェクト 名	希少金属代替材料開発プロジェクト	プロジェクト番号	P08023
担当推進部/ 担当者	研究開発項目⑥-1 電子・材料・ナノテクノロジー部/栗原宏明(平成21年4月~平成25年3月) 電子・材料・ナノテクノロジー部/桂山政道(平成25年4月~平成26年2月) 研究開発項目⑥-2 電子・材料・ナノテクノロジー部/栗原宏明(平成21年4月~平成24年4月) 電子・材料・ナノテクノロジー部/下前直樹(平成24年5月~平成26年2月) 研究開発項目⑦-1、⑦-2 電子・材料・ナノテクノロジー部/栗原宏明(平成21年4月~平成25年3月) 研究開発項目⑧ 電子・材料・ナノテクノロジー部/栗原宏明(平成21年4月~平成25年3月) 電子・材料・ナノテクノロジー部/坂下幸雄(平成25年4月~平成26年2月)		
0. 事業の概要	希少金属は、我が国の産業分野を支える高付加価値な部材の原料であり、近年需要が拡大している。しかし、途上国においても著しく需要が拡大していることや、他の金属と比較して希少であることから、その代替性も著しく低いとともに、その偏在性ゆえに特定の産出国への依存度が高い等から、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おり、実際、平成22年7月にはレアアースの供給懸念が顕在化した。 本プロジェクトは、排ガス浄化向け白金族、精密研磨向けセリウム、蛍光体向けテルビウム・ユウロピウムを研究対象元素として代替材料の開発、または使用量低減技術の開発を目的とし、本プロジェクトを通じて持続可能な社会構築に貢献する。		
I. 事業の位置付け・必要性について	【NEDOが関与する意義】 本研究開発は、「ナノテク・材料分野」に列挙されている「戦略重点科学技術」のうち「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」にあたるものである。明確な政策意図のもと行われる事業であり、レアメタル・レアアースの使用量を低減するために産官学の連携を取った高度な技術開発が必要であること、1企業での開発リスクが非常に高いこと等の観点からNEDOが推進すべき研究開発プロジェクトである。研究開発対象元素は、研究開始前にリスク調査を行うことで、国としてリスクの高い元素を定期的に把握し選定している。また、文部科学省/JST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研究開発支援を府省連携で進めており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。 【実施の効果】 (1) 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 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 2009年実績で白金族の世界の生産量、日本の需要量、日本の主な輸入相手国(占める割合)、日本国内での自動車触媒向け比率(使用量と占める割合。宝飾品向けや投資向けは除く。)は以下のとおりであり、その多くは南アフリカで生産されている。ディーゼル車、ガソリン車の触媒向けとしての比率は高い。		

	世界の生産量	日本の需要量	日本の主な輸入相手国	日本国内での自動車触媒向け比率
白金	184 t	56 t	南アフリカ(78%) スイス(10%)	自動車触媒(3.0t 18% ディーゼル車) 自動車触媒(9.3t 57% ガソリン車)
パラジウム	220 t	60 t	南アフリカ(64%) CIS(23%)	自動車触媒(4.4t 11% ディーゼル車) 自動車触媒(14.0t 34% ガソリン車)
ロジウム	24 t	9.5 t	南アフリカ(78%) イギリス(12%)	自動車触媒(2.0t 21% ディーゼル車) 自動車触媒(6.2t 65% ガソリン車)

※パラジウムとロジウムの用途に関する統計データ無いため白金と同比率と想定

2013年のディーゼル車触媒向け白金の使用量は3.4t、パラジウムは1.4tであった。

本研究開発により50%削減が可能になり、将来的な白金族の供給量に変化がなかった場合、2013年平均地金相場価格(Pt: 4,717円/g、Pd: 2,333円/g)で計算すると96億円の削減効果が予想された。

(2) 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

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

2009年実績でセリウムの世界の生産量、日本の需要量、日本の主な輸入相手国(占める割合)、日本国内での研磨向け比率(使用量、占める割合。)は以下のとおりであり、その大半が中国で生産されている。研磨向けとしての比率は高い。

	世界の生産量	日本の需要量	日本の主な輸入相手国	日本国内での精密研磨向け比率
セリウム	約5万t	11,350t	中国(90%) エストニア(6%)	研磨砥粒向け(9,000t 79%)

2013年の精密研磨向けセリウムの使用量は2400tであった。

本研究開発により30%削減が可能になり、将来的なセリウムの供給量に変化がなかった場合、2013年平均価格(Ce: 1,764円/Kg)で計算すると、13億円の削減効果が予想された。

(3) 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

2009年実績でテルビウム・ユウロピウムの世界の生産量、日本の需要量、日本の主な輸入相手国(占める割合)、日本国内での蛍光体向け比率(使用量、占める割合。)は以下のとおりであり、その大半が中国で生産されている。蛍光体向けとしての比率は高い。

	世界の生産量	日本の需要量	日本の主な輸入相手国	日本国内での蛍光体向け比率
テルビウム	168t	84t	中国 (99%)	蛍光体向け (39t 46%)
ユウロピウム	225t	90t	中国 (99%)	蛍光体向け (60t 67%)

蛍光体向けテルビウムの使用量は 17 t、ユウロピウムの使用量は 19 t であった。
 本研究開発により 80%削減が可能になり、将来的なテルビウム・ユウロピウムの供給量に変化がなかった場合、2013 年の価格 (Tb : 148,568 円/kg、Eu : 148,568 円/kg) で計算すると、43 億円の削減効果が予想された。

【実施の効果（費用対効果）】

1. 定量効果

(1) 費用 : 44 億円

(2) 効果 : 総額 152 億円

96 億円 (うち排ガス浄化向け白金族原単位削減効果)

13 億円 (うち精密研磨向けセリウム原単位削減効果)

43 億円 (うち蛍光体向けテルビウム・ユウロピウム原単位削減効果)

2. 定性効果

本プロジェクトで研究開発している白金族、セリウム、テルビウム・ユウロピウムは、それぞれディーゼルエンジン向け自動車触媒、液晶ディスプレイ・ハードディスク・カメラ等のガラス・レンズ研磨剤、蛍光灯やPDP向け蛍光体のみならず、幅広く日本の産業競争力を支える製品(市場規模約 20 兆円)に使われており、その波及効果は大きい。
 実際に、2010 年 7 月にはレアアースの供給懸念が顕在化したが、この事態を先取りした研究開発を既に行って成果が出ており、実用化の動きも取っていることを国内外に示すことが、その後の価格安定化に寄与した。

【事業の背景・目的・位置付け】

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。

II. 研究開発マネジメントについて

事業の目標	最終目標（平成25年度末）では、希少金属元素の使用原単位（一製品当たり）について現状と比較して下記に示した低減が可能となる製造技術を開発し、ユーザー企業、大学等の外部機関に対して機能評価のためにラボレベルでサンプル提供できる（試料提供）水準に至るまでの技術を確立する。 また、製品の機能や製造コストは少なくとも現状と同等を維持することを前提とする。		
	研究開発項目	対象元素	使用原単位の低減目標値
	⑥-1、⑥-2	排ガス浄化向け白金族(Pt族)	現状から50%以上低減
	⑦-1、⑦-2	精密研磨向けセリウム(Ce)	現状から30%以上低減
	⑧	蛍光体向けテルビウム・ユウロピウム(Tb・Eu)	現状から80%以上低減

事業の計画内容	主な実施事項	H19fy	H20fy	H21fy	H22fy	H23fy	H24fy	H25fy	総額
		⑥-1 排ガス浄化向け白金族/日産自動車他							
	⑥-2 排ガス浄化向け白金族/産総研他								754
	⑦-1 精密研磨向けセリウム/三重県他								711
	⑦-1 精密研磨向けセリウム/立命館大学他								1,259
	⑧ 蛍光ランプ向けテルビウム・有利び有無/産総研他								515

開発費用実績 (会計・勘定別に事業費の実績額を記載) (単位:百万円)	会計・勘定	H19fy	H20fy	H21fy	H22fy	H23fy	H24fy	H25fy	総額
	一般会計 ⑥-1 ⑥-2 ⑦-1 ⑦-2 ⑧				600	396	446	449	296
特別会計 (電源・需給の別)									
加速予算・補正 ⑥-1 ⑥-2 ⑦-1 ⑦-2 ⑧				503	1082	0	0	0	1585
総予算額 (内⑥-1~⑧)				1,103	1,478	446			3,772
(委託) ○									
契約種類: ○をつける (委託) (助成) (共同研究) (負担率)	(助成) : 助成率△/□ (共同研究) : 負担率△/□								

開発体制	経産省担当原課	製造産業局非鉄金属課
	プロジェクトリーダー	⑥-1 日産自動車(株)総合研究所 主管研究員 菅 菅克雄 (～2011/3 同 関場徹) ⑥-2 (独)産業技術総合研究所新燃料自動車技術研究センター 副センター長 濱田秀昭 ⑦-1 ファインセラミックスセンター材料技術研究所 エレクトロ・マテリアルグループ グループ長 須田 聖一 ⑦-2 立命館大学 理工学部機械工学科 教授 谷泰弘 ⑧(独)産業技術総合研究所 ユビキタスエネルギー研究部門 高機能ガラスグループ 研究グループ長 赤井智子
	委託先 (* 委託先が管理法人の場合は参加企業数および参加企業名も記載)	⑥-1 日産自動車(株)、電気通信大学、名古屋大学、早稲田大学 ⑥-2 (独)産業技術総合研究所、三井金属鉱業(株)、水澤化学工業(株)、名古屋工業大学、九州大学(2013/6 まで) ⑦-1 (財)三重県産業支援センター、京都大学、九州大学、東北大学、(財)ファインセラミックスセンター、秋田県産業技術センター、(株)小林機械製作所、サイチ工業(株) ⑦-2 立命館大学、(株)アドマテックス、九重電気(株)、(株)クリスタル光学 ⑧(独)産業技術総合研究所、東北大学、新潟大学、三菱化学(株)、パナソニック(株)
情勢変化への対応	<p>本プロジェクトでは、研究開発を実施する前に、レアメタル・レアアースの各元素についてリスク調査を行い、調査時点でリスクの高い国として取り組むべき重要な元素を選定し研究開発の対象元素としている。この調査は、平成17年度、平成18年度、平成20年度と実施している。平成22年7月以降大きな問題となったレアアースの供給不安の顕在化に対し、国としてこの問題を先取りした研究開発の動きを取っており、研究成果が出ていること、研究成果の上市化予定等を示すことができるとことで一定の評価が得られている。</p> <p>平成19年度からインジウム、ジスプロシウム、タングステンの3鉱種について実施しており、平成20年度の鉱種のリスク調査結果を受けて、平成21年度から、新たに白金族、セリウム、テルビウム・ユロピウムを実施している。また、平成22年度には鉱種のリスク調査を実施し直近のリスクの把握を行い平成23年度以降の研究開発のための準備を行った。</p> <p>平成21年度以降、レアアース等に対する供給不安が現実のものとなってきたことから、既に研究開発を開始している鉱種について緊急に対策を開始した。具体的には、平成21年度補正予算および平成23年度予算でジスプロシウム(ネオジム含む)を、平成22年度補正予算でセリウムおよびインジウムに対する研究開発を実施した。</p> <p>また、平成22年度、平成24年度、平成25年度には鉱種のリスク調査を実施し直近のリスクの把握を行い、平成24年度、平成25年度、平成26年度の希少金属代替・低減技術実用化開発助成事業の研究開発する元素に反映させた。</p>	
中間評価結果への対応	<p>(指摘1) 特定国の施策などにより目標設定の見直しが必要となる可能性があり、世界の動向を先取りした素早い対応を求めたい。</p> <p>(対応1) 平成22年度、24年度には、これまでと同様手法により各鉱種毎のリスクを評価し、重要元素については詳細な調査を行い、マネジメントに活用した。平成24年度より毎年リスク評価を実施し、平成25年度の調査では、環境変化に合わせて評価項目の見直しを行っている。</p>	
	<p>(指摘2) 文科省との連携を強め基礎研究へのフィードバックで学術的成果や基礎的研究課題の構築にも還元できるよう工夫すべきである。</p> <p>(対応2) 継続して元素戦略との合同シンポジウムを開催し、研究内容や成果の積極的な広報、ポスター発表での意見交換を行っている。</p>	
	<p>(指摘3) 本事業の先見性や進歩性について世界に向けて積極的に発信すべきであり、その成果も広く公開すべきである。</p> <p>(対応3) 日米欧3極 R&D ワークショップを継続して実施し、各種最新動向の情報交換を行うとともに、NEDO での取組を積極的に発信した。また、米国 AMES 研究所とは希少金属の有効活用に関する協力協定を締結し情報交換を進めている。</p>	
評価に関する事項	事前評価	平成20年度実施 担当部 電子・材料・ナノテクノロジー部
	中間評価	平成23年度 中間評価実施(平成19年度開始鉱種は平成21年度に実施)
	事後評価	平成26年度 事後評価実施

<p>Ⅲ. 研究開発 成果について</p>	<p>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</p> <p>(1) 遷移元素による白金族代替に関する研究開発 酸化鉄(Fe₂O₃)はミクロンオーダーのサイズでは、排気浄化性能をほとんど示さない が、数十ナノメートルに微粒子化すると、浄化性能が発現することを見出した。さらに酸化 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より活性が向上する。Spring-8 に おける電子状態の解析により、担持基材と酸化鉄の間の相互作用により鉄の酸化数が還元 側側にシフトし、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。</p> <p>(2) 白金族凝集抑制手段に関する研究開発 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。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十ナノメートルの微粒子を維持することに成 功した。</p> <p>(3) プラズマによる活性向上に関する研究開発 早稲田大学と共同で触媒をコートした反応管内でプラズマを発生させ、触媒反応促進効を解 析した。例えばNOの分解反応は触媒を使用しても通常400℃以上の高温が必要であるが、 プラズマを発生させることによって150℃から高い転化率を示す。</p> <p>(4) DPFの反応向上要素とその実現に関する研究開発 名古屋大学と共同でディーゼルパーティキュレートフィルター(DPF)における触媒配置構造 最適化を検討した。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、これによりDPF内部の 触媒分布、ガス流れ及びパーティキュレートの堆積・反応過程の解析を行い、触媒の担持量 と担持位置について検討した。DPFのガスの入り口側の内部壁面に触媒成分を均一に担持 することにより、パーティキュレートの燃焼性が大きく向上することが確認できた。</p> <p>(5) 排気触媒統合化に関する研究開発 触媒統合化システムによる低減効果は見られなかった。</p> <p>(6) 遷移元素化合物の実触媒化および量産化に関する研究開発 白金族凝集抑制技術および遷移元素による白金族代替技術を用いて、ディーゼルエンジ ン車用排気浄化システムに使用される酸化触媒(DOC)で75%、リーン NOxトラップ触媒 (LNT)で65%、ディーゼルパーティキュレートフィルター(DPF)で100%の低減を行い、 ディーゼルエンジン車用排気浄化システムで使用される触媒全体として、白金族の73% 低減を達成した。</p>
---------------------------	---

	<p>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</p> <p>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、白金族使用量を50%以上低減した触媒システムを開発した。</p> <p>(1) 車両寿命以上の耐久性を有するディーゼル酸化触媒およびDPF用触媒を開発する。 ディーゼル酸化触媒</p> <ul style="list-style-type: none"> ・担体の高度化を検討し性能に優れたメソ孔拡大型Si-Al₂O₃、Zr-Al₂O₃担体を開発した。 ・高活性を示す高分散のPtPdナノ粒子触媒を調製する表面ポリオール還元担持法と高級脂肪酸添加担持法を開発した。 <p>DPF用触媒</p> <ul style="list-style-type: none"> ・耐久性と酸化活性を飛躍的に向上させたAg-Pd合金触媒を開発した。 <p>(2) 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認する。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ハニカム作成に当たり、酸化触媒については、担体コート層のマクロ孔の形成技術及び白金族の濃淡コート技術、DPF用触媒については機能分離コート技術を開発し、それぞれの最適化を行った。 ・担体製造装置(パイロット製造装置)を製作し、その工程の最適化を行うことによって、上述の触媒担体を大量に製造する技術を確認した。 <p>(3) 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、課題を確認した。この課題を解決し、実用性をもった触媒システムを開発した。</p>
<p>Ⅲ. 研究開発成果について</p>	<p>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</p> <p>(1) 研磨メカニズムの解明と代替砥粒の設計 酸化セリウム砥粒による研磨メカニズムとして、Ce³⁺/Ce⁴⁺の酸化還元挙動ならびにその局在によって、Si-Oの結合を切断することを世界で初めて解明するとともに、この化学研磨メカニズムに基づき新たな代替砥粒を設計した。固溶させた酸化セリウム及びSrFeO_xペロブスカイト等を用いて研磨における化学作用について明らかにした。さらに、酸化鉄、酸化ジルコニウム、酸化チタン等について研磨特性との関係を明らかにした。</p> <p>(2) 代替砥粒の開発 市販のセリア系砥粒と比較して同等の研磨速度とそれを上回る表面平滑性を示す新規研磨材(SrZrO₃-ZrO₂またはSrZrO₃-CeO₂)を開発した。また、既存のカルシウム含有ジルコニアをベースに組成や熱処理条件、粒度分布などを最適化した結果、酸化セリウム系砥粒と同等の研磨速度と表面平滑性を実現できる新規砥粒を開発した。</p> <p>(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 フェムト秒レーザーでの非熱的アブレーションによりガラスに対する前処理が可能になった。砥粒表面の活性化については液中照射装置により砥粒表面に効率よく照射可能となる技術を確認した。砥粒に対する電界印加により研磨速度が20%向上。さらにトライボケミカル研磨技術に電界環境を取り入れることで、約2倍の研磨速度を実現できた。また、研磨寿命に関する要素技術をもとに砥粒リサイクル装置を開発。新規砥粒として酸化マンガンについて検討し、低スラリー濃度領域において、既存酸化セリウムスラリーと同等以上の研磨特性を実現。さらに、高圧空気環境下では約2倍の研磨速度を実現。</p> <p>(4) 革新的オングストロームオーダー表面創成技術 フラットパネルディスプレイの研磨においては、大型電界制御装置の設計を含めて検討した結果、スラリー投入方式等を最適化することで従来の研磨方法と比較して、約20%研磨速度を向上させることができた。ハードディスク向け精密研磨に関して、電界印加部分を最適化することによって従来の研磨方法と比較して、約16%研磨速度を向上させることができた。</p>

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

(1) 複合砥粒の研究開発

複合砥粒の製造法およびコア粒子材質や形状の検討を行い、酸化セリウムの成分割合が30%以下となる有機無機複合砥粒を開発した。また、コア粒子の材質としてウレタン樹脂が適していることを見出し、さらに比重や形状を変更して滞留性を高めることで、ソーダガラスを中心とした硝材の研磨において50%の研磨特性の向上を達成した。また、コア粒子に付着していない遊離した砥粒を分級除去することにより、従来の酸化セリウムと同等の研磨特性を発揮し、その使用割合を約90%削減した複合砥粒を開発した。有識者メンバーおよび実用化推進委員メンバーに対して、その最適な有機無機複合砥粒のサンプル提供を実施した。

(2) メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発

加工域に砥粒、工具(研磨パッド)、工作物、メディア粒子の4種類の固体(4BODY)が存在する複合粒子研磨法の採用で、幾何学的精度や加工安定性のきわめて優れた研磨が行えることを確認した。砥粒の滞留性を改善する異形の有機または無機メディア粒子を採用することで、通常研磨の1.4倍の研磨特性を達成した。また、表面形状を微細に制御し、酸化セリウムとほぼ同等の研磨特性を有する酸化ジルコニウム砥粒を開発した。これらの無機メディア粒子に関しては一部有識者にサンプル提供を行った。

(3) 研磨特性を向上させる研磨パッドの研究開発

研磨パッド材質にエポキシ樹脂を採用し、その硬度を従来多用されているウレタン樹脂研磨パッド並に調整することでソーダガラスに対して2倍以上の研磨特性を達成した。このことで酸化セリウム使用量を半減できることが判明した。さらに代替砥粒として酸化ジルコニウムが使用できることを見出した。多孔質エポキシ樹脂研磨パッドは平成24年4月に上市化を達成した。それに伴い、本事業での研究開発を前倒して終了し(同年3月)、同年4月から仕上げ研磨用スエードパッドの高機能化の研究開発を実施した。ウレタンベースのスエードパッドにエポキシ樹脂を適量添加することにより、従来パッドの2倍の研磨特性を達成した。また、大口径のソーダガラスに対して溝切りを行うことなく均質に研磨できる隙間調整型研磨パッドを開発した。エポキシパッドやエポキシウレタンパッドの隙間調整型パッドを開発し、直径100mm程度の工作物を均質に研磨できる隙間調整粒子を見出した。

(4) プロセス技術の研究開発

砥粒を全く使用せず化学的研磨により遊離砥粒研磨と同等な研磨特性を得ることのできるプロセス技術の開発を行い、三元系のエッチャントを使用すれば、pHが5以上の現場や環境に優しい溶液で鏡面仕上げが可能となること、高形状精度を達成するためにエッチャントの侵入が容易な研磨工具・研磨機構が必要となることを確認した。ジルコニア砥粒の高効率化を図るため、pHを調整してこの酸化ジルコニウムを凝集させたり、酸化ジルコニウムに酸化亜鉛等の高比重酸化物粒子(移動抑制粒子)を添加したりすることで砥粒の滞留性を高め、石英ガラスなど硬質ガラスに対しても酸化セリウムと同等の研磨特性を達成した。共振研磨に関しては酸化セリウムの場合砥粒の電極付着が生じ研磨の阻害要因が発生することが確認されたため、平成22年度に研究開発を中止した。その代替として、研磨パッドの表面処理による高機能化技術および前工程である粗研磨加工の高機能化の研究を実施した。研磨工具の表面処理では親水性に優れたエポキシ樹脂やポリイミド樹脂を表面塗布することで高研磨性能が得られることを確認した。また金属繊維焼結ラップ工具を開発することと、砥粒の滞留性を改善する粒子を添加したラップ砥粒を開発することで、通常研磨を上回る研磨特性を達成した。

	<p>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</p> <p>(1) 蛍光ランプ用蛍光体 LaP04:Ce, Tb (LAP) の Tb を 33%低減 (Tb+Eu として 20%低減) 仕手も、ランプ光束としては、変わらないことを示した。</p> <p>(2) シリカ保護膜を高効率に発光させることで、光利用効率を高め、蛍光体の使用量が 20%以上低減できることを示した。また、ガラス上にナノインプリントフィルムからゲルを写す手法を開発して光利用効率を高めると蛍光体の使用量が 10%低減できることを示した。</p> <p>(3) ランプ用蛍光体をラボスケールでランプ性能を評価し、劣化を加速試験する方法を開発した。</p> <p>(4) ハロリン酸系蛍光体、希土類蛍光体を磁化率差を利用して、磁気力分離が可能なことを示した。実際の工程内廃蛍光体、市中廃蛍光体にこの方法を適用して分離が可能なことを示した。分離された LAP を用いてランプを試作したところ、新品 LAP 並みの性能が得られることが明らかになった。この結果、Tb+Eu として 30%以上の使用量を低減できる可能性があることを示した。また実用に資する量産用の磁選機を開発した。</p> <p>(5) 蛍光体の発光色などの特性を材料インフォーマティクス手法を用いて結晶構造から予測する手法を開発した。また特定の構造を有する結晶構造を結晶構造データベースからスクリーニングするプログラムを開発した。これらの手法を組み合わせることで、高効率に候補物質を絞り込む手法が開発できた。この手法を利用し、低コストで製造できる酸化物系の Eu または Ce を発光元素する赤色蛍光体を複数見出すことができた。また、赤色蛍光体 NaMgP04:Eu の量子効率 は 80%以上であった。</p> <table border="1" data-bbox="347 1032 1477 1200"> <tr> <td data-bbox="347 1032 636 1072">投稿論文</td> <td data-bbox="636 1032 1477 1072">「査読付き」 27 件、「その他」 71 件</td> </tr> <tr> <td data-bbox="347 1072 636 1113">特許</td> <td data-bbox="636 1072 1477 1113">「出願済」 78 件、(うち国際出願 7 件)</td> </tr> <tr> <td data-bbox="347 1113 636 1200">その他の外部発表 (プレス発表等)</td> <td data-bbox="636 1113 1477 1200">「プレス発表」 93 件</td> </tr> </table>	投稿論文	「査読付き」 27 件、「その他」 71 件	特許	「出願済」 78 件、(うち国際出願 7 件)	その他の外部発表 (プレス発表等)	「プレス発表」 93 件
投稿論文	「査読付き」 27 件、「その他」 71 件						
特許	「出願済」 78 件、(うち国際出願 7 件)						
その他の外部発表 (プレス発表等)	「プレス発表」 93 件						
IV. 実用化の見通しについて	<p>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</p> <p>今回開発した触媒は目標値をほぼ達成したものの、触媒メーカーのディーゼル触媒の白金族低減技術が進んでおり、優位性が見られなかった。したがって、今後は、次の先行開発ステップには進まず、建設機械用など他業界含め本プロジェクトで開発した技術の受け入れ先を探すこととした。</p> <p>波及効果として、ガソリンエンジンでも有効で優位性のある技術であることが分かったため、ガソリンエンジンでの実用化を検討する。</p> <p>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</p> <p>触媒材料技術や触媒コート技術などの要素技術に関しては、当初の計画通り目標が達成されている。</p> <p>酸化触媒については触媒材料、触媒コート技術、システム設計および耐久性向上に関する本 PJ の目標は達成され、担体の供給体制ならびに大量製造技術が確立され、市場への試供品提供が可能となった。今後は取引先およびナノテク等の宣伝活動の場を利用して試供品を提供する触媒メーカーを探し、実用化を検討する。また、生産技術的な問題点やコスト目標を明確化することにより実用化の可能性を高めていく。</p> <p>一方、DPF 触媒については、Ag 系触媒のコート方法の最適化や AgPd 系触媒をベースとした機能分離コーティングにより PM 燃焼性能と HC/CO 酸化性能の両立を図る実用的な技術を確立した。今後、大型商用分野への実用化に向けては SCR 触媒も含めた検討が必要とさ</p>						

れる。また、新規分野へ取り組みとして、小型車分野への適用検討も開始した。平成 26 年度希少金属代替・低減省エネ材料技術実用化開発助成事業に応募し、採択された(白金族代替 Ag 系 DPF 触媒システムの実用化開発(2014~15))。実用化段階での技術的課題を明確にしながら、安定した品質が得られるような製造技術を確立していく。また、Ag 系触媒の特徴である優れた PM 燃焼機能の解析によって、Ag 系触媒システムとしての商品価値を高め、早期実用化を目指す。

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) ナノ分散砥粒

JFCC が有するナノ複合砥粒に関する知見と、堺化学工業株式会社が有する粉体合成技術を融合することで、ナノ複合砥粒の量産の見通しが立ち、ガラス精密研磨用砥粒としてサンプル提供と合わせて事業化へ向けて進めている。

(2) ジルコニア砥粒

京都大学と三重県産業支援センター(AMIC)で開発、日本国特許(第 5046259 号)を取得した代替砥粒(Ca含有ZrO₂系砥粒)について、開発元である三重県産業支援センターと同地域(三重県)にある企業の中からZrO₂の開発・生産力のある日陶顔料工業株式会社において事業化を行った。ナノテク 2014、イノベーション・ジャパン 2014 などを通じてサンプル提供を行った。

(3) 砥粒リサイクル

H26 年度は、試作開発したリサイクル装置を用い、さまざまな砥粒のリサイクル実験を行い、かつ商品としてのデザイン性、安全性、耐久性、及装置価格の妥当性を検討していく。また、展示会へ出展することで装置のPRをしつつ、情報収集を行い顧客のニーズを把握し、H27 年度より新規事業として展開していく。

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) 研磨パッド

平成22年9月から大手ガラスメーカー等(有識者委員あるいは実用化推進委員)に有機無機複合砥粒および多孔質エポキシ樹脂研磨パッドのサンプル提供を開始した。有機無機複合砥粒の場合母粒子の購入および複合砥粒の製造のため多少のコストアップとなるが、多孔質エポキシ樹脂研磨パッドは従来品と同等のコストで製造できること、またその効果は多孔質エポキシ樹脂研磨パッドのほうが大きく両方を同時に採用した場合複合砥粒の効果は表れにくいことから、多孔質エポキシ樹脂研磨パッドのみの早期市販化の要望がサンプル提供した企業から出された。このため、本事業において多孔質エポキシ樹脂研磨パッドに関しては研究開発を前倒して終了し、平成24年4月の市販化を開始した。

市場で使用されている代表的な研磨パッドには、多孔質研磨パッド、不織布研磨パッド、スエードタイプ研磨パッドの3種類があり、工作物材質や加工条件等に合わせて選択されている。このため多孔質研磨パッドのみの実用化では、広いユーザーニーズに応えることができない。一方、不織布研磨パッドやスエードタイプ研磨パッドの場合もその材質の一部にエポキシ樹脂を採用することで研磨特性が改善されることが明らかになっている。しかしその表面構造が異なるために最適なエポキシ樹脂材質が多孔質研磨パッドの場合とは異なり、その最適化にはまだ時間を要する。事業終了後も継続してこれらの研磨パッドに関して研究開発を実施しており、これらの実用化を行う予定である。

(2) 複合砥粒

現在開発されている有機無機複合砥粒はその酸化セリウムの成分割合が1/3以下でしかも従来砥粒と同等以上の研磨特性を示しているため、本プロジェクトの削減目標は十分にクリアしているが、上記のように価格向上と多孔質エポキシ樹脂研磨パッドとの競合に

	<p>より、現状では多孔質エポキシ樹脂研磨パッドのみでは加工仕様が達成できない高精度光学部品への適用のみが実用化の可能性が高い領域となっている。</p> <p>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</p> <p>蛍光体の回収については、コストが課題となるが、高磁場勾配磁選法は大量・低コストで処理が可能な技術であるため、廃蛍光体を10キロ程度(LAP1キロ)を処理するコストとLAP1キロの値段を考慮すると、コスト的に見合う可能性は高い。ランプメーカー側の再生蛍光体の導入意欲はその時の希土類価格にも影響を受けるが、5～10年のタイムスパンを考慮すれば、価格が上昇することもあり、その際の導入は期待できる。また、工程内回収については、ランプメーカーが企業内に導入することになるが、これも希土類価格の市況によっては導入される可能性はある。</p> <p>ランプ部材については、蛍光ランプ用として実用化することは難しい状況にあるが、LED、太陽電池、特に太陽電池については、カバーガラス等で光利用効率を高める技術は今後の実用化が期待される。特に蛍光シリカは樹脂と同等の屈折率を有し、混合した際に透明になることから、太陽電池用波長コンバーターとして期待できる。1.5以下の屈折率を有し、従来にない蛍光体であることから優位性は高い。</p>	
<p>V. 基本計画に関する事項</p>	<p>作成時期</p>	<p>平成26年3月 作成</p> <hr/> <p>平成20年3月 制定 平成20年7月 改訂（イノベーションプログラム基本計画の制定により、「(1) 研究開発の目的」を修正）</p> <p>平成21年3月 改訂（新鉱種追加により修正）</p> <p>平成21年12月 改訂（研究開発項目⑥～⑧の委託者決定に伴う詳細目標と事業実施内容の確定による修正と「明日の安心と成長のための緊急経済対策（平成21年度補正予算（第2号））」に係る研究開発項目⑨の追加）平成22年3月 改訂（研究開発項目⑦-2目標の細分化に伴い改訂）</p> <p>平成22年6月 改訂（採択条件等反映のため、研究開発項目⑨-1および⑨-2の最終目標等を修正）</p> <p>平成22年12月 改訂（「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））」に係る研究開発項目⑩の追加）</p> <p>平成23年7月 改訂（研究開発項目⑨-1の後続テーマとして研究開発項目⑨-3を追加）</p> <p>平成24年3月 改訂（希少金属代替・削減技術実用化開発を追加）</p> <p>平成24年11月 改訂（研究開発項目⑨-3の実施期間の変更、事後評価時期の変更、達成目標の変更、中間評価の削除）</p> <p>平成25年3月 改訂（⑦-1、⑦-2の実施期間を平成21年度～平成24年度までの4年間に変更すると共に、本変更に伴い最終目標を変更 「希少金属代替・削減技術実用化開発」の名称のうち、「削減」を「低減」に変更）</p> <p>平成25年7月 （⑥-1 最終目標を変更）</p> <p>平成26年3月 改訂（根拠法変更に伴う修正）</p>

プロジェクト用語集

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

用語	説明
CO(一酸化炭素)	エンジンから排出される有害な成分。
DPF(ディーゼルパーティキュレートフィルター)	ディーゼルエンジンから排出される粒子状物質(PM)を捕捉するためのフィルター。通常、堆積した PM を除去して再生するために白金触媒を使用する。
DOC(ディーゼル酸化触媒)	ディーゼル車で使われる酸化触媒をいう。炭化水素や一酸化炭素の酸化除去や酸化反応時の熱を利用して排ガス温度を上げる働きがある。
FORTRAN	プログラム言語の一つ。これを用いて関数を記述することで様々な対象の反応特性を高速に計算することができる。しかし単純でない形状(球や直方体以外)に対しては困難で現実的ではない。
HC(炭化水素)	エンジンから排出される炭素(C)と水素(H)からなる化合物。
NaBH ₄	水素化ホウ素ナトリウムと呼ばれる物質で、酸性条件や、特定の触媒の存在下で分解し、水素ガスを放出する性質を持ち、液相中での金属ナノ粒子の調製の際に還元剤として用いられる。
NO _x (窒素酸化物)	エンジンから排出される有害な窒素の酸化物で、NOとNO ₂ の総称。
NO 酸化反応	NOをNO ₂ に酸化する反応。DPFや尿素SCRの前段として組み込まれる。
NO _x 吸蔵還元(NSR または LNT)	三元触媒に NO _x 吸蔵剤を複合させた触媒を用いて、ディーゼル排出ガス中の NO _x を触媒に吸蔵させ、間欠的に燃料を噴射して還元除去する方法。還元剤を別途用意する必要がないため自家用車に向くが、寿命がやや短く燃費悪化を伴うため大型商用車への適応は難しい部分がある。
one-pot プロセッシング	担体の前駆体のゾルに、触媒成分の金属イオンを予め混合した上で、均一ゲル化により触媒を作製する方法。担体ゲルを作製した上で、触媒金属成分を含浸法により担持する(二段階の)方法と区別するために付けられた名前。
PM (パーティキュレートマター)	エンジンから排出される粒子状物質のこと。通常、可溶性有機成分(SOF)、固形の炭素微粒子(スス)、硫酸塩等から成る。
SCR(選択的接触還元)	酸素共存下条件において、触媒を利用し、還元剤により選択的に NO _x を還元除去する反応。還元剤としては通常アンモニアが用いられる。近年、炭化水素、水素、CO も触媒と条件次第で選択還元の還元剤とすることが見出された。
TEM-EDS	TEM(透過型電子顕微鏡)と EDS(エネルギー分散型 X 線分光法)を併用することで元素分析や組成分析を行う手法。

用語	説明
X線微細構造分析 (XAFS)	物質に徐々に波長を変えながら X 線を照射し、その時の吸収エネルギー (物質の構成元素が吸収) より構造を解析する分析手法。対象とする元素に関する電子状態やその周辺構造 (隣接原子までの距離やその個数) などの情報を得ることができる。対象となる測定物が結晶物質に限られない利点があるが Spring8 等のシンクロトロン放射光実験施設で実験・解析を行う必要がある。
アルミナゲル	アルミナゾルをゲル化して得られるアルミナの多孔質体。乾燥前のものは湿潤アルミナゲル、乾燥後のものは乾燥アルミナゲル、と区別することもある。
アルミナゾル	アルミナ結晶が水中に分散したコロイド溶液。水酸化アルミニウム (ペーマイトなど) が主成分である。
安定分散	液体中で微細な固体粒子が浮遊し、固体粒子が集まって沈殿しない安定な状態の分散を指す。
アンモニア昇温還元法 (NH ₃ -TPR)	触媒表面の活性酸素と反応するアンモニアを供給し、アンモニア-活性酸素反応の生成物の温度に対する挙動から、活性酸素の性状を測定する方法。
エージング処理	自動車触媒は使用過程で高温に曝され、性能劣化が起こる。劣化触媒の性能を把握し耐久性を評価するため人為的に高温にさらす処理のことをいう。
液相還元法	金属塩や錯体の溶液中で、還元剤等を用いて金属イオンを0価の金属に還元する方法のこと。
塩基性物質	反応分子からプロトン (H ⁺) を受容したり、反応分子に電子対を供与したりする物質。塩基性物質としてはアルカリやアルカリ土類、希土類の酸化物などがある。
解膠	塊状の凝集した沈殿等が表面の電氣的性質を粒子同士で反発するような作用を起こす物質を加えることにより、凝集した塊が解かれて微細な粒子となり液体中に浮遊したゾルの状態になる現象。
加水分解	有機物分子や無機物の結合が切断され、水分子 (H ₂ O) が H ⁺ と OH ⁻ に分かれて付加する反応のこと。
活性酸素種	ススを燃焼させることができる酸素。触媒表面上の酸素種の中でも、スス燃焼に関与する活性酸素種と燃焼への関与のすくない吸着酸素があると考えられる。
過渡運転	実際の車両を運転した時のように、エンジンの回転数とそれにかかる負荷が連続的に変化するようなエンジンの運転をいう。(⇔定常運転)

用語	説明
含浸法	触媒活性種である金属を含む化合物溶液を触媒担体に含浸させ、蒸発乾燥させて溶媒を除去後、焼成や還元によって触媒活性種を担体上に析出させて触媒を作る触媒調製法のこと。
基材	触媒を実用的に機能させるために触媒種を塗布するためのセラミックスや金属でできた支持体。形状は用途に応じてハニカム状、フィルター状のものが使われる。
均一媒体	多孔体は本来、固体部分とそのすきまの空間部分から構成される不均一な媒体であるが、これを平均的な特性(拡散係数、伝熱係数、反応特性等)を持った構造のない物質として扱う。これを均一媒体と呼ぶ。
金属アルコキシド	アルコキシ基(RO-)に金属が結合した化合物のこと。水と容易に加水分解し、アルコールと金属水酸化物になる。
金属分散度	触媒担体上に担持された金属触媒粒子全体の原子数に対する表面に露出した金属原子数の割合で示され、0から1の値をとる。小さな粒子ほど分散度が大きいので粒子の大きさの指標となる。
金属分散度測定	COやH ₂ が金属触媒粒子の表面原子に化学吸着する性質(金属原子1に対して1分子吸着等)を利用し、その化学吸着量から表面金属原子数を求め、金属分散度を測定する方法。
クリオゲル(凍結乾燥ゲル)	湿潤ゲル中の溶媒を凍結乾燥によって除去して得られる、気孔率の極めて高い多孔質体。
コアシェル構造	2種類の成分相からなる粒子において、片方の成分相が核(コア)を形成し、もう片方の成分相が核の周囲を覆う殻(シェル)を形成している構造のこと。コアシェル構造は、コア相とシェル相の親和性が高い場合にのみ形成されるため、その構造を形成できる成分の組み合わせは非常に限定される。
高級脂肪酸	植物油の構成成分としてグリセリンとともに得られる、長鎖(通常炭素数10以上)の炭化水素を有する1価カルボン酸。水に難溶。構成する炭化水素の長さにより特性が変わり、長いほど粘性・融点が高くなり水との親和性が下がる。
コート(コーティング)技術	触媒を実用的に機能させるために、粉末状の触媒種を触媒基材(ハニカム等)に塗布する技術。
コロイド	溶け合わない2つの相(液体-液体、固体-液体等)の一方の相が微細な液滴または微粒子の状態を形成し、他方の相に浮遊・分散した物質状態のこと。

用語	説明
コロイド保護剤	コロイド粒子の表面に吸着あるいは作用し、静電的な反発力を形成し、液中でコロイド粒子が凝集して沈降しないように働く物質のこと。
酸性物質	固体表面から反応分子に対してプロトン(H ⁺)を与えたり、反応分子から電子対を受容したりする物質。酸化アルミニウム(アルミナ:Al ₂ O ₃)に酸化ニオブや硫酸イオンなどを添加すると酸性物質となる。
自動車 NOxPM 法	大都市を中心に「対策地域」を定め、NOx(窒素酸化物)とPMの排出基準に適合しない車の所有、使用を制限する法律。ディーゼル車を適合させるには排ガス触媒処理が必要で、触媒中に白金族金属が含まれる。
焼成	触媒を作成する最終過程で、触媒成分を安定化させるため高温処理を施すこと。その際の共存成分・処理ガス種・処理時間などが触媒特性に影響する。
触媒活性種	触媒反応を促進させる作用を有する成分・物質。
シングルナノサイズ	約 1~9nm 程度の大きさ。
シンタリング	金属やセラミックスの粒子が融点よりも低い温度に加熱されるとき、粒子同士が結合して一つのより大きな粒子となる現象で、焼結とも呼ばれる。
水銀圧入法	水銀の表面張力が大きいことを利用して、圧力と圧入された水銀量から、メソ、マクロ領域の細孔径や細孔容積を測定する手法。
水熱雰囲気処理	物質を高温高圧の熱水で処理すること。オートクレーブと呼ばれる密閉耐圧容器を使用する。シリカゲルを水熱雰囲気処理することにより、細孔構造を制御することができる。
数値流体力学	英語で Computational Fluid Dynamics (CFD)。具体的な 3 次元形状に対して流体の流れ、分子相互拡散、エネルギー移動等を数値的に計算するシミュレーション技術。
スス燃焼反応速度	本研究では、不活性ガス中で所定の反応温度に置かれたスス+触媒混合物に酸素を導入し、その直後からのCO ₂ 、COの生成量からスス残存量の時間変化を算出し、酸素導入直後におけるスス残存量変化の傾きをスス燃焼反応速度と定義した。
ゾル	微細な粒子が気体や液体中に浮遊し、その状態が維持される系をゾルという。コロイド溶液とほぼ同義に使用される。
ゾルゲル反応	アルコキシド溶液の加水分解・重縮合反応によりゲル化させる反応をいい、ガラス、セラミックスなどの材料を比較的低温で合成できる。例えばシリカやアルミナの前駆体であるアルコキシド溶液の加水分解・重縮合反応によりゲル化させたものを焼成処理してセラミックス担体を得ることができる。

用語	説明
ゾル分散担持法	金属活性種のナノ粒子分散液と担体成分の前駆体ゾルを混合分散し、蒸発乾固・焼成の操作を経て触媒を作る方法。この方法により触媒金属に高い耐熱性を付与することが可能。
多元構造担体	白金粒子の凝集を抑制する仕切り材の役割を果たすメソ構造と、燃料ミストによる細孔閉塞を回避できるマクロ構造を階層的に多元構造化した担体。
打錠成型機	粉末に圧力をかけることで成型を行う機械のこと。操作条件の制御により、任意の形や密度、細孔分布の成型品を作製することができる。
単位面積あたりの酸点	酸性物質の表面に存在するプロトン(H ⁺)や電子対を受容できるサイトの数を表面積で規格化した値。
炭化水素酸化反応	排気ガス中に含まれる未燃燃料成分をCO ₂ と水に完全に酸化する反応。
担体	触媒作用に必要な触媒成分を保持(担持)させるための下地材料。触媒成分の安定化や高分散化などの効果がある。アルミナなどの金属酸化物などが用いられる。
透過型電子顕微鏡(TEM)	電子顕微鏡の一種で、電子線を絞って触媒のごく一部の領域に照射し、触媒を透過した電子線から形状を観察する装置。
尿素 SCR	ディーゼル排出ガスに還元剤である尿素を添加し、有害成分のNO _x を低減させる方法。寿命が長く燃費悪化を伴いにくいいため、大型商用車で多用されるが尿素搭載が必要で手間がかかるため自家用車には不向き。
燃料ミスト	軽油燃料のポスト噴射や排気管噴射により供給され、酸化触媒上での燃焼によりDPF強制再生のための排ガス昇温の役割を担う。ただしマクロ孔が小さな担体では燃料ミストが担体の細孔を閉塞する問題がある。
バランスポイント温度(BPT)	DPFに堆積した粒子状物質の燃焼性をはかるひとつの指標。フィルター上に堆積していくとフィルターの圧力損失が上昇するが、その粒子状物質が燃焼しはじめると圧力損失は低下する。この時の堆積速度と燃焼速度がバランスし、圧力損失変化が一定となる温度をバランスポイント温度(BPT)という。
複合コロイド	Ptを含む相とCeを含む相の二種類の相が互いに接触した状態で複合化されているコロイドのこと。例えば、Ptを含む相とCeを含む相の二種類の相が互いに接触した状態で複合化されているコロイド。
ベーマイト	水酸化酸化アルミニウムの鉱物名あり、化学式でAlOOHで表される物質のこと。
ポリオール	多価アルコールともよばれ、分子内に複数のヒドロキシル基を持つアルコールの総称。エチレングリコールなど。

用語	説明
ポリオール還元	ポリオールによる金属イオンの還元を言う。金属イオンを溶解したポリオール溶液を加熱して、金属ナノ粒子の調製に用いられる。
マクロ構造	ミクロンオーダー領域(直径 0.05～数 μm)における細孔構造(造粒体間の隙間)。ガスや燃料ミストなどの反応物の拡散の役割を担う。
メソ構造	ナノオーダー領域(直径 2～50nm)における細孔構造(一次粒子間の隙間)。主に白金粒子など活性成分を分散担持する場。
有効拡散係数	多孔体の見かけの拡散係数。多孔体(多元構造担体もその一つ)中は気体分子の運動できる空間が制限されているため、有効拡散係数は障害のない空間内の拡散係数に比べて低くなってしまう。

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

用語	説明
ITO (Indium Tin Oxide) ガラス	インジウムと錫からなる透明導電性を有する酸化物をガラスに蒸着したものの。低抵抗、可視光高透過性を有し、高い耐薬品性を持つ。おもに液晶ディスプレイ用透明電極に用いられ、他に太陽電池や LED などの透明電極として用いられることがある
4BODY 研磨	通常の研磨は加工域に砥粒、工作物、工具の3種類の固体が存在する3BODY 研磨であるが、上記の複合粒子研磨法はこれにメディア粒子という4番目の固体が含まれた4BODY 研磨である。
CMP	遊離砥粒加工を原理とし、相対運動を行うポリシングパッドと工作物の間にスラリーを供与し、砥粒による機械的作用およびスラリー中の薬液による化学的作用により加工を進展させる加工法。
CMP 研磨装置	CMP 研磨 (Chemical Mechanical Polishing 化学機械研磨) を意図して製作された研磨装置。化学機械研磨は機械的な作用と化学的な作用の両作用が働く研磨である。
ICP 分析	化学分析の一つ。プラズマにより試料を熱励起し、その発光から元素の同定、定量を行う分析方法。
IPA置換	ガラス表面上の水をIPA(イソプロパノール)で置換することを言う。乾燥したときに発生する水跡を防止するのが目的。
Ra	算術平均粗さをあらわす記号。表面の断面曲線の中心に線を引き、その中心線によって得られた曲線上の総面積を長さで割った値。
TG-DTA 分析	熱分析の一つ。加熱による重量や熱の変化を測定することで、分解や吸熱、発熱反応を評価する分析方法。
X線回折測定	X線が結晶格子で回折を示すことを利用して、試料の結晶構造を調べることに。定性、定量分析の他、格子ひずみの評価にも用いられる。
圧縮強度	一般的には、物体が圧縮で破砕される時の強度であるが、本研究では、砥粒の二次粒子が圧縮により破砕され、より小さい二次粒子または一次粒子になる時の強度と定義する。
アブレーション	材料表面が融除、熔除、熔発等で取り除かれる現象。通常はたとえば炭酸ガスレーザーのように熱で材料表面を溶解する熱的アブレーションが多い。
粗さ	滑らかさの程度をあらわす尺度。局所的な凹凸の高さ等を数値化したもので、種々のパラメーターがある。
一次研磨	磁気ディスク用ガラス基板の加工工程において、ラップ工程後のすりガラス状ガラス表面を平滑にする研磨。通常、酸化セリウム砥粒とポリウレタンパッドを用いる工程。

用語	説明
一次粒子	単位粒子と考えられるものを1次粒子と呼んでいる。研磨砥粒の場合、一次粒子は数十 nm の大きさである場合が多い。
エッチャント	工作物を侵食し除去する化学溶液。
エッチング	化学液に材料を浸漬させ、化学反応により材料を溶解し除去加工を行う方法。
塩基度	一般には、電子供与性の尺度。塩基度が高い状態とは電子供与性が高く、電子を過剰に有している状態を意味する。
ガラス腐食	ガラスの骨格構造を形成している結合が切断され、ガラスが崩壊、溶出する現象。引っ張り応力のかかっているガラスの表面が水に接していると、水分子との化学反応により低い応力でも結合が切断される。これは特に応力腐食現象と呼ばれている。
ガラス研磨	水溶液中においてガラス表面に水和膜が形成され、それを砥粒が機械的に除去することによって加工が進行すると考えられている。
共沈法	湿式合成法の一つであり、2種類以上の金属イオンを含む溶液からアルカリ等を用いることで複数の難溶性塩を同時に沈殿させて、均一性の高い化合物を作る方法。
クーロン力	電荷を有する粒子、または双極子の間に働く力。
結晶	原子・分子・イオンなどが規則正しく立体的に配列されている固体物質。
結晶構造	結晶を構成している原子・分子・イオンなどの種類および空間的配列状態、あるいは結晶中の原子の配置構造のことをいう。X線回折測定などから結晶構造を決めることができる。
結晶軸	結晶内の座標軸。結晶内の一点を通り、同一平面上にない三～四本の直線群。
欠損 研磨	結晶構造を保ったまま、元素を占有するサイトを空孔と置き換えること。被加工物である材料の表面を他の材料で擦ることで、その被加工物の表面を除去する加工法。狭義には被加工物の表面を鏡面にする加工法を指すことが多い。
研磨圧力	研磨では工作物とポリシングパッドを押し付け擦り合わせて加工を行う。この両者を押し付ける力を研磨面積で除した値。
研磨傷 研磨材	研磨で発生するガラス表面の傷。通常、研磨スラリー中に存在している砥粒以外の異物やガラス屑がガラス表面を引っ掻くことで発生する。 研磨に使用される材料。狭義には、砥粒やパッドを指すことが多い。

用語	説明
研磨パッド	研磨に使用される数 mm 程度の厚みを有するシート状研磨材。ガラス研磨ではポリウレタンパッドやスウェードパッドがその代表である。砥粒を含む研磨スラリーはこの研磨パッド上に注がれる。
研磨レート	単位時間あたりに研磨量。ガラス基板研磨の場合、1分あたりに研磨除去されるガラスの厚みである場合が多い。また、研磨前後のガラスの重量変化を厚みの減少量に換算することも行われる。
研磨レート	研磨により除去される工作物の寸法を研磨時間で除した値。
光学的塩基度	ガラスの電子供与性を定義した概念。ガラスを構成する単純酸化物の塩基度をベースに、Ingram と Duffy がガラスに拡張した概念である。
格子欠陥	結晶において空間的な繰り返しパターンに従わない部位。狭義には、格子空位(本来その格子にあるべき原子が欠落している)を意味することが多い。
格子定数	結晶の単位胞における結晶軸の長さや軸間角度のこと
硬度	物質、材料の特に表面または表面近傍の硬さをあらわす機械的性質の一つで、種々の測定法で数値化される。
固相反応法	酸化物、炭酸塩、硝酸塩などの粉末原料を混合した後、焼成(反応)を行ってを目的とする化合物を合成する方法。原料を均一に混合、またお互いが強く密着していないと、偏析等の問題が発生する。
固溶	結晶構造を保ったまま、異種原子が原子レベルで混合された状態。異種原子が入る位置によって、侵入型固溶体と置換型固溶体がある。置換型固溶体の場合、元の原子(イオン)の大きさと、異種原子(イオン)の大きさの違いによって、格子定数が大きくなる場合と、小さくなる場合がある。
コンタミネーション	工作物や機械に付着する砥粒や切りくずなどの汚染物のこと。
コンディショニング	優れた研磨特性が得られるよう研磨パッドの表面を調整すること。フェイスング、ドレッシングの項目を参照。
湿式合成法	一般には液中で行う合成法のことを意味する。本研究では、金属の塩化物をアルカリを用いて水酸化物として沈殿させ、その沈殿物スラリーに酸素を吹き込むことで金属酸化物を得るために使用している。
自由エネルギー	系の内部エネルギーのうち、仕事に変わり得るエネルギーをいう。残りは熱。
焼成温度	材料を高熱で焼く(焼成という)ときの温度。焼成には電気炉が使用されることが多い。また、還元雰囲気焼成が行われるときもある。

用語	説明
真空パック	洗浄したガラスを真空パック用袋に入れて内部の空気を除去することでガラス表面の清浄性を維持する操作を言う
水和層	ガラスの表面層は水との反応で一部の Si-O-Si 結合が切断され、Si-OH となってガラス内部より脆くなっている。
スエードパッド	基材シート上に軟質の縦型発泡構造の樹脂層を持つ研磨パッド。一般的に仕上げ研磨に使用される
スクラッチ	工作物表面に存在する研磨傷。
スピン乾燥	ガラスをスピンさせて表面についている液体を遠心力で飛ばすことで乾燥を促進させる。
スラブモデル	表面構造を表わすために、スラブ状の薄膜が周期境界条件下で2次元的に無限遠にまで広がったモデル。
スラリー	固体粒子を液体の中に入れてできる泥状になった流動体のこと。研磨では、固体粒子が砥粒、液体が通常水に相当する。
スラリー	砥粒を分散させた溶液。
スラリー流れ	研磨定盤下に与えられるスラリーの流入の挙動。及び排出の挙動。
スラリー配置制御	定盤の回転運動によりスラリーには遠心力が作用する。このため、スラリーは研磨領域外へ飛散しやすくなり研磨作用が低下する。そこに重力方向に抗する電界を加えると、スラリーには吸引力が作用し、見掛け上の遠心力が抑制され、スラリーは定盤下にて飛散が抑制され、均一に配置可能となり、研磨効率の向上が図れる技術。
洗浄	ガラス表面上の異物を除去する工程。有機物の汚れだけでなく、研磨材である砥粒も除去する必要がある。特に研磨効率の高い砥粒はガラスと結合している可能性が高く、この砥粒の除去が大きな課題である。
走査型電子顕微鏡 (SEM)	電子顕微鏡の一種で、電子線を絞って電子ビームとして対象に照射し、対象物から放出される二次電子等を検出することで対象を観察(特に形態観察)する装置。SEM と略記する。
走査型プローブ顕微鏡 (SPM)	先端を尖らせた探針を用いて、物質の表面をなぞるように動かして表面状態を拡大観察する顕微鏡。
ソーダガラス	ソーダ石灰ガラス。青板ガラスともいう。酸化ケイ素にナトリウムやカルシウムなどが混入したアルカリガラス。
多形	ある化学物質が、同一の化学組成であるにもかかわらず、複数の異なる結晶形を取る現象のこと。
単斜晶系	結晶系のひとつ。三本の結晶軸のうち、前後軸と上下軸とは斜交し、左右軸はこれらに直交している。各軸の長さは異なる。

用語	説明
弾性パラメーター	粘弾性特性の内、弾性の尺度を示す指標で定性的には材料の硬さを評価できる。
置換	結晶構造を保ったまま、他の元素と置き換えること。
電気陰性度	分子内の原子が電子を引き寄せる強さの相対的な尺度。ポーリングの電気陰性度が有名である。
透過型電子顕微鏡 (TEM)	電子顕微鏡の一種で、観察対象に電子線をあて、それを透過してきた電子が作り出す干渉像を拡大して観察するタイプの電子顕微鏡。一般的には走査型電子顕微鏡より高倍率の観察が可能であるが、試料を薄片化する等の前処理が必要である。
トライボケミカル研磨技術	スラリー中の砥粒、ガラス表面とポリシングパッドとの接触速度を高めることによって、得られる摩擦熱を利用して、砥粒とガラス界面における化学変化を加速し、高速に研磨加工する技術。
砥粒	研磨材として使用される粒状をした比較的硬い脆性材料。多くの砥粒は酸化物であり、ガラスを研磨する砥粒の代表は酸化セリウムである。
砥粒劣化	砥粒を長期間使用した場合に研磨レートの低下や研磨傷の発生が生じる現象。生産現場では、ある一定の使用時間ごとに、砥粒の一部または全量を入れ替える操作を行っている。
ドレス寿命	研磨パッドのドレスリングが必要となるまでの研磨時間、または研磨量。
ドレスリング	目立てとも言い、研磨の進行に伴い研磨屑等で研磨パッド表面の微細孔が目詰まりした時に、それら研磨屑等を除去するために行う。通常は、ダイヤモンド砥石でパッド表面を擦ることで行う。
ドレスリング	ダイヤモンド砥粒が固定された工具などにより研磨パッド表面を削り、目立てを行う方法。研磨加工を継続して行くと研磨能率が徐々に低下するため、一定の研磨時間を経た後ドレスリングを行い、研磨能率を回復させる。
二次粒子	1次粒子が複数個集合または凝集した粒子。集合、凝集するときの粒子間の力は、化学的な力による場合と、物理的な力による場合がある。研磨砥粒は、その2つが混在している。粒度分布測定時、前処理として超音波をかけるかかけないかで得られる結果は異なる。
粘性パラメーター	粘弾性特性の内、粘性の尺度を示す指標で定性的には材料の柔軟性が評価できる。

用語	説明
粘弾性的特性	粘性及び弾性両方をあわせた特性で、研磨パッドのような高分子材料が示す特性である。こうした材料に応力をかけると、歪みが遅れて検出される。この遅れは材料が有する粘性から発生する。
ハイスピードカメラ	通常の撮影におけるフレーム数(1秒間に30フレーム)を超えるフレームを連続的に撮影する事が出来るカメラ。
針状結晶	形が針状になっている結晶。
パワースペクトル密度(PSD)解析	形状データ等をフーリエ解析して、そのデータに含まれる各周波数の成分を求めたもの。それぞれの波長の振幅が求められる。
ビッカース硬度	材料(ガラス)に対して対面角約136°の正四角錐のダイヤモンド圧子を押し込んだときの荷重とくぼみの表面積の比から定義される硬さ
非熱的アブレーション	熱が発生しないあるいは発生しても極微量であるアブレーション。フェムト秒レーザーによるアブレーションは一般的に非熱アブレーションと言われている。発光が超短時間に行われるためである。
標準生成自由エネルギー	物質を単体から生成するときの自由エネルギー変化をその物質の標準生成自由エネルギーという。
ファイナル研磨	磁気ディスク用ガラス基板の加工工程において、一次研磨後のガラス表面を更に細かい砥粒と柔らかい研磨パッドを用いて超平滑にする研磨。通常、コロイダルシリカとスウェードパッドを用いる工程。
フェイスング	研磨パッドを研磨機上において切削し、平面度を調整する方法。
フェムト秒レーザー	レーザー光の発光時間が数フェムトから100フェムト秒程度であるレーザー。ただし、その発光は1秒間に1000回から25万回、繰り返される。こうした超短時間にエネルギーを圧縮するため、極めて強度の高いレーザー光が得られる。
平滑性	ガラス表面の滑らかさの程度。業界では、原子レベルの平滑性をあらわす時に、超平滑という表現をすることもある。
平均粒径	分布を有する粒子全体の平均をあらわす粒径。平均の取り方(個数基準、質量基準)で値が変わる。平均粒径とは別に中位径(メディアン径 d50)が代表値として使われる場合が多い。この中位径は粒子全体をある粒子径から2つに分けたとき、大きい側と小さい側が等量となる径であり、一般には平均粒径とは一致しない。
ペレット	酸化物粉体を圧縮させて固めた団塊状物質。円柱やディスク状の形状が多い。固相反応を行わせるとき、2つの粉体をより密着させておく必要があるためしばしばペレット化してから焼成を行う。

用語	説明
ペロブスカイト構造	立方晶の8つの各頂点をカチオンAが占め、体心の位置をカチオンBが占め、さらに立方晶の各面心の位置を酸素が占める結晶構造。一般式として ABO_3 と表され、一般にイオン半径が大きいカチオンをA、イオン半径が小さいカチオンをBと表記する。
ポイド	原子空孔が結晶中で集合したもの。
ボールミル	粉碎機の一つで、アルミナやジルコニア等の硬いボール(球)と、材料(酸化物)の粉を円筒形の容器に入れて回転させることで、当該材料をすりつぶしてより微細な粉末を作る装置。2つの粉体をスラリー状にして、混合機として用いることもある。
蛍石構造	カチオンが面心立方格子の位置を占め、アニオンがカチオンで形成される正四面体の中心に位置している結晶構造。酸化セリウムの場合、カチオンが Ce^{4+} 、アニオンが O^{2-} である。
ポリシングパッド	超精密平面研磨に使用される数mm程度の厚みを有する特殊な布状もしくは板状研磨材料の総称。
マグネタイト	化学組成は Fe_3O_4 。磁鉄鉱と呼ばれる鉱物で磁性が強い。
摩耗度	工学ガラス材の摩耗の度合いを示す尺度。数値が大きいほど摩耗しやすい。
メディア粒子	4BODY 研磨において、砥粒を保持したり、切りくずを付着させたり、工具面を保護したり、研磨剤の粘度を高めたり、砥粒が有する除去作用以外の作用を行う4番目の粒子。
モース硬度	世の中にある種々の鉱物に1から10までの整数値を割り当て、その鉱物で引っ掻いたときに傷がつくかどうかで判断する硬さの相対値。ダイヤモンドは10、滑石は1である。ガラスのモース硬度は5~6である。
ラップ	磁気ディスク用ガラス基板の加工工程において、ガラス基板のもとになるガラス素板から、厚みだしを目的として砥粒でガラス表面を削り取る工程。通常、酸化アルミウムと鑄鉄定盤を用いる工程。
立方晶系	結晶系のひとつ。互いに直交する三本の結晶軸の長さは等しい。
粒径	砥粒の大きさ。通常は、砥粒の直径で代表する。砥粒が球状でない場合は、種々の方法で直径に換算する。たとえば、等体積球相当径はその一例である。
粒度分布	砥粒粒子の粒径ごとの含有割合を示したもの。砥粒粒子は通常粒径バラッキを持っており、研磨傷や研磨後の材料表面の平滑性に影響する重要な特性である。

用語	説明
リンス	すすぎのこと。洗浄時で使われた界面活性剤等の洗剤を純水等で洗い流す必要がある。
レーザー回折式粒度分布測定	粒子に光をあてた場合、回折や散乱が生じるが、その強度パターンは当該粒子の大きさに依存するため、これを利用して粒子径分布を測定する方法。同じレーザー回折式の装置を用いても機差の影響で結果が異なることがあり注意が必要である。
レーザー顕微鏡	レーザー光と共焦点光学系により、通常の光学顕微鏡より高分解能な像を得ることができる顕微鏡。ちなみに、共焦点光学系とは、点光源から照射された照明光が、サンプル面上で焦点が合った時に、同時にその反射光も検出器上に焦点が合うように設計されている光学系のことをいう。
縁ダレ	研磨を行うと工作物の周辺部に応力集中が発生するため、角部が選択的に加工され、縁が丸まった状態となる。これを縁ダレと呼ぶ。縁ダレが大きいと、周辺まで利用できなくなる。
化学援用研磨	化学研磨に砥粒を適用し、砥粒の機械的除去作用を付加し、研磨特性を向上させた研磨法。
回転速度	研磨加工時における工作物および研磨工具が単位分当たり回転する回数。
拡散係数	拡散の速さを規定する比例係数。Einstein 式において、3次元空間における原子一個の拡散係数は単位時間当たりの平均二乗変位を6で割ったもので与えられる。
滑落角	酸化セリウムなどのスラリーを研磨パッド上に滴下し、液滴が滑り落ちる際の研磨パッドの傾斜角度。
共振研磨	水晶などの工作物に対し、特定の周波数により振動(共振)させながら研磨を行う技術。振動により工作物と砥粒の相対速度が高まり研磨能率が向上する。
隙間調整型研磨パッド 研磨パッド	従来の研磨パッドに対し、数百 μm の大きさの粒子を添加した研磨パッド。添加粒子により工作物－研磨パッド間に隙間が生じ研磨液が流入しやすくなるため、大型の工作物を中心部まで均一に研磨することが可能である。研磨に使用される高分子製の工具。砥粒を保持する役割を持つ。多孔質のポリウレタン樹脂製のものや、スエードタイプ、不織布タイプなどが主に用いられている。
研磨圧力	研磨加工時における工作物－研磨工具間に作用する圧力。

用語	説明
研磨特性	研磨の性能を表す指標の一つ。本プロジェクトでは研磨能率を仕上げ面粗さで除した数値を示す。
研磨能率	単位時間あたりに除去された工作物の厚さ。
工作物	機械加工において加工される材料のこと。
最低空軌道(LUMO)	分子内の電子状態を記述する分子軌道のうち、電子が入っていない軌道を空軌道といい、その中でも最もエネルギーが低い空軌道を最低空軌道(Lowest Unoccupied Molecular Orbital; LUMO)という。
酸化セリウム	ガラスの研磨に一般的に用いられる研磨材。CeO ₂ の他にもLaなど様々な成分を含む。
仕上げ面粗さ	研磨後工作物表面の凹凸を示す指標の一つ。本プロジェクトでは白色式干渉顕微鏡により測定した算術平均粗さ Ra で示す。
試料の表面性状	試料表面の粗さ状態、あるいは平坦度。本研究では、表面粗さの指標として JIS で規格化されている Ra(算術平均粗さ)で研磨の品位について評価。
硝材	様々なガラス(硝子)の材質。
水晶	酸化ケイ素の単結晶。振動子などに用いられる。
水和膜	液体中で固体表面にできる水酸化膜。一般に軟質な場合が多い。
石英ガラス	アルカリなどの不純物が極めて少なく純度の高い酸化ケイ素で作製されたガラス。ソーダガラスなどと比べると耐摩耗性、耐薬品性、光透過性に優れる。
洗浄性	機械や物体の洗浄のし易さ。
多孔質研磨パッド	気泡を含む樹脂(多孔質材)を用いた研磨パッドの種類の一つ。ウレタン樹脂が主に用いられる。一般的に一次、二次研磨に使用される。
滞留性	研磨砥粒の動きにくさの度合い。砥粒が動きにくくなる(滞留性が高くなる)と工作物と砥粒の相対速度が高まり、研磨能率が向上する。

用語	説明
第一原理計算	経験的パラメータ及び実験によって測定された物理量を一切使用せずに、物質の電子状態を電子のハミルトニアンから求める量子力学に基づく計算手法。
電荷補償	物質から原子が添加及び除去されると、全原子の電荷の和が正及び負に偏る。ここで、物質は静電的に不安定な状態であるため、全体を中性にするべく電荷の総和をゼロになるように埋め合わせることを電荷補償という。
電界	平板電極を対向に設置し、電圧を印加することにより、電極間に発生する電氣的な力が作用する領域。
電界強度	電極間に電圧を印加した時の単位距離当たりの電圧。
電界スラリー制御 CMP 技術	従来の CMP 技術に電界砥粒制御技術を導入し、研磨領域におけるスラリーに含まれる砥粒が有効に作用する新しい遊離砥粒研磨技術。
電界制御トライボケミカル研磨技術	トライボケミカル研磨に電界を導入することにより、研磨下のスラリー流れを改善することにより摩擦による温度上昇を抑制させる。それにより、ガラス表面性状の向上を図ることが可能となる新たな研磨技術。
電界制御装置	スラリーに電界を印加させるために波形発生部と昇圧部を一体化させた装置。
電界砥粒制御技術	外部より電界をスラリーに与え、発生する吸引作用により、研磨下にスラリーを保持し有効に工作物に作用させることで、研磨速度向上させる技術。
砥粒	研磨において機械的除去作用を行う硬質な粒子。研磨材ともいう。液体に分散したものを研磨剤と呼ぶ。
砥粒濃度(wt%)	スラリーに含まれている砥粒の重量比。
白色式干渉顕微鏡	材料表面の 3 次元形状を光学的に測定する装置。被測定面と参照鏡で反射した光が合流する際の光路差によって生じる干渉を利用した測定方法。
反結合性軌道	分子内の電子状態を記述する分子軌道のうち、電子が入ることによってその分子の結合力が弱まる軌道を反結合性軌道と言う。逆に強まる軌道は結合性軌道という。
不織布パッド	繊維を織らずに絡み合わせた布を用いて作製した研磨パッド。一般的に一次、二次研磨に使用される。

