

「希少金属代替材料開発プロジェクト」  
(事後評価)分科会  
資料 5-1

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-3
2. 事業の背景・目的・位置づけ	I-5
2.1 事業の背景	I-5
2.2 事業の目的	I-5
2.3 事業の位置付け	I-7
2.4 海外の研究状況	I-10

#### II. 研究開発マネジメントについて

1. 事業の目標	II-1
1.1 目標設定根拠	II-1
1.2 全体目標	II-14
1.3 詳細目標と設定根拠	II-14
2. 事業の計画内容	II-19
2.1 研究開発の内容	II-19
2.2 研究開発の実施体制	II-28
2.3 研究開発の運営管理	II-32
2.4 研究開発成果の実用化、事業化に向けたマネジメント	II-32
3. 情勢変化への対応	II-34
3.1 産出国によるレアアース輸出数量管理の強化	II-34
3.2 レアアースの供給量削減に対する対応	II-38
3.2.1 新鉱種の追加	II-39
3.2.2 レアアースの安定確保に関する緊急対策（平成22年度補正予算）	II-40
3.2.3 レアアース日米欧三極R&Dワークショップの開催	II-41
4. 中間評価結果への対応	II-42
5. 今後に向けた取り組み	II-47

#### ① 透明電極向けインジウム使用量低減技術開発

#### III. 研究開発成果について

1. 事業全体の成果	①-1
2. 研究開発項目毎の成果	①-1
2.1 目標の達成度	①-1

2.2	成果の意義	①-6
2.3	知的財産の取得及び標準化の取り組み	①-7
2.4	成果の普及	①-8
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	①IV-1
1.1	成果の実用化可能性	①IV-1
1.2	波及効果	①IV-1
1.3	事業化までのシナリオ	①IV-2
② 透明電極向けインジウム代替材料開発		
III. 研究開発成果について		
1.	事業全体の成果	②-1
2.	研究開発項目毎の成果	②-5
2.1	研究開発項目別まとめ	②-5
2.2	研究開発内容	②-8
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	②-64
1.1	成果の実用化可能性	②-64
1.2	事業化までのシナリオ	②-65
1.3	波及効果	②-65
③ 希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発		
III. 研究開発成果について		
1.	事業全体の成果	③III-1
1.1	研究開発の概要	③III-1
1.2	全体の成果	③III-2
2.	研究開発項目毎の成果	③III-3
2.1	目標の達成度	③III-3
2.2	知的財産の取得及び標準化の取り組み	③III-7
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	③IV-1
1.1	成果の実用化可能性	③IV-1
1.2	事業化のシナリオ	③IV-3
1.3	波及効果	③IV-6

④ 超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発	
Ⅲ. 研究開発成果について	④-1

Ⅳ. 実用化、事業化の見通しについて	
(1) 実用化見通し	④-3
(2) 事業化の見通し	④-3

⑤ 超硬工具向けタングステン代替材料開発	
Ⅲ. 研究開発成果について	
1. 事業全体の成果	⑤-1
1.1 研究開発内容	⑤-1
1.2 全体の成果	⑤-2
2. 研究開発項目毎の成果	⑤-3
2.1 成果の最終目標の達成度	⑤-3
2.2 知的財産の取得及び標準化の取り組み	⑤-6
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	⑤-7
1.1 成果の実用化可能性	⑤-7
1.2 事業化までのシナリオ	⑤-7
1.3 波及効果	⑤-7

(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
- ・ 技術戦略マップ（分野別技術ロードマップ）
- ・ 特許論文リスト

## 概要

		最終更新日	平成24年10月24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	<p>電子・材料・ナノテクノロジー部／佐々木啓（平成23年9月～平成24年2月現在） 研究開発項目①、③を担当</p> <p>電子・材料・ナノテクノロジー部／坂井数馬（平成23年4月～平成24年2月現在） 研究開発項目②、④、⑤を担当</p> <p>電子・材料・ナノテクノロジー部／三宅倫幸（平成20年8月～平成22年12月） 研究開発項目①、②、③、④、⑤を担当</p> <p>ナノテクノロジー・材料技術開発部／坂田雅史（平成18年8月～平成20年7月） 研究開発項目①、②、③、④、⑤を担当</p>		
0. 事業の概要	<p>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。</p> <p>本プロジェクトは、透明電極向けインジウム(In)、希土類磁石向けジスプロシウム(Dy)、超硬工具向けタングステン(W)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。</p>		
I. 事業の位置付け・必要性について	<p><b>【NEDO が関与する意義】</b></p> <p>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。</p> <p><b>【実施の効果】</b></p> <p>(1) 透明電極向けインジウム(In)使用原単位低減 2006年実績でインジウムの生産量は全世界で480t生産されており、その大半が中国で生産されていた。この内、ITOターゲット用として430tが使用されていた。2011年の日本国内のITOターゲット使用量の実績値は929tであり、本研究開発により50%削減が可能になった場合、465tの削減効果がある。これは、2011年の地金相場価格(730\$/kg)では、264億円の削減効果がある。</p> <p>(2) 希土類磁石向けジスプロシウム(Dy)使用原単位低減 2011年の希土類磁石向け国内Dyの供給量の実績値は600t/年であり、本技術開発により30%削減可能となった場合、Dy単独でおおよそ180tのジスプロシウムの削減の効果がある。これは、2011年の地金相場価格(2123\$/kg)で換算すると約298億円の削減効果がある。</p>		

(3) 超硬工具向けタングステン(W)使用原単位低減

2004年度のWの需要量は5680トン(需要量)であり、その内、切削工具に使用されるWの需要量は5466トンであった。2011年の日本国内の切削工具に使用されるWの需要量の実績値は4617トンであり本技術開発により、W原単位で30%の削減が可能となった場合、約1385トンの削減効果がある。タングステン鉱石が2011年の価格の367US\$/MTU(1MTU=W03純分10kg)を採用した場合、鉱石換算で約40億円程度の削減効果がある。超硬工具の生産金額は、2907億円(2011年実績、超硬工具協会HPより)であり、本技術はこれらの産業に適用可能である。また、本産業分野のみならず、その出口である自動車部品(エンジン部品、トランスミッション部品、ステアリング部品など)の加工の際に特に多く使用される。これらの個々の部品の加工精度の向上や製造コストの低減といった面で大きく寄与する。特に、超硬工具の利用される産業分野は、工具費に比較して加工費の割合が極めて大きく、本プロジェクトによる高度化・低コスト化は日本の産業分野への大きく貢献する重要な技術となりうる。

【実施の効果(費用対効果)】

1. 定量効果

(1) 費用： 約56.3億円

(2) 効果：総額602億円

264億円(うち透明電極向けインジウム原単位削減効果)

298億円(うち希土類磁石向けジスプロシウム原単位削減効果)

40億円(うち超硬工具向けタングステン原単位削減効果)

2. 定性効果

本プロジェクトでターゲットとしているインジウム(In)、ジスプロシウム(Dy)、タングステン(W)は、それぞれ液晶ディスプレイ、ハイブリッド自動車、超硬工具等の日本の産業競争力を支える製品に使われている。

本開発によるレアメタルへの依存リスクの軽減は、本対象のみならず、日本の産業競争力の向上に寄与する。

【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23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
	①及び②	透明電極向けインジウム(In)・	現状から50%以上低減
	③	希土類磁石向けジスプロシウム(Dy)	現状から30%以上低減
	④及び⑤	超硬工具向けタングステン(W)	現状から30%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
	事業の計画内容	①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発					→		
②透明電極向けインジウム代替材料開発						→			
③希土類磁石向けジスプロシウム低減技術開発						→			
④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発						→			
⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発						→			
⑥-1 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									→
⑦-1 精密研磨向けセリウム/三重県他									→
⑦-1 精密研磨向けセリウム/立命館大学他									→
⑧蛍光灯向けテルビウム・有利び有無/産総研他									→
⑨-1Nd-Fe-Bを代替する新磁石/東北大学他						→			
⑨-2 超軽量高性能モータ向けイットリウム系複合材料						→			
⑩-1 排ガス浄化向けセリウム						→			

	⑩-2 透明電極向け インジウムを代替 するグラフェン								
	H22 年度リスク調 査								
開発予算 (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			総額
	一般会計 (①~⑤)	1,100	848	934	863	1,387			5,132
	特別会計 (電源・需給の別)		3	497					500
	総予算額 (①~⑤)	1,100	851	1,431	863	1,387			5,632
	(委託)	○							
	(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							
	テマリーダー	①東北大学 未来科学技術センター 教授 中村 崇 ②高知工科大学 教授 山本 哲也 ③東北大学 教授 杉本 諭 ④(独)産業技術総合研究所 グループ長 小林 慶三 ⑤東京大学 名誉教授 林 宏爾							
	委託先(*委託 先が法人の 場合は参加企業 数および参加企 業名も記載)	① 東北大学, 三井金属鉱業(株), DOWA エレクトロニクス(株), (株)アルバック ② 高知工科大学, アルプス電気(株), (株)オルタステクノロジー(旧カシオ計算機 (株)), ジオマテック(株), ハクスイテック(株), 三菱瓦斯化学(株) ③ 東北大学, (株)三徳, インターメテックス(株), TDK(株), トヨタ自動車(株), 山形大学, (独)物質・材料研究機構, (独)日本原子力研究開発機構 ④ (独)産業技術総合研究所, 住友電気工業(株) ⑤ (独)産業技術総合研究所, (一般財団)ファインセラミックスセンター, (株)タンガロイ, 富士ダイス(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、平成22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た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・ユウ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>								



中間評価結果への対応	<p>平成19年度から開始したインジウム、ジスプロシウム、タンゲステンの中間評価は平成21年度に実施されている。各テーマ毎の中間評価への対応は下記の通り。</p>	
	<p>① 透明電極向けインジウム使用量低減技術開発          &lt;指摘事項&gt;          ・ターゲットの大型化。          ・ITOナノ粒子製造プロセスの開示が不十分。          ・スパッタ法での薄膜化技術の可能性。          &lt;対応&gt;          ・新規ターゲットの大型化を実施。          ・ITOナノ粒子製造プロセスの開示。          ・耐候性の長期安定について、加速試験で実用レベルを実証。</p>	
	<p>② 透明電極向けインジウム代替材料開発          &lt;指摘事項&gt;          ・環境への抵抗性について1000時間以上のテストが必要。          ・日本発の技術として開発スピードを向上。          ・耐湿性の目標値を大型基板で解決の事。          &lt;対応&gt;          ・メーカ側の指標を用いて、1000時間テストを実施。          ・開発技術テーマの短期解決を図った。          ・20インチ液晶TVで実証。</p>	
	<p>③ 希土類磁石向けジスプロシウム低減技術開発          &lt;指摘事項&gt;          ・共同研究企業間における連携の効果が不明。          ・事業化を急ぐ必要が有る。          ・Dyの必要性について理論的な根拠を明確に。          &lt;対応&gt;          ・連携の効果を出すため技術委員会を数多く開催し、情報の共有化を図った。          ・事業化に向けて前倒し化を実施。          ・保磁力機構の解明と保磁力増加の指導原理の獲得に向けグループを設置。</p>	
	<p>④ 超硬工具向けタンゲステン使用量低減技術開発          &lt;指摘事項&gt;          ・特許件数が少ない。          ・商品化をもっと急ぐべき。          ・サップルマッチングの促進。          &lt;対応&gt;          ・7件の特許出願。          ・複合構造工具、ハイブリッド工具での切削試験の加速。          ・自動車部品の加工メーカーとコンタクト。</p>	
<p>⑤ 超硬工具向けタンゲステン代替材料開発          &lt;指摘事項&gt;          ・サーメットの破壊靱性値及び材料特性の向上を基礎的（系統的）に進める事。          ・実用化に向けた実験、事業化への検討を前倒しする事          ・サーメット技術向上の為、グループ内の連携強化の事。          &lt;対応&gt;          ・固容体粉末使用により組織的均質化を実施。          ・切削試験、摩耗試験を加速すると共に、助成事業を立ち上げ事業化を加速。          ・グループ内に於ける連携強化。</p>		
評価に関する事項	事前評価	未実施（H19年度はMETI直執行）
	中間評価	平成21年度 中間評価実施
	事後評価	平成24年度 事後評価実施

① 透明電極向けインジウム使用量低減技術開発（目標達成度：◎）

(1) 「スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」

第一原理計算から予想された第4元素の添加と従来組成ITO薄膜を非常に薄く製膜化した下地との複層膜化技術により、導電性、光透過性などの技術的な目標値を達成した。薄膜中のSn濃度の上昇によるエッチング性の悪化についても新しい技術で従来のエッチング液でほぼ同等の特性を示すことを確認した。また、新しいITO組成の大型ターゲットの作製も600x300mmのターゲットを実用上十分な98%の密度で焼成できることを実証した。

さらに銀合金の挟み込みによる超薄膜化技術においても新規組成の省In薄膜を使うことで非常に耐候性が上昇し、当初開発した技術でも目標の値を達成したが、はるかに性能が優れた超薄膜化技術の開発に成功した。

(2) 「非スパッタリング法による透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」

これまで液相でITOナノ粒子を一段で合成できる方法はなかったが、今回それに成功し、ほぼ単結晶に近いナノ粒子を合成可能になった。また、用途によって形状、粒子の大きさを作り分ける技術も開発した。量産化の技術開発を行い、現在kgオーダーの製造が可能な設備が完成している。この新しいナノ粒子を用い、ナノインクを作製し、インクジェット法で作製したITO薄膜は、当初の目標を達成する性能を示した。これで少なくともタッチパネルへの応用は可能になった。

② 透明電極向けインジウム代替材料開発（目標達成度：◎）

平成19、20年度は、ZnO系透明導電膜の液晶ディスプレイへの応用可能性を検討する観点から、カラーフィルタ(CF)側電極にZnO系透明導電膜を実装した3インチの小型液晶パネルを試作し、液晶ディスプレイ製造プロセスにおける課題の抽出と、現行のITO透明導電膜との相違点を明確にすることに重点を置いて研究開発を実施した。その結果、抵抗率、透過率、耐熱性、耐湿性、耐薬品性等の諸特性において、透明電極として使用に耐えうる特性を満足する材料技術と成膜技術を確立する事が出来た。

平成21年度は中間評価での指摘（研究開発のスピードアップ、大型テレビでの信頼性評価）に対応すべく、パネルメーカーにおいて、現行の量産ラインにて、20インチ液晶TV実装を試みた。その結果、現行のライン内使用の薬液耐性への課題が判明、解決策として一部ITOを使用したため、CF側共通電極におけるインジウム代替率は50%に留まった。そこで、解決策研究開発に短期間で効果を上げるべく、パネルメーカーの絞り込みを実施した。

平成22年度、パネルメーカー、カラーフィルタメーカー、本プロジェクトメンバーの連携シナジー効果により、ZnO側の表面改善と共通電極作製プロセス側の工夫といった、材料とプロセスとの両面から解決技術を開発した。その結果、ZnOの高透過率（ITOよりも5%高い（人間の目には2%においてその違いを判別する））といった特徴を失うことなく、CF側共通電極におけるインジウム代替率100%に達成する技術の目途を立てた。

平成23年度は、上記、解決技術を通し、CF側共通電極におけるインジウム代替率は100%に達成、全体（共通電極+画素電極）においてもインジウム代替率50%以上となり、最終目標を達成した。その結果、これまでの研究開発で判明した酸化亜鉛の高透過率といった特徴が活かされ、代替を越え、新商品レベルに達成した。具体的には20インチ液晶TVにおいて、輝度（ITO実装液晶TVよりも5%増大）、コントラスト、及び色度において、従来のITO実装液晶TVよりも、優れた液晶TVの試作に成功した。さらにパネルメーカーによる長期駆動信頼性評価にも合格した。一方、画素電極側への対応となる酸化亜鉛用ウエットエッチングの研究開発にも成功した。具体的には線幅2μm、線間隔2μmといった微細加工を可能とさせるウエットエッチング技術を実現した。これらにより、共通電極および画素電極すべてをZnOとするインジウム代替率100%を達成する技術への目途をたてた。

Ⅲ 研究開発成果について

Ⅲ. 研究開発成果  
について

③ 希土類磁石向けジスプロシウム低減技術開発（目標達成度：◎）

(1) 1.1  $\mu\text{m}$  まで粉末粒径を小さくすることおよび低酸素プロセスの実現により高保磁力を実現し、最終目標を上回る Dy40%削減に相当する磁気特性を有する Dy フリー焼結磁石の作製に成功した。

(2) Dy リッチシエル化率 85%と界面制御により、最終目標を上回る Dy35%削減に相当する磁気特性を有する焼結磁石の作製に成功した。

④ 超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発（目標達成度：◎）

高硬度の焼き入れ鋼を切削加工するため、工具の刃先部に鋼との親和性が低く、硬質な材料である cBN を超硬基材にロウ付けしたチップが使用されてきた。この工具で耐摩耗性や耐欠損性を実現しているのはチップの先端部である cBN の部分であり、基材に希少金属であるタングステンを使用した超硬合金を用いる必要性は必ずしも高くない。そこで、基材を省タングステン材料に置き換えても cBN を強固に接合する技術を新たに開発した。本開発はインサート材料に非平衡化した金属粉末を用い、局部的な加熱を実現して、基材や硬質材料への熱負荷を抑えることにより成功した。また、実際の工具形状に適した装置の試作、改良を行うことで、実用工具形状における超硬母材なし硬質材料をタングステン使用量を 40%以上低減した省タングステン材料基材に接合し、焼き入れ鋼の連続旋削において、従来のロウ付け工具と同等の切削性能（焼き入れ鋼 SUJ2 に対して、切削速度 150m/min、切り込み 0.3mm、乾式の条件で 0.25mm/rev の送り量で 1 分間の切削加工）を実現し、摩耗量は従来のロウ付け工具と同等を達成できた。

一般鋼および鋳鉄を切削するため、超硬合金にセラミックス薄膜を被覆した 3次元ブレーカ付き切削工具が広く普及している。このような工具では、工具の寿命を決定する耐摩耗性と耐欠損性を担っているのは工具刃先近傍や表面の限られた部位である。そこで、切削に関与する部位を超硬合金にし、その他の部位を省タングステン材料とし、工具全体で W 使用量を 30%以上削減した複合構造硬質工具を開発した。本工具製造のため、積層プレス技術、同時焼結技術、界面制御技術を開発し、焼結時の剥離や変形を抑制することに成功した。この結果、3次元ブレーカを有する工具を外周の研削加工なしに使用可能にでき、一般鋼の断続切削試験において、従来のコーティッド超硬合金と同等の切削性能（一般鋼 SCM435 溝材に対して、切削速度 250m/min、切り込み 1.5mm、湿式の条件で 0.5mm/rev の送り量で欠損するまでの切削加工）を実現し、摩耗量も同等を達成できた。

⑤ 超硬工具向けタングステン代替材料開発（目標達成度：◎）

サーメットの組織、特性及び焼結性などに関する基盤技術を確立するために、微構造解析技術を確立した。また、サーメット焼結プロセス中に生じる組織変化を予測する焼結シミュレーションする技術を開発した。サーメット性能向上のため、新規な固溶体粉末を合成する技術を世界に先駆けて開発した。この合成固溶体粉末を用いることでサーメットの性能を向上させることが可能となった。新規コーティング技術を開発するために、レーザーCVDによるサーメット基材用コーティング技術を開発した。

切削工具用サーメット及び耐摩耗工具用サーメットを開発するために、強度、靱性、熱衝撃性等の材料特性の最適化を目的として、開発固溶体粉末を用いてサーメットを作製し、高熱伝導材料、高靱性材料等を開発した。これら開発サーメットを用い、工具材料の性能評価を実施した。

	特許出願	39件 (内 外国出願件数 3件)
	論文	236件
	その他の外部発表 (プレス発表等)	「研究発表・講演」656件 「新聞・雑誌への掲載」60件 「受賞実績」24件 「展示会への出展」34件
IV. 実用化、事業化の見通しについて	<p>① 透明電極向けインジウム使用量低減技術開発</p> <p>技術はできるだけ従来設備を転用できることを目標として開発したが、それでもエッチングラインはさすがに同じものを使用することはできない。したがって、技術開発には成功したが、現在国内の大型液晶パネルメーカーが増産する計画を持っておらず、増産がない状態では、新しい設備投資ができないために国内ですぐに事業化の話は進んでいない。技術的には大型スパッタ装置において製造条件のチューニングがまだ完全でないが、それは大きな障害にはならないと思われる。最終年度には、海外メーカーより接触があったが、直接プロジェクトに参加していないが、東北大学未来科学技術センターを通して共同研究を行った国内メーカーとの連携を優先するために断った経緯がある。なお、ナノテク展において今回開発した技術を見たメーカーより別の用途での応用を考えた共同研究を実施中である。</p> <p>ITO ナノインクに関しては、現在サンプル出荷を行っており、特殊用途であるが事業化の検討がなされている。</p> <p>② 透明電極向けインジウム代替材料開発</p> <p>携帯電話などの小型液晶パネルについては、中間成果までの成果により事業化の可能性を示したと言える。この技術開発の結果を基に、プロジェクトメンバー中の3社（ZnO粉末原料メーカー、ZnO透明導電膜供給メーカー及びZnO用ウエットエッチング薬液メーカー、として）が実用化した。大型液晶パネルにおいては、最終年度成果により、従来技術よりも高輝度、省エネルギーといった優位点をもつ新商品をにらんだ事業化の可能性を示したと言える。</p> <p>本研究開発はZnOの素材、製膜、エッチング液そしてパネル組み立てまで、すなわち液晶パネル製造における川上から川下までの企業が構成し、緊密な連携の下に一致団結して推進してきた。このため参画企業の製造レベルごとの事業化が可能であり、すでに上記3社は事業化した。</p> <p>③ 希土類磁石向けジスプロシウム低減技術開発</p> <p>本体制によって製造される省Dy焼結磁石は、トヨタ自動車（株）によって自動車用磁石への応用が検討されるが、本研究により開発した焼結磁石を適用することにより、Dyの使用量を格段に抑えることが可能でとなると期待される。特に今後ハイブリッド自動車（HEV）や電気自動車（EV）の普及が加速し、他の自動車メーカーも含めて高保磁力=高Dy 磁石の需要増加が予測されていることから、本研究成果はHEVやEVの普及に大きく貢献するといえる。また、開発された省Dy焼結磁石がHEVやEVだけでなく、各種工作機械、エレベータ、大型家電用モータ等にも採用されれば、エネルギー効率が飛躍的に向上することが考えられ、省エネルギー効果が極めて高くなり、これら産業においても即採用されると推定される。</p>	

	<p>④ 工具向けタングステン使用量低減技術開発</p> <p>本プロジェクトでは、CBN工具及び超硬工具（コーティッド超硬工具を含む）を複合構造とすることで、タングステン使用量を40%以上あるいは30%以上低減する技術を開発した。この複合構造硬質工具製造技術は超硬工具及びコーティッド超硬工具の非常に幅広い用途において、実用化が期待できる。しかし、実用化には多種類のチップ形状に対する技術適用が必要となり、特徴あるチップ形状への展開が可能かの検討が必要となる。また、大量に製造した場合の安定生産が可能かの調査も必要となる。このため、プロジェクト終了後3年程度の量産技術開発及び実用化検討を行うことで、事業化を目指す必要がある。また、開発した複合化技術を切削工具の高性能化に活用できれば、顧客メリットが大きくなり、開発した技術の実用化及び事業化を加速することができる。このため、開発技術の波及効果の検証も本プロジェクト成果の普及には重要であり、今後、研究開発を進める必要がある。</p> <p>⑤ 超硬工具向けタングステン代替材料開発</p> <p>切削工具用サーメットについては、切削工具用高靱性サーメットの開発および切削工具用サーメットの安定製造技術の確立を行うと共に実用化の検討を行い、実用化検討を行った。さらに、平成24年度のNEDO助成事業を活用し、高靱性サーメット工具の適用領域を大幅に拡大する。</p> <p>耐摩耗工具用サーメットについては、高靱性サーメットの開発および大型部材焼結技術、研削等加工条件の確立を行うと共に実用化の検討を行った。さらに、平成24年度NEDO助成事業も活用して更なる適用領域拡大も試みる。</p>	
<p>V. 基本計画に関する事項</p>	<p>作成時期</p>	<p>平成24年10月24日 作成</p> <p>変更履歴</p> <p>平成20年3月 制定</p> <p>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）</p> <p>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>

## プロジェクト用語集

ITO (Indium Tin Oxide)	インジウムと錫からなる透明導電性を有する酸化物。低抵抗、可視光高透過性を有し、高い耐薬品性を持つ。液晶ディスプレイでは液晶を挟む透明電極に用いられている。また太陽電池やLED(Light Emitting Diode)などの透明電極として用いられることがある。
IZO (Indium Zinc Oxide)	亜鉛を添加した酸化インジウム。
RPD 法 (Reactive Plasma Deposition 法: 反応性プラズマ蒸着法)	圧力勾配型のプラズマガンと焼結体ターゲットとの間の直流アーク放電により、原料を熱的に蒸発(昇華)させて膜を堆積させる製膜法。イオンプレーティング法的一种である。一般的なスパッタ法に比較して製膜レートが大きいことに特徴があり、高エネルギー飛来粒子が存在しないことから、膜や基板へのダメージが小さいと考えられている。
アスパラギン酸	アミノ酸のひとつで、2-アミノブタン二酸のこと。示性式は $\text{HOOCCH}_2\text{CH}(\text{COOH})\text{NH}_2$ 。酸性アミノ酸の一種で非必須アミノ酸。
as-melt 状態	溶かしたまま手を加えていない状態。
アトマイズ	噴霧法とも呼ばれる。熔融金属を高圧のガスや水などを用いて細孔より噴出させ、瞬時に熔融金属を飛散させるとともに急冷凝固させて金属粉を製造する方法。
アモルファス相	原子の配列が周期性を有していない領域。非晶質相。
アレニウスプロット	アーレニウスの式に従い、プロットしたグラフ。
EPMA	電子プローブマイクロアナライザ (Electron Probe Micro-analysis) の略。電子線を対象物に照射する事により発生する蛍光 X 線の波長から構成元素を分析する装置。
異方性磁場	磁性体の単結晶において、安定な磁化の方向 (磁化容易軸) と垂直に強い磁場を加えて磁化を飽和させた時の磁場の強さ。磁性体の粒子サイズが十分に小さく、孤立しているときには、異方性磁場は保磁力の値に一致する。
印加	磁場や電場などをかけること。
インクジェット法	射出孔から吐出した微粒子化インクをデジタルに描画する印刷技術。染料インクなどの液体をはじめ、微細化したナノ顔料 (固体) 分散液でも可能である。プリンターやコピーの他、種々の配線、パターン化技術で使用されている。
インゴット	熔融した金属を型に鑄込んで固化させたもの。鑄塊。広く鑄込んだ固まりの意味に使われる。
インサート材料	特性の異なる部材を接合する際に、両者の特性を緩和するために間に挟みこむ材料。ロウ付けにおけるロウも広義にはインサート材の一種。本研究では、耐熱性を求めるため、インサート材の融点が被接合材の融点に近くなる。したがって、従来のロウ材 (被接合材より極端に融点が高い) とは区別して使用する必要がある (狭義のインサート材)。インサート材が低温で異種材料を接合し、その後加熱しても高温で安定なことが重要であり、アモルファスなどの非平衡材料を中心にインサート材料開発を行う。アモルファス材料は結晶化温度近傍で粘弾性変形を生じるため低温で密着性がよく、その後

	<p>の加熱で規則相に変化するため規則相の融点近傍の温度まで耐熱性を付与することができる。メカニカルアロイング法やスパッタ法では比較的広い合金組成でアモルファスなどの非平衡相を合成できることが知られている。</p>
インターバックスパッタ装置	<p>連続式多層成膜装置の一種で、基板投入・取出しを同一の真空槽内で行う形態のスパッタ装置。一般的には基板投入・取出しを行う真空槽と成膜を行う真空槽の2層で構成されており、成膜室が常に真空に保たれるため、再現性・生産性に優れる。</p>
ウェットエッチング	<p>酸化亜鉛膜などの薄膜の微細パターンを形成する方法の一種。ホトリソグラフィ技術により膜上に形成した所望パターンのホトレジストをマスクとしてレジストで被覆されていない部分の膜をエッチング（食刻）する。薬液を用いて化学的に反させて膜を除去する方法をウェットエッチングと呼ぶ。反応性ガスのプラズマを用いてエッチングする方法をドライエッチングと呼ぶ。なお、エッチング工程後にマスクとして用いたホトレジストを除去するために剥離液が用いられる。</p>
ATO (Antimony Zinc Oxide)	<p>アンチモンを添加した酸化亜鉛。</p>
AZO (Aluminum Zinc Oxide)	<p>アルミニウムを添加した酸化亜鉛。</p>
SEM (Scanning Electron Microscopy, Scanning Electron Microscope)	<p>走査型電子顕微鏡法の略であるが、最近では走査型電子顕微鏡の意味でも使われる。走査型電子顕微鏡は、細い電子プローブで試料表面を走査したとき、電子プローブの照射点から放出される種々の電子、電磁波を検出して画像化する装置。電子プローブを作り走査する電子光学系、信号を検出する検出器、試料を保持する試料ステージ、画像を表示・記録するためのモニター・記録系、種々の操作をするための操作系、鏡筒や試料室を真空にするための真空排気系などから構成される。</p>
SEM 反射電子像	<p>試料への電子線照射により放出される二次電子を分析する通常のSEMに対して、試料で反射した電子を用いた構造解析によって得られた像のこと。反射電子は試料のより深いところから発生し、入射電子が反射することからエネルギーが高く、その反射の効率性は試料表面への入射角度と試料の組成（平均原子番号）に依存する。</p>
液晶(Liquid Crystal)	<p>結晶と液体の中間的性質を持ち、流動性を持つが液体と異なり構成粒子が何らかの秩序性を持ち、電界を加えることにより結晶のように異方性を発現させることができる。液晶を透明の電極で挟んで画素とし、それを2次元配列したものが液晶ディスプレイである。</p>
液相焼結	<p>固相状態だけの粉末の焼結に対して、一部に液相が出現し固相粒子を含む粉末成形体全体が焼結する現象を液相焼結という。サーメットの場合には、炭窒化物と金属相の共晶融液が約1300℃付近で出現するので、焼結温度はそれ以上の高温で行われる。</p>
FIB 表面研磨	<p>FIB法を用いた表面研磨法。</p>
FIB法	<p>集束イオンビーム（FIB：数keV～30keVのエネルギーを持った細いガリウムイオンビームなど）を用いた手法。微細加工、SEM用の断面試料作製あるいはTEM、STEM用の薄膜試料作製に多用される。なお、FIBと言った場合、集束イオンビーム装置そのものを意味する場合もある。</p>

エッチング	化学薬品などの腐食作用を応用した塑形ないし表面加工の技法。使用する素材の必要部分にのみ防食処理を施し、腐食剤によって不要部分を除去することで目的形状のものを得る。
FE-SEM-EDX	電界放射走査型電子顕微鏡を用いたエネルギー分散X線分光法による局所的な元素分析の手法。
FLAPW 法	Full-potential linearized augmented plane wave method の略。第一原理計算手法の一つで、フルポテンシャル化された LAPW 法のこと。全電子計算手法の中では、最も精度の高い結果を与えるバンド計算手法であるが、その分、必要な計算量も非常に多くなるのが難点。
M級切削チップ	切削チップの加工精度を上げるため、従来は焼結で得られたチップを機械加工して研磨を行っていたが、プレス成形技術、焼結技術の高度化により、現在では焼結したままの状態でも高い寸法精度のチップを作製することが可能となっている。この結果、プレス成形後の焼結工程のみで、後加工することなく低コストでの3次元ブレードの形成が可能となっている。後加工を必要としないためユーザーには安価で供給できるため、一般の切削用チップはM級チップの使用量が多い。なお、具体的なM級チップの寸法精度は内接円許容差で $\pm 0.05 \sim \pm 0.15$ mmである。
オイルダイヤモンド琢磨	オイルダイヤモンドを用いて、鏡面研磨を行うこと。
応力 (Stress)	外因性力に抗して物体の状態を保持するために内部に生じる力。外因性力としては結晶欠陥など結晶配列の乱れ、組成や形状の不均一性、基板と製膜された材料の熱膨張係数の違い、あるいは外部から人為的に加える力など種々の形態が考えられる。基板に成膜したとき膜側が凹になる場合、膜面内方向に引っ張り応力、凸になる場合圧縮応力が膜内に存在する。
オージェ電子分析	高いエネルギーによって内殻電子が励起された原子から放出される、特定のエネルギーを持った電子を利用した分析手法。入射電子によって高いエネルギー準位に励起された原子が、低いエネルギー準位に遷移するときに、差のエネルギー（マイナス結合エネルギー）を持った電子が放出される。これをオージェ電子と言い、元素に特有なエネルギーを持つ。このオージェ電子のエネルギーを測定することによって、試料表面に局在する元素の分析を行う手法。オージェ電子はエネルギーが小さいため、表面敏感であり、極表面の数 nm 深さの分析が可能である。
カー効果偏光顕微鏡 (KEM)	カー効果を利用した磁区観察法。磁気光学カー効果とは磁気カー効果とも呼ばれ、直線偏光を磁化した材料の表面にあてると、反射光が楕円偏光となる現象である。
界面	主相と粒界相の境目といった、異なる2種類の物質のちょうど境目。
核生成 (反転核生成)	磁化反転の際に、逆磁区の発生の最も初期に現れると考えられている、逆磁区の芽、核。
活性化エネルギー	金属や合金の相変態、化学反応、拡散、粘性流などの輸送現象の反応過程において反応を開始させたり継続させるのに必要なエネルギー。
逆磁区	一旦大きな磁場を磁性体にかけるなどして、一方向に磁気モーメントが揃っている状態から磁場を徐々に取り除き、逆方向に磁場をかけると、ある領域の磁気モーメント集団が逆方向を向