用語	説明
複合砥粒	有機物や無機物の表面に砥粒を付着させたもの。中央(コア部)に存在する大きな粒子を母粒子、母粒子の周り(シェル部)にある小さな粒子(砥粒)を子粒子と呼ぶ。その構造はコアシェル構造となっている。
複合粒子研磨法	従来の研磨剤(スラリー)にメディア粒子を添加し、メディア粒子に砥粒を吸着させ、メディア粒子をマイクロな研磨パッドとして作用させる谷らが開発した新しい研磨法。
分散剤	スラリー中の砥粒を均一に分散させるために用いる界面活性剤の一種。
分散性	液体中で固体粒子が分散状態を保つ安定の度合い。通常粒子が微細なほど、比重が軽いほど分散性はよい。分散性を高めるために界面活性剤が使用されるが、これは研磨能率の低下につながる。
分子動力学法	原子集合系のそれぞれの原子に働く力を経験的な原子間ポテンシャル関数から計算し、運動方程式をすべての構成原子に対して解くことで一つ一つ原子の軌跡の時間発展を求める計算方法。
平均二乗変位	ある原子の決まった時間内で移動した距離の二乗の総和。この物理量から原子の拡散運動状態を解析する。
遊離砥粒研磨	砥粒が溶液中に分散した(遊離した)状態で行う研磨の形態。一方で、砥粒が工具に固定された固定砥粒研磨がある。
量子分子動力学法	電子状態及び化学反応を取り扱えるようにするため、原子間の相互作用を量子力学に基づいて計算し、その相互作用から原子間力を求め運動方程式を解く分子動力学法。

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

用語	説明
Eu(ユウロピウム)	希土類元素の一つで、主に蛍光体に使用される。ほぼ中国で生産されており、資源は偏在している。
Eu ²⁺ /Mn付活(賦活)蛍光体	結晶中の発光中心となる不純物によって発光する蛍光体で、発光中心としてEu ²⁺ やMnを導入したもの。
f軌道	電子軌道の一つで、他の電子軌道よりも原子核に近いので、他の原子との相互作用が弱い。希土類元素ではf軌道が閉殻になっていない。
Hf 蛍光灯	高周波点灯専用形蛍光灯電子安定器と組み合わせて点灯することにより、始動性が良く高効率で省エネルギー化を実現したランプ。希土類蛍光体を使用されている。
LAP	緑色発光するリン酸ランタン蛍光体。セリウムとテルビウムが含有される。
Tb(テルビウム)	希土類元素の一つで、蛍光体用途が主で、他に磁性膜などに使用される。中国南部の鉱床でのみ生産されており、資源の偏在が激しい。
Tight-binding 量子分子動力学法	系の電子状態を求める計算手法の一つで、電子は強く束縛されているという近似でバンド計算を行い、分子動力学計算を行うもの。
X線構造解析	結晶にX線ビームを照射して得られる回折パターンから結晶構造を調べること。
アルカリ土類金属	マグネシウム、カルシウムなど、周期律表で左から2番目に位置する元素。イオンは2価の陽イオンになる。
オキシサルファイド	化合物中に酸素及びイオウを陰イオンとして含むもの。
コンビケム合成法(コンビナトリアル合成法)	目的の化合物を見出すため、自動合成装置などを使用し大量の化合物群を一度の操作で作製する方法。
窒化物	窒化と酸素の両方を有する化合物。陽イオンと酸素、窒素が結合したものを示すことが多い。
磁選	磁場を利用して異なる素材の固形物を選別する方法
シンター	蛍光体をガラス管に固定する工程のうち有機物バインダーを除去する加熱焼成プロセス。
ゾルゲル	ケイ素アルコキシドなどを原料としたゾルを作製し、加水分解を進行させてゲル化させ、ガラス膜などを合成する方法。
窒化物	窒素化合物。陽イオンと窒素が結合した化合物を差すことが多い。
ナノインプリントフィルム	テンプレートを基板に押し当てて凹凸を転写して作製された表面に凹凸構造を有するフィルム
配位数	特定のイオンの周囲に配置されている特定原子の数
バインダー	粉体を含むスラリーを塗布するときに接着性を良くするために加える添加剤

用語	説明
バナジン酸塩	バナジウム酸化物を主成分とする化合物。
ハロリン酸蛍光体	白色光で光るため以前の蛍光灯に使用されていたが、発光効率が希土類蛍光体よりも低いため現在の使用量は減少してきている。
光束	光源からある方向に放射された光の明るさであり、放射量である放射束を視感度で評価した値のこと
光束維持率	初期の光束が点灯時間とともに減少していく割合
賦活	イオン等を結晶に添加すること
ベーキング	
ホウケイ酸塩	化合物中にホウ酸と二酸化ケイ素を含有するもの。
ホウゲルマン酸塩	化合物中にホウ酸とゲルマニウム酸化物を含有するもの。
ポーラスシリカ	多孔質シリカとも言い、シリカゲルのように、内部に多数の細孔を有する二酸化ケイ素
ラックヒーター炉	発熱体に強度をもたせ、その上に直接棚板を置くタイプの炉。多数の発熱体を有し、高速昇温、炉内温度分布の均一さを特長とする。
演色性	物体の色の見え方に及ぼす光源の性質。15 の試験色について試料光源と基準光(JIS が定める自然光に近い色)とのずれの大きさを数字にした演色評価数(Ra)で評価する。
化学量論化合物	化合物を構成している原子数の比が簡単な整数比で表され、化学式どおりに存在しているもの。
還元雰囲気	試料の周囲の空気中に酸素がなく、水素や一酸化炭素など試料中の陽イオンの価数を下げる還元作用をもつガスが含まれている状態。
基底・励起状態	蛍光体の発光イオンの電子状態で、紫外線照射前の安定状態と、紫外線照射で電子がエネルギーを得た状態。
輝度	発光体の単位面積あたりの明るさであり、各波長での放射強度に比視感度を掛けたもの。比視感度とは、光のエネルギーが同じ場合の眼の最大感度に対する波長ごとの感度の比率であり、緑色は高く、青色、赤色は低い。
近紫外	紫外線のうち、波長が 300nm～400nm 程度で可視光に近いもの。
蛍光 X 線分析装置	試料に連続 X 線を照射し、試料の構成元素の種類に応じて出る特性 X 線を分析して、構成元素の種類及び濃度を測定する装置。
固相反応法	溶融することなく固体粉末のまま接触により反応を進行させて物質を合成する方法。
固溶	ある結晶構造の中に他の原子が入り込んでも、元の結晶構造の形を保って固体状態で混じり合っている状態。
光取り出し効率	内部から外側に実際に出てくる光の割合。

用語	説明
光溶解アークイメージ炉	キセノンランプのアーク放電によって生じる放射エネルギーを、楕円ミラーで小領域に集光させる光学装置。
構造活性因子	蛍光体構成原子と発光イオンの電子軌道の重なりを計算し、既存蛍光体と比較して得られるパラメータ。
構造活性相関法	構造活性因子と物性の相関を数値的に処理する手法
高磁場勾配磁選	磁選とは、磁場を発生させ、磁性体を吸着して選別する手法をいう。磁場中に細線を導入して磁場勾配を発生させることで、吸着力を高めた手法が高磁場勾配磁選である。
磁化率	物質がどの程度磁化されやすいかを表す物理量。
磁気力	磁場中に置かれた物質に働く力。磁化率、磁場強度 H 、勾配 (dH/dy) の積に比例する。
磁場勾配	磁場強度の距離による変化率。磁場勾配が大きいほど磁気力が大きくなる。
真空チャンバー	内部を真空にするための容器。
真空紫外	140～200 nm の波長域の紫外線。真空紫外線は空気中の酸素によって吸収され真空中でないと観察されない。
中重希土類	中希土類と重希土類をあわせた総称。希土類のうちランタン(La)、セリウム(Ce)などのように原子量の小さい元素を軽希土類、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)などのように原子量が大きい元素を重希土類という。また、中程度のユウロピウム(Eu)などを中希土類ということもある。
内部量子効率	蛍光体の発光している光子数を照射により吸収された紫外線光子数で除した数値。
発光イオンサイト	蛍光体結晶中で発光イオンが存在する位置。
発光シリカ	多孔質シリカの孔内に発光イオンをドーピングした後に焼成・無孔化し、発光機能を持たせたシリカ。
発光ピーク強度	発光スペクトルで強度が最も強い波長での値。
半値幅	スペクトルで強度がピーク強度の半分になるピーク前後の波長の幅。
分散剤	水に添加して固体粉末を水中で分散させる働きをもつ化学物質で、界面活性剤である。
雰囲気制御	試料周囲のガスの組成、濃度をコントロールすること。
保護膜	ガラスから拡散するアルカリは蛍光体と反応して発光効率を低下させるため、アルカリの拡散防止のためにガラス上に塗布する膜。
母体結晶	発光イオンを添加する母体となる結晶
融解法	原料混合物を加熱し融解させて均一組成の化合物を合成する方法。

用語	説明
量子効率・量子収率	蛍光体の発光している光子数を照射された紫外線光子数で除した数値。
励起	紫外線等の電磁波や熱などによって、原子の電子状態を最も低い安定な状態からエネルギーを得た状態に移行させること。発光や発熱などによって元の状態に戻る。
励起帯	蛍光体を発光させる紫外線の、幅をもつ励起スペクトル

I. 事業の位置付け・必要性について

1. NEDO の関与の必要性・制度への適合性

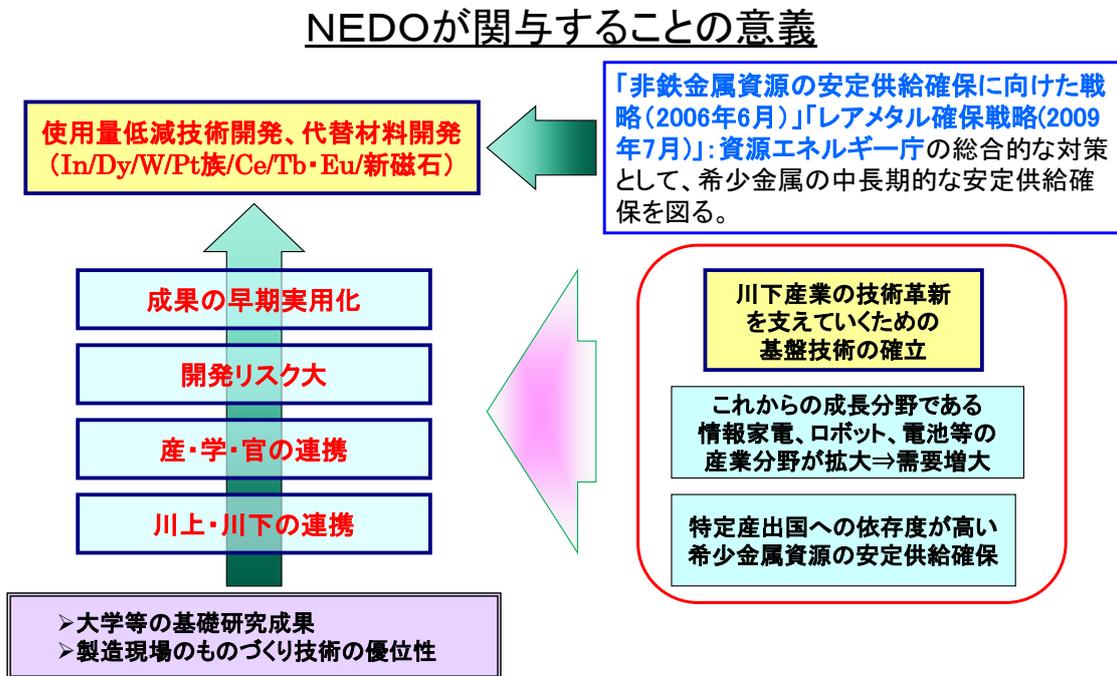
1.1 NEDO が関与することの意義

希少金属（レアメタル・レアアース）は、日本が世界に誇るハイテク製品（電子部品・機器、工具、情報家電、自動車部品、情報家電等）を支える機能性部材に利用され需要が拡大しており、今後の電気・ハイブリッド自動車、モーター産業、情報家電産業等の拡大に対応するために益々重要となってきた材料である。しかしながら、他の金属と比較して、①少量、②代替性が著しく低い、③価格の乱高下がある、④偏在性が高く産出国に対する依存度が非常に高いなどの点から、将来的な供給懸念が想定されている。現在、これらの懸念に対し、国においては代替材料開発、レアメタル備蓄や海外鉱山の権益確保、リサイクル技術の開発等を、民間企業においては現地企業との取引強化、資源開発、リサイクル技術・使用量低減技術の研究等を実施している。

希少金属の代替材料開発、使用量低減技術の開発は、上記のとおり社会的必要性が大きな国家的課題であるが、基礎から実用化までの間隙のない連携をとった研究開発、研究開発の難易度が高いため産官学（産一研究機関）の連携による課題解決、供給不安に対応するために早期の実用化が求められる。

本研究開発は、資源セキュリティに係る開発であること、高度な技術開発が必要であること、開発リスクが非常に高いこと、府省間の連携を取った国を上げての開発が必要であること等の観点からNEDOが推進すべき研究開発プロジェクトである。

本プロジェクトにNEDOが関与することの意義について図 I-1-1 に、府省連携における文科省／JSTとNEDOとの関係を図 I-1-2 に示す。



**政策的な位置付け・資源セキュリティ・技術開発の開発リスクの観点から
NEDOが推進すべき研究開発プロジェクトである。**

図 I-1-1 希少金属プロジェクトに NEDO が関与することの意義

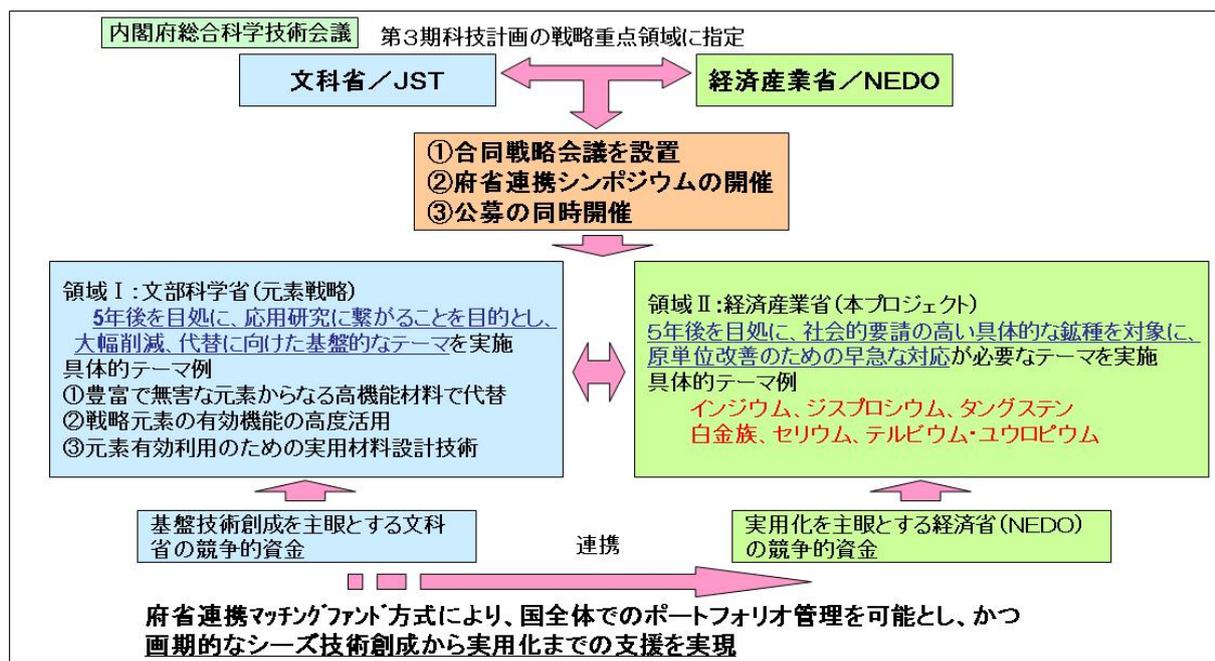


図 I-1-2 希少金属プロジェクトと元素戦略プロジェクト（府省連携）の関係

1.2 実施の効果（費用対効果）

本研究の対象とする白金族（Pt 族）、セリウム（Ce）およびテルビウム・ユウロピウム（Tb・Eu）は、日本の基幹産業である自動車、電子・電気機器の開発にとって不可欠なものである。また、日本の資源セキュリティの確保、あるいはハイテク産業を支える高度部材の安定供給による国際競争力の向上の観点からも、これらの代替・低減技術の開発の波及効果は極めて大きい。表 I-1-1 に主要なレアメタルの上位産出国と日本の主要な輸入相手国と輸入比率を示す。

表 I-1-1 主要なレアメタルの上位産出国と日本の輸入相手国（2007 年）

研究No.	元素名	鉱石生産比率(%)				輸入相手国比率(%)		
①②	インジウム (In)	中国 49	日本・カナダ 各10	韓国 17	韓国 63	中国 18	カナダ 9	
③	ジスプロシウム(Dy)	中国 97	インド 2	ブラジル 1	中国 91~100			
④⑤	タングステン (W)	中国 86	ロシア 5	豪州 1	FeW・WO ₃ 中国100	ATP中国94		
⑥	プラチナ (Pt)	南ア 80	ロシア 12	カナダ 4	南ア 80	ロシア 2	米国 5	
⑥	パラジウム (Pd)	南ア 40	ロシア 41	米・加 6-8	南ア 45	ロシア 31	英国 11	
⑥	ロジウム (Rh)	南ア 89	ロシア 9		南ア 70	米国 10	英国 9	
⑦	セリウム (Ce)	中国 97	インド 2	ブラジル 1	中国 87	エストニア 11	(酸化セリウム)	
⑧	テルビウム (Tb)	中国 97	インド 2	ブラジル 1	中国 91~100			
⑧	ユウロピウム(Eu)	中国 97	インド 2	ブラジル 1	中国 91~100			
	ランタン (La)	中国 97	インド 2	ブラジル 1	中国 94	フランス 3		
	ネオジム(Nd)	中国 97	インド 2	ブラジル 1	中国 91~100			
	サマリウム (Sm)	中国 97	インド 2	ブラジル 1	中国 91~100			
	イットリウム (Y)	中国 99	インド 1		中国 95			
	ニッケル (Ni)	ロシア 19	豪州 11	カナダ 16	インドネシア48	ニューカレドニア 26	フィリピン 25	
	クロム (Cr)	南ア 38	カザフ 18	インド 18	インド 67	南ア 20		
	コバルト (Co)	コンゴ 36	カナダ 13	豪州 12	フィンランド36	豪州 21	カナダ 16	
	モリブデン (Mo)	米国 32	チリ 22	中国 25	FeMo中国 45	Mo塊中国 42	鉱石チリ 56	
	マンガン (Mn)	南ア 20	豪州 19	中国 14	鉱石南ア 69	鉱石豪州 27		
	バナジウム (V)	南ア 39	中国 32	ロシア 27	FeV南ア 59	酸化物中国95		
	ニオブ (Nb)	ブラジル 89	カナダ 9		FeNbブラジル95	Nb塊米国92		
	アンチモン (Sb)	中国 81	ボリビア 5	南ア 4	Sb塊中国91	酸化物中国96		
	タンタル (Ta)	豪州 61	ブラジル 18	カナダ 5	フッ化物米国 68	ドイツ 32		
	チタン (Ti)	南ア 19	豪州 25	カナダ 13	ベトナム 25	豪州 39	インド・加 21	
	リチウム (Li)	チリ 38	豪州 22	中国・アルゼンチン 12	チリ 79(炭酸Li)			
	ベリリウム (Be)	米国 41	中国 36		米国 76(その他製品)			
	ガリウム (Ga)	中国 32	ドイツ 19	カザフスタン 14	中国 39	米国 5	台湾 30	
	ジルコニウム (Zr)	豪州 44	南ア 33	中国 14	鉱石豪州 63	南ア 28	ロシア 7	

本節に記載の以下の効果は、中間評価時点での予測値である。最新の効果は後述する。

1.2.1 白金族(Pt 族)

2009 年実績で白金族の世界の生産量、日本の需要量、日本の主な輸入相手国(占める割合)、日本国内での自動車触媒向け比率(使用量と占める割合。宝飾品向けや投資向けは除く。)は以下のとおりであり、その多くは南アフリカで生産されている。ディーゼル車、ガソリン車の触媒向けとしての比率は高い。

	世界の 生産量	日本の 需要量	日本の主な 輸入相手国	日本国内での自動車触媒向け比率
白金	184 t	56 t	南アフリカ(78%) スイス(10%)	自動車触媒(3.0t 18% ディーゼル車) 自動車触媒(9.3t 57% ガソリン車)
パラジウム	220 t	60 t	南アフリカ(64%) CIS(23%)	自動車触媒(4.4t 11% ディーゼル車) 自動車触媒(14.0t 34% ガソリン車)
ロジウム	24 t	9.5 t	南アフリカ(78%) イギリス(12%)	自動車触媒(2.0t 21% ディーゼル車) 自動車触媒(6.2t 65% ガソリン車)

※パラジウムとロジウムの用途に関する統計データ無いため白金と同比率と想定

2013 年のディーゼル車触媒向け白金の使用量は 3.4 t、パラジウムは 1.4 t であった。

本研究開発により 50%削減が可能になり、将来的な白金族の供給量に変化がなかった場合、2013 年平均地金相場価格 (Pt : 4,717 円/g、Pd : 2,333 円/g) で計算すると 96 億円の削減効果が予想された。

1.2.2 セリウム(Ce)

2009 年実績でセリウムの世界の生産量、日本の需要量、日本の主な輸入相手国(占める割合)、日本国内での研磨向け比率(使用量。占める割合。)は以下のとおりであり、その大半が中国で生産されている。研磨向けとしての比率は高い。

	世界の 生産量	日本の 需要量	日本の主な 輸入相手国	日本国内での精密研磨向け比率
セリウム	約 5 万 t	11,350 t	中国(90%) エストニア(6%)	研磨砥粒向け(9,000t 79%)

2013 年の精密研磨向けセリウムの使用量は 2400 t であった。

本研究開発により 30%削減が可能になり、将来的なセリウムの供給量に変化がなかった場合、2013 年平均価格 (Ce : 1,764 円/Kg) で計算すると、13 億円の削減効果が予想された。

1.2.3 テルビウム・ユウロピウム(Tb・Eu)

2009 年実績でテルビウム・ユウロピウムの世界の生産量、日本の需要量、日本の主な輸入相手国(占める割合)、日本国内での蛍光体向け比率(使用量。占める割合。)は以下のとおりであり、その大半が中国で生産されている。蛍光体向けとしての比率は高い。

	世界の 生産量	日本の 需要量	日本の主な 輸入相手国	日本国内での蛍光体向け比率
テルビウム	168t	84t	中国(99%)	蛍光体向け(39t 46%)
ユウロピウム	225t	90t	中国(99%)	蛍光体向け(60t 67%)

蛍光体向けテルビウムの使用量は 17 t、ユウロピウムの使用量は 19 t であった。

本研究開発により 80%削減が可能になり、将来的なテルビウム・ユウロピウムの供給量に変化がなかった場合、2013 年平均価格(Tb : 148,568 円/kg、Eu : 148,568 円/kg) で計算すると、43 億円の削減効果が予想された。

1.2.4 費用対効果

定量的な効果

2013 年平均価格計算では約 3.6 倍の費用対効果が見込まれる(詳細は表 I-1-2 参照)。

本プロジェクトの総予算 : 44 億円

見込まれる効果(2013 年) : 152 億円

内訳 96 億円 (Pt 族)、13 億円 (Ce)、43 億円 (Tb・Eu)

表 I-1-2 算定根拠の明細

テーマ名	元素	想定削減量	平均価格(H25)	削減額	備考
⑥排ガス浄化向け白金族	Pt	1.7t/年	4,717円/g	81億円	1\$=98円
	Pd	0.7t/年	2,333円/g	15億円	
⑦精密研磨向けセリウム	Ce	720t/年	1,764円/kg	13億円	
⑧蛍光体向けテルビウム・ユウロピウム	Tb	14t/年	148,568円/kg	20億円	
	Eu	15t/年	148,568円/kg	23億円	
合計				152億円	

定性的な効果

本プロジェクトで研究開発している白金族、セリウム、テルビウム・ユウロピウムは、それぞれディーゼルエンジン向け自動車触媒、液晶ディスプレイ・ハードディスク・カメラ等のガラス・レンズ研磨剤、蛍光灯やPDP向け蛍光体のみならず、幅広く日本の産業競争力を支える製品(市場規模約 20 兆円)に使われており、その波及効果は大きい。

実際に、2010 年 7 月にはレアアースの供給懸念が顕在化した。この事態を先取りした研究開発を既に行って成果が出ており、実用化の動きも取っていることを国内外に示すことが、その後の価格安定化に寄与した。

【参考文献】平成 20 年度「希少金属代替材料開発に関する最新動向調査」NEDO 報告書

2. 事業の背景・目的・位置づけ

2.1 事業の背景

2.1.1 社会的背景

希少金属は、今後の成長分野である情報家電、ロボット、電池等の新たな産業分野の成長に伴い需要の増大が見込まれるが、その希少性・偏在性・代替困難性から、市場メカニズムが有効に機能せず、その需給逼迫が経済成長の制約要因となると懸念される。

2.1.2 技術的背景

近年「コンピュータによる材料設計」、「ナノテクによる微細構造制御」等が飛躍的に向上した結果、従来出来なかった「コンピュータの最適制御設計による候補元素系の探索」、「結晶粒界、界面の制御等マイクロ構造の制御」等の最先端技術を用いた希少金属の代替/使用量低減の技術開発が可能となりつつある。

2.2 事業の目的

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（図I-2-1「非鉄金属資源の安定供給確保に向けた戦略」参照）。平成21年7月には、希少金属をとりまく状況の変化にあわせ「レアメタル確保戦略」として継続的な政策が打たれている（図I-2-2「レアメタル確保戦略」参照）。

本研究開発は、この総合的な対策の一部である「③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。

各課題を主に担当する機関

- ① 独立行政法人石油天然ガス・金属鉱物資源機構、国際協力銀行
- ② 独立行政法人石油天然ガス・金属鉱物資源機構、(NEDOも事業として一部実施中)
- ③ NEDO
- ④ 独立行政法人石油天然ガス・金属鉱物資源機構

非鉄金属資源の多くは、自動車・IT関連製品などの製造に不可欠な原材料。特にレアメタルは、我が国製造業の国際競争力の源であるハイテク製品（ハイブリッド車・太陽電池等）等の原材料としても必須。また、レアメタルの多くは、中国、南アフリカなど、特定の資源国に偏る。

【主な用途】

タングステン	超硬工具、特殊鋼、フィラメント	レアアース	磁石、二次電池
プラチナ	自動車排ガス触媒	銅	電線、電子材料
インジウム	透明電極（液晶パネル）、太陽電池	亜鉛	自動車用メッキ鋼板、合金

【資源の偏在（主要国からの輸入比率（2004年））】

タングステン	中国87%、米国3%、韓3%	レアアース	中国92%、仏4%
プラチナ	南アフリカ77%、ロシア13%	銅（鉱石）	チリ50%、ペルー12%
インジウム	中国71%、加8%、米国6%	亜鉛（鉱石）	豪23%、ペルー21%

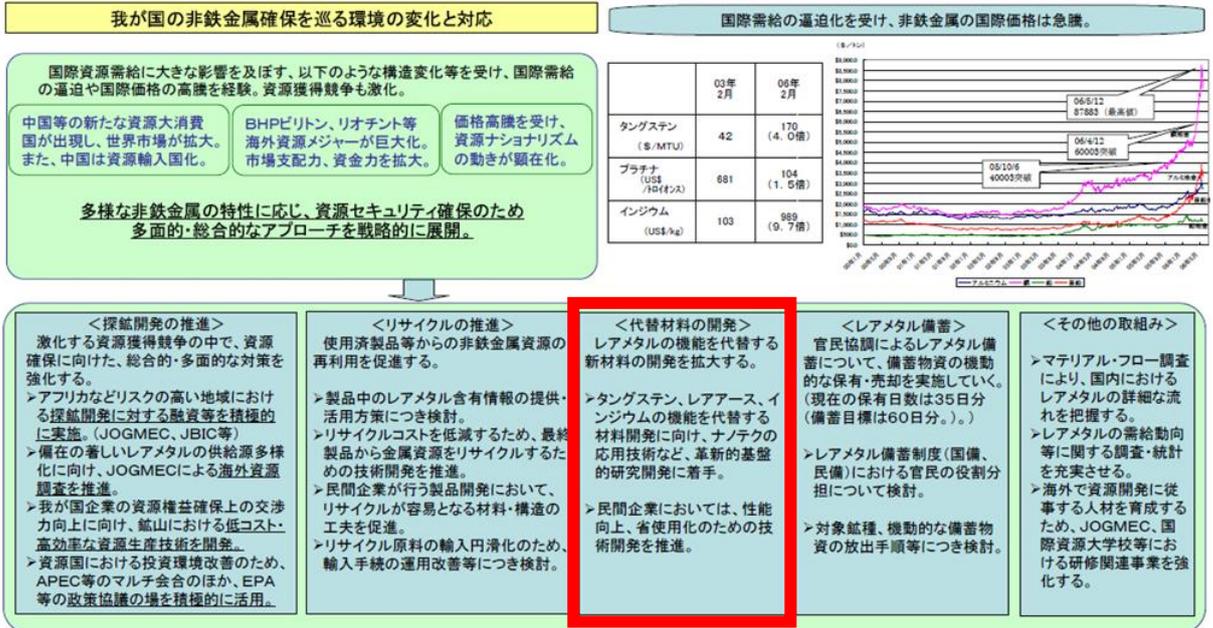


図 I-2-1 「非鉄金属資源の安定供給確保に向けた戦略」（資源エネルギー庁 平成 18 年 6 月）

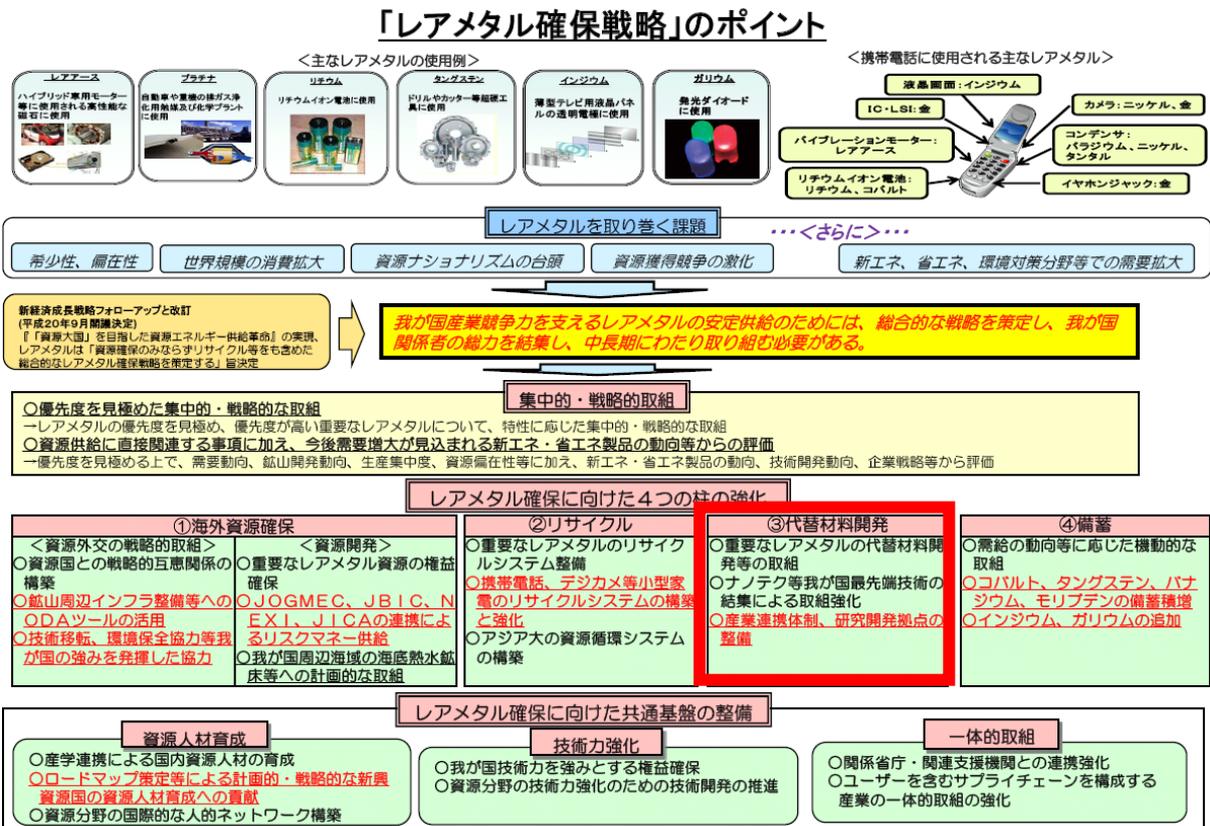


図 I-2-2 「レアメタル確保戦略」（資源エネルギー庁 平成 21 年 7 月）

2.3 事業の位置づけ

本研究開発は、政策的には、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」の中で、化学技術の戦略的重点化の重点推進4分野の「ナノテク・材料分野」「環境」（図I-2-3第3期科学技術基本計画参照、図I-2-4戦略重点科学技術参照）に位置づけられる。

本研究開発は、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」（図I-2-5「ナノテク・部材イノベーションプログラム」参照）、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」（図I-2-6「環境安心イノベーションプログラム」参照）の一環として経済産業省の事業として実施されている。

また、文部科学省の元素戦略プロジェクトと府省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あり、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。



図 I-2-3 「第3期科学技術基本計画の概要」（総合科学技術会議 平成18年3月）

選択と集中の戦略概念

- 社会、産業からの要請が強く、しかも『True Nano』や革新的材料でなければ解決が困難な課題
- ナノ領域特有の現象・特性を活かし、不連続な進歩や大きな産業応用により国際競争の優位を確保する課題
- 『True Nano』や革新的材料技術によるイノベーションの創出を加速し国際競争の優位を確保する推進基盤

戦略重点科学技術

- 『True Nano』や革新的材料で困難な社会的課題を解決する科学技術
 - ① クリーンなエネルギーの飛躍的なコスト削減を可能とする革新的材料技術
 - ② 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
 - ③ 生活の安全・安心を支える革新的ナノテクノロジー・材料技術
 - ④ イノベーション創生の中核となる革新的材料技術
- 『True Nano』で次世代のイノベーションを起こす科学技術
 - ⑤ デバイスの性能の限界を突破する先端のエレクトロニクス
 - ⑥ 超早期診断と低侵襲治療の実現と一体化を目指す先端のナノバイオ・医療技術
- 『True Nano』や革新的材料技術によるイノベーションの創出を加速する推進基盤
 - ⑦ ナノテクノロジーの社会受容のための研究開発
 - ⑧ イノベーション創出拠点におけるナノテクノロジー実用化の先導革新研究開発
 - ⑨ ナノ領域最先端計測・加工技術
 - ⑩ X線自由電子レーザーの開発・共用

図 I-2-4 「第3期科学技術基本計画 分野別推進戦略 ナノテクノロジー・材料分野」
(総合科学技術会議 平成18年3月)

ナノテク・部材イノベーションプログラム

【平成21年度予算額：188億円】

※各プロジェクト毎の予算額は21年度予算(20年度予算)【20年度補正予算】

- あらゆる分野に対して高度化・不連続な革新をもたらすナノテクノロジー・革新的部材技術を確立する。
- 我が国産業の国際競争力の維持・強化や解決困難な社会的課題の克服を可能とする。

●一般会計 ●特別会計



IPGの目標

- ナノテクによる非連続技術革新-
世界に先駆けてナノテクノロジーを活用した不連続な技術革新を実現する。
- 世界最強部材産業による価値創出-
我が国部材産業の強みを更に強化することで、他国の追随を許さない競争優位を確保するとともに、部材産業の付加価値の増大を図る。
- 広範な産業分野での付加価値増大-
ナノテクノロジーや高機能部材の革新を先導することで、これら部材を活用した情報通信、ライフサイエンス、環境、エネルギーなどの幅広い産業の付加価値の増大を図る。
- エネルギー制約・資源制約などの課題解決-
希少金属などの資源制約の打破、圧倒的な省エネルギー社会の実現など、解決困難な社会的課題の克服を目指す。

公開

図 I-2-5 「ナノテク・部材イノベーションプログラム」
(経済産業省 平成21年度予算要求プロジェクト内訳)

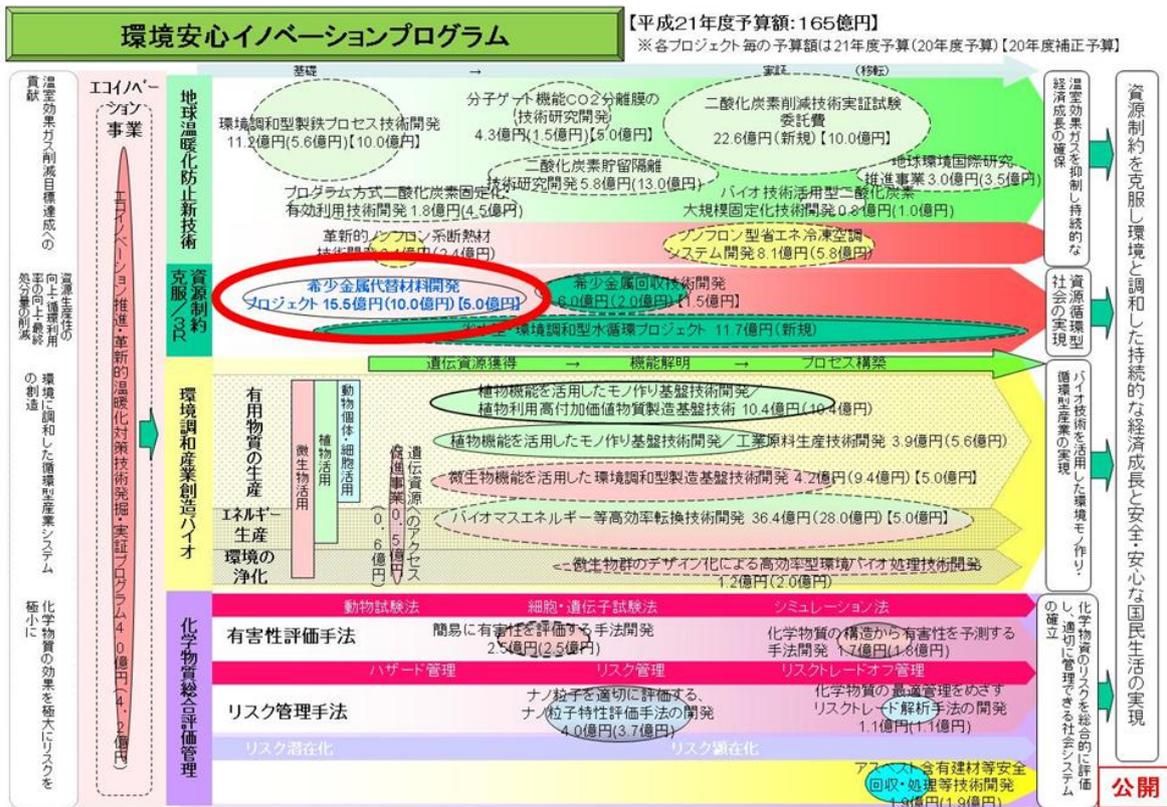


図 I-2-6 「環境安心イノベーションプログラム」
(経済産業省 平成 21 年度予算要求プロジェクト内訳)

2.4 海外の研究状況

2.4.1 米国の研究開発動向

米国からは米国エネルギー省より「Critical Materials Strategy (2010.12)」(図 I-2-7 参照)が発行されている。クリーンエネルギー向け(太陽電池/風力発電/車/照明)に重要な元素が、供給リスクと産業への重要性の観点から、短期的(~5年)、中期的(5~15年)に示されている(図 I-2-8 参照)。短期的に重要な鉱種としては、ジスプロシウム(Dy)、ネオジウム(Nd)、テルビウム(Tb)、イットリウム(Y)、ユウロピウム(Eu)、インジウム(In)などがあげられており、中期的にはジスプロシウム(Dy)、ネオジウム(Nd)、テルビウム(Tb)、イットリウム(Y)、ユウロピウム(Eu)などがあげられていた。平成22年度に実施した希少金属のリスク調査のシーズ研究調査からは米国では希少金属に関し明確に代替材料開発、使用量低減技術開発を目的とした研究開発は検索されなかった。

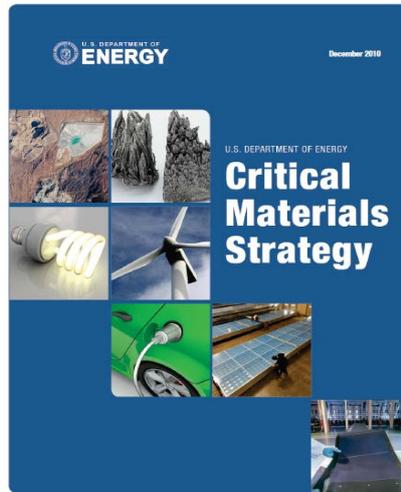


図 I-2-7 「Critical Materials Strategy 表紙 (DOE 2010.12)」

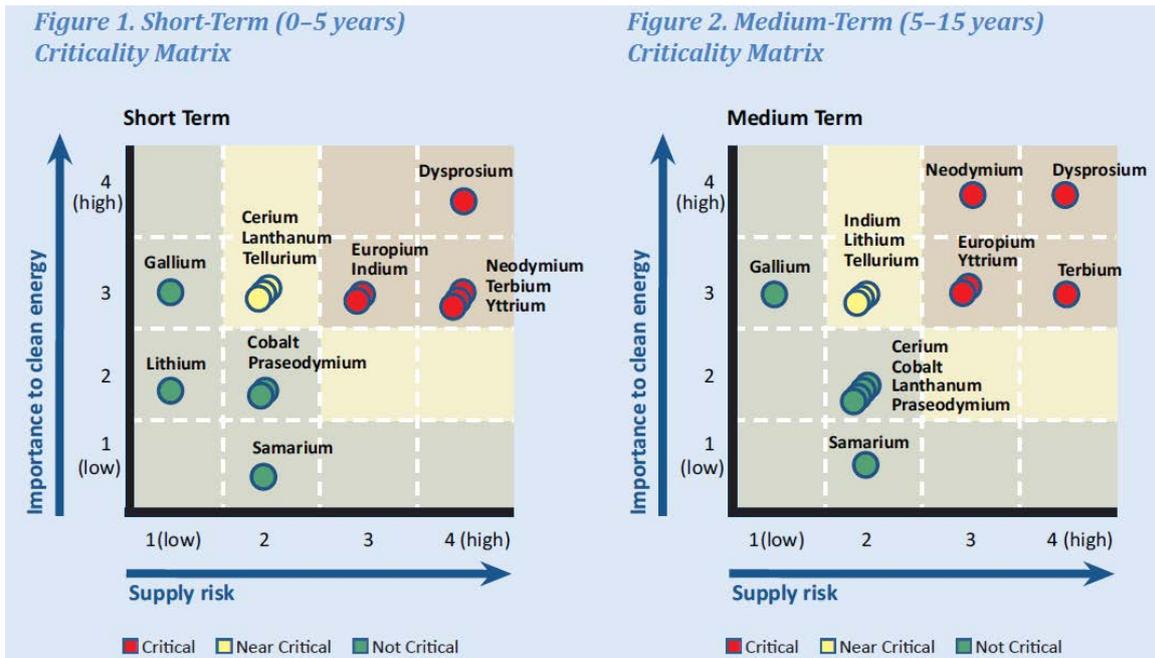


図 I-2-8 元素の産業に対する重要性と供給リスク

2.4.2 EUの研究開発動向

EUからは、「Critical raw materials for the EU (2010.2)」(図 I-2-9 参照)が発行されている。経済的重要度(消費シェア/経済的重要度/EUのGDP)と供給リスク(生産国リスク/代替可能性/リサイクル可能性)の観点から14の重要元素が示されている(図 I-2-10 参照)。重要な元素としては、アンチモン(Sb)、ベリリウム(Be)、コバルト(Co)、ホタル石、ガリウム(Ga)、ゲルマニウム(Ge)、グラファイト(C)、インジウム(In)、マグネシウム(Mg)、ニオブ(Nb)、白金族、レアアース、タンタル(Ta)、タングステン(W)を上げている。平成22年度に実施した希少金属のリスク調査のシーズ研究調査からはEUでは希少金属に関し明確に代替材料開発、使用量低減技術開発を目的とした研究開発は検索されなかった。

図 I-2-9 「Critical raw materials for the EU 表紙 (EU 2010.2)」

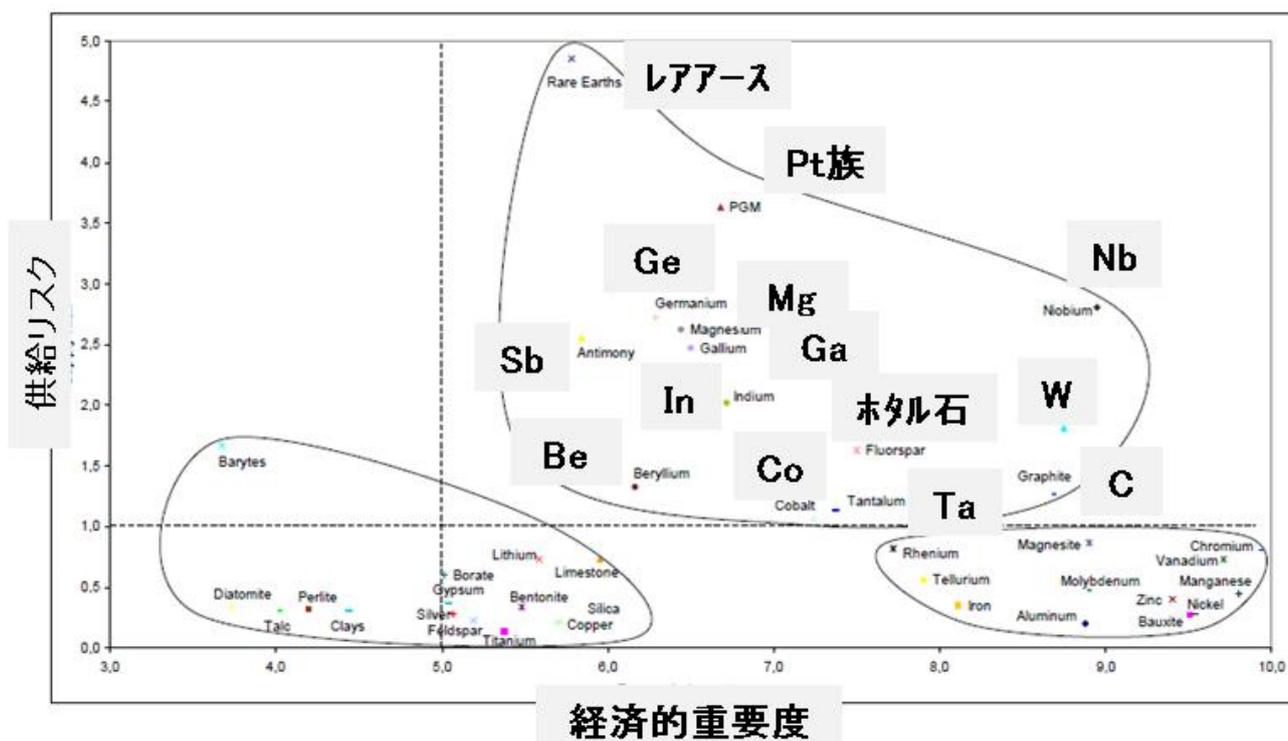


図 I-2-10 元素の経済的重要度と供給リスク

II. 研究開発マネジメントについて

1. 事業の目標

1.1 目標の設定根拠

1.1.1 対象元素の選定

本プロジェクトでは、研究開発を実施する前年の平成 20 年度にレアメタル・レアアースに関するリスク調査を行い、研究開発を行う鉱種を決定した。リスク調査は、種々の公開情報から 5 つの評価軸での調査対象鉱種のスクリーニング と、調査委員会での 3 つの政策評価軸での重要鉱種選定の図 II-1-1 に示した 2 段階で実施した。

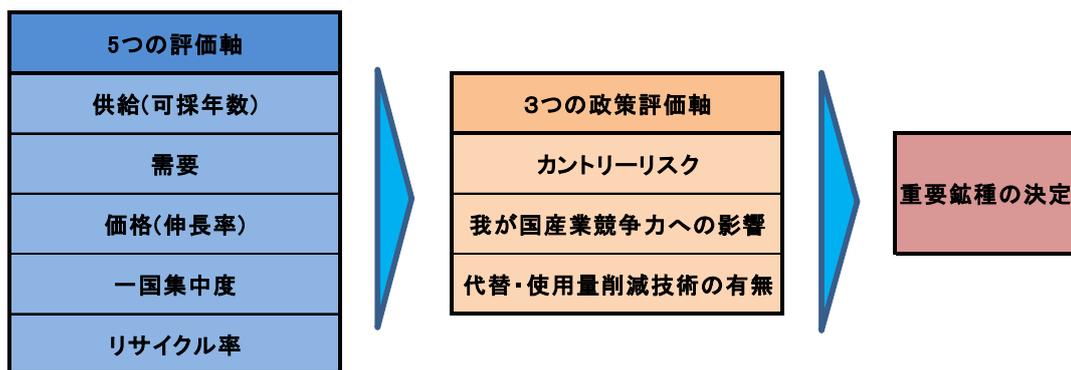
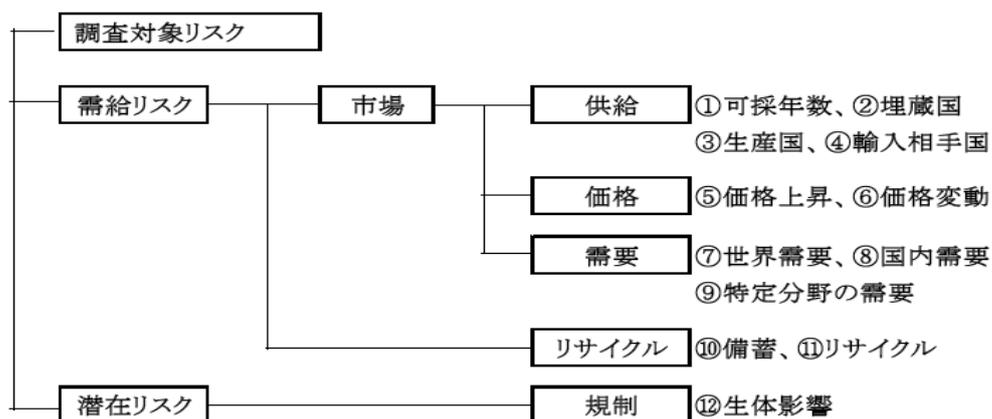


図 II-1-1 リスク調査方法

5 つの評価軸でのスクリーニングでは、図 II-1-2 に示す①～⑫の項目、表 II-1-1 に示す評価基準に基づき点付けを実施。評価点 18 点以上を基準とし、タングステン、ニオブ、アンチモン、白金、リチウム、インジウム、ビスマス、ランタン、セリウム、ネオジウム、ジスプロシウム、ユウロピウム、テルビウム、イットリウムの 14 種類を選定している（表 II-1-2 参照）。



- ・ 長期的視点での評価、再評価の必要性
- ・ データソースの条件
 - ① 公開情報であること
 - ② 長期的な統計データであること
 - ③ 多くの元素をカバーできること

図 II-1-2 リスク鉱種のスクリーニング

表Ⅱ-1-1 評価基準及びデータソース

評価項目		評点	評価基準	データソース
供給リスク	①可採年数 埋蔵量/04年鉱石生産量	3	50年未満	USGS統計
		2	50年～100年	
		1	100年～150年	
		0	150年以上	
	②埋蔵量の1国への集中度	3	90%以上	USGS統計
		2	80%以上	
		1	70%以上	
		0	70%未満	
	③鉱石生産の1国への集中度	3	90%以上	USGS統計
		2	80%以上	
		1	70%以上	
		0	70%未満	
	④輸入相手国1国への集中度	3	90%以上	財務省貿易統計
		2	80%以上	
		1	70%以上	
		0	70%未満	
価格リスク	⑤輸入価格上昇率 \$/kg 2007/1998比率(%)	3	200%以上	財務省貿易統計
		2	150%-200%	
		1	125～150%	
		0	125%未満	
	⑥輸入価格変動率 \$/kg 最高/最低比率(%)	3	200%以上	財務省貿易統計
		2	150%-200%	
		1	125～150%	
		0	125%未満	
需要リスク	⑦世界需要(鉱石生産)の伸び率 2007/1998比率(%)	3	200%以上	USGS統計
		2	150%-200%	
		1	125～150%	
		0	125%未満	
	⑧国内需要の伸び率 2007/2002比率(%)	3	200%以上	各種統計(業界統計を含む)
		2	150%-200%	
		1	125～150%	
		0	125%未満	
	⑨特定用途の需要の伸び率 2004/2002比率(%)	3	200%以上	各種統計(業界統計を含む)
		2	150%-200%	
		1	125～150%	
		0	125%未満	
リサイクル	⑩備蓄の有無	1	国家備蓄なし	
		0	国家備蓄あり	
	⑪リサイクルの状況	2	リサイクルされていない	
		1	一部リサイクルされている	
潜在リスク	⑫将来の規制リスク(生体影響)	2	元素自体に毒性がある	
		1	化合物に毒性があり労働衛生問題を起した事例がある	
		0	毒性がなく、労働衛生問題を起した事例がない	
		0	毒性がなく、労働衛生問題を起した事例がない	

データソース: ⑩、⑪ JOGMEC資料

⑫ 「健康と元素」南山堂、「14906の化学商品」化学工業日報社、他

表Ⅱ-1-2 平成20年度実施の評価結果

No.	鉬種	H17評価	H20評価	補注
1	Ni	13	14	
2	Cr	14	13	
3	W	18	21	開発中(超硬工具)
4	Co	15	16	
5	Mo	15	17	
6	Mn	17	14	
7	V	14	11	
8	Nb	15	19	
9	Sr	12	9	
10	Sb	15	19	
11	Ta	23	17	
12	Pt	17	18	
13	Pd	12	13	
14	Rh		18	
15	Ge	18	17	
16	Ti	9	10	
17	Li	17	23	
18	Be	17	17	
19	Ga	9	12	
20	B	14	15	
21	Se	16	17	
22	Rb	6	6	
23	Zr	14	17	
24	In	18	25	開発中(液晶透明電極)
25	Te	8	12	
26	Cs	6	6	
27	Ba	6	13	
28	Hf	6	6	
29	Re	13	8	
30	Tl	6	8	
31	Bi	15	19	
32	La	18	20	
33	Ce	15	20	
34	Nd	17	22	開発中(FeNdB磁石)
35	Sm	17	17	
36	Dy	17	24	開発中(FeNdB磁石)
37	Eu		25	
38	Tb		25	
39	Y	20	21	

これら上位の14 鉱種のうち、平成19年度から取り組んでいるタングステン、インジウム、ジスプロシウム、ネオジム（ジスプロシウムの開発はネオジム磁石「Nd-Fe-B」の開発でもあるため取り組み鉱種とした）の4 鉱種を除いた10 種類の鉱種について、有識者委員会の中で3つの政策評価軸となるカントリーリスク、我が国産業競争力への影響、代替・使用量低減技術の有無（シーズ研究の有無）、今後の動向の評価を加え、重要な鉱種として、表Ⅱ-1-3に示した白金族、セリウム、テルビウム・ユウロピウムを選定した。

表Ⅱ-1-3 リスク評価結果

No	鉱種	区分	リスクの分析・今後の動向		鉱種選定	
			今後の供給	今後の需要		
8	Nb	遷移金属	・主埋蔵国・生産国はブラジル、カナダ、オーストラリア ・鉄鋼添加剤が主用途であり、国内需要（主に低合金高張力鋼）は安定している ・ブラジルCBMM社の供給安定性（量・価格）は長期間の実績がある	安定	安定	-
10	Sb	半金属元素	・世界需要が減少傾向にある（07/98比97%） ・プラスチック難燃助剤が主用途であり国内需要も漸減傾向にある（07/98比89%） ・欧州における規制強化圧力の増大により需要の減少が見込まれる	安定	減少	-
12	Pt	遷移金属	・輸入相手国はロシアから南アフリカに集中しつつある（2007年80%） ・南アフリカの供給懸念・減産が顕在化している ①安全・設備等の問題による鉱山閉鎖 ②電力供給不足による操業停止 ③人種問題に根ざす労働問題 ・世界需要の伸びが比較的低い（07/98比137%）要因は投資・宝飾向けの減少であり、産業用は急増（07/98比203%うち自動車触媒235%）している ・排ガス規制の強化により今後も自動車触媒用途の需要増が見込まれる ・さらに将来燃料電池触媒用途の需要増が見込まれる	懸念大	増加	◎
17	Li	アルカリ金属	・チリが主埋蔵国であるがチリ、オーストラリア、アルゼンチン、中国、カナダ（2007の生産比率各々38、22、12、9、3%）ほかでも生産されている ・二次電池向け炭酸リチウム・水酸化リチウムの需要が増加（226～227%）しており今後も増加が見込まれる	安定	増加	-
31	Bi	半金属元素	・中国が主埋蔵国であるがメキシコ、ペルー、カナダ（2007年の生産比各々53、21、17、3%）ほかでも生産されている ・世界需要は比較的安定している（07/98比125%） ・国内需要・輸入量とも2004年以降は頭打ち、需要減少が見込まれる	安定	安定	-
希土類	遷移金属	・資源は世界に分布しているが、低価格攻勢により中国以外の鉱山は生産を中止 ・中国が世界の供給を独占すると同時に価格が高騰 ・中国内需増加に伴う中国政府の資源保護・国内優先・輸出抑制政策等の強化 ①増値税還付廃止 ②輸出許可制度 ③E/L制度 ④加工貿易禁止 など				
32	La		・全体の需要が伸びている（239%） ・光学ガラス用途の需要は比較的安定している（139%） ・水素吸蔵（Ni水素電池）の需要はリチウムイオン電池への移行に伴い減少が見込まれる	懸念大	安定化	-
33	Ce		・全体の需要が伸び（154%）、特に研磨剤分野の需要が急増している（242%） ・FPDの需要増に応じ今後も需要増が見込まれる	懸念大	増加	◎
37	Eu		・Eu、Tb、Dy等の中希土・重希土資源は特に中国への偏在性が高い ・ほぼ全量蛍光体用途であり需要は引き続き堅調である ・欧州における白熱灯廃止の動きに伴いさらに需要増が見込まれる	懸念大	増加	◎
38	Tb		・37Euに同じ。蛍光体用途に加え、その他用途（磁石向け等）の需要も堅調である	懸念大	増加	◎
39	Y		・蛍光体・セラミックス・ジルコニア安定化剤など全体の需要が197%伸びている ・全体の35～45%を占める蛍光体用途の需要が234%伸びていると推定される ・今後も需要の増加が見込まれる	懸念大	増加	-

※出典：「希少金属代替材料開発に関する最新動向調査報告書（NEDO 平成20年度）」

1.1.2 削減目標の設定

重要鉱種として選定した白金族、セリウム、テルビウム・ユウロピウムの削減目標は、各鉱種のロードマップを作製し設定している。このロードマップの作製は、「希少金属代替材料開発に関する最新動向調査（NEDO 平成 20 年度）」のリスク調査と並行して行い、技術動向および市場動向の整理し、研究シーズの整理、研究開発の重要度が高いと考えられる技術の絞り込み等を行い策定した。

1.1.2.1 ロードマップの策定

1.1.2.1.1 調査体制

本調査では、希少金属代替材料の技術開発ロードマップづくりについて助言を得るため、産学官の有識者からなる「希少金属代替材料開発プロジェクト企画委員会」を設置し、ロードマップの構成要素、背景となる社会動向の予測、希少金属代替／省資源化シナリオ、開発課題、課題・目標について検討を行い、技術開発ロードマップの策定を行った。

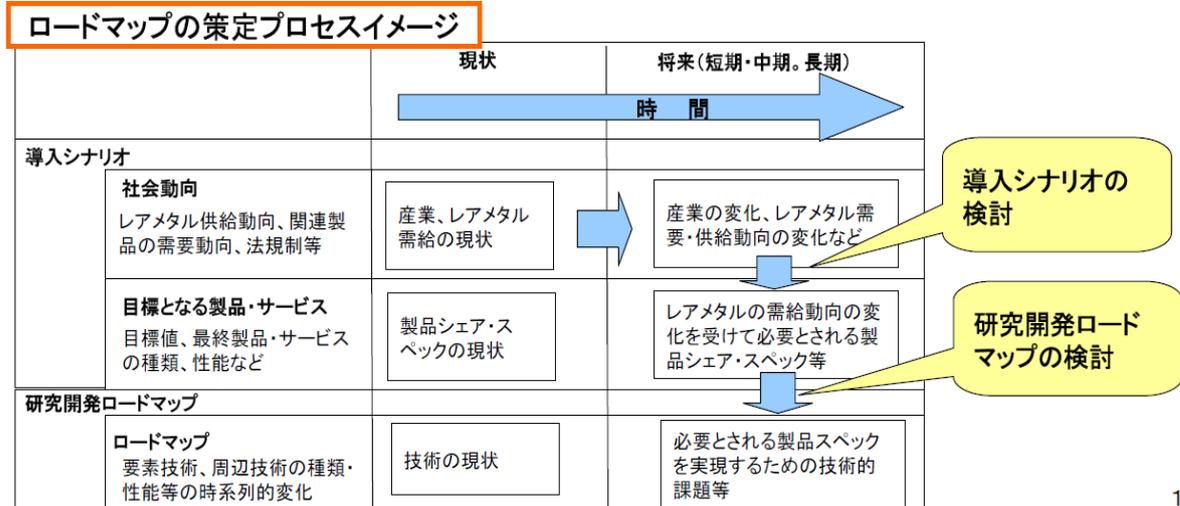
また、希少金属代替材料開発プロジェクトの位置づけ、必要性、技術ロードマップで示された研究開発目標の妥当性、実用化・事業化の見通し等の事前評価、さらに希少金属代替材料開発プロジェクトの基本計画および実施方針についても検討を行い、これを策定した。希少金属代替材料開発プロジェクト企画委員会委員を表Ⅱ-1-4に示す。

表Ⅱ-1-4 希少金属代替材料開発プロジェクト企画委員会

	氏名	所属・役職（敬称略）
委員長	前田 正史	東京大学 生産技術研究所 所長
委員	足立吟也	学校法人重里学園 理事
〃	安達 毅	東京大学 環境安全研究センター・生産技術研究所 准教授
〃	植田 成生	コニカミノルタオプト株式会社 OD事業部 HD事業ユニット長
〃	馬越 佑吉	独立行政法人 物質・材料研究機構 理事
〃	岡田 益男	東北大学 副学長 教授
〃	香山 高寛	CSKベンチャーキャピタル株式会社 投資開発部 部長
〃	神門 正雄	独立行政法人石油天然ガス・金属鉱物資源機構 金属資源開発本部 企画調査部 部長
〃	佐藤 眞康	触媒工業協会 自動車部会長
〃	武内徹二	社団法人日本電球工業会 専務理事
〃	谷 泰弘	立命館大学理工学部機械工学科 教授

1.1.2.1.2 ロードマップの構成

技術開発ロードマップは、社会動向および目標となる製品・サービスを整理した「導入シナリオ」、また要素技術や周辺技術の種類・性能等の目標を整理した「研究開発ロードマップ」を構成要素とした（表Ⅱ-1-3 参照）。



図Ⅱ-1-3 技術開発ロードマップの策定プロセスイメージ

「導入シナリオ」では、将来的な産業動向およびレアメタル供給の予測に関する既存資料等を踏まえ、レアメタル需給に関する今後の世界・国内動向、またその予測を踏まえてわが国で必要とされる製品・サービスの内容を記載している。必要とされる製品・サービスより、各レアメタルに係る代替材料（および使用量低減技術）開発の具体的な目標（国内における各レアメタル年間消費量）を設定している。

「研究開発ロードマップ」では、「導入シナリオ」で取り上げられている目標（必要とされる製品・サービスおよび国内における各レアメタル年間消費量）を実現するための技術的課題、要素技術、求められる機能を時間軸上に記載している。

1.1.2.1.3 目標の設定方法

「希少金属代替材料開発プロジェクト」の目標年度を踏まえ、各レアメタルに係る代替材料（及び使用量低減技術）開発の目標は、目標年度の平成25年度における各レアメタルの目標消費削減率とした。

この目標は、目標年度における各レアメタルの予想国内供給量および予想国内需要量を踏まえ、その時の国内需要量を国内供給量の範囲内に抑制させるための抑えるための数値目標となる。

目標の設定方法は以下のとおりである。

●目標消費削減率の計算方法

以下の式にて計算する。

$$[\text{目標消費削減率}(\%)] = 100 \times \left\{ 1 - \left(\frac{[\text{予想国内供給量}]}{[\text{予想国内需要量}]} \right) \right\}$$

ただし、研究開発ロードマップで取り上げられるテーマが特定製品にのみ適用される場合は、以下式にて計算する。

$$[\text{目標消費削減率}(\%)] = 100 \times \left\{ 1 - \frac{([\text{予想国内供給量}] - [\text{特定製品以外の予想国内需要量}])}{([\text{予想国内需要量}] - [\text{特定製品以外の予想国内需要量}])} \right\}$$

●予想国内供給量

各レアメタルの国内供給量は、平成19年度と同等とする。

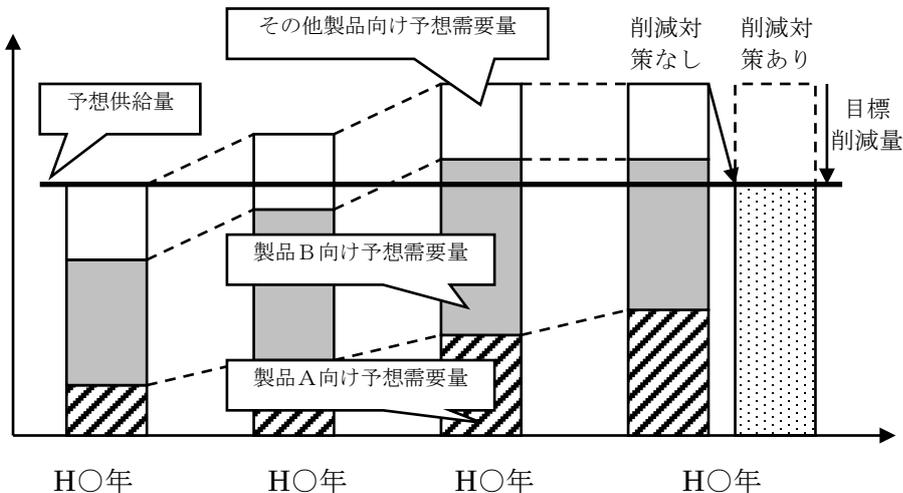
レアメタル資源の偏在性は、特定国・地域の事情による供給不安定化を招きやすく、供給量の予測を極めて困難なものとしている。また、各レアメタル供給の大半を海外に依存しているわが国においては、産出国における輸出政策動向なども国内供給量の予測に大きな影響を与えることから、予想国内供給量の予測をますます難しいものとしている。そのため、予想国内供給量は、明らかな変動要素を除き、現状維持とした。

●予想国内需要量

各レアメタルの国内需要量は、当該レアメタルを消費する主要製品の生産動向予測データに単位製品あたりに消費される各レアメタル量（現状同等）を乗じて計算する。

$$[\text{予想国内需要量}(\text{t})] = [\text{主要製品の国内生産量}(\text{台})] \\ \times [\text{主要製品における1台あたりのレアメタル消費量}(\text{t}/\text{台})] \\ + [\text{その他製品向けの国内需要量}(\text{t})]$$

主要製品に関する既存の産業動向予測データが複数存在する場合、製品ごとに計算を行い、その和をもって予想国内需要量としている。なお、その他製品の国内需要量については、現状（平成16年度）と同等とする。予想国内供給量と予想国内需要量のイメージを図Ⅱ-1-4に示す。



図Ⅱ-1-4 予想国内供給量と予想国内需要量のイメージ

1.1.2.1.4 削減目標の設定根拠

平成 20 年度に鉱種のリスク調査と技術開発ロードマップの検討を行い、削減目標を設定したが、当時の設定根拠を以下に示す。

1.1.2.1.4.1 白金族 (Pt 族)

(1) 需要について

白金の世界需要は、10 年間でおよそ 1.4 倍伸び、2007 年の世界需要は 236 トンに達した。投資・宝飾向け需要がほぼ半減しているのに対し、自動車触媒向け需要の伸びが顕著であり、1998 年の 56 トンに対し、2007 年には 1998 年比 2.35 倍の 129 トンに達している（図 II-1-5 参照）。

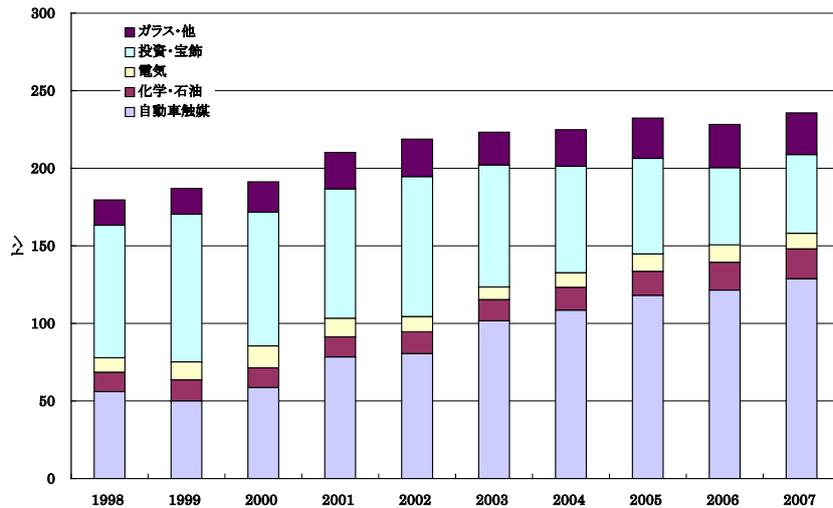


図 II-1-5 白金の世界需要

(2) 供給について

世界の白金の供給は、南アフリカとロシアが全体の 90% を占めている。2007 年の供給量は触媒からの回収を含め 232 トンであり、需要量をわずかに下回る。触媒からの回収が 2007 年に 28 トンに増加し、供給の 12% を占めるに至っている（図 II-1-6 参照）。比較的供給過剰にあるパラジウムは価格が安定しているが、白金の価格は高騰している（図 II-1-7 参照）。

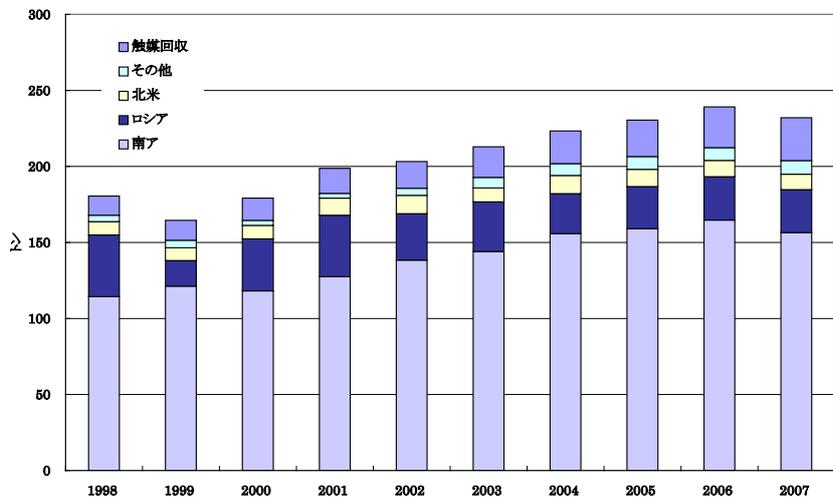
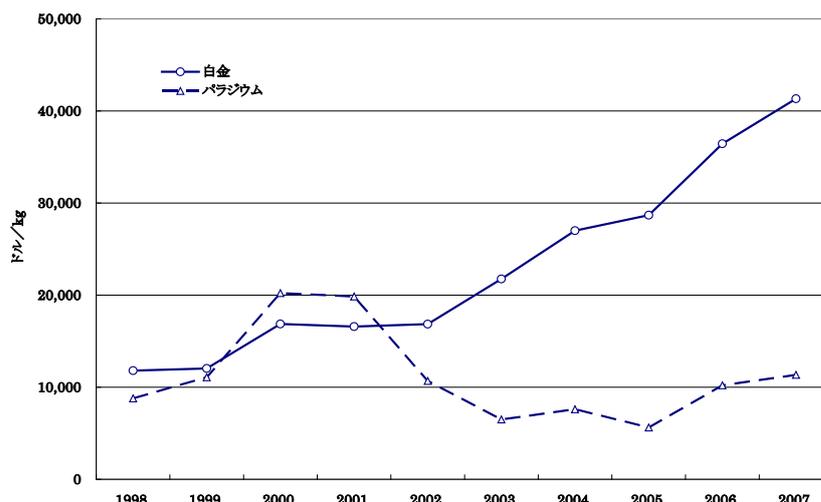


図 II-1-6 白金の世界供給



図Ⅱ-1-7 価格動向
(資料) Johnson Matthey 報告書、財務省貿易統計

(3) 需給バランスの動向

白金族の需給バランスに大きな影響を与える因子は、短期的には、すでにスケジュール化されている日本及び欧州における自動車排ガス規制の強化、長期的には、開発途上国における自動車排ガス規制の開始・強化に伴う自動車排ガス触媒向け需要の増大があげられる。また、最大の白金族生産国である南アフリカの供給不安定も需給バランスを逼迫させる要因である。投資・宝飾向け白金族の需要は減少しているが、増加に転じる可能性も否定できない。以上から、短期的・長期的に白金族の需給は逼迫する方向にあると考えられる（表Ⅱ-1-5 参照）。

2013年における自動車排ガス触媒向け白金の予想国内需要量は32.6トンであり、同年の予想国内供給量（2007年と同レベル23.3トンと仮定）の1.39倍と想定され、この需給ギャップからは削減率は40%が目標となる。この削減率に政策的な判断、研究シーズからの削減の可能性を加味し白金族の代替材料開発に係る開発目標は、2007年を基準年として削減率50%と設定した（図Ⅱ-1-8 参照）。

表Ⅱ-1-5 世界の白金族需給バランスに影響を与える要因

	需給バランスが緊迫する要因	需給バランスが緩和する要因
金属資源需要	【需要量の増大】 <ul style="list-style-type: none"> 先進国（日・欧）におけるオフロード車を含む自動車排ガス規制の強化に伴う自動車排ガス触媒向け需要の増大 開発途上国における自動車排ガス規制の開始・強化に伴う自動車排ガス触媒向け需要の増大 LCD ガラス需要増加、工場新設に伴う白金需要の増加 	【需要量の減少】 <ul style="list-style-type: none"> 投資・宝飾向け需要の減少 1台あたり白金族使用原単位の低い自動車排ガス触媒の開発
金属資源供給	【供給量の減少】 <ul style="list-style-type: none"> 南アフリカにおける供給不安定（安全・設備等の問題による鉱山閉鎖、電力供給不測、洪水等による一時操業停止など） 	【供給量の増大】 <ul style="list-style-type: none"> 触媒等使用済み白金族含有製品からの回収増加（リサイクル）

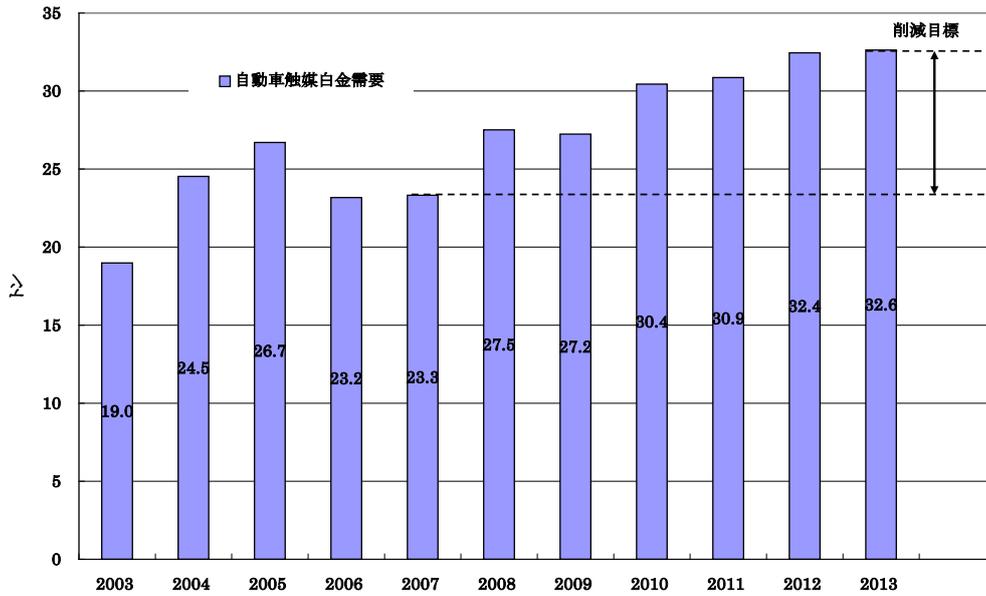


図 II-1-8 わが国における自動車排ガス触媒用白金需要予測

● 予想国内供給量

2013年におけるわが国の白金供給量（輸入量）は、2007年レベルと仮定した。

● 予想国内需要量

ガソリン車及びディーゼル車用排ガス触媒に消費される白金需要を予測した。

（自動車の生産台数予測）=（2007年の生産台数）×（世界経済の実質GDP成長率（%））

※ ガソリン・ディーゼル車の内訳は以下のように推定した。

- ・ 乗用車の7.5%、バスの全部、オフロード車をディーゼル車とした。
- ・トラックは統計に従いディーゼル・ガソリンに区分した。
- ・軽四輪（乗用車・トラック）、二輪車をガソリン車とした。

※ 乗用車のディーゼル比率は、2009年以降年率0.5%増加するとした。

※ ガソリン・ディーゼル車の生産台数、自動車触媒用白金の国内消費量及び欧州ディーゼル車の白金原単位から、現状の自動車触媒白金原単位を、ガソリン車1.9g/台、ディーゼル車4.0g/台と推計した。

※ 2013年の自動車触媒白金原単位を、ガソリン車は1.9g/台で一定とし、ディーゼル車は排ガス規制の強化に伴い2013年までに5.0g/台まで増加するとした。

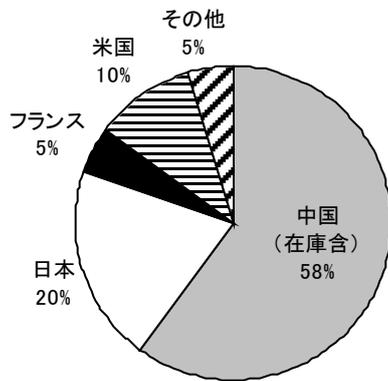
※ 自動車の生産台数予測（ガソリン・ディーゼル別）×白金原単位（ガソリン・ディーゼル別）から2013年までの自動車触媒白金需要量を算出した。

1.1.2.1.4.2 セリウム (Ce)

(1) 需要について

セリウムの世界需要データは個別に存在しないことから、各種データよりそれぞれの需要量を推計した。世界におけるレアアース供給の97%（重量ベース）を中国が担っているため、中国以外の地域における需要量は、中国からのセリウム輸出量に等しいと仮定した。また、世界のセリウム供給量から中国以外の需要量を差し引き、これを中国の需要量に等しいと仮定した（図Ⅱ-1-9 参照）。概念として、中国の需要量には、実際に消費されないで在庫保管されてしまう量も含まれることになる。世界のセリウム需要（平成19年）は、約47,000（酸化物換算トン／年）と推計され、そのうち6割程度が中国の需要（在庫になってしまうものも需要として含める）2割程度がわが国の需要となる。

わが国におけるセリウム需要（平成19年）は、約9,500（酸化物換算トン／年）と推計され、このうち過半数がガラス等の研磨材向けであると見込まれる¹。



（注1）中国以外の国については2007年の中国海関統計の輸出量が需要量に等しいと仮定

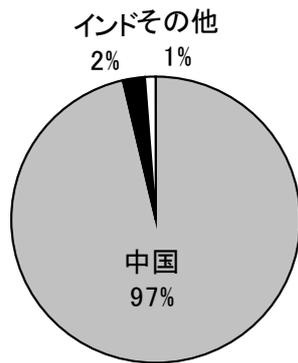
（注2）2007年における中国のセリウム供給量から2007年の輸出量を差し引いた残りを中国における需要量と仮定（在庫分も含む可能性あり）

（資料）中国海関統計、USGS「Mineral Commodity Summaries 2008」、NTS「希土類の材料技術ハンドブック」

図Ⅱ-1-9 国別需要割合（世界：平成19年）

(2) 供給について

セリウムの世界供給データは個別に存在しないことから、各種データよりそれぞれの供給量を推計した。世界におけるレアアース供給の97%（重量ベース）を中国が担っているため、中国については鉱種別生産量にそれぞれの代表的品位を乗じて、中国におけるセリウム供給量を推計した。中国以外の供給地としては、インドがこれに次ぐことから、インドの漂砂鉱床における代表的品位を乗じてインドにおけるセリウム供給量を推計した。世界のセリウム供給（平成19年）は、約47,000（酸化物換算トン／年）と推計され、9割強が中国からの供給となる。わが国からの一次供給（鉱石からの分離・精製による供給）また二次供給（リサイクルによる供給）はない。



(注1) レアアース供給量に鉱床別品位を乗じて推計
 (資料) USGS「Mineral Commodity Summaries 2008」、NTS「希土類の材料技術ハンドブック」

図Ⅱ-1-10 国別供給割合（世界：平成19年）

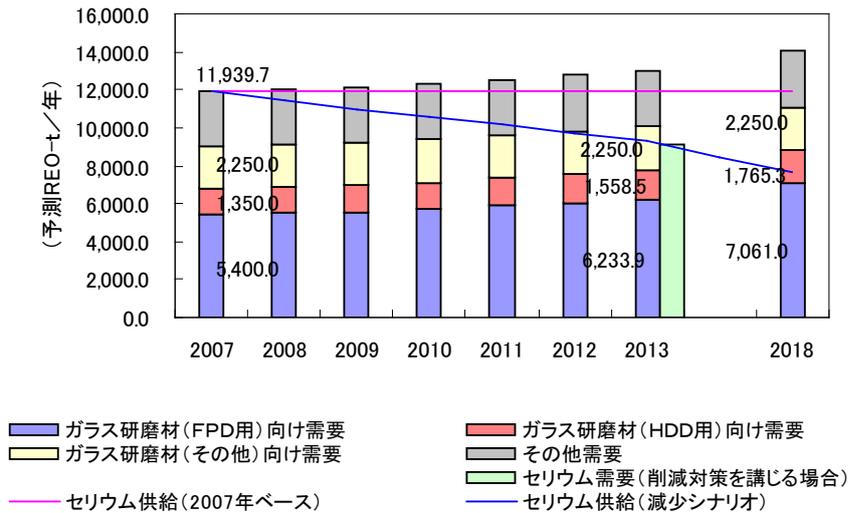
(3) 需給バランスの動向

セリウムの需給バランスに大きな影響を与えると想定されるものに、先進国や新興国における平面型テレビの需要増大（テレビのフラット化進行によるもの）、パソコンの需要拡大（IT化進行によるもの）、主要産出国である中国におけるE/L発給枠の抑制などがある。特に限られた輸出許可枠（重量ベース）の中では、重量単価が安価なセリウム化合物は輸出の優先順位が下がる可能性もあると考えられる。中国国外で新規鉱山の開発予定があるものの、世界の需要動向によっては操業開始に至らないことなどから、需給バランスを緩和させる要素としては弱い。

今後も平面型テレビやパソコンの生産に伴う蛍光粉の需要が伸び続けると思われること、中国の内需拡大により輸出拡大の動きが働きにくいと思われること、新規鉱山からの供給増はすぐに期待できないこと、などから長期的にはセリウムの需給バランスは逼迫する方向にあると考えられる（表Ⅱ-1-6参照）。平成25年におけるセリウムの予想国内需要量は、同年の予想国内供給量（年率4%で供給量が減少すると仮定）の1.39倍と想定され（表Ⅱ-1-7参照）、この需給ギャップからは削減率は30%が目標となる（図Ⅱ-1-11参照）。この削減率は政策的な判断、研究シーズからの削減の可能性を加味しセリウムの代替材料開発等に係る開発目標は、平成19年を基準として、需給ギャップと同じ削減率の30%と設定した。

表Ⅱ-1-6 世界のセリウム需給バランスに影響を与える要素

	需給バランスが緊迫する要素	需給バランスが緩和する要素
金属資源需要	【需要量の増大】 ・ 先進国や新興国における平面型テレビの需要増大 ・ 先進国や新興国におけるパソコン需要の増大	【需要量の減少】 ・ 単位重量あたりの研磨効率に優れた新研磨材の開発 ・ 研磨材の利用効率が高い研磨装置の開発
金属資源供給	【供給量の減少】 ・ 中国における輸出規制の動き（E/L発給枠の抑制） ・ 中国における増置税還付の撤廃・輸出関税の賦課	【供給量の増大】 ・ 豪州鉱山（Mt. Weld）やカナダ鉱山等の操業開始



図Ⅱ-1-11 わが国におけるセリウム供給と主要製品に関するセリウム需要の予測

表Ⅱ-1-7 セリウムの代替材料開発等に係る施策目標の設定

		(暦年)	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013		2018
供給予測	予想国内供給量(2007年ベース)		11,940	11,940	11,940	11,940	11,940	11,940	11,940	~	11,940
	予想国内供給量(減少シナリオ)		11,940	11,462	11,004	10,563	10,141	9,735	9,346	~	7,620
需要予測	予想国内需要量(削減対策を講じる場合)								9,087		
	予想国内需要量(削減対策を講じない場合)		11,940	12,070	12,143	12,310	12,531	12,758	12,982	~	14,016
	その他需要		2,940	2,940	2,940	2,940	2,940	2,940	2,940	~	2,940
	ガラス研磨材(その他)向け需要		2,250	2,250	2,250	2,250	2,250	2,250	2,250		2,250
	ガラス研磨材(HDD用)向け需要		1,350	1,376	1,391	1,424	1,468	1,514	1,558		1,765
	ガラス研磨材(FPD用)向け需要		5,400	5,504	5,562	5,696	5,873	6,055	6,234	~	7,061

2013年度予想国内需要量/2013年度予想国内供給量= 1.39 倍

2013年予想国内需要量(削減対策を講じる場合)を2013年予想国内供給量以下に抑えるために必要な最低限の削減率= 30%の削減が必要

目標消費削減率(基準年:2007年)= 30%

● 予想国内供給量

2007年以降のわが国におけるセリウム供給量(輸入量)は主要輸出国のE/L発給抑制等により年率10%で減少すると仮定した。また、2009年より新規鉱山のセリウムが供給され始めると仮定した(2013年には約7千REO t/年の新規供給があると仮定)。

● 予想国内需要量

FPD及びパソコンHDD用のパネル研磨生産で消費されるセリウム需要を予測した。

〔主要製品に関するセル日有無需要(t/年)〕=〔2007年におけるわが国の液晶テレビ向けセリウム消費量(トン/年)〕×〔世界経済の実質GDP累積変化率(%)〕+〔2007年におけるわが国のパソコンHDD向けセリウム消費量(トン/年)〕×〔世界経済の実質GDP累積変化率(%)〕+〔その他の国内セリウム需要(トン/年)〕

※ 研磨材(FPD用)向けセリウム需要:日本国内における液晶テレビ生産量は、今後世界経済の実質GDP累積変化率に応じて変化すると仮定した。基準年の液晶テレビバックライト向け研磨材(セリウム分)消費量に実質GDP累積変化率を乗じて推計。

※ 研磨材(ノートパソコン用)向けセリウム需要:日本国内における照明ランプ生産量は、今後世界経済の実質GDP累積変化率に応じて変化すると仮定した。基準年のノートパソコン向け研磨材(セリウム分)消費量に実質GDP累積変化率を乗じて推計。

※ 世界経済の実質GDP累積変化率:IMFにて発表されている今後の世界経済見通しを利用。将来的なインフレ率(世界平均)を控除して実質GDP成長率とみなした。世界的な金融危機の影響を受けて2007年11月に下方修正された見通し値を使用。

1.1.2.1.4.3 テルビウム・ユウロピウム (Tb・Eu)

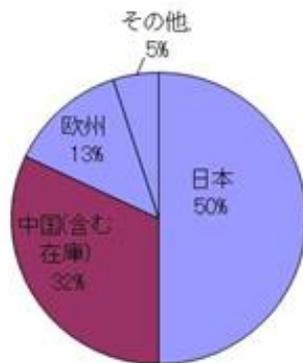
(1) 需要について

テルビウム、ユウロピウムの世界需要データは個別に存在しないことから、各種データよりそれぞれの需要量を推計した。世界におけるレアアース供給の97%（重量ベース）を中国が担っているため、中国以外の地域における需要量は、中国からのテルビウム・ユウロピウム輸出量に等しいと仮定した。また、世界のテルビウム・ユウロピウム供給量から中国以外の需要量を差し引き、これを中国の需要量に等しいと仮定した。概念として、中国の需要量には、実際に消費されない在庫保管されてしまう量も含まれることになる。表Ⅱ-1-12に世界のテルビウム・ユウロピウム需給バランスに影響を与える要素を示した。

世界のテルビウム需要（平成19年）は、約340（酸化物換算トン／年）と推計され、そのうち5割程度がわが国の需要となる。また、世界のユウロピウム需要（同）は、同様に約320（酸化物換算トン／年）と推計され、このうち約4割がわが国の需要となる（図Ⅱ-1-12）。

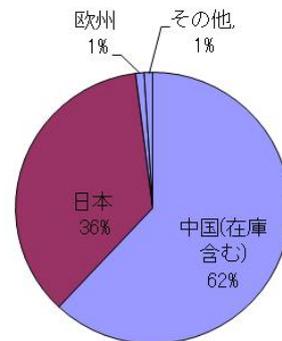
わが国におけるテルビウム需要（平成19年）は、約170（酸化物換算トン／年）と推計され、このうち過半数が蛍光粉向けであると見込まれる²。また、わが国におけるユウロピウム需要（同）は、約110（酸化物換算トン／年）と推計され、ほぼ全量が蛍光粉向けであると見込まれる。

テルビウムの国別需要割合(2007年)



単位:トン

ユウロピウムの国別需要割合(2007年)



単位:トン

図Ⅱ-1-12 国別需要割合（世界：平成19年）

(注1) テルビウムおよびユウロピウムともに中国からの供給量は世界の全供給量にほぼ等しいと仮定し、中国からの輸出量を中国以外の地域における需要、供給量から輸出量の合計を差し引いて中国国内の需要（実際に製品化されない在庫分も含む）とした。

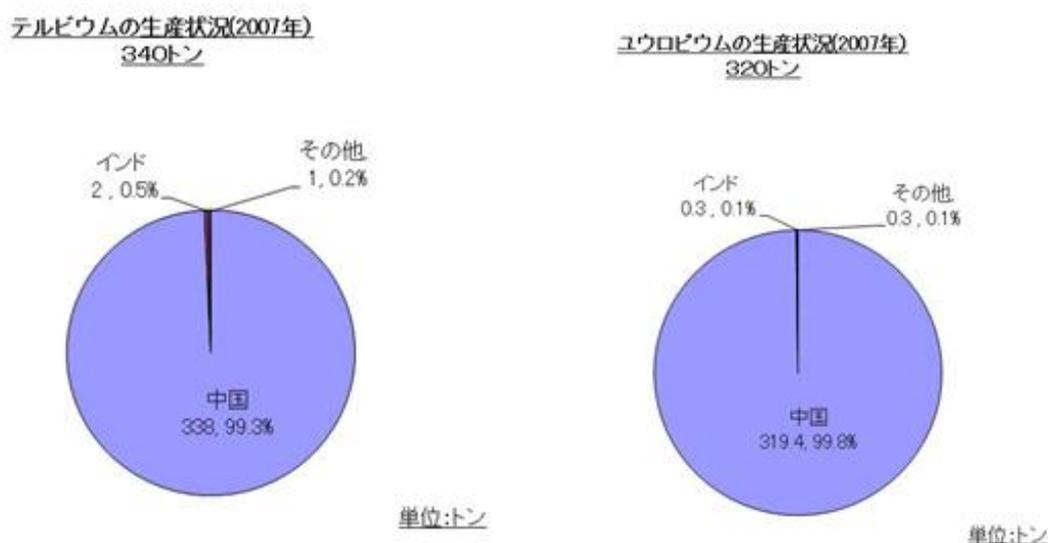
(注2) 2007年のわが国向けテルビウム輸出量は、例年の2倍近く、2008年1月の輸出税率引き上げを見込んだ駆け込み需要があったと想定されることから、わが国への輸出量（需要量）は2008年および2007年の平均値を採用した。また、香港経由でわが国へ輸出されている分もあると想定し、それらは全て上記に含まれると仮定した。

(注3) 2007年のわが国向けユウロピウム輸出量は、例年よりも過少であると想定されることから、わが国への輸出量（需要量）は2008年および2007年の平均値を採用した（ユウロピウムの場合、2007年の香港向け輸出実績はなし）。

(注4) 2007年段階における重量比データ（酸化物換算）として推計
 (資料) 中国海関統計から三菱UFJリサーチ&コンサルティング推計

(2) 供給の現状

テルビウム、ユウロピウムの世界供給データは個別に存在しないことから、各種データよりそれぞれの供給量を推計した。世界におけるレアアース供給の97%（重量ベース）を中国が担っているため、中国については鉱種別生産量にそれぞれの代表的品位を乗じて、中国におけるテルビウム・ユウロピウム供給量を推計した。中国以外の供給地としては、インドがこれに次ぐことから、インドの漂砂鉱床における代表的品位を乗じてインドにおけるテルビウム・ユウロピウム供給量を推計した。世界のテルビウム供給（平成19年）は、約340（酸化物換算トン／年）と推計され、9割強が中国からの供給となる（図Ⅱ-1-13参照）。また、世界のユウロピウム供給（同）は、同様に約320（酸化物換算トン／年）と推計され、ほぼ全量が中国からの供給となる。わが国からの一次供給（鉱石からの分離・精製による供給）また二次供給（リサイクルによる供給）はない。



図Ⅱ-1-13 国別供給割合（世界：平成19年）

（注）レアアース供給量に鉱床別品位を乗じて推計

（資料）USGS「Mineral Commodity Summaries 2008」および NTS「希土類の材料技術ハンドブック」より三菱UFJリサーチ&コンサルティング推計

(3) 需給バランスの動向

テルビウム・ユウロピウムの需給バランスに大きな影響を与えると想定されるものに、先進国や新興国における照明用蛍光ランプの需要増大（白熱電灯からの切替によるもの）、平面型テレビの需要増大（テレビのフラット化進行によるもの）、希土類磁石の需要増大（ハイブリッド自動車向けのモーター用磁石需要拡大によるもの：テルビウムについてのみ）、主要産出国である中国におけるE/L発給枠の抑制などがある。中国国外で新規鉱山の開発予定があるものの、必ずしもテルビウムやユウロピウムといった重希土類に富んではないこと、世界の需要動向によっては操業開始に至らないことなどから、需給バランスを緩和させる要素としては弱い。今後も照明用蛍光ランプや平面型テレビの生産に伴う蛍光粉の需要が伸び続けると思われること、中国の内需拡大により輸出拡大の動きが働きにくいと思われること、新規鉱山からの供給増はず

ぐに期待できないこと、などから長期的にはテルビウム・ユウロピウムの需給バランスは逼迫する方向にあると考えられる。

平成 25 年におけるテルビウムの予想国内需要量は 124 t で同年の予想国内供給量（年率 10% で供給量が減少すると仮定）は 64 t（51%の確保）と想定され、平成 30 年には 37 t（29%の確保）に留まると想定される（図 II-1-14）。テルビウムの供給は引き続き大きく削減されることが想定されており、削減率の想定は平成 30 年とした。テルビウムの代替材料開発、使用量低減技術開発に係る削減目標は政策的な積み上げも行い 80%（平成 19 年を基準年とした場合の割合）と設定した。同様にユウロピウムの予想国内需要量は 71t で平成 25 年の予想国内供給量（年率 10% で供給量が減少すると仮定）は 37t（52%の確保）と想定され、平成 30 年には 21 t（28%の確保）に留まる想定される（図 II-1-15）。ユウロピウムの供給は引き続き大きく削減されることが想定されており、削減率の想定は平成 30 年とした。ユウロピウムの代替材料開発、使用量低減技術開発に係る削減目標は政策的な積み上げも行い 80%（平成 19 年を基準年とした場合の割合）と設定した。

表 II-1-8 世界のテルビウム・ユウロピウム需給バランスに影響を与える要素

	需給バランスが緊迫する要素	需給バランスが緩和する要素
金属資源需要	【需要量の増大】 <ul style="list-style-type: none"> 先進国や新興国における照明用蛍光ランプの需要増大（白熱電灯からの切替） 先進国や新興国における平面型テレビの需要増大 希土類磁石の需要増大（Tb） 	【需要量の減少】 <ul style="list-style-type: none"> LED 等のレアアース消費量が小さい発光デバイスの高度化による使用量低減 蛍光体リサイクルの進展
金属資源供給	【供給量の減少】 <ul style="list-style-type: none"> 中国における輸出規制の動き（E/L 発給枠の抑制） 中国における増置税還付の撤廃・輸出関税の賦課 	【供給量の増大】 <ul style="list-style-type: none"> 豪州鉱山（Mt. Weld）やカナダ鉱山等の操業開始

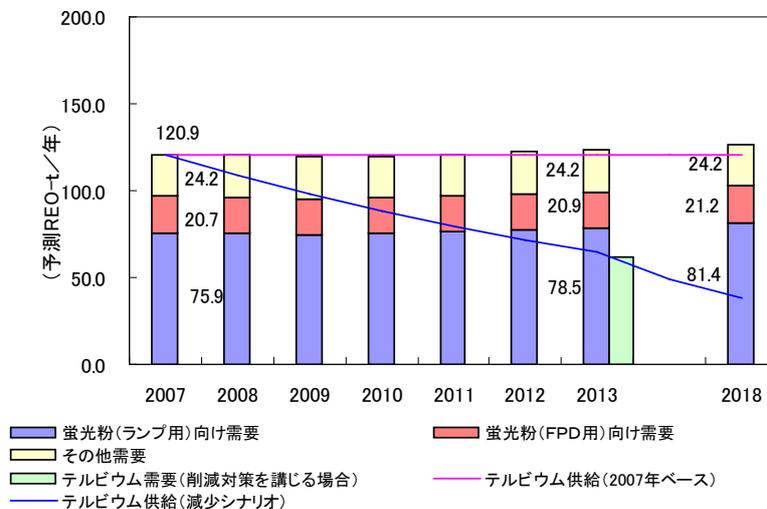


図 II-1-14 わが国におけるテルビウム供給と主要製品に関するテルビウム需要の予測

●予想国内供給量

2007年以降のわが国におけるテルビウム供給量（輸入量）は主要輸出国のE/L発給抑制等により年率10%で減少すると仮定した。

●予想国内需要量

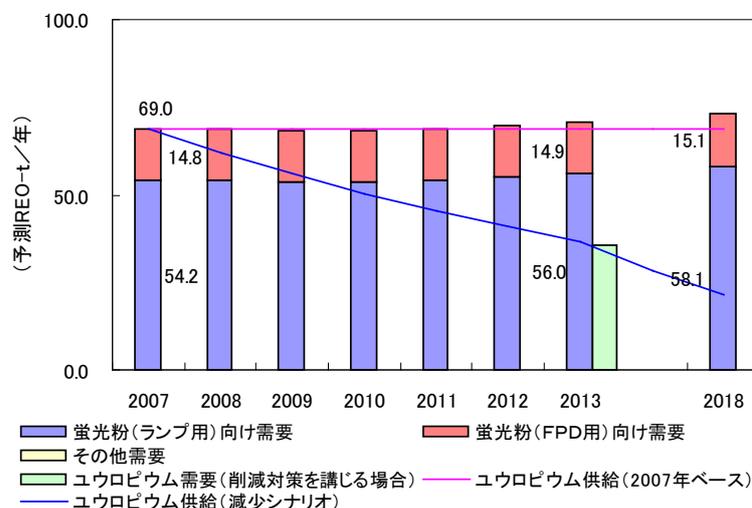
FPD及び照明ランプ用の蛍光粉生産で消費されるテルビウム需要を予測した。

〔主要製品に関するテルビウム需要（t/年）〕＝〔2007年におけるわが国の液晶テレビ向けテルビウム消費量（トン/年）〕×〔世界経済の実質GDP累積変化率（%）〕×〔バックライト搭載効率化率（%）〕＋〔2007年におけるわが国の照明ランプ向けテルビウム消費量（トン/年）〕×〔世界経済の実質GDP累積変化率（%）〕×〔照明デバイス効率化率（%）〕＋〔その他の国内テルビウム需要（トン/年）〕

※ 蛍光粉（FPD用）向けテルビウム需要：日本国内における液晶テレビ生産量は、今後世界経済の実質GDP累積変化率に応じて変化すると仮定した。基準年の液晶テレビバックライト向け蛍光粉（テルビウム分）消費量に実質GDP累積変化率を乗じて推計。

※ 蛍光粉（照明ランプ用）向けテルビウム需要：日本国内における照明ランプ生産量は、今後世界経済の実質GDP累積変化率に応じて変化すると仮定した。基準年の照明ランプ向け蛍光粉（テルビウム分）消費量に実質GDP累積変化率を乗じて推計。

※ 世界経済の実質GDP累積変化率：IMFにて発表されている今後の世界経済見通しを利用。将来的なインフレ率（世界平均）を控除して実質GDP成長率とみなした。世界的な金融危機の影響を受けて2007年11月に下方修正された見通し値を使用。



図Ⅱ-2-15 わが国におけるテルビウム供給と主要製品に関するテルビウム需要の予測

●予想国内供給量

2007年以降のわが国におけるユウロピウム供給量（輸入量）は主要輸出国のE/L発給抑制等により年率10%で減少すると仮定した。

●予想国内需要量

FPD及び照明ランプ用の蛍光粉生産で消費されるユウロピウム需要を予測した。

〔主要製品に関するユウロピウム需要（t/年）〕＝〔2007年におけるわが国の液晶テレビ向けユウロピウム消費量（トン/年）〕×〔世界経済の実質GDP累積変化率（%）〕×〔バックライト搭載効率化率（%）〕＋〔2007年におけるわが国の照明ランプ向けユウロピウム消費量（トン/年）〕×〔世界経済の実質GDP累積変化率（%）〕×〔照明デバイス効率化率（%）〕＋〔その他の国内ユウロピウム需要（トン/年）〕

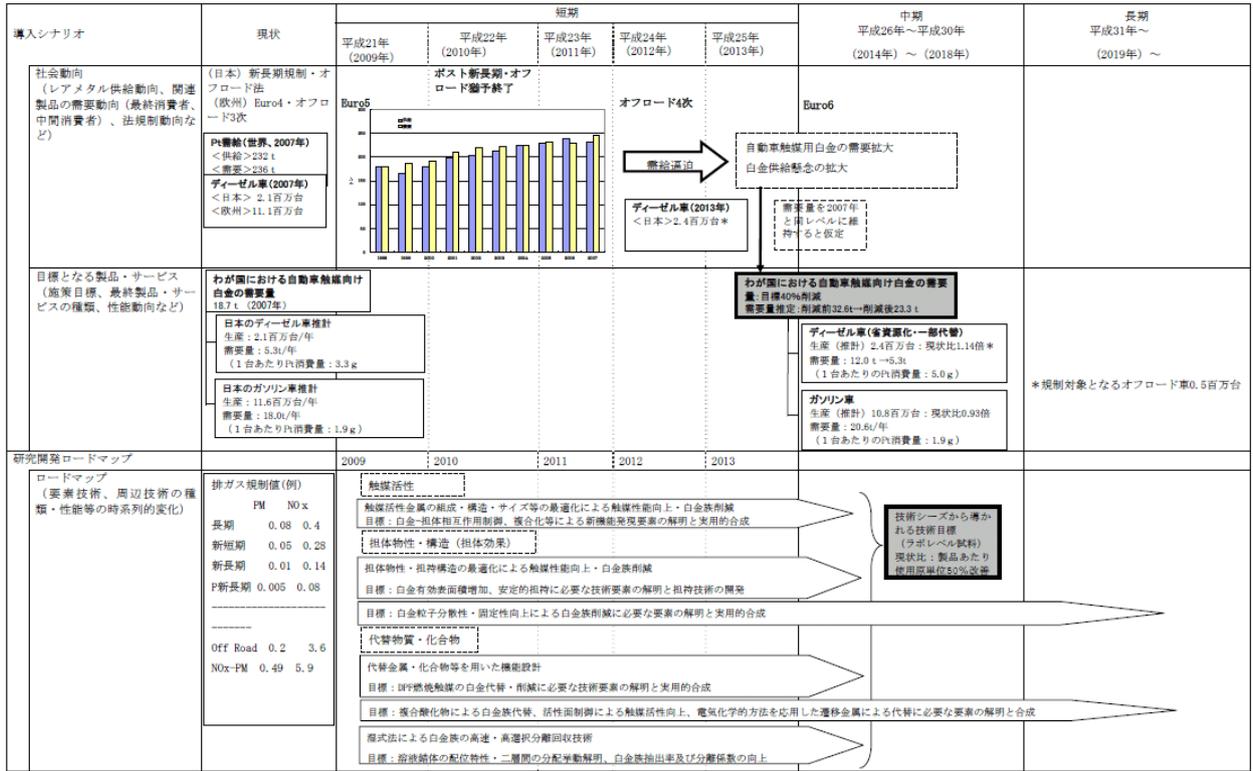
※ 蛍光粉（FPD用）向けユウロピウム需要：日本国内における液晶テレビ生産量は、今後世界経済の実質GDP累積変化率に応じて変化すると仮定した。基準年の液晶テレビバックライト向け蛍光粉（ユウロピウム分）消費量に実質GDP累積変化率を乗じて推計。

※ 蛍光粉（照明ランプ用）向けユウロピウム需要：日本国内における照明ランプ生産量は、今後世界経済の実質GDP累積変化率に応じて変化すると仮定した。基準年の照明ランプ向け蛍光粉（ユウロピウム分）消費量に実質GDP累積変化率を乗じて推計。

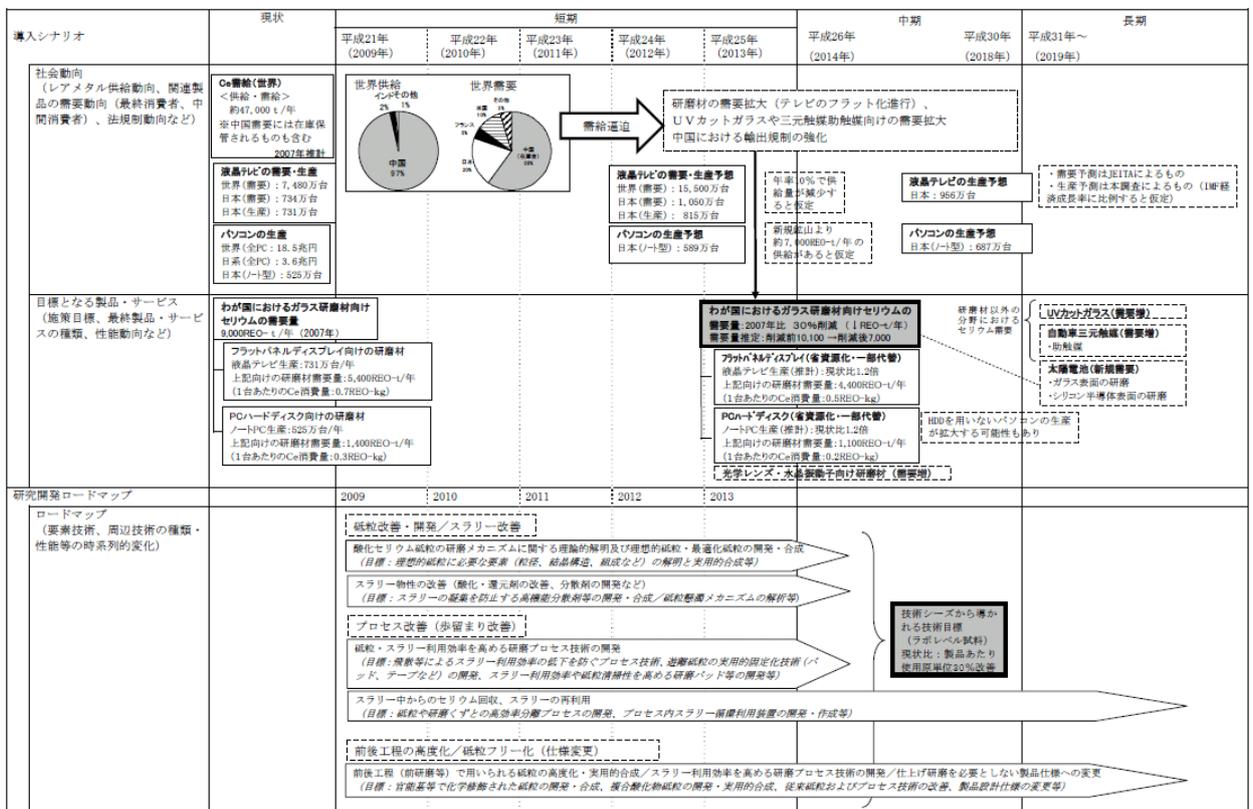
※ 世界経済の実質GDP累積変化率：IMFにて発表されている今後の世界経済見通しを利用。将来的なインフレ率（世界平均）を控除して実質GDP成長率とみなした。世界的な金融危機の影響を受けて2007年11月に下方修正された見通し値を使用。

1.1.2.1.5 ロードマップの詳細

技術開発ロードマップの詳細を、図Ⅱ-1-16 ~図Ⅱ-1-18 に示す。



図Ⅱ-1-16 技術開発ロードマップ（排ガス触媒向け白金族）



図Ⅱ-1-17 技術開発ロードマップ（精密研磨向けセリウム）

導入シナリオ	現状	短期					中期	長期
		平成21年 (2009年)	平成22年 (2010年)	平成23年 (2011年)	平成24年 (2012年)	平成25年 (2013年)		
社会動向 (レアメタル供給動向、関連製品の需要動向(最終消費者、中間消費者)、法規制動向など)	Tb・Eu需給(世界) Tb540t/年Eu520t/年 ※中国需要には在庫保管されるものも含む 2007年推計 液晶テレビの需要・生産 世界(需要): 7,480万台 日本(需要): 734万台 照明三波長ランプ生産 世界: 一百万台 日本: 311万台	世界供給 (Tb, Eu) 世界需要 (Tb, Eu)	液晶テレビの需要・生産予想 世界(需要): 15,500万台 日本(需要): 1,050万台 日本(生産): 815万台 照明三波長ランプ生産予想 世界: 一百万台 日本: 307万台	中国における輸出規制 (E/L発給・輸出関税)の強化 LED・有機ELなどの実用化	液晶テレビの生産予想 日本: 955万台 照明三波長ランプ生産予想 日本: 348万台	・需要予測はJITAIによるもの ・生産予測は本調査によるもの (IMF経済成長率に比例すると仮定)		
目標となる製品・サービス (施策目標、最終製品・サービスの種類、性能動向など)	わが国における蛍光体向けテルビウム・ユウロピウムの需要量(2007年) Tb97REO-L/年Eu: 69620-L/年 液晶バックライト向けの蛍光体 液晶テレビ生産: 731万台/年 上記向けの蛍光体需要量: Tb21REO-L/年 (2.8 Tb-g/台) Eu12REO-L/年 (2.0 Eu-g/台) 照明三波長ランプ向けの蛍光体 三波長ランプ生産: 311万台/年 上記向けの蛍光体需要量: Tb76REO-L/年 (0.2 Tb-g/台) Eu48REO-L/年 (0.2 Eu-g/台)	わが国における蛍光体向けテルビウム・ユウロピウムの需要量(2007年) 需要量推定(Tb): 削減前99→削減後50 (REO-L/年) 需要量推定(Eu): 削減前110→削減後55 (Eu-g/年)	液晶バックライト(省資源化・一部代替) 液晶テレビ生産(推計): 現状比1.2倍 上記向けの蛍光体需要量: Tb10REO-L/年 (1.2 Tb-g/台) Eu6REO-L/年 (0.9 Eu-g/台) 照明三波長ランプ(省資源化・一部代替) 三波長ランプ生産(推計): 現状比1.0倍 上記向けの蛍光体需要量: Tb39REO-L/年 (0.1 Tb-g/台) Eu28REO-L/年 (0.1 Eu-g/台)	技術開発ロードマップ 2009, 2010, 2011, 2012, 2013	デバイス・蛍光体代替 耐久性(温度、電磁波等)に優れた発光結核(遷移金属・希土類)の開発 (目標: 耐熱性・電磁波耐久性に優れた発光結核分子の開発等) 耐久性(温度、電磁波等)および発光/蛍光帯の重複が少ない半導体微粒子の開発 (目標: 耐熱性・電磁波耐久性に優れた発光半導体微粒子の開発等) 自然光に近い演色性の高い白色LEDの開発・製作 (目標: 高演色性白色LED、青色蛍光体の開発等) ディスプレイ光源として耐久性および演色性に優れた薄層E.L.(有機・無機)の開発・製作 (目標: 光学シフト2θ、高輝度因子の開発、耐久性向上等)			
ロードマップ (要素技術、周辺技術の種類・性能等の時系列的变化)	三波長ランプ(液晶バックライト・照明用)向け蛍光体 <青> 賦活体:Eu <緑> 蛍光母体:La 賦活体:Ce, Tb <赤> 蛍光母体:Y 賦活体:Eu (上記、希土類のみ抜粋)	発光効率の改善・構造・プロセス改善 デバイスあたり/蛍光体粒子あたりの賦活体使用量を低減する蛍光体合成技術の開発 (目標: 賦活体削減の蛍光体(コア・シェル構造など)、粒子構造で発光効率を高めた蛍光体開発等) 発光メカニズムの理論的解明に基づくTb・Eu賦活体の発光効率向上・合成 (目標: 蛍光体の発光メカニズム解明・理論的設計のための高速計算手法の開発、これを用いた理想的蛍光体の開発・合成等) 除光を効率よく吸収できる蛍光体の開発・合成/必要波長域の蛍光を発生できる蛍光体の開発・合成 (目標: 広範囲吸収帯、発光波長帯を最適化した蛍光体の開発等) デバイス構成部等を発光させることで相対的な蛍光体省資源化を図る技術の開発 (目標: 発光効率を高めた結晶化ガラス等の作成・デバイスへの組み込み等) デバイスあたり賦活体使用量を低減する蛍光体塗布・デバイス構造技術の開発 (目標: 光利用率の高いUV・UV照射・構造の開発、最適化塗布技術の開発、UV・LEDの開発等) 蛍光体塗布工程で発生する廃蛍光体の工程内リサイクル(高効率回収・元素別選別・再塗布) (目標: 工程塗布ロス蛍光体の分別・再利用技術の開発等)	技術シーズから導かれる技術目標 (ラベルの材料) 現状比: 製品あたり使用原単位20%改善					

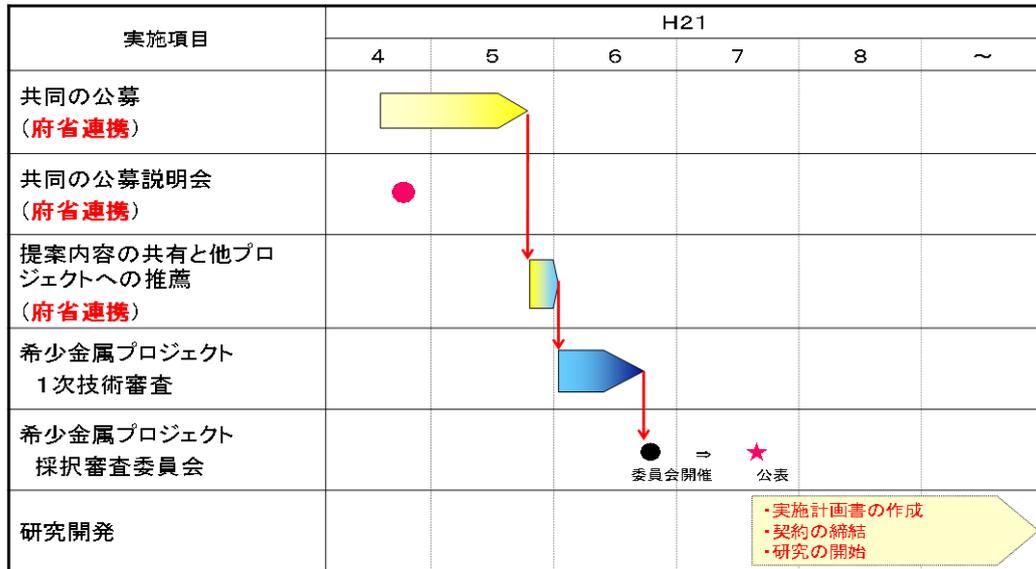
図 II-1-18 技術開発ロードマップ (蛍光ランプ向けテルビウム・ユウロピウム)

1.1.3.1 公募・採択審査における府省連携（経済産業省/NEDO—文部科学省/JST）

公募・採択審査は、NEDO/経済産業省実施の「希少金属代替材料開発プロジェクト」と文部科学省/JSTが実施の「元素戦略プロジェクト」とが連携し公募、採択審査を行った。

公募は、両プロジェクト共同で実施することの告知、合同での公募説明会を開催し実施し、公募されてきた案件に対しては、提案内容を両プロジェクトで共有し、他プロジェクトへの提案が必要と判断された場合の振り分けスキームを作り行った。

図Ⅱ-1-19に採択までのスケジュールを、表Ⅱ-1-9に希少金属代替材料開発プロジェクトの技術審査委員会委員を示す。



図Ⅱ-1-19 採択までのスケジュール

表Ⅱ-1-9 希少金属代替材料開発技術審査委員会委員

氏名	所属	役職
足立吟也	学校法人 重里学園	理事
安達 毅	東京大学 環境安全研究センター	准教授
植田成生	コニカミノルタオプト(株) OD事業部	HD事業ユニット長
馬越佑吉	(独) 物質・材料研究機構	理事
岡田益男	東北大学	教授 副学長
香山高寛	CSKベンチャーキャピタル 投資開発一部	部長
神門正雄	(独) 石油天然ガス・金属鉱物資源機構 金属資源本部企画調査部	部長
杉山 元	(財) 日本自動車研究所 プロジェクト開発室	研究主幹
武内徹二	(社) 日本電球工業会	専務理事
堀尾健一郎	埼玉大学理工学研究科人間支援・生産科学部	教授
前田正史	東京大学 生産技術研究所	教授 副学長
町田憲一	大阪大学先端科学イノベーションセンター 先端科学技術インキュベーション部門	教授

(敬称略、五十音順、平成21年6月日時点)

1.2 全体目標

全体目標として表Ⅱ-1-10に示した内容を設定した。

最終目標（平成25年度末）では、希少金属の使用原単位（一製品当たり）について現状と比較して以下の低減ができる製造技術を開発し、ユーザー企業、大学等の外部機関に対して機能評価のためにラボレベルで提供できる（試料提供）水準に至るまでの技術を確立する。また、製品の機能や製造コストは少なくとも現状と同等を維持することを前提とする。

表Ⅱ-1-10

研究開発項目	対象元素	使用原単位の低減目標値
⑥-1、⑥-2	排ガス浄化向け白金族（Pt族）	現状（2009年）から50%以上低減
⑦-1、⑦-2	精密研磨向けセリウム（Ce）	現状（2009年）から30%以上低減
⑧	蛍光ランプ向けテルビウム・ユウロピウム（Tb・Eu）	現状（2009年）から80%以上低減

1.3 詳細目標と設定根拠

詳細な数値目標は以下のとおり。（中間目標：平成23年度末、最終目標：平成25年度末）

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（DOC）、リーンNOxトラップ（LNT）触媒、ディーゼルパティキュレートフィルター（DPF）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の触媒担持時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NOx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。
- ・解決案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。
(修正前)
- ・ 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。
(修正後)
- ・ 耐久試験前において、DPFの白金族使用量 100%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。

(修正前)

- ・ 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）

(修正後)

- ・ ディーゼルシステム全体：白金族使用量 75%以上低減
- ・ DOC 単体：白金族使用量 60%以上低減
- ・ LNT 単体：白金族使用量 75%以上低減
- ・ DPF 単体：白金族使用量 100%以上低減

(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。

(修正前)

- ・ 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）

(修正後)

- ・ ディーゼルシステム全体：白金族使用量 85%以上低減

《設定の根拠》

中間目標の研究項目に対する根拠として

(1) 遷移元素化合物を開発することで、白金族使用量は10～65%低減可能となる。

(2) 白金族触媒粉末を開発することで、白金族使用量は50～75%低減可能となる。

(修正前)

(3) DPFの最適な触媒配置を開発することにより白金族使用量は65%低減可能となる。

(修正後)

(3) DPFの最適な触媒配置と燃焼制御により白金族使用量は100%低減可能となる。

(4) プラズマ触媒反応システムを実現することにより白金族50%低減可能となる。

(修正前)

(5) と (6) (1)～(3) および (6) の研究開発を実施することにより、ディーゼルシステム全体で70%低減を達成（DOC：60%、LNT：75%、DPF：65%）し、さらに(4)および(5)の研究開発を組合わせた触媒統合化システムにより85%低減可能となる。

(修正後)

(5) と (6) (1)～(3) および (6) の研究開発を実施することにより、ディーゼルシステム全体で75%低減を達成（DOC：60%、LNT：75%、DPF：100%）し、さらに(4)および(5)の研究開発を組合わせた触媒統合化システムにより85%低減可能となる。

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°C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 NOx 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°C、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°C、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。

《設定の根拠》

中間目標の研究項目に対する根拠として

- (1) 最終目標達成の目途がつくレベルの触媒性能とするため、粉体状酸化触媒自体での白金族低減率を 40%とした。
- (2) 最終目標達成の目途がつくレベルの触媒性能とするため、DPF 用触媒自体での白金族低減率を 40%とした。
- (3) 触媒単体レベルでの 40%低減に加えて、部材化技術でさらに 10%低減を達成し、最終目標の 50%低減の目途をつけるため。

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による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、ラポ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用することにより、ラポ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24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化学手法を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関与する機構を明らかにする。

(2) 代替砥粒の研究開発

(修正前)

- ・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、ラポレベルで酸化セリウム使用量の10%代替を達成する。

(修正後)

- ・代替砥粒とスラリーの最適化及び、複合酸化物を用いた代替砥粒の開発により、ラポ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

(修正前)

- ・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。

(修正後)

- ・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手法の確立及び電界印加やガラス基板表面にフェムト秒レーザー等により研磨環境や研磨前処理技術をコントロールすることで従来研磨効率に対して40%向上させる要素技術を開発する。

(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用し、最適化することで、ラポ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。

《設定の根拠》

(1) セリウムの使用量削減にはまず、現在わかっていない酸化セリウムによるガラスの研磨メカ

ニズムの解明が必要なため。また、従来の経験に基づく技術的な改善ではなく、ガラス研磨に関するイノベーションを起こすためには、研磨機構の解明が不可欠なため。

- (2) 革新的な代替砥粒により100%代替も可能であり、事業化の際の低減効果は大きい。研磨速度のみならず多くの目標物性をクリアする必要があり、開発には比較的時間を要するため。
- (3) 事業化により20%の低減技術を短期間で達成するためには、要素技術としては、40%程度達成は不可欠のため。
- (4) 大型プロトタイプ機により削減率を達成することによって、事業化までの時間的なタイムラグを最小限に抑えるため。

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い出す。

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 24 年度

(1) セリウム使用量低減に寄与する複合砥粒の開発

ソーダガラスを中心とする種々の硝材に対して

- ・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

ソーダガラスに対して

- ・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

ソーダガラスを中心とする種々の硝材に対して

- ・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。
- ・通常の砥粒と比較して研磨特性を向上させるラッピング砥粒の開発を行う。

《設定の根拠》

- (1) 砥粒をコアシェル構造にすることで表面層のみを酸化セリウムにすることで低減可能となる。
- (2) 有機物コアの表面のみを酸化セリウムにすることで低減可能となる。
- (3) 新規材料の採用、新規パッド構造の開発を行うことで研磨効率が向上し低減可能となる。
- (4) 化学研磨手法の開発、新規共振研磨手法を開発することで低減可能となる。

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ー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を行い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)～(2)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。また、(3)の技術成果を用い、高効率に発光する LED 用蛍光体の候補を少なくとも 3 つ提案する。

《設定の根拠》

- (1) 蛍光体の使用量低減は様々な濃度変化から可能であると推定される最大量として設定した。
- (2) シリカ保護膜での低減は既存研究から予想される光束向上量から蛍光体の発光量と使用量が比例すると仮定して設定した。また、ガラスからの光取り出し効率向上での低減は、回折光学の理論計算から向上可能と予測される光束から蛍光体の発光量と使用量が比例すると仮定し設定した。
- (3) ランプ構成最適化での低減は従来の部材変更等で生じた値から可能な範囲として設定した。ランプ製造工程での低減は、工程で発生するロスのおおよその量が全部回収されたと仮定し設定した。また、ランプ製造プロセスでは工程でのシンタープロセスでの劣化量から見積もり設定した。「LED 用蛍光体」については、後述する状勢変化への対応として追加した。

2. 事業の計画内容

2.1 研究開発の内容

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て、白金族使用量を低減した酸化触媒（DOC：Diesel Oxidation Catalyst）、リーン NOx トラップ触媒（LNT：Lean NOx Trap Catalyst）、ディーゼルパティキュレートフィルター（DPF：Diesel Particulate Filter）用触媒を実現するとともに、プラズマによる触媒活性向上技術、酸化触媒と DPF 用触媒といった異なる触媒の機能統合化技術を組合せたディーゼル向け排ガス浄化触媒システムを実現化することを目的とする。

(1) 遷移元素による白金族代替に関する研究開発

遷移元素化合物の活性点の活性原理を明らかにするとともに、DOC、LNT、DPF に必要な機能を明確化し、遷移金属化合物を使った活性点候補を決定する。また、DOC、LNT、DPF に対し、白金族使用量を減らした時に不足する機能を明確化し、遷移金属に置き換えた時の助触媒など活性向上策を決定する。

(2) 白金族凝集抑制手段に関する研究開発

低温時の活性が高い白金、ロジウム、パラジウムの各最適粒子サイズ、最適担体を明確化する。また、耐久試験後に触媒活性の低下が小さい最適粒子サイズを保てる凝集（シンタリング）抑制手法を開発する。

(3) DPF の反応向上要素とその実現に関する研究開発

PM（パティキュレート・マター）の反応モデルの決定、DPF の触媒担持モデルの構築と、DPF への触媒担持位置の明確化を行う。また、DPF の触媒担持における制御因子、PM の酸化特性を明確化し、耐熱試験後に触媒特性が確保できる触媒担持位置を特定する。

(4) プラズマによる活性向上に関する研究開発

プラズマによる触媒の反応性向上原理の解明、触媒設計指針の明確化と触媒の改良、プラズマ反応を受けやすい触媒構造と組成の決定を行う。

(5) 排気触媒統合化に関する研究開発

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）機能統合化（「DOC+DPF」＋「LNT」等からなるシステム）のために、DOC 機能の明確化、PM 浄化に対する課題の明確化、触媒システムの機能を統合化した時の課題を明らかにして、解決方法を確立し、システムの構成を決定する。

(6) 遷移元素化合物の実触媒化、量産化に関する研究開発

DOC、LNT、DPF それぞれの触媒について、実触媒化、量産化技術を確立するために、使用量低減に対する課題の明確化と課題の解決方法の立案、耐久試験後（触媒入口温度 700°C で 100 時間後）の特性が保たれる触媒仕様の明確化と仕様決定を行う。

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

本研究では、ディーゼル排ガス浄化触媒システムにおいて、大量の白金族が使用されている酸化触媒（DOC：Diesel Oxidation Catalyst）と触媒付ディーゼルパーティキュレートフィルター（DPF：Diesel Particulate Filter）を対象とし、白金族金属の使用量を50%以上低減するための技術開発を実施する。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、大型ディーゼル車を主たる対象として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の開発を目的とする。

(1) 白金族使用量を低減したディーゼル酸化触媒の開発

ディーゼル酸化触媒を対象として、以下の検討を相互補完的に実施し、HC/CO 浄化性能、軽油燃焼性能、NO 酸化性能を有する高活性・高耐久性触媒を開発する。

1) 触媒活性種の探索と高度設計

触媒活性種である白金族金属と担体、白金族金属間および添加物との相互作用を制御することにより、協奏的な効果により高い活性・安定性を有する触媒活性種組成や構造を明らかにする。

2) 触媒種複合化技術の開発

触媒性能を最大限に発現させるために、複数の触媒活性種および触媒担体をナノスケールで精密に合成し、それらを複合化する触媒調製技術の開発研究を行う。

3) 担体の設計と高度化

白金粒子の凝集の抑制と燃料や潤滑油ミストによる細孔閉塞を回避できる細孔構造を階層的に多元構造化した、硫黄分に対する化学的耐性を有する担体の開発を行う。

4) 要素技術統合による実用候補触媒材料の抽出

各要素技術を相互補完ならびに技術統合することにより、白金族使用量低減につながる触媒設計・合成技術を確立し、高性能な実用候補触媒の抽出を行う。

(2) 白金族代替 DPF 用触媒の開発

触媒付ディーゼルパーティキュレートフィルターを対象として、粒子状物質を直接酸化できる白金族代替触媒の開発を行う。具体的には、これまで高いスス燃焼性能を有することが見出されている銀触媒の実用条件における活性を向上させ、白金触媒の活性へ近づけることで白金族代替銀触媒を開発する。また、銀触媒のスス燃焼作用機構を解明するためのキャラクターゼーションを実施する。

(3) 触媒の部材化技術とシステム構築

項目(1)および(2)で開発された新触媒材料について以下の検討を実施し、部材化の観点から白金族金属の使用効率向上を図る。

1) ハニカム基材へのコート技術の最適化

多層化、機能分離あるいは機能傾斜コート技術により、白金族使用量を低減した高性能新規酸化触媒及び高性能の白金族代替 DPF 触媒を開発する。

2) 触媒システム構築

開発した酸化触媒及び触媒付 DPF の実用性評価を実施し、これらを白金族低減という観点

で最も効率的に組み合わせる排ガス処理触媒システムの設計を行う。

(4) 実用触媒製造技術の確立

項目(1)～(3)で得られた成果を統合し、実用化のための開発として以下の検討を実施し、プロトタイプ触媒の試作と評価を行い、実用化の目途をつける。

1) 触媒の改良

確立した各要素技術のブラッシュアップを図り、抽出した有望な実用候補触媒群の実用性能改良を実施する。

2) 触媒大量調製技術の開発

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開発を行う。

3) プロトタイプ触媒の試作・評価

実機サイズのハニカム及びDPFにコーティングした触媒を試作し、実機を用いたベンチ評価を行う。

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を行うことを目的とする。公益財団法人三重県産業支援センター高度部材イノベーションセンター（AMIC）に集中研究室を設置して研究開発を実施する。

(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と実験による研磨メカニズムの解明を行うことで、研磨に対する詳細なメカニズム解明を迅速に進めるとともに、精密な代替砥粒の設計を実現する。

(2) 代替砥粒の研究開発

ペロブスカイト複合酸化物と既存砥粒改良型酸化物の両開発を迅速に行い有用な代替砥粒を得る。

(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

(修正前)

フェムト秒レーザーなどを使用したガラス研磨前処理技術の確立と砥粒による研磨速度向上技術の確立、酸化セリウム砥粒使用量削減遊離砥粒研磨技術を確立するために電界砥粒制御技術並びにトライボケミカル研磨技術の開発、ラジカル環境場を考える革新的融合研磨技術とその開発、研磨副資材の研究開発を実施することにより、酸化セリウム使用量を削減する革新的な研磨メカニズムに基づく精密研磨の要素技術を開発する。

(修正後)

フェムト秒レーザーなどを使用したガラス研磨前処理技術の確立と砥粒による研磨速度向上技術の確立、酸化セリウム砥粒使用量削減遊離砥粒研磨技術を確立するために電界砥粒制御技術並びにトライボケミカル研磨技術の開発、試料の調整技術と研磨副資材の研究開発を実施することにより、酸化セリウム使用量を削減する革新的な研磨メカニズムに基づく精密研磨の要

素技術を開発する。

(4) 革新的オングストロームオーダー表面創製技術の開発

(修正前)

(1)～(3)の研究開発を統合し、フラットパネルディスプレイのパネルガラス向け電界砥粒制御技術融合研磨技術を導入する片面大型迅速精密研磨の開発、及びハードディスクドライブ向けガラスディスク用両面超精密研磨技術の開発並びに省酸化セリウム遊離砥粒研磨技術を確立するための電界砥粒制御技術融合研磨技術の確立を行う。

(修正後)

(1)～(3)の研究開発を統合し、フラットパネルディスプレイのパネルガラス及びハードディスクドライブ向けガラス精密研磨向け酸化セリウムの低減が可能となる革新的な研磨プロセス全体（ソフト・ハード両面）の実用化に向けた技術を開発する。

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における酸化セリウムの使用量を30%以上低減するため、(a)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%削減した研磨材を開発すること、および(b)従来と同等の酸化セリウムの使用量で研磨能率を40%以上向上することを目指す。従来の遊離砥粒研磨技術では研磨能率が向上すると、それに呼応して仕上げ面粗さも悪化する。これに対して新しい研磨技術である4BODY研磨技術の複合粒子研磨法ではこうしたトレードオフの関係が打破され、高い研磨能率と優れた仕上げ面粗さをともに達成することができる。こうした観点から4BODY研磨技術の4つの要素である、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、それぞれに関する開発を実施することで総合的にガラス質工作物の精密研磨における酸化セリウムの使用量低減に関する基盤技術の開発を行うことを目的とする。

(1) 複合砥粒の研究開発

酸化セリウムの成分比を30%以上削減し、従来研磨と同等以上の研磨特性を達成する無機複合砥粒を開発する。その条件を満足する無機複合砥粒の構造や成分、化学的表面特性、幾何学的特徴を見出す研究開発を実施する。また、コア部に有機物や空孔、シェル部に酸化セリウム（あるいは代替酸化物）を配置したコアシェル構造を有し、かつ従来研磨と同等以上の研磨特性を達成する有機無機複合砥粒を開発する。この際、最適な有機物の材質や機械的特性、コア部の比重等を探索する研究開発を実施する。

(2) メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発

研磨能率と仕上げ面粗さなど従来研磨のトレードオフの関係を打破し、従来研磨と同等以上の仕上げ面粗さで高研磨能率を達成するため、加工域に砥粒、工具（研磨パッド）、工作物、メディア粒子の4種類の固体（4BODY）が存在する立命館大学谷が新たな概念として提案した複合粒子研磨技術の概念を適用し、その4番目の要素であるメディア粒子について、最適の物質を探索する研究開発を実施する。メディア粒子としては親水性無機粒子と親水化処理を施した有機粒子の適用を検討し、最適の親水化処理についても検討する。