	く。その領域を「磁区」と呼び、特に逆向きを向いている領域を「逆磁区」と呼ぶ。
キャビティ	金型のこと。
キャリア濃度	キャリア濃度とはあるエネルギーをもつ電子の数。本プロジェクトでは、電気伝導の評価にはフェルミ準位近傍の電子数と有効質量の積に比例するという有効質量近似を用いた。そのため、省インジウム ITO 材料としてはフェルミ準位近傍のキャリア濃度が大きい組成が望ましい。
凝固長さ	液相の金属が冷却して固相になるときの固相の長さ。
共通接線の法則	組成-自由エネルギー線図において、複数の相の自由エネルギー曲線に対して、共通な接線が引ける場合、接点の組成でこれらの相が互いに平衡すること。
空間群	回転、回反、並進など、無限に広がる結晶構造において可能な対称操作の集合によって作られる群。
クラック	裂け目や狭い割れ目。
グリシン	アミノ酢酸のことで、タンパク質を構成するアミノ酸の中で最も単純な形を持つ。示性式は $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COOH}$ 、不斉炭素を持たないため、生体を構成する $\alpha$ -アミノ酸の中では唯一 D-、L- の立体異性がない。非極性側鎖アミノ酸に分類される。
結合相	サーメットを構成する相のうち、金属相のことを結合相と呼ぶ。硬質相粒子を結びつけているという意味。サーメットでは Ni や Co が結合相として用いられる。
結晶磁気異方性	物質の磁氣的性質、特に磁化のしやすさ、しにくさが結晶方位によって異なる性質のこと。異方性磁場の強さが結晶磁気異方性の大きさの目安になる。
結晶場パラメータ	結晶中のある原子位置において、その周囲の原子の電荷が作る電場を合成したものを結晶場と呼び、それを定式化したときの係数を結晶場係数または結晶場パラメータという。結晶磁気異方性の大きさは結晶場パラメータに依存する。
結晶粒界	焼結体において、結晶粒と結晶粒の間に存在する領域。粒界。
ゲルゾル法	東北大学多元物質科学研究所の杉本忠夫名誉教授、村松淳司教授が開発した全く新しい微粒子合成法である。金属水酸化物ゲルを直接前駆体とする液相からの超濃厚系微粒子合成法で、ゲルが粒子のブラウン運動を抑制して凝集を防ぎ、ゲル網から供給される前駆体により粒子は成長する方法である。
コアシェル	コアとその周囲を取り囲むシェルからなる構造体。安価な絶縁性材料(コア)の表面に優れた電気伝導性を持つ ITO 材料(シェル)をコーティングした粒子を用いると少ない In 量で電気伝導を実現できると考えられ、本プロジェクトではパーコレーションモデルにより、コアシェルの形状と電気伝導の関係を求めた。
コア積み厚	トランスなどでは、電磁鋼板などを重ねてコアを作り、そのコアサイズや積み厚により様々な容量のものができる。コア積み厚とはその厚さを意味する。
光学移動度	光透過反射測定や分光エリプソメトリなど分光学的な実験手法をもとに見積もられる移動度。多結晶膜での電気伝導において、ホール効果測定によって得られるホール移動度が結晶粒内およ

	び結晶粒界での散乱が影響するのに対して、光学移動度は粒界での散乱の寄与が含まれないと考えられる。
硬質相粒子	サーメットを構成する相のうち、より硬質なセラミックス相よりなる粒子を意味する。サーメットの場合には炭窒化チタン (Ti (C, N)) の粒子が最も一般的である。
固有保磁力	材料の大きさや構造などを反映した固有の保磁力。
混晶半導体	複数の半導体物質が混合されて固溶体を形成しているような半導体材料。一種の合金材料とも考えられる。例えば Si と Ge が固溶体を形成すると $Si_{1-x}Ge_x$ という混晶半導体が生成され、また例えば ZnO と MgO が固溶体を形成すると $Zn_{1-x}Mg_xO$ という混晶半導体が形成される。原料に使われた半導体の性質とは全く異なる、新しい性質を持つ半導体材料を合成できる可能性がある。
コーティング	コーティングとはある物質からなる膜状の材料を、それとは異なった物質の材料（基材）の上に合成する技術を意味する。硬質材料の分野では、超硬合金などの基材上にアルミナや窒化チタンなどのセラミックス膜をコーティングした工具が、とくに切削工具として広く用いられている。
コンビナトリアルスパッタ法	効率的に新規組成の探索を行うために、複数のターゲットを同時にスパッタリングして、一つの基板上に傾斜組成を有する薄膜を成膜するスパッタ法。
最大エネルギー積	減磁曲線上の磁束密度と磁場の強さの積の最大値。単位体積当たりの磁気エネルギー。永久磁石の性能を表わす指標。
再多磁区化	ある多数の磁区を内包する磁石粒を着磁し、一つの磁区となった単磁区状態から、逆磁場の印加などによって再び磁区が現れること。
SAD パターン	制限視野回折とは、透過電子顕微鏡で入射電子線を平行にして試料に照射し、点状の斑点からなる回折図形を得て、結晶構造の定性的な解析をする手法。対物レンズの像面に制限視野絞りを入れることにより回折図形（パターン）を得る試料の場所（直径 数 100nm）を選ぶことができる。この方法ならびにパターンを解析することにより、特定の場所の格子定数、格子型、結晶方位を知ることができる。
Sm-Fe-N 系磁石	ネオジム磁石の発見後に開発された希土類磁石の一つ。通常は Sm と Fe の合金に窒素ガスを侵入させて作製する。高温では分解しやすいため、焼結磁石とするのは困難である。
三元共晶	三種類の元素の混合物について、一定の融点で各成分が同時に融解すること。
3次元アトムプローブ	電界イオン顕微鏡に飛行時間型質量分析器を取り付け、3次元的に局所分析を行うことのできる装置。
3次元ブレーカ	鋼のようなねばい被削材を加工する際には、切りくずが連続的に生成し、非常に長い切りくずとなって排出が困難となり、工作機械の自動運転を阻害する。このため、連続的に生成する切りくずを強くカールさせて、短く破碎する技術が必要である。このために利用されるのが、切削チップ表面の3次元ブレーカである。3次元ブレーカの形状は各社のノウハウであるが、半球状のこぶを配置したり、溝を入れたり、チップ表面に立体的な凹凸が形成されている。一般には粉末をプレス成形する際にブレーカ形状の成形を行っており、比較的安価に3次元加工を行えている。

サーメット	硬質粒子を金属で結合した複合材料の総称。工具では、炭化チタンあるいは炭窒化チタンを主成分（合金を構成する体積割合）とし、ニッケルを結合相とする複合材料を一般的にさす。サーメットには、炭化タングステンや炭化モリブデンなどの複数の硬質粒子が含有されている。また、金属相にはニッケル以外にコバルトなどの鉄族金属が利用されている。超硬合金に比べ化学的に安定であり、高速切削用工具材料などへ利用されている。セラミックス (ceramics) と金属 (metal) の焼結複合材料の総称 (造語) である。WC-Co 系もサーメットの一つであるが、超硬合金と呼ぶのが通常 (慣例) である。硬質材料の分野で、超硬合金に対してサーメットと呼ぶのは TiC-Ni または Ti (C, N)-Ni 系を指すのが通常となっている。
酸素固溶度	固溶体とはある金属の結晶格子内に他の元素の原子が入り込んでも依然として元の金属の結晶形を保っている合金。固溶限は固溶体として第2成分が溶け込む限度をいう。第2元素として酸素が溶けることの出来る限界の量を酸素固溶限、固溶度と呼ぶ。
残留磁束密度	磁性体に一旦磁場を印加し、磁場を取り除いた後に残る磁束密度の値。
CF (Color Filter)	液晶ディスプレイのカラー表示を実現するための部品。通常、赤 (Red)、緑 (Green)、青 (Blue) (RGB) の3色を1組として、ガラス基板上に格子状に形成され、バックライトの白色光がカラーフィルタ (Color Filter) を通ることでカラー画像を映し出す。染料や顔料といった色材を含んだ樹脂が用いられている。CF 上には、全面共通の透明電極が製膜され、共通電極と呼ばれる。
ジェットミル	粗く粉碎したインゴットを、ジェット気流中で、壁またはインゴット同士を高速でぶつけ合うことで粉碎する方法。
磁化	単位体積当たりの磁気モーメントのこと。磁気分極とも呼ばれる。
磁化過程 (磁化曲線)	磁性体にかかる磁場を変化させた際の、磁化の変化の過程。
磁化反転	一旦大きな磁場をかけて磁気モーメントをそろえた状態から、徐々に磁場を減少させ、さらに逆方向に磁場をかけた場合におこる、磁気モーメントの方位の反転。
磁気モーメント	磁石の最小単位。永久磁石の場合には、電子のスピン (自転運動) によるスピン磁気モーメントと、電子の軌道運動による軌道磁気モーメントが重要な役割を担っている。
磁気力顕微鏡	磁化された針をプローブとして行う、磁区観察法。プローブ顕微鏡の一種であり、表面の微小磁区を測定する事ができる顕微鏡である。材料表面からの漏洩磁束を測定する。
磁区構造	磁壁によって囲まれた自発磁化の向きが平行にそろっている領域を磁区といい、その構造を指す。
シート抵抗	一様な厚さを持つ薄膜の電気抵抗を表す方法の一つで、金属配線を形成する前の半導体基板の抵抗値を測る際などに使用される。単位面積当たりの抵抗で、表面抵抗率 (表面抵抗) とも呼ばれる。シート抵抗 $R_s$ は、材料の抵抗率 $\rho$ と膜厚 $d$ によって決まり、 $R_s = \rho / d$ で表わされる。薄膜のシート抵抗の値 $R_s$ が分かれば、試料の長さ $L$ と幅 $W$ から、実際の抵抗 $R = R_s \times L / W$

	を見積もることが出来ることから、薄膜分野でよく用いられている。
GZO (Ga-doped ZnO)	酸化亜鉛 (ZnO) は 3.4eV (エレクトロンボルト) と比較的広いエネルギーバンドギャップ (禁制帯) を有する透明半導体である。このため Ga (Gallium) や Al (Aluminum) を数パーセント添加することにより導電性が付与される。Al 添加酸化亜鉛は AZO (Al-doped ZnO) あるいは ZAO と呼ばれることがある。
ジャケットクエンチ	水が流れている容器を用いて、熱処理を行った試料を急激に冷却する方法。
重希土類元素	ランタニド系列元素における、ガドリニウム (Gd) よりも原子番号が大きい元素の総称。
焼結磁石	磁石粉体を成形し融点以下の温度で加熱することで高密度の固体にさせる方法 (焼結法) によって作られる磁石。ボンド磁石等、他の方法で作られたものに比べて高密度化が可能なため、高性能である。
晶出	固溶体やアモルファスから結晶相が析出すること。
状態密度	あるエネルギー E 以下の状態の和、状態数 N(E) をエネルギーで微分したもの。
焼鈍	焼きなまし。古くは材料を加熱して柔らかくすることを指したが、最近ではアニール処理、熱処理を意味する。
蒸発のエンタルピー	狭義には、物質が蒸発の際に奪う熱量
スイッチング磁場	逆磁区が局所的に発生して磁化が反転 (スイッチ) するときの磁場の大きさ (記録媒体の分野ではよく用いられるが、ハード磁性体の場合は核生成磁場の方が一般的)。一箇所から発生した逆磁区が一気に全体まで広がる場合には、保磁力とほぼ等しくなる。
SQUID	超伝導量子干渉素子。微小磁石や超薄膜などの微弱な磁化信号の精密測定などに用いられる。
STEM	走査型透過電子顕微鏡法の略であるが、最近は走査型透過電子顕微鏡の意味でもつかわれる。薄膜試料を透過した電子を検出して、走査像を得る装置。散乱吸収コントラスト、回折コントラスト、位相コントラストなど TEM で得られるコントラストは全て得られるが、位相コントラストを得るのは検出角の関係で難しい。
ストリップキャスト	溶解したレアアース原料を水冷銅ロール上で急速に冷やすことにより数百 $\mu\text{m}$ の薄帯状原料を製造する方法。
スパッタ装置	真空室に希ガス (アルゴンなど) や酸素ガスなどを微量導入した状態で放電させ、生じた希ガス元素や酸素などのイオンをターゲットと呼ばれる蒸着源板に衝突させ、その表面から物理的にはじき飛ばされたターゲット構成物を対向して配置された基板表面に被着させて製膜を行う。なお、放電させるためにターゲットに加える電力が直流の場合を DC、そしてこの DC に工業用の高周波電力 (RF) を重畳させた場合を RF/DC と表記する。

スパッタリング法	薄膜製造における代表的な方法の1つ。真空チャンバー内に薄膜としてつけたい材料をターゲットとして設置し、高電圧をかけてイオン化させた希ガス元素（通常はアルゴン）を衝突させ、ターゲット表面の原子をはじき飛ばし、基板表面で成長させ薄膜を作製する方法。
スローアウェイ工具	切削工具の中で、刃先（チップ）だけが交換（使い捨て）が可能なタイプの工具を意味する。現在の切削工具の主流となっている。
静電塗布法	塗布する基板と粒子の表面電荷を考慮した塗布法。すなわち、基板と粒子の電荷を異電荷とすることで基板上に粒子がヘテロ凝集することを利用した塗布法であり、単粒子規則配列を可能とし得る手法である。
接着度	硬質粒子が互い接着している割合。硬質粒子／硬質粒子界面の面積×2÷硬質粒子の全表面積。
ソルボサーマル法	高温、高圧の溶媒中での溶解、分解、結晶化等の化学反応をいう。特に溶媒を水に絞った場合を水熱反応という。
第一原理計算	実験結果に基づくパラメータを用いることなく、対象とする系の物性値を求めことのできる計算手法の総称。
第一原理計算コード Wien2k	第一原理手法による電子状態計算プログラムのひとつ
体積抵抗率	材料の導電性（電気の通り易さ）の尺度としては、一般的に電気抵抗（Resistance）が用いられ、この抵抗を単位体積当たりで示した値。
炭窒化物固溶体	硬質相粒子の炭窒化チタン（Ti(C, N)）に対して、他の炭化物、例えば Mo <sub>2</sub> C、WC、NbC、ZrC などが固溶した物質を意味する。
中性子小角散乱法	中性子線を試料に入射したとき、試料の微細構造を反映してわずかに散乱されることを利用し、その試料の平均的な構造を解析する手法。
中量試レベル	実験室レベルよりも多くまたは大きく、生産レベルよりは少なくまたは小さい量。
超硬合金	硬質な炭化タングステンをコバルトで複合化した硬質材料。耐熱性を付与するために、炭化チタンや炭化タンタルなどの硬質粒子を含有するものもある。切削工具や耐摩耗材料、金型、土木鉱山工具などに利用されている。 超硬合金は、1920年代にドイツで開発され、ダイヤモンドのように硬いという意味から Widea (Wie Diamant) と呼ばれた。英名では、Hard Metal と呼ばれる場合もあるが、固めた（焼結した）炭化物の意味で Cemented Carbide と呼ばれるのが通常となっている。そのような意味では、和名としては焼結硬質合金などが適当と思われるが、当初（戦前）、超硬質合金と呼ばれていたものが、「超硬合金」あるいはそれを「超硬」と略して呼ぶのがこの分野の慣例となっている。
DSC ピーク	DSC（示差走査熱量測定）によって観測された、物質の融点などに起因するピーク。DSCは、測定試料と基準物質との間の熱量の差を計測することで、融点やガラス転移点などを測定する熱分析の手法である。
TFT (Thin Film Transister)	電界効果トランジスタの一種である薄膜トランジスタ。液晶に加える電圧の on/off を制御するための電子素子であり、画素電

	極と呼ばれる透明電極とともに画素を構成する。
TDS (Thermal Desorption Spectroscopy)	試料を加熱したときに試料から離脱する原子や分子などを検出して、その質量より離脱物質の同定とその量を分析する。正確な分析を行う場合には高真空中で加熱しながら分析されることが多い。
ディスポロシウム (Dy)	重希土類元素の一つ。ネオジウム磁石の保磁力を更に高めるために、ネオジウムと部分的に置換される。
Dy リッチシエル	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B 主相の表面付近における Dy が濃化された殻のこと。
鉄系金属	超硬合金やサーメットの結合相に使われる Co や Ni、Fe をさす。一般に WC に対するぬれ性がよい金属であり、液相が生成した際に焼結が一気に進行する。この中では Fe だけが炭化物を形成するため、取り扱いが難しい。また、超硬合金では M6C と呼ばれる脆化相が形成され、W と Co あるいは W と Ni の複合炭化物となっている。
TEM	透過型電子顕微鏡法の略であるが、最近は透過型電子顕微鏡の意味でも使われる。
電荷密度分布	第一原理計算で得られた電子の空間的分布。本プロジェクトではこの電荷密度分布から In を置換した Sn や格子間酸素の影響を議論した。
電子移動度	結晶中の電子の移動のしやすさを示す量。
デンドライト	熔融金属の凝固組織に見られる樹枝状の外形をした結晶の集まり。
デンドライトアーム	デンドライト組織の枝の部分。
DOS	電子のエネルギーに対する状態密度、Density of State。
トルク換算	トルク (torque) は、物体を固定された回転軸を中心に回転運動をさせるときに、回転軸のまわりの力のモーメント (力の能率) をいう。トルク換算とはエンジン・電動機・発電機・タービンなどの性能をトルクの値で表すことをいう。
ナノインク	ナノ粒子 (金属、セラミックス問わず) をバインダや樹脂に混ぜたもので、ITO ナノインクは主にインクジェット法等の塗布法導電膜作製に使用される。
濡れ性	ある相が他の相の表面に自然に広がることを濡れと呼ぶ。濡れ性はそのしやすさをいう。とくに固体の表面や界面における、液体の付着のしやすさなどを評価する場合に用いられる。
ネオジウム (Nd)	ネオジウム磁石の主成分の一元素。Gd よりも原子番号の小さい、軽希土類元素に属す。ネオジウム磁石の大きな保磁力はこの元素に起因している。
熱異常	熱分析を行った際に現れる、比熱とは異なった熱の吸収や発生による異常。
熱衝撃抵抗	本研究では熱衝撃性の評価は、熱衝撃抵抗 (→強度または破壊靱性×熱伝導度÷(熱膨張係数×弾性係数)) を、急速加熱法で実測する予定である。サーメットや超硬合金などでは、ノッチなしの試験片では破壊しないので、ノッチをいれて試験片での評価 (破壊靱性と指標) が有効と考えられる。サーメットの熱

	<p>衝撃抵抗の改良は極めて重要な研究課題であり（とくに切削工具用サーメットにおいて）、そのためには、強度または破壊靱性を向上させ、熱伝導率を増加させ、熱膨張係数を減少させ、弾性係数を減少させる、といった複合的・総合的な材料特性変化のアプローチが必要であるとともに、評価法そのものの研究も必要である。</p>
熱伝導率	<p>材料中において熱の伝わり易さを示す指標（値）。工具材料にとって熱伝導率が高いほど、工具の温度が上がりにくいので、熱衝撃抵抗や高温変形などに対して有利となる。</p>
燃焼合成反応	<p>A 元素と B 元素を近づけることにより安定な AB 化合物を合成する反応。一般には安定な化合物が生成する際に、大きな発熱反応を伴うため、エネルギーを与えなくても一度反応が生じると連続的に反応が進行する。本研究開発で取り上げた TiC は代表的な燃焼合成反応を示す材料であり、出発原料であるチタンと炭素を近づけ、反応のきっかけとなるエネルギーを与えることで化合物である TiC が合成される。本研究で用いているメカニカルアロイング法などでそれぞれの元素を近づけて、加熱などにより反応を誘発させる。ただ、燃焼合成反応では反応熱が制御できないため、反応を途中で止めることができない。</p>
Hydrogen Decrepitation (HD) 現象	<p>希土類を多く含む相（例えば Nd-rich 相）が水素を吸収して体積膨張を起こすことにより、インゴット中にクラックが導入され、粒界、粒内の破壊を通じて、インゴットが粉砕される現象。</p>
破壊靱性値	<p>サーメットの機械的性質の一つで、破壊（クラック進展）に対する抵抗を表す指標（値）。破壊靱性値が高いほど破壊しにくい（強靱な）材料が開発されたことになる。ただし、破壊靱性値は測定方法によって値が異なってくるので、どのような方法あるいは条件で行って求めたかを示す必要がある。本研究では、IF 法、SEPB 法などを用いている。</p>
パーコレーション	<p>基盤状の街路を持つ大都市があり、交差点のうち X% が渋滞で塞がっているとすると、X が増加すると目的地への迂回ルートを探すのが困難になるが、その変化は（徐々にではなく）ある X の臨界値で急激に起きる。共通の「変化の急激さ」が膜中の電気伝導、地層中の液体の浸透、伝染病の拡散など様々な対象で観測されており、パーコレーション理論と呼ばれる統一的枠組みで扱うことができる。</p>
パターンド基板	<p>あらかじめ特定のパターンを施した基板。</p>
パルス通電焼結	<p>粉末の固化焼結方法の一つ。導電性の型に粉末を充填し、パルス状あるいは直流の電気を流しながら加圧を行うことで焼結する技術。空間を加熱する焼結炉に比べて、限られた型と粉末のみを加熱するため高速な昇温が行え、省エネルギー型の焼結技術として注目されている。ホットプレスに近い焼結メカニズムで焼結するため、成形体が 1 個であることが量産化のための問題とされている。</p>
反射率	<p>波動が媒質の境界面で反射する時、入射する波のエネルギーに対する反射する波のエネルギーの比。</p>
バンド計算	<p>結晶内の電子に対するエネルギー準位の構造を計算すること。</p>
バンド構造	<p>結晶中の電子は周期的な電場により、取り得るエネルギーはある領域に限られる。この領域は縦軸にエネルギー、横軸に第 1 ブリルアンゾーンのいくつかの k-点をとった形（バンド構造）</p>

	で描かれ、帯状（バンド状）になる。本プロジェクトではこのバンド構造から省インジウム ITO の透明度、電気伝導度を評価している。
PDOS	電子スピンの向きを区別した部分状態密度、Partial Density of State。
ヒステリシス曲線	磁化曲線のこと。
非平衡化プロセス	硬質材料の作製は一般に硬質粒子と結合する金属粉末を混合して焼結される。硬質粒子の一部あるいは全部に対して硬質粒子を構成する元素粉末（炭化チタンの場合、チタン粉末と炭素粉末）で強いエネルギー下にて混合するとアモルファスや過飽和固溶体などの非平衡粉末とすることができる。また、スパッタなどの気相を利用した合成方法では急速に冷却されるため、化合物の組成が平衡相である化学量論組成からずれる場合がある。特に炭化チタンのように結合炭素量に大きな組成幅のある硬質材料では化学量論組成より少ない結合炭素量であっても安定して作製することができる。このような硬質粒子の非平衡化は組成幅のある炭化物、窒化物、硼化物、酸化物等への適用が可能と考えられ、超硬合金の硬質粒子である炭化タングステンのようなラインコンパウンド（組成幅がない化合物）には適用できない。
複相組織硬質材料	サーメットなどのように複数の硬質材料を組み合わせた硬質材料。特に、従来のプロセスでは用いられていない非平衡相も含めた複数の相で構成される硬質材料。
フラットパネルディスプレイ (Flat Panel Display, FPD)	薄型で、平坦な画面を持ったディスプレイの総称。厚み 10 cm 未満のものを FPD に分類することが多い。FPD にはいくつかの種類があり、液晶ディスプレイ (LCD) やプラズマディスプレイ (PDP) などが代表的な FPD である。他にも発光ダイオード (LED) やエレクトロルミネセンス (EL)、有機 EL ディスプレイなどの方式がある。
フリー面	ストリップキャスト合金の、ホイール側の反対の面。
平均自由行路	サーメットや超硬合金の分野で平均自由行路とは、結合相 (Ni や Co) の平均厚さを意味する。
平衡分配 (率)	ある熱力学的条件において、系の自由エネルギーが最小となるような、最も安定な分配。固溶体をつくる合金の液体 (溶質濃度 CL) が平衡を保ちながら凝固し、Cs の溶質濃度の固相を晶出するとき、Cs/CL の比を平衡分配係数 (率) と呼ぶ。
ヘイズ	くもり度のこと。透明導電成膜の評価値のひとつ。 ヘイズ率 = $\{(\text{光の散乱透過率}) / (\text{光の全透過率})\} \times 100$ で表される。 但し、光の散乱透過率 : (全透過率) - (直線透過率) 光の全透過率 : 積分球を用いて測定したすべての透過光に対する透過率を指す。
偏析	金属や合金が凝固する際、不純物および成分元素の濃度分布が不均一になる現象。
ホイール面	ストリップキャスト合金の、ホイール側の面。
飽和磁化	ある温度で物質が有しうる最大の磁化の値。十分に大きな磁場を加えて一定になったときの磁化の値。



保磁力	磁化の向きと逆方向に磁場を加えて得られる減磁曲線上で、磁化の値がゼロになるときの磁場の強さ。
ポストアニール	あとで熱処理を行うこと。
ホッパー	漏斗状の装置。
ホトレジスト	感光性の樹脂でホトリソグラフィ (photolithography, 写真食刻法) に用いられる。露光装置を用い、所望設計パターンをマスクとして紫外線を照射された部分に変質する。現像液 (Developer) を用いて光が照射された領域のホトレジストが除去される場合をポジ型ホトレジスト、非照射領域が除去される場合をネガ型ホトレジストと呼ぶ。
ポリオール	アルコールの一種で一分子中に複数の水酸基を有する炭化水素類。一般のアルコールに比べて分子量の割に融点・沸点・粘度などが高い性質を示す。
マイクロ磁氣的計算	磁気モーメントの集合体を三次元的に考え、磁場の大きさや境界条件などを決定し、系のエネルギーを最小とするような磁気構造を計算すること。
マッピング	2次元的に、分析結果などを示すこと。
密度汎関数法	固体中の電子密度 $\rho(r)$ を求める際、エネルギーを電子間相互作用を含めて適当な $\rho(r)$ の汎関数で表わし、その変分によって得られる方程式を自己無撞着に解く方法。
メカニカルアロイング	合金などを構成する金属あるいは無機材料などの粉末を出発原料として、雰囲気を制御した密閉された容器内にて硬質なボールなどを圧力媒体として機械的なエネルギーで混合・粉砕する技術。本来、微細なセラミックス粒子を金属マトリックス中に分散する技術として開発され、日本ではアモルファスなどの非平衡相の合成技術として発展してきた。
メルトスパン	原料合金の溶湯を、回転する金属ロール上へノズルから噴射し、急冷して薄帯を作製する方法。
有効質量	結晶中の電子は真空中とは異なった質量を持っているように観察される。本プロジェクトでは第一原理計算で得られたバンド構造の価電子帯の $k$ -空間に対する曲率から求めた。省インジウム ITO 材料としてはバンド構造中の曲率が小さい組成が望ましい。
ユニットセル	結晶の一つの単位胞。
4f 軌道	希土類元素の磁性を担う 4f 電子の軌道。
ラフネス	荒さ。表面の粗さ。
ラボスケール	実験室の範囲。実験室レベルで作製できる量や大きさを表す時に用いる。
ラメラ間隔	板状の構造単位が一定の規則にしたがって集合してとる構造を「ラメラ」といい、その間隔を指す。
粒子間の交換結合	ネオジム磁石を構成する主相間に働く直接の磁氣的結合の一つ。
レーザー回折式粒度分布計	レーザー光の回折を用いて粉体の粒度分布を測定する装置。

レーザーCVD	レーザーによる励起により、原料の気相（有機金属を使用）からの析出を効率的に行う CVD（化学的気相蒸着）法。東北大学（後藤孝教授ら）が開発した手法で、より低温の基材温度でのコーティングが可能であり、サーメット基材用のコーティング法として最も有望視される。
ロール面	ストリップキャストを行い得られた薄帯の、水冷銅ロール側に接していた面。

# 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

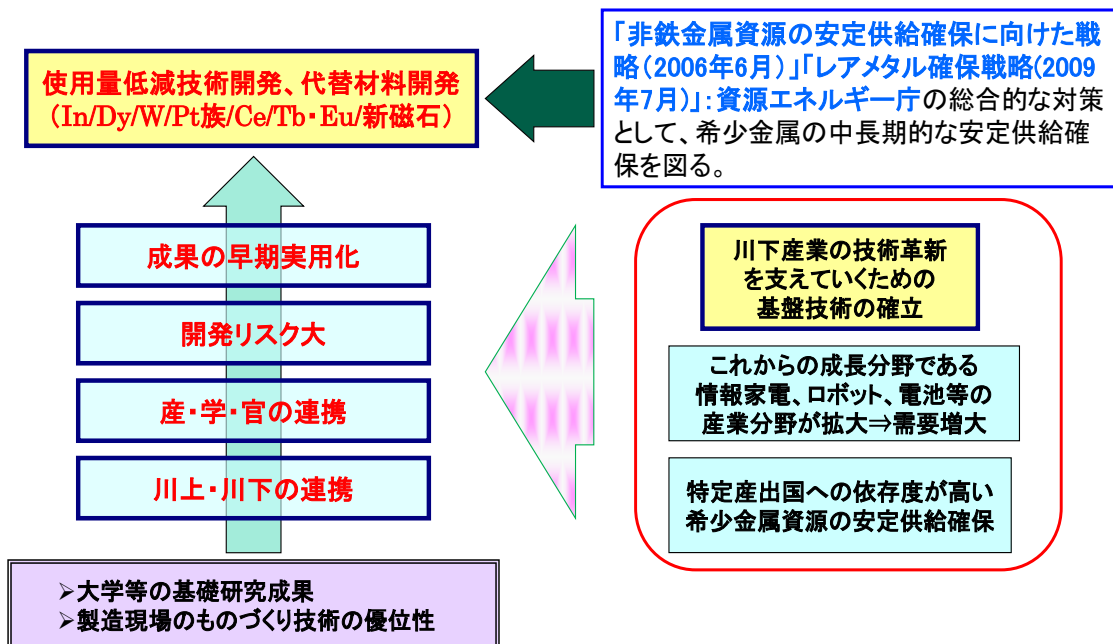
希少金属（レアメタル・レアアース）は、我が国が得意とするハイテク製品の製造に不可欠であり、今後も情報家電、電池、モータ等の産業分野において需要の拡大が見込まれている。一方、希少性、偏在性等から市場メカニズムが有効に機能せず、需要の逼迫等により我が国の経済に大きな影響を与えることが懸念されている。希少金属を取り巻く環境には、需給両面にわたる種々の課題や要請が存在し、今後より一層の総合的、戦略的な取り組みが必要であり、我が国としては「資源外交」「探鉱開発」「代替材料開発」「リサイクル」等による一体的な対策を進めているところである。中でもカントリーリスクが高く、かつ我が国の産業競争力の向上において重要な鉱種については、我が国の中・長期的な資源セキュリティの観点から、それらの依存度を下げる為、「代替・使用量低減技術の開発」と「成果の早期実用化」を推進する必要がある。

本研究開発は、上記のとおり社会的必要性が高い国家的課題であり、『文部科学省の元素戦略プロジェクトと連携し基礎から実用化までの間隙のない研究開発』が必要であり、又『産・学・官の連携』『川上・川下産業の垂直連携』等の推進により、供給不安に対応するための成果の早期実用化が求められている。

以上のような課題に対し、資源セキュリティに係る開発であること、開発リスクが非常に高いこと、高度な技術開発が求められており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が関与することの意義は大きい。

NEDOが関与することの意義について図I-1-1に、府省連携とNEDOの関係を図I-1-2に示す。

### NEDOが関与することの意義



**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

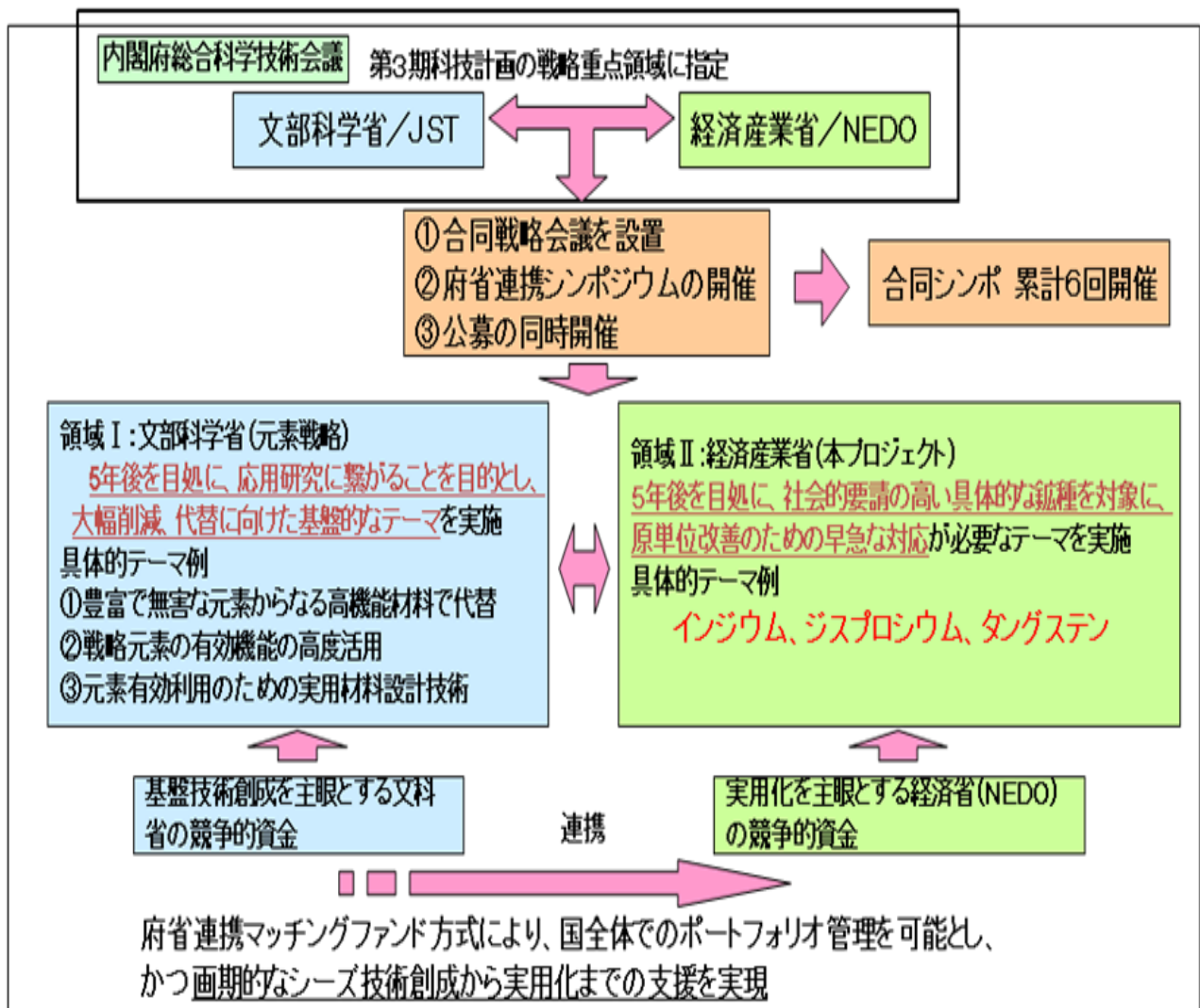


図 I-1-2 希少金属プロジェクトと戦略プロジェクト（府省連携）の関係

## 1.2 実施の効果（費用対効果）

本研究の対象とするインジウム（In）、ジスプロシウム（Dy）およびタングステン（W）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

研究No.	元素名	鉱石生産比率(%)			輸入相手国比率(%)		
		中国 49	日本・カナダ 各10	韓国 17	韓国 63	中国 18	カナダ 9
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 <sub>3</sub> 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