(3) 研磨特性を向上させる研磨パッドの研究開発

化学的作用を活性化し研磨能率を高める可能性のある新しい素材からなる研磨パッドに関する研究開発、およびフラットパネルディスプレイ基板のように大型工作物に関しても工作物中央部の加工域へのスラリーの侵入を容易にし、工作物全面にわたって高能率に均質な研磨を実現する新しい構造を持った研磨パッドに関する研究開発を実施する。この際、研磨パッドに含有させる物質の作用メカニズムの明確化、工具に要求される物理的因子を明確化し、その物質の材質や幾何学的特性を最適化する。

(4) プロセス技術の研究開発

(修正前)

水和膜の生成機能が高い軟質ガラス質工作物に対して全く砥粒を使用しない加工技術としてパッドエッチング法の適用を検討するための研究開発、および水和膜の生成機能がきわめて低い硬質の水晶に対して水晶独自の特性である圧電効果を利用し研磨中に共振状態を実現して研磨能率を高める技術に関する研究開発を実施する。本研究項目ではそれぞれの装置開発と本技術に適した研磨パッドの開発およびプロセス技術の確立を目指す。

(修正後)

水和膜の生成機能が高い軟質ガラス質工作物に対して全く砥粒を使用しない加工技術としてパッドエッチング法の適用を検討するための研究開発あるいは砥粒を用いた研磨を化学的に加速する技術の開発、および前加工で使用されるラップ工具やラップ砥粒を最適化することによりセリアによる仕上げ研磨時間を短縮しセリアの使用量を提言する技術の開発を行う。

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 23 年度には、研究開発をとりまく状況の大きな変化があり、平成 24 年度からは研究内容、研究体制の大幅な変更を実施することとした。そのため、平成 21 年度～平成 23 年度の実施計画と、平成 24 年度以降の実施計画は分けて以下、記載する。

平成 21 年度～平成 23 年度

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を行う。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ーを用いて 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を行う。また、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。製造プロセスとしては、製造工程の低温化技術の開発、蛍光体種別分離再利用技術の開発を行う。

(1) 蛍光体の Tb、Eu 使用量低減技術の開発

本項目では、高速量子化学計算による組成設計指針を利用しつつ、融解合成および粉体流動

合成コンビナトリアルケミストリという蛍光体に適したコンビナトリアル合成を用いて、実用的なレベルの発光効率を持ちTb、Euの使用を30%低減した新規蛍光体、熱・光照射に対して安定な希土類代替蛍光体を見出す。また、これらの新規蛍光体の量産技術の開発を行う。

(2) ランプ部材の開発

本項目では、ランプ中の保護膜部材として使用する発光シリカガラス粉末等の開発とランプ中で発生した可視光を効率よく外部に取り出すためのガラス管の表面処理技術の開発を行う。これらによってランプ光束を向上させ、Tb、Euの使用を30%以上低減する。また、開発されたガラスの量産方法について検討し、適切な量産方法について目処をつける。

(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

本項目では項目(1)及び(2)で開発された材料についてランプでの適合性を高速で評価する技術を開発することで材料開発を加速する。また、開発された部材の光学的特性等をシミュレーション技術によって光利用効率等を最適化し、ランプ試作を行い、最終的な目標である蛍光ランプにおけるTb、Euの使用量を低減する。また製造工程における蛍光体のロスを20%以上低減するために、蛍光体塗布プロセスの低温化と蛍光体種別分離再利用技術の開発を行う。

平成24年度以降

(1) 「蛍光体の分離・再利用技術の開発」

本項目では、実際の工程回収品を用いて、分離試験を行い分離性能を検討する。これらの結果から、工場内の使用に適する磁気分離システムを設計し、実回収品を用いての試験を行い、その結果を元に装置を改良し、実用化が可能なレベルとする。また市中回収された廃蛍光体入手して分離試験を行い、分離した蛍光体の輝度、及びランプに用いた場合の性能を評価する。さらに、市中回収品に適する連続処理装置を開発し、実用化に必要な処理量／プロセス／コストでランプに採用される緑色蛍光体(LAP)が得られることを目標とする。

(2) 「Tb, Eu 低減蛍光体の改良」

Tb または Eu を低減した既存蛍光体を作製し、ランプ試作を行い、直管における適用範囲を明らかにする。また、輝度が低下する場合については、蛍光体の粒度、周囲部材との組み合わせ等によって光束を改善する方法を検討し、Tb, Eu の使用量を30%低減した蛍光体を使用できる方法を開発する。

(3) 「ランプ部材の開発」

本項目においては、蛍光体以外のランプ部材（保護膜、ガラス）の光利用効率を高めることで、蛍光体の使用量を削減し、それによって30%以上Tb, Euの使用量を低減することを目的として研究を行う。具体的には保護膜に使用可能な発光ガラスの開発とガラス管表面に外部への光取り出し効率を向上させる膜を形成する表面処理技術の開発を行う。これらの材料をランプで使用した場合の性能を検証すると同時にランプメーカー、蛍光体メーカーと技術情報を交換し、実用化の可否を検討する。

①～③で開発された蛍光ランプ用 Tb, Eu 低減技術は、細管等の使用も含め、最終的に 80%Tb, Eu の低減（平均演色性評価指数 80 以上、エネルギー効率 90lm/W 以上において）が可能な形を提示する。また、Tb, Eu 低減レベルと実用化への難易度、課題を相関づけて明らかにする。

(4) 「LED 用蛍光体としての性能検証」

平成 23 年度までに構築したコンビケム手法を用いて、酸化物、酸窒化物を主体として近紫外 (365nm)～青色光 (460nm) で励起が可能で内部量子効率が 50%以上の Eu フリーの赤色蛍光体、Eu 含有率が 6mol%以下の蛍光体としての性能検証を検討する。また、上記の蛍光体の探索を平成 23 年度までに開発してきた蛍光体の性能予測手法を使用して、少なくとも 3 つ、高効率に発光する LED 用蛍光体の候補を提案する。

各種の蛍光体組成について蛍光シリカの技術を基盤として、シリカと蛍光体の複合化して高性能化することを目的として、蛍光体組成を内包したシリカの近紫外から青色の励起発光特性を検証する。

2.1.1 各研究開発の全体スケジュール

希少金属代替材料開発プロジェクトは、平成 19 年度 (2007 年度) 開始の事業、平成 21 年度 (2009 年度) 開始の事業、平成 21～23 年度の各補正事業のからなっている (表 II-2-1 参照)。プロジェクトの実施前には、鉱種のリスク調査を行っており、調査時点で重要と判断された鉱種を研究対象としている。

本年度の事後評価対象となる研究開発それぞれのスケジュールを表 II-2-2～表 II-2-6 に示す。

表 II-2-1 希少金属プロジェクト 全体スケジュール

テーマ	実施年度	目標	H17,18 年度	H19 年度	H20 年度	H21 年度	H22 年度	H23 年度	H24 年度	H25 年度	H26 年度
①② In(透明電極)		50%減				中間評価			事後評価		
③ Dy(磁石)		30%減									
④⑤ W(工具)		30%減									
⑥-1/2 Pt (排ガス触媒)		50%減						中間評価			事後評価
⑦-1/2 Ce (研磨材)		30%減	リスク調査		リスク調査		リスク調査	中間評価		リスク調査	事後評価
⑧ TbEu(蛍光体)		80%減	リスク調査		リスク調査		リスク調査	中間評価		リスク調査	事後評価
⑨-1,⑨-3-1 Nd,Dy 代替(新磁石)		100%減									
⑨-3-2 Nd,Dy代替 (新磁石)		100%減								事後評価	
⑩-1A/1B Ce (車-排ガス助触媒)		30%減									
⑩-2 In代替(新しい 透明電極)		50%減									

表 II-2-2 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

研究項目	2009	2010	2011	2012	2013	最終目標
①遷移元素による白金族代替	遷移元素活性点の反応メカニズム解明と材料選定			耐久性のある遷移元素活性材料の決定		白金族使用量を10～65%代替できる卑金属触媒粉末の決定
②白金族凝集抑制による使用量低減		励起電子測定によるPt, Rh, Pdの最適サイズおよび最適な担体の決定	耐久後も最適白金族サイズを維持する技術を確立			白金族使用量を50～75%低減できる白金族触媒粉末の決定
③DPFの反応向上要素把握とその実現	P M反応モデルの決定		反応性を向上する触媒配置設計	実触媒で検証		DPFの白金族100%低減可能な触媒配置の実現
④プラズマによる活性向上と触媒の実現	プラズマによる反応向上の原理解明		触媒材料設計指針の明確化	触媒材料決定	実触媒での検証	白金族50%低減可能なプラズマ触媒反応システムの実現
⑤排気触媒統合化		機能統合化の課題を明確にし、解決方策立案		触媒統合化システムを決める		85%低減可能な統合化システムの決定
⑥実触媒化、量産化		耐久前で目標を達成する実触媒仕様の決定		耐久後に目標を達成する実触媒仕様の決定		白金族低減触媒の実触媒化

▲：基本原理確認 ●：基本技術確立

表 II-2-3 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

	H21	H22	H23	H24	H25
①白金族使用量を低減したディーゼル酸化触媒の開発	1)触媒活性種の探索と高度設計				
	2)触媒複合化技術の開発				
	3)担体の設計と高度化				
	4)要素技術統合による実用候補触媒の抽出				
②白金族代替DPF触媒の開発	1)非白金族系DPF触媒の開発				
	2)DPF用銀触媒の機能発現要素の解明				
③触媒の部材化技術とシステム構築	触媒分布コーティング・機能分離化コート技術				
	システム構築				
④実用触媒製造技術の確立					

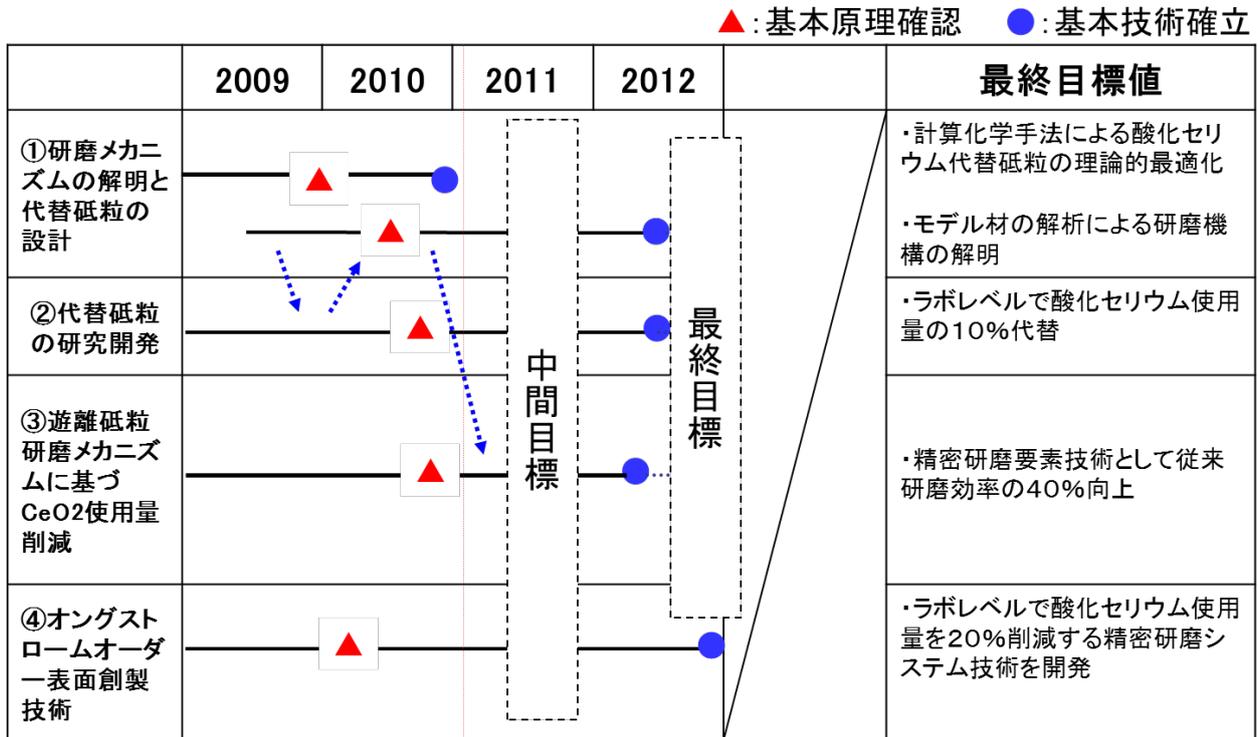
▲：基本原理確認 ●：基本技術確立

ラボ試験で40%白金族使用量低減

エンジン評価で50%白金族使用量低減

*触媒大量調製技術・プロトタイプ触媒の試作・評価に関しては当初計画を前倒して平成23年度から研究開始

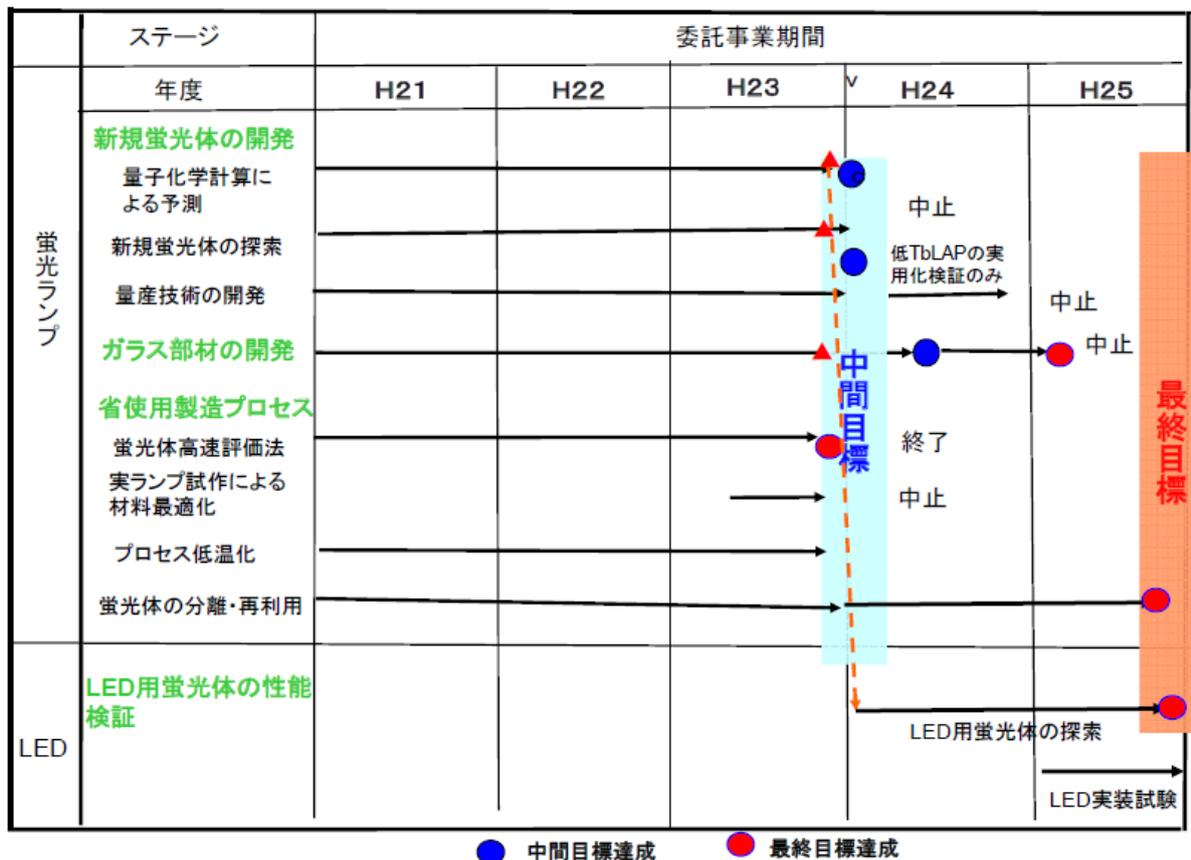
表Ⅱ-2-4 ⑦-1 精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／代替砥粒及び革新的研磨技術を活用した精密研磨向けセリウム低減技術の開発



表Ⅱ-2-5 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



表 II-2-6 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



2.1.2 予算（全体及び個別）

開発予算の推移を表Ⅱ-2-7～表Ⅱ-2-12に示す。

本予算は約5億円/年で推移しており、補正予算の加速予算をつけている。

表Ⅱ-2-7 全体予算

(単位:百万円)

	実施先（青字：テーマリーダー所属機関）	2009 【+補正予算】	2010 【+補正予算】	2011	2012	2013	合計 【+補正予算】
⑥-1 Pt族使用量低減・代替材料開発	日産自動車、電気通信大学、名古屋大学、早稲田大学	100 【93】	67	80	93	100	440 【93】
⑥-2 Pt族使用量低減・代替材料開発	産業技術総合研究所、三井金属鉱業、水澤化学工業、九州大学、名古屋工業大学	130 【104】	85 【170】	74	93	98	480 【274】
⑦-1 Ce使用量低減・代替材料開発	ファインセラミックスセンター、三重県産業支援センター、京都大学、九州大学、東北大学、秋田県産業技術センター、小林機械製作所、サイチ工業	130 【106】	84 【200】	104	87	0	405 【306】
⑦-2 Ce使用量低減・代替材料開発	立命館大学、アドマテックス、九重電気、クリスタル光学	140 【108】	92 【712】	112	95	0	439 【820】
⑧TbEu使用量低減代替材料開発	産業技術総合研究所、東北大学、新潟大学、三菱化学、パナソニック*	100 【92】	68	76	97	98	440 【92】
合計金額		600 【503】	396 【1,082】	446	465	296	2803 【1,585】

*体制変更あり(2.2参照)

表Ⅱ-2-8 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

(単位:百万円)

研究項目	'09	'10	'11	'12	'13	合計額
① 遷移元素による白金族代替	75 【37】	24.87	31.41	31.68	35.07	198.03 【37】
② 白金族凝集抑制による使用量低減	12	9.97	8.45	5.1	0	35.52
③ DPFの反応向上要素把握とその実現	2	5	9.31	8.61	8.61	33.53
④ プラズマによる活性向上と触媒の実現	7	16.67	12.45	13.72	12.57	62.41
⑤ 排気触媒統合化	4 【56】	5.28	5.28	5.28	6.24	26.08 【56】
⑥ 実触媒化、量産化	0	5.2	13.1	28.6	30.5 【7.00】	77.4 【7.00】
合計額	100 【93】	66.99	80.00	92.99	92.99 【7.00】	432.97 【93】

※【 】内は補正予算で外数

表Ⅱ-2-9 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

(単位:百万円)

	‘09	‘10	‘11	‘12	‘13	合計
1) 白金族使用量を低減したディーゼル酸化触媒の開発	62.7 【35】	61.5	40.2			164 【35】
2) 白金族代替DPF用触媒の開発	47 【17】	12	15.8			75 【17】
3) 触媒の部材化技術とシステム構築	20.3 【52】	11.5	18			50 【52】
4) 実用触媒製造技術の確立		【170】 (装置前倒し整備)		93	98	191 【170】
合計	130 【104】	85 【170】	74	93	98	480 【274】

【 】内は補正予算で外数

表Ⅱ-2-10 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

(単位:百万円)

	‘09	’10	’11	’12		合計
1) 研磨メカニズムの解明と代替砥粒の設計	50 【50】	27	36	29	/	142 【50】
2) 代替砥粒の研究開発	45 【49】	23	29	35		132 【49】
3) 遊離砥粒研磨メカニズムに基づきCeO ₂ 使用量削減	23 【8】	22	26	5		76 【8】
4) オングストロームオーダー表面創製技術	12	12 【200】	14	18		56 【200】
合計	130 【107】	84 【200】	105	87		406 【307】

【 】内は補正予算で外数

表Ⅱ-2-11 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

(単位:百万円)

	'09	'10	'11	'12	合計
1) 複合砥粒の研究開発	35 【28】	23 【88】	28	25	111 【116】
2) メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発	35 【28】	23 【87】	27	20	105 【115】
3) 研磨特性を向上させる研磨パッドの開発	38 【30】	25 【112】	30	30	123 【142】
4) プロセス技術の開発	32 【22】	21 【425】	27	20	100 【447】
合計	140 【108】	92 【712】	112	95	439 【820】

【 】は補正予算で外数

表Ⅱ-2-12 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

	'09	'10	'11	'12	'13	合計
1) 蛍光体のTb, Eu低減技術の開発	44 【69】	19	27	3	0	93 【69】
2) ランプ用部材の開発	11	37.5	20	16	4	87.5
3) 省使用製造プロセスの開発	45 【23】	11.5	30	0	0	86.5 【23】
4) 蛍光体の分離回収技術の開発	-	-	-	35	58	94
5) LED用蛍光体としての性能検証	-	-	-	27	36	63
合計	100 【92】	68	76	81	98	424 【92】

2.2 研究開発の実施体制

本研究開発は、平成 21 年度に公募が行われ、企業、民間研究機関、独立行政法人、大学等（委託先から再委託された研究開発実施者を含む）の応募者から研究開発実施者が決定され、各テーマ毎に共同研究契約等を選び、委託事業として開始している。

本研究開発は、「希少金属代替材料開発プロジェクト」として 1 つのプロジェクト名で実施されているが、研究テーマ毎に内容は独立しており、研究テーマ毎に研究開発ポテンシャルの最大限の活用により効率的な研究開発の推進を図る観点から、プロジェクトリーダー（PL）は置かず、テーマリーダー（TL 研究開発責任者）を設置し、その下で研究を進める方法で効果的な研究開発を実施している。

プロジェクトリーダーによる体制例を図 II-2-1 に、本研究開発の体制であるテーマリーダーによる体制を図 II-2-2 に示す。また、研究開発項目毎の実施体制を図 II-2-3～図 II-2-7 に示す。

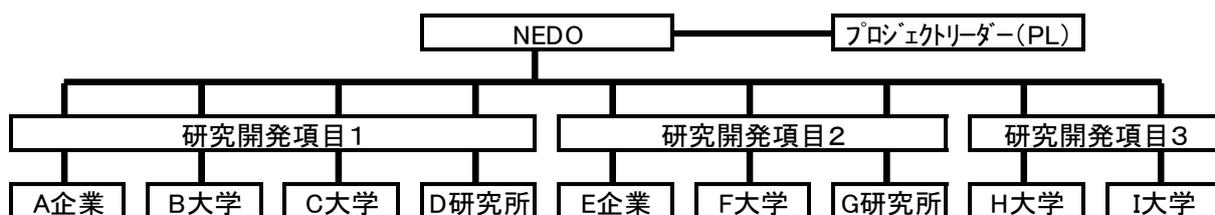


図 II-2-1 プロジェクトリーダー制の体制図

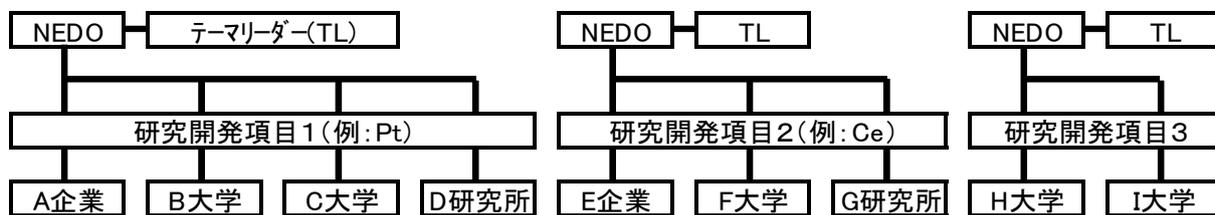


図 II-2-2 テーマリーダー制の体制図
(希少金属代替材料開発プロジェクトの実施体制)

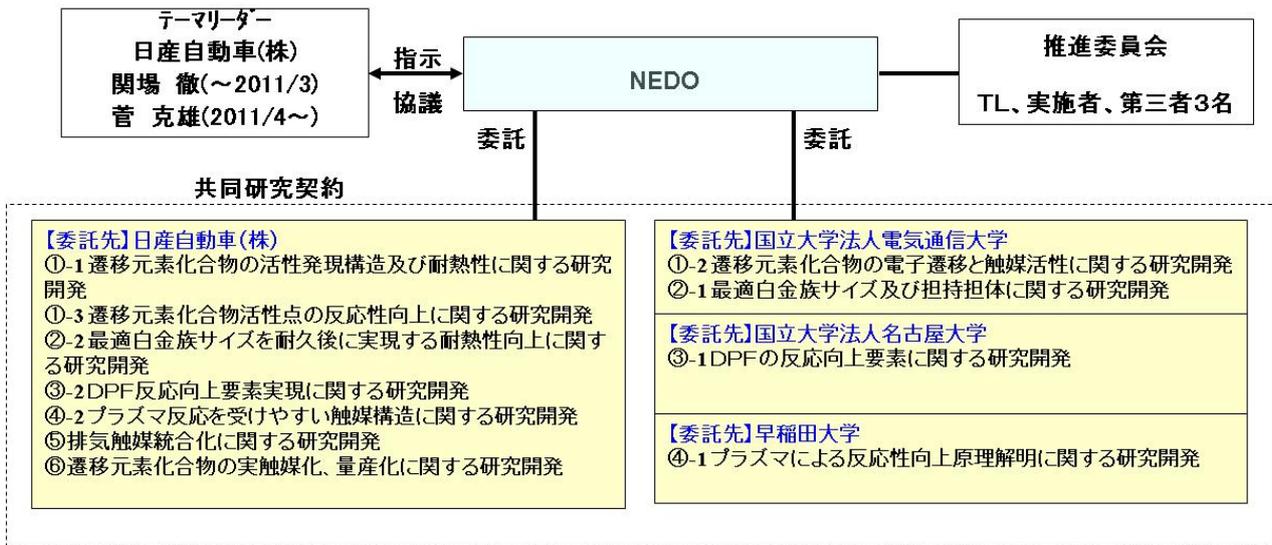


図 II-2-3 ⑥-1 排ガス浄化向け白金族使用量低減技術開発及び代替材料開発／遷移元素による白金族代替技術及び白金族の凝集抑制技術を活用した白金族低減技術の開発

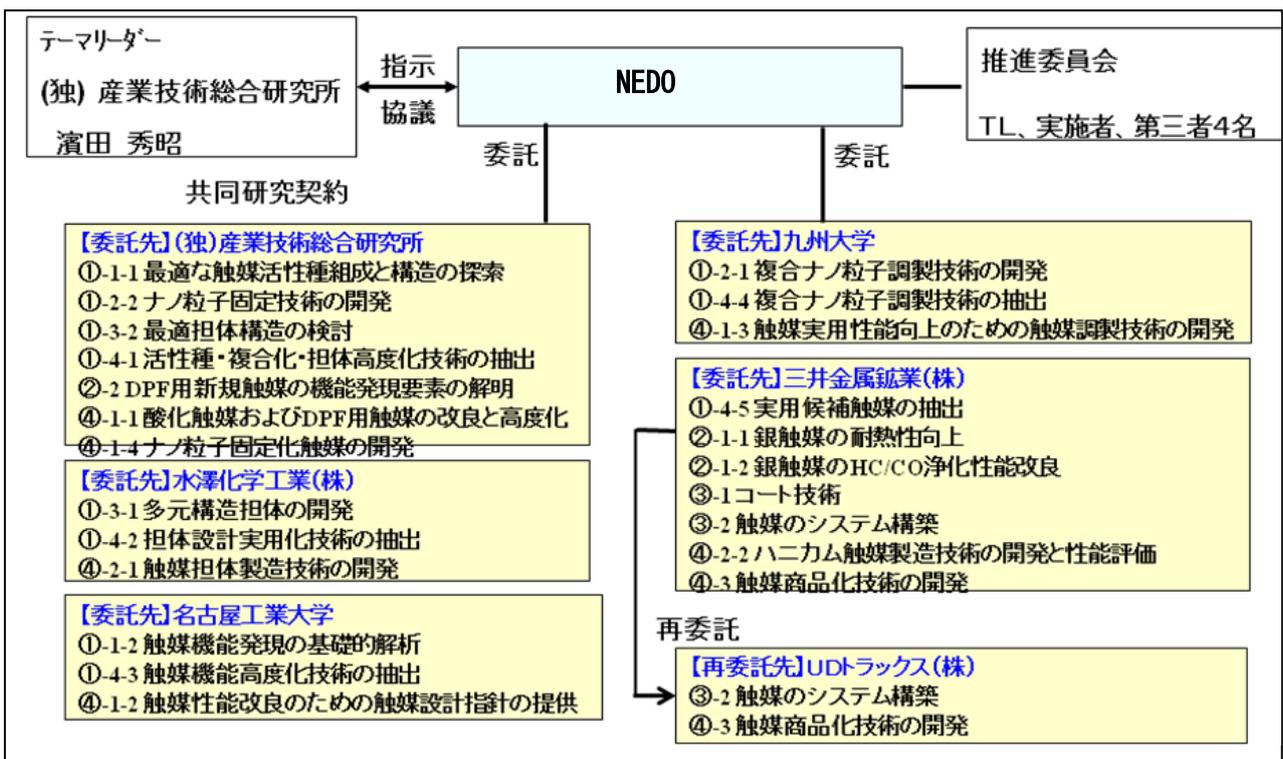


図 II-2-4 ⑥-2 排ガス浄化向け白金族使用量低減技術開発及び代替材料開発／ディーゼル排ガス浄化触媒の白金族使用量低減化技術の開発

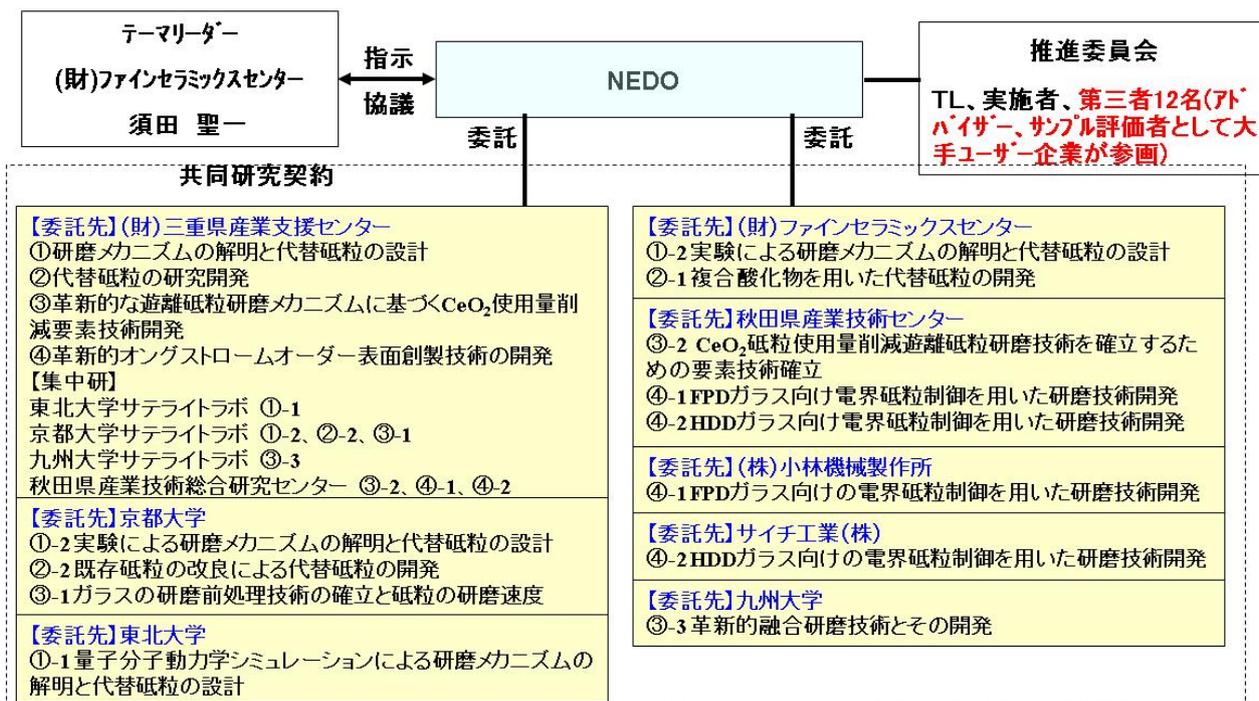


図 II-2-5 ⑦-1 精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発／代替砥粒及び革新的研磨技術を活用した精密研磨向けセリウム低減技術の開発

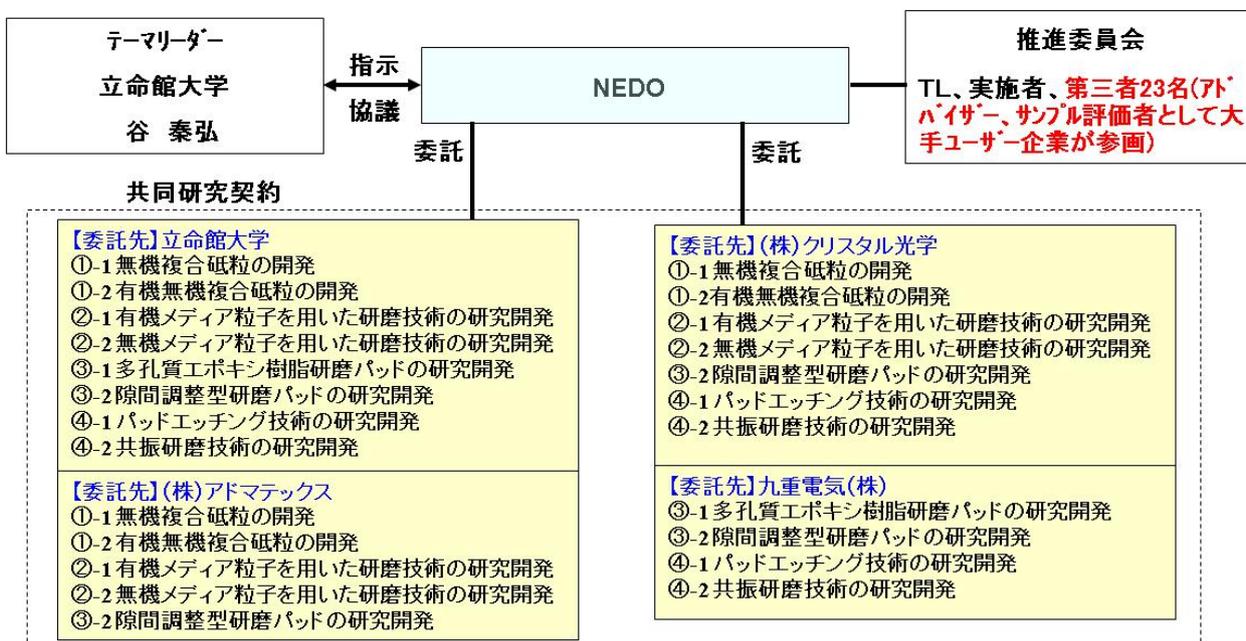
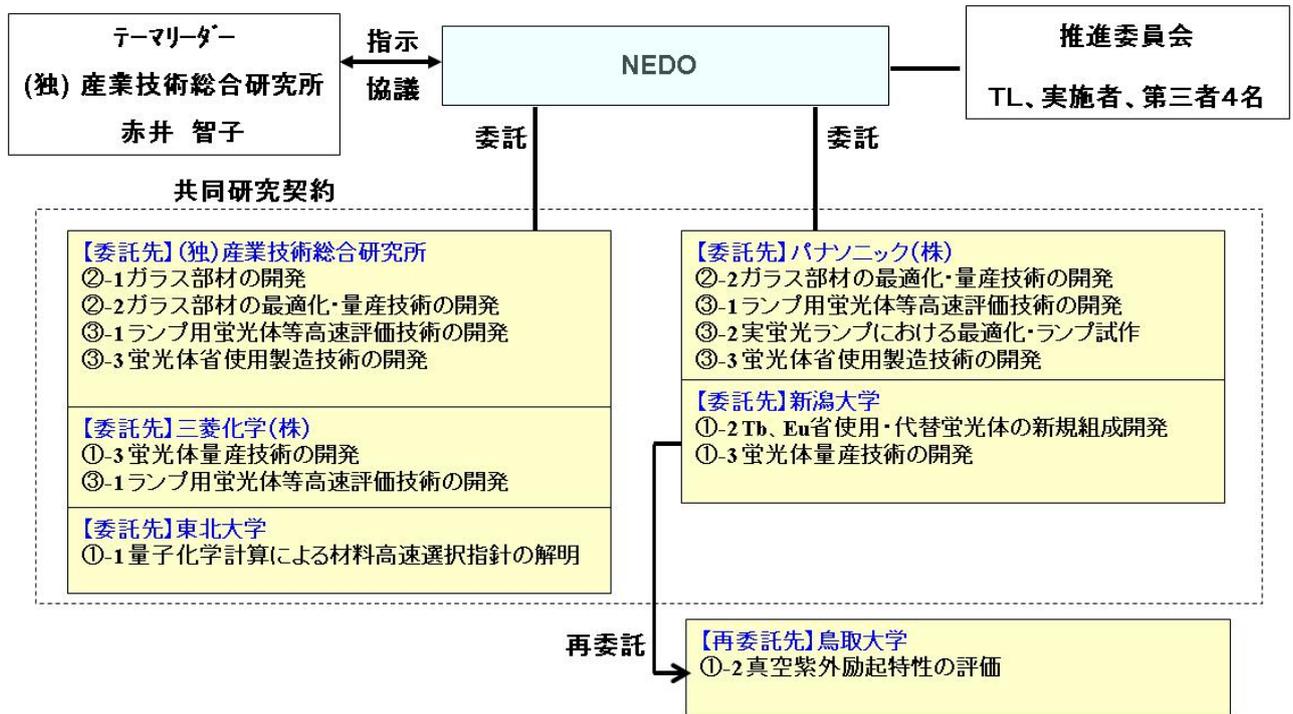
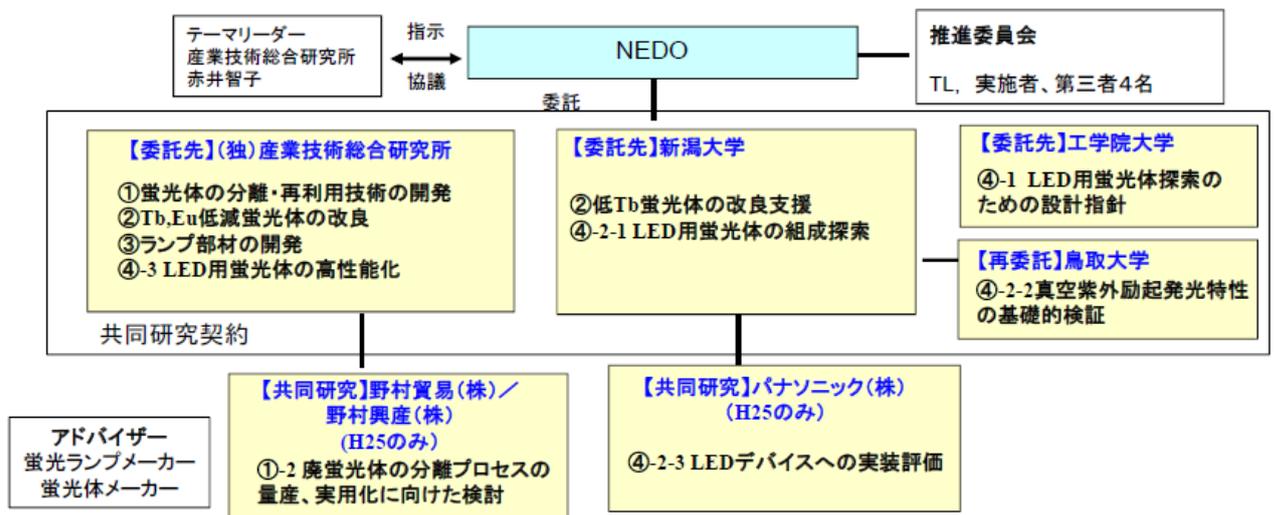


図 II-2-6 ⑦-2 精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発 4 BODY研磨技術の概念を活用したセリウム使用量低減技術の開発

平成21年度から平成23年度



平成24、25年度



図Ⅱ-2-7 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

2.3 研究開発の運営管理

研究開発全体の管理・執行に責任を有する NEDO は、経済産業省および研究開発責任者と密に連絡を取りながら、プロジェクトの目的および目標、並びに、各研究開発の目的および目標に照らし適切な運営管理を実施した。各研究開発については、定期的開催される進捗報告会、外部有識者も出席する技術推進委員会等に出席し、進捗を確認するとともに研究開発の体制や、予算、結果の公開、成果の早期実用化等の必要なアドバイスをを行った。この進捗報告会、技術推進委員会は、NEDO の指導のもと各テーマリーダーが運営を行った。

また、本研究開発プロジェクトは、文部科学省の元素戦略プロジェクトと府省連携で進めており、合同シンポジウムを開催し、研究内容や成果の積極的な広報、ポスター発表での意見交換なども行っている。

技術推進委員会

各テーマリーダー主催による技術推進委員会を 3~4 回/年開催し、外部有識者の意見を研究体制を含めた運営管理に反映させた。

希少金属代替材料開発プロジェクト/元素戦略プロジェクト 合同シンポジウム

主催：希少金属代替材料開発プロジェクト/元素戦略プロジェクト 合同戦略会議

共催： 内閣府、文部科学省、経済産業省、環境省、(独) 科学技術振興機構、
(独) 新エネルギー・産業技術総合開発機構

研究開発項目⑥~⑧に対するこれまでの参加実績を、表Ⅱ-2-13 に示す。

表Ⅱ-2-13 合同シンポジウム開催状況

	年月日	場 所
第 4 回	平成 22 年 2 月 1 日	東京大学 安田講堂
第 5 回	平成 23 年 3 月 4 日	笹川記念会館 国際ホール
第 6 回	平成 24 年 2 月 29 日	東京大学 安田講堂
第 7 回	平成 25 年 3 月 29 日	学術総合センター 一橋講堂
第 8 回	平成 26 年 2 月 25 日	ベルサール神田

2.4 研究開発成果の実用化に向けたマネジメントの妥当性

研究開発成果の実用化の促進のため、「成果の前倒しのスキーム作成」、「研究開発加速のための補正予算付け」の 2 つを実施した。

2.4.1 成果の前倒しスキームの作成と実施（早期の事業化）

本研究開発では、基本計画上、5 年間のプロジェクト終了後にユーザー企業、大学等の外部機関に対し機能評価のためラボレベルのサンプルを提供できる（試料提供）水準にいたるまでの技術を確認することになっているが、研究が前倒しで進み、成果が市場からも求められている研究開発については、実用化・事業化を早く進めるためのスキームを作り適用可能なプロジェクト（⑦-20c 立

命館大学) から実施した。プロジェクト開始時の実用化までの期間としてはプロジェクト終了後3年程度を予定していたが(図Ⅱ-2-14 参照)、サンプル評価をプロジェクト期間中から開始することで、外部機関での取り組みを早めプロジェクト期間内の上市を目指すスキームを作成し実施している(図Ⅱ-2-15 参照)。サンプル評価を進めるユーザ企業は、プロジェクトの外部有識者(有識者、アドバイザー、実用化推進委員)として NEDO には登録しており、プロジェクト参画機関とテーマリーダーの判断により決定している。

研究開発から実用化			プロジェクト実施期間 5年間(H21~H25年度)	研究開発終了後から実用化/事業化に必要な期間	
				1年~2年後	3年後
希少金属代替材料開発プロジェクトでの代替材料開発・使用量低減技術開発			→		
1次ユーザー評価	製品開発	サンプル評価 ラボレベル→スケールアップ	→		
	Feasibility Study			→	
	技術開発	基礎テスト・開発		→	
		少量試験、製品評価			→
	量産移行	少量~中量試験 パラメータ確認、認定サンプル			→ 認定
量産				→ 量産	
最終ユーザー評価	認定作業	認定			→ 認定
	量産移行	量産			→ 量産

図Ⅱ-2-8 プロジェクト開始時の実用化スキーム

研究開発から実用化			プロジェクト実施期間 5年間(H21~H25年度)	研究開発終了後から実用化/事業化に必要な期間		
				1年後	2年後	
希少金属代替材料開発プロジェクトでの代替材料開発・使用量低減技術開発			研究開発の実施	→		
			成果の上がっている研究項目の 実用化の前倒し実施	→ 研究の終了	→ 上市(市販)	
			ユーザーへのサンプル出し	→		
1次ユーザー評価	製品開発	サンプル評価 ラボレベル→スケールアップ	→			
	Feasibility Study		→			
	技術開発	基礎テスト・開発	→			
		少量試験、製品評価	→			
	量産移行	少量~中量試験 パラメータ確認、認定サンプル	→	→ 認定		
量産			→ 量産			
最終ユーザー評価	認定作業	認定	→ 認定			
	量産移行	量産	→ 量産			

早期の実用化・事業化
(実用化の加速)

図Ⅱ-2-9 新規に確立した実用化スキーム

2.4.2 研究加速

本研究開発では、「3.2」で示した平成22年度補正に加え、平成21年度にも事業加速のための補正予算を得ている。表Ⅱ-2-14にテーマ毎の補正予算額と、目的及び成果を示した。

表Ⅱ-2-14 各テーマの補正予算額と加速の目的と成果

年度	件名	金額 (百万円)	目的	成果
2009	⑥-1 Pt	93	各種排気ガス分析装置の導入、外注分析費	排ガス分析計の導入により、触媒の特性評価が早く進み、早期に実触媒の検討に着手することが出来た。
	⑥-2 Pt	104	担体物性評価装置、触媒特性評価装置、触媒調整装置、エンジン評価層を購入	銀触媒のスス燃焼特性が分かり、スラリー評価に早く進むことが出来た。また、担体の性能向上に結び付けることが出来た。
	⑦-1 Ce	106	電界制御研磨の評価装置、ガラス表面加工装置、動的粘弾性測定装置を購入。	電界制御研磨が研磨能率が高いこと、トライボとの組み合わせで効率の良い研磨ができることが確認できた。また、砥粒が求めるパッドの表面特性が確認できた。
	⑦-2 Ce	108	複合砥粒分析装置、製造装置、評価装置、研磨パッドでの研磨の仕上がり評価装置を購入。	各装置を導入することで、研磨特性の出る複合砥粒の開発が進んだ。また、研磨パッドの材質をエポキシにしたときの効果が早く確認でき、開発が進んだ。
	⑧TbEu	92	蛍光体構造、部材からデバイスまでの統合解析ができるシミュレーションソフトを導入する。蛍光体合成のための特殊電気炉を導入する。	開発した材料・部材の最適な配置・組合せ法がわかるようになり実際のランプ試作の選択が行えるようになった。試料合成、溶融のための試料準備、後処理が行えるようになり試作点数が多くなった。
2010	⑥-2 Pt	100	担体の試作規模をパイロットレベルに高めて再現性確認(実証試験)を行うと共に、実ガス試験用の担体粉末の提供を行う。投入の加速により、実ガス試験用担体の提供開始時期を早める。	導入したパイロットレベルの触媒担体製造装置を用いて2012年より実ガス試験用担体を調製し、実機評価用に提供した。この担体を用いたプロトタイプ触媒によって2013年度に貴金属使用量50%低減を達成できた。
		70	DOC 試作機および DOC/DPF 触媒における実機サイズでの製品品質を確認することにより製造技術開発の加速する。	プロトタイプ触媒コート装置及び触媒成分定量分析装置(XRF)を導入し、触媒製作条件の絞り込みが加速されたことで、実機サイズでの製造条件が早期に確立できた。これにより、2013年度の実機評価用プロトタイプ触媒で貴金属使用量50%低減を達成することができた。
	⑦-1 Ce	200	電界研磨の大型化検証装置の導入。	大型研磨装置を用いて電界砥粒制御技術の有効性を検証することによって、ラボレベルでは見られなかった大型化に伴う懸念事項として抽出することができ、大型機での実用化を目指した本研究を大幅に加速できた。
	⑦-2 Ce	712	外部ユーザー評価促進のための評価拠点整備とパッド研磨試験設備の導入。	先進研磨技術に関する研究開発拠点が整備され、アドバイザーグループの各社が本プロジェクトで開発したエポキシパッドや複合砥粒の適用実験を行うことが可能となり、2012年4月のエポキシパッドの上市化につながった。

2.4.3 知財の管理

プロジェクト開始にあたっては、事前調査として、2008年度に希少金属のリスク調査の一環でどのような研究が行われているかを書誌及び特許情報で検索（特許電子図書館及び Google

Scholar BETA をキーワード検索。2009 年 2 月に実施) を行っている。これにより技術の確立状況を把握しプロジェクトの設計に反映させている。

プロジェクト開始時には、各プロジェクト毎に参画機関で共同開発契約もしくは秘密保持契約を締結して進める。この中で、知財の考え方、知財の配分、特許出願の判断、制約事項や、対外研究発表等の約束事（共願者への事前の相談、特許出願後の発表）等について、どのように扱うかを決め文書により規定している。

本研究の材料開発、製造プロセス開発から生み出される知財については、企業・大学・研究機関の技術をノウハウとして蓄積することを優先し、特許化については相談のうえ進めることとした（特許化を進めると技術の公開につながる。公開されても技術として確保できる特許化は進める）。

プロジェクト期間中の知財の現況は、2010 年度および 2012 年度実施の希少金属のリスク調査の一環でリスク調査で絞り込んだ鉱種についてシーズ研究調査を実施し把握に努めている。

3. 情勢変化への対応

本研究開発の研究対象であるレアメタル・レアアースについては、2010 年夏に供給に対する不安が現実のものとなった。この情勢に官民挙げて緊急に対処するため、平成 22 年度補正予算（第 1 号）による対策に加え、レアアース日米欧三極 R&D ワークショップの開催等を通じて、レアメタルの安定供給確保に関する研究開発及び実用化・事業化の加速を行った。

また、2011 年 3 月の東日本大震災の影響も含め、各テーマごとの情勢変化への対応を以下に記載する。

3.1 レアアースの供給量削減に対する対応

レアアースの供給量削減に対する対応を表 II-3-1 に示した。

表 II-3-1 レアアースに関する情勢変化と対応

情勢	対応
2010年7月8日 ・レアアース生産国より2010年下期輸出許可枠の大幅削減発表 (以降レアアース入手難と価格高騰へ)	1. 2010年度補正予算対応 ・「希少金属の代替・削減技術開発(助成/委託)…120億円」助成事業 ・新規テーマ追加(2010～2011年の研究期間) 短期間での実用化/事業化を目指す 材料開発、リサイクル技術開発等…59件
2010年9月 ・レアアースの産出国からの対日輸出stop	
2010年12月28日 ・レアアース生産国より2011年上期輸出許可枠の大幅削減発表	委託事業 ・既存のテーマの研究開発加速のための予算追加 ・新規のテーマ追加(2010～2011年の研究期間) 自動車触媒向けセリウム…2件 透明電極向けインジウムを代替するグラフェン…1件
2011年2月 ・レアアース生産国内の企業の集約を進める (5年間で100社→20社程度)	2. 成果の前倒し上市のスキーム作り (⑦セリウムテーマへの対応で作成) ・ユーザー企業で評価を進めるため、サンプル評価を行うメーカー担当を技術委員会の委員としてプロジェクトに参画へ ・研究開発項目の研究期間を短縮させ終了。事業化の段階に早期に進める(上市の推進)
2011年3月 ・採掘、生産に対し環境基準を策定 (10月～施行)	
2011年5月 ・レアアース生産国南部は80%を3社に集約	

3.2 平成 22 年度補正予算対応

国は、レアアースの安定供給確保に関する緊急対策として平成 22 年度補正予算にトータル 1,000 億円の対策を実施した。技術開発による「代替化」と「使用量低減」の加速、国内でのリサイクル推進、ユーザー産業の供給リスクへの耐性向上、世界の鉱山の権益確保、リスクマネー供給機能強化、資源国との関係強化等の総合対策が講じられた。

- ①希少金属（レアアース等）の代替・削減技術開発 … 120 億円

技術開発による「代替化」と「使用量低減」の加速

- ②レアアース等利用産業等設備導入事業 … 420 億円

レアアース等の輸入量変化に大きく影響されない産業構造を形成するために、使用量削減のための設備・プロセス導入、国内でのリサイクル設備導入等

- ③ レアアース鉱山開発加速化資源国協力事業 … 20 億円

日本企業が参加買する海外レアアース鉱山（カザフ、ベトナム等）の開発加速

- ④ 独立行政法人石油天然ガス・金属鉱物資源機構出資金 … 300 億円

政府による JOGMEC への出資等によりレアアース鉱山の開発、権益確保を行う

となっており、このうち NEDO では①「希少金属（レアアース等）の代替・削減技術開発」（図 II-3-2 参照）の事業を推進した。

希少金属（レアアース等）の代替・削減技術開発 【対策本文 II-2-(1)】 担当課：製造産業局
非鉄金属課

【第一次補正予算額：120億円】

<p>事業の内容</p> <ul style="list-style-type: none"> ○ 希少金属は、電気自動車等のモーター用の強力な磁石、デジカメなどの光学レンズ、フラットディスプレイの透明電極などに用いられ、我が国が強みを有する先端産業を支えている。 ○ また、希少金属を使った高性能触媒の国内生産は、世界的にも厳しい排ガス規制のクリアを可能とし、自動車産業の高い競争力を維持することにつながっている。 ○ 現在、我が国はレアアース等の供給を特定国に依存しており、レアアース等の調達環境も急速に悪化している。 ○ このため、レアアース等の輸入量の変化に大きく影響されない産業構造を形成することが急務であることから、レアアース等の使用量を低減する技術や代替物質の実用化を加速する。 <p>条件（対象者、対象行為、補助率等）</p> <ul style="list-style-type: none"> ○ 1. レアアース等代替・削減を加速するための「希少金属代替技術開発プロジェクト」の加速 <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 5px 0;"> <pre> graph LR A[国] -- 交付金 --> B[NEDO] B -- 委託 --> C[産学官連携研究] </pre> </div> <ul style="list-style-type: none"> ○ 2. 希少金属代替・削減技術実用化への集中支援 <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 5px 0;"> <pre> graph LR A[国] -- 交付金 --> B[NEDO] B -- 補助金 2/3 --> C[民間企業] </pre> </div>	<p>事業イメージ</p> <p>1. レアアース等代替・削減を加速するための「希少金属代替技術開発プロジェクト」の加速</p> <ul style="list-style-type: none"> ・透明電極インジウム代替（酸化亜鉛、グラフェン） ・超硬工具タングステン代替（炭化チタン） ・ガラス精密研磨用セリウム代替（酸化ストロンチウム鉄） etc <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">セリウム (Ce) レアアース</p> <p style="font-size: x-small;">液晶ディスプレイ等用ガラス精密研磨等に使用</p> <p style="text-align: center; font-size: x-small;">精密研磨等</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">インジウム (In)</p> <p style="font-size: x-small;">薄型テレビ用透明電極に使用</p> <p style="font-size: x-small;">1.偏光フィルタ(偏置) 2.ガラス板 3.透明電極に挟まれた液晶 4.ガラス板 5.偏光フィルタ(水平) 6.光源</p> <p style="text-align: right; font-size: x-small;">透明電極</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">セリウム (Ce) レアアース</p> <p style="font-size: x-small;">自動車の排ガス浄化触媒に使用</p> <p style="text-align: center; font-size: x-small;">排ガス浄化触媒</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">タングステン (W)</p> <p style="font-size: x-small;">超硬工具に使用</p> <p style="text-align: center; font-size: x-small;">切削工具</p> </div> </div> <p>2. 希少金属代替・削減技術実用化への集中支援</p> <p>レアアース等の供給不足に直面する民間企業が緊急・集中的に取り組む、生産現場などでの代替・削減・再生技術開発に対し、公平・中立な評価により絞り込んだ実用化技術開発を支援する</p> <p><想定されるテーマ></p> <ul style="list-style-type: none"> ・非セリウム汎用研磨剤利用による研磨工程最適化技術開発 ・光学レンズ用ランタンの使用量低減製造技術開発 etc.
---	---

図 II-3-2 希少金属（レアアース等）の代替・削減技術開発の概要（経済産業省 平成 22 年 10 月）

3.3 リスク調査

平成 22 年度は、これまで隔年で実施してきたリスク調査を行う年度となっており、過去の調査と同じ手法を用いた調査会社の統計データ解析結果を参考に、各委員の意見反映、調査委員会で内容の検討、審議により重要鉱種を選定している。2005 年、2008 年に実施したリスク調査と同じ手法を用い 5 つの評価軸によりリスクの高い 20 元素を調査会社が抽出。有識者委員会を開催し 3 つの政策評価軸を加え、内容の検討、結果の審議、委員の意見反映を行い重要鉱種を選定。図 II-3-3 に結果の一例を示した。

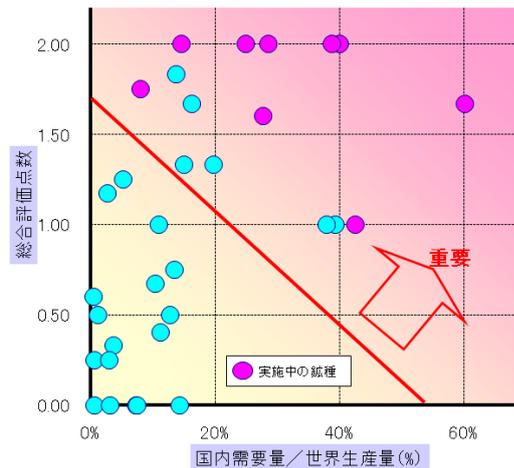


図 II-3-3 リスク評価結果（まとめ例）

平成 24 年度においても、これまでと同様な手法によりリスク評価を行い、上位 22 元素について詳細調査を行った。

また、平成 25 年度調査においては、環境変化に合わせてこれまでの評価手法を見直した。

3.4 国際連携

レアアース安定供給確保を目的に平成 23 年 10 月、米国で行われた第 1 回三極ワークショップに引き続き、第 2 回三極ワークショップを平成 24 年 3 月、日本において開催した。経済産業省と NEDO、欧州委員会、米国エネルギー省と共同で開催するもので、三極政府関係者、関連の研究者及び産業界の代表が参加し、レアアースの代替・削減に関する研究開発政策や、資源開発動向、リサイクル等の議論を行い、現在のレアアース市場が直面している困難な局面を技術によって解決する可能性を広げた。

更に平成 25 年 5 月に欧州にて第 3 回を、平成 26 年 9 月に米国にて第 4 回を継続して開催し、国際連携を深めている。

また、平成 25 年 9 月 9 日には、米国にて希少金属等材料開発で中心的な役割を果たしており、米国エネルギー省傘下の Ames 研究所と希少金属の有効活用に関する協力協定を締結し、情報交換を実施している。

これまでの実績を、表Ⅱ-3-2に示す。

表Ⅱ-3-2 レアアース日米欧三極ワークショップの開催状況

	開催日	開催場所
第1回	平成23年10月4日	米国 ワシントン
第2回	平成24年3月28日	日本 東京 学士会館
第3回	平成25年5月29日	欧州 ブリュッセル
第4回	平成26年9月8日	米国 アイオワ州

3.5 各テーマごとの対応

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

本研究開発の研究対象である白金族は、年々その使用量が増加し代替材料開発・使用量低減技術開発の重要性はますます高まってきている。本テーマでは、小型ディーゼル車で使用されている白金族使用量を考慮し、プロジェクトの削減目標である50%に対し、プロジェクト開始時から白金族使用量低減目標70%を掲げて取り組んできたが、昨今の技術改良による小型ディーゼル車の白金族使用量を考慮し、2013年度に目標値を70%から75%とさらに高い目標値に変更し取り組むこととした。

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

中間評価で指摘のあった「要素技術達成の難易度と、システム完成度とのバランスを考え、それらを統合して、所望の触媒システムに仕上げていくためのマネジメント」に対応するため、平成24～25年度の研究開発項目である、(4) 実用触媒製造技術の確立 の内容の見直しを行い、基本計画では1) 触媒の改良、2) 触媒大量調製技術の開発、3) プロトタイプ触媒の試作・評価、としていた細目を、実用性能改良という観点から、1) 触媒（酸化・DPF用の実用性改良、2) 実用化触媒製造技術の開発、3) 触媒商品化技術の開発 に変更し、委託先の役割を見直した。

また、研究の進捗にあわせ、当初の予定ではすべての委託先について5年の事業期間であったが、九州大学への委託については9カ月短縮となり事業期間が4年3カ月に変更された。成果を他の委託先に移行した上で開発を実施したため、事業期間の短縮による成果への影響はさほど大きくない。

事業終了後も一部は商品化へ向けたNEDO助成の中での連携を行っており、共同開発体制を維持している。

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

平成22年にレアアース危機が発生し、酸化セリウムの価格が高騰した。これに対し各企業の対応により、酸化セリウムの需要は、10,000t(平成22年)から、3,000t(平成23年)となった。また、補正予算追加により研究の前倒し、評価体制の確立等により、ある程度の成果も上がっているため、事業期間を5年間から4年間へと短縮することとした。これに伴い、最終目標の修正をおこなった。

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 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

平成22年にレアアース危機が発生し、酸化セリウムの価格が高騰した。これに対し各企業の対応により、酸化セリウムの需要は、10,000t(平成22年)から、3,000t(平成23年)となった。また、補正予算追加により研究の前倒し、評価体制の確立等により、ある程度の成果も上がっているため、事業期間を5年間から4年間へと短縮することとした。これに伴い、最終目標の修正をおこなった。

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

「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」については、研究開発期間中に大きな状況変化があった。平成21年度から次第にLED化が進み、平成23年度3月に発生した東日本大震災による電力不足を契機にLED化がさらに加速し、参画企業も含めて開発環境、事業環境が劇的に変化した。一方で平成22年度から次第に希土類価格が上昇し、平成23年度には急騰した。それに伴い、LED化が推進されつつも、当面は照明事業で大きな割合を占める蛍光ランプ用蛍光体の価格が急騰し、より早期の希土類蛍光体の使用量を低減する必要にも迫られていた。このような状況の元、当初計画・体制をそのまま実施を継続することに問題があり、平成23年度の間評価結果も踏まえつつ、ランプメーカーへのヒアリング等を実施し、市況、事業環境を見極めつつ、研究開発項目の中止、加速等を判断することとした。

蛍光ランプ用蛍光体については、中間評価時点までに基礎素材が開発されていないものは実用化を想定することが難しいため、平成24年度以降は新規の蛍光ランプ用蛍光体の開発を中止した。ランプ用に開発された新規組成の探索技術はLED向けとして組成探索を実行し、有効性を検証することとした。また蛍光ランプ用蛍光体の低減について短期で導入できる可能性がある蛍光体再利用技術の効果を高めるために、当初の工程内の回収に加えて、市中蛍光体の回収を課題として実施することとした。平成24年度の進捗状況を踏まえ、開発された技術を評価・実証し、実用化につなげる企業として、野村興産／野村貿易（蛍光体の分離・回収）、パナソニック（LED用蛍光体の実装評価）を共同研究として平成25年度から体制に加え、廃蛍光体の分離・再利用、LED用蛍光体の開発を加速、推進することとした。

4. 中間評価結果への対応

4.1 中間評価の結果

平成 23 年に行われた中間評価の総論は以下のとおりである。

1) 総合評価

レアアース輸出停止問題は、広く希少金属を一般社会に知らしめたと同時に、希少金属資源の重要性について再認識をさせる結果をもたらした。これらレアメタルの鉱物資源は、技術立国である日本にとっては必要不可欠であり、また産業維持と経済安全保障上、極めて重要である。本プロジェクトは、これら背景から、極めてタイムリーかつ重要な取り組みであり、高く評価できる。また、先見性の高い優れたプロジェクトであり、「リスク」の視点から国が組織する意義の明確さと、その優位性を実証しつつある。元素を絞り込んだことにより、対象としている課題が明確になり成果につながりやすい体制構築が出来ており、これら目標をクリアする成果が得られつつあり、評価できる。

一方、本プロジェクトにおいては、特定の国の施策により目標設定の見直しが必要になる可能性があり、この点に関しては世界の経済・政治の動向を先取りした素早い対応を求めたい。また、産業界への普及ということを念頭におくならば、代替材料のコスト、品質、性能の3要素を充足する必要があるため、目標値として更に明確にすることが求められる。さらに、文科省との連携を強め基礎研究へのフィードバックで学術的成果や基礎的研究課題の構築にも還元できるような工夫を行い、実用化研究を通じた基礎力向上へのルートを作る努力を行うべきである。中間評価後、テーマごとの資金援助の強化など、メリハリの利いたマネジメントを期待する。

2) 今後に対する提言

レアアースの輸出停止問題を発端に、レアメタルなどの鉱物資源が、技術立国日本にとって不可欠であり、産業の維持と経済安全保障上、極めて重要であることを印象づけた。「リスク」が「緊急ニーズ」になった現状を踏まえ、フレキシビリティをもった運営体制や予算措置の検討で、研究領域の拡大、並行するテーマの拡張などを可能とする取り組みを行うべきである。本プロジェクトの成果の実用化・事業化においては、特にコスト低減が重要と思われる。継続的な検討をお願いしたい。また、成果が出たものは広く公開して、中小企業でも活用できるよう低額の技術移転費用、技術指導などを含めた仕組みづくりもNEDOに期待する。希少金属の代替材料の開発、省資源化技術の開発、環境調和型のリサイクル技術の開発は今後も一層重要であり、今後の更なる発展が期待される。その先見性や進歩性について、日本が世界にむけて積極的に発信すべき取り組みである。

4.2 中間評価の結果への対応

指摘		対応
1	特定国の施策などにより目標設定の見直しが必要となる可能性があり、世界の動向を先取りした素早い対応を求めたい。	平成 22 年度、24 年度には、これまでと同様手法により各鉱種毎のリスクを評価し、重要元素については詳細な調査を行い、マネジメントに活用した。平成 25 年度の調査では、環境変化に合わせてこれまでの評価手法を見直した。
2	文科省との連携を強め基礎研究へのフィードバックで学術的成果や基礎的研究課題の構築にも還元できるよう工夫すべきである。	継続して元素戦略との合同シンポジウムを開催し、研究内容や成果の積極的な広報、ポスター発表での意見交換を行っている。また、H25 年度調査委員会の委員として、元素戦略メンバーから技術提言をいただいた。
3	本事業の先見性や進歩性について世界に向けて積極的に発信すべきであり、その成果も広く公開すべきである。	日米欧 3 極 R&D ワークショップを継続して実施し、各種最新動向の情報交換を行うとともに、NEDO での取組を積極的に発信した。また、米国 AMES 研究所とは希少金属の有効活用に関する協力協定を締結し情報交換を進めている。

⑥-1

指摘		対応
1	早期にディーゼル排気を反映したモデルガスに変更し、またベンチ評価もディーゼルエンジンにて実施できるよう準備すること	中間評価までは要素技術研究開発のフェーズであり、粉末評価やモデルガス評価中心に研究開発を実施してきたが、中間評価後の実用化研究においては、計画通り、ディーゼルの台上評価やディーゼル車両でのエミッション評価中心に実施。ガソリン用途の可能性も見えてきたことからガソリンエンジンでの評価も並行して進めた
2	短期間で実用化を達成するために、触媒メーカーへの技術移転を加速することを期待	最終年度の途中から触媒メーカーと情報交換を開始。共同開発する方向で進めている
3	本技術を投入していくためには特許の権利化について、外国も含めて強化すべき	PCT 出願含め数国に出願済

⑥-2

指摘	対応
<p>合金状態でのAgの耐久性が懸念され、<u>①加速試験を含め、種々の試験が期待される。触媒の要素性能は高まっているが、触媒複合化については基本的な面での従来技術との比較検討が遅れており、②触媒システムとしてどのように評価していくのがまだ不鮮明である。</u></p> <p>「世界で初」とある製造技術については、過去の関連技術を比較して、<u>③進歩性や手法の新規性、独創性を明確にしてほしい。</u></p> <p>複合ナノ粒子の合成については、研究サイドとこれを実用化していく<u>④材料メーカーサイドとの綿密な連携による合成技術の確立が望まれる。⑤触媒担持基材の開発と得られた成果の発表の促進もお願いしたい。</u></p>	<p>①最終候補触媒となった Ag-Pd 合金触媒については、耐久試験を行い、実用上十分な耐久性を示すことを確認した。</p> <p>②開発した触媒および従来触媒を集積し、共通のラボおよびエンジン試験により触媒システムとして評価を行った。最終触媒の調製には複合化の技術が応用されている。</p> <p>③新規性に関しては、複合ナノ粒子の製造法など、独創性に富む手法を開発することができ、製造法に関して特許を出願している。</p> <p>④Pt-Pd 複合ナノ粒子の合成法は、プロジェクト内で技術を深化させ、材料メーカーとの連携が可能な状況となった。</p> <p>⑤触媒担持基材の開発を行い、特に成果がまとまった中終期に成果発表を集中した。</p>
<p><u>①耐久性やコスト効果など実機で検討すべき項目が多くあり、研究の加速化と発展に期待したい。</u></p> <p>実用化検証に多大の時間を要するので、<u>②あらかじめ、潜在リスク要因を想定しておくことは対策を立てる上で重要と考える。</u></p> <p>短期間での実用化の達成を確実にするためにも<u>③触媒メーカーへの技術移転の加速、また、④特許申請に関しても加速をお願いしたい。</u></p> <p><u>⑤触媒利用側のより積極的な参加に門戸を開くような体制の検討も必要である。</u></p>	<p>①開発触媒の実機によるスクリーニング評価を行い、触媒耐久性と白金族低減によるコスト効果を確認した。</p> <p>②実使用条件を綿密に想定した触媒の耐久条件を設定し実機評価を行った。</p> <p>③触媒担体に関して、パイロットプラントでの生産法確立と収率改善による生産コストの低減を行うとともに、部材化技術に関して、実機用サンプルを調製するスキルを確立することにより、触媒メーカーへの技術移転ができる状況となった。</p> <p>④プロジェクト内の連携を高め、特許を積極的に申請した。</p> <p>⑤公募事業の性格上、プロジェクト参加メンバーの変更は困難であったが、展示会や成果発表会を通じて触媒利用側へのアピールを積極的に行った。</p>
<p>要素技術は多岐にわたっているため、要素技術達成の難易度と、システム完成度とのバランスを考え、<u>①それらを統合して、所望の触媒システムに仕上げていくためのマネジメントが必要である。</u></p> <p><u>②自動車メーカー等の触媒利用関係者のより積極的な参加が望まれる。成果の国際展開を可能にするために特許獲得の国際戦略が必要である。</u></p>	<p>①ご意見に従って、プロジェクトマネジメントを行い、最終候補システムの選定にあたっては、メーカー主導の評価結果をもとに触媒を選定しシステム化する手法をとった。</p> <p>②公募事業の性格上、参加メンバーの変更は困難であったが、プロジェクト後半において、再委託先自動車メーカーに耐久条件等について意見を伺いつつ評価方法を見直し、十分な予算を計上し評価件数を増やすなど、より積極的に自動車メーカーに関与していただくマネジメントを行った。</p>

⑦-1

	指 摘	対 応
1	<p>(成果) セリア(CeO₂)による特異な研磨メカニズムをシミュレーション等により世界に先駆けて解明し、その成果を基にした代替材料の開発に成功する等のインパクトのある成果が得られている。しかし、上記シミュレーションの他に、他の研磨剤による研磨性能の向上、研磨装置の開発、スラリーの保持方式の改良など、多くの要素開発が含まれているが、これらがどのようなストーリーに基づいてプロジェクトを構成しているのかを明確化すべき。</p>	<p>予定していた対応</p> <ul style="list-style-type: none"> ・メカニズムの解明と代替砥粒開発及びその代替砥粒を使った新規研磨装置といった開発ストーリーについて、各要素開発の成果の連結を進めることにより、プロジェクト構成を明確化する。 <p>実際の対応</p> <ul style="list-style-type: none"> ・実験をもとに見いだした新規代替材料については、なぜそれが優れた特性を示すのかを計算科学から明らかにするとともに、より研磨特性を改善する方法を提案することによって、実用化を早めることができた(計算化学成果と実験成果との連結)。 ・開発砥粒と低減技術との融合については、開発砥粒の量産化に目処がたつ5年目を実施する予定であったが、本プロジェクトが4年で終了したため、実施には至らなかった。
2	<p>(成果) ガラス精密研磨用の砥粒として、金属原子を最表面に露出することが効果的であり、酸素欠陥の導入が有効という普遍的な技術を見出せたことは高く評価できる。しかし、量子分子動力学シミュレーションは幾つかの仮定の上になっており、その検証が必須である。特に、水和相の影響を十分考慮したモデルを用いたシミュレーションを考えるべきである。</p>	<p>予定していた対応</p> <ul style="list-style-type: none"> ・仮定の検証を行うため、学会等での積極的に発表し専門家の意見を反映させるとともに、モデル材による実証実験を進める。特に水和相の影響を考慮したモデル計算については、速やかに実施する。 <p>実際の対応</p> <ul style="list-style-type: none"> ・実験による検証は時間がかかり、計算結果をすべて網羅する検証結果を出すまでには至らなかった。現在もモデル材による実験検証を継続中である。 ・水によれる影響については、シミュレーションを実施した。
3	<p>(成果) 学術的にも魅力ある研究となっており、成果の外部発表も積極的に行っている。今後は、現場との情報共有、意見交換をさらに進めるべきである。</p>	<p>予定していた対応</p> <ul style="list-style-type: none"> ・アドバイザーレポートとの連携強化を図っていく。 <p>実際の対応</p> <ul style="list-style-type: none"> ・推進委員会等での意見交換の他に、企業に対して直接個別に訪問し、意見を伺うことを実施した。 ・さらに、アドバイザーボード以外の企業の方等への情報共有、さらに意見交換を促進するために、学会での積極的なPRの他に、本プロジェクトメンバーをコアとした研究会(「先端表面創成工学の新展開」)を立ち上げ、広く意見を聞けるような場を構築した。

4	<p>(実用化) 外部評価組織と連携しながら研究を推進し、実用化・事業化を目指した研究を行っている点は高く評価できる。しかし、本テーマには様々な要素技術開発が共存しており、最終的に何を誰がどのように実用化していくのかという筋道が全体として見えにくい。要素技術開発の集合体ではなく、砥粒設計、研磨プロセス構築、装置設計、評価技術というような全体像を提示して欲しい。</p>	<p>予定していた対応</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ひとつの要素技術の成果を実用化展開する場合と、2, 3の要素技術を集約して実用化する場合を想定しております。市場性などを含めてアドバイザーボードと十分協議することによって実用化への道筋をより明確化する。 <p>実際の対応</p> <ul style="list-style-type: none"> ・新規砥粒など一つの要素技術の成果の実用化については、実用化への道筋をつけることができた。要素技術の融合による実用化については、5年に実施を予定していた。本プロジェクトは当初の予定よりも1年前倒しで終了したため、要素技術の融合による実用化までには至らなかった。
5	<p>(実用化) 多様なアプローチでセリア代替技術の可能性を引き出しており、有効な部分を上手く活用し、フィードバックされれば有効な研磨剤となることは期待できる。しかし、その反面コストも含めて考えると新研磨剤の導入は現在のセリアを置き換える性能があるのか疑問がある。そのためには、個々の技術を総括的に特徴付けしてニーズマッチングを図るようユーザー企業が参画しているアドバイザーボードとの連携強化などの工夫がいる。</p>	<p>予定していた対応</p> <ul style="list-style-type: none"> ・アドバイザーボードを含めたエンドユーザーから、市場展開や本開発成果の市場価値に関する意見を取り入れながら、場合によってはテーマの重点化をはかることにより、実用化の全体像を明確化していきます。 <p>実際の対応</p> <ul style="list-style-type: none"> ・実用化に向けては、推進委員会での意見交換だけでなく、アドバイザーボード企業と個別に意見交換を行い、実用可能性や取り組むべき課題について議論した。さらに、展示会等でPRした企業についても積極的に訪問し、実用化の可能性について情報提供や意見交換をし、ニーズマッチの実現に努めた。 ・ニーズマッチの実現性が高いテーマについて重点化をはかった。
6	<p>(提言) 将来的シーズの探索要素が強いので、その特徴を生かしつつ、緊急に代替技術を必要としている企業のニーズに早急に応じられる体制も工夫することが求められる。</p>	<p>予定していた対応</p> <ul style="list-style-type: none"> ・最近の企業ニーズに応じて取り組み始めている、砥粒の寿命評価法の確立などを加速して進めるようにいたします。 <p>実際の対応</p> <ul style="list-style-type: none"> ・企業のニーズが大きかった砥粒の寿命評価と長寿命化技術について積極的に取り組み、砥粒リサイクル技術については、実用化を目指すまでに至った。

⑦-2

問題点・改善すべき指摘点	対応
<p>①成果を強調するあまり、メカニズム検証の発表が少ない。</p> <p>②今後は、より総括的な意味での体系化を図り、研磨技術開発の総合的技術戦略図を提示することが必要である。最終目標を超える成果を期待したい。</p>	<p>①エポキシパッドの研磨特性に関しては、スラリーとの親和性に密接に関連することを見出している。また、高い研磨特性が得られるメカニズムとして、パッドの粘弾性が研磨特性との正の相関を示すことを明らかにしており、これらの成果を論文発表した。</p> <p>②「砥粒の滞留性」を1つのキーワードとし、それを高めることで研磨特性を改善するという技術戦略を柱とした研究開発を実施した。</p>
<p>③今後は、コスト競争力をアピールして欲しい。</p> <p>④実際に使用してみた場合、性能のばらつき、品質のばらつきなどが、必ず発生する。それらを如何に初期の期待値どおりに押さえ込むことができるかが勝負である。</p> <p>⑤成果の世界戦略を確実にするためには、国際的な特許獲得が必要であろう。</p> <p>⑥テーマ参加企業以外にもこれらの技術を必要としている企業が多数あり、テーマ参加者の知財等優位性を確保しつつ、それらの外部企業にも技術の早期利用を図るようなオープンシステムを持つことも検討してほしい。</p>	<p>③エポキシパッドは従来のパッドと同等以下のコストで製造可能であり、従来のウレタンパッドと比較して十分にコスト競争力はある。優れた研磨特性が得られることと併せてコストを低減可能であることをユーザに積極的にアピールしている。</p> <p>④ユーザのサンプル評価のフィードバックでは、期待通りの効果が現れているものとそうでないものがある。ユーザの使用形態などをヒアリングし、それに応じたカスタマイズを施し、より高い性能を安定して発揮できよう対策を実施している。</p> <p>⑤検討を行ったが、市場が中国や東南アジア等特許の価値のない国が多いため出願を断念した。</p> <p>⑥立命館大学内に先進研磨研究拠点を開設しており、外部機関がサンプル等の利用ができる体系について整備を進めている。</p>

⑧

指摘	対応
<p>国際的な特許戦略が必要 特許の世界戦略が必要</p>	<p>海外展開が想定されるものは、可能な限り、海外出願を進めるようにする。</p>
<p>LED化の状況変化に対する対応が必要。 ・今後焦点となるLED用蛍光体の分野での実用化を意識した取り組みをより明確に見せるべきではないか。 ・蛍光ランプ向けは現在の市況を考えると2015年実用化は遅くはないか。</p>	<p>状況変化への対応に記載したとおり、 ・LED用蛍光体の開発を項目に追加した。 ・蛍光ランプ用蛍光体については、実用化が期待できる蛍光体の回収に注力し加速した。</p>
<p>蛍光体の開発 ・蛍光体の専門家の関与が見えていない。量子化学の予測手法が強く疑問である。量子化学グループは不要ではないか。</p>	<p>本予測手法は、精密な計算で予測するものではなく、材料インフォーマティクス的な手法であり、量子化学計算はアイデアを得るためだけのツールとして使用されている。そのため、「量子化学計算による予測」という名前は不適切であるため、後半では項目名から「量子化学計算による」は削除した。また、材料インフォーマティクスという手法の有効性を提示するため、予測と合成との連携を密にし、フィードバックを行いつつ研究開発をすすめ、蛍光体開発に注力することとした。</p>
<p>希土類フリーについて ・本当に希土類フリーで性能を満たせるのか考えてほしい。</p>	<p>完全に希土類フリーで性能を達成することは難しいため、低減というところをより明確にすることとした。</p>

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

Ⅲ. 研究開発成果について

1. 事業全体の成果

<事業全体の成果>

白金(Pt)、パラジウム(Pd)、ロジウム(Rh)等の白金族は、自動車からの排出ガスを浄化する触媒に必要な金属である。世界的な車の販売台数増加および排出ガス規制レベルの強化によりその使用量は白金族需要の過半数を占めるまでに増大しており、希少資源の有効活用の観点から自動車触媒用途の使用量を低減代替する技術が求められている。

特にディーゼルエンジン車はパーティキュレート(PM)の存在、高酸素濃度条件でのNO_x処理、低排気温度などの要因により浄化処理の難易度が高く技術開発の必要性が高い。

本事業では、これまで白金族の凝集劣化を抑制するために、主としてガソリンエンジン車向けに開発してきたナノサイズ構造材料技術をディーゼル車向けに進化させるとともに、白金族の一部代替を狙ってメジャーメタルである鉄に着目し、鉄化合物の触媒活性メカニズム把握と効果的利用を図ることで新規な白金族低減活性点技術を確立する。さらに、ハニカム構造体中における触媒配置を最適化するシミュレーション技術、プラズマによる触媒反応促進技術を確立する。

これらの技術の統合により、ディーゼルエンジン車用排気浄化システムに使用される酸化触媒(DOC)、リーンNO_xトラップ触媒(LNT)、ディーゼルパーティキュレートフィルター(DPF)の白金族使用量を現状から50%以上低減することを目的とする(政策目標)。小型ディーゼル車の白金族使用量は自動車製造各社の技術開発によりプロジェクト開始時より低減している。本プロジェクトにおいてもプロジェクト終了後の事業化を考慮し、2013年現在の白金族使用量(推定)に対応するため最終年度(2013年)に目標値を50%から75%に変更した。

今回、遷移元素による白金族低減活性点技術においては、遷移元素化合物の活性発現因子を明らかにし、耐久性のある遷移元素化合物の材料の選定が重要な目標である。同様に、白金族凝集抑制手段に関する研究開発においては、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、白金ナノ粒子の粒径および触媒活性と関係を明らかにし、計測手法を確立すること、また、DPF内の触媒とPMとの接触性向上技術においては、シミュレーションモデルの構築、さらに、プラズマによる触媒活性アシスト技術においては、触媒とプラズマ反応場との組み合わせの有効性が確認が重要である。

本研究開発で得られた白金族凝集抑制技術および遷移元素による白金族代替技術を用いて、これらの技術の統合により、ディーゼルエンジン車用排気浄化システムに使用される酸化触媒(DOC)、リーンNO_xトラップ触媒(LNT)、ディーゼルパーティキュレートフィルター(DPF)の実触媒開発を行った。

結果、ディーゼルエンジン車用排気浄化システムで使用される触媒全体として、白金族を73%低減することが可能な技術を作ることができた。

本テーマ開始時の政策目標値50%は達成できたが、2013年に再設定した目標値75%に対しては若干未達であった

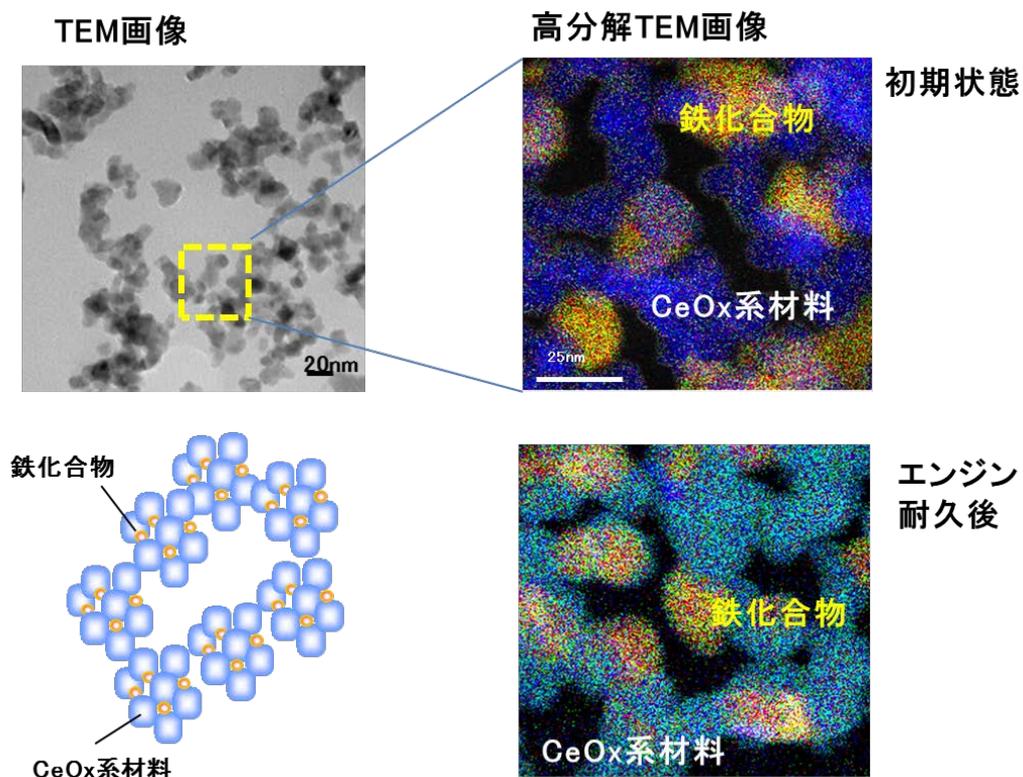
1.1 研究開発と成果の概要

以下に、今回の各研究項目における主な研究成果の概要を示す。

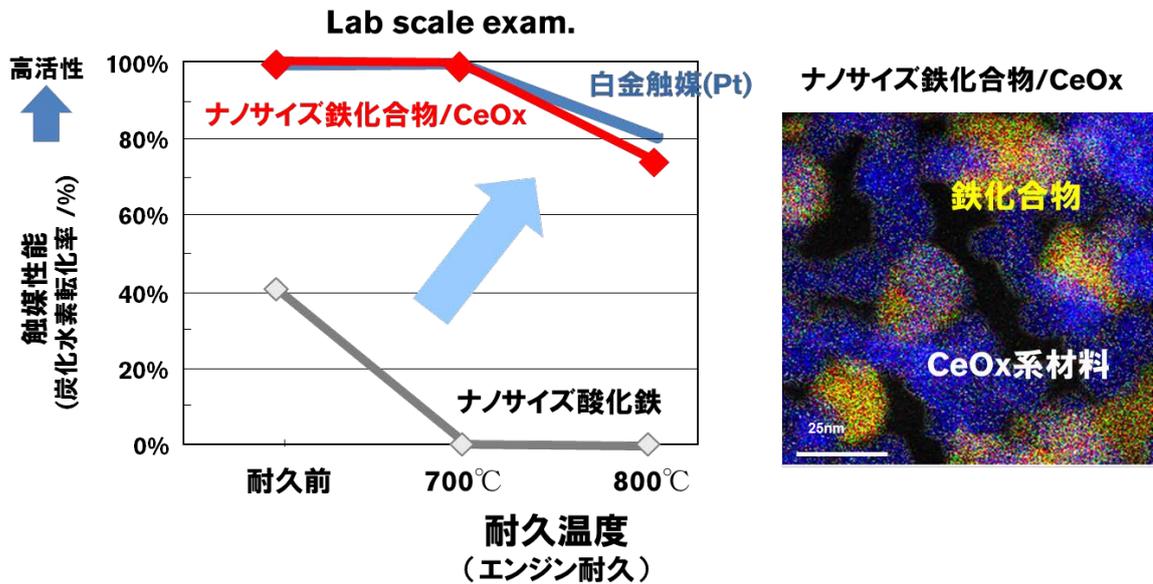
・遷移元素による白金族低減活性点技術

酸化鉄(Fe_2O_3)はミクロンオーダーのサイズでは、排気浄化性能をほとんど示さないが、数十ナノメートルに微粒子化すると、浄化性能が発現することを見出した。さらに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より活性が向上する。Spring-8における電子状態の解析により、担持基材と酸化鉄の間の相互作用により鉄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。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°C 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。



図⑥-1-1 新規鉄化合物材料のTEM、STEM観察

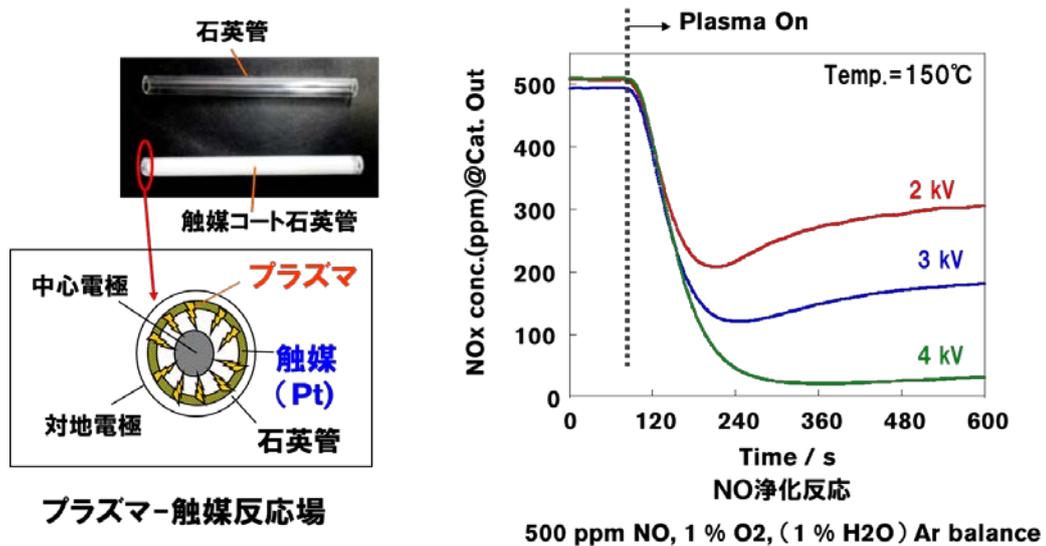


図⑥-1-2 新規鉄化合物材料の排気ガス浄化性能(テストピース)

・プラズマによる触媒反応促進技術

早稲田大学と共同で触媒をコートした反応管内でプラズマを発生させ、触媒反応促進効果を解析している。例えばNOの分解反応は触媒を使用しても通常400°C以上の高温が必要であるが、プラズマを発生させることによって150°Cから高い転化率を示す。

実用化を狙ったプラズマアシスト触媒システムとして、ハニカム触媒の前段にプラズマデバイスを配置するシステムを考えている。現在、車載可能なプラズマデバイスとして、グライディングアーク法および誘電体バリヤ放電法の検討を進めている。

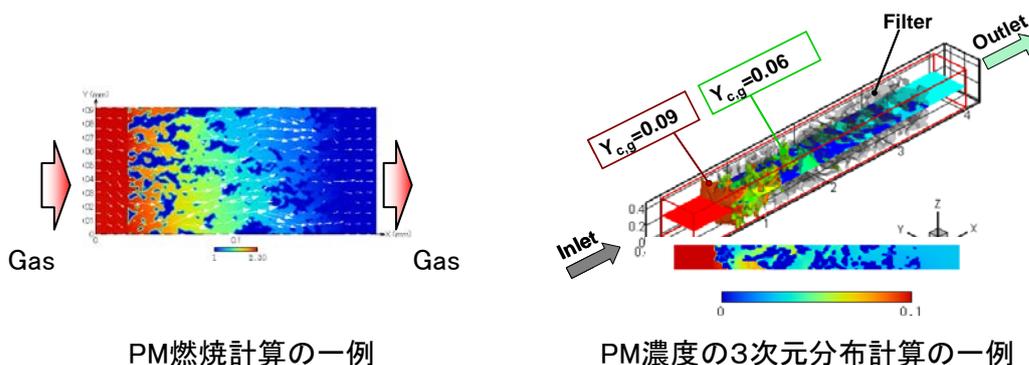


図⑥-1-3 プラズマによる触媒反応促進効果

・触媒構造最適化シミュレーション技術

名古屋大学と共同でディーゼルパーティキュレートフィルター(DPF)における触媒配置構造最適化を検討している。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内部の触媒分布、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。

非常に微細なDPF内部におけるパーティキュレートの燃焼現象を実験で把握することは困難である。そこで数値シミュレーションによりDPF内部の現象を模擬し、触媒の担持量と担持位置について検討した。DPFのガスの入り口側の内部壁面に触媒成分を均一に担持することにより、パーティキュレートの燃焼性が大きく向上することが確認できた。



PM燃焼計算の一例

PM濃度の3次元分布計算の一例

図⑥-1-4 DPFのPM(パーティキュレートmatter)体積および燃焼シミュレーション

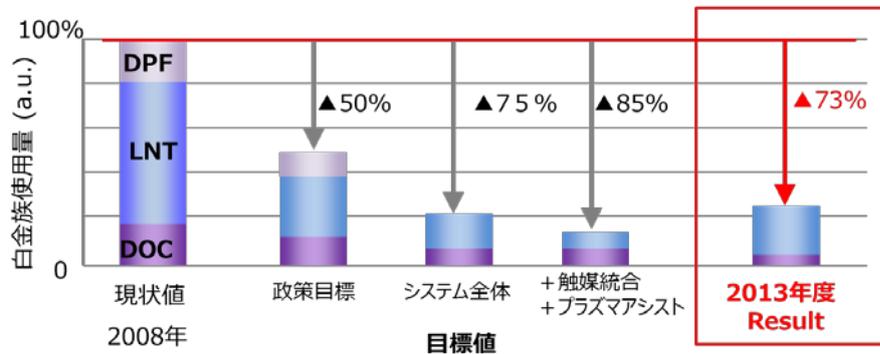
・実触媒化および量産化に関する研究開発

本研究開発で得られた白金族凝集抑制技術および遷移元素による白金族代替技術を用いて、これらの技術の統合により、ディーゼルエンジン車用排気浄化システムに使用される酸化触媒(DOC)、リーンNOxトラップ触媒(LNT)、ディーゼルパーティキュレートフィルター(DPF)の実触媒開発を行った。

結果、ディーゼルエンジン車用排気浄化システムで使用される触媒全体として、白金族を73%低減することが可能な技術を作ることができた。

本テーマ開始時の政策目標値50%は達成できたが、2013年に再設定した目標値75%に対しては若干未達であった。

目標値	結果	達成度
各触媒仕様開発による白金族使用量 75%低減 (政策目標：50%低減)	73%低減	○
プラズマおよび触媒統合化システム化による削減	85%低減 テストピースで82%	×



図⑥-1-5 実触媒での目標の達成度

2. 研究開発項目毎の成果

2.1 成果の内容と目標の達成度

以下の表に各研究開発項目ごとの達成度をまとめた。

表⑥-1-1 各研究開発項目ごとの達成度

◎ 大幅達成、○ 達成、△ 達成見込み、× 未達

研究開発項目	最終目標(H25年度末)	成果	達成度
① 遷移元素による白金族代替に関する研究開発	耐久性(700°C100hr)のある遷移元素活性点の決定	触媒活性点の材料候補種を決めた。 CeZr 酸化物のナノ粒子間にナノサイズの Fe 化合物を高分散配置することで耐久後もナノサイズを維持	◎
② 白金族凝集抑制手段に関する研究開発	耐久後、Pt, Rh, Pdの最適な担体で最適粒子サイズを実現	Pt,Pd,Rh は微小サイズを維持することが重要である。耐久後もナノ粒子サイズを維持	○
③ DPFの反応向上要素とその実現に関する研究開発	触媒の耐久性が確保できる最適な触媒担持位置の実現	計算および実験により最適な触媒配置を見出し、実現可能な工法を開発した	○
④ プラズマによる活性向上に関する研究開発	約10%の活性向上アシスト分を達成する触媒を選定する	テストピースであるが、白金族 50%低減可能なプラズマシステムを見出した	△

⑤排気触媒統合化に関する研究開発	耐久後に白金族使用量を85%低減可能なシステムを決定	触媒統合化システムによる低減効果は見られなかった	×
⑥遷移元素化合物の実触媒化、量産化に関する研究開発	耐久後において、白金族量を低減可能な触媒仕様を決定 (各触媒の白金族低減率 DOC:60%、LNT:75%、 DPF:100%) 政策目標:50%	DOC:75%	◎
		LNT:65%	×
		DPF:100%	○
		ディーゼルシステム全体:73%	○

2.3 知的財産の取得の取り組みおよび成果の普及

本事業において、H26年3月31日までに申請した特許、論文、口頭発表等の件数をまとめた。

表⑥-1-2 特許、論文、外部発表等の件数

特許、論文、外部発表等の件数(内訳)

区分 年度	特許出願			論文		その他外部発表 (学会口頭発表、 プレス発表等)
	国内	外国	PCT※出願	査読付き	その他	
H21年度	0件	0件	0件	0件	0件	0件
H22年度	3件	0件	0件	0件	0件	5件
H23年度	4件	0件	0件	2件	1件	8件
H24年度	4件	3件	1件	3件	0件	8件
H25年度	6件	0件	1件	11件	4件	9件

(※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約)

IV. 実用化の見通しについて

1. 実用化の見通し

1.1 成果の実用化可能性

今回開発した触媒は目標値をほぼ達成したものの、触媒メーカーのディーゼル触媒の白金族低減技術が進んでおり、優位性が見られなかった。したがって、今後は、次の先行開発ステップには進まず、建設機械用など他業界含め本プロジェクトで開発した技術の受け入れ先を探すこととした。

ただし、白金族代替鉄触媒およびプラズマによる低温活性促進技術は、下記の波及効果の中で述べるが、ガソリンエンジンでも有効で優位性のある技術であることがわかった。

したがって、ガソリンでの実用化を目指し、引き続き検討することとした。

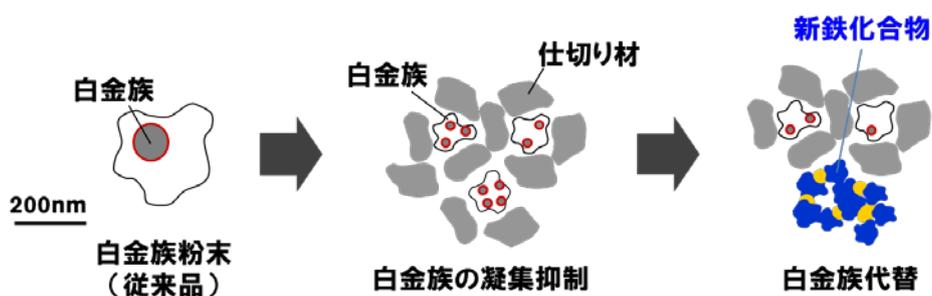
1.2 波及効果

波及効果として以下の2つがあると考える。

1.2.1 白金族代替材料

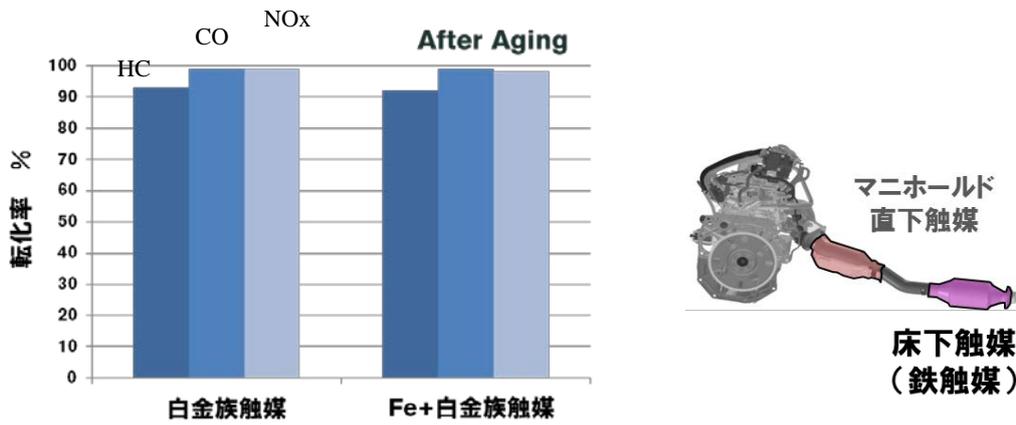
本プロジェクトではディーゼル車の白金族使用量低減を目標に取り組んできたが、世界的に見ると自動車の70~80%はガソリン車が占めることから、本プロジェクトで開発を進めてきた遷移元素による白金族代替技術(新規鉄化合物)、白金族凝集抑制についてガソリン車への適応の可能性について検討した。

図⑥-1-6に示すように、新規に開発した新鉄化合物に白金族凝集抑制技術を適用した白金族を微量添加(白金族のみの触媒で使用している白金族使用量の10%以下)した触媒粉末を調製し実際に車載されているサイズの触媒を試作した。



図⑥-1-6 触媒粉末の改良

ガソリン車には一般的に、エンジンのマニホールド直下とアンダーフロア(床下)の2か所に触媒が配置されている。今回は、床下触媒に鉄材料を用いた触媒を試作し、その後、エンジンで耐久試験を行いエンジンダイナモベンチで排ガス浄化性能を確認した(図⑥-1-7)。



図⑥-1-7 鉄触媒のガソリンエンジンでの排ガス浄化性能

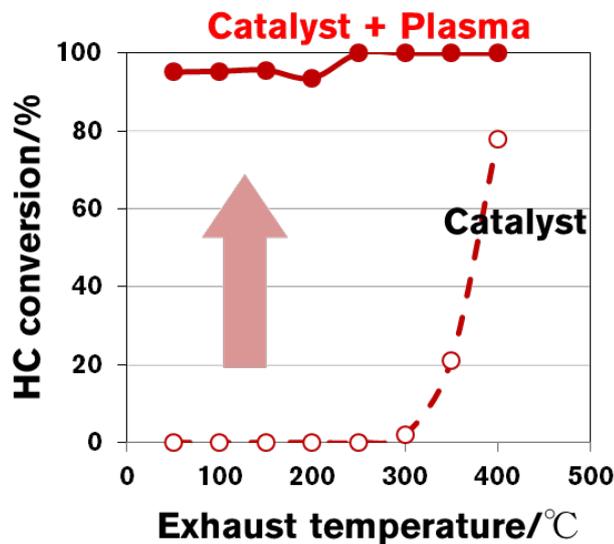
新規に開発した新鉄化合物に白金族凝集抑制技術を適用した白金族を微量添加した触媒は、白金族のみの触媒の10%以下の使用量にもかかわらず、白金族触媒と同等の性能を示した。図2は840℃×200時間耐久後の結果であるが、920℃で耐久した場合も同様の効果が見られた。

従って、本プロジェクトで得られた白金族代替技術（新規鉄化合物）および白金族凝集抑制はガソリン車でも有用な技術であることがわかった。今後、ガソリン車での実用化に向けた検討も進める。

1. 2. 2 プラズマによる低温活性向上

現在急速に普及しているハイブリット自動車や今後導入が検討されている排気ガス規制の走行モードの変更など、従来以上にエンジン始動時などの低排気温時の排気浄化が重要となっている。

現在は、早期に触媒を活性させるため、エンジン制御により急速暖機運転を行ったり、また、触媒中の白金族使用量を増量し低排気温時の排気ガス浄化に対応してきた。今回研究してきたプラズマ技術を用いることにより、常温付近から非常に高い触媒活性を示すことがわかってきた。図に示すように、触媒のみの場合は300℃付近から炭化水素（HC）の浄化が開始するのに対し、プラズマを用いることにより常温付近から炭化水素の浄化が可能であることがわかった。



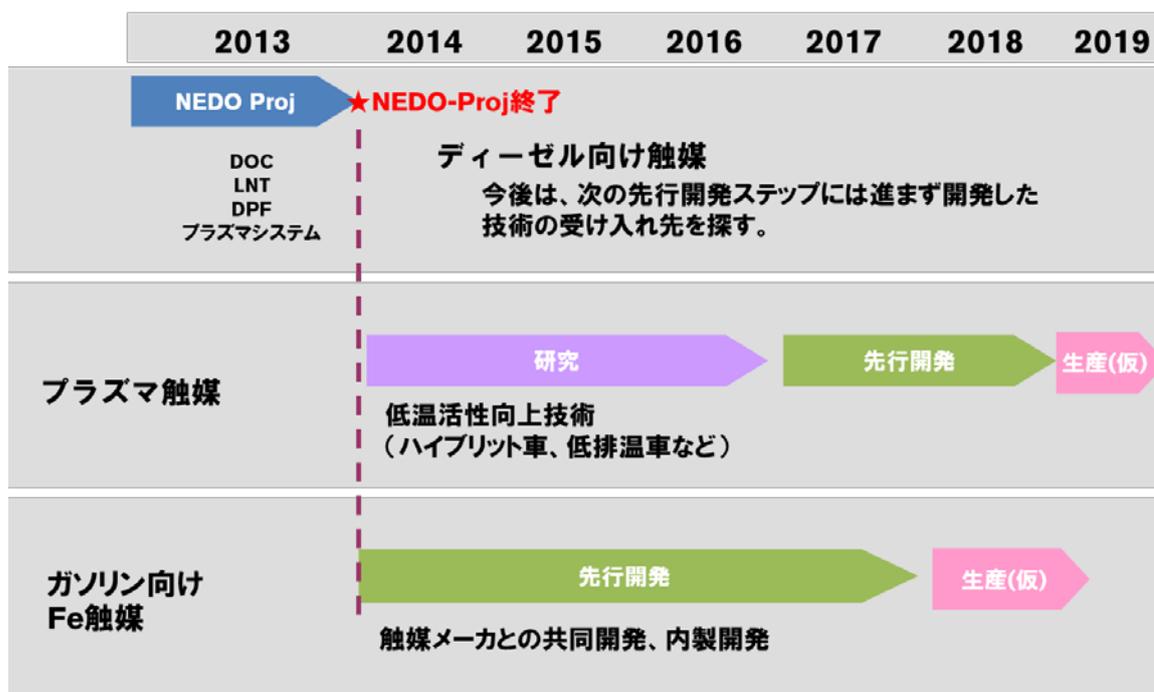
図⑥-1-8 触媒の低温活性性能におけるプラズマの効果

ハイブリット自動車や今後導入が検討されている排気ガス規制の走行モードの変更など低排温域での排ガス浄化技術を視野に入れて実用化を目指す

日産自動車(株)は、世界で唯一の触媒量産工場を持つ自動車会社であり、以前から、自社開発した触媒を量産製法も含めた技術開発を行い、必要に応じて材料メーカーとも連携しながら車載実用化してきた実績を持つ。従って、本プロジェクトで開発した触媒も、従来と同様のスキームで車載実用化まで行くことは可能である。

また、本技術は日産自動車(株)での内製生産にこだわらず、触媒メーカーとの共同開発、生産も視野に入れて実用化を目指す。

図⑥-1-9 今後のスケジュール(仮)



⑥-2 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

Ⅲ. 研究開発成果について

1. 事業全体の成果

1.1 研究開発と成果の内容

本研究テーマは、大型ディーゼル車の排ガス浄化触媒システムにおいて、大量の白金族が使用されている酸化触媒(DOC)と触媒付ディーゼルパーティキュレートフィルター(DPF)を対象とし、白金族金属の使用量を低減及び代替するための技術開発を実施した。

中間評価(平成 23 年度)までの研究項目は大きく、①白金族使用量を低減したディーゼル酸化触媒の開発、②白金族代替 DPF 用触媒の開発、③触媒の部材化技術とシステム構築に分かれ、さらに各項目はサブ項目に分かれているが、それぞれの研究項目は競争的に実施しているのではなく、対象とするシステムの要素技術毎の深化を図るものであり、最終的には各要素技術を組み合わせて目標を達成するというスタイルをとった。平成 24 年度以降の研究項目は④実用触媒製造技術の確立として、①～③で得られた成果を統合し、実用化のための触媒改良・触媒大量調製技術を検討した。得られた成果は下記の通りである。

- ①白金族使用量を低減したディーゼル酸化触媒の開発においては、平成 21-22 年度に、サブ項目の(1)触媒活性種の探索と高度設計、(2)触媒種複合化技術の開発、(3)担体の設計と高度化、の研究開発を実施した。平成 23 年度にはこれらの要素技術を組み合わせることにより、(4)要素技術統合による実用候補触媒材料の抽出、を行った。開発した各要素技術を組み込んだ開発触媒を調製し、HC/CO 浄化性能、NO 酸化性能、軽油燃焼性能のラボレベルでの共通評価試験を行った。その結果、いくつかの触媒が、白金族使用量を 40%低減しつつ市販触媒と同等の性能をクリアし、中間目標を達成した。
- ②白金族代替 DPF 用触媒の開発においては、ディーゼルパーティキュレートフィルター(DPF)に担持して用いる、粒子状物質(PM)を直接酸化できる白金族代替触媒(白金族を用いない触媒活性種)の開発を実施し、中間目標である、エンジンベンチにて 400℃以下の PM 酸化性能を有し、現市販品に対して白金族金属 40%低減にて同等性能をもつ銀系の DPF 触媒を開発でき、中間目標を達成した。
- ③触媒の部材化技術とシステム構築においては、研究項目①および②で開発された新触媒材料のハニカム基材へのコート技術の最適化やシステム構築を行い、部材化の観点から白金族金属の使用効率向上を検討し、マクロ孔形成技術、濃淡コート技術、機能分離コート技術により、中間目標である現市販品に対して白金族 10%の低減を大きく超える、白金族 30%の低減が可能となった。
- ④実用触媒製造技術の確立では、①～③で得られた成果を統合し、実用化のための触媒改良と触媒大量調製技術を検討した。酸化触媒については調製手法の高度化を行い、表面ポリオール還元担持法と高級脂肪酸添加担持法を新たに開発した。これらの方法は、高い合金度と高分散性を兼ね備えた Pt-Pd ナノ粒子触媒を作製でき、従来法に比べてはるかに高い酸化活性を示した。DPF 用触媒ではスス燃焼活性と HC と CO 酸化活性を高いレベルで有する Ag-Pd 触媒が実用化に適することを見出した。触媒担体については、高性能アルミナ系担体を 7t/年のパイロット装置で製造する技術を確認し、収率を 90%まで改善した。触媒部材化に関しては、新規材料のハニカムへの新規コート技術(触媒層のマクロ孔形成技術、濃淡コート技術、機能分離コート技術)の最適化により大量に調製するための技術を確認した。

以上の知見を活用し、実機サイズのハニカム触媒を調製し大型用エンジン排ガスをを用い過渡条件(JE05 モード)での白金族使用量 50%低減した開発品(DOC+DPF システム)の評価を行った。DOC は、市販品と同等の NO 酸化性能が得られ、DPF の Ag-Pd 系触媒の燃焼速度は市販品に対して 2 倍を示した。本触媒システムが最終目標である十分な性能を有しつつ白金族 50%低減を達成することを確認した。

なお、本研究テーマ⑥-2は、研究テーマ⑥-1と同様に、排ガス浄化触媒の白金族低減を目的としているが、下記のように対象が異なり、それぞれ分担して研究を進めている。

	⑥-1	⑥-2
対象車種	小型家用ディーゼル車	大型ディーゼル車
NOx 除去触媒	吸蔵還元触媒	尿素 SCR 触媒
排ガス霧困気	空燃比変動	常時酸化霧困気(リーン)
要求される触媒寿命	10 万 km 相当	50-100 万 km 相当

1.2 成果のまとめ

目 標	研究開発成果	達成度
<p>[中間目標]</p> <p>(1)白金族使用量を低減したディーゼル酸化触媒の開発</p> <ul style="list-style-type: none"> ・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。 <p>(2)白金族代替 DPF 用触媒の開発</p> <ul style="list-style-type: none"> ・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。 <p>(3)触媒の部材化技術とシステム構築</p> <ul style="list-style-type: none"> ・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。 	<p>修飾アルミナ担体に担持し白金とパラジウムを複合化させた性能の高い触媒活性種を提案した。</p> <p>白金族の固定化に最適な骨格構造を有する凍結乾燥ゲル(クリオゲル)のプロセッシング技術を確立した。また、耐熱性の高い白金-パラジウム複合ナノ粒子を新規ゾルゲル法により担持調製する方法を開発した。</p> <p>第2成分添加により長期的に高活性を保持するシリカ及びアルミナベースの担体を開発した。また、担体構造に関して、マクロ孔形成により高いミスト酸化活性が得られるとの開発指針を得た。</p> <p>実用候補触媒として選定されたアルミナ系担体について、7t/年の規模を有する設備を制作した。</p> <p>担持白金触媒の性能改良のために、白金分散度および担体酸化物の固体酸性の制御が重要であるという触媒設計指針を提案した。</p> <p>白金族低減に効果的な、白金族と助触媒金属からなる複合ナノ粒子を相互の配置を制御しつつ合成する手法を開発した。</p> <p>上述の研究項目を総合し、模擬排ガス条件で現市販品に対して白金族を40%低減できる酸化触媒開発の目的を得た。</p> <p>400℃以下のスス燃焼性能を有し、白金族金属を現市販品に対して40%低減した DPF 用触媒を開発した。</p> <p>白金族使用量を現市販品に対して30%低減できる機能分離コート技術やマクロ孔形成技術を開発した。</p>	<p>達成</p> <p>達成</p> <p>達成</p> <p>達成</p> <p>達成</p> <p>達成</p> <p>達成</p> <p>達成</p>

目 標	研究開発成果	達成度
<p>[最終目標] (4) 実用触媒製造技術の確立</p> <p>・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出ガス基準)をクリアし、白金族使用量を50%以上低減した触媒システムを開発する。</p> <p>・車両寿命相当以上の耐久性を有するディーゼル酸化触媒および DPF 用触媒を開発する。</p> <p>・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。</p> <p>・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。</p>	<p>本プロジェクトで開発された各要素技術を組合せて作製した DOC と DPF を組み合わせた触媒システムの性能を評価した結果、十分な性能を有しつつ最終目標である白金族 50%低減を達成することを確認した。</p> <p>触媒調製手法の高度化を検討し、Pt-Pd ナノ粒子触媒を効率的に作製できる表面ポリオール還元担持法と高級脂肪酸添加担持法を開発した。これらの方法は、触媒調製時に有機物を効果的に添加することによって、高い合金形成度と金属分散度を有した Pt-Pd ナノ粒子を担持でき、従来法に比べて極めて高い酸化活性を発現した。</p> <p>DPF 用触媒として新規 Ag-Pd 触媒を開発し、スス燃焼活性を保持しつつ、さらに高い HC と CO 酸化活性を有することを見出した。触媒評価において、車両評価委託先の重量車メーカーと相談した上で、酸化触媒、DPF 各々について車両寿命相当の耐久条件を設定し、処理を施した触媒について評価を行い目標達成を確認した。</p> <p>Si および Zr 添加アルミナ担体について、最高の HC、NO 酸化活性が発現する添加率と細孔径を見出し、その調製方法を確立した。この調製条件を7t/年の規模を有するパイロット製造装置に適用することで実ガス評価用触媒担体を提供した。また、品質を維持しつつ担体製造装置の生産効率に繋がる重要な工程を洗い出し、当該箇所の改造を行うことで当初 60%台であった収率を90%まで改善した。酸化触媒は新規材料とハニカムへの新規コート技術(濃淡コート及び触媒層のマクロ孔制御)開発によって、DPF も銀系触媒のコート方法の最適化により大量に調製するための技術を確立した。本法で調製した触媒を性能評価に供し、下記のように十分な活性を有することを確認した。</p> <p>大型用エンジン排ガスをを用い実機サイズのハニカムで、過渡条件(JE05 モード)での白金族使用量 50%低減した開発品(DOC+DPF システム)の評価を行った。DOC の酸化性能、背圧等で課題が見られたが、開発過程での工夫によりこれらの問題を解決した。最終的には DOC では、市販品と同等の NO 酸化性能が得られた。また、DPF では Ag-Pd 系触媒の燃焼速度は市販品に対して 2 倍となり、実用性をもった触媒システムの作製に成功した。</p>	<p>達成</p> <p>達成</p> <p>達成</p> <p>達成</p>

2. 研究開発項目毎の成果

2.1 成果の内容と目標の達成度

研究項目①:白金族使用量を低減したディーゼル酸化触媒の開発

①-1 触媒活性種の探索と高度設計

①-1-1 最適な触媒活性種組成と構造の探索(産業技術総合研究所)

高い活性・安定性を有する白金族金属触媒活性種を開発するため、白金族金属間、担体および添加物との相互作用を検討し、活性・耐久性の向上を図った。アルミナ系担体を使用した触媒では、活性・耐久性向上には白金とパラジウムとの複合化が有効であり、NO酸化には担体の酸修飾によるNO₂脱離の促進が有効であった。ゼオライトを担体とした新たな触媒活性種の可能性を見出した。「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」の候補として、修飾アルミナ担体に担持し白金とパラジウムを複合化させた活性種を提案し、中間目標を達成した。

①-1-2 触媒機能発現の基礎的解析(名古屋工業大学)

種々の担体酸化物に担持した白金触媒のHC酸化活性を評価したところ、アルミナに担持した白金触媒がエージング処理後においても高い活性を示すことを見出した。アルミナに担持した白金触媒のHC酸化活性は白金の分散性と粒子表面の電子状態に依存すること、アルミナの固体酸性制御が活性向上に重要であること、白金とパラジウムの複合化により活性が大きく向上することを見出した。上記のように「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し、中間目標を達成した。

①-2 触媒種複合化技術の開発

①-2-1 複合ナノ粒子調製技術の開発(九州大学)

ディーゼル酸化用二元金属触媒の高性能化を目指して、白金族金属と遷移金属からなる複合ナノ粒子の液相調製について検討した。金属系として白金(Pt)とセリウム(Ce)を取りあげ、水溶液中で両者が複合したナノ粒子を調製することに成功した。そのナノ粒子を固定化して得られた担持Pt-Ce触媒は高い耐久性および高いデカン酸化活性を示した。「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」として、白金族金属と助触媒金属からなる複合ナノ粒子を相互の配置を制御しつつ合成する手法を開発し、中間目標を達成した。

①-2-2 ナノ粒子固定化技術の開発(産業技術総合研究所)

ディーゼル排ガス浄化触媒の耐熱性向上のため、ゾルゲル反応と凍結乾燥を組み合わせることで均一性の高い白金-アルミナクリオゲル触媒を作製した。ゾルゲルにより白金をアルミナゲル中に高分散し、また湿潤混合ゲルを凍結乾燥することで、乾燥時における白金の移動・凝集を抑制した。耐熱性に優れた多孔質性の白金-アルミナクリオゲル触媒は、耐久後にも高い酸化触媒活性を示した。耐熱性の高い白金-パラジウム複合ナノ粒子を担持調製する新規ゾルゲル法を開発し、高い触媒性能を得た。「複合ナノ粒子を担体に固定化する技術」として、白金族の固定化に最適な骨格構造を有する凍結乾燥ゲル(クリオゲル)のプロセッシング技術、および耐熱性の高い白金-パラジウム複合ナノ粒子を新規ゾルゲル法により担持調製する技術を確立し中間目標を達成した。

①-3 担体の設計と高度化

①-3-1 多元構造担体の開発(水澤化学工業株式会社)

メソ細孔構造と、マクロ細孔構造を階層的に多元構造化した耐久性を有する担体の開発を目指し、細孔構造の制御手法および金属イオン添加方法の検討を行った。アルミナやシリカに第 2 成分を添加した一連の担体をゾルゲル法により調製した。また圧力制御法によりマクロ孔を制御したアルミナ担体を調製した。調製した担体を①-3-2 に提供し触媒活性との相関を検討し、中間目標である「実排ガス試験用の担体用粉末を提供する」ための担体調製における要素技術を確立した。

①-3-2 最適担体構造の検討(産業技術総合研究所)

①-3-1 で開発した一連の担体に白金を担持し性能評価を行った。第 2 成分添加により HC および NO 酸化活性が向上すること、マクロ孔を付加することで燃料ミスト酸化活性が向上することを明らかにした。一方、触媒性能に対する多元構造担体の幾何学的構造の影響を見積ることによって触媒担体の設計指針を得るため、数値流体力学(CFD)によるシミュレーションを行った。その結果、単一サイズよりも 2 種類の異なった拡散孔を有するほうが拡散の観点から優れていることが明らかとなった。以上の「担体の長期性能改良の指針」を得、中間目標を達成した。

①-4 要素技術統合による実用候補触媒材料の抽出

①-4-1 活性種・複合化・担体高度化技術の抽出(産業技術総合研究所)

①で検討した活性種・複合化・担体高度化に関する要素技術から有望とされるものを抽出した。これらをベースにして数種類の候補触媒を作り、NO 酸化および HC 酸化に関して共通評価試験を行った。いくつかの候補触媒が、ラボレベルで白金族金属使用量を 40%低減しつつ市販触媒同等の性能をクリアし、中間目標である「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」の開発が達成できた。

①-4-2 担体設計実用化技術の抽出(水澤化学工業株式会社)

①-4-1 で抽出された触媒で用いたアルミナベース担体の更なる性能向上を目指し、アルミナ担体の製造条件を検討した。第 2 添加成分として有望であった Si および Zr をアルミナ担体に高分散させる方法を検討し、その製造条件を確立した。また、パイロットスケールでの担体製造のため、本製法を適用した担体製造装置(パイロット製造装置)を製作し、大規模担体作製工程の実証を行うとともに、本装置を用いて実排ガス試験用触媒に用いる担体粉末の調製・提供を行った。中間目標である「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」を達成した。

①-4-3 触媒機能高度化技術の抽出(名古屋工業大学)

アルミナに担持した白金-パラジウム触媒にタングステンやジルコニウムなどの酸性酸化物を添加することにより HC 酸化活性が向上することを見出した。これら第 2 成分添加によりアルミナ表面に存在する比較的強いルイス酸点が増大することを明らかにし、その結果として白金粒子の表面電子状態が活性な金属状態になることを推察した。①-1-2 の成果に加え上記の指針が明らかになり、中間目標である「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」がより強化された。

①-4-4 複合ナノ粒子調製技術の抽出(九州大学)

Pt-Ce 複合ナノ粒子調製の研究過程で得られた技術のエッセンスを従来の触媒調製法に応用する検討を行った。その方法は、触媒金属を含浸担持する前に、あらかじめ有機化合物を担体表面に吸着させておくというものである。その新規表面改質法を適用した酸性担体担持 Pt-Pd 触媒は非常に高いデカン酸化活性を示した。①-2-1 の成果を応用することにより、中間目標である「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」をより実用的に改良した。

①-4-5 実用候補触媒の抽出(三井金属鉱業株式会社)

実用触媒の候補を選定するために、ディーゼル発電機の排ガスを用いた評価装置でスクリーニングテストを実施した。製造プロセスを含めた技術的観点から触媒担体候補とするアルミナを選定し、最終目標である「実用触媒製造技術の確立」に向けた改良のベースとした。

研究項目②:白金族代替 DPF 用触媒の開発

②-1 非白金族系 DPF 触媒の開発 (三井金属鉱業株式会社)

下記、②-1-1、②-1-2 の検討により開発した Ag-Pd 系触媒を実機評価設備で評価した結果、HC/CO 酸化性能も従来の銀系触媒に比べ大きく向上することが確認された。白金族金属(Pd)を 40%低減した開発 Ag-Pd 系触媒は、市販の白金触媒と比較して性能の低下は少なかった。また 80%低減したものでも PM 燃焼性や HC/CO 酸化性能の低下が比較的少なく、さらなる白金族金属量低減の可能性が示唆された。小項目ごとの検討内容を下に示すが、これらの検討でこれまで大きな課題であった耐熱性と HC/CO 酸化性能の両特性を大幅に改良することに成功し、「非白金族系 DPF 用触媒のスス燃焼温度400°C以下を達成し、白金族使用量を40%低減した DPF 触媒の開発」の中間目標を達成することができた。

②-1-1 銀触媒の耐熱性向上

銀触媒の実用化を図る上で、高温時のシタリングが抑制できるような改善が必須であり、更に PM 燃焼性能と排ガス中の CO や HC の酸化活性を向上させるための技術開発が期待されている。耐熱性向上のために、Ag のシタリング抑制や担体との相互作用を強固にするような酸塩基性の種々の担体の効果を検討した。発電機排ガスを用いたバランスポイント(BPT)試験の結果、Pr、Nd、Al の酸化物が良好な性能を示した。また、活性種の改良では、Ag に Pd を添加した触媒が 900°C以上の高温耐久後で現行の Pt 以上の性能を示すことを確認した。融点の高い Ag との合金が生成して Ag のシタリングや移動が抑えられ、触媒耐久性が向上したためと考えられる。

②-1-2 銀系触媒の HC/CO 浄化性能改良

DPF には、PM 燃焼機能だけではなく、前段の酸化触媒で処理しきれない HC や CO を酸化処理する機能も併せ持つことが必要である。銀触媒の HC/CO 酸化活性は白金触媒と比べ大幅に劣っているため、銀触媒に遷移元素を添加し Ag の電子状態を変化させることにより銀触媒の HC/CO 酸化活性の向上を試みた。助触媒としての遷移金属の添加は HC/CO 酸化活性向上につながらなかったが、Ag-Pd の合金化による HC/CO 酸化活性の向上が確認され、開発した Ag-Pd 系触媒は、銀系触媒の持つ優れたPM燃焼性を維持しながら高い HC/CO 酸化活性を示した。

②-2 DPF 用銀触媒の機能発現要素の解明(産業技術総合研究所)

DPF触媒の白金代替としての銀触媒におけるAgの活性形態の明確化と活性酸素種の直接測定に関する検討を行った。各種Ag担持量のAg/ZrO₂を用いたCB燃焼活性とTEMIによるAg粒径観察の結果から、CB燃焼に活性なAg粒子は 2-10nmのナノ粒子であることがわかった。メソ孔が高次に配列したSiO₂の細孔構造破壊挙動を利用することで、CB燃焼時の銀触媒近傍の温度は 900°C以上に達することがわかった。スス燃焼の活性酸素を直接評価する方法として一般的に行われている酸素のキャラクタリゼーションでは情報が不十分であることからNH₃-TPRを新規に提案し、NH₃-TPRにおけるN₂O生成挙動が活性酸素の反応性を反映することがわかった。

以上の非白金族系 DPF 用触媒の開発に資する知見が、中間目標である「非白金族系 DPF 用触媒のスス燃焼温度400°C以下を達成し、白金族使用量を40%低減した DPF 触媒の開発」に貢献した。

研究項目③:触媒の部材化技術とシステム構築

③-1 コート技術(三井金属鉱業株式会社)

市場で流通しているディーゼル酸化触媒と DPF 用触媒は、ハニカム基材に粉体触媒をコーティングして作製される。このため、白金族の使用量をさらに削減するためのコート技術の開発を検討した。開発した酸化触媒はガス流れ方向に対して、入口側に高濃度の Pt-Pd を配置することで、効率的に軽油成分を燃焼させることができた。また、マクロ孔の付加により、低温での着火性が向上し現行品に対して白金族金属使用量を 50%低減することができた。DPF 触媒では、入口側に Ag-Pd 触媒、出口側に Pt-Pd 触媒を最適になるように配置することが重要であることがわかった。

以上のゾーンコーティングやマクロ孔形成などのコート技術の高度化により、中間目標である「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」を大きく超える白金族使用量 30%低減を達成した。

③-2 触媒のシステム構築(三井金属鉱業株式会社)

触媒システムとしての DOC は NO 酸化用と強制再生時における燃料酸化用としての酸化機能が必要であり、DPF については、強制再生による PM 燃焼機能と HC/CO 酸化機能が必要とされる。触媒システムでは、これらの効率的な組み合わせが重要であり、この評価のために、実機排ガスでの過渡評価(モード評価)が必須となる。この評価のために過渡モード(JE05)評価用設備を導入し、市販品を含めた評価ができるようにした。また、大型トラックエンジンでの実機評価のために、UD トラック(旧日産ディーゼル工業)株式会社殿にシステムの評価を再委託した。

その結果、現状の市販されている触媒システム(DOC+DPF)で、定常および過渡運転条件での現状把握が可能となり、中間目標である、「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」体制を整えることができた。本装置による評価で、中間評価段階の白金族使用量を 40%低減した開発触媒は、スス燃焼には若干改良が必要であるが、HC、CO 酸化性能においては市販品と同等であることが明らかになり、これが最終目標における「課題」となったため、研究項目④において大型実機サイズでのコート技術の改良を進めることで最終目標クリアを目指すこととした。

研究項目④: 実用触媒製造技術の確立

④-1 触媒(酸化・DPF 用)の実用性改良

④-1-1 酸化触媒および DPF 用触媒の改良と高度化(産業技術総合研究所)

①-4 で抽出された酸化触媒について触媒調製手法の高度化を行い、高級脂肪酸添加物を用いた新たな高性能触媒を見出した。本手法による触媒を実エンジン評価に提供するとともにその活性発現要因の解明を行い、最終目標を達成する触媒開発に貢献した。また DPF 用触媒としての Ag-Pd 触媒について、スス燃焼活性を保持しつつ、さらに高い HC と CO 酸化活性を有することを見出すとともに、活性発現要因の解明を行い、「白金族使用量を50%以上低減」しつつ「車両寿命相当以上の耐久性を有する DPF 触媒」の開発に貢献した。

④-1-2 触媒性能改良のための触媒設計指針の提供(名古屋工業大学)

Pt-Pd ディーゼル酸化触媒のための担体として共沈法により調製した 10mol%の Zr を添加したアルミナを提案した。大量調製技術への展開を検討し、硫酸イオンが残存しない条件で調製することにより、十分に高い性能を発現できることを見出した。実機評価後試料の表面状態解析を行い、エージング処理による酸化パラジウムの生成を抑制することが高い触媒性能発現に重要であることを明らかにした。最終目標を達成するディーゼル酸化触媒の開発に貢献した。

④-1-3 触媒実用性能向上のための触媒調製技術の開発(九州大学)

少量の有機化合物を用いて触媒表面を改質する新規な手法をアルミナ担持 Pt-Pd 触媒に適用し、その技術の最適化を図った。その結果、有機化合物としてはミリスチン酸が最も有効であることを見出した。また、この改質技術は Pt 種をアルミナ担体のルイス酸点近傍に配置する役割を果たしていることを見出した。これらの研究成果は④-1-1 の研究において生かされ最終目標達成に貢献した。

④-1-4 ナノ粒子固定化触媒の開発(産業技術総合研究所)

耐熱性の高い白金族金属ナノ粒子触媒を実用化するために、大量生産に適した表面ポリオール還元担持法を開発した。この方法では、少量のポリオールを用いて還元を行い、担体表面上に白金族金属ナノ粒子を直接析出させる。この方法により調製された白金族金属ナノ粒子触媒も高い耐熱性を有し、Pd との複合化が有効であることが確認された。表面ポリオール還元担持法により調製した白金族金属使用量 50%減の触媒について実機試験の評価を検討したところ、改良の余地が残ったが、これらの知見は④-1-1 の触

媒開発に生かされ最終目標達成に貢献した。

④-2 実用化触媒製造技術の開発

④-2-1 触媒担体製造技術の開発(水澤化学工業株式会社)

Si および Zr 添加アルミナ担体について、最高の HC、NO 酸化活性が発現する添加率と細孔径を見出し、その調製方法を確立した。この調製条件をパイロット製造装置に適用することで実ガス評価用触媒担体を提供した。また、品質を維持しつつ担体製造装置の生産効率に繋がる重要な工程を洗い出し、当該箇所の改造を行うことで当初 60%台であった収率を 90%まで改善した。最終目標である「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の確立」を達成した。

④-2-2 ハニカム触媒製造技術の開発と性能評価(三井金属鉱業株式会社)

③-2 で明らかになった最終目標における「課題」を解決するために、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型実機サイズでコーティングするための技術開発を行い、酸化触媒は新規材料とハニカムへの新規コート技術(濃淡コート及び触媒層のマクロ孔制御)開発によって、最終目標である「白金族使用量を50%以上低減した触媒システムの開発」を達成した。一方、DPF も銀系触媒のコート方法の最適化により低い背圧となり、白金族使用量を半減しても市販品と同等の性能を示し同様に最終目標を達成した。

④-3 触媒商品化技術の開発(三井金属鉱業株式会社)

開発した触媒調製方法やコート技術を用いて、小型ディーゼル評価のスクリーニングで得られた触媒を中心に、大型実機エンジンにて最終的な触媒システムでの評価を行った。大型エンジンでの実機評価は、UDトラック(旧日産ディーゼル工業)株式会社にて、再委託とした。過渡条件(JE05 モード)での白金族使用量 50%低減した開発品(DOC+DPF システム)の評価を行った。DOC では、市販品と同等の NO 酸化性能が得られた。また、DPF では Ag-Pd 系触媒の燃焼速度は市販品に対して 2 倍となった。

以上のように、本プロジェクトで開発された DOC と DPF の触媒システムにおいて、最終目標である「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」および、「平成 21年10月施行排出ガス規制(ポスト新長期対応ディーゼル排出ガス基準)をクリアし、白金族使用量を50%以上低減した触媒システムを開発する。」を達成することができた。

2. 2 知的財産の取得及び標準化の取り組み

区分 年度	特許出願			論文		その他外部発表 (口頭発表・プレス発表等)
	国内	外国	PCT [※] 出願	査読付き	その他	
H21FY	0件	0件	0件	0件	0件	8件
H22FY	5件	0件	0件	9件	2件	22件
H23FY	2件	0件	0件	9件	0件	25件
H24FY	1件	0件	0件	9件	0件	32件
H25FY	5件	0件	0件	3件	2件	25件
H26FY				6件		26件

IV. 実用化・事業化の見通しについて

1. 実用化の見通し

1.1 成果の実用化可能性

Ⅲに示すように技術的目標は達成されており、本研究成果の実用化は市場性・生産性の問題になる。

酸化触媒については触媒材料、触媒コート技術、システム設計および耐久性向上に関する本PJの目標は達成され、市場への試供品提供が可能となった。担体については供給体制ならびに大量製造技術が確立されている。今後は取引先および展示会等の宣伝活動の場を利用して試供品を提供する触媒メーカーを探し、実用化を検討する。発展途上国を含めた世界的な展開を模索しているが、日米欧等先進国用としては、2018年度近辺にディーゼル車に関する排ガス規制が強化されることが想定されるため、新たな規制のための追加的な開発検討が必要である。また、生産技術的な問題点やコスト目標を明確化することにより実用化の可能性を高めていく。

一方、DPF触媒については、銀系触媒のコート方法の最適化やAg-Pd系触媒をベースとした機能分離コーティングによりPM燃焼性能とHC/CO酸化性能の両立を図る実用的な技術を確認した。今後、大型商用分野への実用化に向けては規制強化の動きもあり、SCR触媒も含めた全体システムの検討が必要である。また、新規分野への取り組みとして、小型車分野への適用検討も開始した。平成26年度希少金属代替・低減省エネ材料技術実用化開発助成事業に応募し、採択された(白金族代替銀系DPF触媒システムの実用化開発(2014～15))。実用化段階での技術的課題を明確にしなが、安定した品質が得られるような製造技術を確認していく。また、銀系触媒の特徴である優れたPM燃焼機能の解析によって、銀系触媒システムとしての商品価値を高め、早期実用化を目指す。

1.2 事業化までのシナリオ

年度	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021 以降
酸化触媒 実用可能性検討	→							商品化・生産
PJで取得した技術 の応用	要素探索・試験		実用化検討		商品化・生産			
DPF実用化	(NEDO助成)	商品化		★(販売) 生産				
新たな規制への 対応	適合性検討			実用化検討・商品化・生産				

(酸化触媒の事業化)

本プロジェクトで得られた成果については、取引先およびナノテク展等の宣伝活動の場を利用して試供品を提供する触媒メーカーを探し、実用化の可能性を検討する。また、触媒・担体に関する固体酸性制御技術・多元構造担体合成技術・複合ナノ粒子合成技術・クリオゲル担持技術など本PJを通じて取得した新たな技術を環境分野・エネルギー分野・化成品分野へ応用・実用化する方法を模索していく。

(DPFの事業化)

2014年度から実用化開発を開始し、2016年度には本格的に触媒製品として商品化開発に移行する。商品化は今後排ガス浄化システムの普及が想定される発展途上国も含めた世界的な展開を想定している。

さらに、日米欧等先進国向けについては、2018年度近辺にディーゼル車に関する排ガス規制が強化されることが想定されるため、新たな規制のための適合性の検討を進めていく。