### 1.2.1 インジウム (In)

2006 年実績でインジウムの生産量は全世界で 480t 生産されており、その大半が中国で生産されていた。この内、ITO ターゲット用として 430t<sup>1)</sup> が使用されていた。2011 年の日本国内の ITO ターゲット使用量の実績値は 929 t<sup>2)</sup> であり、本研究開発により 50%削減が可能になった場合、465t の削減効果がある。これは、2011 年の地金相場価格 (730 US\$/kg)<sup>2)</sup> では、264 億円の削減効果がある。また、これらの技術開発は、液晶パネル (生産規模 43 億 9100 万枚 市場規模予測 14 兆円 (2013 年予測)<sup>3)</sup>) や太陽電池への応用や装置等の関連産業を含めて、日本の産業競争力の向上への貢献が期待される。

### 1.2.2 ジスプロシウム (Dy)

2008年のNd系焼結磁石に使用されたDyは750tonであった。2011年の使用量実績は600tonであり2008年比減量している。これは需要家の一部で希土類の相場高騰によるNd磁石離れを引起したためである。本技術開発により30%削減可能となった場合、Dy単独でおよそ180tのジスプロシウムの削減の効果がある。これは、2011年のDy単価2,123US\$/kg<sup>2)</sup>で算出すると約298億円の削減効果がある。本技術は現在需要が伸び続けているハイブリッド自動車を下支えする技術として極めて重要である。

### 1.2.3 タングステン (W)

2004年度のWの需要量は5680トン(需要量)であり、その内、切削工具に使用されるWの需要量は5466トンであった<sup>1)</sup>。2011年の日本国内の切削工具に使用されるWの需要量の実績値は4617トン<sup>2)</sup>であり本技術開発により、W原単位で30%の削減が可能となった場合、約1385トンの削減効果がある。タングステン鉱石が2011年の価格の367 US\$/MTU (1MTU=W<sub>3</sub>純分10kg)を採用した場合、鉱石換算で約40億円程度の削減効果がある。超硬工具の生産金額は、2907億円(2011年実績、超硬工具協会HPより)であり、本技術はこれらの産業に適用可能である。また、本産業分野のみならず、その出口である自動車部品(エンジン部品、トランスミッション部品、ステアリング部品など)の加工の際に特に多く使用される。これらの個々の部品の加工精度の向上や製造コストの低減といった面で大きく寄与する。特に、超硬工具の利用される産業分野は、工具費に比較して加工費の割合が極めて大きく、本プロジェクトによる高度化・低コスト化は日本の産業分野への大きく貢献する重要な技術となりうる。

### 1.2.4 費用対効果

以下のように、定量効果として、約1.1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費用：約56億円

終了時に見込まれる効果：602億円(総額)

264億円(うち透明電極向けインジウム原単位削減効果)

298億円(うち希土類磁石向けジスプロシウム原単位削減効果)

40億円(うち超硬工具向けタングステン原単位削減効果)

表 I-1-2 算定根拠の明細

	金額	削減見込量	相場価格	諸元
透明電極向け インジウム	264億円	465t/年	730US\$/kg (2011年)	$465\text{t/年} \times 730\text{US}\$/\text{kg} \times 77.9\text{円}/\text{\$} \times 10^3$ = 264.4億円/年 ≒ 264億円/年
希土類磁石向 ジスプロシウム	298億円	180t/年	2123US\$/kg (2011年)	$180\text{t/年} \times 2123\text{US}\$/\text{kg} \times 77.9\text{円}/\text{\$} \times 10^3$ = 297.7億円/年 ≒ 298億円/年
超硬工具向け タングステン	40億円	1385t/年	367US\$/MTU (2011年)	$1385\text{t/年} \times 367\text{US}\$/\text{MTU} (1\text{MTU} = \text{W}_3\text{純分}10\text{kg}) \times 77.9\text{円}/\text{\$} \times (1000/10)$ = 39.6億円/年 ≒ 40億円/年
合計	602億円			

定性効果として、本プロジェクトでターゲットとしているインジウム、ジスプロシウム、タングステンは、それぞれ液晶ディスプレイ分野、ハイブリッド自動車・産業用モータ分野、切削・耐摩耗用超硬工具分野等の日本の産業競争力を支える製品に使われており、本開発によるレアメタルへの依存リスクの軽減は、本対象のみならず、日本の産業競争力の向上に寄与する。

## 【参考文献】

- 1) 平成 18 年度成果報告書「希少資源代替材料開発プロジェクト」に関する調査
- 2) 2012 工業レアメタル 「ANNUAL REVIEW 2012」
- 3) 2008 液晶関連市場の現状と将来展望 富士キメラ総研

## 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、今後も情報家電、電池、モータ等の産業分野において需要の拡大が見込まれているが、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

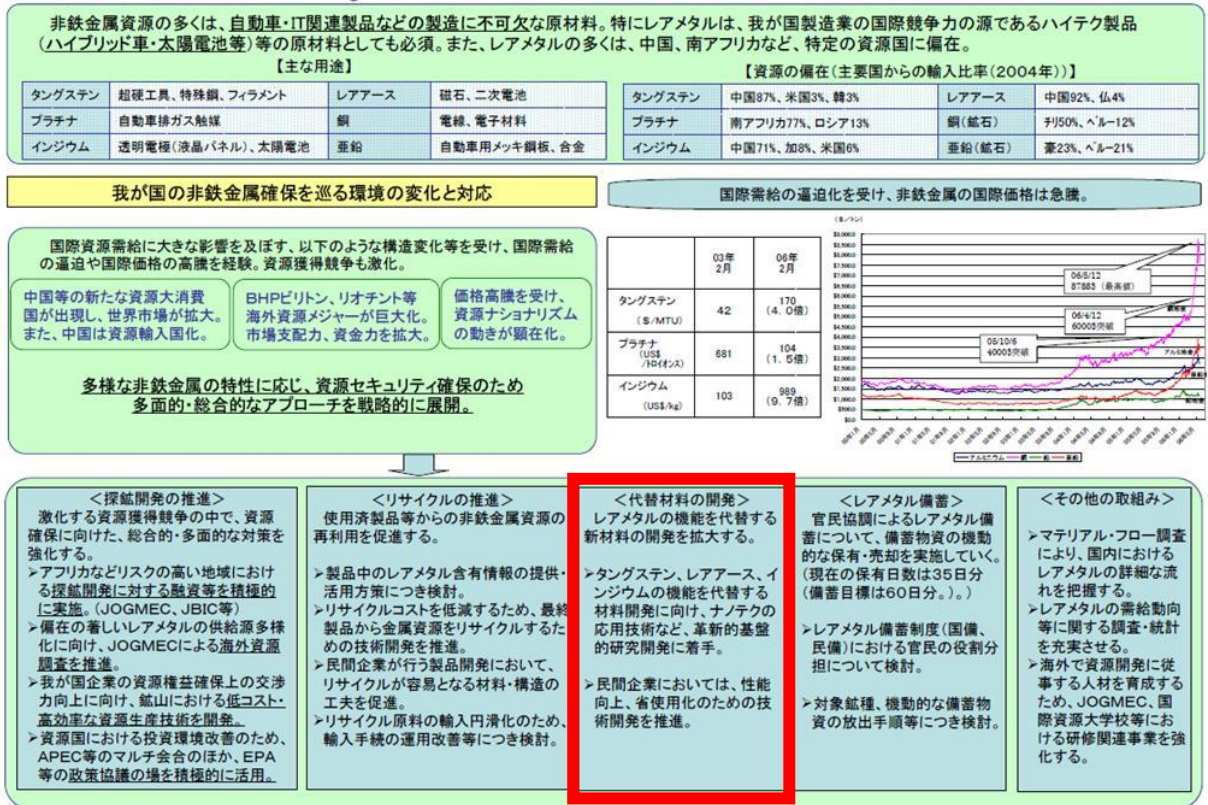


図 I-2-1 「非鉄金属資源の安定供給確保に向けた戦略」（資源エネルギー庁 平成 18 年 6 月）

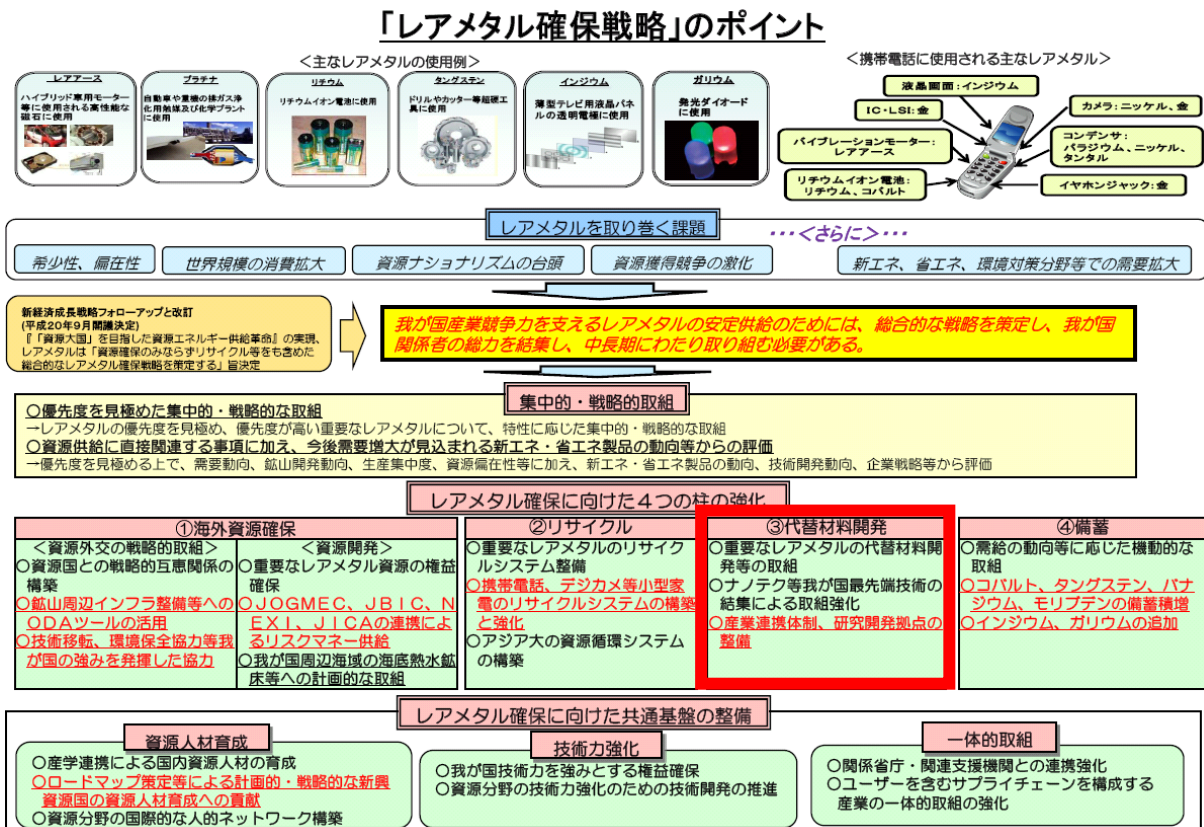


図 I-2-2 「レアメタル確保戦略」（資源エネルギー庁 平成 21 年 7 月）



## 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、科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）



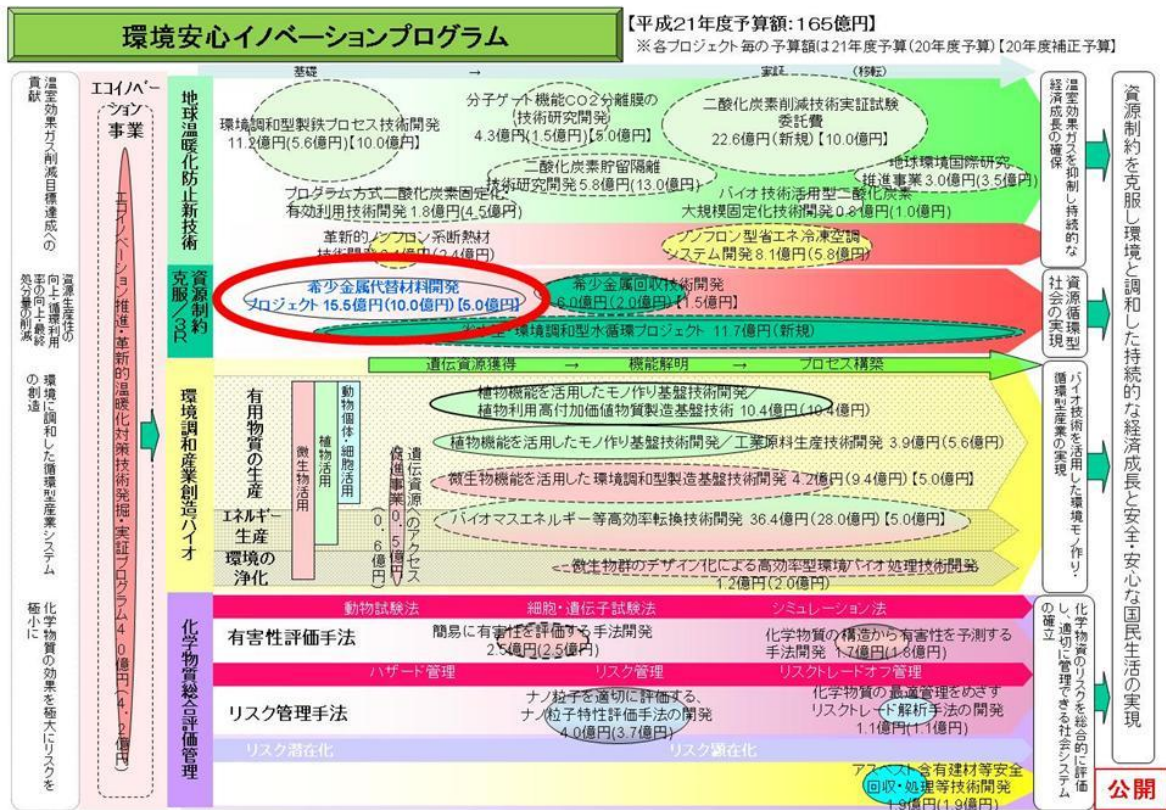


図 I-2-6 「環境安心イノベーションプログラム」  
 (経済産業省 平成 21 年度予算要求プロジェクト内訳)

## 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 (2011)」(図 I-2-7 参照)が発行されている。クリティカル物質を多量に使用し、今後消費の増加が見込まれる4分野向け(永久磁石/先進電池/太陽電池薄膜/蛍光物質)でのサプライチェーンの検証レアアース9鉱種を含む14鉱種のクリティカル物質の供給・需要・価格に関する時系列データを示し、重要鉱種を示した。

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。

(図 I-2-8 参照) 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。

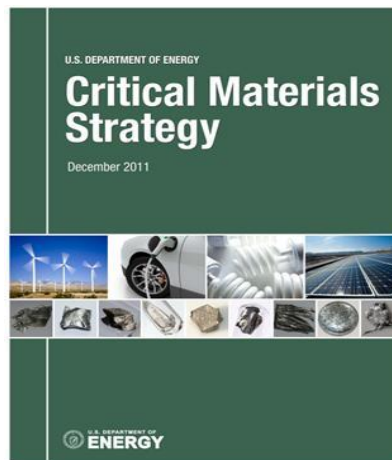


図 I-2-7 「Critical Materials Strategy 表紙 (DOE 2011)」

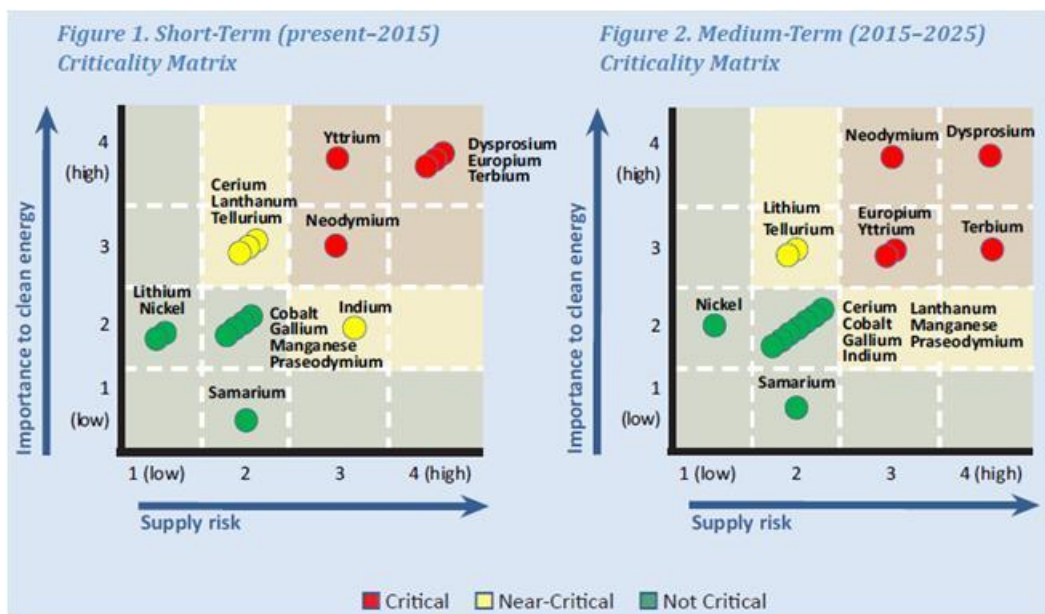


図 I-2-8 元素の産業に対する重要性と供給リスク

## 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。

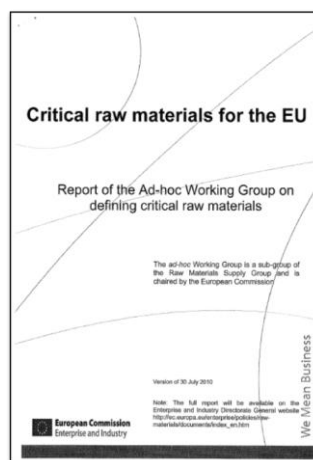


図 I-2-9 「Critical raw materials for the EU表紙 (EU 2010.2)」

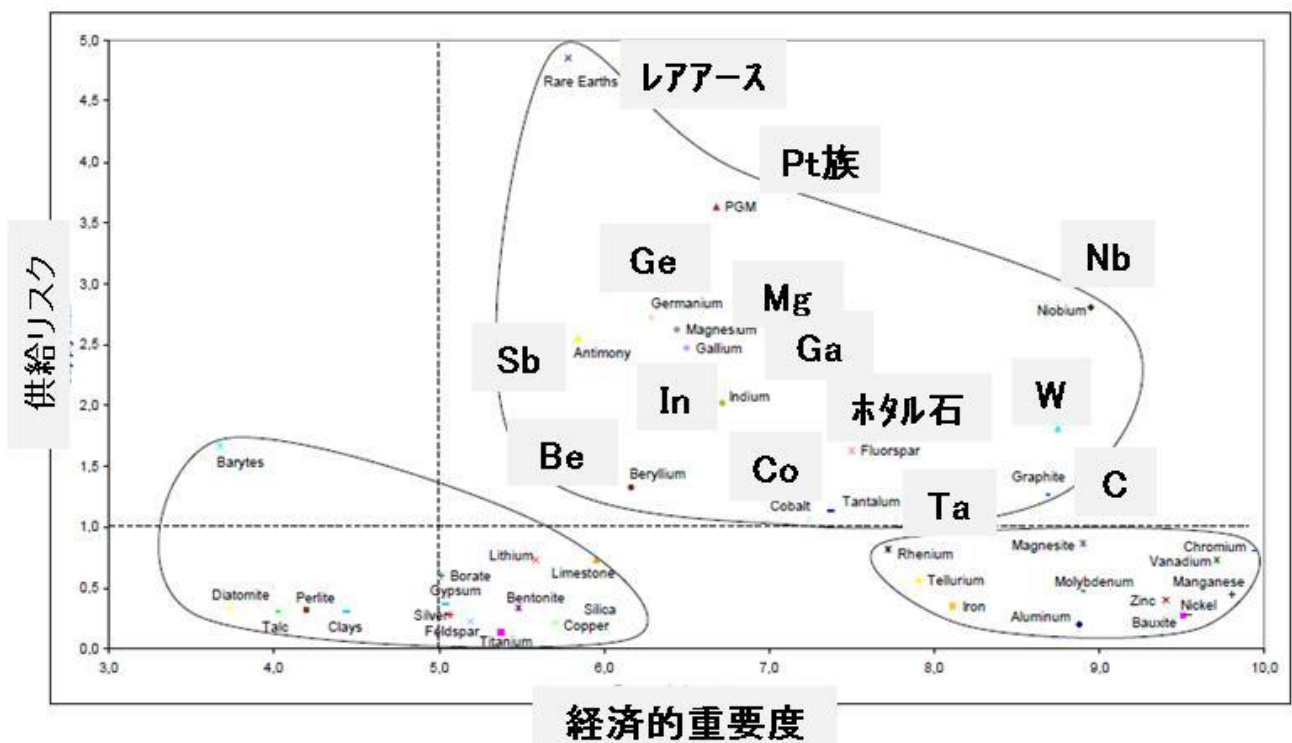


図 I-2-10 元素の経済的重要度と供給リスク

### 2.4.3 中国の研究開発動向

- ・中国からは「新素材産業“第12次5ヶ年”発展計画（2012.1）」が発表される。
- ・重点材料の1つとして「レアアース機能材料」が取り上げられている。

#### 主な内容:

- 高磁力の新型永久磁石材料等製品の生産プロセスを開発し、高保磁力・耐高温の永久磁石材料とサマリウムコバルト磁石、各項同性粘結ネオジム磁石粉末及び磁石の産業化を推進し、2万t/年の永久磁石の生産設備を新設する。
- 電気自動車用の大容量、高い安定性の新型水素吸蔵合金の開発を加速させ、1.5万t/年の水素吸蔵合金の生産設備を新設する。
- 三基色蛍光粉、3D高輝度蛍光粉の産業化を推進し、白光LED蛍光粉の産業化を実現させて、0.5万t/年発光材料の生産設備を新設する。
- 高品質の希土類研磨剤、流動接触分解装置(FCC)の材料、自動車排ガススクリーナー材料の産業化を加速し、0.5万t/年の研磨剤及び0.5万t/年の触媒材料の生産設備を新設する。
- 硬質塗装の合金材料、機能傾斜材料の硬質合金及びW-Mo合金材料の開発、5,000トン/年の高性能硬質合金の生産設備を新設する。また、4,000トン/年のW-Mo合金の大型工作物、3,000トン/年のW-Mo合金の圧延鋼板の生産設備を新設す。
- 原子級ジルコニウムチューブ、Ag-In-Cd合金棒材の産業化を推進し、1,000トン/年のジルコニウムチューブの生産設備を新設する。

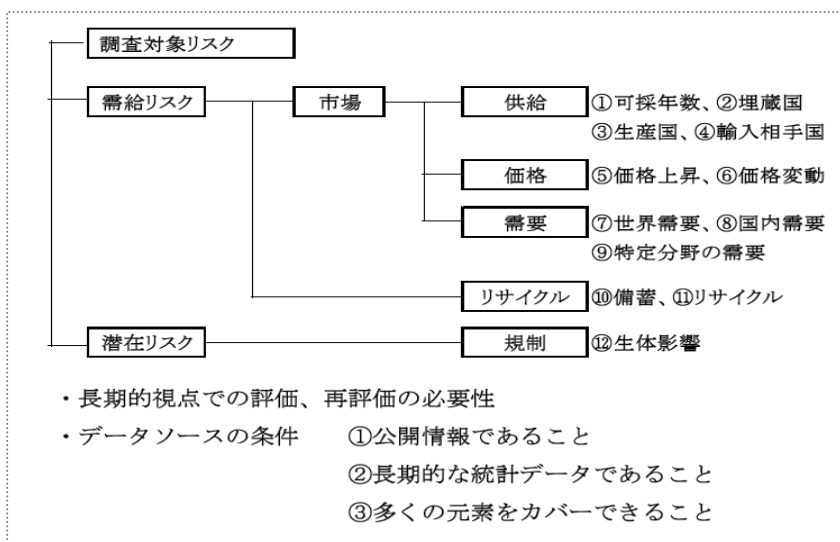
## II. 研究開発マネジメントについて

### 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

本プロジェクトの先導調査として、NEDOは、レアメタル3R技術開発に関する調査を行い、種々の公開情報から、図II-1-1に示す①～⑫項目により各種レアメタルのリスク評価を実施し、表II-1-1に示すような上位13鉱種を選定した。



図II-1-1 各種レアメタルに関するリスク評価方法

上位13鉱種を対象に、カントリーリスクおよび将来の需要動向を考察し、最終的に重要3元素 [タングステン、レアアース（うちジスプロシウム）、インジウム] を選定した。

表II-1-1 リスク評価結果

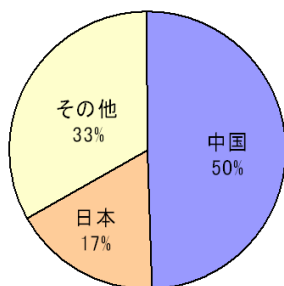
No.	元素名	ケース		カントリーリスクの事例及び今後の動向	対象元素
		族	区分		
3	タングステン(W)	6	遷移元素	・天安門事件による出荷遅延(1989)、中国の鉱石契約一時停止(1991)等リスクの事例がある。 ・超硬工具、電子機器(ヒートシンク等)の需要増加が見込まれる。中国の国内需要が増加している。	○
6	マンガン(Mn)	7		・豪州サイクロンによる出荷遅延(2000)、中国の電力不足による生産障害(2004)等リスクの事例がある。 ・主用途は鉄鋼・アルミニウムの合金元素であり、需要は比較的安定している。	
11	タンタル(Ta)	5		・カントリーリスクの事例はない。	
12	プラチナ(Pt)	10		・一次供給が逼迫し高騰したが、代替材の開発が進み今後のリスクは低い。 ・カントリーリスクの事例はない。	
14	ゲルマニウム(Ge)	14		・触媒等の需要が増加したがマテリアルリサイクルが確立している。燃料電池実用化には時間を要する。	
23	インジウム(In)	13	半金属元素	・カントリーリスクの事例はない。 ・PET樹脂触媒が主な用途であり、需要は安定化している。	
16	リチウム(Li)	1	アルカリ金属	・中国の鉱山事故による減産(2001)、環境汚染による一部精錬所の閉鎖(2006)等、リスクの事例がある。 ・液晶用ターゲット材、無鉛はんだ添加材等需要増加が見込まれる。	○
17	ベリリウム(Be)	2	アルカリ土類金属	・カントリーリスクの事例はない。 ・端子・コネクタ等銅合金の添加元素であり、需要は安定している。元素自体に毒性がある。	
31	ランタン(La)	3	遷移元素	・カントリーリスクの事例はない。	○
33	ネオジム(Nd)			・中国政府の対日供給抑制(2000)、環境汚染による生産規制(2006)等、リスクの事例がある。	
34	サマリウム(Sm)			・希土磁石、NiMH電池用素吸蔵合金に需要の増加が見込まれる。	
35	ジスプロシウム(Dy)			・中国の内需も拡大している。	
36	イットリウム(Y)			・イットリウムは広義のレアアースである。セリウムとともにレアアースの余剰元素である。	

注) ・レアアース元素(La～Y)のなかで、将来にわたり供給不足が予測されるジスプロシウムを選定した。  
 ・各項目のリスク評価結果の詳細につきましては出典資料をご参照ください。  
 ・出典:NEDO平成 17年度調査報告書 「各種レアメタルに関するリスク評価及び重要元素に関する需給の現状と課題」

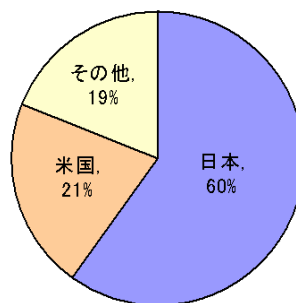
### 1.1.2 重要3元素の用途と必要性について

#### 【インジウム (In)】

平成14年度現在わが国は世界におけるインジウム需要の6割程度を占め、世界最大のインジウム消費国である。そのインジウムの用途は、透明電極が83.4%を占め、ほとんどが透明電極用である。今後、透明電極の主要用途である薄型テレビ、パソコン、モバイル機器等の生産量の大幅な拡大が予想されており、それにともない需要が急拡大するものと思われる。



図Ⅱ-1-2 インジウムの国別供給割合<sup>1)</sup>  
(世界市場)

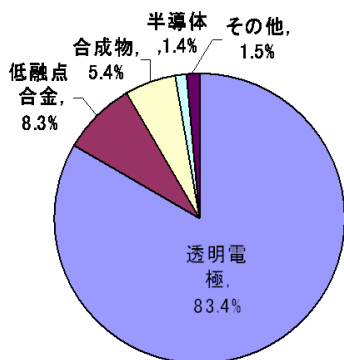


図Ⅱ-1-3 インジウムの国別需要割合<sup>2)</sup>  
(世界市場)

1)USGS「Mineral Commodity Summaries (2004)」

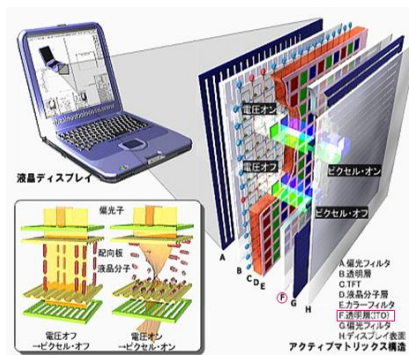
2)ECONOMICS OF INDIUM 2003 EIGHTH EDITION ROSKILL

インジウムは、珍しくわが国が平成16年度現在で、世界2位の生産量を誇り、全供給量の17%を担っているが、それでも供給の半数強(50%)は中国からの輸入に頼っている。インジウムの供給は最大供給国である中国の影響が大きく、これに加えて、供給リスクを低減する必要がある。特に昨年優良なインジウム鉱山である豊羽鉱山の閉山に伴い、わが国の供給量は、今後減少することが予想されることから、供給リスクを低減する必要がある(以上、図Ⅱ-1-2～図Ⅱ-1-5参照)。



図Ⅱ-1-4 インジウムの製品別需要割合  
(世界市場)

Brian O' Neill「Indium: Is There Enough?」(平成18年)



図Ⅱ-1-5 透明電極使用事例

<http://www.nanoelectronics.jp/kaitai/cd/3.htm>



【ジスプロシウム (Dy)】

地球環境に優しい輸送手段として電気自動車(EV) およびハイブリッドカー(HEV) の開発が進められている。1982年に開発されたNd-Fe-B焼結磁石は、世界最強の永久磁石材料であり、EVやHEV(以下電気自動車と記す)の駆動用大型モータのための最も有望なハード磁性材料である。一般に永久磁石の性能指標である「最大エネルギー積」を高めるには、大きな残留飽和磁化(着磁状態から磁界を取り去ったときに磁石が持ちうる磁気の強さ)と大きな保磁力(逆磁界に対する抵抗力)をもつことが必要である。

電気自動車で用いるモータでは動作環境が200°C以上になることが想定される。温度上昇により残留磁化、保磁力ともに低下するが、永久磁石としての機能を維持するためには、高温環境において保磁力を優先的に確保する必要がある。温度上昇にともない、保磁力はほぼ直線的に低下することから、高温環境において必要な保磁力の変化を考慮すると室温状態での値に換算すると30 kOeもの高保磁力を持つNd-Fe-B磁石が必要とされる。

現在、市場に出荷されているNd-Fe-B焼結磁石では、保磁力上昇のために重希土類元素ジスプロシウムDyを添加しているが、ジスプロシウムDyは希土類鉱石中の含有量が少なく、原産地が中国にほぼ限定されているため、将来の電気自動車等の需要拡大に対し供給不足が発生

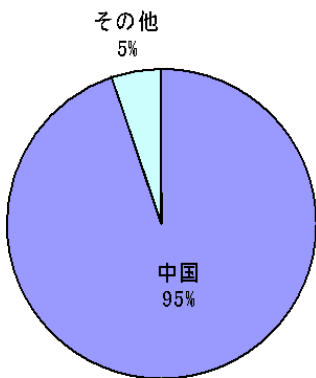


図 II-1-6 レアアースの国別供給割合<sup>1)</sup>  
(世界市場)

1) USGS「Mineral Commodity Summaries (2005)」  
2) JOGMEC「レアメタル備蓄データ集(2006年版)」

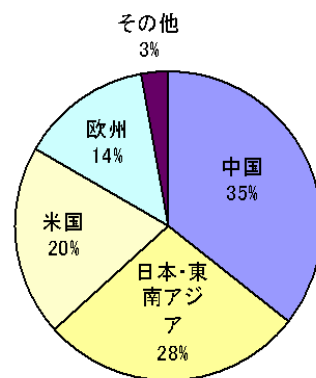


図 II-1-7 レアアースの国別需要割合<sup>2)</sup>  
(世界市場)

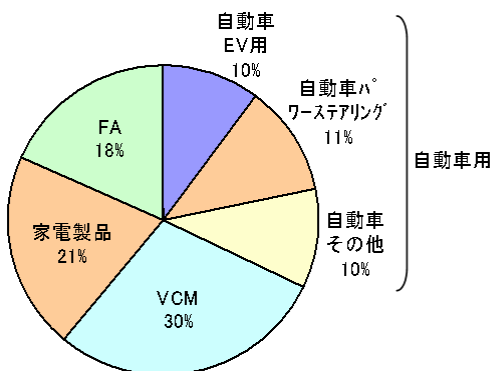
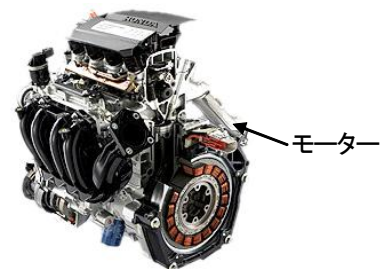


図 II-1-8 ジスプロシウムの製品別需要割合  
(国内市場)

希少性資源の3Rシステム化に資する技術動向調査(平成18年3月)

ハイブリッド自動車用モーター



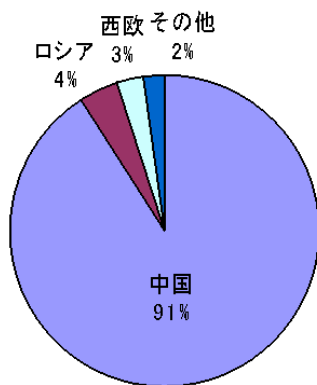
<http://www.honda.co.jp/tech/auto/engine/honda-ima/detail/index.html>

図 II-1-9 モーター使用事例

し、産業の成長を阻害する可能性がある(以上、図 II-1-6~図 II-1-9 参照)。

【タングステン（W）】

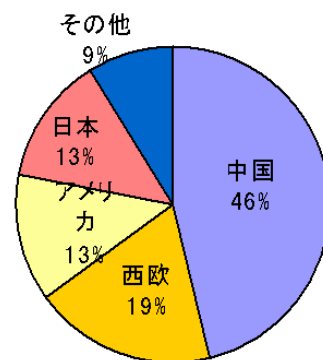
我が国の先端産業（自動車、ロボット、情報家電など）の高精度部材の精密機械加工を支える工具として、超合金（炭化タングステン-コバルト系）が主に利用されている。これは、炭化タングステンの有する硬度や高温特性、溶融コバルトとの濡れ性に起因する高強度などの優れた特性を利用したものである。最近の高速加工や超精密加工の必要性から超合金に対して耐熱性の付与や硬質粒子の超微粒子化が進められており、優れた工具性能を発揮している。さらに、炭化タングステンの電気伝導性を利用した精密加工（放電加工やワイヤーカット等）が利用できるため、複雑な工具形状の成形も可能となり、わが国の精密加工を下支えしている。しかし、タングステンは地域偏在性の極めて高いレアメタルのひとつであり、将来にわたって安定した供給を受けることが難しい状況になりつつある（以上、図Ⅱ-1-10～図Ⅱ-1-13 参照）。



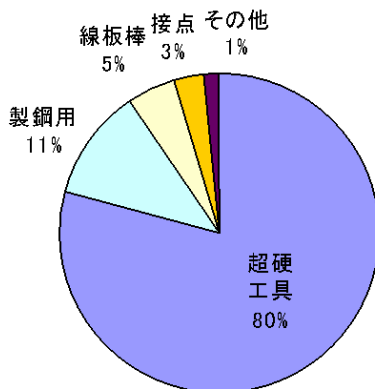
図Ⅱ-1-10 タングステンの国別供給割合<sup>1)</sup>  
(世界市場)

1) USGS「Mineral Commodity Summaries 2006」

2) JOGMEC「レアメタル備蓄データ集(2006年版)」



図Ⅱ-1-11 タングステンの国別需要割合<sup>2)</sup>  
(世界市場)



図Ⅱ-1-12 タングステンの製品別需要割合  
(国内市場)

JOGMEC「レアメタル備蓄データ集(2006年版)」



図Ⅱ-1-13 超硬工具使用事例

### 1. 1. 3 ロードマップの策定

本プロジェクト実施に先立ち、技術動向および市場動向を整理し、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うため、技術ロードマップの策定を実施した。

#### 1. 1. 3. 1 調査体制

##### 1. 1. 3. 1. 1 希少金属代替材料開発プロジェクト企画委員会

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-1-2に示す。

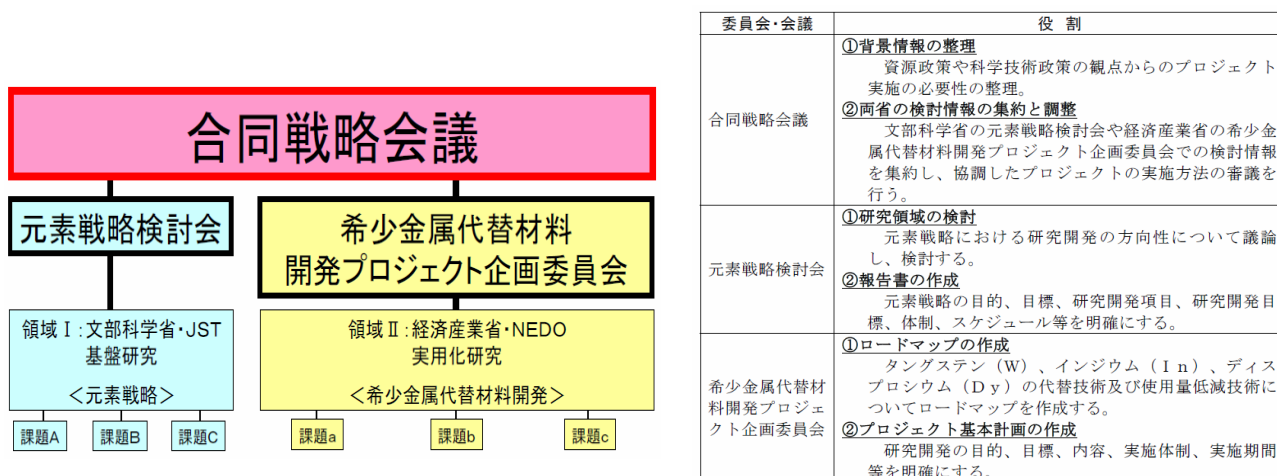
表Ⅱ-1-2 希少金属代替材料開発プロジェクト企画委員会委員

委員長	前田 正史	東京大学 生産技術研究所 所長
委員	安達 毅	東京大学 環境安全研究センター 助教授
委員	金丸 盛宣	株式会社神戸製鋼所 材料研究所 精錬凝固研究室 室長
委員	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
委員	北川 雅俊	松下電器産業株式会社 パナソニックAVCネットワークス社 映像・ディスプレイデバイス事業グループ PDPデバイスビジネスユニット 先行開発担当参事
委員	近田 滋	トヨタ自動車株式会社 車両技術本部 HV材料技術部 シニアスタッフエンジニア
委員	近藤 敏	独立行政法人石油天然ガス・金属鉱物資源機構 金属資源開発支援本部 金属資源開発調査企画 グループ グループリーダー
委員	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
委員	松尾 伸也	大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻 マテリアル科学コース 教授
委員	御園 一郎	超硬工具協会 専務理事

### 1. 1. 3. 1. 2 合同戦略会議

本調査では、当時 経済産業省およびNEDOが実施予定の「希少金属代替材料開発プロジェクト」と文部科学省およびJSTが実施予定の「元素戦略プロジェクト」との連携を図るため、産学の有識者からなる「合同戦略会議」を設置し、希少金属代替材料開発プロジェクトおよび元素戦略プロジェクトに関する情報交換、また今後の連携のあり方について検討を行った。

合同戦略会議の位置づけ、役割を図Ⅱ-1-14に、合同戦略会議委員を表Ⅱ-1-3に示す。



図Ⅱ-1-14 合同戦略会議の位置づけ、役割

表Ⅱ-1-3 元素戦略／希少金属代替材料開発 合同戦略会議委員

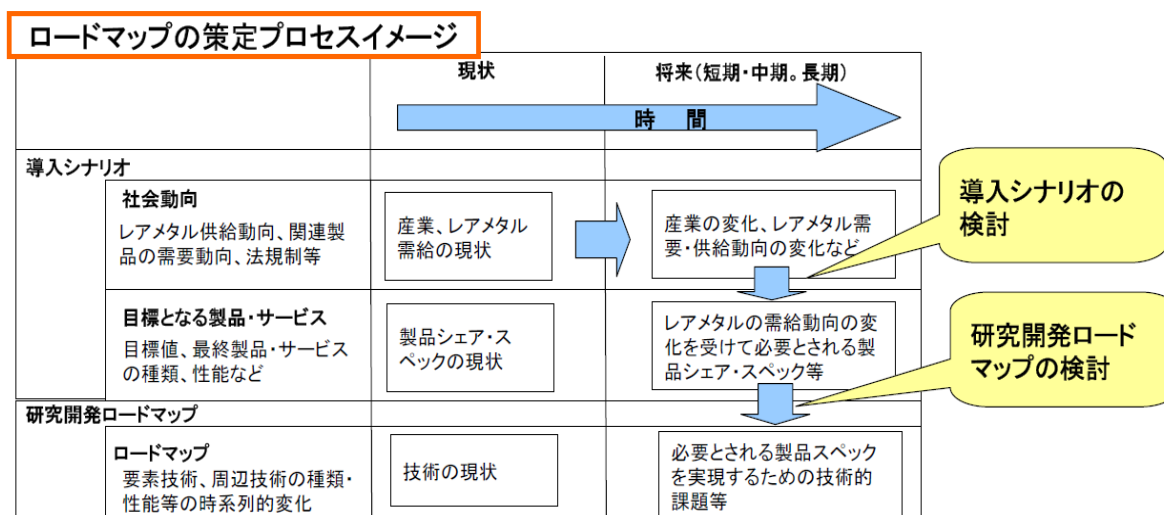
委員長	岸 輝雄	独立行政法人物質・材料研究機構 理事長
委員	石垣 尚幸	日立金属株式会社 NEOMAXカンパニー 理事
委員	井上 明久	東北大学 総長
委員	太田 賢司	シャープ株式会社 理事代表取締役 専務(技術担当)
委員	北澤 宏一	独立行政法人科学技術振興機構 理事長
委員	逆瀬川 敏夫	独立行政法人石油天然ガス・金属 鉱物資源機構 特別顧問
委員	前田 正史	東京大学 生産技術研究所 所長

### 1. 1. 3. 2 技術開発ロードマップ

#### 1. 1. 3. 2. 1 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」から構成される（表Ⅱ-1-4 参照）。

表Ⅱ-1-4 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（希少金属代替材料の研究開発成果<sup>1</sup>を織り込んだ）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. 3. 2. 2 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 23 年度（2011 年度）<sup>2</sup>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。

<sup>1</sup> 「希少金属代替材料の研究開発成果」には、純粋な意味での代替材料のほか、使用量低減技術である高機能化技術（材料）や長寿命化技術（材料）なども概念として含まれる。

<sup>2</sup> 国内需要量の予測に使用する既存の産業動向予測データは、多くの場合 2010 年（暦年）までしか存在しない。そのため、本ロードマップにおいては、代替措置として、2010 年における予想国内供給量および予想国内需要量をもって、施策目標の設定を行っている。

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。

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

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、現状（平成16年度<sup>3</sup>）と同等とする。

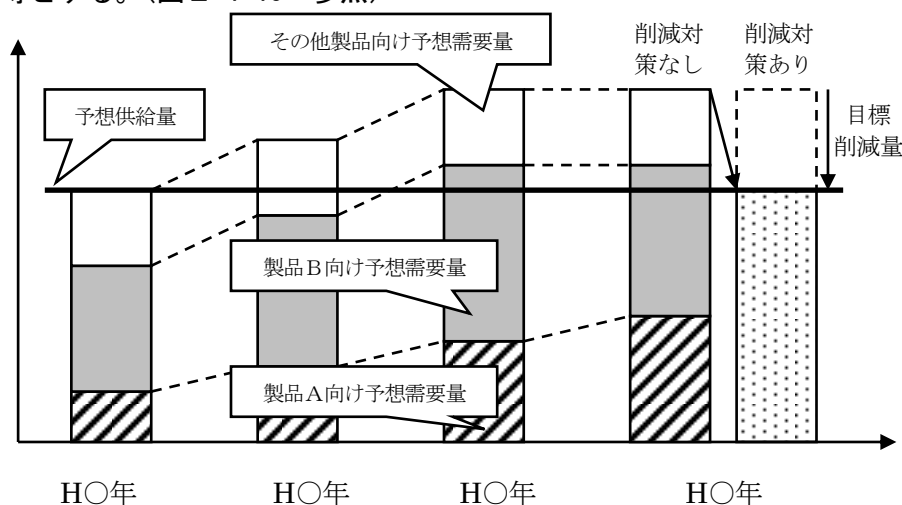
レアメタル資源の偏在性は、特定国・地域の事情による供給不安定化を招きやすく、供給量の予測を極めて困難なものとしている。また、各レアメタル供給の大半を海外に依存しているわが国においては、産出国における輸出政策動向なども国内供給量の予測に大きな影響を与えることから、予想国内供給量の予測をますます難しいものとしている。そのため、予想国内供給量は、明らかな変動要素を除き、現状維持とした。

●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。

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

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。（図Ⅱ-1-15 参照）



図Ⅱ-1-15 予想国内供給量と予想国内需要量のイメージ

<sup>3</sup> 平成16年（暦年）データで代替した。

### 1. 1. 3. 2. 3 削減目標の設定根拠

#### 【インジウム (In)】

需要量の増大要因としては、透明電極の主要用途である薄型テレビ、パソコン、モバイル機器の生産量の増大が挙げられる。(透明電極使用量の内訳は、各種液晶ディスプレイのカラーフィルター向けが 48%、薄膜トランジスタ利用の液晶ディスプレイ向けが 33%、プラズマディスプレイパネル向けが 10%、その他 9%ともいわれている。薄膜トランジスタ利用の液晶ディスプレイ及びカラーフィルターを使用する代表例が液晶テレビ、パソコン、携帯電話である。) 一方、ITO<sup>4</sup>膜生成プロセスでの使用量低減、使用済み製品からのリサイクル率向上により、需要量の減少も期待できる。

インジウムの供給は最大供給国である中国の影響力が大きい。

平成 22 年度におけるインジウムの予想国内需要量は、同年の予想国内供給量(平成 18 年 3 月の豊羽鉱山閉山に伴い、国内生産量の減少分を見込んでいる)の 1.69 倍と想定されることから、インジウムの代替材料開発等に係る目標を消費量削減率 50%と設定した。ただし、液晶モニタ等の大型化や新規用途開拓が予想以上に進展することも想定され、技術開発に加え、資源確保戦略もあわせて推進していくことが重要であると考えられる。(図 II-1-16 参照)

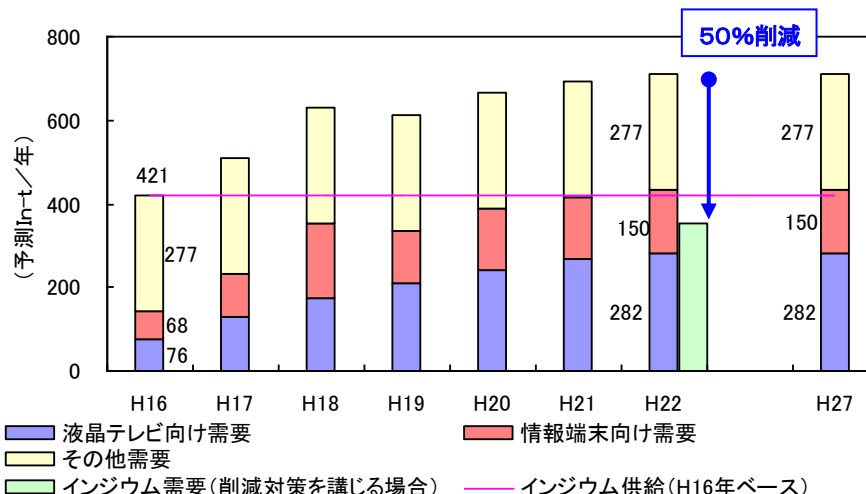


図 II-1-16 わが国におけるインジウム供給と主要製品に関するインジウム需要の予測

#### 【ジスプロシウム (Dy)】

ジスプロシ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、ハイブリッド自動車・デジタル製品の生産(内蔵のモーターや VCM 需要がのびるため)、主要産出国である中国における E/L 発給枠の抑制、新規鉱山の採掘開始がある。

今後もハイブリッド自動車・デジタル製品の生産に伴うジスプロシウム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量は全世界供給量のごく一部に過ぎないこと、などから長期的にはジスプロシウムの需給バランスは緊迫する方向にあると考えられる。平成 22 年におけるジスプロシウムの予想国内需要量は、同年の予想国内供給量の 1.43 倍と想定されることから、ジスプロシウムの代替材料開発等に係る目標を消費量削減率 30%と設定した。(図 II-1-17 参照)

<sup>4</sup> Indium Tin Oxide: インジウム・スズ酸化物

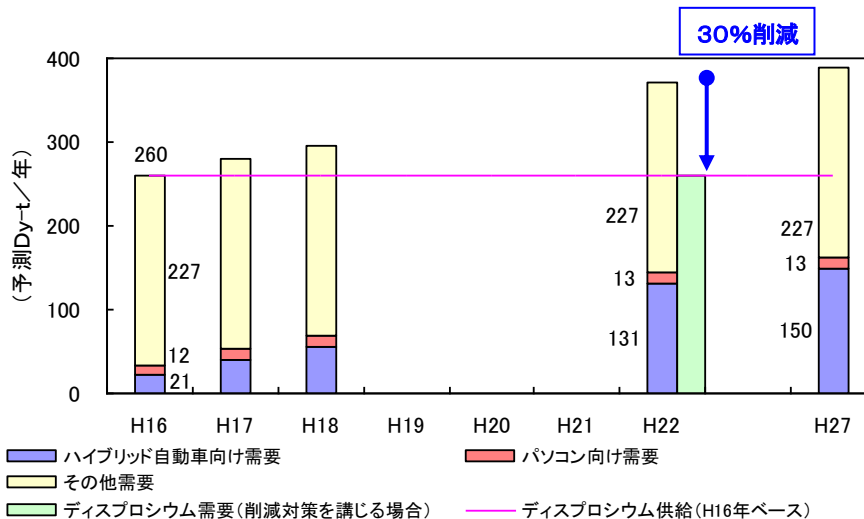


図 II-1-17 わが国におけるジスプロシウム供給と主要製品に関するジスプロシウム需要の予測

【タングステン (W)】

タングステン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、自動車・工作機械の生産（機械工具の需要がのびるため）、主要産出国である中国におけるE/L<sup>5</sup>発給枠の抑制、新規鉱山の採掘開始がある。

今後も自動車・工作機械の生産に伴う機械工具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量は全世界供給量のごく一部に過ぎないこと、などから長期的にはタングステンの需給バランスは緊迫する方向にあると考えられる。

平成 22 年におけるタングステンの予想国内需要量は、同年の予想国内供給量の 1.36 倍と想定されることから、タングステンの代替材料開発等に係る目標を消費量削減率 30%と設定した。

(図 II-1-18 参照)

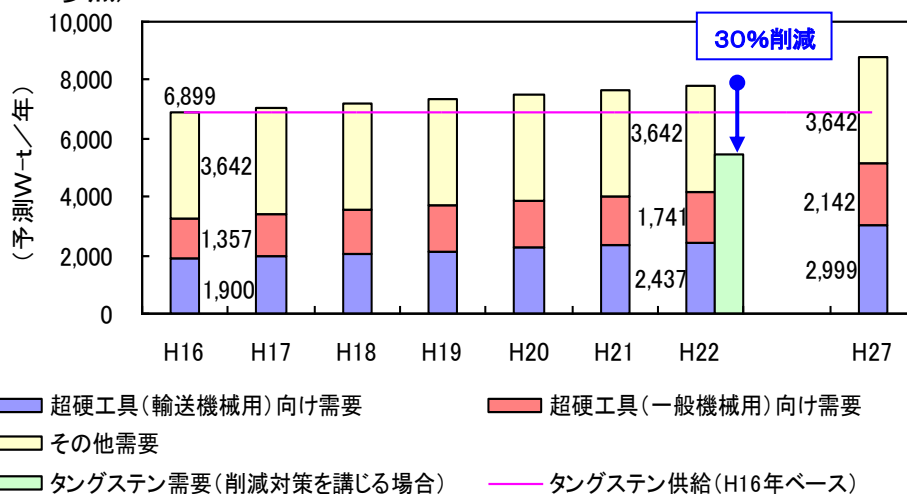


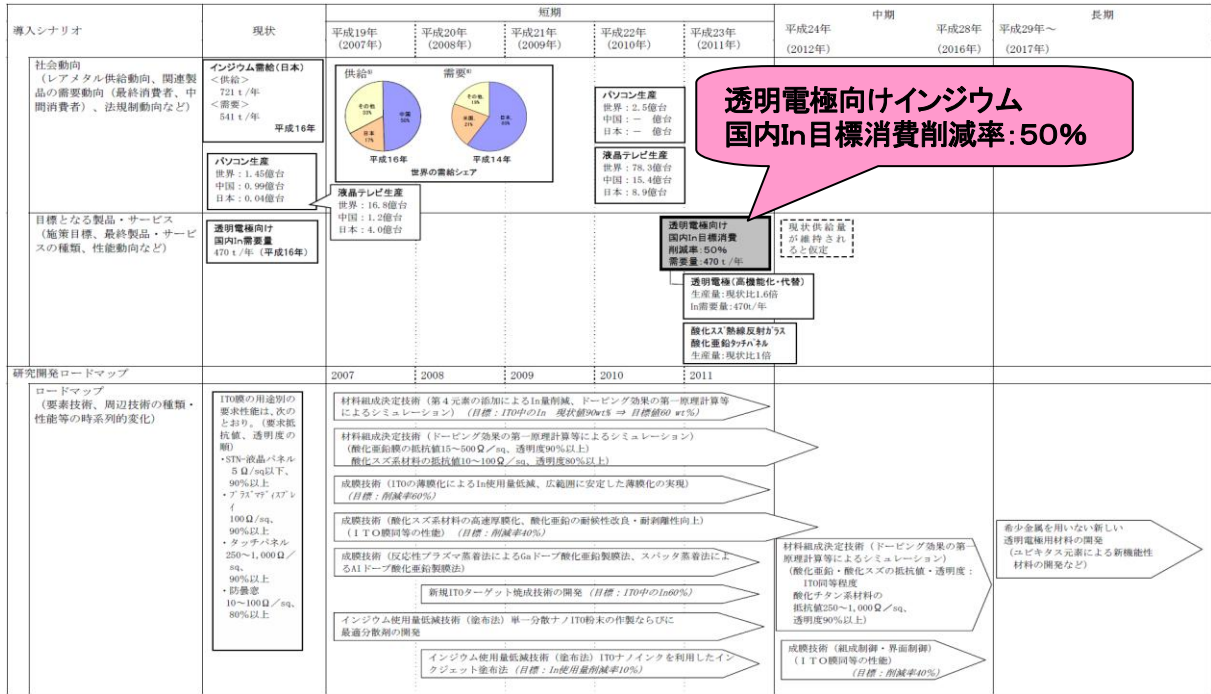
図 II-1-18 わが国におけるタングステン供給と主要製品に関するタングステン需要の予測

<sup>5</sup> E/L : Export License (輸出承認書)

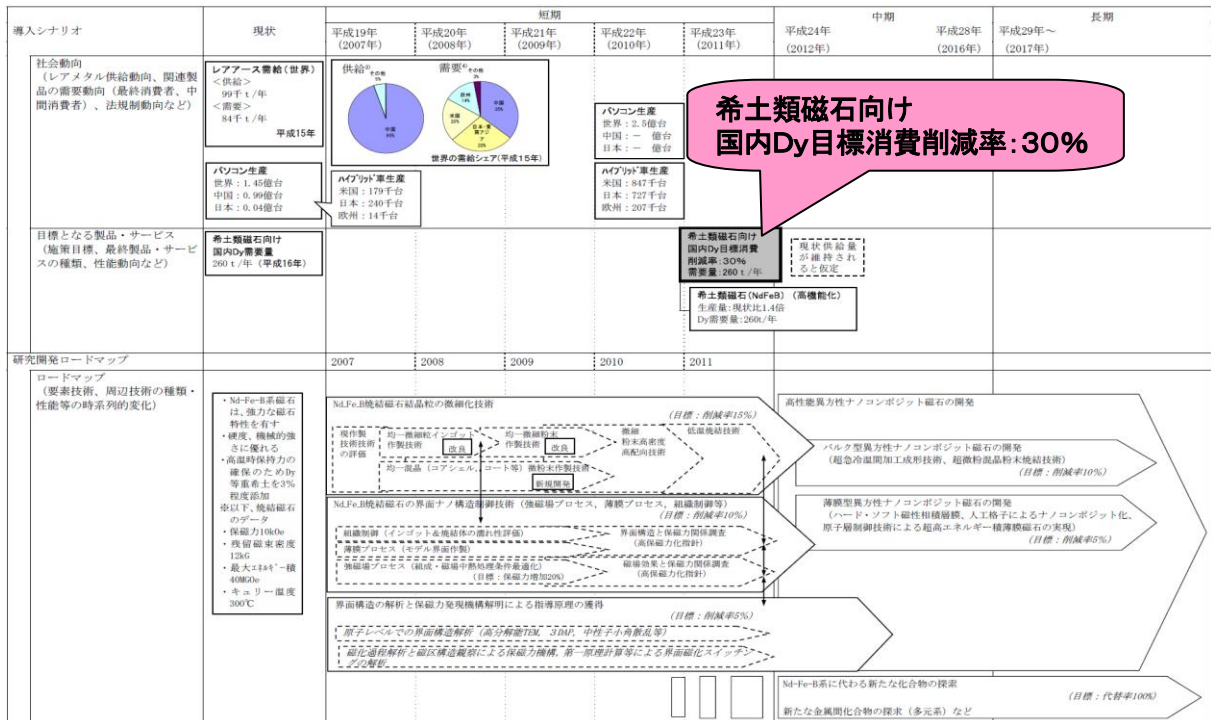


1.1.3.2.4 ロードマップの詳細

技術開発ロードマップの詳細を、図Ⅱ-1-19～図Ⅱ-1-21に示す。



図Ⅱ-1-19 技術開発ロードマップ(透明電極向けインジウム)



図Ⅱ-1-20 技術開発ロードマップ(希土類磁石向けジスプロシウム)

導入シナリオ	現状	短期					中期	長期			
		平成19年 (2007年)	平成20年 (2008年)	平成21年 (2009年)	平成22年 (2010年)	平成23年 (2011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)	<b>タングステン需給(世界)</b> <供給> 74千t/年 <需要> 56千t/年 平成16年						平成24年 (2012年)	平成28年 (2016年)	平成29年～ (2017年)		
自動車生産 世界：64百万台 日本：10.8百万台	<b>超硬工具生産</b> 世界：1.3兆円 日本：0.3兆円	自動車生産 世界：69.8百万台 日本：10.6百万台	自動車生産 世界：75.6百万台 日本：10.7百万台	<div style="border: 2px solid black; padding: 5px; color: white; text-align: center;"> <b>切削工具・金型用 国内W目標消費削減率：30%</b> </div>					切削工具・金型用 国内W目標消費 削減率：30% 需要量：4,731千t/年	切削工具(長寿命化・高機能化→一部代替) 生産量：現状比1.35倍 W需要量：4,553千t/年	金型(長寿命化・高機能化→一部代替) 生産量：現状比1倍 W需要量：178千t/年
目標となる製品・サービス (輸送目標、最終製品・サービスの種類、性能動向など)	<b>超硬工具</b> <b>切削工具・金型用国内W需要量</b> <b>5,692千t/年(平成16年)</b>	<b>切削工具</b> 超硬生産：5,899千t/年 W需要量：5,466千t/年 (全生産量に占めるチップ比：72.5%)	<b>金型(特殊鋼製)</b> 生産量：130千t/年 W需要量：214千t/年	<b>切削工具・金型用</b> <b>国内W目標消費</b> <b>削減率：30%</b> <b>需要量：4,731千t/年</b>					切削工具(長寿命化・高機能化→一部代替) 生産量：現状比1.35倍 W需要量：4,553千t/年	金型(長寿命化・高機能化→一部代替) 生産量：現状比1倍 W需要量：178千t/年	年率3%で供給量が減少する と仮定
研究開発ロードマップ	<b>ロードマップ</b> (要素技術、周辺技術の種類・性能等の時系列的変化)	2007	2008	2009	2010	2011	新たな硬質材料の開発 IVa～VIa族遷移金属の炭化物、窒化物、硼化物など				
<b>超硬合金の特性</b> (WC-20～5%Co) ・硬度Hv (GPa) : 9.8～17.6 ・タングステン(GPa) : 529～627 ・曲げ強度(GPa) : 2.9～2.0 (2.5・軸方向) ・衝撃強度 (×10 <sup>4</sup> GPa・m) : 0.98～0.59 ・密度(g/cm <sup>3</sup> ) : 13.5～15.0 ・線膨張係数 (×10 <sup>-6</sup> /°C) : 6.0～5.0 ・熱伝導率 (W/m・°C) : 0.6～0.80		<b>切削工具(超硬ベース)</b> 表面微細の高性能化・磨耗劣性向上 (目標：現在と同程度劣性における寿命向上；寿命時間20%以上向上) <b>切削工具(サーメットベース)</b> (需要削減の目安：(1-100)/1200=17%) サーマット(基材)の特性改良と超硬質材料(超硬、cBN等)とのハイブリッド化(大型チップ等) (目標：基材の完全代替(超硬→サーメット))					セラミクス工具のハイブリッド化による靱性、耐熱衝撃性向上				
		<b>金型</b> サーマット金型の微細組織構造化(材料組成等による靱性相・結合相制御と高靱性化、ニアネット成形など) (目標：抗折力向上(30%程度) 金型の代替) 金型における硬質粒子のハイブリッド化(結晶制御された硬質粒子の導入、靱性相・結合相の固溶強化など) (目標：抗折力向上(30%程度) 高靱金型の代替) (需要削減の目安：高靱金型の約1割)									

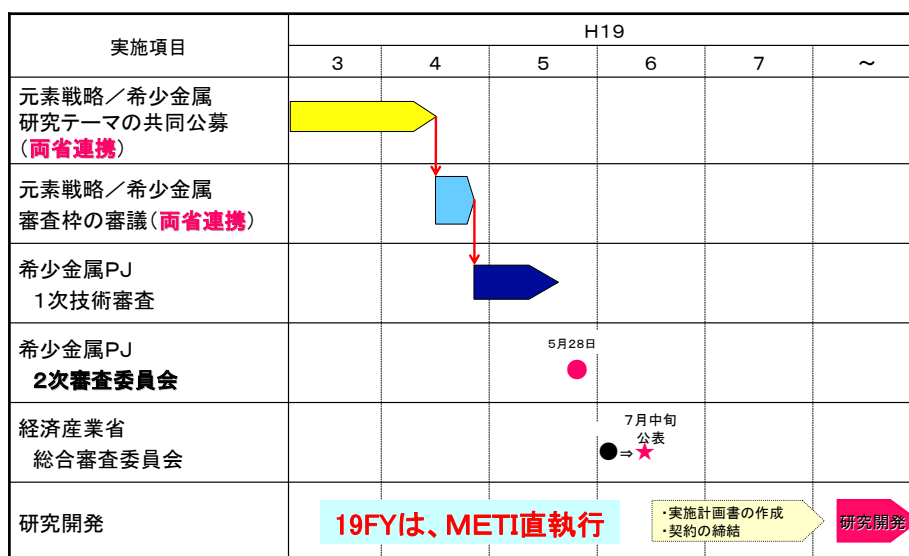
図Ⅱ-1-21 技術開発ロードマップ(切削工具・金型用タングステン)

### 1. 1. 4 公募・採択審査における両省連携

公募・採択審査においては、文部科学省およびJSTが実施予定の「元素戦略プロジェクト」と経済産業省およびNEDOが実施予定の「希少金属代替材料開発プロジェクト」が連携し、提案公募および採択審査を行った。

提案公募では、両省で共同公募を行い、合同で公募説明会を実施した。また、採択審査においては、提案内容を双方で共有し、両プロジェクトの審査委員の相互交流も行った。

図Ⅱ-1-22に採択までのスケジュールを、表Ⅱ-1-5に希少金属代替材料開発技術審査委員会委員を示す。



図Ⅱ-1-22 採択までのスケジュール（経済産業省）

表Ⅱ-1-5 希少金属代替材料開発技術審査委員会委員

委員	安達 毅	東京大学 環境安全研究センター 助教授
委員	五十嵐 伸吾	九州大学大学院 准教授 ベンチャービジネスラボラトリー次長
委員	馬越 佑吉	大阪大学 理事・副学長
委員	金丸 盛宣	株式会社神戸製鋼所 材料研究所 精錬凝固研究室 室長
委員	北川 雅俊	松下電器産業株式会社 パナソニックAVCネットワークス社 映像・ディスプレイデバイス事業グループ PDPデバイスビジネスユニット 先行開発担当参事
委員	近藤 敏	独立行政法人石油天然ガス・金属鉱物資源機構 金属資源開発支援本部 金属資源開発調査企画 グループ グループリーダー
委員長	前田 正史	東京大学 生産技術研究所 所長
委員	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
委員	松尾 伸也	大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻 マテリアル科学コース 教授
委員	御園 一郎	超硬工具協会 専務理事

(敬称略、五十音順、平成19年5月28日時点)

## 1.2 全体目標

以上の検討結果から、全体目標として、以下を設定した。

最終目標（平成23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。

研究開発項目	対象元素	使用原単位の低減目標値
①及び②	透明電極向けインジウム (In)	現状(2004年)から50%以上低減
③	希土類磁石向けジスプロシウム (Dy)	現状(2004年)から30%以上低減
④及び⑤	超硬工具向けタングステン (W)	現状(2004年)から30%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通り。（中間目標：平成21年度末、最終目標：平成23年度末）

### ①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発

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

【中間目標】：平成21年度

(1) 新規ターゲット組成では、小型スパッタリングの実験装置でシート抵抗 $50\Omega/\text{sq}$ を実現する。薄膜化スパッタ技術開発では、ITO膜厚を100nm以下で透過率85%以上(測定波長550nm)を達成する。

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

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

以上の結果からInの使用原単位を6%以上削減できることを実験的に立証する。

《設定根拠》

上記性能を持つ省インジウムITOターゲットを開発し、普及すれば、インジウム使用量が30%以上削減可能。

【最終目標】：平成23年度

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

薄膜化スパッタ技術開発では、スパッタリング法における大型FPD用のITO膜の厚さを両面合せて現状値220nmから100nm以下とし、シート抵抗 $16\Omega/\text{sq}$ ( $160\mu\Omega\text{cm}$ )以下、

透過率 85%以上（測定波長 550nm）とする製造技術を開発することを目標値とする。

以上の技術を確立し In の使用原単位を 40%以上削減できる工業化・製造技術を確立する。

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

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

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

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

《設定根拠》

(1) 上記性能を持つ薄膜化技術を開発し、全体の ITO 薄膜に応用できれば、これだけで半減可能。仮に 3 割に応用すればインジウム約 15%の削減可能。

(2) 上記性能の ITO ナノインクと塗布法を開発し、TFT 電極に応用できれば、スパッタでの使用量が約半減し、そのためのプロセス中のロス約 5%が削減可能。

## ②透明電極向けインジウム代替材料開発

現状では、フラットパネルディスプレイ用透明電極は、ほぼ全面的にマグネトロンスパッタ製膜にて蒸着された ITO 透明導電膜が採用されている。酸化亜鉛系材料は、その優れた光学的・電気的特性によって、従来から ITO 代替材料として最も有力な候補の一つであるが、製膜の均一性、光学的・電気的特性、耐熱性、耐薬品性等の特性値について所定の目標値を満足する必要がある。

したがって、酸化亜鉛系材料を対象に ITO 代替材料として利用可能な材料開発を実施する。

【中間目標】：平成 21 年度

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

《設定根拠》

パネル試作により、ITO 代替材料の液晶パネル量産ライン適用上の課題（機能、安定性、信頼性など）抽出及び解決策の具体化が可能となる。

【最終目標】：平成 23 年度

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

- ・ 抵抗率： $4.5 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$  以下
- ・ 透過率：可視光平均透過率 85%以上
- ・ 耐熱性：抵抗変化率 $\leq 10\%$  (230°C、大気中 30 分)
- ・ 耐湿性：抵抗変化率 $\leq 10\%$  (60°C、95%、500 時間)
- ・ 耐薬品性：可視光透過率の変化率 $\leq 2\%$  (NaOH (5%) 又は  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (5%) 室温 10 分浸漬)