1.3 波及効果

上記の事業化を推進することにより、以下の直接的効果が期待される。

- ・トラック国内生産台数は約60万台(2008年度)であるが、全触媒が代替されるとすると、年間で2.7トンの白金族金属の使用量削減が可能となる。
- ・流通コストの低減(ディーゼル車利用拡大)による経済活動の活性化
- ・触媒技術のライセンス供与及び関連事業の拡大
- ・触媒のスス燃焼性の高効率化により、エンジンの燃費が改善され、CO₂が低減できる。
- ・触媒輸出(市場規模国内の10倍以上)増加による国内産業の活性化

また、間接的な波及効果として下記のようなものが期待される。

- ・ディーゼルエンジンを使用した特殊自動車(オフロード車)、船舶の排ガス浄化触媒としての利用
- ・開発した触媒調製技術の適用によるガソリン車浄化触媒のレアメタル低減化
- ・開発した新規担体の選択吸着剤としての応用
- ・複合ナノ粒子の合成技術の燃料電池への応用
- ・触媒製造技術の応用による、水素製造触媒、化学品製造触媒への展開
- ・ディーゼル後処理技術に関する実用化研究の活性化。国内自動車会社8社等による「自動車用内燃機関技術研究組合」(2014.4～)が発足し、後処理触媒システムなどの実用化研究を開始した。

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

Ⅲ. 研究開発成果について

1. 事業全体の成果

1.1 研究開発内容

セリウムは、ハードディスク用基板やフラットディスプレイ用ガラスの研磨材として広くかつ多量に使用されている。しかし、その産出地域は世界的にも極めて偏っているため、長期にわたる安定供給に大きな懸念があるだけではなく、ここ数年の市場価格も異常なレベルで高騰している。そこで、平成 24 年度までに、精密研磨向けセリウム使用原単位を 30%以上低減するために、酸化セリウム等の研磨メカニズムの解明、代替砥粒の開発、使用量低減技術、研磨システム技術開発それぞれの観点から研究を進めている。それぞれの数値目標について、表⑦-1-1 に示す。

表⑦-1-1 研究実施目標

研究開発項目	中間目標(平成23年度)	最終目標(平成24年度)
① 研磨メカニズムの解明等代替砥粒の設計	シミュレーションによる研磨プロセスのメカニズムの解明及び、モデル材による組成・構造と研磨特性の関連性を解明	計算化学手法による酸化セリウム代替砥粒の理論的最適化及び、モデル材の解析による研磨機構の解明
② 代替砥粒の研究開発	ラボレベルでの酸化セリウム使用量の5%代替	ラボレベルでの酸化セリウム使用量の10%代替
③ 遊離砥粒研磨メカニズムに基づくCeO ₂ 使用量削減要素技術開発	精密研磨要素技術として従来研磨効率の30%向上	精密研磨要素技術として従来研磨効率の40%向上
④ オングストロームオーダー表面創製技術	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	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

精密研磨向けCe使用原単位を15%以上削減できることを実験的に立証

精密研磨向けCe使用原単位の30%削減を達成

本研究開発の中では、研磨効率は、研磨速度など、ある条件のもと研磨を実現する効率を示す指標と定義し、使用原単位低減割合とは、実際に企業等の砥粒供給方式をとったときに低減できる砥粒の割合を示すこととする。使用原単位産出割合の考え方及びその算出方法については、2.1 に示す。

このような使用原単価でセリウムを 30%低減する最終目標を達成するために、中間時点での削減目標を 15%とした。代替砥粒開発技術と酸化セリウム使用量低減技術それぞれについて、セリウム使用量単価ベースとして、表⑦-1-2 のような暫定的な目標値を掲げた。

表⑦-1-2 代替技術開発及び低減技術開発それぞれの使用原単位低減率目標

研究開発内容	中間目標(平成 23 年度)	最終目標(平成 24 年度)
代替砥粒開発 (研究実施項目②)	5 %	10 %
酸化セリウム使用量低減技術 (研究実施項目③)	10 %	20 %
削減率合計	15 %	30 %

この目標値達成をめざし、代替技術開発、使用量低減技術開発の両面から研究開発を進めた。

1.2 全体の成果

研究実施項目ごとの成果概要を表⑦-1-3に示す。

表⑦-1-3 各研究実施項目の目標と成果概要

研究実施項目	成果概要
①-1 量子分子動力学シミュレーションによる研磨メカニズムの解明と代替砥粒の設計	酸化セリウム砥粒による研磨メカニズムとして、 Ce^{3+}/Ce^{4+} の酸化還元挙動ならびにその局在によって、Si-Oの結合を切断することを世界で初めて解明するとともに、この化学研磨メカニズムに基づき新たな代替砥粒を設計した。
①-2 実験による研磨メカニズムの解明と代替砥粒の設計	固溶させた酸化セリウム及び $SrFeO_x$ ペロブスカイト等を用いて研磨における化学作用について明らかにした。さらに、酸化鉄、酸化ジルコニウム、酸化チタン等について研磨特性との関係を明らかにした。
②-1 複合酸化物を用いた代替砥粒の開発	化学研磨性と機械研磨性をそれぞれの特性を有する材料をナノ分散化するという世界初の取り組みに寄って、市販のセリア系砥粒と比較して同等の研磨速度とそれを上回る表面平滑性を示す新規研磨材($SrZrO_3-ZrO_2$ または $SrZrO_3-CeO_2$)を開発した。
②-2 既存砥粒の改良による代替砥粒の開発	カルシウム含有ジルコニアをベースに組成や熱処理条件、粒度分布などを最適化した結果、酸化セリウム系砥粒と同等の研磨速度と表面平滑性を実現できる新規砥粒を開発した。
③-1 フェムト秒レーザーを使用したガラスの研磨前処理技術の確立と砥粒の研磨速度向上技術の確立	ガラスに対する前処理に非熱的アブレーションが可能。砥粒表面の活性化については液中照射装置により砥粒表面に効率よく照射可能となる技術を確立。
③-2 酸化セリウム砥粒使用量削減遊離砥粒研磨技術を確立するための要素技術確立	電界印加条件の最適化により研磨速度が20%向上。さらに、トライボケミカル研磨技術に電界環境を取り入れることで、約2倍の研磨速度を実現できた。さらに、研磨寿命に関する要素技術をもとに砥粒リサイクル装置を開発
③-3 ラジカル環境場を考える革新的融合研磨技術とその開発	酸化マンガンについて検討し、低スラリー濃度領域において、既存酸化セリウムスラリーと同等以上の研磨特性を実現。さらに、高圧空気環境下では約2倍の研磨速度を実現。

<p>④-1 フラットパネルディスプレイのパネルガラス向け電界砥粒制御技術融合研磨技術を導入する片面大型迅速精密研磨の開発</p>	<p>大型電界制御装置の設計を含めて検討した結果、スラリー投入方式等を最適化することで従来の研磨方法と比較して、約 20%研磨速度を向上させることができた。</p>
<p>④-2 ハードディスクドライブ向けガラスディスク用両面超精密研磨技術の開発並びに省酸化セリウム遊離砥粒研磨技術を確立するための電界砥粒制御技術融合研磨技術の確立</p>	<p>電界印加部分を最適化することによって従来の研磨方法と比較して、約 16%研磨速度を向上させることができた。</p>

2. 研究開発項目毎の成果

2.1 目標の達成度

表⑦-1-4に各研究実施項目の目標と成果概要および、達成度を示す。

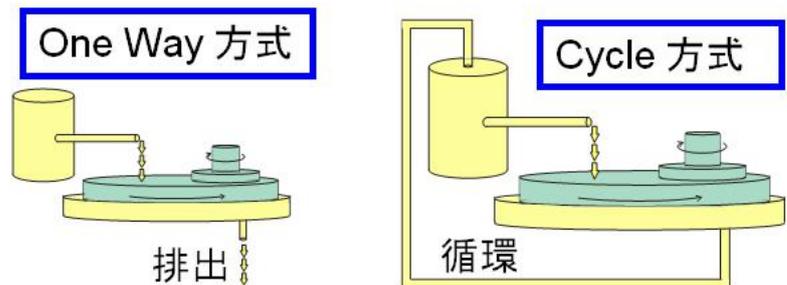
表⑦-1-4 各研究実施項目の目標と成果概要

研究実施項目	目標	成果概要および達成根拠	達成度
①-1 計算による研磨メカニズムの解明と代替砥粒の設計	研磨プロセスの電子論的メカニズムの解明	Ce ³⁺ /Ce ⁴⁺ の酸化還元挙動ならびにその局在によって、Si-Oの結合を切断することを解明。さらに、実験で得られた 新規代替材料の化学研磨メカニズム を計算により明らかにすることによって、 実用化、事業化を加速した。	◎
①-2 実験による研磨メカニズムの解明と代替砥粒の設計	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	固溶させた酸化セリウム及びSrFeO _x ペロブスカイト等を用いて研磨における化学作用について明らかにした。さらに、酸化鉄、酸化ジルコニウム、酸化チタン等について研磨特性との関係を明らかにした。ここでのメカニズム解明は、②の新規代替砥粒の開発につながっているが、 新規代替砥粒の研究成果は②とした。	○
②-1 複合酸化物を用いた代替砥粒の開発	ラボレベルで酸化セリウム使用量 10%削減を可能にすること (使用原単位 10%低減)	化学研磨性と機械研磨性をそれぞれの特性を有する材料をナノ分散化するといった世界初の取り組みに寄って、市販のセリア系砥粒と比較して同等の研磨速度とそれを上回る表面平滑性を示す新規研磨材(SrZrO ₃ -ZrO ₂ またはSrZrO ₃ -CeO ₂)を開発した。例えば、SrZrO ₃ -CeO ₂ 系新規砥粒では、セリウムの使用量を57%低減できる。 本開発砥粒については、堺化学工業株式会社より事業化展開を進めている(サンプル出荷実績あり)。	◎
②-2 既存砥粒の改良による代替砥粒の開発		カルシウム含有ジルコニアをベースに様々な最適化を検討した結果、酸化セリウム系砥粒と同等の研磨速度と表面平滑性を実現できる新規砥粒を開発した。本開発砥粒はセリウムを使用していないため、セリウムの使用量を100%削減可能である。また、 本開発砥粒については、日陶顔料工業株式会社より、事業化を進めている(サンプル出荷及び販売実績あり)。	◎

③-1 フェムト秒レーザーを使用したガラスの研磨前処理技術の確立	フェムト秒レーザーによる高度な精密研磨要素技術を構築	ガラスに対する前処理に非熱的アブレーションが可能。また、フェムト秒レーザー照射による砥粒表面の活性化については液中照射装置により砥粒表面に効率よく照射可能。	○
③-2 酸化セリウム砥粒使用量削減遊離砥粒研磨技術を確立するための要素技術確立	化学反応を援用することによって研磨効率を40%向上(使用原単位40%低減)	・電界印加条件の最適化により研磨速度が20%向上。さらに、トライボケミカル研磨技術に電界環境を取り入れることで、約2倍の研磨速度。これにより、セリウムの使用量を90%低位限可能である。 ・また、研磨寿命に関する要素技術をもとに砥粒リサイクル装置を開発し、製造をサイチ工業、不二越機械工業を代理店として平成27年度より新規事業として展開する予定。現在はサンプルテストを展開中。	◎
③-3 ラジカル環境場を考える革新的融合研磨技術とその開発	ラジカル反応場を醸成した高度精密研磨要素技術を構築	酸化マンガンについて検討し、低スラリー濃度領域において、既存酸化セリウムスラリーと同等以上の研磨特性を実現。さらに、高圧空気環境下では約2倍の研磨速度を実現。	○
④-1 電界砥粒制御技術融合研磨技術を導入する片面大型迅速精密研磨の開発	大型機に向けた検討をすすめ、酸化セリウムの使用量を20%削減できるシステム技術を確立	電界印加およびスラリー投入方式等を最適化することで従来の研磨方法と比較して、約20%研磨速度が向上。	○
④-2 両面超精密研磨技術の開発並びに電界砥粒制御技術融合研磨技術の確立		電界印加部分を最適化することによって従来の研磨方法と比較して、約16%の研磨速度の向上を実現。	○

達成度 : ◎:大幅達成(実用化、事業化を達成)、○:達成、×:未達

ここで、使用原単位低減割合から達成度について見積もる。ガラスの研磨における砥粒スラリー供給方法としては、図⑦-1-1に示すように、スラリーを一度のみ使用する One Way 方式と、何度か循環して使用する Cycle 方式がある。One Way 方式では、研磨速度の経時変化が少ない、研磨くずがガラス表面に及ぼす影響が小さいなどの長所がある一方で、砥粒の使用量が非常に多くなる。それに対して、Cycle 方式では、砥粒を経済的に活用できるが、その一方で研磨の劣化挙動を十分考慮する必要がある。多くの企業等



図⑦-1-1 ガラス研磨における砥粒供給方式

においては、酸化セリウムをできるだけ有効に活用するために、Cycle 方式を採用している。しかし、Cycle 方式における試料量低減割合は、運転条件によって大きく異なる。そのため、使用原単位低減割合については One Way 方式として規定し、Cycle 方式における低減割合については、別途詳細に検討した。

2.2 成果の意義

ガラス研磨に市場の現状では、長期安定供給と研磨性能の向上が極めて重要である。まず、長期安定供給の観点から現状を鑑みると、既存酸化セリウム系砥粒の供給については、不安定な供給を払拭できるまでには至っていない。また、研磨性能についてはますます高いレベルまで求められており、現状の酸化セリウム系砥粒に対しても、特に平滑性について市場としての期待がある。

そのような現状のなかで、我々は、代替砥粒開発と使用量低減技術開発の両面からの取組を進めている。代替砥粒開発については、「なぜ酸化セリウムを用いるとガラスを研磨できるのか」といったメカニズムの解明から出発し、そこで得た知見をもとに、代替砥粒の設計にたどり着くことができた。この計算化学シミュレーションをもちいたガラス研磨シミュレーションは、世界初の成果であり、欧米からも高く評価されている。さらに、それをもとに設計した代替材料のポイントは、化学研磨と機械研磨をバランスよく発現させるである。ここで得られた設計指針は、ガラスの研磨のみならず、他の難研磨材料についても適用できる設計指針である。もちろん研磨する材料によって組成は大きく異なってしかるべきである。しかし、研磨における設計指針としては極めて汎用性が高い成果を得ることができた。

また、使用量低減技術開発の観点からは、高速で定盤を回転させることによって、高い研磨効率を高速トライボケミカル研磨法に、スラリーの流れを制御する電界砥粒制御技術を適用することによって、世界で初めて、従来の2～3倍の高い研磨速度と優れた表面平滑性が得られる研磨方法（電界制御トライボケミカル研磨技術）を確立することができた。

それぞれの技術単体としての優位性をもって、供給不安がもたらす現在のガラス市場の縮小への懸念を取り除くことは本成果の意義のひとつであると考えている。われわれは、さらにこれらの成果を融合することによって、酸化セリウム系砥粒に強く依存していたガラス研磨市場をあらたな、安価で安定供給可能なガラス研磨市場に転換できる道筋を付けることに大きな意義があると考えている。

2.3 知的財産の取得及び標準化の取組

知的財産の取得としては、現段階では以下の7件について、出願を完了している(表⑦-1-5)。

表⑦-1-5 特許出願状況

出願日	出願番号	出願に係る特許等の標 題	出願人
平成22年7月9日	2010-156485	砥粒の回収方法、及び回収装置	秋田県
平成22年10月7日	2010-227347	平面トライボ研磨方法、およびその装置	秋田県、株式会社小林機械製作所

平成22年12月10日	2010-276213	研磨材料、研磨用組成物及び研磨方法	財団法人ファインセラミックスセンター
平成23年3月25日	2011-068003	砥粒評価方法およびガラス用研磨材	財団法人三重県産業支援センター
平成23年4月9日	2011-93388	研磨材料、研磨用組成物及び研磨方法	財団法人ファインセラミックスセンター
平成23年10月12日	2011-225238	研磨材料、研磨用組成物及び研磨方法	財団法人ファインセラミックスセンター、財団法人三重県産業支援センター
平成24年1月25日	2012-013175	ガラス用研磨材	公益財団法人三重県産業支援センター

2.4 成果の普及

表⑦-1-6 に年度ごとの成果発表件数リストを示す。

表⑦-1-6 年度毎の特許、論文、外部発表等の件数

特許、論文、外部発表等の件数(内訳)

H26年10月現在

区分 年度	研究発表・講演	論文	特許	その他 (プレス発表等)
2009	8件	0件	0件	2件
2010	40件	2件	4件	29件
2011	53件	4件	3件	3件
2012	26件	9件	0件	8件
合計	127件	15件	7件	42件

表中にある論文や学会発表や講演(依頼講演を含む)の他に、毎日新聞、読売新聞、日経新聞、日刊工業新聞、中日新聞、伊勢新聞、秋田さきがけ新聞、中部経済新聞、日経産業新聞、化学工業日報、半導体産業新聞、鉄鋼新聞などによるプレス発表を行った。また、Nanotech 2010、2011、2012、2013、2014、2015(予定)、国際セラミックス総合展 2011、Neo Ceramics 2013、イノベーションジャパン 2014 などへの展示会出展による成果のPRや情報交換を積極的に実施した。さらに、成果の迅速な展開や成果に関する意見交換などを目的として、研究会(「先端表面創成工学の新展開」)を創立し、年に数回講演会や参加者による話題提供などを実施している。

2.5 成果の最終目標の達成可能性

まず、本達成度評価においては、単にラボベースでの積み上げではなく、大型実用機での実績から判断することが必要であると考え。そのため、セリウム使用量低減の評価については、将来性を見通す意味でのラボベースに実用性の観点から大型実用機での結果に基づく事業化ベースを分けて判断した。代替砥粒について

は、あらたに開発したカルシウム含有ジルコニアは市販酸化セリウム系砥粒との 100%置き換えが可能である。これは、すでに多くの企業へサンプル出荷等が行われているため、事業化ベース、ラボベースいずれも低減率としては 100%を達成していると判断した。また、低減技術においては、90%を達成している。本評価は比較的大型の研磨装置を用いた成果ではあるが、大型実用機での検証とはいえないため、ラボベースでの実績として算出した。以上の結果、代替砥粒開発、低減技術開発によって、ラボベース、事業ベースいずれにおいても、低減率 100%を達成できた。以上の結果をまとめて、使用原単位換算に換算した際の目標値と本研究成果による、および達成度を表⑦-1-7に示す。これより、使用原単位低減率の最終目標を大幅に達成できた。

表⑦-1-7 使用原単位低減率の目標からみた達成度評価

研究開発内容	最終目標値	現段階における 使用原単位低減率 1:事業ベース 2:ラボベース	達成度
代替砥粒開発 (研究実施項目②-2)	10 %	1:100.0 % 2:100.0 %	◎
酸化セリウム使用量低減技術 (研究実施項目③-2、④-1)	20 %	1:20.0% 2:90.0%	◎
上記技術の融合により 期待できる低減率合計	30 %	1:100.0 % 2:100.0%	◎

達成度 : ◎:大幅達成(実用化、事業化ベース)、○:達成、×:未達

2.6 研究開発内容の成果概要

本研究開発では、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得るために、①研磨メカニズムの解明と代替砥粒の設計、②代替砥粒の研究開発、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、④革新的オングストロームオーダー表面創製技術の開発、それぞれの項目を実施した。以下、これらの研究開発項目①～④について、成果の概要を報告する。

研究開発項目 ①「研磨メカニズムの解明と代替砥粒の設計」

①-1 量子分子動力学シミュレーションによる研磨メカニズムの解明と代替砥粒の設計

酸化セリウムがガラスに対して優れた研磨性能を有することが実験的によく知られている。しかし、酸化セリウムが極めて優れた研磨性能を示す理由や、詳細な研磨メカニズムについては明らかにされていない。そこで本研究では、東北大学で開発済みの量子分子動力学シミュレータを発展させることによって、酸化セリウムが優れた研磨性能を示す理由と詳細な研磨メカニズムを検討した。さらに、砥粒の種類、結晶構造、欠陥構造、ドーパント、粒径、さらには周囲の水などが、研磨プロセスに与える影響も検討した。

その結果、多成分ガラスの原子構造について検討を行い研磨プロセスにおいては、従来から提唱されているもの(図⑦-1-2)とは異なる、電荷移動を伴う新たな化学研磨メカニズムを提唱するに至った。すなわち、Si-O結合の切断反応を解析する必要があること、欠陥構造が酸化セリウム砥粒構造に与える影響について検討し酸素欠陥によってCe原子が砥粒表面に露出することを明らかにした。さらに、は表面に露出したCe原子

は

+3 価の低価数であることを明らかにし、酸化セリウム砥粒がガラス表面と化学反応を起こすには、表面に露出したCe³⁺原子がCe³⁺/Ce⁴⁺の酸化還元反応を起こすことが重要であるという研磨メカニズムを提案した。この結果を踏まえて、+3 価の元素を固溶させることで、表面にCe原子を露出させ、酸化セリウム砥粒の研磨性能を向上させることが可能であることを理論的に提案した。さらに、表面に露出したCe原子がガラス表面の酸素原子と直接反応することが可能であること、表面に露出したCe³⁺原子がCe³⁺/Ce⁴⁺の酸化還元反応を起こすことでガラスのSi-O結合を弱め、その弱まったSi-O結合が水との化学反応によって解離され、研磨が進行するという化学機械研磨メカニズムを提案することに成功した(図⑦-1-3)。

以上のメカニズムを踏まえて、代替砥粒開発のサポートを進めた。ファインセラミックスセンターが代替砥粒として開発したSrFeO₃砥粒においてドーパントが研磨性能を向上させるメカニズムを、我々が提案した代替砥粒の設計指針に基づいて明らかにし、さらにAMICが、代替砥粒として開発したCaZrO₃砥粒の研磨性能について代替砥粒の設計指針を基に検討し、結晶構造が砥粒の研磨プロセスに与える影響を明らかにした。

例えば、なぜ蛍石構造のZrO₂はガラスに対して化学的に不活性であるのに対して、ペロブスカイト構造のCaZrO₃は活性であるのかについて、計算化学の手法を用いて明らかにした。

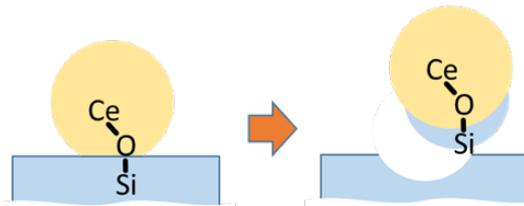
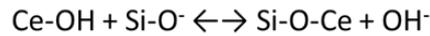
以上のような新規代替材料の化学研磨メカニズムを計算により明らかにすることによって、実用化、事業化を加速した。

①-2 実験による研磨メカニズムの解明と代替砥粒の設計

単純ペロブスカイト酸化物や既存砥粒を用いて構造や表面状態が研磨特性に及ぼす影響を明らかにすることによって、研磨メカニズムを検討した。さらにここで得られた知見をもとに代替砥粒の設計へとつなげる。さらに砥粒の物性を詳細に計測する技術の開発を試みた。

その結果、各種金属元素を固溶させた酸化セリウム及びAサイトおよびBサイトの構造を制御したSrFeO_xについて種々の検討し、研磨特性との関連性を明らかにした。特に、酸化セリウムへのLaの固溶量と研磨速度

従来から提案されているCMPメカニズム



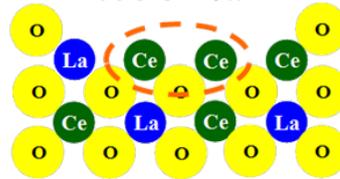
T. Hoshino, Y. Kurata, Y. Terasaki, K. Susa, J. Non-Cryst. Solids, 283, 129-136 (2001)など

図⑦-1-2 従来から提唱されている Ce-O-Si 結合形成による CMP メカニズム

① 表面構造の設計指針

表面側

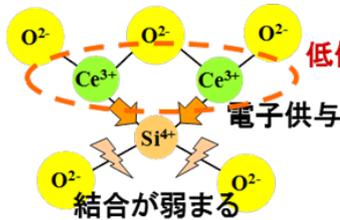
金属原子の露出



バルク側

② 電子状態の設計指針

砥粒表面



ガラス表面

図⑦-1-3 提案している CMP 材料設計指針

に強い相関関係があることを明らかにし(図⑦-1-4)、酸素欠損が酸化セリウムの化学研磨によって重要な役割を果たしていることを明らかにした。また、計算科学により提案された化学的作用が大きな材料(Zrを含むペロブスカイト酸化物)と機械的作用が大きな材料(ジルコニア)をナノ複合化する新規代替砥粒のための材料設計を提案し、優れた CMP 特性を示すナノ複合砥粒を開発できた。

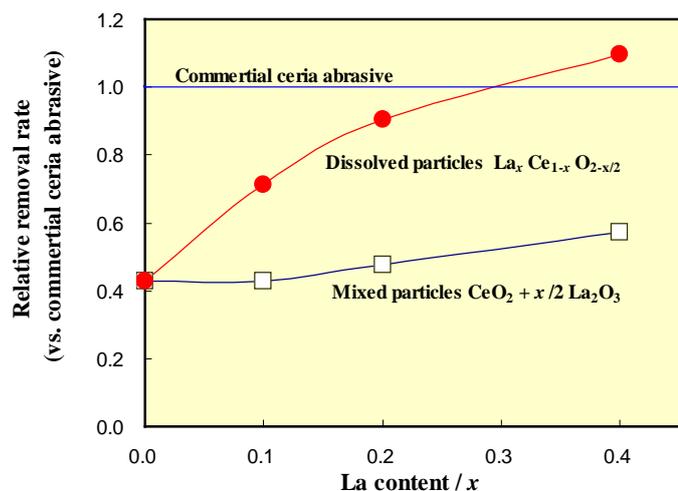
さらに、セリア系砥粒スラリーの寿命について検討した。セリア系砥粒を用いてスラリー循環式によるガラス研磨を長時間行くと、一般に砥粒スラリーは寿命を向かえ、砥粒スラリーの交換が必要となる。したがって、砥粒スラリーの寿命はセリウム使用量と密接な関係があり、砥粒スラリーの劣化メカニズムを明らかにすることは大変重要である。しかしながら、砥粒スラリーの劣化についてはこれまでほとんど調べられていないのが現状である。そこで、本研究では、セリア系砥粒スラリーの劣化挙動について検討した。

その結果、次のような劣化メカニズムを提案した(図⑦-1-5)。

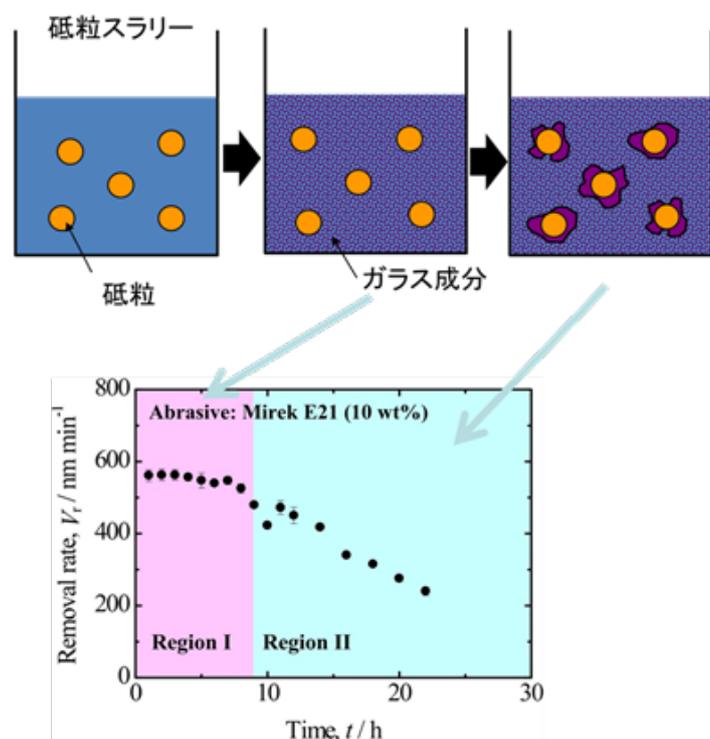
- (1) 研磨初期には、研磨されたガラス成分は砥粒スラリーの溶媒部分へと溶け込んでゆく。
- (2) 研磨時間が経過し、溶媒部分に溶け込めなくなったガラス成分は砥粒表面へと付着し始める。
- (3) 砥粒がガラス成分に覆われ始めると急激な研磨速度の劣化が生じる(領域 II)。

以上のメカニズムから、砥粒スラリーの劣化には、溶媒の劣化(溶け込んだガラス成分量)と砥粒の劣化(ガラス成分の付着)が関与している可能性が高いと考えている。

加えて、既存砥粒の研磨メカニズムを解明し、そのメカニズムに類似した機能を代替材料に付与することを検討した。最初にガラス研磨における機械的作用と化学的作用の定量的分離を行う評価法を新たに構築し、各々分離した機械的作用と化学的作用に寄与すると考えられる砥粒の特性要因について、評価技術を構築するとともにその特性要因の研磨への影響を検討することで、研磨に関与する要因を特定する。同時に、これら特性要因の経時変化を検討することで砥粒劣化原因の解明を試みた。最後に、スラリー添加剤を検討すること



図⑦-1-4 セリアにおけるLaの固溶および La_2O_3 粒子の混合が研磨速度に与える影響



図⑦-1-5 ガラス研磨量と溶媒量に注目した砥粒スラリー劣化メカニズム

で砥粒に最適な添加剤を見出す。これらを総合的に実施して、ガラスの研磨メカニズム解明を行いつつ酸化セリウム代替砥粒の設計指針を見出すことを検討した。

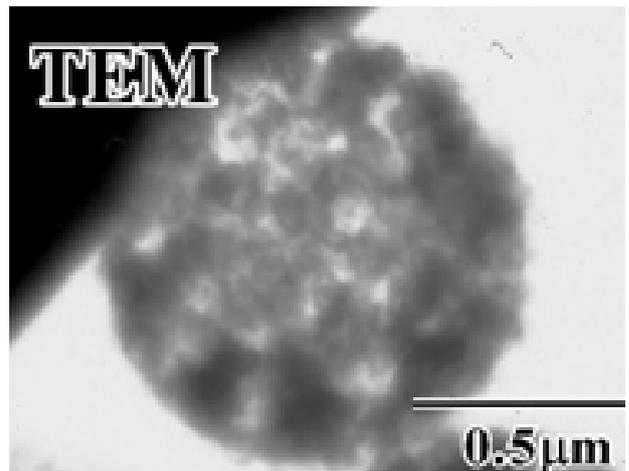
その結果、研磨の機械的作用と化学的作用の定量的分離に成功した。本分離法の構築により、要因の具体的な作用が明らかになり、研磨メカニズムの解明および代替材料の設計指針を構築することが可能になった。

研究開発項目 ②「代替砥粒の研究開発」

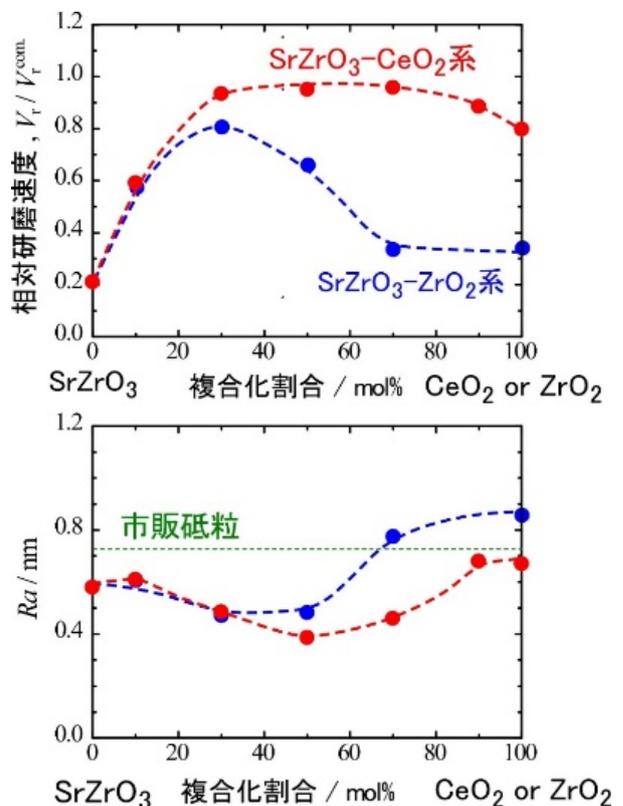
ペロブスカイト複合酸化物と既存砥粒改良型酸化物の両開発を迅速に行うことによって、有用な代替砥粒を得ることを目的に検討を進めた。

②-1 複合酸化物を用いた代替砥粒の開発

代替砥粒の開発のためには、組成や結晶構造は勿論ではあるが、砥粒としての形状や粒径、粒度分布などを再現性良く得るプロセスによって構築する必要がある。そこで、組成や構造の観点からは、研究開発項目①と連携しながら進めるとともに、構築プロセスを開発することにより、代替砥粒を開発した。具体的には、噴霧熱分解法をベースに、粒径や粒度分布を制御した砥粒を再現性よく構築できるプロセス確立する。次に、研究開発項目①で得られた研磨メカニズムに関する知見をふまえて代替砥粒候補材を設計、試作し、代替砥粒としての形態の最適化をはかった。



図⑦-1-6 噴霧熱分解法で合成したナノ分散砥粒のTEM像



図⑦-1-7 開発したナノ分散砥粒の研磨速度と

その結果、本研究で新たに開発したSrZrO₃-ZrO₂ナノ複合砥粒(図⑦-1-6)では、研磨速度が市販セリア系砥粒の80%であるが、表面平滑性は市販セリア砥粒を凌駕することが分かった。この砥粒を市販セリア系砥粒に代替して用いることで、セリウム使用量削減10%は十分可能である。また、ナノ複合化技術を利用したナノ複合化セリア系砥粒の場合には、研磨速度は市販セリア系砥粒と同等で、表面平滑性は市販セリア系砥粒よりも優れていることが分かった。従って、SrZrO₃:CeO₂=5:5(モル比)のナノ複合化砥粒(SZC55)を用いた場合、CeO₂砥粒と比較して重量比較でセリウム使用量を57%削減可能であった(図⑦-1-7)。

②-2 既存砥粒の改良による代替砥粒の開発

まず、研磨実験および洗浄条件の標準化、代替砥粒に要求される要件の明確化、既存砥粒の研磨性能の現状評価を実施した。それらを基礎にして既存砥粒の改良を実施した。具体的には、複数の砥粒について改良を実施し、その中から有望な砥粒を選択、その化学的作用を高めつつ、実用化代替砥粒への作りこみを実施した。

その結果、既存砥粒である酸化ジルコニウムを改良することで当初の目標をはるかに上回るラポレベルでの100%代替を達成し(図⑦-1-8、図⑦-1-9)、量産試作品の外部ユーザーへのサンプル供与、販売計画立案というレベルまで発展させることができた。

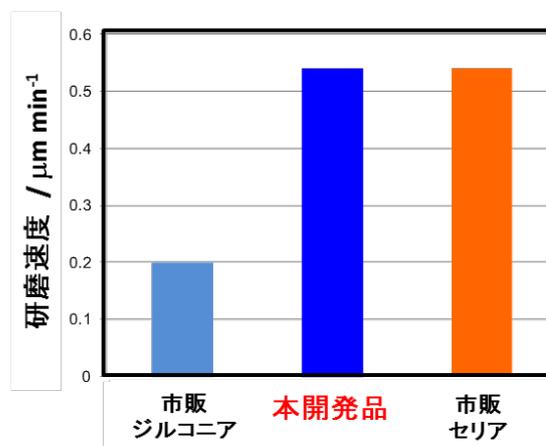
研究開発項目 ③「革新的な遊離砥粒研磨メカニズムに基づく酸化セリウム使用量削減要素技術開発」

フェムト秒レーザーを使用したガラス研磨前処理技術、電界砥粒制御技術・トライボケミカル研磨技術の開発、試料の調整技術と研磨副資材の研究開発を実施することにより、酸化セリウム使用量を削減する革新的な研磨メカニズムに基づく精密研磨の要素技術の開発をおこなった。

③-1 フェムト秒レーザーを使用したガラスの研磨前処理技術の確立と砥粒の研磨速度向上技術の確立

フェムト秒レーザーのアブレーション作用を活用し、ラップ工程で生じたガラス表面のクラック層を瞬時に除去する前処理を行うことで次工程の一次研磨の研磨時間を短縮、それによって酸化セリウム消費量の低減を図る。また、砥粒表面への照射を行うことで砥粒表面を変化させ、研磨性能向上に道筋をつけることを目的とした。

その結果、ガラスに対する前処理としては、ラップ工程で生じたガラス表面のクラック層をフェムト秒レーザーによるアブレーションで除去でき、一次研磨の研磨時間の短縮、ひいては酸化セリウムの消費量を大幅に低減できる可能性を示唆することができた。



図⑦-1-8 既存及び開発研磨材の研磨速度の比較



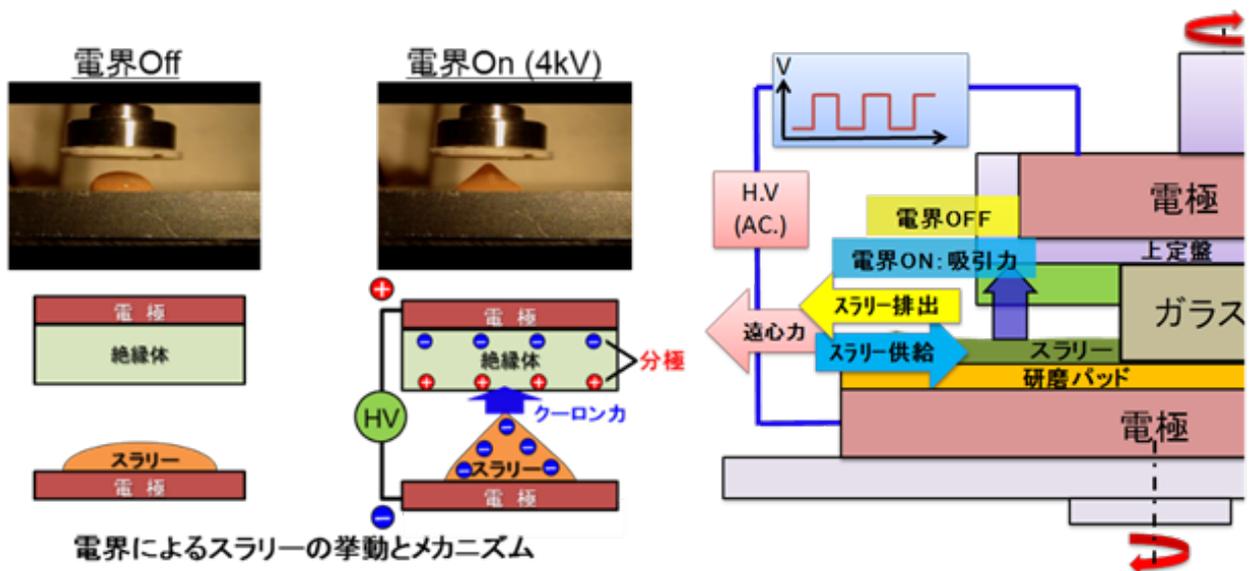
図⑦-1-9 既存及び開発研磨材を用いて研磨したガラスの表面粗さ比較

③-2 酸化セリウム砥粒使用量削減遊離砥粒研磨技術を確立するための要素技術確立(電界砥粒制御技術とトライボケミカル反応を融合する研磨技術の創出)

酸化セリウム砥粒の消費量を削減するために高い研磨効率の確立を目的として、従来の研磨技術に電界を付与する先進的な技術を開発した。

その結果について、以下のようにまとめた。

- 1) 電界環境下におけるスラリー運動特性解析: 電界を印加することによってスラリーに吸引力が作用することを明らかにし、電界の極性変化に追従して、ON の時にはスラリーは研磨下に容易に流入し、OFF の時には排出する良好な流れを捉えることに成功した(図⑦-1-10)。
- 2) 薄板状電極内蔵ポリシングパッドを開発: 電極付薄状プレートを開発し、電気絶縁性を確保しながら電極間距離を従来の 50%まで狭めることに成功し、電界強度を約 2 倍に高める構造を得た。
- 3) 電界制御トライボケミカル研磨技術の開発: 定盤回転速度を従来の 10 倍としたトライボケミカル研磨技術



図⑦-1-10 電界印加方式と制御メカニズム

に電界環境を取り入れることにより表面品位を維持したままで、従来と比較し約 2.5 倍の研磨レートが得られる技術を開発できた。通常の 1/10 の低濃度スラリーを使用することにより流動性が向上し、砥粒使用量を 80% 削減できることを明らかにした。

4) 電界環境下におけるスラリー寿命の基礎的検討: 界制御トライボケミカル研磨技術によって約 3 倍の延命効果が得られることを明らかにした。

5) 電界スラリー制御 CMP 技術の開発: 無電界すなわち従来の CMP 技術と比較し、電界を印加することにより、表面品位を維持しながら研磨レートを 20%向上する技術を得た。

6) 大型片面研磨装置による電界効果実証試験: 研磨レートは、電界を印加することによって無電界と比較し高い値を示した。とくに印加周波数 16Hz において研磨レートは最も高い値を示し、スクラッチ痕の発生も抑制することが分かった。この時の研磨レートは無電界と比較し 20%向上した。なお、砥粒濃度は 5wt%である。

7) 市販片面研磨装置における最適な電界条件の探求: 研磨レートは印加周波数に依存し、1.5Hz で最大値を示し無電界比で 20%の増加率を得た。表面粗さ Ra は印加周波数依存性は無く、1.5~32Hz で無電界比 13%の向上を示した。さらに、上定盤の電極サイズは試料に対し 10%サイズダウンすることによって最も高い研磨レートが得られることを明らかにした。一方、レーザー式の非接触式試料評価装置を開発し、研磨前後に

おける大型試料の厚み測定精度を向上させることに成功した。

8) スラリー滴下量が研磨レートに及ぼす影響： 1.5Hz の電界を印加することによってスラリー滴下量を 60% (50→20ml/min) 削減しても同等の研磨レートが得られることを明らかにした。

9) 研磨技術の高度化を図るためのスラリー溶媒を開発： 回転定盤下への良好なスラリー流れを発現させる溶媒を検討。分散剤を添加することによりスラリーの低粘度化を図ることができ、研磨レートが分散剤無添加スラリーと比較し研磨レートが 11% 向上することを得た。一方、NaCl の添加によって研磨レートが向上することを明らかにした。NaCl 添加スラリーに電界を印加することによって、30% の研磨レート向上を得た。

10) 酸化セリウム代替砥粒向け研磨技術の開発： AMIC 開発のジルコニア系代替砥粒 (カルシウムドーパ・ジルコニア系砥粒) を使用し、電界環境化で研磨特性を評価したところ、印加周波数 2Hz で研磨レートは無電界と比較し 40% 向上し、表面粗さ Ra も最も良好な値を示した。

11) スラリー滴下時における電界印加が研磨特性に及ぼす影響の評価： スラリーに直接電界を付与することが可能なスラリー供給チューブを開発した。滴下時に電界を印加することによって、研磨レートは 5% 向上することを明らかにした。

③-3 ラジカル環境場を考える革新的融合研磨技術とその開発 (ガラス基板と砥粒が活発な化学反応場を創生する革新的研磨技術の研究開発)

研磨メカニズムを追及し、それに基づいて研磨プロセス設計を行ない、酸化セリウム低減条件を搭載した研磨装置の実用化の指針を明らかにする。まず、酸化セリウムによるガラス基板の基本的研磨特性を把握した。これを踏まえて加工条件を絞り、摩擦抵抗測定装置 (集中研究室に設置したトライボメータ研磨装置) によって、加工レート、摩擦抵抗 (動摩擦係数 COF) と周波数スペクトルなどの加工パラメータの詳細を明らかにした。また、パッドの表面温度を測定するため、サーモグラフィー (研磨温度評価装置) を使用し、研磨特性との相関性を探る。さらに、酸化セリウムの代替材料となり得る固体酸化剤あるいはそれらの混合スラリーによるガラス基板の研磨特性を把握し、加えて、酸化セリウムや固体酸化剤などの粒子の焼成処理を施したときの詳細な研磨特性を検討した。

また、研磨プロセス設計という観点から、密閉式加工環境コントロール型 CMP 装置を用いて、OH ラジカルを発生させるべく、高圧雰囲気下で酸化チタン含有の酸化セリウムもしくは固体酸化剤のスラリーに紫外線を照射しつつ、光触媒反応を発生させ研磨の高効率化を検討した。

さらに、省スラリー化を狙う新しいパッド溝パターンを設計・試作し、スラリーの流れ等を観察するために高速度マイクロスコープを使用し、酸化セリウム使用量の低減を達成し得る溝パターンを確認した。酸化セリウム砥粒を含むスラリーを研磨下に集め、砥粒を無駄なく効果的に利用することによって摩擦磨耗を伴う化学反応とラジカル場の強力な反応を誘起させる。加工中の摩擦係数、温度測定やスラリーの流れ観測などが必須であると考え、トライボメータ装置を駆使・応用して研磨特性との相関を追究しつつ、融合研磨プロセスについて検討した。

その結果、次のような成果を得た。

1) 加工環境コントロール型 (ベルジャー型) CMP 装置による研磨において、高圧混合ガス環境 ($N_2:O_2=8:2$, 500kPaゲージ圧) における酸化セリウムスラリーによるガラス基板研磨で、約 50% のスラリー使用量低減を達成した。

2) 一般的に使用されている格子溝パッドと比較して、スラリー流入タイプの新規パッドにおいて約 20%、スラリー一排出タイプの新規パッドにおいて約 30% のスラリー使用量低減を達成した。

3) 酸化セリウム代替スラリーとして検討した酸化マンガン系スラリー (Mn_2O_3 -850°C焼成) によるガラス基板研

磨で、酸化セリウムスラリーを上回るパフォーマンス(高加工レート、良好な表面性状)を実現した。また、砥粒寿命調査を通して、酸化マンガン系スラリー砥粒の劣化もセリアと同様なメカニズムで進行することを明らかにした。

さらに、フラットパネルやハードディスクといったガラス基板研磨が必須となる産業への波及効果を念頭に置いて、加工環境コントロールという新たな研磨手法、新規溝形状を有するパッドの開発、代替砥粒としての低価格な酸化マンガンスラリーと、研磨技術に不可欠な3要素:スラリー、研磨パッド、研磨装置の全てに着目し研究開発を進めた。加工環境コントロール研磨手法は、現状運用されている設備に対して、装置自体の切り替えや密閉構造への改造が必要となるが、これまで行われてこなかった加工環境コントロールによる高圧環境研磨を適用することで、スラリー使用量の約50%を低減できることを示した。

さらに、酸化セリウムスラリーの新規代替材料として取り挙げた酸化マンガン系スラリーへの使用の切替えにより、酸化セリウムスラリーの使用量を大幅に低減することができた。

研究開発項目 ④「革新的オングストロームオーダー表面創製技術の開発」

上記の研究開発を統合し、フラットパネルディスプレイ及びハードディスクドライブ向けガラス用精密研磨用酸化セリウムの低減が可能となる革新的な研磨プロセス全体(ソフト・ハード両面)の実用化に向けた技術を開発した。

④-1 フラットパネルディスプレイのパネルガラス向け電界砥粒制御技術融合研磨技術を導入する片面大型迅速精密研磨の開発(電界砥粒制御技術により配置制御された砥粒によるガラス試料と摩擦磨耗が発現する化学反応によって加速される研磨技術の創出)

遊離砥粒研磨技術は、加工変質層の発生が抑えられ高品位な表面仕上げ技術として知られている。しかし、研磨効率が低く、用いる砥粒を過剰に使用しなければいけないという未解決な課題も有している。そこで、本研究は、この課題を解決するために砥粒を含むスラリーに電界を印加する配置制御技術を導入し、酸化セリウムスラリーの研磨下における飛散を抑制する。さらにその砥粒が良好に転動作用を発現し易い環境を整え、砥粒と試料界面が摩擦磨耗することにより、化学反応(トライボケミカル現象)を生じさせることで、研磨作用が進行促進する新たな技術を検討した。

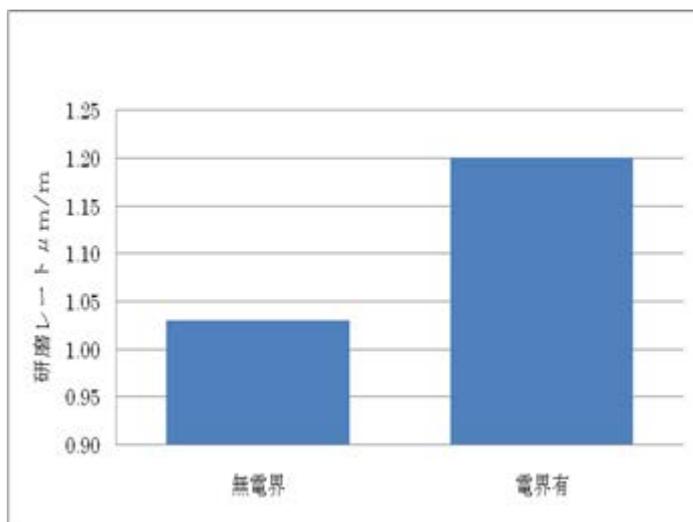
その結果、以下のような成果が得られた。

1) トライボケミカル研磨技術の可能性評価

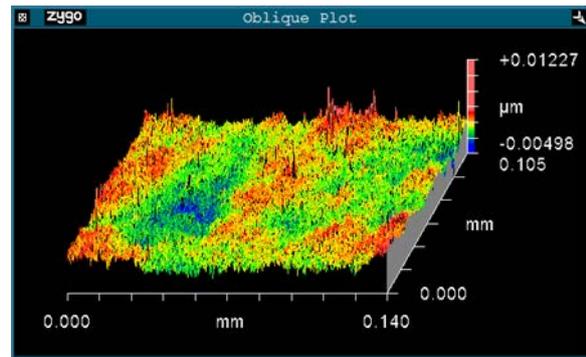
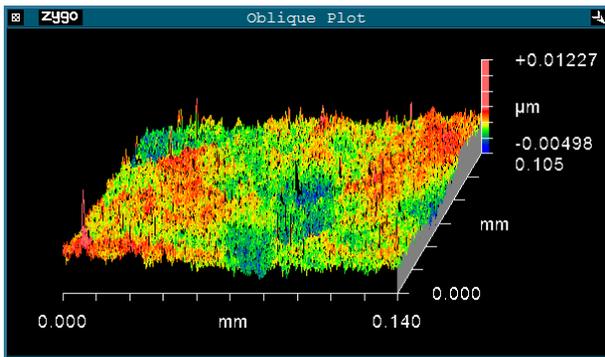
自社の設備を改造し得られた研磨レートは砥粒濃度10 wt%にて、従来比2.6倍を確認した。トライボケミカル研磨技術の可能性を見出した(図⑦-1-11、図⑦-1-12)。

2) 電界砥粒制御技術による高速流体スラリーの挙動観察実験

ハイスピードカメラを用いて電界有無におけるスラリー挙動解析を共同研究者である秋田県産業技術センターと一緒に、電界印加時にはスラリーが研磨下に容易に流入し、無電界時にはスラリーが回転定盤によ



図⑦-1-11 電界制御トライボケミカルにおける研磨速度の違い



図⑦-1-12 (a)無電界時 1.1nm Ra

(b) 電界印加時 1.0 nm Ra

る遠心力によって排出する挙動を捉えることに成功した。これより電界を印加することで、スラリーの配置制御が可能であることを明らかにすることができた。

3) 大型研磨評価装置に導入する電界制御トライボケミカル研磨技術

スラリー供給方式においてセンター方式とアウター方式について検討した。センター方式では、供給時に淀み点が発生し、スラリー流れが拘束される現象によって、研磨効率の向上がみられないことが判明した。一方、アウター方式では、良好なスラリー供給が可能であることを確認でき、研磨レートは、無電界下にて 1.0 $\mu\text{m}/\text{min}$ 電界印加時にて 1.2 $\mu\text{m}/\text{min}$ の 20%の研磨レート向上を確認した。

4) 研磨技術の高度化を図るためのスラリー溶媒の開発

回転定盤下への良好なスラリー流れを発現させる溶媒を検討した。分散剤を添加することによりスラリーの低粘度化を図ることを確認し、研磨レートが分散剤無添加スラリーと比較すると研磨レートが 11%向上した。

5) 電界制御トライボケミカル研磨技術の最適化

22 年度で得られたスラリー供給方式を踏襲し、電極形状により均等に研磨下へスラリーが供給されることが得られた。実用レベルの表面品位を維持しつつ、砥粒濃度 1 wt%にて電界印加時にて 1.1 $\mu\text{m}/\text{min}$ の研磨レートを確認した。これにより研究開発当初のスラリー濃度を 1/10 にすることが可能となった。

④-2 ハードディスクドライブ向けガラスディスク用両面超精密研磨技術の開発並びに省酸化セリウム遊離砥粒研磨技術を確立するための電界砥粒制御技術融合研磨技術の確立(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)

HDD 向けのガラス基板の研磨において、酸化セリウム砥粒の使用量を抑えてオンゲストロームオーダーに仕上げる研磨技術の開発が求められる。研究開発項目③-2 項で進められている電界をスラリーに印加してその飛散を抑制する電界制御 CMP 技術は上記要求を実現可能とする技術である。本研究項目に於いては、要素技術をベースに、生産機レベルにて本技術を適用するために、システムキットを開発する。システムキットとは、電界スラリー制御 CMP 技術を従来の研磨装置に導入可能とするものである。ユーザーとなる研磨企業の初期導入リスクに配慮し、安価なキット化を実現するために、既存装置の改造による導入が可能な方式を確立する必要がある。また、大型機の研磨領域においてラボベースの要素技術同様の電界効果が得られる構成になる必要があるため、実験により最適な電極形状・配置等を確立する必要がある。更に、これを大型機に適用し電界印加条件の最適化を図ることで、電界にて配置制御されたスラリーのメカノケミカル反応を効率化させ、低濃度のスラリーに於いても、高い研磨効率(研磨レート)とオンゲストロームオーダーの高品位な表面を創出可能な酸化セリウム遊離砥粒研磨技術を確立するものである。

本成果の概要を以下にまとめる

1) 既存研磨装置に電界スラリー制御CMPを導入するためのシステムキットの開発

既存 4way 研磨装置上部構成を改造することで技術を導入可能なシステムキットを開発できた。

2) システムキットを用いた小型研磨装置における研磨効率向上

開発したシステムキットを小型研磨装置に搭載し、電界印加により研磨効率 30%向上を得た。

3) 大型研磨装置において電界印加条件の最適化

電界スラリーCMP を大型装置に適用することにより、研磨効率が 16%向上した。

4) 実機を用いた酸化セリウム砥粒使用量削減の可能性検討

開発したスラリー溶媒を用いた実験を行い、秋田県産業技術センターのラボ実験同様、電界印加により良好な結果が得られた。

5) システムキットの改良による低濃度スラリーの研磨効率検討

改良したシステムキットを用い、電界印加条件の最適化に取り組んだことで、研磨効率が 44%向上した。

6) システムキットに最適化

最適化を行い、ジルコニア系代替砥粒を用いたスラリーで行った実験により、研磨効率が 32%向上した。

7) 両面研磨装置における最適なシステムキット構成を得る為、試作検討実施

構成部材をガラスエポキシ樹脂に変更したことにより、研磨レートの向上を確認した。

8) 旋回運動方式研磨装置におけるスラリー流れと電界印加条件の最適化

スラリーを定盤内部より供給し、電界印加周波数を 32Hz に設定することで、研磨レートの向上を確認した。

以上の成果が得られたことから、本研究項目は当初の目標を達成できた。

IV. 実用化の見通しについて

1. 実用化の見通し

本成果をもとに、以下の機関で酸化セリウムに替わる代替砥粒の実用展開と使用量低減技術による実用化、さらに事業化展開を目指している。それぞれ研究実施機関と研究実施項目および開発概要を表⑦-1-8に示す。

表⑦-1-8 実用化、事業化を展開中の機関とその概要

分類	研究実施項目	研究実施機関 (事業化企業)	開発概要
ナノ分散砥粒	②-1	一般財団法人ファインセラミックスセンター（堺化学工業株式会社）	ナノ分散新規砥粒の量産化
ジルコニア砥粒	②-2	AMIC（日陶顔料工業株式会社）	カルシウム含有ジルコニア系新規砥粒の量産化
砥粒リサイクル	③-2	秋田県産技センター、サイチ工業（サイチ工業、不二越機械工業）	砥粒リサイクル装置の開発
TA 工具	④-1	小林機械(小林機械)	電界砥粒制御に関して得られた基盤技術をもとに TA 工具の長寿命化技術へ展開
両面電界制御	④-2	サイチ工業株式会社(サイチ工業)	両面超精密研磨用電界スラリー制御装置の開発

1.1 成果の実用化可能性

(1) ナノ分散砥粒

本研究で開発したガラス精密研磨用新規砥粒であるナノ複合砥粒の材料設計は、化学作用性が大きい材料と機械作用性が大きい材料のナノ複合化によるCMP効果の発現に基づいている。このような材料設計指針のもと、セリウムフリーでありながら研磨速度が市販セリア系砥粒の80%、表面平滑性は市販砥粒を凌駕する代替砥粒の開発ができた。本研究では主として噴霧熱分解法を用いて球状の砥粒を合成し、CMP砥粒としての最適な材料設計指針を得るとともに、開発した砥粒を固相法や液相法といった一般の粉体量産現場で用いられる方法で合成しても、優れた研磨特性を実現しうることを実証した。

これらの量産化検討の後、JFCCで開発したナノ複合砥粒の材料設計指針に基づいた砥粒は、すでに堺化学工業株式会社を通じて実用化を果たした。すなわち、問い合わせ企業および関係機関にサンプル出荷を実施している。現在までに、ナノ複合砥粒のサンプルとして合計26kg程度を出荷しており、開発砥粒の市場投入へ向けた準備を進めている。

(2) ジルコニア砥粒

本研究で開発したカルシウム含有ジルコニア系砥粒は、日陶顔料工業株式会社より既にサンプル出荷による実用化を果たしている。現在までに、砥粒のサンプルとして47kgを出荷しており、後述する事業化を開始している。

(3) 砥粒リサイクル

本研究においては、得られた成果を基に試作開発した砥粒リサイクル装置を用い、各企業に対してサンプルテストを依頼し、実用化の観点からの評価を頂く。得られた評価より課題を抽出し、それらを解決することによって実用化可能である。

(4) TA 工具

電界砥粒制御に関して得られた基盤技術をもとに、電界砥粒制御技術を応用して使い捨て方式のスローアウェイ工具(インサート、以下TA工具)の長寿命化をはかる。すなわち、電界砥粒制御技術を適用した研磨加工により、切削工具の長寿命化と高効率な研磨の研究を行っている。切削工具に付いた製作上の研削痕や微細な傷から切削加工中に刃先が破損すると考え、これを研磨することで研削痕や微細な傷を排除し、工具の長寿命化を図る。現在、精密工学会、JST新技術説明会等で研究成果を発表し、TA工具の長寿命化のPRを実施した。その結果、複数の企業から連絡があり、TA工具の長寿命化の為に試作サンプルを提供中である。

(5) 両面電界制御

本研究における実用化は、高品位且つ省酸化セリウム遊離砥粒研磨技術である電界スラリー制御 CMP 技術を既存の両面研磨装置へ導入するためのオプション、すなわち電界スラリー制御 CMP システムキットを研磨企業に提供することである。研究開発で得られるシステムキットを実用化するためには、事業化を見据えた商品開発が必要である。この商品開発に対する課題抽出、およびその解決にむけて、アドバイザーボードに参画する各企業との意見交換、情報収集を綿密に進め、さらに試作品の評価をして頂くことで、実用化を実現する。

1.2 本成果の波及効果

(1) ナノ分散砥粒、ジルコニア砥粒

酸化セリウム系砥粒の代替として、既にガラスメーカー等市場ユーザーは酸化ジルコニウムや酸化鉄等への展開を始めている。特に、ユーザー企業からは既存の酸化セリウム系砥粒に替わる 100%完全代替の要望が著しく高い。こうした中、開発代替砥粒は、コストも現在の既存酸化セリウム系砥粒よりはるかに安く、また将来の既存酸化セリウム系砥粒の値下がり時でも十分価格競争力があり、市場に好意的に受け入れられると期待する。

そのほか、研磨スラリー用分散剤メーカーからの問い合わせや、協力の申し出も多く、単に砥粒としての波及効果にとどまらない。

また、当初の目的であった液晶基板用ガラスや磁気ディスク基板用ガラスのような超精密研磨以外の研磨を実施しているガラスメーカーからも打診がありその波及効果は極めて高いと考える。

(2) 砥粒リサイクル

砥粒リサイクル装置の実用化により、研磨企業の酸化セリウム砥粒使用量は削減され、ランニングコストの低下に寄与する。更に、砥粒をリサイクルすることにより産業廃棄物の処理コストや、環境への負担も低減される。ランニングコスト、及び産業廃棄物の処理コストが低減されることで、設備投資や雇用の維持、当該企業の競争力の向上等の波及効果が得られると考える。

(3)両面電界制御

本研究で開発した電界スラリーCMPシステムキットにより、ガラス研磨企業の酸化セリウム砥粒使用量は削減され、より高品位な試料表面を創成することが可能となる。よって研磨工程において上記砥粒価格の上昇により増加するランニングコストに歯止めをかけることが可能となり、これにより雇用の維持や設備投資が可能となる。更に、研磨の品位向上、高効率化により、日本の研磨産業の価格競争力を強化し、将来的には海外に流出する研磨産業を国内に呼び戻すことが期待される。これらより、大きな経済的・社会的波及効果を生むものとする。

また、本技術は低濃度スラリーの使用を推奨する。よって、高品位な試料表面を創成するために、砥粒メーカーには、分級技術の高度化を提案する。これより、砥粒メーカーの技術的な競争力は向上し、人材育成につながるものとする。研磨パッドメーカーに於いても、新たに電界スラリー制御 CMP 専用の研磨パッドを提案することで、新たな技術開発要素を創出でき、これより、砥粒メーカー同様、技術的な競争力は向上し、人材育成効果を期待できる。

また、本仕上げ技術は半導体分野において、単結晶サファイヤや炭化ケイ素等の硬脆材の研磨への適用も可能である。これより、次世代半導体の品位向上、低コスト化に貢献し、普及に大きく貢献できる。

2. 事業化の見通し

(1)ナノ分散砥粒

1. 1 で示したサンプル出荷とともに事業化に向けた取り組みを進めた。すなわち、今後の開発砥粒の事業化のためには、ラボレベルの粉体合成設備ではなく、事業所レベルの粉体量産が不可欠である。そこで、JFCCでは、開発したナノ複合砥粒に関する知見をもとに、民間材料メーカーである堺化学工業株式会社との共同研究を行った。共同研究の中で、本研究で開発した材料設計指針に基づいた優れた研磨特性を有するセリウムフリーのナノ複合砥粒を「低コストで量産できる方法」についても検討を行った。その結果、JFCC が有するナノ複合砥粒に関する知見と、堺化学工業株式会社が有する粉体合成技術を融合することで、ナノ複合砥粒の量産の見通しが立ち、ガラス精密研磨用砥粒としての事業化の展開を図ることとなった。そこで、展示会(第13回国際ナノテクノロジー総合展・技術会議, 2014.1.29-31、イノベーション・ジャパン 2014, 2014.9.11-12)への出展、および新聞発表(2014.2.28 化学工業日報)を通して、ユーザーへ向けた開発砥粒の事業化を広くPRし、サンプル提供と合わせて事業化へ向けて進めている。

(2)ジルコニア砥粒

1. 1 で示したサンプル出荷とともに、既に現在までに12kgの販売を行っており、事業化を果たしている。これまでの事業化にむけた取り組みは以下の通りである。

京大 & 三重県産業支援センター(AMIC)で開発、日本国特許(第5046259号)を取得した既存砥粒の改良による代替砥粒(Ca含有ZrO₂系砥粒)について、以下のステップで実用化および事業化を推進した。

・日陶顔料工業株式会社(三重県)と特許使用許諾契約締結

開発元である三重県産業支援センターと同地域(三重県)にある企業の中からZrO₂の開発・生産力のある日陶顔料工業株式会社(以下、日陶顔料社と略記)と特許使用許諾契約を締結した。

・日陶顔料社での量産技術および顧客フォロー体制確立支援

1)日陶顔料社にて量産化するに際し、Ca含有ZrO₂系代替砥粒と研磨技術に関するノウハウを移管した。

同社の設備を活用することで、最大月産10トンの量産が可能になった。

2)顧客が保有する生産用両面研磨機による研磨性能を再現するために日陶顔料社が導入した生産用両面研磨機の技術支援を実施し、同社の顧客フォローを支援した。

・販売促進活動

ナノテク 2014、イノベーション・ジャパン 2014 等の展示会に共同で参画し、販売促進活動を実施した

(3)砥粒リサイクル

1)事業化までの道筋

H26 年度中に試作開発したリサイクル装置(図⑦-1-13)を用い、さまざまな砥粒のリサイクル実験を行い、かつ商品としてのデザイン性、安全性、耐久性、及装置価格の妥当性を検討していく。また、展示会へ出展することで装置のPRをしつつ、情報収集を行い顧客のニーズを把握し、H27 年度より新規事業として展開していく。

2)ユーザーニーズ

既存酸化セリウム砥粒の価格は 2011 年 1 月には 2008 年比で約 8 倍に高騰した。セリウムはレアアースの一種でありその産出地域が偏在していることから、常に価格高騰、及び供給不安の懸念がある。このため、砥粒リサイクル装置の販売ターゲットである研磨企業に於いては既存酸化セリウム砥粒のリサイクルはニーズに合致した技術であるとともに、本顧客ニーズは一過性のものではなく、将来的にも顧客ニーズとしては続くと考えられる。



図⑦-1-13 砥粒リサイクル装置
(H26 年度仕様)

3)市場規模と成長性

本事業における市場規模は、工業統計から、販売ターゲットとなるガラス研磨加工企業を算出すると 575 社ある。また、中小研磨企業一社当たりの研磨装置平均保有台数は 20 台程度と言われている。これより国内の研磨装置は 11,500 台となる。本リサイクル装置はその処理容量から研磨装置 5 台に対して 1 台を目安としているため、国内研磨装置保有台数をベースとし、販売予定価格 500 万円/台として市場規模を算出すると、1,150,000 万円と見込まれる。

また、本装置は酸化セリウム砥粒以外への適用も可能であり、砥粒の種類を選ばず研磨企業のコストダウンに寄与する。よって、長期的な事業の継続が可能であると見込んでいる。

4)本成果の優位性

薬品を用いたリサイクル装置では、大型の設備とランニングコストを要する。また、遠心分離を用いたリサイクル装置で回収した研磨砥粒は、未使用砥粒と比較して研磨効率がおおむね低下する傾向がある。

本リサイクル装置は、薬品等を用いないことからランニングコストは不要である。また、リサイクルした研磨砥粒の研磨効率は未使用砥粒と比較して 97%と、同等の研磨能力を維持することが可能である。

5)事業展開

本装置は、アドバイザーボードである不二越機械工業を代理店として同社の販売ネットワークを活用する予定である。さらに、自社販売での促進も図る為、展示会への出展、及び取引先を通じた販路拡大を図るなど、販売・営業体制を強化する。

(4)TA 工具

電界砥粒制御技術を適用した研磨加工により、切削工具の長寿命化と高効率な研磨の研究を行っている。切削工具に付いた製作上の研削痕や微細な傷から切削加工中に刃先が破損すると考え、これを研磨することで研削痕や微細な傷を排除し、工具の長寿命化を図る。

電界砥粒制御技術は、例えば、絶縁オイルであるシリコンオイルの中にダイヤモンドなどの砥粒を分散させ、この流体に交流電界を加えると、砥粒が印加周波数に共振して流体中を運動する。この挙動を遊離砥粒研磨に応用すると被加工面に砥粒を集めることが可能である。すなわち、加工面の仕上げ品位は高いが、効率が低いと言われる遊離砥粒研磨を高効率化することが可能である。