#### 《設定根拠》

液晶パネルのカラーフィルター側透明電極の膜厚はTFTアレイ側電極の約3倍。  
前者代替で50%以上の低減可能。

- ・抵抗率：液晶パネル設計側要求値
- ・透過率：同上
- ・耐熱性：パネル製造工程上必須
- ・耐湿性：製品化試験上の要求
- ・耐薬品性：透明電極加工プロセスからの要求特性。

#### ③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発

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

【中間目標】：平成21年度

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

【最終目標】：平成23年度

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

- (1) 結晶粒径2 $\mu$ mで元素濃度分布を最適化した原料合金、並びにジスプロシウムフリーで結晶粒径2 $\mu$ m以下の焼結磁石、における量産化技術の確立。
- (2) 強磁場プロセスやジスプロシウム有効活用技術の導入等によって、高保磁力化の実現(10kOe)。
- (3) 内部又は界面の微細・平均構造と保磁力との相関や磁化反転機構を明らかにし、高保磁力省ジスプロシウム磁石開発における指導原理の確立。
- (4) モータ出力密度3倍のための開発要素の明確化。

#### 《設定根拠》

現行からDy量を30%削減する技術は、HEV用モータに必要な保磁力である30kOeを、現状のDy添加量10%程度から7%程度で実現すること。

- (1) 上記の値はDyフリーの無添加合金で保磁力16kOe(目標20kOe)を達成する技術と等価。このため最終的な焼結磁石の結晶粒径を現在の10 $\mu$ m程度から3 $\mu$ m(目標2 $\mu$ m)以下とする。
- (2) 強磁場プロセスでは、現行値と(1)の目標値の差から10kOe増加を設定。Dy有効活用では上記の7%程度までDy量を削減。
- (3) 保磁力決定要因となる構造とその機構解明が、究極的保磁力増加指針となり、(1)(2)の目標実現に寄与するため。
- (4) HEV用モータの高性能化のロードマップに基づく。

#### ④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発

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

【中間目標】：平成21年度

##### (1)「ハイブリッド切削工具の開発」

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

##### (2)「複合構造硬質切削工具の開発」

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

《設定根拠》

(1) ロウ付け切削工具におけるタングステン削減割合を40%以上にしても実用に資する切削性能を有し、月産2万個のチップ製造を可能とする基盤技術とするため。

(2) コーティング超硬工具におけるタングステンを30%以上削減しても実用に資する切削性能を有し、現行の超硬合金製切削工具と同等の製造コストで作製するため。

【最終目標】：平成23年度

##### (a)「硬質材料のハイブリッド化」

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

##### (b)「複合構造硬質材料化」

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

#### ⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発

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

【中間目標】：平成21年度

下記の各項目について技術を確立する。

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

【最終目標】：平成23年度

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

(1) 「サーメット及びコーティングの基盤研究」

1) 「サーメットの解析及び設計技術の開発」

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

2) 「新規サーメット材料の開発」

下記の特性値を満足する新規サーメット材料を開発する。

- ・抗折力：3GPa
- ・破壊靱性値：15MPa・m<sup>1/2</sup>
- ・耐熱衝撃抵抗：75W・m<sup>-1/2</sup>

3) 「コーティング技術の開発」

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

(2) 「切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発」

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

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

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

(3) 「耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発」

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

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

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

《設定根拠》

- (1) 1) 新規サーメット材料の開発、ならびに切削工具・耐摩耗工具用サーメットの開発に必要不可欠な開発内容である。  
2) 従来のサーメットを上回る特性であり、切削工具および耐摩耗工具としての性能を満たす材料特性値である。  
3) サーメット基材からコーティング膜へのNiなどの拡散を抑制し、密着性の高い結晶性アルミナコーティングを実現するため条件である。
- (2) 軽中切削用超硬工具に代替可能なサーメットの材料特性値、切削性能である。超硬工具1個(例えば100g)に含まれるW量は83g、代替サーメット工具1個(例えば60g)に



含まれる W 量は 25g、代替により 58g の W が削減されるので、 $58/83=70\%$ の低減。

- (3) ダイス、プラグ等（高硬度型）および製缶工具、圧粉金型等（高靱性型）に使用可能なサーメットの材料特性値、工具性能である。

ダイス・プラグ用の高硬度型サーメットの W 使用量はゼロであることから 100%低減。100g の金型用高靱性超硬合金に含まれる W 量は 80g、代替高靱性型サーメットに含まれる W 量は 5g であり、75g の W が削減されるため  $75/80=94\%$ の低減。

## 2. 事業の計画内容

### 2.1 研究開発の内容

#### ①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発

- (1) 「スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」

第 4 元素を添加することにより、ITO 中の In 量を削減する新規組成 ITO の開発を行い、かつ別途薄膜化技術を開発し、従来の ITO 組成で現状の薄膜のトータル厚さを削減する。

##### 1) 新規ターゲット組成並びにその大型ターゲット焼成技術の開発

###### (a) 新規ターゲット組成開発

第一原理計算プログラムにより、超大規模シミュレーションをおこない、安定構造、状態密度、電荷密度分布等の解析を行う。得られた結果を用い、新組成 ITO 薄膜をコンビナトリアル実験手法により作製し、低抵抗、エッチング性、光透過度、高屈折率を向上した新規ターゲットを開発する。

計算機を用いた第一原理計算による手法とコンビナトリアル手法を用いた実験的検証の組み合わせにより、効率的に新規組成の省 In 組成の ITO 薄膜の開発を行う。基本的に第 4 元素は、できるだけ資源的に問題がないものを実施することとする。

###### (b) 新規ターゲット組成のスパッタプロセスでの支援技術開発

当初、新組成が確定するまでは、SnO<sub>2</sub> 含有量を増やした ITO ターゲット（SnO<sub>2</sub> 含有量が Max. 50wt%）を作製し、基板上への成膜と薄膜評価を進める。第 4 元素を添加した新規組成を受け、本プロセスで薄膜測定を行い、プロセスの効果を明らかにする。

###### (c) 新規ターゲットの開発（新規組成ターゲットの工業化技術開発）

ターゲットの大型化の問題点として、割れ、反り、低密度化がある。これらを解決するために、新規組成ターゲットの工業化技術開発を行う。

##### 2) 透明電極膜の薄膜化スパッタ技術開発

1) の第 4 添加元素含有新組成の検討をするのと並行して、薄膜化（現状の ITO 膜構成よりも薄い膜厚）スパッタ技術による In の省資源化を目指す。

- (2) 「非スパッタリング法による透明電極向けインジウム使用量低減技術開発」

ITO ナノインク塗布法の導入により、装置内壁付着とエッチングでロスしている分をなくし、従来ターゲットとして大量に循環していた In の削減を目指す。

##### 1) インクジェット法塗布用ナノインク開発

現在広く実施されている液相法により得られるITO粒子は一次粒子径 10~50nm の凝集粒子で、その粉末抵抗値は~0.1Ωcm である。インクジェット法にて薄膜（膜厚<200nm）、低表面粗さ（Ra<10nm）の要求を達成するためにインク化工程で強力な分散処理を行うが、完全に分散することは出来ず、歩留まりも悪く、さらにITO粒子表面の酸化等により抵抗値が急激に上昇してしまうと言った問題がある。これを解決するために、ゾルーゲル法を主流とした、現行法を改良又は全く新規に開発する新規単分散ITOナノ粒子合成法の開発を行い、インクジェット法に適した工業化技術開発を実施する。

## 2) 静電塗布用ナノインク開発

粒子合成では、大量生産の指標である、合成系の金属イオン濃度が 0.1mol/L 以上となる濃厚系での液相反応について、特に形態制御と単分散を実現するために、単分散粒子合成の一般的手法である、ゲルゾルー法をさらに発展させて、ITO単分散ナノ粒子合成技術の完成を目指す。また、形態制御された比較的大型のナノ粒子（数十 nm）とその大型ナノ粒子を結合させるための数 nm の粒子を合成し、最密充填を実現するための分布とその分布を実現するための静電塗布法を開発する。

## 3) シミュレーション

ナノ粒子の形状及びその集合分布を様々に変化させる事が可能なプログラムを開発する。それを用いて、さまざまなナノ粒子形状についてのシミュレーションを行い、表面充填率とナノ粒子量との関係から、塗布剤の最適な充填率を決定する。得られた結果を実験にフィードバックする。

## ②透明電極向けインジウム代替材料開発

### (1) 酸化亜鉛系混晶材料による高性能透明電極用材料の開発

酸化亜鉛の構成元素を他の様々な元素で置換した新しい混晶半導体を開発し、酸化亜鉛系材料の電気的特性及び化学的安定性を、液晶ディスプレイ用透明電極材料として実用に耐え得る水準にまで向上させる。

### (2) 酸化抑制型マグネトロンスパッタ製膜技術(材料技術を含む)の開発

#### 1) 酸化抑制型マグネトロンスパッタ製膜技術の開発

- ・酸化抑制製膜条件の最適化
- ・製膜初期制御技術の開発

#### 2) 低酸素含有 ZnO 系焼結体ターゲットの開発

- ・最適 ZnO 系焼結体ターゲットの開発

### (3) 酸化亜鉛系液晶ディスプレイの開発

- 1) 「大型基板対応製膜技術の開発」として、大型基板（第8世代-2, 160mm × 2,460mm）に対応した製膜技術及び製膜装置の実現の見通しを得る。
- 2) 「透明導電膜部材（ZnO 薄膜）の開発」として、耐熱・耐湿性、耐薬品性などの実使用条件

を満足する条件にて抵抗率変化 10%以下を達成する。

- 3) 「大型液晶パネルの応用開発」として、大型液晶ディスプレイを試作し、ITO透明導電膜と同等以上の表示信頼性を確保しつつ、紫色領域・青色領域・緑色領域において、透過率最大 2 %増大を達成する。

### ③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発

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

焼結磁石における結晶粒を数ミクロンサイズになるよう微細化することで、ジスプロシウム添加量を低減しても高保磁力が得られる焼結磁石の作製プロセスを確立する。

##### 1) 次世代焼結磁石用原料合金の研究開発

結晶粒径と元素分布を制御することにより、高い保磁力が引き出せる原料合金を開発する。

##### 2) 超微細結晶粒焼結磁石作製プロセスの開発

結晶粒径制御により高保磁力焼結磁石の作製プロセスを開発する。

##### 3) 高保磁力磁石の焼結組織最適化に関する研究

Nd-rich相などの組織形態制御により焼結組織の最適化を図る。

#### (2) 「界面ナノ構造制御による保磁力向上技術の開発」

強磁場プロセス、薄膜プロセス、組織制御等を検討してNd-Fe-B系焼結磁石の界面ナノ構造を制御し、主相界面の格子整合性を向上させてジスプロシウム添加量の低減と高保磁力の実現の指針を得る。さらに、これらの指針をもとにジスプロシウムを磁石試料中で保磁力増加に効果的な部位に必要な量のみを添加するジスプロシウム有効活用技術を開発し、ジスプロシウム添加量の削減を図る。

##### 1) 強磁場を用いた界面構造制御による保磁力向上の研究

強磁場熱処理による粒界相の結晶配向を用いて、この界面構造をより均一にして高保磁力化を目指す。

##### 2) 薄膜プロセスで制御した理想界面による保磁力向上の研究

理想的な磁石薄膜と粒界相物質を成膜し、磁化反転のモデル実験を行うことにより、保磁力のメカニズムを解明する。

##### 3) 焼結磁石の組織制御による界面ナノ構造最適化の研究

ジスプロシウムの拡散制御技術の検討により結晶粒表面にジスプロシウムを優先偏析させる技術を開発する。

#### (3) 「界面構造解析と保磁力発現機構解明による指導原理の獲得」

Nd-Fe-B系焼結磁石の界面ナノ構造や磁化過程の詳細な解析をすることによって、現状の保磁力が異方性磁場(90kOe)の10%程度の値に留まっていること、従来の研究から結晶粒を小さくしても保磁力がある結晶粒径で急激に低減すること、などの理由を解明し、さらには計算科学を駆使することによって保磁力向上の指導原理を獲得する。得られた情報は上記項目(1)、(2)の製造プロセスへ還元する。

##### 1) ナノ組織解析・原子レベル元素分析による界面構造評価

焼結磁石の粒界ナノ構造を原子レベルで解析し、粒界構造と保磁力の因果関係を解明する。

2) 中性子小角散乱法による平均界面構造評価と保磁力

中性子小角散乱測定により、保磁力の起源となる磁石内部の平均界面構造を明らかにする。

3) 微小結晶粒子集団における磁化反転機構と制御法の研究開発

磁化反転機構解析により保磁力の決定要因を解明する。

4) 希土類磁石の保磁力機構に関する理論研究

第一原理計算に基づく微視的立場から焼結磁石の保磁力の発現機構を明らかにする。

(4) 「自動車用磁石への応用」

自動車用磁石、特にハイブリッド自動車の駆動モータは、現在ジスプロシウム添加 Nd-Fe-B 系磁石の大きな応用先である。本研究の遂行によって高保磁力高性能な Nd-Fe-B 系磁石を開発できれば、ジスプロシウム使用量の削減が最も効果的に実施できると考えられることから、例えば開発磁石の耐久性評価、モータ適用時の磁石の最適形状設計等といった当該分野への応用について検討を行う。得られた情報は、各製造プロセスへ還元するとともに更なる高性能化への指針とする。

④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発

(1) 「ハイブリッド切削工具の開発」

焼き入れ鋼用切削工具向けに、炭窒化チタン系硬質材料基材に切削チップの先端部として CBN（立方晶窒化ホウ素）を接合し、ロウ付け CBN 切削工具と同等の切削性能を達成すると同時に、接合部には 1000°C の耐熱性をもたせる。

1) 異種材料のソリッド接合技術及びインサート材料の開発

切削工具の切刃部に要求される特性を有する硬質材料と基材となる材料を接合する技術を開発する。

2) ハイブリッド切削工具の実用化技術の開発

工業化に対応するため、実用工具における被接合材及び基材の形状設計、被接合材と基材の高精度位置決め技術等を開発する。

(2) 「複合構造硬質切削工具の開発」

一般鋼及び鋳鉄用切削工具向けに、複数の硬質材料粉末を用いて粉末複合化成形した 3 次元ブレーカ付き M 級切削チップを開発し、超硬合金工具と同等の切削性能を達成する。

1) 多相組織硬質材料の開発

多成分からなる多相組織硬質材料の焼結技術等を開発し、その特性を明らかにして超硬合金工具の機能代替を達成する。

2) 複合構造硬質切削工具の実用化技術の開発

多相組織硬質材料に 3 次元ブレーカが形成可能な複合構造硬質切削工具の実用化技術を開発する。

## ⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発

### (1)「サーメット及びコーティングの基盤研究」

サーメットの解析技術及び設計技術の開発、及び新規サーメット材料を開発するとともに、新規コーティング技術を開発する。具体的には以下の3項目を実施する。

#### 1)「サーメットの解析及び設計技術の開発」

組織、特性及び焼結性などに関する基盤技術を確立する。

#### 2)「新規サーメット材料の開発」

サーメットの組織や焼結収縮をより均一化し材料特性を改良するために、原料粉末として従来の単純な混合粉末ではなく、あらかじめ固溶体化した粉末を用いてサーメットを製造し、組織や特性を評価する。

#### 3)「コーティング技術の開発」

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

### (2)「切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発」

上記(1)の成果を活用して、切削工具としてスローアウェイ切削工具や軸物切削工具(穴あけドリル)用のサーメットを対象とし、強度、靱性、熱衝撃性等の材料特性の最適化、成形・焼結プロセス技術の確立、コーティング向け積層化・傾斜組成化技術の確立、切削工具向けコーティング技術の確立等をおこなう。開発したサーメット及びコーティングにより切削工具を作製し、これにより、鋼やアルミニウム合金等の総合的切削性能を達成する。

### (3)「耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発」

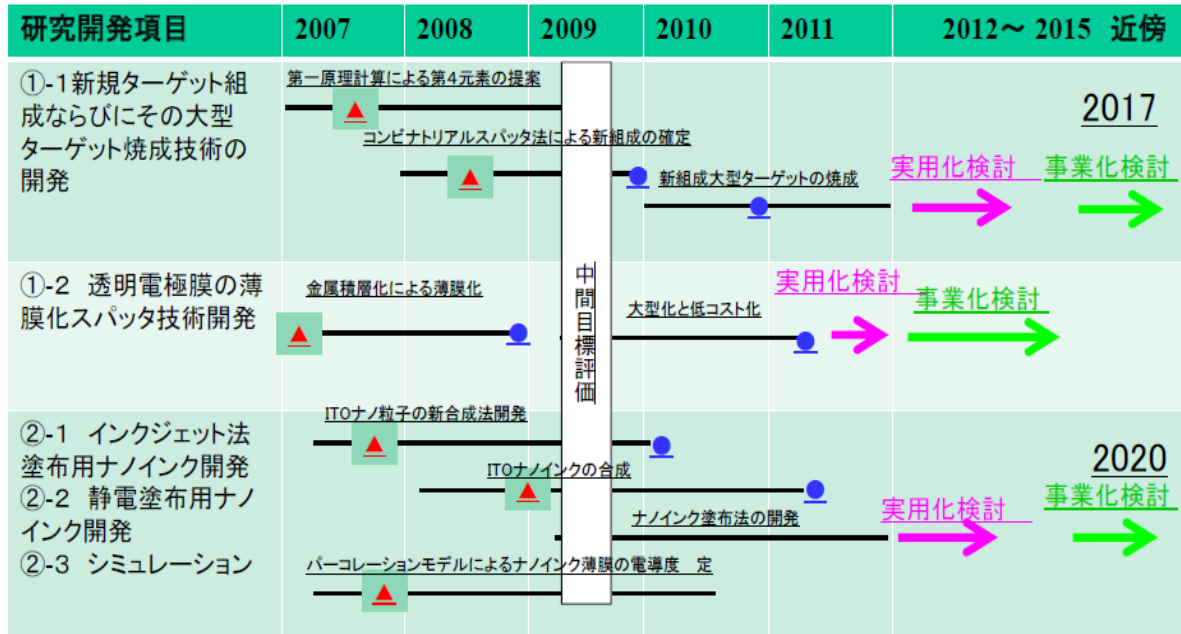
上記(1)の成果を活用して、耐摩耗工具として線引きダイス・プラグ等用の高硬度型サーメット及び製缶工具・圧粉金型等の高靱性型サーメットを対象とし、強度、靱性、熱衝撃性等の材料特性の最適化、サーメット大型部材の成形・焼結技術の確立、被研削性・放電加工性等の改良、耐摩耗工具向けコーティング技術の開発等をおこなう。開発したサーメット及びコーティングによりダイス・プラグ用及び金型用耐摩耗工具を作製し、これにより、ダイス・プラグ及び金型としての総合的耐摩耗工具性能を達成する。

## 2. 1. 1 各研究開発の全体スケジュール

研究開発項目毎の全体スケジュールを表Ⅱ-2-1～表Ⅱ-2-5に示す。

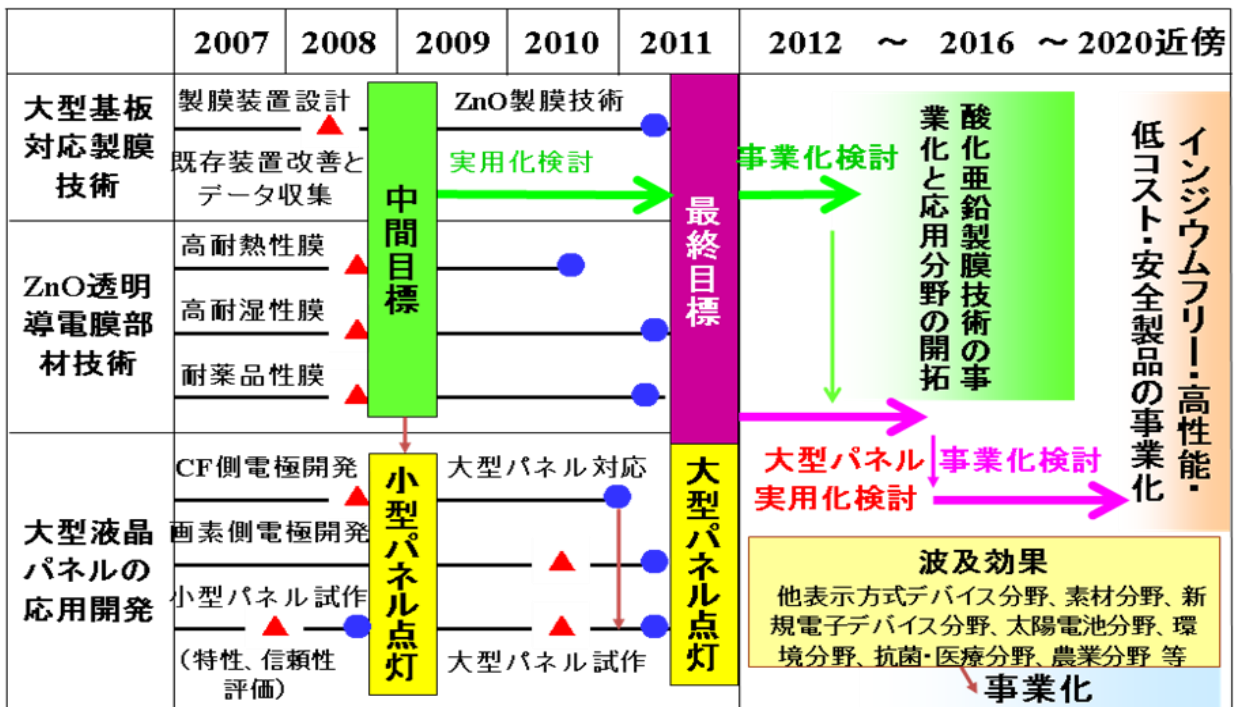
表Ⅱ-2-1 ①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発

▲:基本原理確認 ●:基本技術確立



表Ⅱ-2-2 ②透明電極向けインジウム代替材料開発

▲:基本原理確認 ●:基本技術確立



表Ⅱ-2-3 ③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発

▲:基本原理確認 ●:基本技術確立

検討項目	2007	2008	2009	2010	2011	最終目標値	
(1) 結晶粒の微細化・原料粉末最適化による保磁力向上技術の開発 (微細化Grp.)	1)次世代焼結磁石用原料合金の研究開発 2)超微細結晶粒焼結磁石作製プロセスの開発 3)高保磁力磁石の焼結組織最適化に関する研究	▲ ▲ ▲	▲ ▲ ▲	▲ ▲ ▲	▲ ▲ ▲	▲ ▲ ▲	<ul style="list-style-type: none"> <li>結晶粒径<math>2\mu\text{m}</math>で元素濃度分布を最適化した原料合金</li> <li>Dyフリーで結晶粒径<math>2\mu\text{m}</math>以下、保磁力<math>20\text{kOe}</math>以上の焼結磁石</li> <li>Dy量を30%削減</li> </ul>
(2) 界面ナノ構造制御による保磁力向上技術の開発 (界面Grp.)	1)強磁場を用いた界面構造制御による保磁力向上の研究 2)薄膜プロセスで制御した理想界面による保磁力向上の研究 3)焼結磁石の組織制御による界面ナノ構造最適化の研究	▲ ▲ ▲	▲ ▲ ▲	▲ ▲ ▲	▲ ▲ ▲	▲ ▲ ▲	<ul style="list-style-type: none"> <li>強磁場プロセスで保磁力<math>10\text{kOe}</math>増加</li> <li>Dy有効活用技術で、結晶粒径<math>6\mu\text{m}</math>以下、Dy<math>1\mu\text{m}</math>以下の焼結磁石</li> <li>Dy量を30%削減</li> </ul>
(3) 界面構造解析と保磁力発現機構解明による指導原理の獲得 (解析Grp.)	1)ナノ組織解析・原子レベル元素分析による界面構造評価 2)中性子小角散乱法による平均界面構造評価と保磁力 3)微小結晶粒子集団における磁化反転機構と制御法の研究開発 4)希土類磁石の保磁力機構に関する理論研究	▲ ▲ ▲ ▲	▲ ▲ ▲ ▲	▲ ▲ ▲ ▲	▲ ▲ ▲ ▲	▲ ▲ ▲ ▲	<ul style="list-style-type: none"> <li>内部又は界面の微細構造と保磁力、平均構造と保磁力との相関を解明</li> <li>保磁力機構・磁化反転機構の解明</li> <li>高保磁力省Dy磁石開発における指導原理の確立。</li> </ul>
(4) 自動車用磁石への応用 (応用Grp.)	1)ハイブリッド自動車用駆動モータにおける評価	▲	▲	▲	▲	▲	<ul style="list-style-type: none"> <li>モータ出力密度3倍のための要素を明確化</li> </ul>

表Ⅱ-2-4 ④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発

▲:基本原理確認 ●:基本技術確立

検討項目	2007	2008	2009	2010	2011	最終目標値	
ハイブリッド切削工具の開発		▲	▲	▲	▲	▲	<ul style="list-style-type: none"> <li>ロウ付け切削工具におけるタングステンを40質量%削減</li> <li>硬質材料を60秒で接合</li> <li>高負荷連続切削試験でロウ付けチップと同等の切削性能</li> </ul>
複合構造硬質切削工具の開発		▲	▲	▲	▲	▲	<ul style="list-style-type: none"> <li>コーティング超硬工具におけるタングステンを30質量%削減</li> <li>3次元ブレーカ付きM級精度の複合構造硬質切削工具による断続切削試験でコーティングを有する超硬合金と同等の切削性能</li> </ul>

表 II-2-5 ⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発

▲: 基本原理確認 ●: 基本技術確立

検討項目	2007	2008	2009	2010	2011	最終目標値	
サーメット及びコーティングの基盤研究	サーメットの解析及び設計技術の開発					最終目標	組織形成と破壊メカニズムを解明。 所定の特性値を満足する新規サーメット材料を開発。 加熱温度を低温化した新規CVDコーティング技術を開発。
	新規サーメット材料の開発						
	コーティング技術の開発						
切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発	切削工具用高靱性サーメットの開発					最終目標	切削工具用サーメットにおいて所定の特性値を達成。 切削工具で約70%のタングステン使用原単位の低減。
	切削工具用サーメットの安定製造技術の確立 (実用化検討)						
耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発	耐摩耗工具用高靱性サーメットの開発					最終目標	耐摩耗工具用サーメットにおいて所定の特性値を達成。 摩耗工具で94~100%のタングステン使用原単位の低減。
	大型部材焼結技術、研削等加工技術の確立 既存コーティング技術の適用 (実用化検討)						



## 2.1.2 予算

開発予算の推移を表Ⅱ-2-6に示す。

予算実績は、約9～14億円/年で推移している。

表Ⅱ-2-6 予算実績

(百万円)

	実施先	H19 METI直執行	H20	H21	H22	H23	合計
①In低減 技術開発	東北大学、アルバック 三井金属鉱業、 DOWAI/外ロニクス	270	174	259	231	199	1,133
②In代替 材料開発	産業技術総合研究所 金沢工業大学 高知工科大学グループ	40 80 80	20 50 68	179	127	726	1,370
③Dy低 減 技術開発	東北大学、山形大学、 NIMS、原研、三徳、 インターテック、TDK	310	263	342	311	268	1,494
④W低減 技術開発	産業技術総合研究所、 住友電気工業	160	160	227	88	88	723
⑤W代替 材料開発	産業技術総合研究所、 ファインセラミクスセクター、 タンガロイ、富士ダイス	160	116	424	106	106	912
合計金額		1,100	851	1431	863	1387	5,623

## 2.2 研究開発の実施体制

本事業は、経済産業省により、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）から公募によって研究開発実施者が決定され、共同研究契約等を締結する研究体が構築され、平成19年度より委託により実施された。平成20年度より、NEDOが本事業を運営・管理するに当たっては、外部有識者から構成される技術評価委員会等を設置し、平成19年度の進捗状況を踏まえた事業内容・計画及び実施体制の妥当性についての審議に基づいた評価を行った上で委託実施している。

また、各研究体の有する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、各研究体には研究開発責任者（テーマリーダー）を置き、その下に研究者を可能な限り結集して効果的な研究開発を実施している。

研究開発項目毎の実施体制を図Ⅱ-2-1～図Ⅱ-2-6に示す。

なお、研究開発項目②透明電極向けインジウム代替材料開発の実施体制は、図Ⅱ-2-2のように、材料、製膜、パネルの3グループでスタートしたが、平成20年度末の時点で各グループの開発成果、平成21年度以降の実施体制等についての評価を行い、継続の可否を判断することが採択時の条件となっていたため、NEDOにおいて企画委員会（In分科会）を組織し、平成20年度末に開催した。その結果、パネルグループである高知工科大学グループの継続が決定し、平成21年度以降は、図Ⅱ-2-3のような実施体制で推進した。

表Ⅱ-2-7に、企画委員会（In分科会）の委員リストを示す。

表Ⅱ-2-7 インジウム代替材料開発平成20年度企画委員会（In分科会）委員

	氏名	所属
委員長	前田 正史	東京大学 生産技術研究所 所長
委員	安達 毅	東京大学 生産技術研究所・物質・環境系部門 准教授
委員	馬越 佑吉	独立行政法人物質・材料研究機構 理事
委員	香山 高寛	CSKベンチャーキャピタル株式会社 投資開発一部 部長
委員	神門 正雄	独立行政法人石油天然ガス・金属鉱物資源機構 企画調査部 部長
委員	北川 雅俊	パナソニック株式会社 AVCネットワークス社 映像・ディスプレイデバイス事業グループ PDPデバイスビジネスユニット PDP先行開発グループ グループマネージャー
委員	松尾 伸也	大阪大学 大学院工学研究科 マテリアル生産科学専攻 マテリアル科学コース 教授

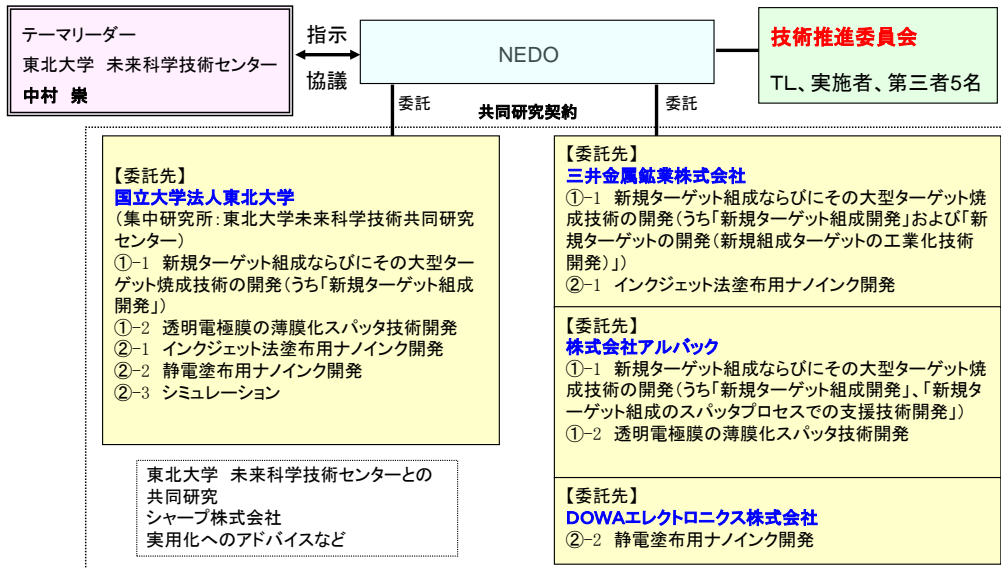


図 II-2-1 ①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発

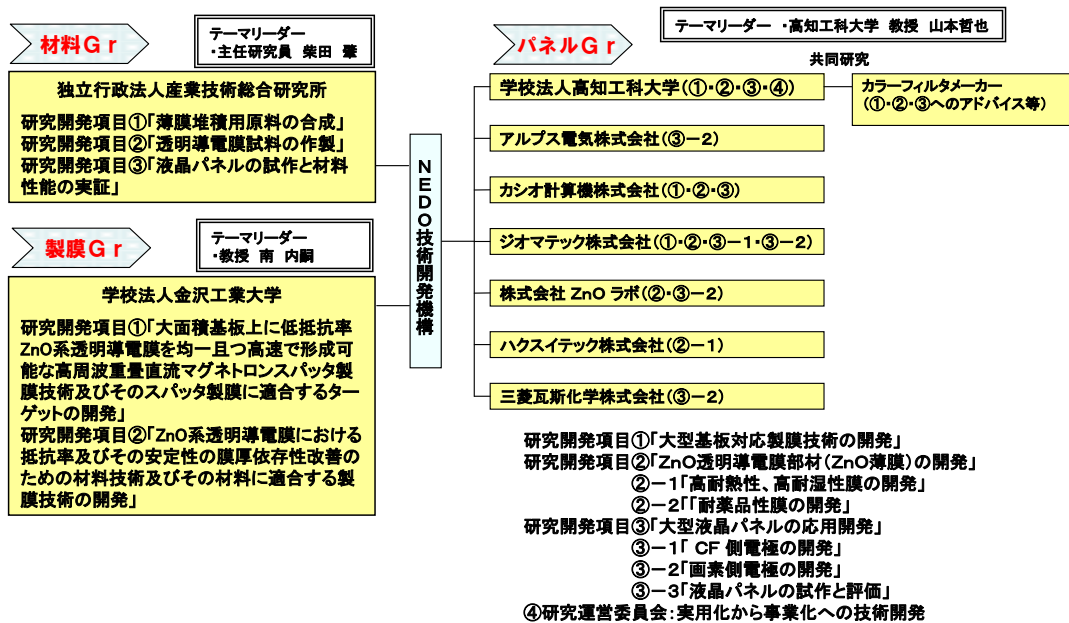


図 II-2-2 ②透明電極向けインジウム代替材料開発 (H19~H20)

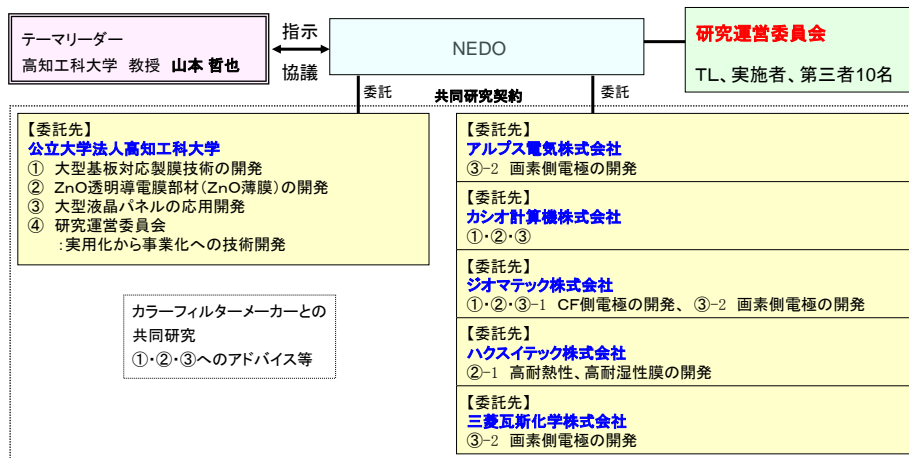


図 II-2-3 ②透明電極向けインジウム代替材料開発 (H21～)

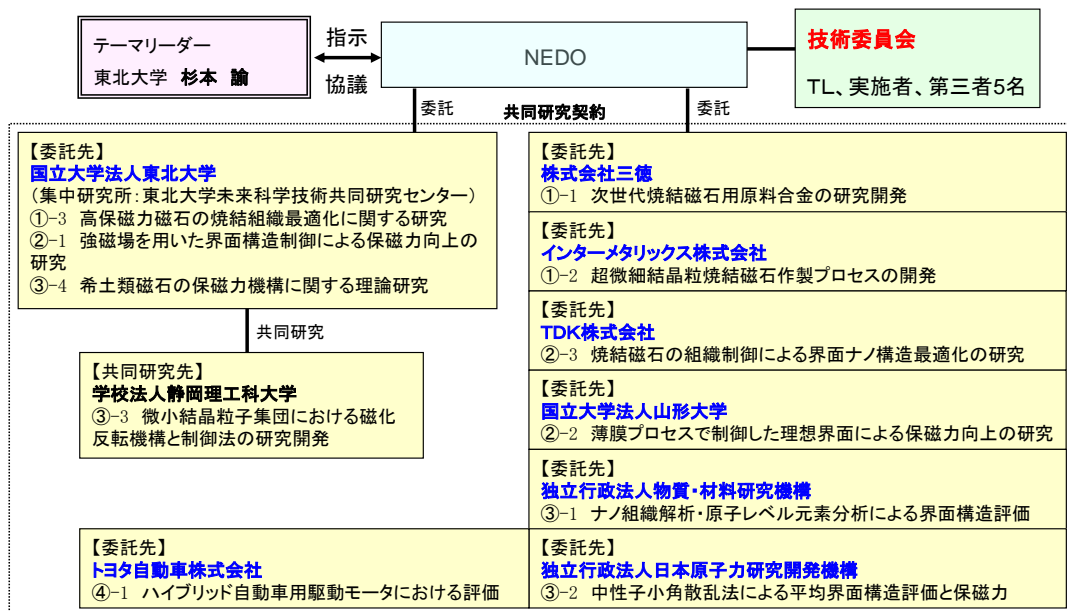


図 II-2-4 ③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発

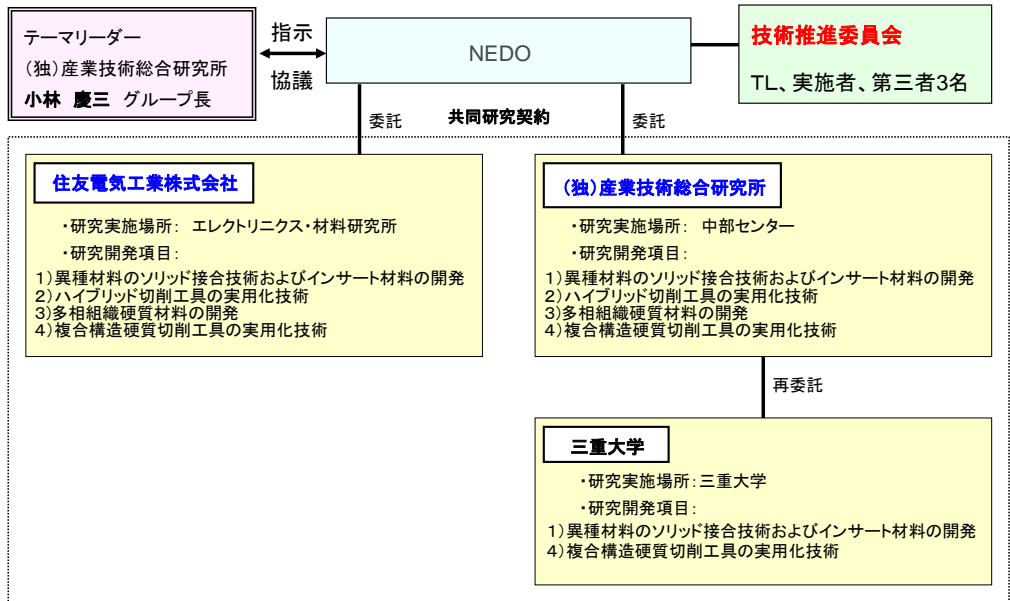


図 II-2-5 ④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発

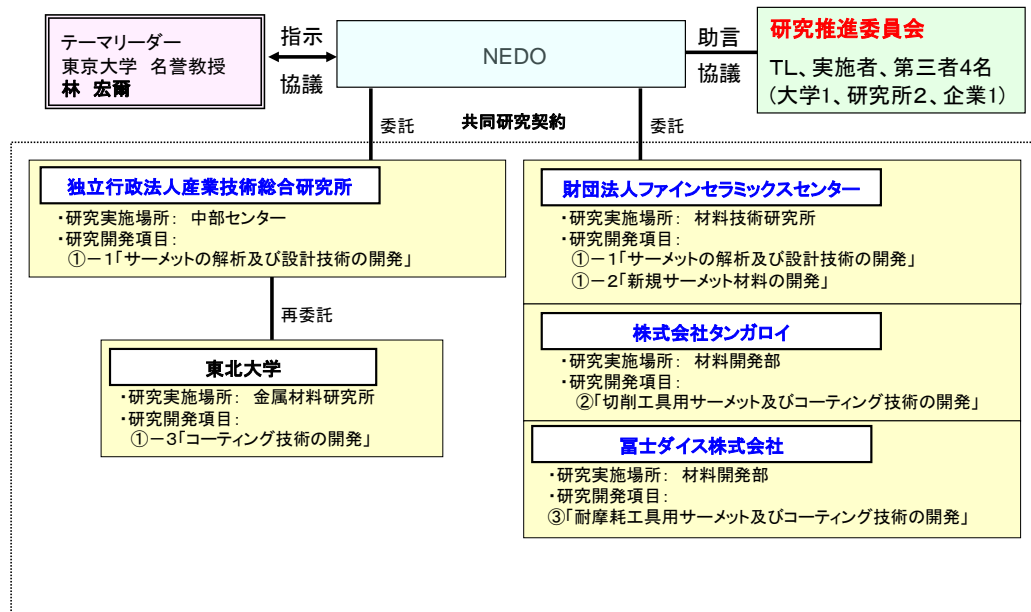


図 II-2-6 ⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発

## 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接な関係を維持しつつ、プログラムの目的および目標、並びに、本研究開発の目的および目標に照らして適切な運営管理を実施した。具体的には、技術推進委員会等における外部有識者の意見を運営管理に反映させる他、必要に応じてテーマリーダー（TL）等を通じてプロジェクトの進捗について報告を受けること等を行った。研究委員会および各サブグループ会議は、NEDOの指導を受け、各サブグループリーダーが運営を行った。

### ○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。

## 2.4 研究開発成果の実用化、事業化に向けたマネジメント

研究開発成果の実用化、事業化を促進するため、「元素戦略との合同シンポを通じて研究成果を国内外へ発進」「実用化助成の加速」「知財管理」を実施した。

### 2.4.1 元素戦略／希少金属代替材料開発 合同シンポジウム

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研究開発推進にあたり、お互いの研究開発成果・課題等について議論した。さらに、得られた研究開発成果については毎年合同シンポジウムを開催し、研究成果を国内外へ発進した。

主催：元素戦略／希少金属代替材料開発 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

これまでの実績を、表Ⅱ-2-8に示す。

表Ⅱ-2-8 合同シンポジウム開催状況

	年月日	場 所
第1回	平成19年2月16日	東京大学 鉄門記念講堂
第2回	平成20年1月23日	東京大学 武田先端知ビル 武田ホール
第3回	平成21年1月27日	東京大学 安田講堂
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

## 2. 4. 2 知財管理

プロジェクト開始にあたっては、事前調査として、2006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。

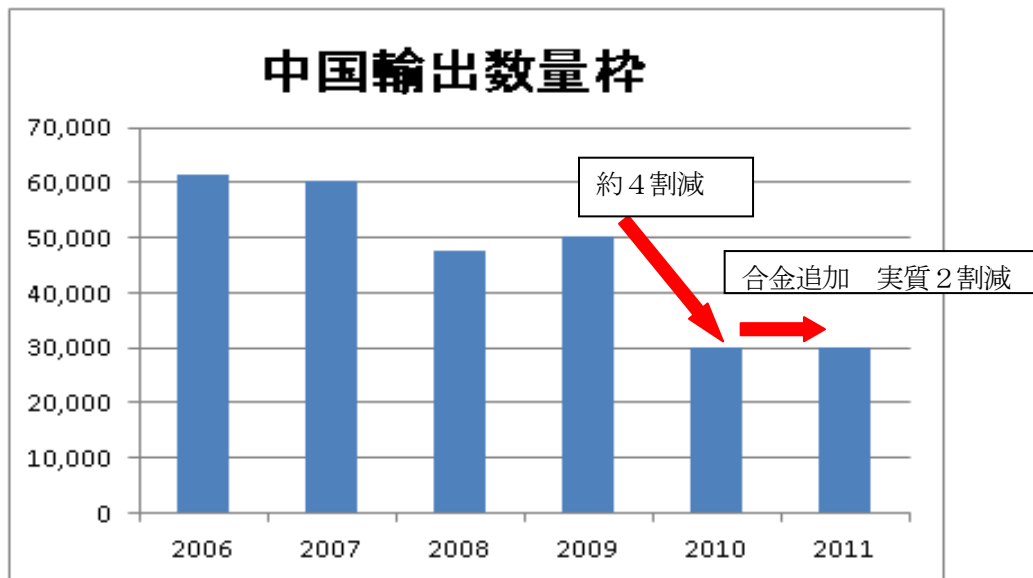
本研究の材料開発、製造プロセス開発から生み出される知財については、企業・大学・研究機関の技術をノウハウとして蓄積することを優先し、特許化については相談のうえ進めることとした（特許化を進めると技術の公開につながる。公開されても技術として確保できる特許化を進める）。

プロジェクト期間中の知財の現況は、2010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20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  
2009年度の間評価時に研究調査を実施。

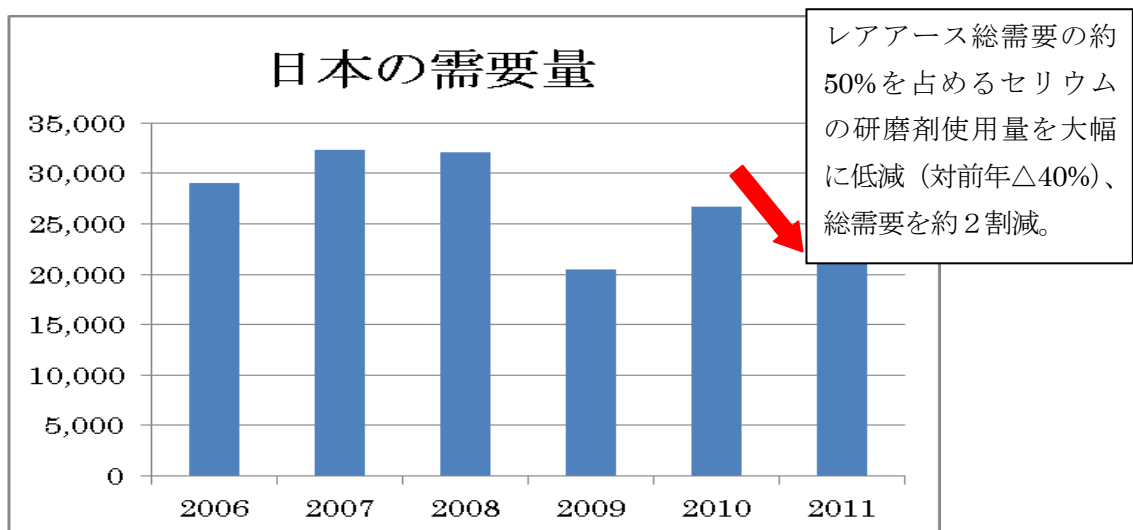
### 3. 情勢変化への対応

#### 3.1 産出国によるレアアース輸出数量管理の強化

本研究開発の研究対象であるレアメタル（含むレアアース）については、供給に対する不安が現実のものとなってきており、レアアースについては平成22年7月以降（2010年）、生産国からの供給が約4割り絞られ、平成23年には更に合金を輸出枠に追加し実質2割減少した。（図Ⅱ-3-1 中国のEL枠推移）この為、価格の大幅な高騰（図Ⅱ-3-3～7 金属価格推移）を招いた。これに対し、官民を上げて情勢の変化に対応し、国としては平成19年度以降、新たな鉱種を追加する一方、平成21年度、平成22年度（緊急対策）、平成23年度（Dy対策）等レアメタル関連の補正予算を強化すると同時に、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。又、民間ではレアアース総需要の約50%を占めているセリウムの研磨剤使用量を大幅に低減し、輸出枠削減への対応を行った。（図Ⅱ-3-2 日本のレアアースの需要推移）



図Ⅱ-3-1 中国の対世界向けレアアースの輸出数量枠（出典：中国商務省 HP 単位：トン）



図Ⅱ-3-2 日本のレアアースの需要量（出典：新金属協会 単位：トン）



### 3. 1. 1 インジウムの価格動向及び需要の推移

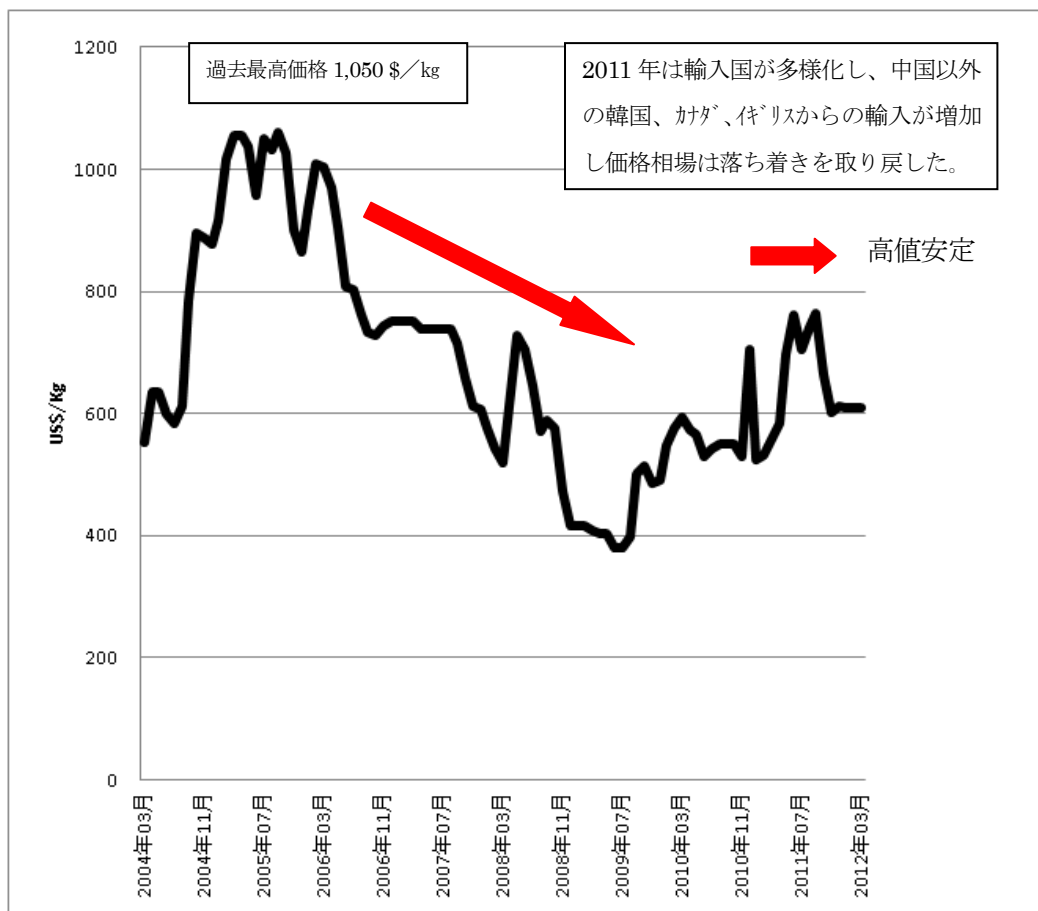


図 II-3-3 インジウムの金属価格推移 (出展：工業レアメタル 単位：ドル/kg)

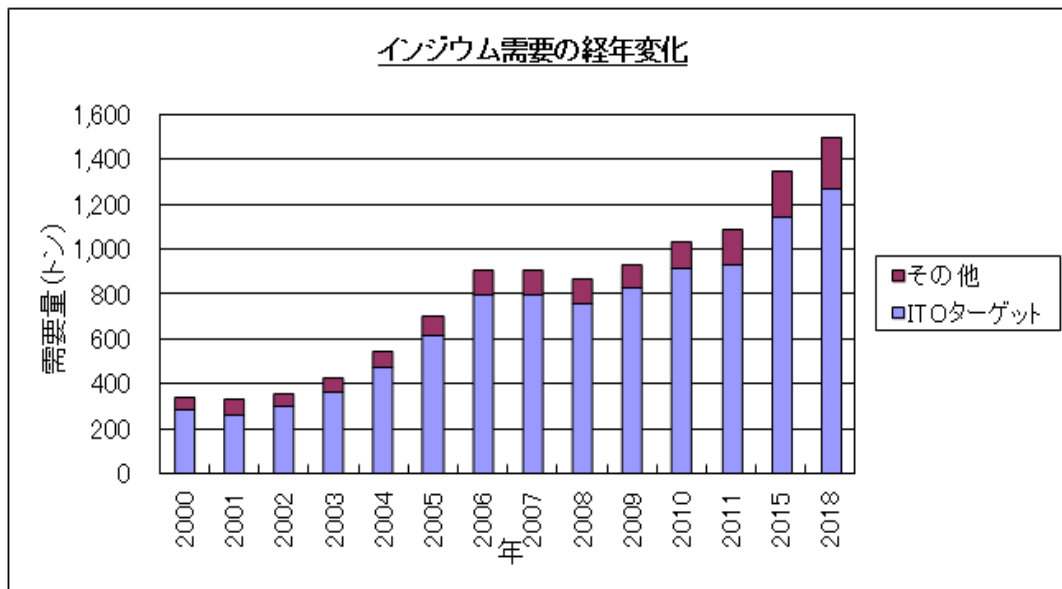
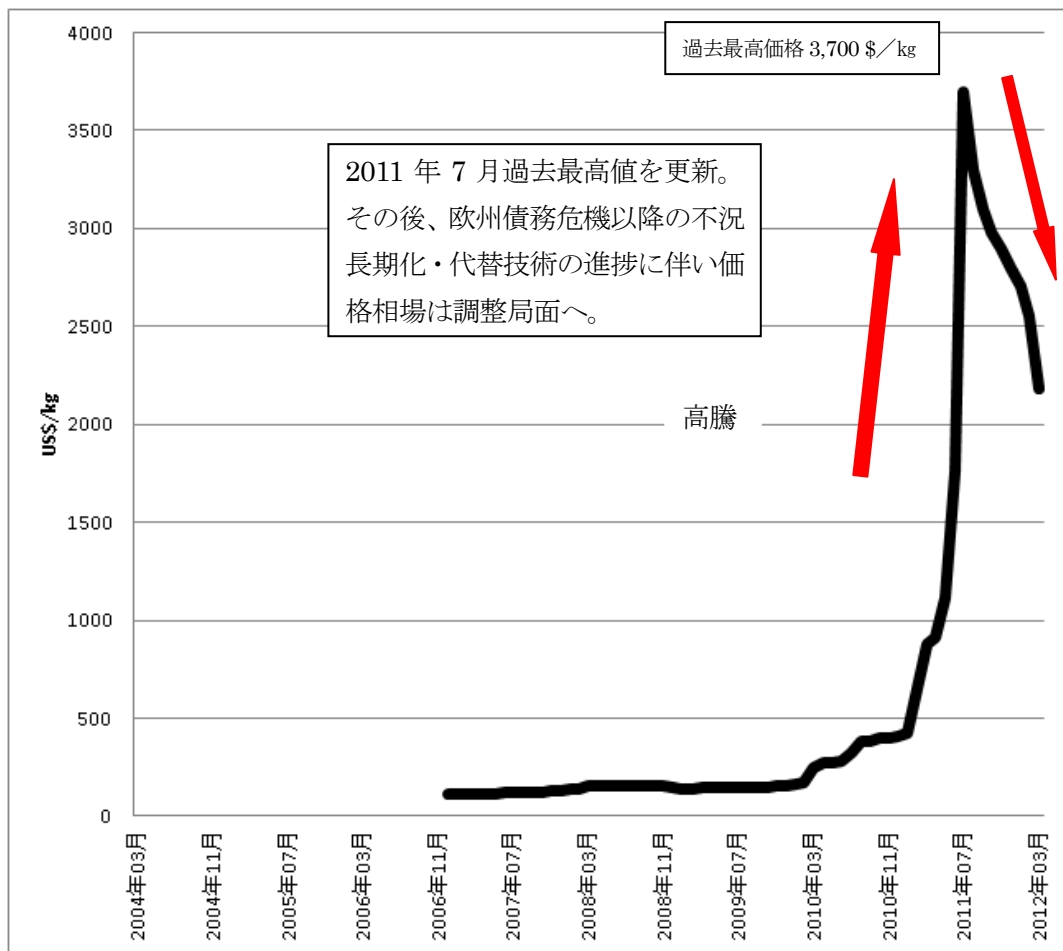


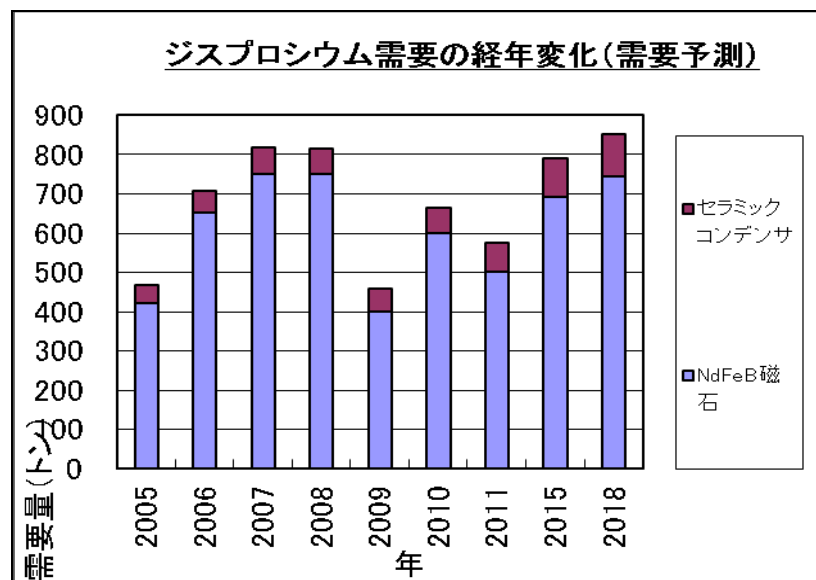
図 II-3-4 インジウムの需要推移 (出展：工業レアメタル)

- <供給環境> 産出国の多様化と共に、製錬各社の増産を反映し供給体制能力が実需要を上回る。
- <価格動向> 多くのユーザが在庫過剰傾向であることも手伝い、2011年夏以降、価格は調整局面。
- <需要見通> 薄型TVへの置き換え需要が一巡するも、成長は継続するものと予想。

### 3. 1. 2 ジスプロシウム価格動向及び需要の推移



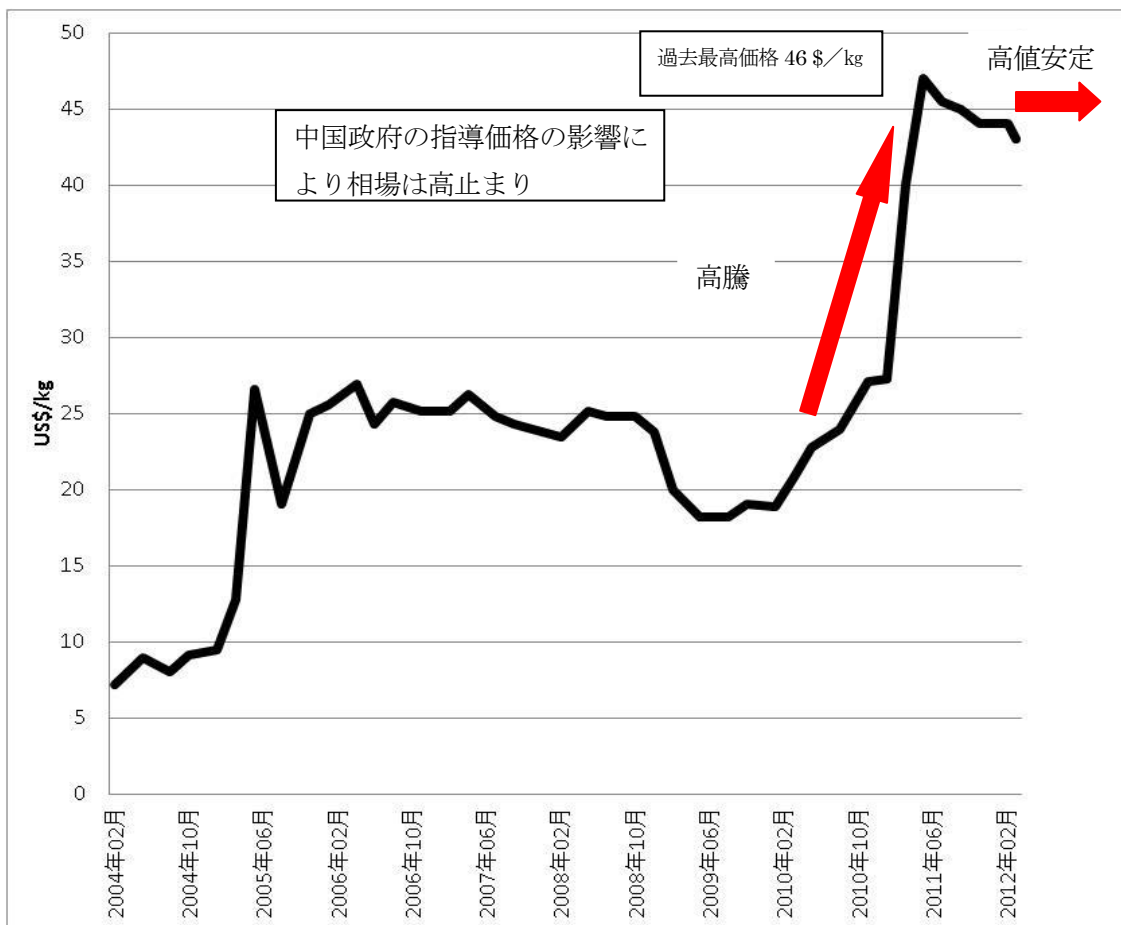
図II-3-5 ジスプロシウムの金属価格推移 (出展：工業レアメタル 単位：ドル/kg)



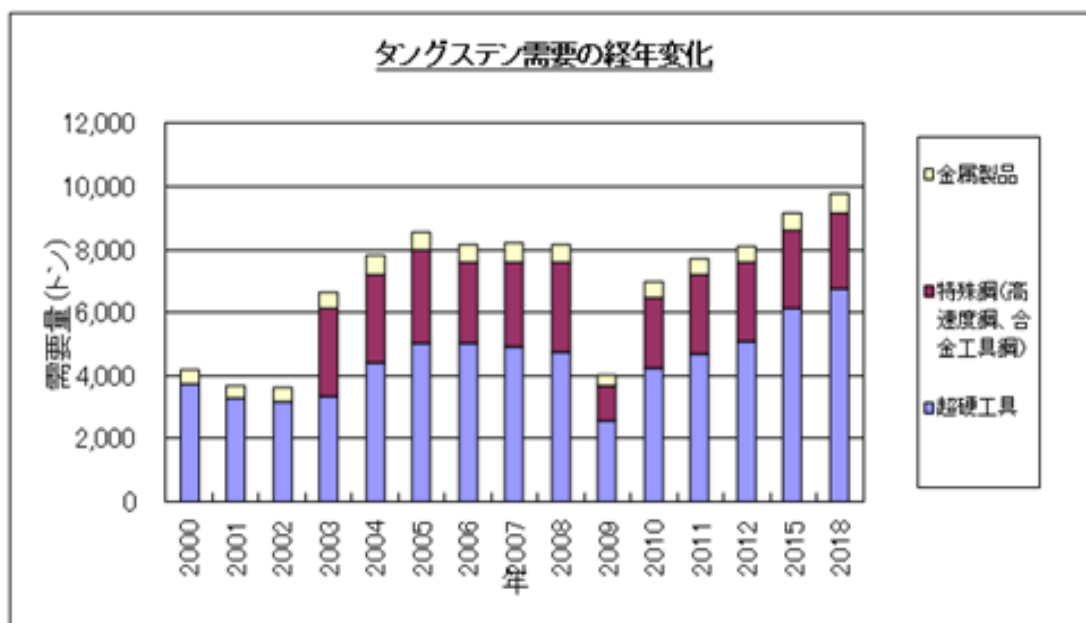
図II-3-6 ジスプロシウムの需要推移 (出展：工業レアメタル)

- <供給環境> Dyを含む中重希土類は中国南部に集中。中国政府の輸出規制に伴い、供給量は横ばい。
- <価格動向> 2011.7の輸入価格(CIF日本)3700\$/kg、その後世界経済減速で価格調整が続く。
- <需要見通> 経済産業省はDy資源はEV, HVに集中し、不必要な用途はフェライト磁石等へ転換の方針。

### 3. 1. 3 タングステンの価格動向及び需要の推移



図Ⅱ-3-7 タングステンの金属価格推移 (出展：工業レアメタル 単位：ドル/kg)



図Ⅱ-3-8 タングステンの需要推移 (出展：工業レアメタル)

- <供給環境> 世界の供給量の80%以上を占める中国と西側諸国の精鉱生産の合計は高水準を維持。
- <価格動向> 欧州危機の影響を受けることなく、中国主導にて相場は高値水準を維持。
- <需要見通> 自動車産業を中心に需要は堅調に推移。

### 3.2 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)	<b>1. 2010年度補正予算対応</b> ・「希少金属の代替・削減技術開発(助成/委託)…120億円」助成事業 <b>・新規テーマ追加(2010～2011年の研究期間)</b> 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 委託事業 <b>・既存のテーマの研究開発加速のための予算追加</b> <b>・新規のテーマ追加(2010～2011年の研究期間)</b> 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
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	
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)	<b>2. レアアース日米欧三極R&amp;Dワークショップの開催</b> ・レアアース安定供給確保を目的に、経済産業省/NEDO、欧州委員会、米国エネルギー省と共同で開催。 ・第1回 2011年10月4日 米国 ワシントン ・第2回 2012年3月28日 日本 東京
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	

### 3.2.1 新鉱種の追加

本プロジェクトでは、平成19年度から取り組んでいるインジウム、ジスプロシウム、タングステンの3鉱種の他に、平成20年度にリスク調査を行い、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、新たに対象鉱種として、白金族、セリウム、テルビウム・ユウロピウムを追加した。又、平成22年度にも過去のリスク調査と同じ手法を用い有識者委員会を開催し、重要鉱種を選定した。（表Ⅱ-3-2 参照）

表Ⅱ-3-2 リスク評価結果（平成20年度末実施）

No 鉱種	区分	リスクの分析・今後の動向	供給 今後の需要		鉱種選定
			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	増加	—
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年の生産比率各々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		・光学ガラス用途の需要は比較的安定している（139%）	懸念大	安定	—
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 ・蛍光体用途の需要が急増している（Eu267%） ・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と同じ	懸念大	増加	◎
39 Y		・主用途はYAGレーザー、ジルコニア安定化剤等であり需要の急増はないとみられる	懸念大	安定	—

### 3.2.2 レアアースの安定確保に関する緊急対策（平成22年度補正予算）

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1000億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ている。

- 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-3-9参照）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】

**事業の内容**

- 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。

**条件（対象者、対象行為、補助率等）**

- 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

国 → 交付金 → NEDO → 委託 → 産学官連携研究

- 2. 希少金属代替・削減技術実用化への集中支援

国 → 交付金 → NEDO → 補助金 2/3 → 民間企業

**事業イメージ**

**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**

- ・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

**セリウム(Ce)** レアアース

液晶ディスプレイ等用ガラス精密研磨等に使用

精密研磨等

**インジウム(In)** レアアース

薄型テレビ用透明電極に使用

- 1.偏光フィルタ(垂直)
- 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

透明電極

**セリウム(Ce)** レアアース

自動車の排ガス浄化用触媒に使用

排ガス浄化触媒

**タングステン(W)** レアアース

超硬工具に使用

切削工具

**2. 希少金属代替・削減技術実用化への集中支援**

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

<想定されるテーマ>

- ・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-3-9 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)

### 3.2.3 レアアース日米欧三極R&Dワークショップの開催

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。（図Ⅱ-3-10 参照）

これまでの実績を、表Ⅱ-3-3に示す。

表Ⅱ-3-3 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

## 2. (1) 研究開発関連業務 (イ-1) 研究開発の実施



### 6 ナショナルプロジェクトを適切に実施する

#### 具体的なマネジメント上の仕組みと工夫②

#### 我が国でレアアース消費国間の国際ワークショップを開催

2012年3月28日東京において、NEDOが中心となり経済産業省、米国エネルギー省、欧州委員会やカナダ、豪州の専門家が集まり、レアアースの代替・削減・リサイクルに関する国際ワークショップを開催。日・米・欧の三極を中心に政策や研究開発・資源開発動向に関して情報交換し、今後の方向性や連携の可能性について議論を行った。



日・米・欧の連携を確認  
左からハンス・ディートマール・シュヴァイスグート駐日欧州連合大使、枝野幸男経済産業大臣、スティーブン・チュー米国エネルギー省長官



開会の挨拶をするNEDO古川理事長

2012年3月28日、EU-Japan-US Workshop on Critical Materials R&Dを日本で開催

B-10

図Ⅱ-3-10 日米欧三極ワークショップ  
(NEDO 平成24年3月)

#### 4. 中間評価結果への対応

希少金属代替材料開発プロジェクトは平成19年度から事業を開始している。①インジウム(In)低減、②インジウム(In)代替、③ジスプロシウム(Dy)低減、④タングステン(W)低減、⑤タングステン(W)の5テーマであるが、これらテーマについては平成21年度に中間評価を実施して指摘を受けている。今回の事後評価に反映すべき指摘事項については以下の対応を行った(表Ⅱ-4-1～表Ⅱ-4-5参照)。