そこで、長寿命化が最も望まれると考えられる、TA 工具に着目した。そして、TA 工具刃先に電界砥粒制御技術を適用して研磨加工することにより、TA 工具の状態を把握した。そして、切削後の工具刃先の損傷状態を調査し、比較検討することで、工具の長寿命化の可能性を検討した。

研磨装置は、TA 工具の刃先専用の工具刃先研磨装置を用いて研磨実験を行う。

研磨定盤とTA 工具ホルダ間に交流電圧を印加し研磨する。TA 工具ホルダはNC 制御機構を有し、駆動軸に絶縁された状態で配置され、切込み、遥動を任意に行うことが出来る。また、TA 工具ホルダが回転することにより工具の刃先先端から中央部までを研磨する。

本装置を用いて研磨加工を行ったTA 工具を用いた切削実験を行い、逃げ面の磨耗量変化を調査した。

TA 工具刃先を電界砥粒制御技術を用いた研磨技術により仕上げることで、工具の長寿命化が確認できた。

(5)両面電界制御

1)事業化までの道筋

H22 年度までのシステムキットを用いた電界スラリー制御 CMP 技術開発の成果をベースとし、試作機を製作する。本試作機を、アドバイザーボードへ導入し評価を実施する。前述のアドバイザーボードからの評価をフィードバックしながら、技術開発と並行して商品開発を進めることで実用化レベルの製品試作を実施し、展示会に出展する。さらに顧客評価をフィードバックし販売装置としてのブラッシュアップを行いつつ販売体制の整備を進め、H28 年度から新規事業としての展開を目指す。

2)ユーザーニーズ

既存酸化セリウム系砥粒価格は2011年1月には2008年比で約8倍に高騰している。現在は当時に比較すると安定した価格ではあるものの、レアアースの一種でありその産出地域が偏在していることから、常に価格高騰、及び供給不安の懸念がある。このため、販売ターゲットであるガラス研磨企業に於いては既存酸化セリウム系砥粒の削減が課題となっているとともに、本顧客ニーズは一過性のものではなく、将来的にも顧客ニーズとしては続くと考えられる。

3)市場規模と成長性

本事業における市場規模は、工業統計から、販売ターゲットとなるガラス研磨加工企業を算出すると 575 社ある。また、中小研磨企業一社当たりの研磨装置平均保有台数は 20 台程度と言われている。これより国内の研磨装置は 11,500 台となる。本システムキットは既存研磨装置へ導入するという形をとるため、この国内研磨装置保有台数をベースとし、販売予定価格 600 万円/台(導入する研磨装置のサイズにより価格は変動するが、平均価格として算出)として市場規模を算出すると、6,900,000 万円と見込まれる。

また、本成果は、酸化セリウム砥粒のみではなく、代替砥粒への適用も可能であり、砥粒種を選ばずガラス研磨企業の研磨コストダウンに寄与する。よって、長期的な事業の継続が可能であると見込んでいる。

4)本成果の優位性

ユーザーにとって、既存ラインの大幅な変更は、設備投資金額の増加だけではなく、変更に伴う最適工程の再構築や、川下企業から再評価を受ける必要があるなど多くのリスクが発生する。本成果はユーザー企業の技術導入リスクに配慮した開発を進めており、既存の生産ラインを変更することなく、少ない設備投資額にて効果が得られることから、競合技術と比較して優位性を有すると考える。

5)事業展開

事業化当初は、サイチ工業株式会社がネットワークを有する秋田県内に集積しているガラス研磨企業に対して営業活動を行う。さらに、展示会出展等のPRを積極的に実施し、全国展開を図るとともに、部品の規格化や金型を用いた成型品に切り替えることで低コスト化を図り、上記売上目標達成を目指す。

⑦-2 精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発および代替材料開発／
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

Ⅲ. 研究開発成果について

1. 事業全体の成果

ガラスの鏡面研磨における酸化セリウムの使用量を30%低減できる技術開発を、研磨特性を支配する砥粒・メディア粒子・研磨パッド（研磨工具）・プロセス技術の4つの観点で、「複合砥粒の研究開発」、「メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発」、「研磨特性を向上させる研磨パッドの研究開発」、「プロセス技術の研究開発」の4つの研究テーマを立て遂行した。

（1）複合砥粒の研究開発（立命館大学、㈱アドマテックス）

複合砥粒の製造法およびコア粒子材質や形状の検討を行い、酸化セリウムの成分割合が30%以下となる有機無機複合砥粒を開発した。また、コア粒子の材質としてウレタン樹脂が適していることを見出し、さらに比重や形状を変更して滞留性を高めることで、ソーダガラスを中心とした硝材の研磨において50%の研磨特性の向上を達成した。また、コア粒子に付着していない遊離した砥粒を分級除去することにより、従来の酸化セリウムと同等の研磨特性を発揮し、その使用割合を約90%削減した複合砥粒を開発した。有識者メンバーおよび実用化推進委員メンバーに対して、その最適な有機無機複合砥粒のサンプル提供を実施した。

（2）メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発（立命館大学、㈱アドマテックス）

加工域に砥粒、工具（研磨パッド）、工作物、メディア粒子の4種類の固体（4BODY）が存在する複合粒子研磨法の採用で、幾何学的精度や加工安定性のきわめて優れた研磨が行えることを確認した。砥粒の滞留性を改善する異形の有機または無機メディア粒子を採用することで、通常研磨の1.4倍の研磨特性を達成した。また、表面形状を微細に制御し、酸化セリウムとほぼ同等の研磨特性を有する酸化ジルコニウム砥粒を開発した。これらの無機メディア粒子に関しては一部有識者にサンプル提供を行った。

（3）研磨特性を向上させる研磨パッドの研究開発（立命館大学、九重電気㈱）

研磨パッド材質にエポキシ樹脂を採用し、その硬度を従来多用されているウレタン樹脂研磨パッド並に調整することでソーダガラスを中心とした硝材に対して2倍以上の研磨特性を達成した。このことで酸化セリウム使用量を半減できることが判明した。さらに代替砥粒として酸化ジルコニウムが使用できることを見出した。多孔質エポキシ樹脂研磨パッドは平成24年4月に上市化を達成した。それに伴い、本事業での研究開発を前倒しして終了し（同年3月）、同年4月から仕上げ研磨用スエードパッドの高機能化の研究開発を実施した。ウレタンベースのスエードパッドにエポキシ樹脂を適量添加することにより、従来パッドの2倍の研磨特性を達成した。

また、大口径のソーダガラスに対して溝切りを行うことなく均質に研磨できる隙間調整型研磨パッドを開発した。エポキシパッドやエポキシウレタンパッドの隙間調整型パッドを開発し、直径100mm程度の工作物を均質に研磨できる隙間調整粒子を見出した。

（4）プロセス技術の研究開発（立命館大学、㈱クリスタル光学）

砥粒を全く使用せず化学的研磨により遊離砥粒研磨と同等な研磨特性を得ることのできるプロセス技術の開発を行い、三元系のエッチャントを使用すれば、pHが5以上の現場や環境に優しい溶液で鏡面仕上げが可能となること、高形状精度を達成するためにエッチャントの侵入が容易な研磨工具・研磨機構が必要となることを確認した。ジルコニア砥粒の高効率化を図るため、pHを調整してこの酸化ジルコニウムを凝集させたり、酸化ジルコニウムに酸化亜鉛等の高比重酸化粒子（移動抑制粒子）を添加したりすることで砥粒の滞留性を高め、石英ガラスなど硬質ガラスに対しても酸化セリウムと同等の研磨特性を達成した。

共振研磨に関しては酸化セリウムの場合砥粒の電極付着が生じ研磨の阻害要因が発生することが確認されたため、平成22年度に研究開発を中止した。その代替として、研磨パッドの表面処理による高機能化技術および前工程である粗研磨加工の高機能化の研究を実施した。研磨工具の表面処

理では親水性に優れたエポキシ樹脂やポリイミド樹脂を表面塗布することで高研磨性能が得られることを確認した。また金属繊維焼結ラップ工具を開発することと、砥粒の滞留性を改善する粒子を添加したラップ砥粒を開発することで、通常研磨を上回る研磨特性を達成した。

表⑦-2-1 事業全体の成果

目 標	研究開発成果	達成度	課題と解決方針 ※未達の場合のみ
<p>プロジェクト全体の目標</p> <p>(1) 複合砥粒の研究開発 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を中心とした硝材に対して従来の酸化セリウム砥粒と同等以上の研磨特性(研磨能率と仕上げ面粗さの比)を実現する複合砥粒を見出す。</p> <p>(2) メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発 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の1.4倍以上の研磨特性を実現するメディア粒子を見出す。</p> <p>(3) 研磨特性を向上させる研磨パッドの研究開発 ソーダガラスを中心とした硝材に対して従来の多孔質ウレタン研磨パッドに比較して、1.4倍以上の研磨特性を実現する多孔質研磨パッドを見出す。また、大口径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す。</p> <p>(4) プロセス技術の研究開発 ソーダガラスを中心とした硝材に対して従来の酸化セリウムを用いた研磨の研磨特性と同等の研磨特性を実現する化学援用研磨技術を確立する。また、水晶の研磨特性を従来の1.1倍以上に対する共振研磨技術を実現する。</p>	<p>目標に対する成果</p> <p>(1) 酸化セリウムの成分割合を30%低減した複合砥粒を開発。従来研磨比で50%の研磨特性向上。有識者委員および実用化推進委員にサンプル提供を実施。</p> <p>(2) 従来研磨の1.4倍の研磨特性。一部を有識者委員および実用化推進委員にサンプル提供を実施。</p> <p>(3) エポキシパッドにより研磨特性を2倍に向上。酸化ジルコニウムにより酸化セリウムを代替。有識者委員および実用化推進委員にサンプル提供を実施。高い評価が得られたため平成24年4月に上市化を達成。隙間調整型研磨パッドにより大型工作物の均質な研磨を達成。</p> <p>(4) 化学援用研磨では、砥粒を用いず鏡面仕上げ可能であることを確認。滞留性を高める添加物により酸化ジルコニウム代替砥粒を開発。共振研磨は解決困難な物理現象が発生したこと、電場の作用で加工現場の受け入れに対する抵抗が強いことから平成22年度に中止。研磨パッドの表面処理技術は有識者委員および実用化推進委員に手法を伝授。高機能ラップ工具はサンプル提供を実施。</p>	<p>(1) 達成</p> <p>(2) 達成</p> <p>(3) 大幅達成</p> <p>(4) 化学援用研磨技術に関しては達成。共振研磨に関しては平成22年度に開発を中止。研磨パッドの表面処理技術および前加工法の高機能化技術については達成</p>	<p>(4) 共振研磨技術の開発に代わり、平成23年度から研磨パッドの表面処理技術および前加工法の高機能化の研究開発を実施した。</p>

2. 研究開発項目毎の成果

2.1 成果の内容

(1) 複合砥粒の開発

複合砥粒は母粒子に有機物や無機物を配置し、子粒子に酸化セリウム砥粒を配置したコアシェル構造の砥粒で、2~10 μm の平均粒径を持っていることから、工作物と研磨パッドの直接接触を防ぎ研磨能率を向上させる。また、比重が小さくなることから砥粒の分散性を高め、遊離した砥粒が存在しないために洗浄性を向上させる。さらに複合砥粒は流動して使用されるため、幾何学的精度の向上が期待できる。

1) 無機複合砥粒の開発

比較的比重の小さい(3程度)無機物の母粒子の表面に酸化セリウム砥粒を付着させた無機無機複合砥粒(無機複合砥粒と称する)の開発を行った。まず硝酸セリウムとアンモニアの反応を利用した沈殿法による無機複合砥粒の製作では、単一成分の純度の高い酸化セリウムが母粒子の表面に生成されるため、複数成分の混在している通常の酸化セリウムに比較して研磨特性(研磨能率と到達仕上げ面粗さの比)が非常に低いものになってしまうことが判明した。そこで、オートクレーブを用いた水熱合成法による複合化を検討した。シリカあるいはアルミナを母粒子として市販の酸化セリウムを表面に付着させた無機複合砥粒の生成に成功した。開発した酸化ジルコニウム砥粒の無機複合砥粒を作製してソーダガラスの研磨を行った結果、酸化セリウム砥粒と同等の研磨特性(図7-2-1(a))が得られ、酸化セリウム砥粒の70%の削減ができた。開発した酸化ジルコニウム砥粒および無機複合砥粒を用いて無アルカリガラスの研磨実験を実施した結果は図7-2-1(b)に示される。酸化ジルコニウム砥粒は酸化セリウム砥粒に比べて研磨能率が僅かに低いが仕上げ面粗さが改善されたため、酸化セリウムの90%以上の削減ができた。また、無機複合砥粒は酸化セリウムと同じような研磨特性が実現したので、酸化セリウムの使用量が70%低減できた。また、独自に開発した酸化ジルコニウム砥粒はその研磨特性が通常の酸化セリウム砥粒に及ばないが8割程度(ソーダガラスが研磨対象)に達した。

2) 有機無機複合砥粒の開発

ポリマー微粒子の表面に酸化セリウム砥粒を付着させた有機無機複合砥粒の開発を行った。有機無機複合砥粒は、母粒子のポリマー微粒子と子粒子の砥粒を乾式混合することで製造することができる。母粒子表面が摩擦熱で軟化し、これに子粒子が突き刺さることで複合砥粒が完成する。このような物理的付着であるため、よほどの力が作用しない限り、子粒子が母粒子から脱落することはない。母粒子としては子粒子の5倍以上の大きさが好ましく、粒径が10 μm 前後のポリマー微粒子を使用した。母粒子の材質や硬度を変化させて最適化を行った結果、図7-2-2に示されるように母粒子にウレタン樹脂の硬度の高いものを使用した際に、酸化セリウム砥粒を用いた従来研磨より20%程度高い研磨能率が達成できた。この複合砥粒では酸化セリウムの成分割合が体積%で30%以下となるため目標の数値は達成できるが、有機無機複合砥粒の場合400円/kg程度のコストアップが生じるため、さらなる研磨特性の向上が求められる。そこで、複合砥粒の滞留性を向上させるために、高比重の母粒子および異形状

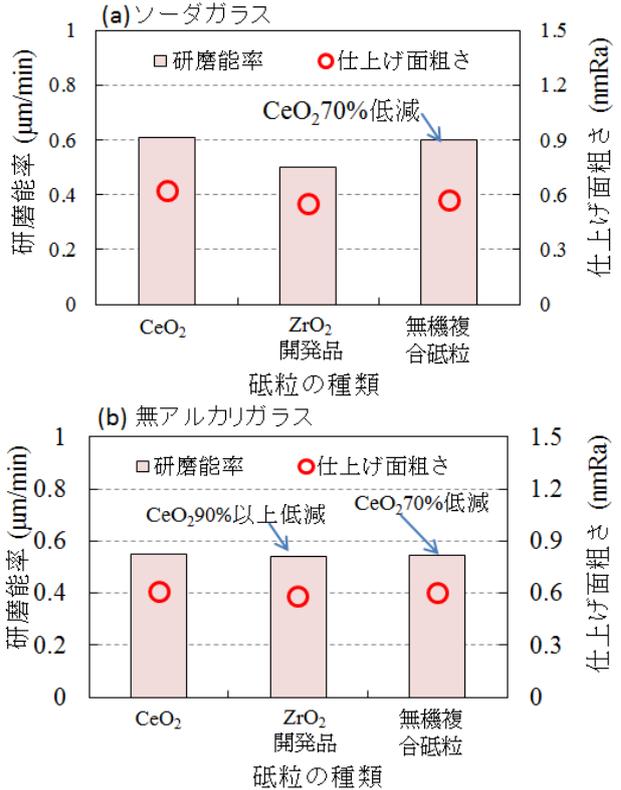


図7-2-1 無機複合砥粒の研磨特性

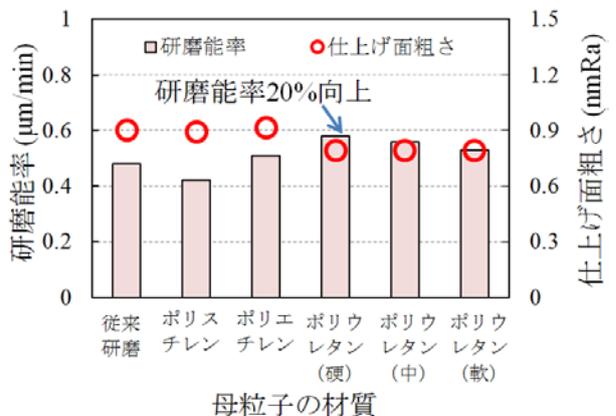


図7-2-2 有機無機複合砥粒の母粒子材質と研磨特性の関係

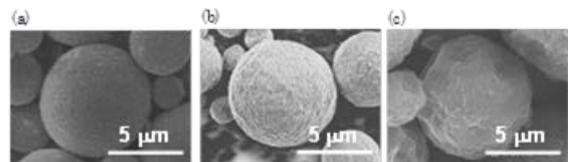


図7-2-3 有機無機複合砥粒の母粒子のSEM像 (a)真球状粒子、(b)高比重粒子、(c)異形粒子

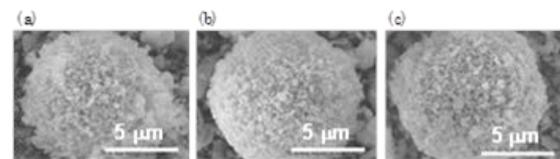
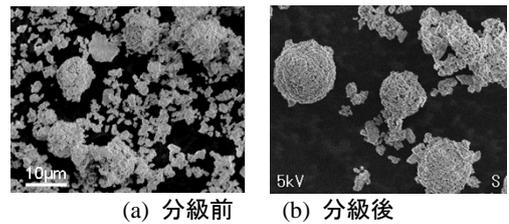
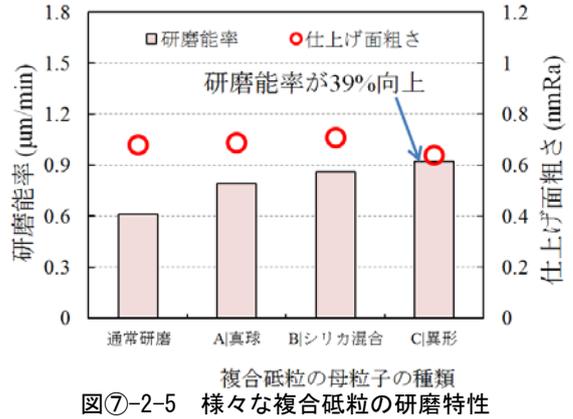


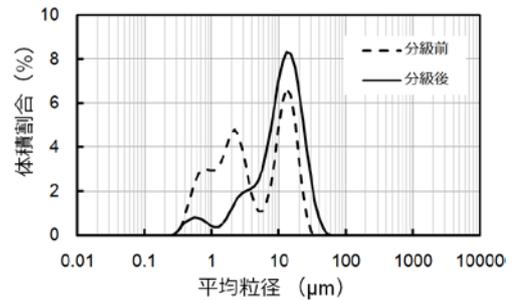
図7-2-4 有機無機複合砥粒のSEM像 (a)真球状粒子、(b)高比重粒子、(c)異形粒子の複合砥粒

の母粒子を用いて有機無機複合砥粒の製造を試みた。母粒子Aは、比較の基本とした母粒子で、上記で20%の研磨能率向上を果たしたウレタン樹脂の母粒子である。これに対して、母粒子Bは母粒子Aに平均粒径 $0.5\mu\text{m}$ のシリカを30wt%含有させて比重を高めた母粒子で、母粒子Cは表面にくぼみが存在する異形の粒子である。母粒子Aの比重は $1.18\text{g}/\text{cm}^3$ であるのに対して、母粒子Bの比重は $1.37\text{g}/\text{cm}^3$ となっている。これらの母粒子およびその複合砥粒のSEM観察像を図⑦-2-3 および図⑦-2-4 にそれぞれ示す。これらの複合砥粒を用いてソーダガラスの研磨を行った結果、図⑦-2-5 に示されるように従来研磨に対して高比重の複合砥粒Bで37%の研磨能率向上、異形の複合砥粒Cで39%の研磨能率向上を実現した。30分の研磨で達成した仕上げ面粗さはほぼ同程度の値となっている。また、有機無機複合砥粒の採用により研磨後ガラス表面の形状精度が向上することが明らかとなった。研磨後ガラス表面の形状を空間周波数解析（パワースペクトル密度解析）した結果、測定した全ての空間波長領域において、従来研磨と比較して複合砥粒によりパワースペクトル密度が小さく、形状精度が向上することが確認された。研磨後ガラスのふち形状を測定した結果、複合砥粒を用いる場合従来研磨よりふちだれの小さい工作物を得ることが可能となった。

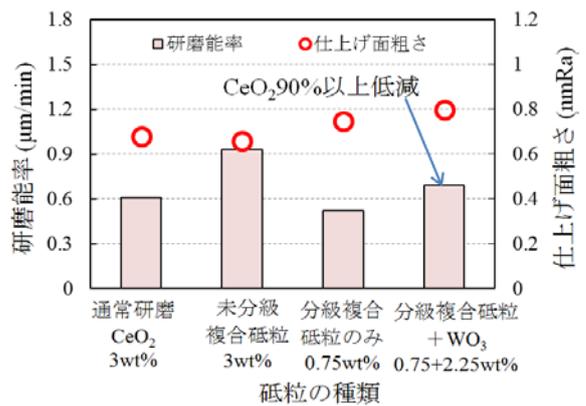
有機無機複合砥粒は母粒子と砥粒を混合、乾式攪拌して製造する。母粒子に十分な砥粒を付着させるため、砥粒の混合比を高くして製造する。そのため、製造後の複合砥粒には図⑦-2-6(a)に示すように母粒子に付着せず遊離した酸化セリウム砥粒が含まれている。これらの遊離した砥粒は複合砥粒よりも粒径が小さいため、直接的にガラスの研磨に寄与しないと考えられ、余分な砥粒を除去することで酸化セリウム砥粒の使用量を低減できる。そこで、気流分級により複合砥粒から遊離した砥粒の除去を行った。図⑦-2-6(b)に示すように、分級後には遊離した砥粒がほぼ除去されている様子がわかる。また、分級前後の粉末の粒度分布計測（図⑦-2-7）をし、分級処理によりサブミクロンから $2\mu\text{m}$ 程度の粒径を持つ粒子の比率が低減されており、複合砥粒の粒径である $10\mu\text{m}$ 前後の粒度分布が高くなることがわかった。上記の分級処理が研磨特性に与える影響を調べたものが図⑦-2-8 である。複合砥粒の母粒子には異形ポリマー粒子Cを用いた。未分級砥粒には、複合砥粒が25%程度の割合で含まれている。そこで砥粒濃度は未分級品の3wt%に対し、分級品は0.75wt%とした。未分級品の研磨能率は通常研磨と比較して1.5倍程度の研磨能率が得られたのに対し、分級処理した砥粒では研磨能率が低下し、通常砥粒よりも低い値を示した。分級処理による砥粒の母粒子からの脱離は見られなかったため、この研磨能率の低下は遊離した酸化セリウム砥粒の除去によるものと考えられる。遊離した砥粒は複合砥粒の粒径よりも $1/10$ 程度の粒径であり、これが直接ガラス表面に作用するとは考えにくい。そこで、この遊離した砥粒はスラリー中において複合砥粒の間に存在し、その動きを妨げ、結果として複合砥粒の滞留性を高めていると思われる。砥粒の動きを抑制するために分級した複合砥粒に酸化タングステンを添加した。酸化タングステンを分級した複合砥粒に添加することにより分級した複合砥粒より研磨特性が回復されることが確認された。未分級複



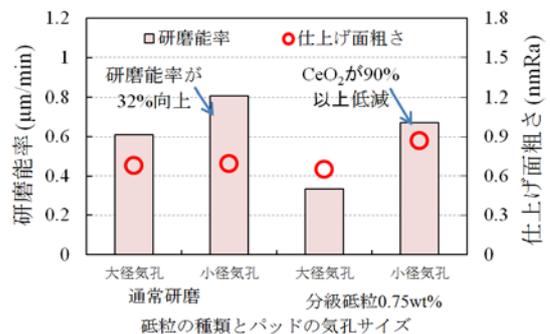
図⑦-2-6 分級前後の複合砥粒のSEM像



図⑦-2-7 分級前後の複合砥粒の粒度分布



図⑦-2-8 複合砥粒への移動抑制粒子の添加効果



図⑦-2-9 有機メディア粒子の添加濃度と研磨特性

合砥粒より研磨能率が低いが、遊離した酸化セリウム砥粒がほとんどないため、酸化セリウム砥粒の使用量が大きく削減できた。また、研磨パッドの気孔サイズと複合砥粒の研磨特性との関係を調査した。図⑦-2-9に示されるように小径気孔の研磨パッドを使用するだけでも研磨能率が30%以上向上できることが確認された。また、分級した複合砥粒を使用するにより、大径気孔パッドの気孔に複合砥粒が入り込むことにより研磨に作用しなくなり研磨能率の低下が見られた。小径気孔の研磨パッドを使用すると複合砥粒が小径気孔にはまり、通常研磨より研磨特性がよくなることが分かった。複合砥粒に含有する酸化セリウムが少ないため、酸化セリウム砥粒の使用量が大幅に低減される。

これらの研磨性能に優れる有機無機複合砥粒は有識者メンバーおよび実用化推進委員メンバーに平成22年9月よりサンプル提供を開始した。

(2) メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発

加工域に砥粒、工具（研磨パッド）、工作物、メディア粒子の4種類の固体（4BODY）が存在する複合粒子研磨法を採用することで、従来の研磨法（3BODY）より解空間が広がり、従来研磨では達成できない種々の研磨特性が実現できる。複合粒子研磨法ではメディア粒子に砥粒を吸着させて研磨を行い、幾何学的精度や加工安定性が向上し、スクラッチの発生が抑制できる。また研磨パッドのドレス寿命を延ばすことができる。

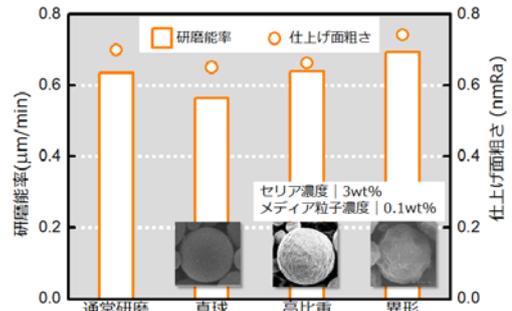
また、酸化セリウム砥粒の代替砥粒として酸化ジルコニウム砥粒を独自に開発し、砥粒の粒度分布や砥粒の形状（表面積等）を調整することにより市販の酸化ジルコニウム砥粒より研磨特性が大幅に向上した。

1) 有機メディア粒子の開発

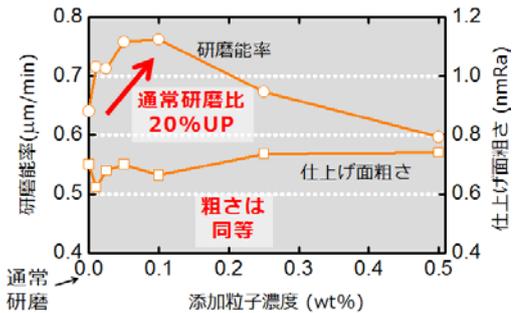
有機メディア粒子の場合濃度を上げると研磨能率が低下するという問題点があり、その原因究明を行った結果、ポリマー微粒子製造時に使用される界面活性剤が悪影響を及ぼしていることが判明した。そこで、界面活性剤を使用せず製造されたウレタン樹脂微粒子をメディア粒子に採用した結果、従来研磨とほぼ同等の研磨特性を得ることが可能になった。

また有機無機複合砥粒と同様に滞留性に着目してメディア粒子として高比重微粒子や異形状微粒子の適用を行った。その結果、図⑦-2-10に示されるようにメディア粒子の形態による研磨特性の変化に関しては複合砥粒と同じ傾向であることが確認された。ただし、複合粒子研磨は通常研磨より研磨特性が向上するが、

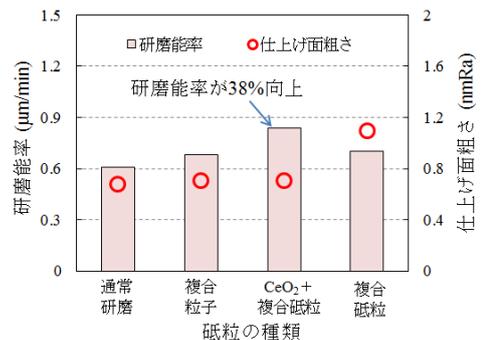
(1)で紹介した複合砥粒研磨に比べてその上昇率が低いことがわかった。また、研磨特性が最も異形ポリマー粒子を用いてメディア粒子の添加濃度と研磨特性の関係を調査した。図⑦-2-11に示されるようにメディア粒子が0.1wt%の濃度で添加した時に、優れた仕上げ面粗さを維持しながら通常研磨に対して20%研磨能率を向上させることができることが判明した。研磨に作用する酸化セリウム砥粒の動きを抑制するためにスラリーに複合砥粒を添加し、その研磨特性を調査した。図⑦-2-12に示すように複合砥粒を添加した場合、複合砥粒とメディアの粒子の二重効果が表れ、研磨能率が38%向上できた。また、メディア粒子の種類による研磨特性の変化を調べた。ポリマーのサイズに関しては、図⑦-2-13に示すように6 μm の小径粒子が10 μm の通常粒子より研磨特性がよいことが分かった



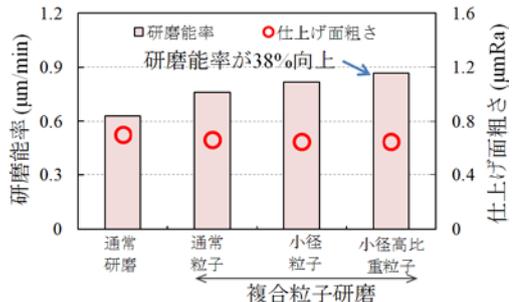
図⑦-2-10 有機メディア粒子の研磨特性



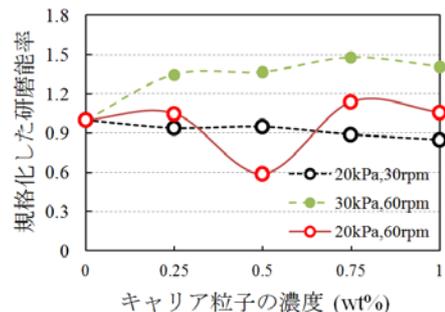
図⑦-2-11 有機メディア粒子の添加濃度と研磨特性



図⑦-2-12 複合砥粒がメディア粒子とした効果



図⑦-2-13 メディア粒子の種類と研磨特性の関係



図⑦-2-14 無機メディア粒子の添加濃度・研磨条件と研磨特性の関係

た。小径高比重のメディア粒子を使用すれば、さらに研磨能率が38%向上することが確認されている。

2) 無機メディア粒子の開発

親水性無機粒子は酸化セリウム砥粒の付着がよく、有機メディア粒子のような界面活性剤の問題点はない。当初ポリマー微粒子と比重が同等の多孔質無機粒子を採用したが、滞留性が低下して研磨特性を向上させることができなかった。そこで、比重の大きいシリカ粒子の適用を試みた。図⑦-2-14は様々な研磨条件において無機メディア粒子であるシリカ粒子濃度が研磨能率に与える影響を評価したものである。ソーダガラスの通常研磨に対して、シリカ粒子濃度を0.75wt%、研磨圧力30kPa、回転速度60rpmとした時に通常研磨の約1.4倍の研磨特性を得た。その研磨特性には酸化セリウム砥粒の付着性が大きく影響を及ぼすことから、今後無機メディア粒子の付着特性の改善を図る。

3) 酸化ジルコニウム砥粒の開発

酸化セリウム砥粒の代替砥粒として可能性の高い酸化ジルコニウム砥粒の粒度分布や砥粒の形状（表面積等）を精密に制御することにより高機能酸化ジルコニウム砥粒の開発に成功した。市販の酸化ジルコニウム砥粒より研磨特性が大幅に向上した。図⑦-2-15に示されるように開発した酸化ジルコニウム砥粒は市販の酸化セリウム砥粒よりやや研磨能率の点で劣るが、仕上げ面粗さが優れる。また、開発した酸化ジルコニウム砥粒に特殊な添加剤を添加することにより酸化セリウムより優れる研磨特性が得られることが判明した。

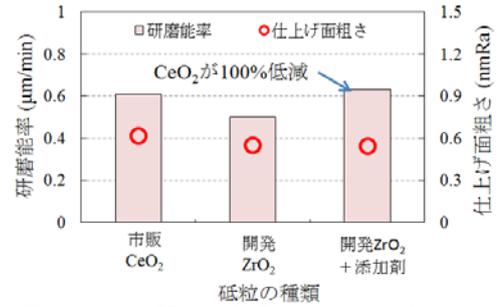
上述のように、メディア粒子を添加した4BODY研磨技術では、砥粒がメディア粒子表面に付着することで酸化セリウム砥粒の研磨特性向上を果たした。メディア粒子を適切に選択することにより酸化セリウムの研磨特性を約40%向上することが可能である。また、砥粒の表面形状を改善した酸化ジルコニウム砥粒を開発し代替砥粒としての可能性を見出し、事業目標を上回る成果を得た。

(3) 研磨特性を向上させる研磨パッドの研究開発

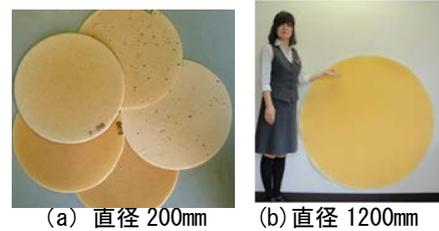
研磨特性を向上させるには砥粒とともに砥粒を保持する研磨パッドの見直しが重要となる。本研究では研磨パッドの材質の再検討および高機能化を検討した。

1) 高研磨特性多孔質研磨パッドの開発

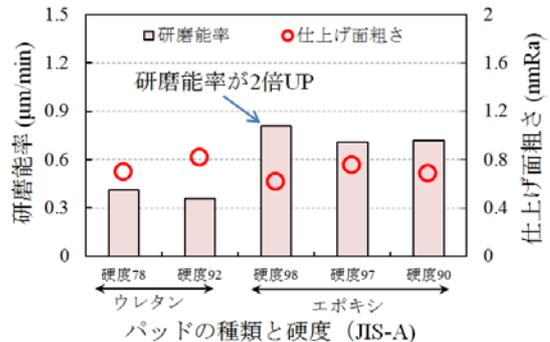
上述のように遊離砥粒研磨においては砥粒（研磨材）の滞留性を高め工作物と砥粒の相対速度を高めることが研磨特性の向上に寄与する。そこで砥粒の保持特性を高めるような研磨パッド材質の見直しを行った。その結果、従来多用されてきたウレタン樹脂研磨パッドに対してエポキシ樹脂を採用することで、砥粒の保持特性が高まることが判明した。多孔質エポキシ樹脂研磨パッドの製造は、エポキシ樹脂のプレポリマー、硬化剤および気孔を形成するための発泡剤等を混合しそれを金型に注型した後、所定の温度に加熱し、発泡および硬化を行う。硬化した樹脂を金型より離型し、一定の厚さにスライスを行った後、用いる研磨機に合わせた形状に切断を行う。樹脂に配合する硬化剤や発泡剤の添加量を変更することにより機械的物性の異なる研磨パッドを製造することが可能である。開発したエポキシ樹脂研磨パッドはその樹脂材質は異なるものの、従来のウレタン樹脂研磨パッドとほとんど同等の製造工程および製造時間で製作され、そのため市販価格もほぼ同等である。高硬度のエポキシ樹脂は耐磨耗性に



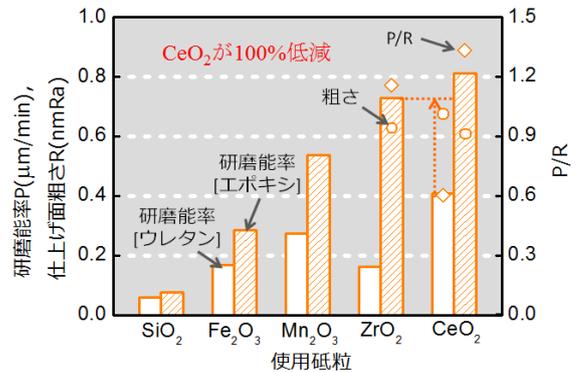
図⑦-2-15 開発した ZrO₂ 砥粒の研磨特性



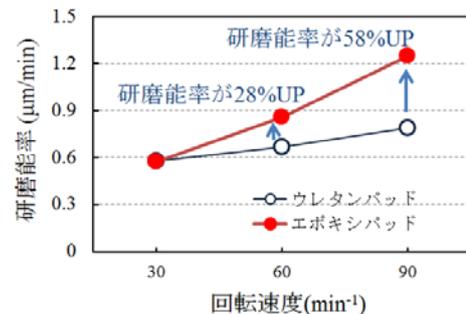
図⑦-2-16 エポキシ樹脂研磨パッドの外観図



図⑦-2-17 エポキシ樹脂研磨パッドの研磨特性



図⑦-2-18 代替砥粒の研磨特性



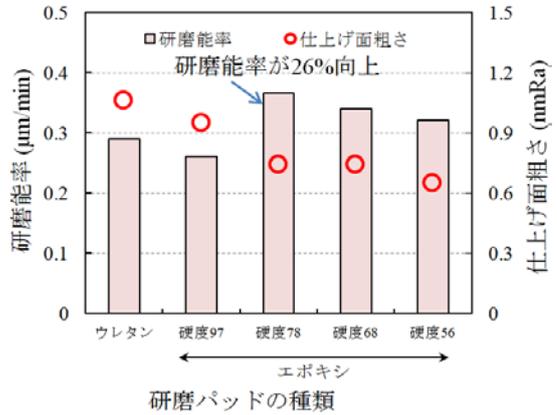
図⑦-2-19 エポキシ樹脂研磨パッドの研磨特性の回転速度依存性

劣るが、エポキシ樹脂材種の見直しと多孔質化で従来使用されてきた研磨パッドに近い硬度を持つエポキシ樹脂研磨パッドを製作すれば、従来のウレタン樹脂研磨パッドよりも高い研磨特性を示すことが明らかとなった。図⑦-2-16(a)に作製した直径 200mm の大きさのエポキシパッドの外観写真を示す。大型の金型を用いることにより現在では直径 1200mm までのエポキシ樹脂研磨パッド(図⑦-2-16(b))を安定的に製造することが可能になっている。

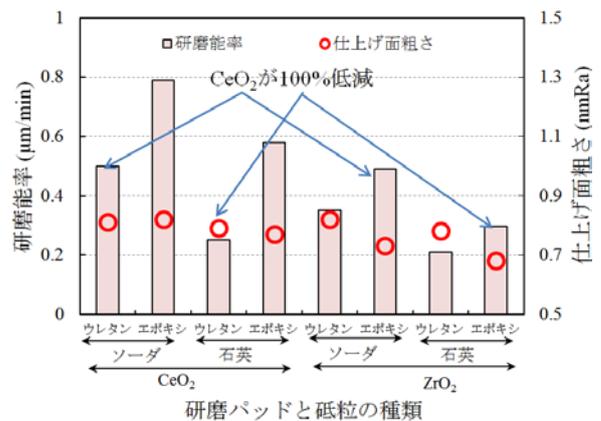
図⑦-2-17 は、多孔質エポキシ樹脂研磨パッドとウレタンパッドの研磨特性を比較した結果である。エポキシパッドの採用により硬度 78 のウレタンパッドと比較すると最大で2倍強の研磨能率が得られた。また硬度 92 のウレタンパッドと比較すると3倍近い研磨能率となることがわかった。一般に研磨能率が高くなると、仕上げ面粗さが悪くなることが多いが、多孔質エポキシ樹脂研磨パッドで得られている仕上げ面粗さはウレタン樹脂研磨パッドとほぼ同程度のものとなっている。このことから、この多孔質エポキシ樹脂研磨パッドを採用することで、半分程度の研磨時間で仕上げ加工が行えることとなり、酸化セリウムの使用量は半減することになる。

上述のように、酸化セリウムを用いたソーダガラスの研磨において、エポキシ樹脂研磨パッドを使用すれば、従来のウレタン樹脂研磨パッドを用いた場合の2倍以上の高い研磨特性を示すことが明らかとなった。そこで、酸化セリウム以外の砥粒を使用した場合でもエポキシ樹脂研磨パッドを利用した際に、研磨能率が向上することが期待される。エポキシ樹脂研磨パッドと代替砥粒の組み合わせにより、ウレタン樹脂研磨パッドと酸化セリウムを用いた従来研磨と同等以上の研磨能率が達成できれば、酸化セリウムを完全に代替することが可能となる。そこで、各種酸化物砥粒とエポキシ樹脂研磨パッドを用いてガラスの研磨特性の評価を行い、酸化セリウムに代わる代替砥粒の検討を行った。使用した酸化物砥粒の粒径はおおむね 1 μ m 前後である。その結果、図⑦-2-18 に示されるようにいずれの酸化物砥粒を用いた場合も研磨能率の向上が見られた。特に市販の酸化ジルコニウム砥粒を用いた場合にウレタン樹脂研磨パッドと比較してエポキシ樹脂研磨パッド使用時に約4倍の驚異的な研磨能率が得られた。またウレタン樹脂研磨パッドと酸化セリウム砥粒を使用した従来研磨に比べて、研磨能率が7割程度向上する結果が得られた。この時仕上げ面粗さはほぼ同等で、潜傷等の傷も全く観察されなかった。三酸化二マンガン砥粒を用いた場合にも従来研磨を超える研磨特性が得られているが、三酸化二マンガンは黒色の粉末で研磨現場の作業者の抵抗があり、研磨材として安定供給される用途はたっていない。これに対して酸化ジルコニウムは白色の粉末で、しかも軟質硝子の研磨にすでに使用されている実績がある。こうしたことから、酸化ジルコニウムは代替砥粒の候補として最も有力と考えている。

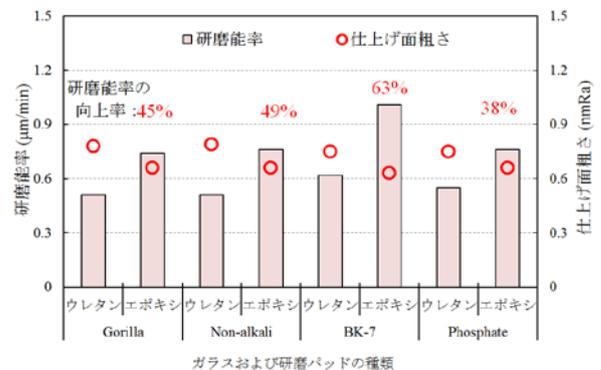
こうしたエポキシ樹脂研磨パッドのスラリー保持性の高さは、スラリーが動かされやすい環境下で研磨特性に大きな影響を及ぼす。図⑦-2-19 は、研磨定盤の回転数が研磨能率に及ぼす影響を見たものである。研磨定盤の回転数が早くなれば、遠心力によりスラリーは流動し易くなる。果たして、定盤回転数 30min⁻¹にお



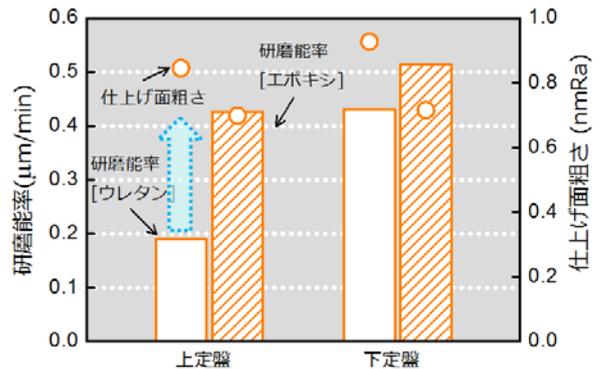
図⑦-2-20 エポキシ樹脂研磨パッドによる石英ガラスの研磨特性



図⑦-2-21 エポキシ樹脂研磨パッドの研磨特性



図⑦-2-22 エポキシパッドによる各種硝材の研磨特性



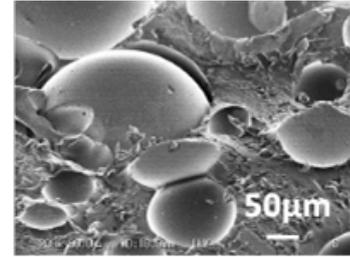
図⑦-2-23 エポキシパッドを用いた両面研磨による工作物表面粗さと時間の関係

いてはウレタン樹脂研磨パッドでもエポキシ樹脂研磨パッドでも研磨能率にほとんど差はないが、定盤回転数 60min^{-1} 以上となるとエポキシ樹脂研磨パッドでの研磨能率はウレタン樹脂研磨パッドよりも高くなっている。定盤回転数 90min^{-1} においてはウレタン樹脂研磨パッドより研磨能率が 58%向上することが確認された。またエポキシパッドをソーダガラスよりも硬質の石英ガラスの研磨に適用した。図⑦-2-20 に示すように硬質（硬度 97）の研磨パッドではウレタンパッドより低い研磨能率であったが、軟質の研磨パッドを使用することによりウレタンパッドより高い研磨能率が得られた。図⑦-2-21 には、酸化ジルコニウムおよび酸化セリウムを使用した際のソーダガラスおよび石英ガラスの研磨特性を示す。エポキシ樹脂研磨パッドを使用することによりガラスの種類を問わず研磨能率が 1.5 倍以上向上することが確認できる。酸化ジルコニウム砥粒とエポキシ樹脂研磨パッドを組み合わせた場合では、現状使用されているウレタン樹脂研磨パッドと酸化セリウムの組み合わせの場合と同等の研磨特性が得られた。エポキシ樹脂の親水性が高く砥粒の種類によらず砥粒の保持力が高いことを意味している。そのため、エポキシ樹脂研磨パッドを使用すれば、高い研磨能率が実現でき、酸化セリウムの代替ができる。

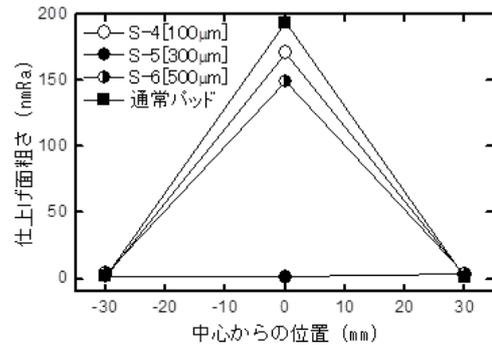
ウレタンパッドと比較しながらエポキシパッドの各種硝材における研磨特性を調査した。図⑦-2-22 に示されるようにいずれの硝材においてもエポキシパッドはウレタンパッドより研磨能率が 30%以上向上することが確認できた。

両面研磨はキャリアと呼ばれる治具によって工作物を保持し、工作物を挟むように研磨パッドが配置され、工作物表面の両面を同時に研磨する技術である。両面研磨では一般的に、重力により砥粒が沈降する影響を受け、上定盤における砥粒の滞留性が悪く、工作物の上面の研磨特性が下面よりも低くなる。特に、酸化セリウム砥粒は比重が他の砥粒よりも大きく（比重 7 程度）、沈降速度が早いため、工作物上下面での研磨特性の差が顕著に現れる。そのため、工作物の上面におけるラップ長（工作物と工具の相対速度）を下面よりも大きくし、工作物上下面の研磨特性の差を低減する対応が取られている。これまでに述べたように、エポキシパッドは砥粒の保持力が高いため、両面研磨における上定盤での砥粒滞留性を改善できるものと考えられる。そこで、ソーダガラスの両面研磨を行い、ウレタン樹脂研磨パッドとエポキシパッドの研磨特性を比較した。ウレタンパッドを使用する場合、工作物上面の仕上げ面粗さの改善速度が下面よりも遅く、下面では 15 分の研磨時間でほぼ到達粗さに達しているのに対し、上面では同等の粗さに達するのに 30 分要することがわかった。このように、酸化セリウム砥粒を使用した場合、上定盤における砥粒滞留性が悪いことがわかる。図⑦-2-23 に示されるようにウレタンパッドに比べ、エポキシパッドを用いると研磨能率が向上し、上下面とも短い研磨時間で到達粗さに達することが確認された。

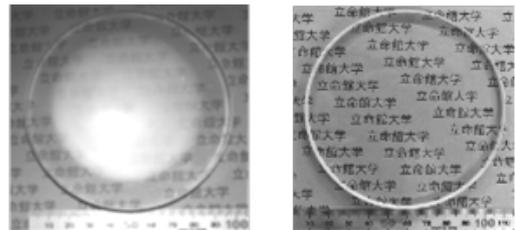
これらの多孔質エポキシ樹脂研磨パッドは有識者メンバーおよび実用化推進委員メンバーに平成 22 年 9 月よりサンプル提供を開始した。その後その研磨特性を向上させるために、加工条件依存性や最適な研磨パッドのコンディショニングに関して研究開発を行っ



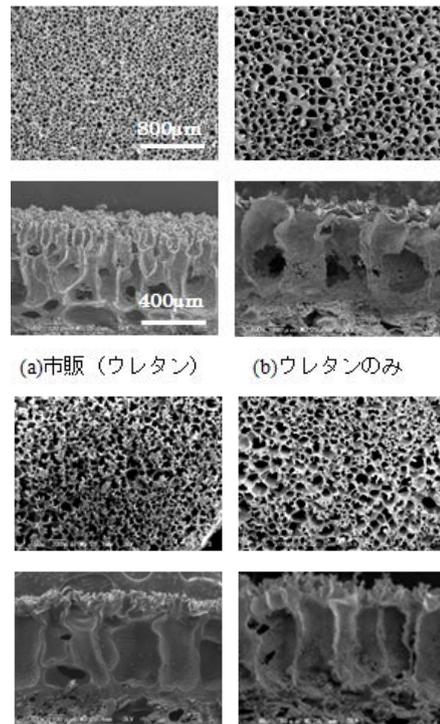
図⑦-2-24 隙間調整型研磨パッドの SEM 像



図⑦-2-25 研磨後ガラス表面の仕上げ面粗さ



図⑦-2-26 研磨後ガラスの外観写真



図⑦-2-27 市販スエードパッドと製造したスエードパッドの SEM 像

た。現在一般的に使用されている研磨パッドには、多孔質研磨パッドのほか、不織布タイプ研磨パッドやスエードタイプ研磨パッドがあるため、4年度目からはこれらへのエポキシ樹脂の適用について検討した。また貼り換えが大変な2mを超す研磨パッドへの適用として、エポキシ表面処理剤について検討を行った。上記の結果から多孔質エポキシパッドによりガラスの研磨特性が向上し、エポキシパッドと併用することで酸化ジルコニウム砥粒が代替砥粒として使用できる可能性を見出した。また、多孔質エポキシ樹脂研磨パッドは平成24年4月から市販を開始し、事業目標を上回る達成した。

2) 隙間調整型研磨パッドの開発

大型工作物では中央部までの砥粒の侵入が難しく中央部の研磨残しが生じるために、研磨パッドに溝切りが行われる。しかし、この溝は砥粒の有効利用を阻害するとともに工作物表面に転写され幾何学的精度を劣化させる。そこで、砥粒よりも大きな粒子を研磨パッド内に含有させ、工作物と研磨パッドの隙間をあげ砥粒が侵入しやすいようにした隙間調整型研磨パッドの開発を行った(図7-2-24)。図7-2-25に研磨後ガラス表面の仕上げ面粗さと工作物中心部からの距離の関係を示す。ガラスビーズを添加していない通常の研磨パッドでは周辺部は2nm Ra程度の粗さであったが、中心部は200nm Ra程度であり、均一な研磨が行われていないことがわかる。それに対して、添加粒子の粒径が約300 μ m(S-5)の隙間調整型研磨パッドを用いた結果、他のパッドに比べ中心部における粗さが改善されており、外周部とほぼ同程度の粗さが得られた。添加するガラスビーズの粒径は300 μ m程度が最適であることが見出された。直径100mmのソーダガラスが均質に通常研磨よりも高い研磨能率(図7-2-26)で研磨されることが明らかとなった。

3) 仕上げ研磨用高機能研磨パッドの開発

スエードタイプ研磨パッドは最終仕上げに使用される研磨パッドの一種である。一般的には湿式凝固性ウレタン樹脂を用いて製造されるスエードパッドにおいて、ウレタン樹脂に砥粒の滞留性を改善する樹脂を混合した高機能研磨パッドの製造を行った。スエードパッドはジメチルホルムアミド(DMF)に溶解したウレタン樹脂溶液を不織布の基材上に塗布し、凝固液に浸漬してマイクロポーラス層(NAP層)を形成し、水洗乾燥後、表面を研削することにより製造される。湿式凝固過程において、ウレタン樹脂中のDMFが凝固液と置換されることで、縦型発泡構造が形成される。本研究ではウレタン樹脂溶液に砥粒保持力の高い樹脂を添加することでスエードパッドの研磨特性の向上を図った。添加する樹脂としては、先に述べた研磨特性を向上させるエポキシ樹脂とポリイミド樹脂を用いた。これらの樹脂をまずDMF溶媒に溶解させ、それを湿式凝固性ウレタン樹脂と混合した。市販のスエードパッドと製造したスエードパッドの表面と断面のSEM像を図7-2-27に示す。エポキシ樹脂やポリイミド樹脂を添加したパッドにおいてもスエードパッド特有の縦型発泡構造が確認されており、ウレタンのみを用いた研磨パッドと気孔形状に大差は見られなかった。製造したスエードパッドを使用してソーダガラスの研磨特性の評価を行った。

製造したスエードパッドを赤外分光法(FTIR)によ

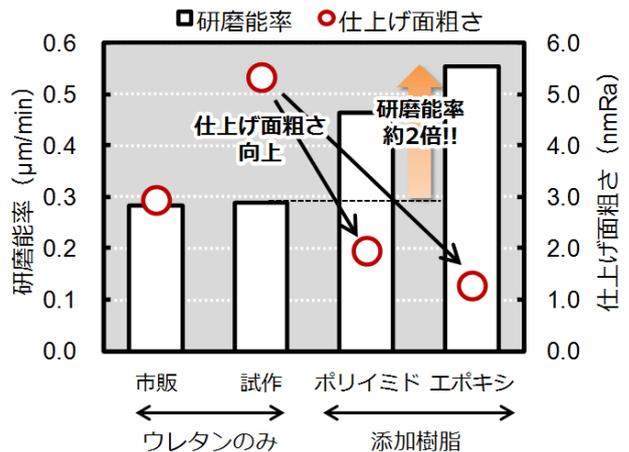


図7-2-28 製造したスエードパッドの研磨特性

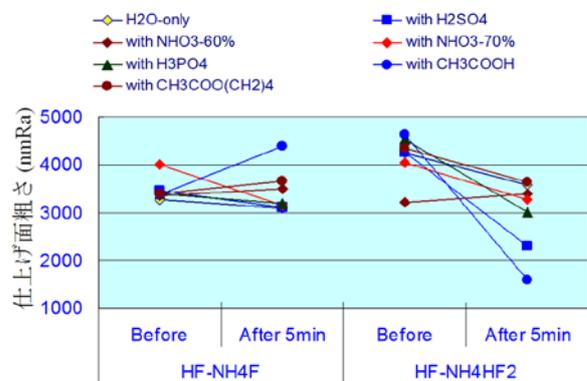


図7-2-29 エッチャント組成と仕上げ面粗さ

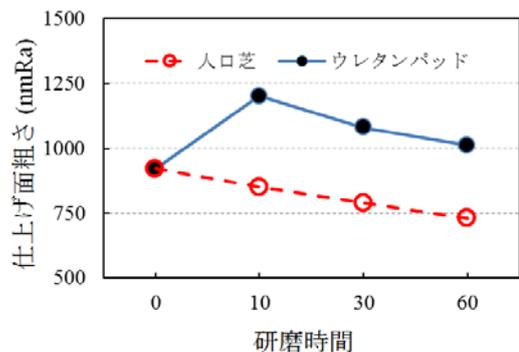


図7-2-30 研磨パッドによる研磨時間と仕上げ面粗さの関係

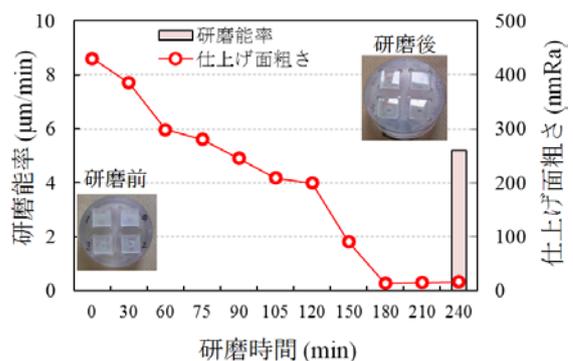


図7-2-31 化学援用研磨による研磨時間と仕上げ面粗さ

り評価し、研磨パッドを構成する化学構造を調べた。樹脂を添加したパッドの FTIR スペクトルにはエポキシまたはイミド固有のピークが確認されており、これらの添加樹脂が湿式凝固過程において、凝固浴中に溶出せず、研磨パッド内部に含有されていることが明らかとなった。また、製造した研磨パッドの滑落角を評価した結果には、ポリイミド樹脂やエポキシ樹脂を添加したパッドはいずれもウレタン樹脂のみのパッドに比べて高い滑落角が示された。図⑦-2-28 に示すように、ウレタン樹脂のみで NAP 層が形成されているパッドに比べてエポキシ樹脂、ポリイミド樹脂を添加したパッドの方が高い研磨能率と優れた仕上げ面粗さが得られることがわかった。特にエポキシ樹脂を添加したスエードパッドはウレタン樹脂のみのパッドの2倍程度の研磨能率を示した。これは砥粒保持性の高いエポキシ樹脂やポリイミド樹脂を添加したことによって、砥粒の滞留性が改善され、ガラス表面への作用砥粒数が増加したためであると考えられる。次にエポキシ樹脂の添加量と研磨特性の関係を評価した。なお、エポキシ樹脂の添加量の増加に伴うパッドの気孔形状の変化は見られなかった。

上記の結果により、高性能仕上げ研磨パッドにおいて、酸化セリウムの使用量を 50%以上低減することに成功した。

(4) プロセス技術の研究開発

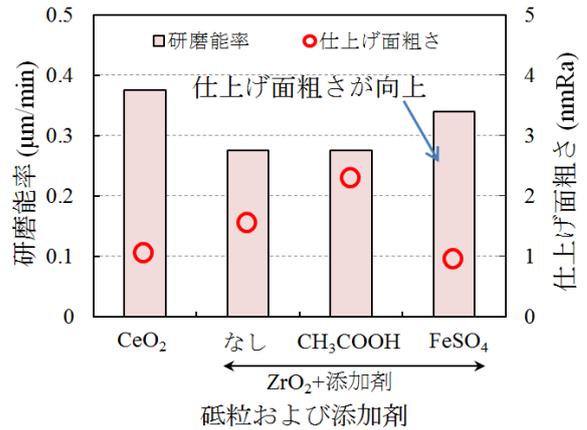
研磨特性を支配するものとして砥粒と工具（研磨パッド）のほかにプロセス技術があげられる。単純な加工条件の最適化は研磨作業者が常に行っているの、それは除外し一般の研磨作業者が行わないタイプのプロセス技術として化学援用研磨技術と共振研磨技術について検討した。

1) 化学援用研磨技術の開発

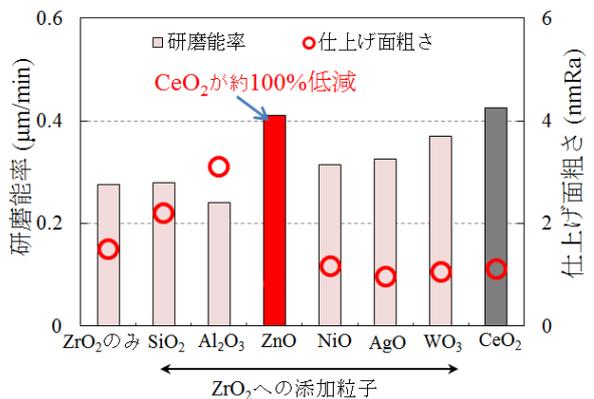
エッチング作用のみにより研磨と同等の仕上げ面を作成できれば、砥粒を全く使用しない加工が実現できる。しかし、一般にエッチングのみではなかなか平滑な仕上げ面を作製することが難しい。そこで、基準となる研磨工具により擦過することで加工の活性化および平滑面の生成を試みている。まず工作物表面粗さを向上することのできるエッチャントについて検討を行った結果、図⑦-2-29 に示されるようにフッ酸・フッ化水素酸アンモニウムと酢酸あるいはエチレンジアミンの三元系で平滑面が得られることを見出した。また鏡面化に対して研磨工具による擦過作用は重要であるが、図⑦-2-30 に示されるように通常の研磨パッドのようにエッチャントが侵入しにくい状態では加工能率が低く、人工芝のようなエッチャントの流動性がよい工具が好ましいことが判明した。図⑦-2-31 にはこの化学援用研磨での研磨特性を示す。砥粒フリーの条件でも仕上げ面の状態が鏡面になることが判明したが、研磨時間が長くなることが判明したので、後述の3) に示すようにジルコニア砥粒の添加を検討することにした。

2) 共振研磨技術の開発

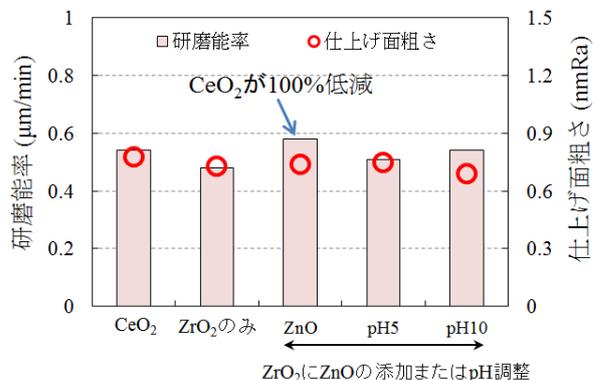
非常に硬度が高く研磨し辛い水晶の研磨特性を改善するために、水晶の共振現象を利用して研磨特性を改善する試みを行った。水晶の共振周波数を付加することで、水晶が研磨工具に対して高周波振動するため、アルミナ砥粒を用いたラッピングにおいては研磨特性の改善が確認されたが、酸化セリウムを使用した場合、



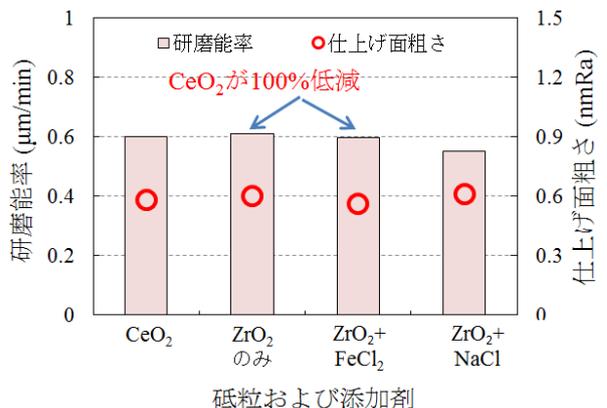
図⑦-2-32 酸化ジルコニウム砥粒への pH 調整剤添加効果



図⑦-2-33 ZrO₂ 砥粒に対する酸化物粒子添加効果



図⑦-2-34 ZnOの添加による ZrO₂の凝集効果



図⑦-2-35 ZrO₂による無アルカリガラスの研磨

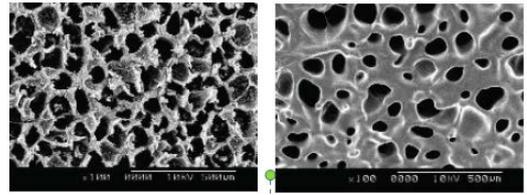
電場による砥粒の吸着現象のため研磨が逆に阻害されることが判明した。このため、平成 22 年度に本研究テーマを中止し、他の研究テーマに重点化することとした。

以上のように共振研磨技術では電極への砥粒の付着という現状では解決困難な問題が発生した。また高電圧の印加が現場の抵抗があることから、共振研磨技術の開発を中断し、代替として研磨パッドの表面処理技術と前加工法の高機能化の研究開発を実施することとした。

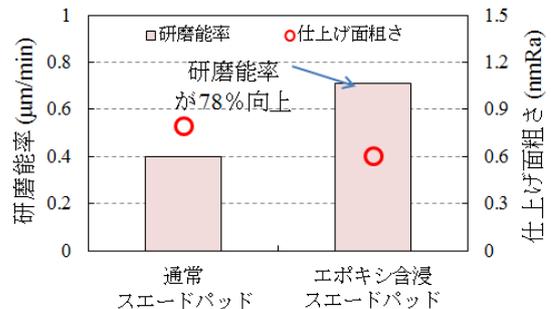
3) 化学援用研磨技術による酸化ジルコニウム砥粒の研磨特性向上

化学援用研磨技術により砥粒を用いることなくソーダガラスの鏡面研磨が可能であることを見出した。そこで、化学援用研磨技術を応用し、化学的な作用により代替砥粒である酸化ジルコニウム砥粒の研磨特性の向上を図った。化学的な作用により研磨特性を向上させる手段の一つとして、砥粒をスラリー中において凝集させる化学液の添加が挙げられる。酸化ジルコニウム（比重：5）は酸化セリウム（比重：7）よりも比重が小さいため滞留性が悪いが、砥粒を凝集させることによってスラリー中での沈降速度が高まり、滞留性が向上すると考えた。スラリー中における粒子の凝集・分散状態は、粒子のゼータ電位が影響を与える。そこで、酸化ジルコニウム砥粒のゼータ電位を評価した。酸化ジルコニウムのゼータ電位がゼロとなる等電点は pH5 付近であることがわかった。実際に pH を変えて、スラリー中における砥粒の粒径を調べると、等電点付近で粒径が大きくなり凝集していることが確認された。図⑦-2-32 に示されるように、酸化ジルコニウムのみでは、酸化セリウムと比較して研磨特性が劣るが、ガラスに対する腐食性の小さい硫酸第一鉄を添加することで研磨能率が向上することがわかった。この酸化ジルコニウム砥粒は酸化セリウムの研磨能率には及ばないものの、10 分研磨後の表面粗さは酸化セリウムよりも優れており、代替砥粒としての可能性が示された。

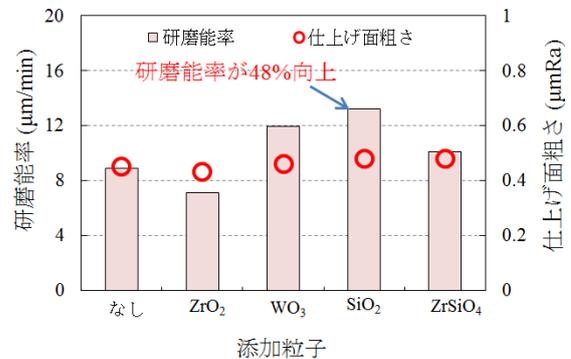
前項で述べたように、メディア粒子を添加した 4 BODY 研磨技術では、砥粒がメディア粒子表面に付着することで酸化セリウム砥粒の研磨特性向上を果たした。一方、スラリー中に添加した粒子は、砥粒の動きを抑制し、加工域での砥粒の滞留性を高めることに寄与するとも考えられる。そこで、本研究では酸化セリウム砥粒の代替砥粒の候補である酸化ジルコニウム砥粒に対し、種々の酸化物粒子を添加し、研磨特性の向上を図った。図⑦-2-33 に添加粒子と研磨特性の関係を示す。酸化ジルコニウム砥粒のみでの研磨特性は、酸化セリウム砥粒に比べ 60% 程度の研磨能率であり、表面粗さ（10 分研磨後）も劣っていることがわかる。酸化ジルコニウム砥粒は比重が 5 程度であり、比重が 7 の酸化セリウム砥粒よりも滞留性が悪く、研磨特性も劣っている。酸化ジルコニウム（3wt%）のスラリーに対し、各種酸化物粒子を 1wt% の濃度で添加した結果、比重の小さなシリカやアルミナ粒子の添加では研磨特性が悪化したのに対し、高比重の酸化物粒子を添加することで研磨能率が向上することがわかった。同時に表面粗さも改善していることから、作用砥粒数が増加したと考えられる。添加した酸化物粒子は、ガラスに対する研磨作用が極めて小さいことから、これらの粒子は砥粒の滞留性を改善することに寄与したと言える。酸化セリウム砥粒の研磨特性と比較すると、研磨能率は若干劣っているものの、10 分研磨後の表面粗