表Ⅱ-4-1 ①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発

指摘		対応
1	ターゲットの大型化	中間評価後にすぐに参加企業が新規ターゲットの大型化に取り組み、最終的に密度98%以上の新規ITOターゲット作製を可能とした。
2	ITOナノ粒子製造プロセスの開示が不十分	全体の流れがわかるプロセスフローは開示している。
3	スパッタ法での薄膜化技術の可能性	導電性、光透過性はまったく問題ない、最大の課題である耐候性の長期安定であるが、加速試験で実用レベルまでであることを実証、さらに新しく開発した高SnO <sub>2</sub> 新規組成のITO薄膜を利用すれば、さらに耐候性が増加することがわかった。
4	ナノインクの実用性	当初の目標のナノインク薄膜の導電性と光透過性は達成できた。ただ、目標値では、すべての部分をナノインク化することは困難である。現状、各種企業にサンプル出荷し、評価をしてもらっている。使い方はかなり限定されるが、補修用なども含めて特殊な用途での使用が検討されている。



表Ⅱ-4-2 ②透明電極向けインジウム代替材料開発

指摘		対応
1	環境への抵抗性に関しては更なる検討・研究が必要であり、1,000 時間以上のテスト要。	パネルメーカーと協議し、輝度、コントラスト、色度に対し、メーカー側の指標（50°C、95%）で当該時間で実施。結果：合格（20 インチ液晶 TV）
2	日本発技術として開発スピードを向上	中間評価後、20 インチ液晶 TV 試作を従来のラインで実施。メーカを 1 社に絞り、開発技術テーマ短期解決を図った。
3	残された評価項目（耐湿性）の目標値を大型基板で解決	パネルメーカーと協議し、20 インチ液晶 TV で実施。封止材などで囲まれる TV では目標達成。透明導電膜のみでは抵抗変化率 12%（目標 10%）
4	抵抗率の減少（ $10^{-6} \sim 10^{-5}$ Ohm cm）	パネルメーカーと協議し、求められる抵抗率は $10^{-4}$ ohm cm と確認した。

表Ⅱ-4-3 ③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発

指摘		対応
1	<p><b>研究開発成果について</b></p> <p>① 個別グループ間の連携については、一部グループ間で既に始まっているものの、特に共同研究企業間における連携の効果が見えにくい。</p> <p>② 研究成果や論文に比べ特許出願が少ない。</p> <p>③ Dy が特定の国に偏在</p>	<p><b>各指摘事項への対応について</b></p> <p>① 当初は個別グループ間で独立した研究を行い、成果を競合させる方針であった。その後、連携の効果を出す計画を進めるため技術委員会を数多く開催し、情報共有をしあうように努めた。最終年度後半では、結晶粒微細化グループでは粒界拡散法の併用、界面制御の方法である H-HAL 法でも結晶粒微細化の検討を進めてきており、数年後には相乗効果による優れた焼結磁石が生まれると判断される。</p> <p>② 各参画機関が、成果と状況を鑑み、時期をみて出願していくように努めた。しかし、本プロジェクトでは新規プロセスを確立していく研究が多くプロセス特許となりやすかった。その中でノウハウの流出の回避を考えれば、参画企業におかれては多く出願してきたといえる。</p> <p>③ 本プロジェクト期間中において、他企業で行われている粒界拡散法などの方法などには参考にすべきものがあった。</p>

	<p>し、より緊急性・重要性が増加してきているので、プロジェクトの最終目標達成及び事業化を優先する一方で、大幅な Dy 使用量低減を目指す文部科学省「元素戦略プロジェクト」等の基礎研究とも必要に応じて連携を強化することも望まれる。</p>	<p>本プロジェクト参画企業も、この方法を今後併用していく方針である。一方で本プロジェクトより、焼結磁石の最大エネルギー積を落とさず保磁力を向上させられる知見を得たプロジェクトはなかったと判断される。例えば文部科学省「元素戦略プロジェクト」では保磁力は増加させる方法は示されたが、粒界相の量を増加させる方法であったため、結果的に最大エネルギー積の低下を招いていたと判断された。しかしながら、元素戦略プロジェクトなどの他プロジェクトで得た知見の中には重要なものも含まれており、参画メンバーは学会等を通じて情報交換ならびに討議してきてさらなる特性の向上の可能性を突き詰めている。この表れとして新しく立ち上がった文部科学省「元素戦略プロジェクト（拠点型）」には、本プロジェクトの多くの参画メンバーが連携を図るため様々な形で参画している。</p>
2	<p><b>実用化、事業化の見通しについて</b></p> <p>① 多くの検討項目において事業化の検討年度が研究終了年度より遅いが、本プロジェクトの趣旨に鑑みれば、事業化を急ぐ必要がある。</p> <p>② この際、保磁力の他に機械的強度、安定性、耐熱性、コスト等実用化に向けた課題をもっと具体的に検討する必要がある。</p> <p>③ また、高性能化した磁</p>	<p><b>各指摘事項への対応について</b></p> <p>① 参画企業では、市場動向に敏感に対応して事業化の検討を進めてきた。さらなる事業化への加速には、目標実現の前倒しが求められたことから、各参画機関において、いち早く最終目標を達成できるよう、技術委員会を数多く開催し、各参画機関の情報共有を図って連携強化に努めてきた。この結果、最終年度をまたずに目標である 30%削減をクリアするとともに、それ以上の 40%削減を達成することができた。これによって、事業化に向けて各参画企業においては前倒しで検討を開始することができ、ある企業では大量生産に向けての体制作りとプロジェクトの立ち上げがすでになされている。</p> <p>② 最終製品である磁石を開発している参画企業では、すでに検討してきた内容である。本プロジェクトの目標を達成した後、各参画企業ではさらなる実用化に向けての検討を実施しており、特に①に示した事業化、大量生産を目指す企業では、そのための設計に入っている。</p> <p>③ 保磁力の増加量から耐熱温度や最大エネルギー積の上昇量などが見積もれる。Dy を 40%削減できたことにより、保</p>

	<p>石から期待できる省エネ効果、経済効果、波及効果なども具体的、定量的に示すことが望まれる。</p>	<p>磁力だけでなく最大エネルギー積でも 26%強上昇するプロセスとなった。この結果、それに相当する機器の小型化が可能となり、高性能化と小型化を両立させられる。以上より本研究成果は省エネに貢献するものと確信する。</p>
<p>3</p>	<p><b>今後に対する提言</b></p> <p>① Dy の必要性について理論的な根拠を明確に示し、この面での研究を加速することが、カントリーリスクの低減に寄与する。</p> <p>② 検討項目の間の連携が十分ではない部分も見受けられるので、参画機関の交流と連携をより強めた体制の下で研究を推進することも必要である。</p> <p>③ 自動車への出口には相当の高いレベルが求められるので、より近い時期に実用化できる分野も探索しておく必要がある。</p>	<p><b>各指摘事項への対応について</b></p> <p>① Dy は、異方性磁場を上げる元素であるため、その添加によって保磁力が増加することが、磁性物理学の立場から、専門家の間では周知となっている。しかし、このような元素は Dy、Tb 以外に見つかっていない。本プロジェクトでは、これらの元素を使わなくても保磁力増加ができるようにするため、保磁力機構の解明と保磁力増加の指導原理を獲得するためのグループを設置してきた。このグループでは結晶粒微細化グループ、界面制御グループとの試料の授受を行い、組織、構造解析などを行って有益な情報を得て、両グループに還元するよう各グループの連携を図って研究を加速してきた。この結果、本プロジェクト開始前には不明であった事項が明確になってきており、参画企業におけるプロセス改善に貢献してきた経緯があり、この意味でもカントリーリスクの低減に寄与してきたといえる。</p> <p>② 項目間連携が活発となるように、試料提供や技術委員会等での情報交換を密にしてきた。その結果、インゴットの提供、試料の提供、試料の組織観察、などを複数の機関間で行うようになり、これらの複数の機関で連携した学会発表も増えた。また、本プロジェクト終了後、次期プロジェクトへの参画も連携を図ってきた機関間で進められていると聞いている。</p> <p>③ 省 Dy で高保磁力の磁石は、自動車に限らず、各種の応用分野で有益である。また、本プロジェクトの開発技術は自動車向けに特化したものでなく、汎用性がある。このことから、本プロジェクトに参画している企業では、成果と状況を鑑み、時期をみて対応していくことになると確信される。</p>

表Ⅱ-4-4 ④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発

指摘		対応
1	特許件数が少ないので、知財獲得に努力が必要である。	プロジェクト終了までにハイブリッド工具：1件、複合構造工具：6件、合計7件の特許を出願し知財力強化に努めた。
2	商品化をもっと急ぐべき。複合構造工具ではM級チップでの切削試験、ハイブリッド工具では断続切削試験を早急に実施し、実用化に至る見通しを得る必要がある。	複合構造工具ではM級チップでの切削試験を実施し、最終目標の切削条件にて、超硬合金と同等の切削性能を達成した。またハイブリッド工具でも高負荷切削試験を実施し、従来ロウ付け工具と同等の切削性能を達成した。
3	ユーザーにテストされ評価される体制作りが望ましい。	自動車部品の加工メーカーとコンタクトを取り、テストに向けて具体的に推し進めている。

表Ⅱ-4-5 ⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発

中間評価時の指摘(改善すべき点)	中間評価時指摘への対応(具体的内容)
<p>①サーメットの本質的弱点である破壊靱性値およびその他の材料特性を如何に上げるかを、試行錯誤的でなく基礎的(系統的)に進めるべき。</p> <p>②実用化に向けた実験、事業化への検討を前倒しすべき。波及効果も早期に実現をめざすべき。</p> <p>③サーメット技術で世界をリードするために、グループ内の連携強化、他企業との協力、海外企業との情報交換などを進めるべき。</p>	<p>①固溶体粉末使用により組織均質化(とくに結合相の均質分布)によって、破壊靱性が向上し、またWC相の効果的な残留組織によってさらに破壊靱性の向上を実現することができた。強度(抗折力)、熱伝導率、硬さ、熱衝撃抵抗などの材料特性の改善も達成された。</p> <p>②切削試験や摩耗試験などの実用化に向けた評価を行い、開発サーメットが実用化に十分な性能を有することを実証した。助成事業に申請し、H24~25年度で実用化研究を行う。波及効果(サーメット以外)でも実用化を着実に進める。</p> <p>③グループ内における研究機関と企業間の材料開発の連携を強化した。原料粉末製造に関して専門メーカーと強く連携し量産プロセスの目途をたてた。海外企業と情報交換を行い、我が国が世界をリードするサーメット工具開発指針を得た。</p>

## 5. 今後に向けた取り組み

H24年度に引き続き、H25年度に付いても実用化を加速する。

### **◎希少金属代替PJ／委託終了事業の実用化加速**

#### **1) H24年度／実用化助成事業**

H23年度に委託事業を終了したテーマ(In、Dy、W)の実用化助成で事業化の加速

<採用テーマ>

- ①超硬工具のタングステン使用量を削減する代替サーメット材料の実用化  
(タンガロイ)
- ②耐摩耗工具用新規開発サーメットの改良と実用化  
(富士ダイス)

## ①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発

### Ⅲ. 研究開発成果について

#### 1. 事業全体の成果

本研究項目は、大きく（１）「スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」と（２）「非スパッタリング法による透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」に分かれている。

（１）「スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」は従来のスパッタ法で使用するITOターゲットの組成を低インジウム化することならびに、従来のITO薄膜と金属薄膜の積層化で、膜厚の低減を図り、使用するインジウム量削減を図るものである。当初の目標はインジウム60%組成で従来のITO90%組成の性能を得ることであったが、中間評価時に技術的にさらに削減可能と考え、インジウム50%組成で従来のITO（体積低効率 250 $\mu$ /cm<sup>3</sup>）と目標を挙げ、研究を継続した。その結果、従来のインジウム90%ITOの非常に薄い膜と複層化することにより目標を達成することができた。一方金属薄膜積層化による薄膜化技術開発はほぼ中間評価時点で最終目標を達成していたが、新しく開発した省インジウム組成のITO薄膜を利用して積層化するとさらに耐候性が上昇し、よりすぐれた性能を示すことがわかり、さらに適用範囲が広がる可能性を示した。

（２）「非スパッタリング法による透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」は、基本的に高性能のITOナノ粒子を作成し、それをもとにナノインクを調整し、手法ならびに使用目的が異なるインクジェット法と静電塗布法の二つの塗布法の確立を目指した。それぞれの塗布法では、使用するITOナノ粒子の形状ならびに大きさが異なるためにそれぞれ、異なったITOナノ粒子合成法を開発した。ナノ粒子の基礎研究は終了し、それぞれの塗布法に必要な特性を備えたナノ粒子、ならびにそれらを利用したナノインクの開発を行なった。ただ、事業化の検討の結果、DOWAエレクトロニクスで開発を進めていた静電塗布法は、22年度でほぼ開発を中止し、インクジェット法に注力した。ナノインクを製造するラインはほぼパイロットレベルの量産が可能であることを確認し、現在ナノインクのサンプル提供を行っている。

#### 2. 研究開発項目毎の成果

##### 2.1 目標の達成度

「透明電極向けインジウム使用量低減技術開発」では、大きく2つの開発ターゲットがある。一つは、（１）「スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」と（２）「非スパッタリング法による透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」であり、それぞれは、さらに細目にわかれている。

（１）「スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」の細目は、1）新規ターゲット組成並びにその大型ターゲット焼成技術開発、2）薄膜化スパッタ技術開発の目標であり、（２）「非スパッタリング法による透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」は、ITOナノインクの開発で、それぞれ1）インクジェット塗布法と2）静電塗布法を考え、それぞれに対応したITOナノインクを開発することである。前述したように静電塗布法については

市場の動向から 22 年度で開発を中止した。

各細目毎の技術開発目標と達成度を表に示す。

表 1 第一原理計算による第 4 添加元素の決定の成果のまとめ

検討項目	最終目標	到達値	最終目標 達成状況	コメント
第一原理計算による第 4 添加元素の決定	低インジウムでの計算精度の向上	プログラムが完成し、具体的な元素が示された	○	21 年度達成

また、これらの結果を受けて、コンビナトリアルスパッタ法で新規組成の発見を行っており、その成果のまとめを下記に示す。

表 2 コンビトリアルスパッタ法による新規組成の決定成果のまとめ

検討項目	最終目標	到達値	最終目標 達成状況	コメント
新規省インジウム IT0 組成の決定	In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 60 wt% 組成の薄膜で従来の IT0 特性を得る (250 μΩ cm)	In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 50 wt% 組成の薄膜で従来の電気伝導とほぼ同等 注	○	IT0 薄膜を基板とする複層化法で達成

注：コンビナトリアルスパッタ装置で作製した薄膜は電気伝導度の絶対値で従来の IT0 との比較ができないので、同一装置で IT0 にのみで作製した値と比較する

大型ターゲット焼成技術の開発の成果の比較を表 4 に示す。

表 3 薄膜化スパッタ技術開発の目標

検討項目	最終目標	最終目標 達成状況	コメント
新規組成大型ターゲット焼成	In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 50 wt% IT0 で 98%の密度のターゲットを焼成する サイズ 610 mm×300 mm×5 mm	◎	実際のターゲットは Fe を 0.5%含有

表3 薄膜化スパッタ技術開発の目標

検討項目	最終目標	設定理由（目標値の妥当性等）
金属積層 ITO 薄膜の作製	10 nm 以下で膜厚分布 ±10 %以下、かつ実用雰囲気で安定である	この技術を全体の ITO 薄膜の 3割に導入すると約 15 %のインジウム削減率を実現できる

表4 薄膜化スパッタ技術開発の目標達成度

検討項目	最終目標	到達値	最終目標達成度	コメント
金属積層 ITO 薄膜の作製	10 nm 以下で膜厚分布 ±10 %以下、かつ実用雰囲気で安定である	シート抵抗 16 Ω/sq 以下、透過率 85 %以上（測定波長 550 nm）	◎	新規省インジウム ITO 薄膜で挟み込み技術を応用すればさらに性能向上することがわかった

本技術は、に新しい省インジウム組成の薄膜を応用したところ、耐候性が大幅に向上することがわかった。

次に「非スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」についてまとめる。まず、目標を下記に示す。

表5 ITO ナノインク技術開発の目標

検討項目	最終目標	設定理由（目標値の妥当性等）
インクジェット用 ITO ナノインクの開発	焼成温度 200°C以下で、膜厚 200nm 以下、透過率 90%以上、ヘイズ 1 %以下、表面抵抗率 100 Ω/sq 以下	インクジェット法を実用化することにより、エッチング不要で、その分のインジウムロスがなくなる
静電塗布法用 ITO ナノインクの開発	焼成温度 200°C以下で、膜厚 200nm 以下、透過率 90%以上、ヘイズ 1 %以下、表面抵抗率 100 Ω/sq 以下	静電塗布法を実用化することでスパッタ法に必要な大量のインジウムストックが不要となる

ITO ナノインク技術開発の目標達成度を下記にの表にまとめて示す。



表6 IT0 ナノインク技術開発の目標達成度

検討項目	最終目標	到達値	最終目標達成状況	コメント
インクジェット用 IT0 ナノインクの開発	焼成温度 200 °C以下で、膜厚 200 nm 以下、透過率 90% 以上、ヘイズ 1% 以下、表面抵抗率 100 Ω/sq 以下	圧粉体抵抗 0.05 Ω/sq 以下	○	
静電塗布法用 IT0 ナノインクの開発	焼成温度 200 °C以下で、膜厚 200 nm 以下、透過率 90% 以上、ヘイズ 1% 以下、表面抵抗率 100Ω/sq 以下	圧粉体抵抗 0.05 Ω/sq 以下	×	中間目標は達成したが、塗布法の技術志向がインクジェット中心になったのでそちらに注力するために中止

その他、それぞれの支援技術として、第一原理計算による IT0 に添加する第 4 元素の提案とナノインクを作製するにあたり、どのようなナノ粒子の分布が適しているかをシミュレーションする技術開発がある。計算科学部分の目標を下記に示す。

表7 ナノインク塗布後の電気伝導度のシミュレーションモデル開発の目標

検討項目	最終目標	設定理由（目標値の妥当性等）
効率よい塗布法を実現するために必要な IT0 ナノ粒子の形態、分布のシミュレーション	粒子の表面電荷を考慮したシミュレーションモデルを開発し、より実際の現象に即したモデル開発を行い、塗布法と連携し、塗布法での TFT 電極での使用を可能にする。	TFT 電極に塗布法が使用されれば、スパッタによるロスのみならずインジウムの削減となる。

表8 ナノインク塗布後の電気伝導度のシミュレーション技術開発の目標達成度

検討項目	最終目標	到達値	達成度	コメント
効率よい塗布法を実現するために必要なITOナノ粒子の形態、分布のシミュレーション	粒子の表面電荷を考慮したシミュレーションモデルを開発し、より実際の現象に即したモデル開発を行い、塗布法と連携し、塗布法でのTFT電極での使用を可能にする。	パーコレーションモデルによるシミュレーションモデルの開発とその成果のナノ粒子形態への提言を行った。	○	ほぼ最終目標を達成、次は新規省インジウムITO薄膜で挟み込み技術を応用する

## 2.2 成果の意義

### (1)「スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」

本技術開発は、できるだけ従来のスパッタ装置で使用できる新規省インジウム組成（In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 50Wt%）で従来のITO（In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 90Wt%）の導電性、光透過性を有する薄膜の製造とそのため的大型ターゲットの作製が目的である。また、もう一つは省インジウムを図るために薄膜層を極限まで薄くするために超薄膜金属をITO膜で挟み込んだ複合ITO膜を製造する技術開発を行った。いずれもインジウムの使用量を大幅に削減することができる。いずれの技術も当初の目標を達成し、技術的に可能であることを示した。

残念ながら国内パネルメーカーのパネル製造削減により、すぐには実用化されないが、削減技術の一つとしていずれの技術も使用可能である。

### (2)「非スパッタリング法による透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」

本研究では新たなプロセスとして、粒子塗布法であるインクジェット法あるいは静電塗布法に着目した。スパッタ法は、①製造時に製品にならない部分を大量に必要とし、また、②製品にならない部分に多くのロスが発生する、という問題がある。ナノインク法が可能となることで、上記①と②の欠点がなくなり、資源の有効利用につながる。約10%の削減に繋がると予想される。

本技術開発では当初、三井金属鉱業株式会社、DOWA エレクトロニクス株式会社 両社でそれぞれ異なった塗布法のナノインクを開発したが、マーケットのニーズを考慮し、22年度からは三井金属鉱業株式会社で行うインクジェット法へ応用するナノインクの開発に注力した。その結果、当初の目標を達成するナノインク合成が可能となった。

なお、矛盾するようであるが、塗布法で共通電極側の薄膜も使えるようになると将来（現状の設備が償却される10年くらい先）はスパッタ法の使用がなくなることも予想される。わが国の液晶パネルのシェアは10%程度に低下しているが、塗布法が採用できれば、大型スパッタ装置が不要でそのために真空引きも不要となり、製造コストの大幅な削減が可能となる。したがって、現在低下しているパネルのシェア回復に大きな貢献をすることになる。

## 2. 3 知的財産権等の取得及び標準化の取り組み

### 1. 研究発表・講演、文献、特許等の状況（共同研究、再委託研究も含む。）

表9 期間を通しての成果のまとめ

成果内容		数		
特許	国内	5	件	
	外国	1	件	
プレス発表等	新聞発表	6	件	
	取材	5	件	
著書	国内	2	編	
	学術論文	査読付き	13	編
		査読無	0	編
解説・総説		4	件	
招待講演	国内	5	件	
	国外	5	件	
口頭発表		50	件	
展示会等		9	件	

ここでは、特許のみを記載した。

#### <特 許>

申請・取得した特許は、総数 6 件である。

件名	発明者	出願者	国内申請		国外申請		
			申請日	取得日	国名	申請日	取得日
ITO 粉末およびその製造方法、透明導電材用塗料並びに透明導電膜		村松淳司、 蟹江澄志、 斎藤和久、 佐藤王高、 永富晶	2008. 3. 9				
ITO 粒子の製造方法、および、ITO 粉末、透明導電材用塗料並びに透明導電膜		村松淳司、 蟹江澄志、 斎藤和久、 佐藤王高、 永富晶	2009. 6. 2 3				
PROCESS FOR PRODUCING ITO		村松淳司、 蟹江澄志、			米国・ヨーロッパ	2009. 6. 30	

PARTICLES, ITO POWDER, COATING MATERIAL FOR TRANSPARENT ELECTROCONDUCTIVE MATERIAL, AND TRANSPARENT ELECTROCONDUCTIVE FILM		斎藤和久、佐藤王高、永富晶					
導電性酸化物及びその製造方法、並びにそれを用いた透明導電膜		中村崇、柴田悦郎、大塚誠	2009. 8. 11				
ITO 粉末、ITO 粒子の製造方法、透明導電材用塗料並びに透明導電膜		村松淳司、蟹江澄志、佐々木隆史、中村良一、田上幸治、永富晶	2009. 12. 18				
透明導電積層体付基板及びその製造方法		中村崇、大塚誠、レアンドロ アンドレス ポイジン アラベナ	2010. 1. 28				

## 2.4 成果の普及

論文や学会への口頭発表は、基本的に特許取得後もしくは、直接実用特許と関係しない、第一原理計算や電導度シミュレーションの部分であり、内容を考慮し、適切に行った。論文に関してはプロジェクト終了後ではあるが、学会発表、論文発表を行っている。

一方実用的な部分では、プロジェクト内に直接参加していないが国内の液晶パネル最大手であるシャープ株式会社に東北大学未来科学技術センターとの共同研を通して、情報交換ならびに提供を行っており、技術開発が成功すれば普及の道筋はできていた。ただ、残念ながら国内における大型液晶パネルの需要が伸びず、現在すぐに事業化へ進める状況でない。

最終年度にこれまでの広報活動の成果で韓国のパネルメーカーが共同研究の申し込みをおこなってきたので、NEDO と相談したが、本プロジェクトは国内企業への技術開発事業とのことで共同研究を断った

それでもスパッタ法の技術は株式会社 lixil 殿と太陽電池への応用を目標に共同研究を実施中である。また、ITO ナノインクも直接大型パネルへの使用ではないが、各社へサンプル提供を行っている。

## ①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発

### 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

###### (1)「スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」

###### 1) 新規ターゲット組成並びにその大型ターゲット焼成技術の開発

従来組成 IT0(インジウム酸化物 90%)の非常に薄い薄膜 12nm を下地にその上に新規開発組成の IT0(インジウム酸化物 50%)の薄膜をスパッタすることで目的である導電性、光透過度を達成する技術開発が成功し、これまで難しかった実用ターゲットサイズの新規組成 IT0 ターゲットの高密度の焼結も可能となった。さらに錫酸化物が多い組成では、エッチングが従来のエッチング液で困難であったが、亜鉛薄膜蒸着を行うことで、従来のエッチング液で支障なくエッチングが可能であることも明らかにした。したがって、実用化について技術的な課題は、すべてクリアーしたことになる。ただ、現状この技術の最大のユーザーである国内パネルメーカーではパネル生産の縮小を行っており、残念ながら新たに本技術を直ちに導入できる状況にない。また、韓国企業から共同研究の申し込みがあったが、今回の技術開発は、基本国内企業向けであることから韓国企業との共同研究は断念した。

###### 2) 透明電極膜の薄膜化スパッタ技術開発

今回、世界最高レベルの金属(銀)挟み込みの IT0 薄膜を作製できる技術が完成した。本技術は大気中の湿度などの影響で挟み込んだ銀のマイグレーションが起ることが難点であったが、その欠点を克服し、安定な複層膜の製造技術が開発できた。また、上記技術開発で成功した省インジウム組成の IT0 薄膜を利用することで非常に耐候性が向上し、より実用的な薄膜ができることがわかった。もし、インジウムが高騰すればこの技術も使用可能となる。

###### (2)「非スパッタリング法による透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」

###### 1) インクジェット法塗布用ナノインク開発

###### 2) 静電塗布用ナノインク開発

1) 2) は塗布法で薄膜製造を行う場合の補完技術なので、以下両者同一の説明にする。

IT0 ナノインク開発では、静電塗布法による単粒子層塗布に成功し、100 nm 程度の厚さの IT0 薄膜製造に見通しがついた。また、インクジェット用の IT0 ナノ粒子も逆混法合成のスケールアップを行い、パイロットプランとレベルで作製できることがわかった。また、今回作製した IT0 ナノ粒子を用い、ナノインクを作製し、インクジェット法で薄膜を作製し、当初の目標通りの性能が出ることも確認した。本技術を、大型パネルに直接使用することは考えてないが、スパッタ装置が不要なので、簡易型のパネルには十分使用可能であり、現在サンプル供与を行っている状況である。

##### 1.2 波及効果

###### (1)「スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」

#### 1) 新規ターゲット組成並びにその大型ターゲット焼成技術の開発

今回、新規省インジウム組成の大型ターゲットが完成し、薄膜製造がエッチングも含めて可能となると、新たなエッチングプロセスを利用して別な組成のITO 薄膜について検討が進む可能性があり、選択の幅が広がる。また、Ti ドープのITO 薄膜は、磁性特性が優れている可能性があり、その応用も期待される。

さらにSb ドープのITO 薄膜は、赤外線領域で非常に優れた透過特性を示していることから色素増感型の太陽電池などで大きな発展があるとそのための導電性光透過膜として使用される可能性も出てくる。実際、詳細は記述できないが、株式会社LIXIL 殿と太陽電池応用を考え共同研究中である。

#### 2) 透明電極膜の薄膜化スパッタ技術開発

現在、Ag 薄膜をITO 薄膜で挟みこんでいるが、他の安価な金属の挟み込みが可能になればさらに低コストが図れる可能性がある。

また、当然であるが将来は光半導体の一部にも応用できる可能性もある。

### (2) 「非スパッタリング法による透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」

#### 1) インクジェット法塗布用ナノインク開発

#### 2) 静電塗布用ナノインク開発

現行のスパッタ製膜法の問題点を解決する有効な手法としては、ITO ナノ粒子を合成、インク化し基板上に直接塗布・大気中焼成により製膜・配線化する塗布型ITO 成膜技術が注目されつつある。この方法では、In 原料の使用効率をほぼ100%に高めることが可能であると共に、印刷法による一度に大面積の電極作成も可能である。さらには使用する材料やエネルギー使用量が大幅に削減できることや、微細で高集積な回路も形成可能である。塗布型製膜法はスパッタ製膜法に比べて高い導電性が得られないという欠点を持つが、逆にスパッタ製膜法に比べフレキシブル性(屈曲性)に優れているという特徴を持つ。現行のスパッタ製膜法で製膜されるITO 膜の100%塗布型への置き換えは困難であるが、今後今後伸びが予想される有機EL などの電子ペーパー市場、またはLCD 市場の配線形成材の一部置き換えが可能であり、これらの市場から展開することにより、年間4000 億市場の数%から十数%程度の経済効果が期待できるものとする。

## 1.3 事業化までのシナリオ

### (1) 「スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」

#### 1) 新規ターゲット組成並びにその大型ターゲット焼成技術の開発

前述したように現在の状況ですぐに事業化が進むとは考えていない。特に大量消費を行なう大型パネルについては、残念ながら国内企業の生産縮小により、新たな生産ラインがすぐに必要なことは難しいと思われる。また、プロジェクト開始後、中国一辺倒であったインジウムの輸入先が韓国主体となり、すぐにインジウム供給が厳しくなる見込みがなく、現在は新たな使用先を検討している。その一つの候補として、太陽電池があり、株式会社LIXIL 殿との共同研究を実施している。我々の技術は種々のドーパントを制御することにより可視光から赤外線領域まで光透過性を制御しながらそれなりの導電性を示す透明導電性膜を製作する技術を開発した。これにより、目的に応じた透明導電性膜が提供できるので、まずはこの強みを生かして事業化を検討する予定である。したがって、現段階でどの程度の事業規

模で実施可能かは明確にすることはできない。

## 2) 透明電極膜の薄膜化スパッタ技術開発

本技術も新たに開発したITO薄膜の耐候性が大幅に上がったことから銀ではなく、銅箔を利用できる可能性が出てきたことにより、より安価な製造方法が確立できる可能性ができたので、その方向で技術開発を行い、将来の事業化を検討する。

## (2) 「非スパッタリング法による透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」

### 1) インクジェット法塗布用ナノインク開発

最近開発が進んでいるフレキシブルなディスプレイを試作している企業にサンプル教を行い、評価を依頼することを検討している。できればフレキシブル太陽電池などへの応用の事業化を検討しているが、残念ながら具体的にすぐにスケジュールを示すことはできない。



## ②透明電極向けインジウム代替材料開発

### Ⅲ. 研究開発成果について

本研究開発は平成19年度から平成23年度までの5年間の計画のもとに推進し、透明電極向けインジウムの使用原単位を50%以上低減するために、大型液晶ディスプレイに適用可能なZnO系透明導電膜技術を確立することである。具体的には、大型基板に対応した製膜技術および製膜装置の実現の見通しを得ること(研究開発項目①)、耐熱・耐湿性、耐薬品性などの実使用条件を満足する条件にて抵抗率変化10%以下の達成(研究開発項目②)、試作する大型液晶ディスプレイにおいて、ITO 透明導電膜と同等以上の表示信頼性を確保しつつ、紫色領域・青色領域・緑色領域において透過率最大2%増大の達成(研究開発項目③)を目標とする。

これらにより、カラーフィルタ(CF)側共通透明電極膜(CF 側透明電極でのインジウム使用量は液晶ディスプレイ全体でのインジウム使用量の中で60%以上を占める。図3. 1および表3. 1参照)及び薄膜トランジスタ(TFT)側画素透明電極膜をこれまでの ITO 透明電極膜から ZnO 透明電極膜に代替することによって、大型液晶ディスプレイ(30 インチ以上)における大量消費のインジウムを代替する。

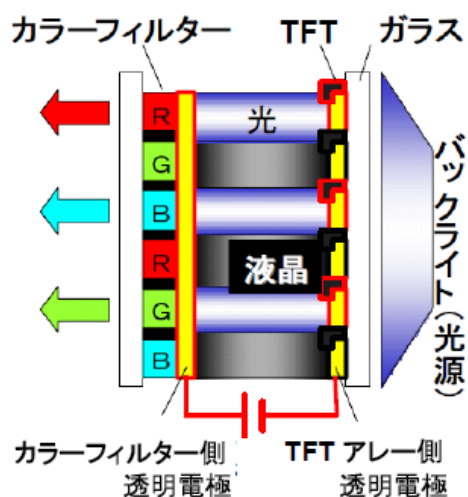


図3. 1 液晶ディスプレイの断面図  
出光興産株式会社ホームページより

<http://www.idemitsu.co.jp/company/information/news/2004/pdf/050307.pdf>

表3. 1 LCD用途におけるITO電極の膜厚と抵抗

部材箇所	カラーフィルター側透明電極	TFT側透明電極
シート抵抗( $\Omega$ /sq.)	5~30	300~1000
膜厚(nm)	100~150	50~100
製膜温度( $^{\circ}$ C)	180	300

#### 1. 事業全体の成果

平成19、20年度は、ZnO系透明導電膜の液晶ディスプレイへの応用可能性を検討する観点から、カラーフィルタ(CF)側電極にZnO系透明導電膜を実装した3インチの小型液晶パネルを試作し(図3. 2参照)、

**記載要領**

液晶ディスプレイ製造プロセスにおける課題の抽出と、現行のITO透明導電膜との相違点を明確にすることに重点を置いて研究開発を実施した。

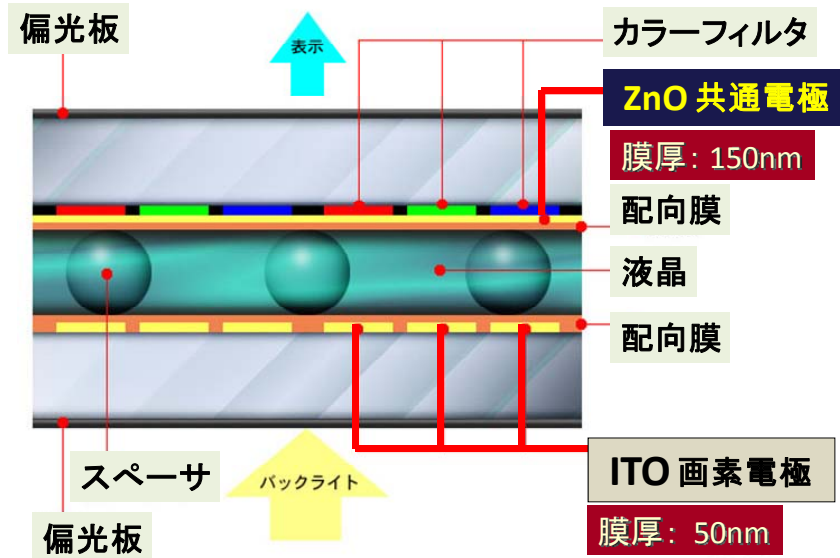


図3. 2 試作液晶ディスプレイの断面概略図

前記の各研究項目では特に図3. 2の共通電極に要求される目標を達成できるよう特に注力して推進した。その成果を表3. 2にまとめて示した。

**表3. 2 事業全体の成果**

目 標	研究開発成果	達成度
<p>プロジェクト全体の目標:</p> <p>(中間目標) 平成19、20年度は、ZnO系透明導電膜の液晶ディスプレイへの応用可能性を検討する観点から、カラーフィルタ(CF)側電極にZnO系透明導電膜を実装した3インチの小型パネルを試作し、液晶ディスプレイ製造プロセスにおける課題の抽出と、現行のITO透明導電膜との相違点を明確にする。</p> <p>(最終目標) 透明電極向けインジウムの使用原単位を50%以上低減するため、ITOの代替が可能なZnO系の革新的材料及び大型液晶パネルの製造技術を開発する。</p>	<p>プロジェクト全体の研究開発成果</p> <p>(中間目標) ZnO透明導電膜CF電極に適用した3インチ液晶パネルを試作し、世界初の点灯に成功した。またITO電極を用いたパネルと同等の表示特性を確認すると共に、製品化に必要な温度60度、湿度90%での1000時間連続駆動に成功した。またZnO透明電極パネルプロセスはITO製品パネルプロセスと完全互換性があることを明らかにした。</p> <p>(最終目標) CF電極側透明電極をITOからZnO透明電極に100%置き換えた20インチ液晶テレビの作製とTV表示に成功した。この試作により、TV全体でインジウムの使用原単位を50%以上低減したZnO系透明電極を用いた大型液晶パネルの製造の見通しを得た。</p>	<p>プロジェクト全体達成度</p> <p>(中間目標) 達成</p> <p>(最終目標) 達成</p>