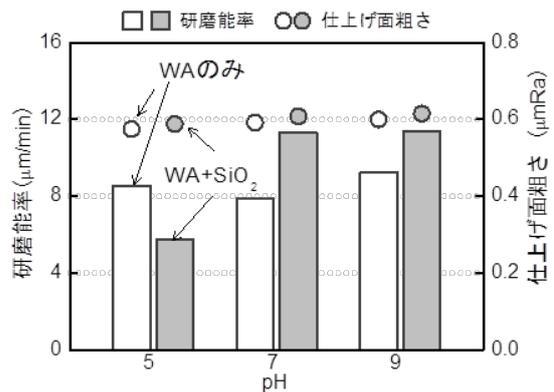
図⑦-2-36 市販スエードパッドと（左図）とエポキシ含浸スエードパッド（右図）の SEM 像



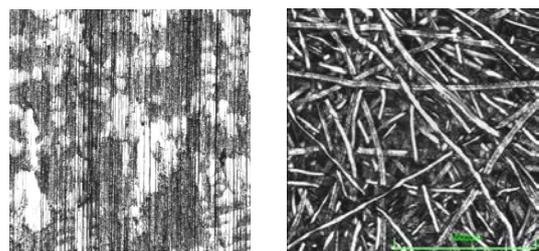
図⑦-2-37 エポキシ含浸スエードパッドの研磨特性



図⑦-2-38 ラッピングにおける各種粒子の添加効果



図⑦-2-39 研磨特性のスラリー pH 依存性



(a) 鋳鉄工具 (b) 金属繊維工具

図⑦-2-40 ラップ工具の表面状態

さが同等であり、酸化セリウム砥粒と同じ研磨時間で同等の仕上げ面品位を得ることが可能であることから、代替砥粒としての可能性が見出された。酸化ジルコニウムにZnOを添加するとスラリーのpHが変化することが確認された。pHの変化による酸化ジルコニウムの凝集効果を確認するためにスラリーのpHを調整した。図⑦-2-34にはZrO₂にZnOを添加することによりスラリーのpHが変化し、砥粒が凝集し研磨領域に侵入しやすくなったため研磨能率が向上したことがわかった。

図⑦-2-35にはソーダガラスに研磨効果が向上されたジルコニア砥粒を用いて無アルカリガラスの研磨実験の結果が示され、酸化ジルコニウム砥粒のみでも酸化セリウム砥粒と同等の研磨特性が確認できた。無アルカリガラスの研磨においても酸化ジルコニウムが酸化セリウムの代替が可能である。

4) パッドの表面処理

市販スエードタイプ研磨パッドの表面を樹脂のスプレー塗布や含浸によって表面処理した研磨パッドを用い、ソーダガラスの研磨特性を評価した。エポキシ樹脂を含浸したスエードタイプ研磨パッド(図⑦-2-36)の研磨特性を評価した。図⑦-2-37に示すようにエポキシ樹脂を含浸した研磨パッドは、通常のスエードタイプ研磨パッドと比較して研磨能率が1.7倍程度に増加した。さらに仕上げ面粗さも改善されており、スプレー塗布研磨パッドと同様の効果が得られた。

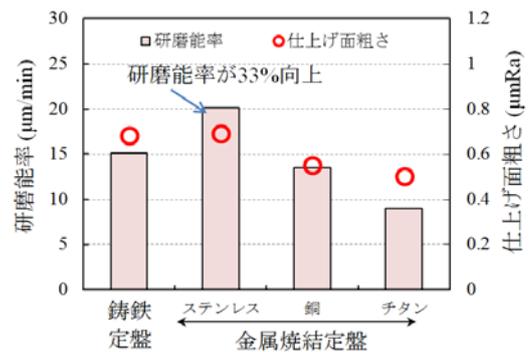
5) 前加工の高機能化

酸化セリウム砥粒を用いたガラスの精密研磨は、ガラス表面の平滑性を向上させることが主たる目的であり、複数ある研磨工程の中の最終仕上げ研磨工程にあたる。この

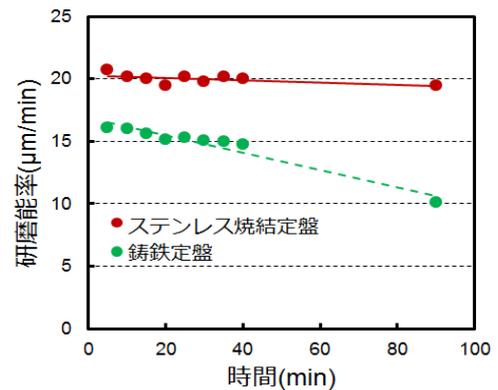
ような鏡面研磨工程の前加工として、研削加工やラッピング(粗研磨)加工が行われている。これらの前加工は工作物の平面度や平行度等の形状精度を向上させる工程である。ガラス工作物の加工プロセス全体の研磨コストを低減させるためには、鏡面研磨工程だけでなく、その前加工も含めた研磨特性の向上が必要となる。

4 BODY 研磨技術の概念を湿式ラッピングに適用し、スラリーに砥粒の動きを抑制する粒子を添加することで砥粒の滞留性の改善を図った。本研究では、酸化アルミニウム砥粒(WA砥粒)によるソーダガラスのラッピングにおいて、各種添加粒子が研磨特性に与える影響について評価を行った。各種添加粒子の種類と研磨特性の関係を示したものが図⑦-2-38である。研磨特性は添加粒子によって異なるが、平均粒径や比重がほぼ同程度の酸化セリウム粒子と酸化タングステン粒子を添加した場合、両者の研磨特性が大きく異なっている。このように粒子の比重と研磨能率の間には相関関係は見られない。WA砥粒のゼータ電位は正の値を示していることから、研磨能率が低下した粒子とは引き合う関係にあり、スラリー中では砥粒表面に添加粒子が附着していると考えられる。溶液中における粒子のゼータ電位は溶液のpHによって大きく変わる。WA砥粒とシリカ粒子のゼータ電位を溶液のpHを変えて測定したものである。pH7より塩基側では両者のゼータ電位は同符号となり反発する関係にある。WA砥粒のゼータ電位はpH6.7で等電点となり、それより酸性側では正のゼータ電位となり、シリカ粒子とは異符号のゼータ電位を持つようになる。このように、同じ砥粒と添加粒子の組み合わせでも、スラリーのpHが変われば、両者のゼータ電位の関係も変わる。異なるスラリーのpHにおいて研磨特性の評価(図⑦-2-39)を行い、砥粒と粒子のゼータ電位の関係が研磨特性に与える影響を調べた。砥粒と粒子のゼータ電位が同符号となり両者が反発する関係にあるpH7ならびにpH9のスラリーでは、粒子の添加により研磨特性が向上することがわかる。それに対し、ゼータ電位が異符号となるpH5のスラリーを用いた場合、粒子の添加により研磨特性が悪化したことがわかった。上記のように、研磨特性を改善するためには、砥粒のゼータ電位と同符号のゼータ電位を持つ粒子やスラリーpHを選択すればよいことが明らかとなった。

粒子の添加による砥粒の滞留性が向上でき、ラップ特性が向上したことが明らかになった。その展開としてラップ工具の表面構造に着目し、鋳鉄ラップ工具より高い研磨特性を有する金属繊維の焼結ラップ工具を開発した。図⑦-2-40にはラップ工具の表面構造が示されている。鋳鉄の表面にドレッサーの切削痕が見えるが、研磨の進行とともに表面が平滑になるが、金属繊維工具の表面には連続的な凹凸が確認できる。図⑦-2-41には金属繊維焼結工具の研磨特性を示す。金属繊維にステンレス鋼を使用した場合、鋳鉄工具より研磨能率が高いことが確認された。また、金属繊維の材質は研磨特性に大きく影響を与えることが分かった。ステンレス繊維焼結工具及び鋳鉄工具の連続研磨による研磨能率の低下を測定した。工具表面のフェイスング、ドレッシング後を行うことなく90分連続で研磨を行った。その結果を図⑦-2-42に示す。鋳鉄定盤は90分連続で研磨を行うことで最初の5分と比べ研磨能率は2/3程度に低下したが、ステンレス焼結定盤は90分連続で研磨を行っても研磨能率はほとんど低下しなかった。鋳鉄定盤は長時間研磨することにより定盤表面が摩耗し、コンディショニングで得られた砥粒を保持する構造が失われたため研磨能率が低下したと考えられる。一方、ステンレス繊維焼結定盤は繊維の連続体であるため、表面が摩耗したとしても摩耗前と同じような表面構造が表れ、研磨能率の変化が少なくなる。したがって、金属繊維ラップ工具は、工具寿命が長くドレッシングの作業が不要という特徴がある。



図⑦-2-41 金属繊維焼結工具の研磨特性



図⑦-2-42 工具寿命の比較

上記のように、砥粒の滞留性を改善することにより、ガラスのラッピング特性を向上させ、事業目標を達成した。

2.2 知的財産の取得及び標準化の取り組み

現在までの成果発表に関してまとめると、以下の表Ⅲ-2-1 のようになる。

表⑦-2-1 本研究における成果発表のまとめ

区分 年度	特許出願			論文		その他外部発表 (プレス発表 等)
	国内	外国	PCT※出願	査読付き	その他	
H21FY	1件	0件	0件	1件	2件	3件
H22FY	8件	0件	0件	1件	13件	21件
H23FY	2件	0件	0件	1件	1件	4件
H24FY	3件	0件	0件	3件	1件	4件

IV. 実用化、事業化の見通しについて

1. 実用化、事業化の見通し

1.1 成果の実用化可能性

研究開発成果の欄においても記述したが、有機無機複合砥粒はある条件下において摩耗度が基準となっているソーダガラスに対して従来研磨に比較して1.5倍の研磨特性を実現すること、また多孔質エポキシ樹脂研磨パッドはある条件下においてソーダガラスに対して従来研磨に比較して2倍以上の研磨特性を実現することを確認している。平成22年度の中国からの酸化セリウム的大幅な輸出制限に伴い、ガラス研磨を行っている企業からのこれら研究開発成果の早期実用化の強い要望から、平成22年9月から大手ガラスメーカー等(有識者委員あるいは実用化推進委員)に有機無機複合砥粒および多孔質エポキシ樹脂研磨パッドのサンプル提供を開始した。有機無機複合砥粒の場合母粒子の購入および複合砥粒の製造のため多少のコストアップとなるが、多孔質エポキシ樹脂研磨パッドは従来品と同等のコストで製造できること、またその効果は多孔質エポキシ樹脂研磨パッドのほうが大きく両方を同時に採用した場合複合砥粒の効果は表れにくいことから、多孔質エポキシ樹脂研磨パッドのみの早期市販化の要望がサンプル提供した企業から出された。このため、本事業において多孔質エポキシ樹脂研磨パッドに関しては研究開発を前倒して終了し、平成24年4月の市販化を開始した。

現在開発されている有機無機複合砥粒はその酸化セリウムの成分割合が1/3以下でしかも従来砥粒と同等以上の研磨特性を示しているため、本プロジェクトの削減目標は十分にクリアしているが、上記のように価格向上と多孔質エポキシ樹脂研磨パッドとの競合により、現状では多孔質エポキシ樹脂研磨パッドのみでは加工仕様が達成できない高精度光学部品への適用のみが実用化の可能性が高い領域となっている。

市場で使用されている代表的な研磨パッドには、多孔質研磨パッド、不織布研磨パッド、スエードタイプ研磨パッドの3種類があり、工作物材質や加工条件等に合わせて選択されている。このため多孔質研磨パッドのみの実用化では、広いユーザーニーズに応えることができない。一方、不織布研磨パッドやスエードタイプ研磨パッドの場合もその材質の一部にエポキシ樹脂を採用することで研磨特性が改善されることが明らかになっている。しかしその表面構造が異なるために最適なエポキシ樹脂材質が多孔質研磨パッドの場合とは異なり、その最適化にはまだ時間を要する。事業終了後も継続してこれらの研磨パッドに関して研究開発を実施しており、これらの実用化を行う予定である。

移動抑制粒子を添加して滞留性を向上させた酸化ジルコニウム砥粒は酸化セリウム砥粒並みの研磨性能を実現することが確認されているが、これもコストアップのため実用化が難しい状況にある。多孔質エポキシパッド同様従来研磨パッドの2倍以上の研磨特性を実現した研磨パッドの表面処理技術は張替が困難な大口径研磨パッドに対して有効であり、今後実用性の可能性を検討する予定である。砥粒を保持する表面構造を有した前加工工具については、従来鋳鉄ラップが苦手としてきた硬質ガラスや硬質材料(サファイアやSiCなど)の研磨に非常に有効であり、サンプル提供した企業からも実用化を望む声が上がっていることから、製造コストをにらみながら今後実用化の可能性を検討する予定である。

1.2 事業化までのシナリオ

エポキシ樹脂多孔質研磨パッドに関しては、上述のようにすでに市販を開始している。研磨パッドの供給元となる九重電気株式会社では工業的安定供給のための検討を行った結果、エポキシ樹脂研磨パッドの供給サイズも当初のφ200mmから、サンプル提供開始時には500mm角となり、さらに平成22年12月にはφ950mmになった。現在では最大φ1200mmの供給が可能となっている。FPDガラスの研磨ではさらに大口径の研磨パッドの要求があり、これについては今後の課題となっている。供給能力もサンプル提供開始時には500mm角相当で月百枚程度であったが、2010年度末には月五百枚程度となり、上市化以降も供給能力を強化している。特許については2010年10月に基本特許を出願し、2010年12月に補強する特許を出願している。今後各用途に合わせてカスタマイズした製品に関する特許や外国出願に関しても検討を行う予定である。

種々の硝材への対応という点では、石英ガラスのような硬質な硝材の場合砥粒の滞留性が低下して研磨特性が悪化することから、低硬度の研磨パッドが望まれる。こうしたことから2010年度後期には樹脂の選定や硬化条件の変更等により、こうした低硬度品や高気孔率品を開発した。さらにエポキシ樹脂研磨パッドは光学研磨に使用されてきたピッチに非常に近い粘弾性特性を有することから高精度の研磨が可能となるが、これまでウレタン樹脂研磨パッドを使用し、それに合わせて加工機械や加工条件等をカスタマイズしてきたユーザーには使用し辛いという問題点も明らかになった。そこで、2011年度からはエポキシ・ウレタン重合体による

研磨パッドの開発を行った。エポキシウレタンパッドは、場合によってはエポキシパッドよりも高い研磨能率を発揮すること、また仕上げ面粗さに優れることから、ユーザ企業の中にはエポキシパッドよりも高い評価を与えている企業もある。また、エポキシウレタンパッドは可撓性に優れており、レンズ研磨など曲面を研磨する際にも適していることも利点である。このことにより、エポキシ樹脂を使用した多孔質研磨パッドのラインナップが拡充され、ユーザが数あるラインナップから適したパッドを選択できるようになった。これらのエポキシ樹脂研磨パッドは、一部企業の製造ラインにおいて採用になっている。また、その数は多くはないが、既存パッドに対する優位性は明らかであり、今後置き換わりが進んでいくものと考えられる。さらに砥粒の保持特性を向上させた親水性の高い硬化剤を使用したエポキシパッドも開発が進められており、現在サンプル提供を開始したところではあるが、将来が期待されるものとなっている。

エポキシ樹脂を使用した不織布パッドに関しては、JSTの産学共同実用化開発事業で研究開発を継続しており、スエードパッドに関してはNEDOのイノベーション実用化ベンチャー支援事業で研究開発を継続している。いずれも共同研究先の企業から実用化を行うべく事業を展開している。

1.3 波及効果

これまで研磨材(砥粒)や研磨パッドなどの研磨の副資材に関しては、日本の世界的シェアが低く、なかなか追いつけない状態が続いている。エポキシ樹脂研磨パッドは革新的な商品であり、これまでの日本のこの分野での遅れを取り戻せる非常に良いチャンスであると認識している。エポキシ樹脂研磨パッドで砥粒の滞留性が優れるのは、研究開発成果の欄においても説明したように酸化セリウム砥粒に限られたことではない。このため、エポキシ樹脂研磨パッドは今後仕上げ研磨の非常に広い分野、たとえば半導体用結晶材料の研磨、金属研磨、セラミックスの研磨等に適用されることになるものと期待している。また、複合砥粒の概念もガラス研磨に限ったものではないため、幾何学的精度の改善など高精度研磨が必要となる分野で広く使用されるものになると確信している。

IV. 実用化の見通しについて

1. 実用化の見通し

1.1 成果の実用化可能性

研究開発成果の欄においても記述したが、有機無機複合砥粒はある条件下において摩耗度が基準となっているソーダガラスに対して従来研磨に比較して1.5倍の研磨特性を実現すること、また多孔質エポキシ樹脂研磨パッドはある条件下においてソーダガラスに対して従来研磨に比較して2倍以上の研磨特性を実現することを確認している。平成22年度の中国からの酸化セリウム的大幅な輸出制限に伴い、ガラス研磨を行っている企業からのこれら研究開発成果の早期実用化の強い要望から、平成22年9月から大手ガラスメーカー等(有識者委員あるいは実用化推進委員)に有機無機複合砥粒および多孔質エポキシ樹脂研磨パッドのサンプル提供を開始した。有機無機複合砥粒の場合母粒子の購入および複合砥粒の製造のため多少のコストアップとなるが、多孔質エポキシ樹脂研磨パッドは従来品と同等のコストで製造できること、またその効果は多孔質エポキシ樹脂研磨パッドのほうが大きく両方を同時に採用した場合複合砥粒の効果は表れにくいことから、多孔質エポキシ樹脂研磨パッドのみの早期市販化の要望がサンプル提供した企業から出された。このため、本事業において多孔質エポキシ樹脂研磨パッドに関しては研究開発を前倒して終了し、平成24年4月の市販化を開始した。

現在開発されている有機無機複合砥粒はその酸化セリウムの成分割合が1/3以下でしかも従来砥粒と同等以上の研磨特性を示しているため、本プロジェクトの削減目標は十分にクリアしているが、上記のように価格向上と多孔質エポキシ樹脂研磨パッドとの競合により、現状では多孔質エポキシ樹脂研磨パッドのみでは加工仕様が達成できない高精度光学部品への適用のみが実用化の可能性が高い領域となっている。

市場で使用されている代表的な研磨パッドには、多孔質研磨パッド、不織布研磨パッド、スエードタイプ研磨パッドの3種類があり、工作物材質や加工条件等に合わせて選択されている。このため多孔質研磨パッドのみの実用化では、広いユーザーニーズに応えることができない。一方、不織布研磨パッドやスエードタイプ研磨パッドの場合もその材質の一部にエポキシ樹脂を採用することで研磨特性が改善されることが明らかになっている。しかしその表面構造が異なるために最適なエポキシ樹脂材質が多孔質研磨パッドの場合とは異なり、その最適化にはまだ時間を要する。事業終了後も継続してこれらの研磨パッドに関して研究開発を実施しており、これらの実用化を行う予定である。

移動抑制粒子を添加して滞留性を向上させた酸化ジルコニウム砥粒は酸化セリウム砥粒並みの研磨性能を実現することが確認されているが、これもコストアップのため実用化が難しい状況にある。多孔質エポキシパッド同様従来研磨パッドの2倍以上の研磨特性を実現した研磨パッドの表面処理技術は張替が困難な大口径研磨パッドに対して有効であり、今後実用性の可能性を検討する予定である。砥粒を保持する表面構造を有した前加工工具については、従来鋳鉄ラップが苦手としてきた硬質ガラスや硬質材料(サファイアやSiCなど)の研磨に非常に有効であり、サンプル提供した企業からも実用化を望む声が上がっていることから、製造コストをにらみながら今後実用化の可能性を検討する予定である。

1.2 事業化までのシナリオ

エポキシ樹脂多孔質研磨パッドに関しては、上述のようにすでに市販を開始している。研磨パッドの供給元となる九重電気(株)では工業的安定供給のための検討を行った結果、エポキシ樹脂研磨パッドの供給サイズも当初のφ200mmから、サンプル提供開始時には500mm角となり、さらに平成22年12月にはφ950mmになった。現在では最大φ1200mmの供給が可能となっている。FPDガラスの研磨ではさらに大口径の研磨パッドの要求があり、これについては今後の課題となっている。供給能力もサンプル提供開始時には500mm角相当で月百枚程度であったが、2010年度末には月五百枚程度となり、上市化以降も供給能力を強化している。特許については2010年10月に基本特許を出願し、2010年12月に補強する特許を出願している。今後各用途に合わせてカスタマイズした製品に関する特許や外国出願に関しても検討を行う予定である。

種々の硝材への対応という点では、石英ガラスのような硬質な硝材の場合砥粒の滞留性が低下して研磨特性が悪化することから、低硬度の研磨パッドが望まれる。こうしたことから2010年度後期には樹脂の選定や硬化条件の変更等により、こうした低硬度品や高気孔率品を開発した。さらにエポキシ樹脂研磨パッドは光学研磨に使用されてきたピッチに非常に近い粘弾性特性を有することから高精度の研磨が可能となるが、これまでウレタン樹脂研磨パッドを使用し、それに合わせて加工機械や加工条件等をカスタマイズしてきたユーザーには使用し辛いという問題点も明らかになった。そこで、2011年度からはエポキシ・ウレタン重合体による

研磨パッドの開発を行った。エポキシウレタンパッドは、場合によってはエポキシパッドよりも高い研磨能率を発揮すること、また仕上げ面粗さに優れることから、ユーザ企業の中にはエポキシパッドよりも高い評価を与えている企業もある。また、エポキシウレタンパッドは可撓性に優れており、レンズ研磨など曲面を研磨する際にも適していることも利点である。このことにより、エポキシ樹脂を使用した多孔質研磨パッドのラインナップが拡充され、ユーザが数あるラインナップから適したパッドを選択できるようになった。これらのエポキシ樹脂研磨パッドは、一部企業の製造ラインにおいて採用になっている。また、その数は多くはないが、既存パッドに対する優位性は明らかであり、今後置き換わりが進んでいくものと考えられる。さらに砥粒の保持特性を向上させた親水性の高い硬化剤を使用したエポキシパッドも開発が進められており、現在サンプル提供を開始したところではあるが、将来が期待されるものとなっている。

エポキシ樹脂を使用した不織布パッドに関しては、JSTの産学共同実用化開発事業で研究開発を継続しており、スエードパッドに関してはNEDOのイノベーション実用化ベンチャー支援事業で研究開発を継続している。いずれも共同研究先の企業から実用化を行うべく事業を展開している。

1.3 波及効果

これまで研磨材(砥粒)や研磨パッドなどの研磨の副資材に関しては、日本の世界的シェアが低く、なかなか追いつけない状態が続いている。エポキシ樹脂研磨パッドは革新的な商品であり、これまでの日本のこの分野での遅れを取り戻せる非常に良いチャンスであると認識している。エポキシ樹脂研磨パッドで砥粒の滞留性が優れるのは、研究開発成果の欄においても説明したように酸化セリウム砥粒に限られたことではない。このため、エポキシ樹脂研磨パッドは今後仕上げ研磨の非常に広い分野、たとえば半導体用結晶材料の研磨、金属研磨、セラミックスの研磨等に適用されることになるものと期待している。また、複合砥粒の概念もガラス研磨に限ったものではないため、幾何学的精度の改善など高精度研磨が必要となる分野で広く使用されるものになると確信している。

- 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技術開発／
高速合成・評価法による蛍光ランプ用蛍光体の Tb, Eu 低減技術開発

Ⅲ. 研究開発成果について

1. 事業全体の成果

1.1 研究開発内容

Tb, Eu は蛍光ランプ、LED 用の蛍光体の発光元素として広く用いられているが、これらの中重希土類は資源制約が強いことから、その使用量を低減することが重要である。

本研究開発は、①蛍光体の Tb, Eu 低減 ②ランプ部材（ガラス部材）による高効率光利用技術による蛍光体の使用量低減 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 の3つの項目の技術を総合的に開発することで、Tb, Eu の80%低減を達成することを目的として平成21年度に開始された。

平成23年度の間評価段階で、照明器具が東日本大震災を契機に急速に蛍光ランプからLEDに照明器具がシフトしたことにより国内の照明市場、事業環境に大きな変化が生じた。市場ニーズの調査をふまえた上で、それまでに開発された蛍光体の開発技術については今後産業競争力強化の上で重要となるLED用の新規蛍光体の開発に注力し、また、既存光源である蛍光ランプについては蛍光体の価格高騰に対応するために蛍光体の分離・回収の早期の実用化を目指して加速することとした。

図⑧-1は、研究開発項目及び体制について示したものである。

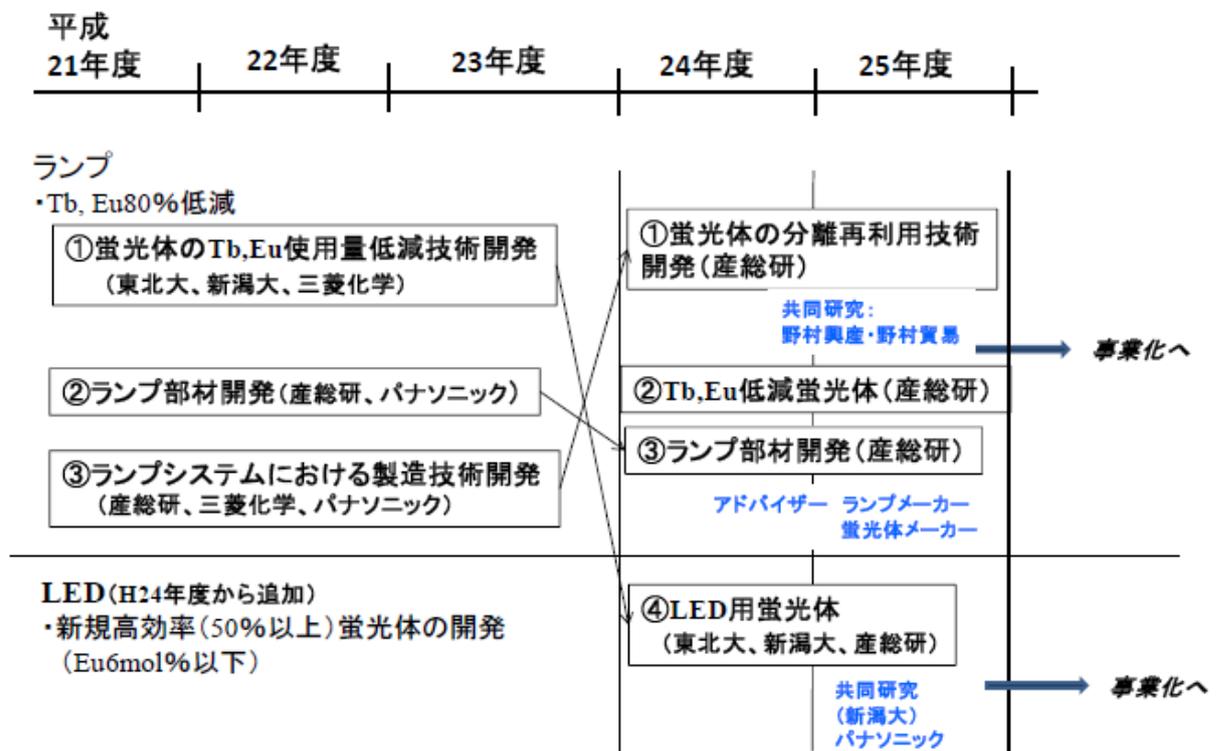


図 ⑧-1 研究実施項目と体制

研究項目とその内容は以下のとおりである。

○平成21年度～23年度

(1) 蛍光体の Tb、Eu 使用量低減技術の開発

(国立大学法人東北大学・国立大学法人新潟大学・三菱化学株式会社)

本項目においては、コンビナトリアル合成を用いて蛍光体の希土類を30%低減できる新規蛍光体の開発を行う。具体的には、融解法を用いて広範に組成探索を行うことで有望な組成群を見出し、流動法等を利用した実証合成によって組成の高度化を図る。また計算機シミュレーションにより、構造決定や組成改良を支援することで研究を加速する。得られた新規蛍光体についての量産化技術の開発を行う。

(2) ランプ部材の開発

(独立行政法人産業技術総合研究所、パナソニック株式会社)

本項目においては、蛍光体以外のランプ部材(保護膜、ガラス)の光利用効率を高めることで、蛍光体の使用量を削減し、それによって30%以上 Tb, Eu の使用量を低減することを目的として研究を行う。

(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

(独立行政法人産業技術総合研究所、三菱化学株式会社、パナソニック株式会社)

本項目では項目①及び②で開発された材料をランプでの適合性を高速で評価する技術を開発することで材料開発を加速する。また、開発された部材の光学的特性等をシミュレーション技術によって光利用効率等を最適化し、ランプ試作を行い、最終的な目標である蛍光ランプにおける Tb, Eu の使用量を低減する。また製造工程における蛍光体のロスを20%以上低減することを目的として、蛍光体種別分離再利用技術と蛍光体塗布プロセスの低温化の開発を行う。

平成24年度～25年度以降の研究項目は、以下のとおりである。

(1) 蛍光体の分離・再利用技術の開発(平成24年度から新規)

→本原簿では(4)と記載

(独立行政法人 産業技術総合研究所)

本項目では、実際の工程回収品を用いて、分離試験を行い分離性能を検討する。これらの結果から、工場内の使用に適する磁気分離システムを設計し、実回収品を用いての試験を行い、その結果を元に装置を改良し、実用化が可能なレベルとする。また市中回収された廃蛍光体を手に入して分離試験を行い、分離した蛍光体の輝度、及びランプに用いた場合の性能を評価し、実用化の際の課題を抽出する。

【平成25年度に追加項目】

「廃蛍光体の分離プロセスの量産、実用化に向けた検討」

(独立行政法人産業技術総合研究所)

共同研究先：野村貿易株式会社・野村興産株式会社)

蛍光灯処理の工程で回収し脱水銀された蛍光粉から、蛍光灯原料として使用できる緑色蛍光体(LAP)を抽出し、国内外のランプメーカーに販売する事業を実現することを目的として、LAP抽出の連続処理装置開発及びそれを用いた処理プロセスの開発についての共同研究を行う。

(2) Tb, Eu 低減蛍光体の改良 (平成23年度から継続)

(独立行政法人 産業技術総合研究所、国立大学法人新潟大学)

Tb または Eu を低減した既存蛍光体を作製し、ランプ試作を行い、直管における適用範囲を明らかにする。また、輝度が低下する場合には、蛍光体の粒度、周囲部材との組み合わせ等によって光束を改善する方法を検討し、Tb, Eu の使用量を30%低減した蛍光体を使用できる方法を開発する。

(3) ランプ部材の開発

(平成23年度から継続 本事業原簿では前述の(2)に統合)

(独立行政法人 産業技術総合研究所)

本項目においては、蛍光体以外のランプ部材(保護膜、ガラス)の光利用効率を高めることで、蛍光体の使用量を削減し、それによって30%以上Tb, Euの使用量を低減することを目的として研究を行う。具体的には保護膜に使用可能な発光ガラスの開発とガラス管表面に外部への光取り出し効率を向上させる膜を形成する表面処理技術の開発を行う。これらの材料をランプで使用した場合の性能を検証すると同時にランプメーカー、蛍光体メーカーと技術情報を交換し、実用化の可否を検討する。

①～③で開発された蛍光ランプ用 Tb, Eu 低減技術は、細管等の使用も含め、最終的に80%Tb, Eu の低減が可能なランプ(平均演色評価数80以上、エネルギー効率90lm/W以上のもの)を提示する。また、Tb, Eu 低減レベルと実用化への難易度、課題を相関づけて明らかにする。

(4) LED用蛍光体としての性能検証(平成24年度から新規)

→ 本事業原簿では(5)と記載

(国立大学法人新潟大学 (再委託先 鳥取大学)、大学法人工学院大学、独立行政法人産業技術総合研究所)

平成23年度までに構築したコンビケム手法を用いて、酸化物、酸窒化物を主体として近紫外(365nm)～青色光(460nm)で励起が可能で内部量子効率が50%以上のEuフリーの赤色蛍光体、Eu含有率が6mol%以下の蛍光体としての性能検証を検討する。また、上記の蛍光体の探索のために平成23年度までに開発してきた蛍光体の性能予測手法を使用して、少なくとも3つ、高効率に発光するLED用蛍光体の候補を提案する。

また、各種の蛍光体組成について蛍光シリカの技術を基盤として、シリカと蛍光体の複合化して高性能化することを目的として、蛍光体組成を内包したシリカの近紫外から青色の励起発光特性を検証する。

【平成25年度に追加した項目】

「LEDデバイスへの実装評価」

(新潟大学、共同研究：パナソニック株式会社)

新潟大学で開発したLED照明用蛍光体を実際のLEDデバイスに実装し、蛍光体の発光特性、寿命、耐熱性を評価する。また、LEDデバイス搭載時における蛍光体の形態や発光特性の問題点を明らかにする。更に、照明器具としての実用化のためには、蛍光体の耐湿性や耐光性も重要となるため、LEDデバイスとしての経時的な光束維持率、色度の安定性などを加速試験により評価する。

1.2 全体の成果

全体の主要な成果は以下のとおりである。

- (1) 蛍光ランプ用蛍光体 $\text{LaPO}_4:\text{Ce, Tb}$ (LAP) のTbを33%低減(Tb+Euとして20%低減)しても、ランプ光束としては、変わらないことを示した。
- (2) シリカ保護膜を高効率に発光させることで、光利用効率を高め、蛍光体の使用量が20%以上低減できる可能性を示した。また、ガラス上にナノインプリントフィルムからゲルを転写する手法を開発して光利用効率を高めると蛍光体の使用量が10%低減できる可能性があることを示した。
- (3) ランプ用蛍光体をラボスケールでランプ性能を評価し、劣化を加速試験する方法を開発した。
- (4) ハロリン酸系蛍光体、希土類蛍光体を磁化率差を利用して、磁気力分離が可能なことを示した。実際の工程内廃蛍光体、市中廃蛍光体にこの方法を適用して分離が可能なことを示した。分離されたLAPを用いてランプを試作したところ、新品LAP並みの性能が得られることが明らかになった。これらの結果を総合すると、Tb+Euとして30%以上の使用量を低減できる可能性があることを示した。また実用に資する量産用の磁選機を開発した。

- (5) 蛍光体の発光色などの特性を材料インフォマティクス手法を用いて結晶構造から予測する手法を開発した。また特定の構造を有する結晶構造を結晶構造データベースからスクリーニングするプログラムを開発した。これらの手法を組み合わせることで、高効率に候補物質を絞り込む手法が開発できた。この手法を利用し、低コストで製造できる酸化物系のEuまたはCeを発光元素とする赤色蛍光体を複数見出すことができた。また、赤色蛍光体 $\text{NaMgPO}_4:\text{Eu}$ の内部量子効率 $\geq 80\%$ であった。

状況変化のため蛍光ランプ用の開発は一部中止したが、個別技術の足しあわせとしての80%については、おおむね達成した。

上記の成果の中で特に重要なものは、後半に研究開発を集中した(4)と(5)である。(4)の蛍光体回収技術は世界で初めて廃蛍光体から新品とほぼ同等レベルの性能のLAPが回収できることを示した例であり(5)では、LED用途として青色光励起で Eu^{2+} を赤色発光させる酸化物、さらに Ce^{3+} で赤色発光する酸化物が見出されたことはこの分野では意義のある成果である。

2. 研究開発項目毎の成果

2.1 目標の達成度

目 標	研究開発成果	達成度	課題と解決方針 ※未達の場合のみ
<p>プロジェクト全体の目標</p> <p>1、蛍光体の Tb、Eu の使用量を蛍光体で蛍光体で 30%、ガラス部材で 30%、省使用製造工程で 20%を低減する。</p> <p>Tb、Euを 80%低減したランプ*を提示する。 *Ra80, 90lm/W以上のもの</p>	<p>蛍光体の低減が 20%と未達であるが、省使用製造（蛍光体の回収）が市中回収品まで適用されたことから足しあわせとしてはおおむね達成した。</p> <p>—</p>	<p>達成</p> <p>未達 平成 24 年度末で中止</p>	<p>状況変化により、新規の蛍光ランプ製品の設定が困難となり、開発の意義が薄れたため、開発を中止し、実用化の可能性の高い回収と LED 用途に注力することとしたため。</p>
<p>個別技術の目標</p> <p>① 蛍光体の Tb、Eu の使用量を 30%低減する</p> <p>② ガラス部材の光利用効率を高めることで、Tb、Euの使用量を 30%低減する。</p> <p>③ 製造での省使用プロセスにより、20%以上を低減する。</p> <p>・ランプ用蛍光体の高速評価技術を確立する。</p> <p>・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。</p> <p>・プロセスの低温化等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。</p>	<p>Tb を 33%低減した LAP 蛍光体（Tb+Eu 20%減）が同等のランプ光束となることを示した。</p> <p>発光シリカ保護膜により 20%低減、凹凸膜形成により 10%低減の可能性を示す。</p> <p>蛍光体の分離・再利用により 30%の以上の低減が可能</p> <p>蛍光体のラボレベルの加速評価技術を開発した。</p> <p>磁気力分離により蛍光体の再利用ができることを示す。</p> <p>シンター温度が蛍光体の輝度劣化およびランプ光束低下に与える影響を調べた</p>	<p>未達 平成 24 年度後半に状況変化のため開発を中止</p> <p>達成（部材レベル）</p> <p>達成 （市中品回収品再生含む）</p> <p>達成</p> <p>達成</p> <p>未達 平成 23 年度で開発を中止</p>	

目 標	研究開発成果	達成度	課題と解決方針 ※未達の場合のみ
廃蛍光体の分離回収 (H24 追加項目) 実用に資する量産装置を開発する。市中廃蛍光体からの分離回収を行い、実用への課題を明らかにする。	市中廃物蛍光体から実用レベルのLAPが取り出せることを示した。また、実用に資する量産装置を開発した。	達成	
LED用蛍光体 (H24 追加項目) Eu添加量が6mol%以下で量子効率50%以上の酸化物または酸窒化物蛍光体を開発する	NaMgPO ₄ :Euが量子効率80%以上を示すことを見出す	達成	

以下、それぞれの項目別に成果の概要を記載する。

(1) 蛍光体の Tb、Eu 使用量低減技術の開発

(1) - 1 量子化学計算による材料高速選択指針の解明 (東北大学)

まず設計指針を検討するために、高速化Tight-binding量子分子動力学法を開発し、BAMなどの蛍光体の電子構造の計算結果から、発光波長や量子効率に影響を与える要因を推定した。その結果、①Eu 5d軌道と周辺O原子との反結合性相互作用によりEu²⁺発光が短波長化される、②Eu 5d軌道と周辺Baの結合性相互作用によりEu²⁺発光が長波長化される、ことを見出した。Eu²⁺付活蛍光体の多くは、アルカリ土類金属を含むため、この2つの規則性はBAM以外の酸化物蛍光体にも当てはまると考え、既報のEu²⁺付活蛍光体30構造について発光波長と結晶構造の相関性を構造活性相関法で調べた。その結果、両者には良好な相関性がみられたことから、母体構造から発光波長を予測する経験式を提案した。図 ⑧-2 に発光波長についての予測結果と実測との比較を示す。さらに、量子効率についても母体結晶構造との相関性を検討し、Eu周囲のアルカリ土類金属原子の対称性と量子効率の間に定性的な相関性があることを見出した。これは、Eu周囲のアルカリ土類金属のs軌道とEu 5d軌道が相互作用し、Eu 5d下端が伝導帯下方にくることで無輻射遷移が起こりにくくなるためだと推定した。この知見に基づき、Eu周囲のアルカリ土類金属の対称性を数値化したANetを提案した。母体結晶構造データから、発光波長を計算する経験式に必要な構造パラメータとANetを自動計算する構造抽出プログラムを作成した。

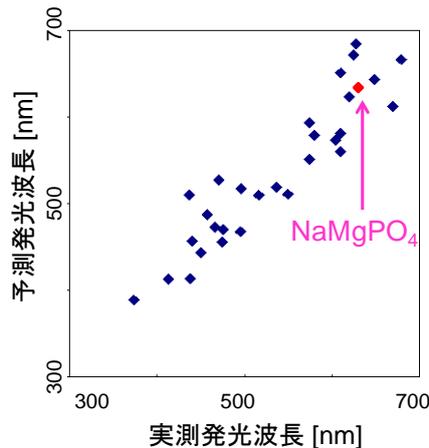


図 ⑧-2 構造活性因子により予測したEu²⁺の発光波長と実測波長の相関

(1) - 2 Tb, Eu 省使用・代替蛍光体の新規組成開発 (新潟大学 再委託：鳥取大学)

特殊製作炉である特殊ラックヒーター炉および光溶解アークイメージ炉を用いたコンビナトリアル合成により新規蛍光体を探索した。その結果、Eu を発光イオンとする赤色蛍光体では Eu の使用量を 12%、Tb を発光イオンとする緑色蛍光体では 57~60%まで低減できる可能性を見出した。また、Tb および Eu を全く使用せず、高い発光効率を持つ白色発光を示す (Ba, La)-Ti-(P, Ga)系蛍光体を開発した。さらに、(Ba, La)-Ti-(P, Ga)系蛍光体が 200 nm 以下の真空紫外領域に連続的な励起帯を持ち、185 nm に大きな励起源を持つ電球型蛍光灯にも応用可能であることを見出した。

(1) - 3 蛍光体の量産技術の開発 (三菱化学株式会社)

新潟大学が開発したLa₂O₂S:Tb 蛍光体を三菱化学で改良と量産検討を実施した。またこの蛍光体を使い、ランプ特性もシミュレーションした。これによりGreen 蛍光体としてTb を約 50%近く削減できることが分かった。但し相対光束、演色性および温度特性は不十分であり、改良が必要であることが分かった。

また、既存蛍光体での Tb, Eu の低減を基礎的に再検討するために新たに導入した量子収率測定器によりランプ用蛍光体の希土類付活剤濃度依存性を検討した。Green の LAP 蛍光体は Tb 濃度を下げても内部量子収率、外部量子収率及び励起光吸収率は変化しないことが分かった。但し紫外部の発光が増え、一方主波長 543nm の発光強度は減るため見かけの輝度は低下する。ランプでは Blue、Green、Red の 3 色が混合されているため、この Green 蛍光体からの紫外発光が Blue 蛍光体の励起に使われ、Blue 発光を増加させるために、Tb 濃度減による光束低下は単色結果より緩和されると期待されることを見出した。

また、既存蛍光体をベースに三菱化学が開発した低 Tb-LAP (LaPO₄:Ce, Tb), 低 Tb-CAT (CeMgAl₁₁O₁₉:Tb) 及び Tb=0 の CMM (CeMgAl₁₁O₁₉:Mn) 蛍光体のランプ特性のシミュレー

ションを実施した。三菱化学で開発した 67%Tb-LAP 及 67%Tb-CAT 蛍光体のサンプルのランプ特性はLAP 標準蛍光体を使用した特性に対し光束は僅かに低いか同等の特性を示し、その時の 3 色合わせたTb+Eu の使用量は標準蛍光体に比べ約 18%以上削減できることが分かった。更にTb を低減した 50%Tb-LAP サンプルもシミュレーションでは光束は 67%Tb-LAP より 1%低いのみであり、Tb+Eu 量は 3 色合わせて 27~28%削減でき、実ランプでは標準とほぼ同等の光束特性が得られると期待された。67%Tb LAP, 50% Tb LAP について量産試作しパナソニック社でランプ試験を行った。その結果、67%Tb LAPについては同等の光束を示すことが明らかになった。

(2) ランプ部材の開発

(2) - 1 シリカ保護膜 (産業技術総合研究所)

Cu、Zn を発光元素とする各種の蛍光シリカを開発した。特に $Zn_2SiO_4:Mn$ のナノ粒子を析出させたシリカは 70%以上の高い内部量子効率を示した。蛍光体層から漏れる紫外線の量を 12.5%と仮定して蛍光シリカ膜と蛍光体をあわせた場合のランプシミュレーションを (1) - 3で行ったところ、光束向上効果が見られたので、パナソニックでこのシリカを保護膜用のナノシリカに混合してランプ管に塗布し、ランプ試験を行ったが、光束向上効果が見られなかった。その原因を検討したところ作製した蛍光シリカの粒度が $750\mu m$ と大きいことで塗布性に問題があることがわかった。そのため薄膜塗布に適した蛍光シリカとして 50nm 以下のナノシリカの粒子間に $Zn_2SiO_4:Mn$ を析出させることで内部量子効率 72%を示す蛍光ナノシリカを開発した。このシリカをスラリー化して、ガラス上に塗布したところ光透過性がよく高効率発光するシリカ被膜を得ることができた。シリカ膜と蛍光体を重ね塗りする際の塗布量を最適化したところ、20%以上の蛍光体の使用量低減が期待できることがわかった。

(2) - 2 ガラス上へのパターン被膜の塗布法の開発 (産業技術総合研究所)

ガラス管上の曲面にナノインプリントフィルムを鋳型として用いて無機のシリカゲルのサブミクロンオーダーの凹凸膜を形成する技術を開発した。蛍光体を塗布した蛍光ランプ管にこの膜を形成し、紫外線を照射したところ、最大 3%全光束測定において向上が見られ、実ランプの蛍光体の塗布量の結果を考慮すると 10%以上蛍光体の使用量を低減できる可能性があることがわかった。

(3) 省使用製造プロセスの開発

(3) - 1 ランプ用蛍光体等高速評価技術の開発 (パナソニック株式会社)

プロジェクト内で新規開発された蛍光体等の材料をランプを作成せずに初期特性および連続点灯中の経時変化を迅速に予測することを目的として、ランプ用蛍光体等高速評価技術の開発を行った。まず、蛍光体スラリーのディッピング装置を設計・導入し、精度良く

蛍光体塗布テストピースの作成ができることを確認した。次に、擬似的な放電管内で蛍光体に負荷を与えることでテストピースの輝度変化を加速する装置を設計・導入し、おおよそ実ランプの光速経時変化を 10 倍程度加速できる可能性を示した。最後に、蛍光体塗布テストピースを 254nm 励起光で照射し、蛍光膜からの発光成分の光束を測定する装置を設計・導入し、精度向上を図った。上記取り組みにより蛍光体塗布テストピースによる代替評価法を確立した。

(3) - 2 実蛍光ランプにおける最適化・ランプ試作 (パナソニック株式会社)

計 9 回に渡る実蛍光ランプの試作・評価では、Tb の含有量を従来比 33% または 50% 削減した緑色蛍光体を用いた直管形蛍光ランプの製作を行い、初期特性および 3000 時間にわたる点灯試験による特性変化について評価を実施した。繰り返しの試作を通じて、3 波長標準蛍光体 (赤、青、緑) と Tb67%LAP (緑) + 標準蛍光体 (赤、青) のランプ初期光束および光束、色度の経時変化は工程条件の塗布量の範囲で同等であることを示した (図⑧-3)。この試作検証により Tb, Eu をほぼ 20% 削減できることを実証した。

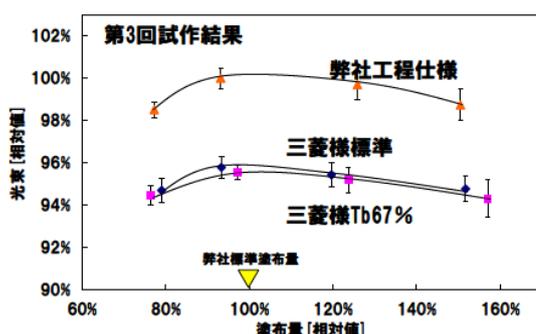


図 ⑧-3

Tb67% LAP のランプ試作結果

試作条件

光色：昼白色 (x, y=0.345, 0.354)

蛍光体調合比率：

- ・三菱 RGB 標準 (重量比率：R44.3, G34.1, B21.8)
- ・自社 RB 標準
- + Tb67%LAP (重量比率：R41.7, G40.0, B18.3)
- ・試作はロット量等のため他社試作ラインを使用

また、発光シリカを保護膜に用いた蛍光ランプの作製を行い、現行のシリカ保護膜 (非発光) を用いて作製したランプとの初期光速比較を実施した。その結果、顕著な光束増加は見られなかった。

(3) - 3 - 1 蛍光体分離・再利用技術の開発 (産業技術総合研究所)

蛍光体の磁化率差を利用して市販の高磁場勾配磁選機を用いて磁化率の大きな緑色蛍光体 LAP を分離回収できることを実証し、操作法の最適化を行った。工程内廃蛍光体回収品及び市中回収廃蛍光体について前処理、高磁場勾配磁選機による磁選処理の繰り返し、後処理により LAP を高純度で効率よく回収する方法を明らかにした。

(3) - 3 - 2 製造プロセスの低温化 (パナソニック株式会社)

蛍光体省使用製造技術の開発として、シンター温度が蛍光体の輝度劣化およびランプ光

束低下に与える影響を調べた。特に熱劣化が懸念される BAM に関して、蛍光体膜を焼成するベーキング工程と同等の雰囲気中で処理をおこなった蛍光体の粉体輝度は、未処理品に対して1%程度の輝度劣化しかないことを確認した。更に、ベーキング温度を現行設定値から100℃低下させて蛍光ランプを試作し、標準シンター温度のランプと初期光束を比較したところ、有意な差は見られないことを確認した。このことからベーキング温度を低下させて蛍光体劣化を抑制する方策よりも、蛍光体回収等の技術開発に焦点を絞らねばならないと考えられた。

(4) 蛍光体の分離・再利用技術の開発

(4) - 1 蛍光体の分離・再利用技術の開発

(産業技術総合研究所)

市中回収廃蛍光体を用いて磁気力分離で分離試験を行い廃蛍光体から高純度の LAP を回収した。回収 LAP を用いてランプ試作を行った。回収された LAP の蛍光スペクトルとランプ光束を図 ⑧-4、図 ⑧-5 に示す。三波長ランプもあわせて試作したところ、十分に洗浄した LAP は新品に近い値を示し、光束維持率は問題のないことを示した。これらの結果から三波長ランプの LAP の40%以上は回収 LAP を混入できると考えられ、その結果、Tb+Eu の使用量として20%以上の低減が想定される。

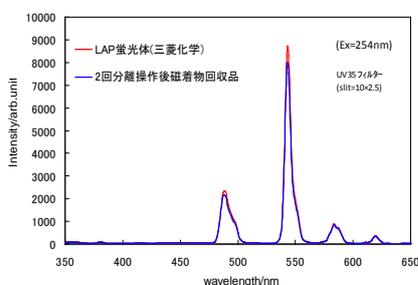


図 ⑧-4 回収した LAP の 254nm 励起時の蛍光スペクトル。
—回収 LAP、—新 LAP

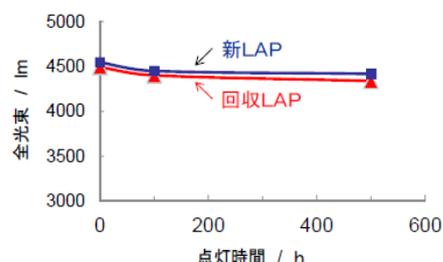


図 ⑧-5 LAP を用いて試作した HF 蛍光ランプ (FHF32) の点灯時の光束変化

さらにランプ光束がやや低い回収 LAP について原因を調べ、量子効率測定等でランプ性能を推定できる可能性があることも見出した。

(4) - 2 廃蛍光体の分離プロセスの量産、実用化に向けた検討

(産業技術総合研究所 共同研究：野村貿易株式会社、野村興産株式会社)

実際の量産のために必要な新たなシステムとして自動連続運転装置の設計開発(図 ⑧-6)を行い、選別精度の高い新規マトリックスを開発して試験やコスト試算を行い、課題を明確にし、実用化の可能性を明らかにした。

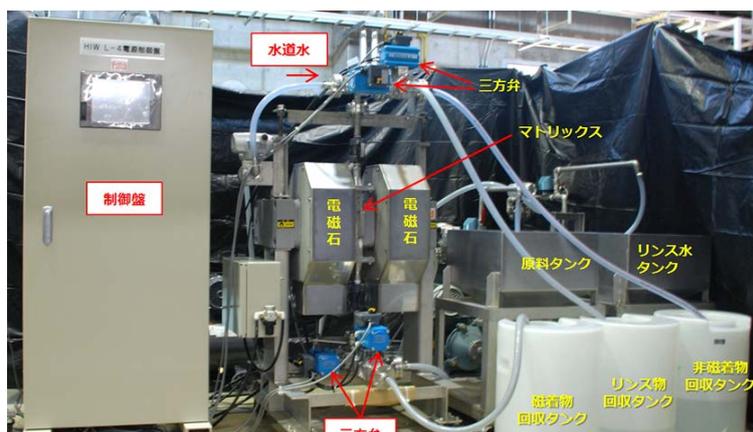


図 ⑧-6 開発した蛍光体の自動連続式磁選システム

(5) LED 用蛍光体としての性能検証

(5) - 1 LED 用蛍光体探索のための設計指針 (工学院大学)

(1) - 1 で開発されたプログラムを活用し、無機結晶構造データベースに含まれる 16 万件以上の結晶データから、有望な新規蛍光体母体構造候補として、赤色発光が予測される構造を 860、黄色発光が予測される構造を 197 提案した。また、構造候補データのシミュレーション結果を解析することで、Eu について 6~7 配位をとる結晶構造が赤色/黄色発光しやすいことを見出した。特に 7 配位構造は、より小さい配位構造と比べて Eu の配位子場が歪んだ構造になっており、その歪みが長波長化になる要因だと考えられる。これらの予測データをもとに、新潟大学グループで集光炉を用いた実証試験を実施した。その結果、新規な赤色発光蛍光体、緑色発光蛍光体が複数発見された。

(5) - 2 LED 用蛍光体の組成探索

(新潟大学 LED での実装評価についての共同研究：パナソニック株式会社)

探索対象とした化合物は、1) アルカリ金属、アルカリ土類金属を含む酸化物、2) 結晶構造内のアルカリ金属、アルカリ土類金属のサイトが 5 配位、6 配位あるいは 7 配位である構造、3) 高い熱・化学的な安定性を持つ化合物を中心に行った。白色LED用蛍光体の発光イオンとして多く用いられているEu²⁺およびCe³⁺イオンは外殻軌道である 5d軌道の電子が発光に直接関与するため、その発光特性は母体結晶中に存在する発光イオンに対する結晶場

に強く依存する。このため、d軌道の分裂をより大きくし、長波長での励起と発光を実現するためには、より共有結合性の強い窒化物が望ましいとされてきた。しかし、結晶場理論に基づけば、d軌道の分裂に与える影響としては対称性の効果が大きい。すなわち、配位子の負電荷が作る結晶場を計算すると、高い対称性を持ち、配位子との相互作用が大きい場合により大きなd軌道の分裂を得られるはずである。そこで本研究では青色光励起可能で長波長側に発光スペクトルを持つ新規な酸化物蛍光体の開発を目指し、16万件の無機結晶構造データベース（ICSD）から工学院大学高羽グループが作成した構造抽出プログラムから、5配位、6配位あるいは7配位のアルカリ金属、アルカリ土類金属サイトを含む候補として937個の結晶構造を抽出した。その中で、組成の重複および化合物の熱・化学的な安定性を考慮した結果、約300個の結晶がEu²⁺およびCe³⁺を発光イオンとする蛍光体の母体結晶として期待できた。これらの候補に対し、光溶解アークイメージ炉および特殊ラックヒーター炉を用いて高速合成を行い、発光特性を評価した。その結果、近視外～青色LED（400～460 nm）で励起可能なLED用蛍光体として有望な8つの新規蛍光体（Eu²⁺賦活蛍光体：5個、Ce³⁺賦活蛍光体：3個）の開発に成功した。その中で格子中に陽イオンと陰イオン間の結合距離が

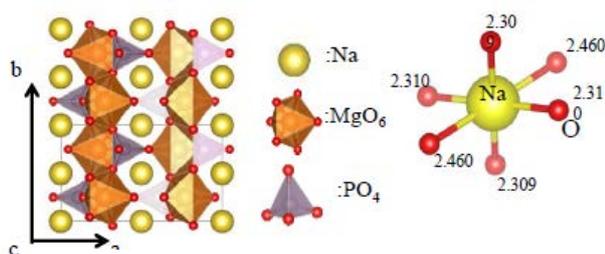


図 ⑧-7 NaMgPO₄:Eu²⁺ の結晶構造

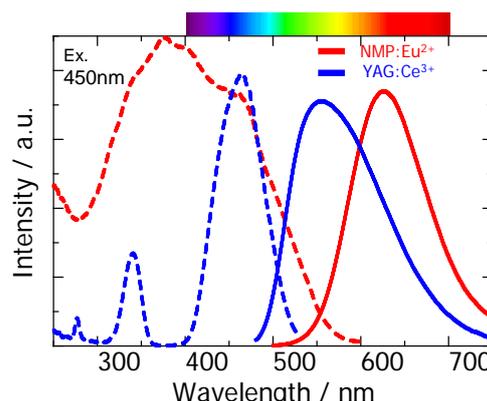


図 ⑧ -8 YAG:Ce³⁺（青線）および NaMgPO₄:Eu²⁺（赤線）の励起・発光スペクトル

短く、かつ6配位のサイトを有しているリン酸塩系酸化物、NaMgPO₄を母体結晶とするNaMgPO₄:Eu²⁺蛍光体において、青色光領域で強い光吸収を持ち、620 nm以上に最大ピークを持つブロードな発光バンドを持つ赤色酸化物蛍光体であることを見出している（図 ⑧-7および8）。さらに、NaMgPO₄:Eu²⁺蛍光体は450 nmの励起において80%以上の内部量子効率を示した。ただし、LEDモジュールに対する耐久性評価試験の結果、発光強度の低下が確認され、実用化にはこの改善が必要となることがわかった。

（5） - 3 LED用蛍光体の高性能化（産業技術総合研究所）

蛍光シリカの近紫外での励起発光特性を検討した。その結果、Eu または Tb の含有量が低く、365nm 以上で高効率に発光する蛍光シリカを作製することができた。また BCNO ナノ

粒子 をシリカ細孔中に導入することで、内部量子効率 50%を有する希土類フリーの蛍光シリカを作製することができた。

2.2 成果の意義

省エネ照明に多く使われる三波長蛍光ランプの蛍光体の Tb, Eu 低減・代替技術の開発は 2010 年のレアアース危機から全世界的に関心が高まり、米国 DOE の 2010 年の調査においても照明用 Tb, Eu, Y の代替、使用量低減の重要性が指摘されているが、何を技術的に開発すれば良いかが明確でない。本研究開発は、ランプ用の Tb, Eu について何を行うことができ、それがどこまでできるかを検討した最初の例であり、今後、米国・欧州で蛍光体の Tb, Eu 低減についての研究開発を行う際の原型になるものと考えられる。実際、韓国、米国の学会から本開発について多数の講演依頼を受けた。

また、上記の状況を鑑み、近年、蛍光ランプ用蛍光体の回収・再利用技術の開発は日本のみならず、全世界で行われているが、再生した蛍光体を新ランプにほぼ同等性能で使用できる可能性を示した例はない。そのため、今回、磁気力分離により高性能の LAP の回収に成功したことは、世界で初めてコスト的に見合う可能性の高い蛍光体のリサイクルの可能性を示したものである。

LED 蛍光体については、今回の探索手法で短期間に Eu^{2+} を発光元素とする酸化物母体の蛍光体という難易度の高い材料が短期間で開発でき、さらに Ce^{3+} の赤色発光の可能性を示した。この結果は、より資源制約のない Ce を用いた新規な酸化物赤色蛍光体を開発努力につながると考えられ、非常に意義深い。

2.3 知的財産の取得・標準化

以下の表に特許、論文、外部発表の件数を示す。

区分 年度	特許出願			論文		その他外部発表		
	国内	外国	PCT※ 出願	査読 付き	その 他	学 会 発 表・講演	新聞・雑誌等 への掲載	その他
H21FY				1件		7件		2件
H22FY	1件			3件	1件	28件	2件	2件
H23FY	4件			2件	2件	29件	4件	5件
H24FY	4件		1件	3件	1件	20件	1件	4件
H25FY	7件			5件	2件	24件	1件	2件
H26FY	1件		1件	7件	1件	23件	1件	
合計	17件		2件	21件	7件	131件	9件	

本開発においては、コンソーシアム内で共同研究契約を結び、その規約にのっとり特許出願、研究発表が管理されているが、別途、細かな内規を開発開始時に決め運営している。

また、蛍光体の分離については、量産時の分離方法の細かなノウハウについてはクローズにし、製造法についての特許出願は概念の最低限のもののみとし、特許出願は装置とマトリックスのみとした。また、今後海外への展開が期待されるものは、可能な限り外国出願を行った。

2.4 成果の普及

ナノテク展等の展示会、学会の講演会等の機会を通じて、本プロジェクトの概要と成果の広報に努めている。学会についても日本セラミックス協会トピックス講演、応用物理学会注目講演など広報効果の高いものに応募して注目度を高めている。また、照明学会、ニューガラスフォーラム、蛍光体同学会などに加え、米国、韓国、台湾の学会、研究機関からプロジェクトの取り組み、開発した蛍光材料の依頼に答え成果の普及に努めている。

また、より広く成果を広報するために、磁気力分離による蛍光体の分離についてプレス発表を行い、複数の新聞に内容が掲載されている。

IV 実用化の見通し

1. 実用化の見通し

1.1 成果の実用化可能性

蛍光体の回収については、蛍光ランプは国内ですでに回収されており、その処理の過程で蛍光粉はすでに回収されているので回収に新たなコストが発生しないことは事業化に向けて有利な条件である。蛍光ランプの長寿命化、LED化に伴い、製造される蛍光ランプの量は次第に減少するが、希土類蛍光体を使用する蛍光ランプはこれから10年以上、海外までを考慮すればそれ以上製造し続けられると考えられる。問題となるコストについては、現状では正確な算定までは難しいが、高磁場勾配磁選法は大量・低コストで処理が可能な技術であるため、廃蛍光体を10キロ程度（LAP1キロ）を処理するコストとLAP1キロの値段を考慮すると、コスト的に見合う可能性は高い。

LED用蛍光体については、現在黄色はYAG:Ce、赤色はCaAlSiN₃:Euを用いて製造されているが、窒化物蛍光体は特殊な製造手法をとるため価格が高くなりがちであり、安価に製造できる酸化物へのニーズは高い。そのため、実用上、必要な特性が得られれば、実用化、事業化に向けての十分な見込みはある。

なお、ランプ部材については、蛍光ランプ用として実用化することは難しい状況にあるが、LED、太陽電池、特に太陽電池については、カバーガラス等で光利用効率を高める技術は今後の実用化が期待される。特に蛍光シリカは樹脂と同等の屈折率を有し、混合した際に透明になることから、太陽電池用波長コンバーターとして期待できる。1.5以下の屈折率を有し、従来にない蛍光体であることから明確な優位性を有する。

1.2 実用化のシナリオ

蛍光体の回収については、すでに回収蛍光体のサンプル評価を行っている。今後、実証試験を行い、量産技術確立をした後に事業化を検討することを想定している。工程内回収については、国内の装置メーカーに特許を実施許諾し、ランプメーカーに導入することを想定している。

LED用蛍光体については、Eu²⁺付活蛍光体発光特性の予測シミュレーション手法を利用して見出された蛍光体の中で最も優れた特性を持つものは、オリビン型NaMgPO₄:Euである。本蛍光体は化学的安定および熱的安定に優れており研究室レベルの合成で80%以上の内部量子収率を示している。しかしながら、パナソニック社による簡易評価用LEDモジュールに対する耐久性評価試験の結果、光照射に対する劣化が観察された。これは価数揺動によるものと推測されている。今後は、新潟大学にて、ガラスコーティングやガラス封止の技術と

組み合わせることによる蛍光体材料の耐久性改善や、工業化に適する製造技術の調査選定などを行い、競合技術に対する優位性確保の目処を得た上で、LED光励起の用途（LED照明等）や半導体青色レーザーのような高強度励起の用途（ヘッドライト、プロジェクタ等）における実用化を目指す。

下図⑧-9 に実用化・事業化に向けての想定されるスケジュールを記載する。

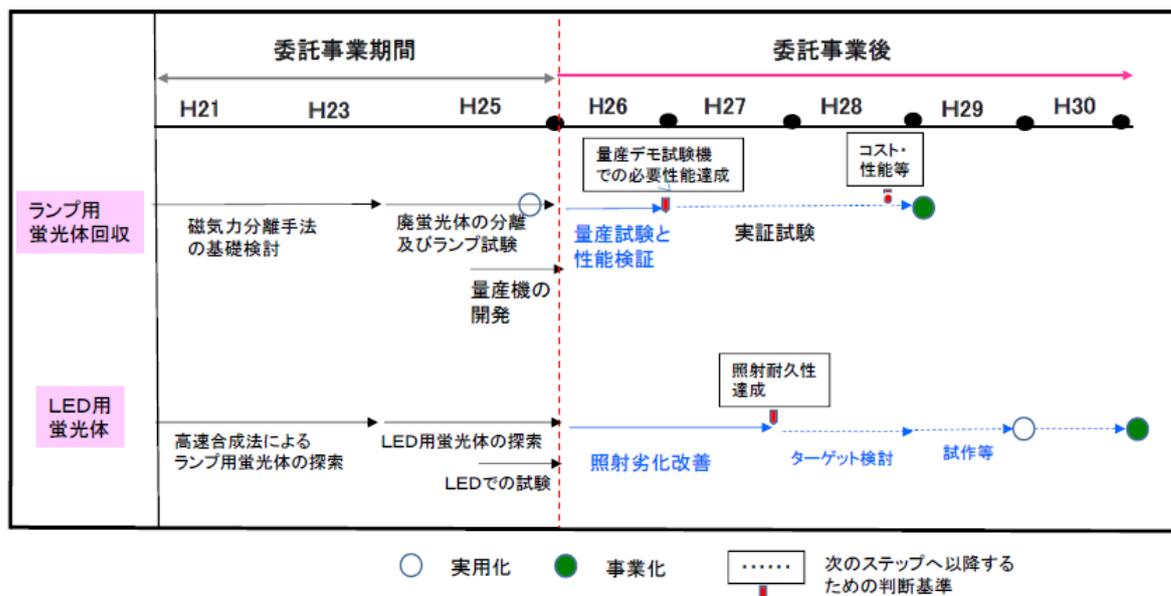


図 ⑧-9 実用化、事業化の想定スケジュール

1.3 波及効果

希土類元素、特に重希土類は、資源偏在がある一方で、需要は世界的に広がるため、グローバルな観点からもマテリアルフローを考えることが必要である。省エネ照明はLEDにシフトしつつあるが、インド、欧米などでは、その安価さから電球から一時的に蛍光ランプにシフトするケースもあり、一時的には蛍光体の使用量が増える可能性がある。そのため、蛍光ランプ蛍光体の回収技術を普及させることで、世界的な使用量が抑えられれば Tb の価格抑制に寄与することが想定される。Tb の主要な用途は、蛍光ランプと高性能磁石であり、今後、重要度の高まる希土類磁石に使用される Tb の安定供給に資するという意義もある。

LED用蛍光体については開発期間が後半の2年と短かったために、新規な組成開発の段階であり、実用上十分な性能改良までは至らなかった。しかしながら、Eu²⁺を発光元素とする

酸化物の蛍光体という難易度の高い材料が開発でき、さらにCe³⁺の赤色発光の可能性を示したことで、今後、この分野において資源制約の少ないCeを用いた新規蛍光体の開発が加速されると考えられる。また、今回、構造のどの部分が性能に効いているかという研究者の作業仮説を検証し、さらにそれにあう候補物質を膨大な結晶構造データベースから探し出す作業をコンピューターによる抽出も利用して効率的に行う手法を開発し、それが有効であることを実証した。この手法は、燃料電池用電解質など他の性能の無機結晶の探索にも適用可能であると考えられ、材料の新規探索への波及効果は大きい。