目 標	研究開発成果	達成度
<p>各研究開発項目の内容・達成目標:</p> <p>(1) 大型基板対応製膜技術の研究開発</p> <p>(中間目標) 150℃ 程度の基板温度条件の下、膜厚140nm前後で、シート抵抗30Ω/Sq.としたZnO系透明電極付CF基板で4インチ前後のパネルを試作し、点灯確認達成を目標とする。可視光領域光学特性を把握し、液晶パネルでの膜厚を最適化する。</p> <p>(最終目標) 150℃ 程度の基板温度条件の下、膜厚140nm前後で、シート抵抗20Ω/Sq.としたZnO系透明電極付CF基板で32インチ前後のパネルを試作し、大型基板に対応した全製膜フロー(基板前処理→製膜→後処理プロセスなど)を確立する。</p> <p>(2) ZnO透明導電膜部材の研究開発 ②-1 「高耐熱性、高耐湿性膜の開発」</p> <p>(中間目標) CF側透明電極を想定した膜厚140nm前後のZnO膜において、耐熱性において抵抗変化率≤10%、耐湿性において抵抗変化率≤15%を目標とする。</p> <p>(最終目標) 膜厚140nm前後のZnO膜に対して、耐熱性・耐湿性において抵抗変化率≤10%達成を目標とする。TFT側電極では、膜厚70~100nmのZnO膜において、耐湿性において抵抗変化率≤10%を目標とする。</p> <p>②-2 「耐薬品性膜の開発」</p> <p>(中間目標) 膜厚140nm前後のZnO膜において、配向膜塗布の際に使用する有機溶剤に対し、はがれ、目減りを失くすこと、抵抗変化率≤10%達成を目標とする。</p> <p>(最終目標) 膜厚140nm前後のZnO膜に対して、透過率に対する耐アルカリ性の達成を目標とする。</p>	<p>各研究開発項目の成果</p> <p>(1) 大型基板対応製膜技術の研究開発成果</p> <p>(中間目標) 既存のスパッタ装置を用い、ガラス基板上の膜厚150nmのGaドープZnO膜で、シート抵抗24Ω/Sq.、かつ、可視光平均透過率86%を達成した。CF電極にZnO透明電極を用いた3インチパネルの点灯に成功。</p> <p>(最終目標) 研究開発用のマグネトロンスパッタ装置を設計、製作し、膜厚150nm以下のGaドープZnO膜でシート抵抗17Ω/Sq.を達成した。耐湿性に優れたZnO透明電極用のスパッタ成膜材料を開発し、最適ターゲット材の見通しを得た。CF電極にZnO透明電極を用いた20インチパネルの点灯に成功した。</p> <p>(2) ZnO透明導電膜部材の研究開発成果 ②-1 「高耐熱性、高耐湿性膜の開発」成果</p> <p>(中間目標) 反応性プラズマ蒸着法、および、スパッタ法によって製膜した150nm厚のGa添加ZnO膜で、シート抵抗および透過率の目標値を達成し、耐熱性については抵抗変化率≤10%、透過率変化率≤2%以下を達成した。耐湿熱性については、反応性プラズマ蒸着法で抵抗変化率12%と中間目標値(抵抗変化率15%以下)を達成したが、スパッタ法では抵抗変化率19%に留まった。</p> <p>(最終目標) 膜厚150nmおよび膜厚100nmのZnO系透明導電膜において、耐熱性・耐湿性において抵抗変化率10%以下を達成した。</p> <p>②-2 「耐薬品性膜の開発」成果</p> <p>(中間目標) 実プロセスに対する耐薬品性としては、最終目標値を達成した。CF基板上に製膜したGZO膜について、配向膜塗布の際に使用する有機溶剤(N-メチル-2-ピロリドン)に対し、はがれ、目減りがなく、抵抗変化率≤10%を達成した。透過率に対する耐薬品性として、ZnO透明導電膜はホトリソグラフィ関連強アルカリ液(ホトレジストの現像及び剥離に用いる薬液: pH 11~13.3)に対する耐性があることを確認した。</p> <p>(最終目標) 20インチTVの製造プロセスで用いられる薬液に対して新たに抽出された課題について、薬液やプロセス側からの対応策により、耐薬品性の課題を解決した。</p>	<p>各研究開発項目達成度</p> <p>(1) 大型基板対応製膜技術の研究開発達成度</p> <p>(中間目標) 達成</p> <p>(最終目標) 達成</p> <p>(2) ZnO透明導電膜部材の研究開発達成度 ②-1 「高耐熱性、高耐湿性膜の開発」達成度</p> <p>(中間目標) 耐熱性は達成。ただし耐湿性は達成見込み(2011年12月)。</p> <p>(最終目標) 達成</p> <p>②-2 「耐薬品性膜の開発」達成度</p> <p>(中間目標) 達成</p> <p>(最終目標) 達成</p>

目 標	研究開発成果	達成度
<p>(3)型液晶パネルの応用開発            ③-1 「CF側電極の開発」            (中間目標)            4インチ前後のパネル試作に応じた製膜前処理            → 製膜 → 製膜後処理などのプロセスを確立し、4インチ前後のパネル試作および点灯確認。</p> <p>(最終目標)            32インチ前後のパネル試作に応じた製膜前処理            → 製膜 → 製膜後処理などのプロセスを確立し、32インチパネル試作を実現する。また、プロセスの低コスト化を睨んだZnO系透明導電膜付CF部材実現を達成する。</p> <p>③-2 「画素側電極の開発」            (中間目標)            ZnO膜のエッチング特性を検討し、ZnO膜とアルミニウムとのコンタクト性、ZnO膜の段差被覆性の評価を終了し、課題を抽出する。</p> <p>(最終目標)            ZnO膜とアルミニウムとのコンタクト抵抗を100 mΩ/sq. 以下(ソースドレイン間全抵抗)とし、オーミックコンタクトがとれること、および ZnO膜の段差500nm における段差被覆率を40%以上にする。</p> <p>③-3 「液晶パネルの試作と評価」            (中間目標)            4インチ前後パネル試作の試作と点灯確認。分光特性(紫色領域(380-450 nm)・青色領域(450-490 nm)・緑色領域(490-560 nm))を検討し、従来のITO透明電極の透過率に比べて、1~2%増大達成を目標とする。</p> <p>(最終目標)            32インチ前後のパネル試作および点灯確認。分光特性(紫色領域(380-450 nm)・青色領域(450-490 nm)・緑色領域(490-560 nm))を検討し、従来のITO透明電極の透過率に比べて、最大2%増大の達成を目標とする。</p>	<p>(3)型液晶パネルの応用開発成果            ③-1 「CF側電極の開発」成果            (中間目標)            3インチ小型液晶パネル点灯表示に成功させた。パネル製造プロセスは ZnO 透明導電膜製膜工程以外は従来の ITO 電極使用パネルプロセスと完全コンパテブルであることを示した。</p> <p>(最終目標)            CF基板上ITO透明電極を用いた大型液晶パネルと同等のプロセスを用い、CF基板上ITOを ZnO 透明導電膜に完全に置き換えた20インチ液晶テレビ作製プロセスを開発した。ZnO 透明導電膜は ITO のように成膜後の熱処理を要しないこと ZnO の低価格などによりプロセスの低コスト化の見通しを得た。</p> <p>③-2 「画素側電極の開発」成果            (中間目標)            大型液晶パネルの薄膜トランジスタアレイ基板側ITO電極と同等の線幅(L)/線間隔(S) = 4 μm/4 μmの微細加工を実現、更に3 μm/3 μmの加工見通しを得た。</p> <p>(最終目標)            微細加工技術をさらに高め、線幅(L)/線間隔(S) = 2μm/2μmの加工技術を開発した。またアルミニウムおよびモリブデン積層電極においてオーミックコンタクトを実現した(コンタクト抵抗率得た <math>2 \times 10^{-5} - 5 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}^2</math>)。段差 500nm において被覆率 40%以上を達成した。</p> <p>③-3 「液晶パネルの試作と評価」成果            (中間目標)ZnO共通電極付カラーフィルタ基板を実装した小型液晶パネル点灯表示を世界で始めて成功させた。温度 60°C、湿度 90%環境下で 1000 時間連続駆動し、全く劣化しないことを確認。透過率や彩度などは透明電極以外の層で決定されていることを明らかにした。</p> <p>(最終目標)            ZnO 透明電極を CF 基板上に用いた20インチTVを大型液晶パネルと同等のプロセスを用いて試作し、TV表示に成功した。従来の ITO 透明電極を用いたTVより可視光波長域平均透過率約5%超を達成した。色再現性(式度図)は従来TVと同等を確認した。50°C、湿度95%環境でのTVの長期駆動テストにおいて1000時間以上を達成した。</p>	<p>(3)型液晶パネルの応用開発達成度            ③-1 「CF側電極の開発」達成度            (中間目標)            達成</p> <p>(最終目標)            達成</p> <p>③-2 「画素側電極の開発」達成度            (中間目標)            達成(微細加工)。            被覆性および下地金属電極とのコンタクト性については 2010 年 12 月達成見込み。</p> <p>(最終目標)            達成</p> <p>③-3 「液晶パネルの試作と評価」            達成度            (中間目標)            達成</p> <p>(最終目標)            達成</p>

なお、ZnO 透明導電膜技術の国際標準化は常に念頭に置いて研究開発を進めているが、平成23年度にそれまでの成果を踏まえてその方向付けを行う。

## 2. 研究開発項目毎の成果

本節では最初に研究開発項目別に[中間目標]、[最終目標]そして[進捗状況と達成度(成果)]のまとめを示し、その後に研究開発内容の詳細を述べる。

### 2.1 研究開発項目別まとめ

#### 研究開発項目① 大型基板対応製膜技術の研究開発

[中間目標] 150°C 程度の基板温度条件の下、膜厚140nm 前後で、シート抵抗30Ω/Sq. としたZnO系透明電極付CF基板で4インチ前後のパネルを試作し、点灯確認達成を目標とする。可視光領域光学特性を把握し、液晶パネルでの膜厚を最適化する。

[最終目標] 150°C 程度の基板温度条件の下、膜厚140nm 前後で、シート抵抗20Ω/Sq. としたZnO系透明電極付CF基板で32インチ前後のパネルを試作し、大型基板に対応した全製膜フロー(基板前処理→製膜→後処理プロセスなど)を確立する。

[進捗状況と達成度]

(平成19年度—平成20年度)

- ・ マイルストーン「シート抵抗 30Ω/□での小型液晶パネル試作」を達成した(達成度 100%)。
- ・ 既存のスパッタ装置を用いて、ガラス基板上に製膜した膜厚150nmのGaドーピングZnO膜において、シート抵抗24Ω/Sq.、かつ、可視光平均透過率86%を達成した。
- ・ CF上ではシート抵抗33Ω/Sq.に留まるが、3インチパネルの試作・点灯を達成した(達成度 100%)。
- ・ CF上のオーバーコートが電気・光学特性やパネル特性などに与える影響を検討し、その効果、すなわち光学特性の再現性向上、を確認した。
- ・ 液晶パネルでの光学特性について、分光透過率の膜厚依存性の結果とともに、膜厚の異なるGZO膜を実装した3インチ液晶パネルの試作を実施、点灯を確認し、光学特性評価を進めながら特許取得を検討している(達成度 100%)。

(平成21年度—平成23年度)

- ・ DCマグネトロンスパッタ法を用いて、ガラス基板上に製膜した膜厚150nm のGaドーピングZnO膜で、シート抵抗17Ω/Sq.を達成した。(達成度100%)
- ・ DCマグネトロンスパッタ装置を用いた成膜で、膜厚100nm においても耐湿性に優れたIn, Ga共添加ZnO膜が実現可能なことを実証し(抵抗変化率14%)、大型基板に対応した最適ターゲット材としての見通しを得た。
- ・ DCマグネトロンスパッタ量産装置により成膜したGaドーピングZnO膜をCF電極に用いた20インチパネルの試作・点灯を達成した。(達成度100%)

#### 研究開発項目② ZnO透明導電膜部材(ZnO薄膜)の研究開発

##### ②-1 「高耐熱性、高耐湿性膜の開発」

[中間目標] CF側透明電極を想定した膜厚140nm 前後のZnO膜において、耐熱性において抵抗変化率 $\leq 10\%$ 、耐湿性において抵抗変化率 $\leq 15\%$ を目標とする。

[最終目標] 膜厚140nm 前後のZnO膜に対して、耐熱性・耐湿性において抵抗変化率 $\leq 10\%$ 達成を目標とする。TFT側電極では、膜厚70~100nm のZnO膜において、耐湿性において抵抗変化率 $\leq 10\%$ を目標とする。

[進捗状況と達成度]

(平成19年度—平成20年度)

- ・ 反応性プラズマ蒸着法、および、スパッタ法によって製膜した膜厚140 nm前後のGa添加 ZnO膜において、シート抵抗および透過率の目標値を満足し、かつ、耐熱性・耐薬品性については、抵抗変化率10%以下(達成度 100%)、透過率変化率2%以下の最終目標値を達成した。
- ・ 耐湿熱性については、反応性プラズマ蒸着法で抵抗変化率12%と平成 20 年度末時点の中間目標値(抵抗変化率 15%以下)を達成した(達成度 100%)が、スパッタ法では抵抗変化率19%に留まっており(達成度 70%)、いずれも最終目標値には達していない。また、CF(カラーフィルタ)上に製膜した膜の耐湿性についてはさらに課題が残っている。耐湿熱性の改善がZnO透明導電膜の材料としての最大の課題である。

## 記載要領

(平成21年度—平成23年度)

- ・ 初期抵抗率  $3.1 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$ 、膜厚150 nm のZnO透明導電膜において、耐湿熱試験前後の抵抗変化率9%を達成した。(達成度100%)
- ・ 初期抵抗率  $4.3 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$ 、膜厚100 nm のZnO透明導電膜において、耐湿熱試験前後の抵抗変化率7%を達成した。(達成度100%)

### ②-2 「耐薬品性膜の開発」

[中間目標] 膜厚140nm 前後のZnO膜において、配向膜塗布の際に使用する有機溶剤に対し、はがれ、目減りを失くすこと、抵抗変化率 $\leq 10\%$ 達成を目標とする。

[最終目標] 膜厚140nm 前後のZnO膜に対して、透過率に対する耐アルカリ性の達成を目標とする。

[進捗状況と達成度]

(平成19年度—平成20年度)

- ・ 実プロセスに対する耐薬品性としては、最終目標値を達成した(達成度100%)。
- ・ CF基板上に製膜したGZO膜について、配向膜塗布の際に使用する有機溶剤(N-メチル-2-ピロリドン)に対し、はがれ、目減りがなく、抵抗変化率 $\leq 10\%$ を達成した(達成度100%)。
- ・ 透過率に対する耐薬品性として、ZnO透明導電膜はホトリソグラフィ関連強アルカリ液(ホトレジストの現像及び剥離に用いる薬液:pH 11~13)に対する耐性があることを確認した(達成度100%)。

(平成21年度—平成23年度)

- ・ 20インチ液晶テレビ製造プロセスで用いられる薬液に対して新たに抽出された耐薬品性の課題について、薬液やプロセス側からの対応策によりGZO膜の耐薬品性の課題を解決し、20インチ液晶テレビの試作に成功した。(達成度100%)
- ・ 2%NaOH に対して耐性のあるZnO系透明導電膜を開発し、膜厚150 nm において、膜厚の目減りがなく、透過率の変化率2%以下を達成した。

## 研究開発項目③ 大型液晶パネルの応用開発

### ③-1 「CF側電極の開発」

[中間目標] 4インチ前後のパネル試作に応じた製膜前処理 → 製膜 → 製膜後処理などのプロセスを確立し、4インチ前後のパネル試作および点灯確認。

[最終目標] 32インチ前後のパネル試作に応じた製膜前処理 → 製膜 → 製膜後処理などのプロセスを確立し、32インチパネル試作を実現する。また、プロセスの低コスト化を睨んだZnO系透明導電膜付CF部材実現を達成する。

[進捗状況と達成度]

(平成19年度—平成20年度)

- ・ ZnO共通電極付カラーフィルタ基板を実装した小型液晶パネルを実現する中間目標を達成(達成度100%)。
- ・ コスト削減を目的として、製膜後の熱浴によるアニール処理なしの工程を選択し、さらに大型への目的を踏まえ、マザーガラスサイズを  $320 \times 400 \text{mm}$  まで広げた製膜を行い、3インチパネル面取り24枚とした試作に成功した(達成度100%)。
- ・ DCスパッタ法において、RF重畳効果を制御良く組み合わせることによって、膜厚150nm、シート抵抗  $33 \Omega / \text{Sq}$  のGZO膜付CF基板を作製し、CF側電極としてZnO透明導電膜を実装した3インチ液晶パネルを従来のITO透明導電膜において使用していた装置で試作し、工程において支障なく、LCD製作が実現できることを確認した(達成度100%)。
- ・ 試作した3インチ液晶パネルにおいて、RGB点灯を達成し、良好な白黒のコントラストを確認した。
- ・ パネル性能信頼性評価(カシオ計算機株式会社がユーザー保証する試験内容: 温度  $60^\circ \text{C}$ 、湿度90%、連続点灯維持時間240時間)を実施し、従来の連続点灯維持時間240時間を大幅に上回る1,000時間以上の合格結果を確認した(③-3参照)。

(平成21年度—平成23年度)

- ・ 3インチ液晶パネルではCF基板とTFT基板との間に液晶を充填するためにビーズスペーサーを用いたが、大型液晶パネルに用いられるリブスペーサー(両基板間に設ける柱状スペーサー)を用い、CF基板側透明電極をZnO透明電極に100%置き換えた20インチ液晶テレビを作製した。製造プロセスは大型液晶パネルと同等であるが、ZnO透明導電膜は成膜時に多結晶化しているため、ITOのよ

うに結晶化のための成膜後の熱処理工程を省くことができるため、低コスト化が可能なことを示した。またZnO原料はITOより低価格なため、パネル製造の低コスト化の見通しを示した。(達成度 100%)。

### ③-2 「画素側電極の開発」

[中間目標] ZnO膜のエッチング特性を検討し、ZnO膜とアルミニウムとのコンタクト性、ZnO膜の段差被覆性の評価を終了し、課題を抽出する。

[最終目標] ZnO膜とアルミニウムとのコンタクト抵抗を $100\text{m}\Omega/\text{sq}$ . 以下(ソースドレイン間全抵抗)とし、オーミックコンタクトがとれること、および ZnO膜の段差500nm における段差被覆率を40%以上にする。

[進捗状況と達成度]

(平成19年度—平成20年度)

- ・ 大型液晶パネルの薄膜トランジスタアレイ基板側ITO電極と同等の微細加工の見通しを得た。
- ・ 薄膜トランジスタ画素基板側電極において、厚さ50~100nmに対して、線幅(L)/線間隔(S) = 4ミクロンメートル/4ミクロンメートルの微細加工を実現する(達成度 100%)とともに、更に3ミクロンメートル/3ミクロンメートルの加工見通しを得た。
- ・ 薄膜トランジスタのアルミニウム金属電極とZnO透明電極間のオーミック接触を実現した(達成度 100%)。
- ・ 薄膜トランジスタアレイなどの段差上での微細加工技術の開発が今後の課題(達成度 50%)である。
- ・ 薄膜トランジスタの金属電極はモリブデンが用いられることがあり、同電極とZnO透明電極間のオーミック接触技術の開発が必要。

(平成21年度—平成23年度)

- ・ 酸化亜鉛の微細透明電極を形成するためのウエットエッチング技術の高度化を図ることにより、厚さ50~160nmに対して、線幅(L)/線間隔(S) = 2ミクロンメートル/2ミクロンメートル(マスク設計値)の密集パターンを形成できる微細パターン形成技術を開発した。(達成度 100%)
- ・ 酸化亜鉛透明電極と薄膜トランジスタの金属電極として広く用いられているモリブデン/アルミニウム積層電極との間でオーミック接触を得るとともに、ITO電極で報告されている値と同等の低コンタクト抵抗率( $2 \times 10^{-5} - 5 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$ )を実現した。(達成度 100%)
- ・ アルミニウム(厚さ: 350nm)層にモリブデン層(厚さ: 150nm)を重ねたモリブデン/アルミニウム積層配線の500nm段差上に100nm厚さの酸化亜鉛透明電極を設け、その段差被覆率が40%を超えることを確認した。(達成度 100%)

### ③-3 「液晶パネルの試作と評価」

[中間目標] 4インチ前後パネル試作の試作と点灯確認。分光特性(紫色領域(380-450 nm)・青色領域(450-490 nm)・緑色領域(490-560 nm))を検討し、従来のITO透明電極の透過率に比べて、1~2%増大達成を目標とする。

[最終目標] 32インチ前後のパネル試作および点灯確認。分光特性(紫色領域(380-450 nm)・青色領域(450-490 nm)・緑色領域(490-560 nm))を検討し、従来のITO透明電極の透過率に比べて、最大2%増大の達成を目標とする。

[成果と達成度]

(平成19年度—平成20年度)

- ・ CF側電極にZnO透明導電膜を実装した 3 インチパネルを世界で初めて試作し、ディスプレイ点灯に成功した(達成度 100%)(図3. 3参照)。
- ・ 連続点灯試験において、1000時間を達成した(達成度 100%)。
- ・ 光学特性については、平成20年度に膜厚を変化させた液晶パネル試作を実施し点灯を確認、その成果をもとに短波長領域の向上を検討中。



図3. 3 試作パネル点灯表示例

(平成21年度—平成23年度)

- ・ CF基板側に酸化亜鉛透明導電膜を100%使用した20インチ液晶TVを大型液晶パネルと同等の構造およびプロセスにより形成した。CF基板上の透明電極にITOを用いた従来の汎用TVと比較して5%超の可視光波長域透過率を達成した。また色再現性を評価する色度図がITO汎用TVと同等であることを確認した。さらに大型テレビ製品開発時に行われる50℃、湿度95%と同じ環境のもとで長期駆動テストを行い、ITO汎用TVと同様に1000時間以上の長期連続駆動テストにおいても表示特性劣化が生じないことを確認した。

(達成度 100%)。

## 2.2 研究開発内容

### 2.2.1 開発目標

(平成19年度—平成20年度)

本プロジェクトでは、最終的な目標値として In 使用原単位を 50 % 以上削減可能な In 代替透明導電膜の実現を目指す。その具体的施策として大型液晶ディスプレイを開発対象の中心とし、ITO に替わる材料である ZnO による代替技術を確立する。すなわち、実使用条件に対応した耐熱性、耐湿性など安定性に関連する要求を満たす ZnO 透明導電膜を液晶ディスプレイに組み込む。そして組み上げられたパネルにより、ZnO の特徴である高透過率を活かした点灯特性を実証する。

ZnO 透明導電膜を液晶ディスプレイに適用した報告例は無い。そこで、平成19、20年度は ZnO 透明導電膜を用いたときにと予想される種々の問題点を明らかにするとともに、それらを解決するための技術課題を抽出することを目的とした。本研究期間は、新規材料である ZnO を持ち込むことが可能な液晶パネル組み立てラインを考慮し、試作は 3 インチ液晶ディスプレイ(パネル)とした。

パネル試作にあたっては、現在の液晶パネルに用いられている製造ライン(プロセス)を可能な限り変更しないことを念頭において技術開発を進めることとした。これは液晶パネル産業では低コスト化が最重要課題になっており、新材料を導入するための要件と考えられるためである。現在用いられている ITO 透明電極は、ほとんどの場合、直流(DC)マグネトロンスパッタ装置が用いられている。そこで本研究開発でもマグネトロンスパッタ法を基本とし、高知工科大学が開発してきた反応性プラズマ蒸着装置(RPD: Reactive Plasma Deposition)を用いた ZnO 透明導電膜形成技術の知見を応用することとした。なお RPD で製膜した Ga 添加 ZnO(GZO)透明導電膜は低抵抗率および高透過率の点で他を凌駕しており、ITO と遜色の無い特性が得られている。

本年度の 3 インチ液晶パネル試作工程の概要を図 3.4 に示す。本研究期間では、図に示すようにカラーフィルター(R(赤)G(緑)B(青)アレイ)基板側のみに ZnO 透明電極を適用することとした。これはカラーフィル



ター(CF:Color Filter)側 ITO 透明電極を ZnO に置き換えることにより、目標のインジウム 50 % 削減が可能なこと、また TFT(Thin Film Transistor)アレイからなる画素基板側への ZnO 透明電極の適用はその技術難度が高く、かつ現在の画素基板側製造ラインへの ZnO 持ち込みはリスクが高いことなどのためである。そして 20 年度までは、画素基板側 ZnO 透明電極については、それ以後の大型液晶パネルに適用するための要素技術の開発のみを行うこととした。

上記プロセスフローを念頭におき、以下に述べる(1) 大型基板対応製膜技術、(2) 透明導電膜部材(ZnO 薄膜)、そして、(3) 大型液晶パネルに応用するための技術などの開発を行った。

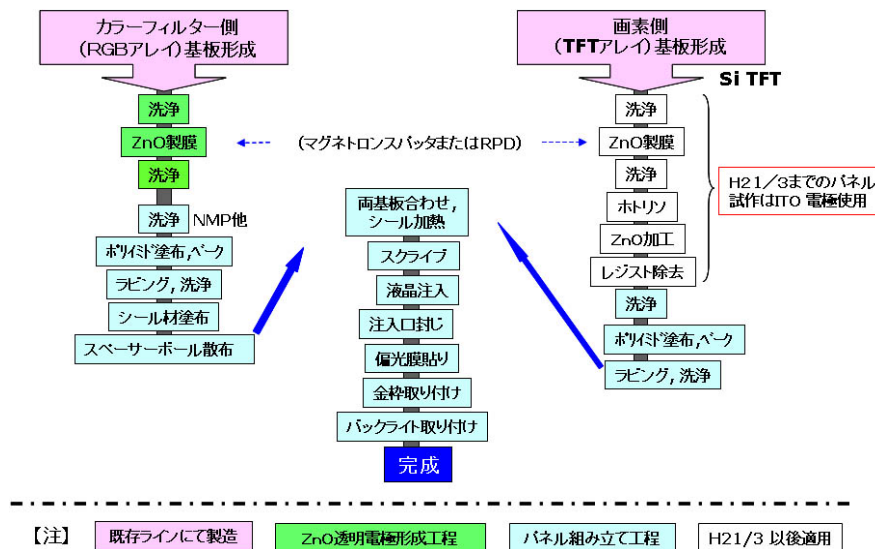


図3. 4 3インチ液晶パネル製造基本プロセスフロー

(平成21年度—平成23年度)

平成19年度および平成20年度における3インチの小型液晶パネル作製とディスプレイ表示の成功および長期表示駆動テスト結果より、CF基板側の透明電極に酸化亜鉛透明導電膜を適用できる見通しが得られた。これらの結果を受け、平成21年度から大型液晶パネルへの適用を睨んだ技術の開発に着手した。大型液晶パネルが3インチの小型液晶パネルと大きく異なる点は、CF側基板とTFTアレイ画素側基板を対向させ、その間に液晶を充填するための空間を設けるためのスペーサーである。3インチなどの小型液晶パネルでは、一般的に前記の製造プロセスフロー図に示したようにビーズ(ボール)スペーサーを両基板間に散布して液晶を注入するための空隙を設ける。しかし大型液晶パネルでは、CF基板あるいは画素基板上に柱状の柱、いわゆるリブスペーサーをホトリソグラフィ技術を用いて設けられる。このようなリブスペーサーは20インチなどの中型サイズ以上のパネルで広く用いられている。このことよりパネルメーカーにおける大型液晶パネル製品開発においては、開発ラインで試作し易い20インチレベルのプロトタイプを試作して新技術の大型液晶テレビへの適用見通しを得るのが一般的である。本研究におけるCF基板側に酸化亜鉛透明電極を用いた液晶テレビにおいても、パネルメーカーで試作可能な大きさである20インチ液晶TVを選び、従来の汎用TVで用いられているITOから酸化亜鉛透明導電膜への置き換え技術の開発を行った。平成21年度の試作では、リブスペーサーを形成するためのホトリソグラフィ関連プロセスと酸化亜鉛透明電極プロセスとの整合性のある技術の開発が難しかったため、酸化亜鉛透明導電膜に保護層を設ける技術を用いて20インチ液晶TVを試作した。このため平成21年度の試作ではインジウム使用原単位を50%以上を達成することができなかった。平成22年度試作ではリブスペーサー作製プロセスによる酸化亜鉛透明電極の損傷を回避できるように工夫し、CF基板側透明電極に酸化亜鉛導電膜を100%使用した20インチ液晶TVの試作に成功した。平成23年度は平成22年度試作のプロセス再調整とともにTV製造再現性の検討を行い、問題が無いことを確認した。

## 2.2.2 研究項目ごとの詳細内容

### 2.2.2.1 大型基板対応製膜技術の開発

本研究開発項目では、大型液晶ディスプレイに適用可能な大型基板対応の ZnO 系透明導電膜製膜技術

の開発を目的としている。本事業では、CF 側透明電極への応用を念頭に、室温から 150 °C 程度の基板温度条件の下、膜厚 140 nm 前後でシート抵抗 30 Ω/Sq. とした ZnO 透明電極付 CF を実装した 4 インチ前後のパネルを試作し、点灯確認の達成と液晶パネルでの光学特性の最適化を平成 20 年度終了時の中間目標として研究開発を推進した。

初年度となる平成 19 年度は、膜厚 140nm 前後でシート抵抗 30Ω/Sq.を有する ZnO 透明導電膜を実現し、その光学特性を把握する。具体的には、可視光領域における分光透過率をデータベース化することで、現行 ITO との共通点、相違点とを見出すこととした。平成 20 年度は液晶パネル製造プロセスを考慮した ZnO 透明導電膜の耐熱性、耐湿性および耐薬品性に重点をおいて製膜技術の開発を行うこととした。

平成 21 年度以降は、RPD 法の特徴の一部を直流マグネトロンスパッタ法に応用するための研究開発用スパッタ製膜装置を設計および製作し、スパッタ膜の低抵抗化を図るとともに、最終23年度には、耐湿熱性に優れた ZnO 透明導電膜を実現するためのスパッタ用ターゲット材料の開発を行った。

**(1) スパッタリング法の特徴と現状の特性**

スパッタリング法はターゲットサイズの大型化によって大面積基板にも対応可能であり、再現性やプロセス安定性にも優れるという特徴から FPD (Flat Panel Display) 用透明導電膜の一般的な生産技術となっている。製膜中には高エネルギー粒子の照射を受けながら膜が成長するので緻密で密着性の良い膜を得ることが可能であるが、これらによる膜へのダメージもあり、結晶成長が阻害される要因でもある。RPD 法と比べて比抵抗が高いのはこれらが原因とされている。

現状スパッタリング法によって得られる GZO (Ga をドープした ZnO) および AZO (Al をドープした ZnO) の抵抗率は  $3\sim 8 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$  と高い値であり、これが実用化を妨げる要因と1つとされており改善が必要である。また、CF 基板の耐熱性は 230 °C程度であることから、基板温度 180°C程度で 30 Ω/sq 以下 (膜厚 150nm) を目標値とし実験を行った。

**(2) スパッタリング法によるガラス基板上の GZO および AZO の基本特性**

ここでは基板温度 180 °C以下における GZO および AZO の電氣的、光学的特性を評価した。基板にはコーニング 1737 材を用いた。また、DC 電力に RF 電力を重畳 (RF/DC) し、高エネルギー粒子によるダメージを軽減する手法についても実験を行った。

表3. 3に、スパッタリング法によってガラス基板上に製膜した GZO 膜および AZO 膜の諸特性を示す。基板温度 180 °Cにおいて RF/DC で製膜した場合には、透過率は AZO、GZO でほぼ同等の約 87%となった。これは一般的な ITO よりも 2~3%程度高い値であり、透過率の面では ITO よりも優れている。一方、抵抗率は AZO よりも GZO のほうが小さく、当該スパッタ装置における低抵抗化には GZO が有利であることがわかった。また、放電方式については RF/DC のほうが抵抗率は小さく、高エネルギー粒子によるダメージが軽減されたものと考えられる。また、Hall 測定の結果から RF/DC は DC に比較してキャリア濃度を増加させる効果があり、RF 重畳が Ga ドーピング効率の向上に寄与しているものと推測される。

表3. 3 スパッタリング法によってガラス基板上に製膜した GZO および AZO の諸特性

ターゲット	基板温度	電源方式	シート抵抗 [Ω/sq]	比抵抗 [Ω・cm]	キャリア濃度[cm <sup>-3</sup> ]	移動度 [cm <sup>2</sup> /v・s]	透過率 [%]
AZO	室温	RF/DC	71.93	1.08E-03			86.1
	180°C	RF/DC	40.94	6.09E-04	9.20E+20	10.84	87.4
	180°C	DC	94.77	1.45E-03	3.86E+20	10.01	85.6
GZO	室温	RF/DC	42.04	6.26E-04			87.2
	180°C	RF/DC	27.13	3.88E-04	1.03E+21	14.26	87.4
	180°C	DC	40.85	6.00E-04	6.27E+20	14.42	87.1

※透過率は可視光領域である 400-700nm の波長域における平均値を示している。

図3. 5には GZO を 180°Cで製膜した場合の膜厚に対するシート抵抗の関係、および、透過率の関係を示す。RF/DC の場合、シート抵抗 30 Ω/sq 以下を安定的に得るためには 150nm 程度、DC の場合には

230nm 程度の膜厚が必要であることがわかる。

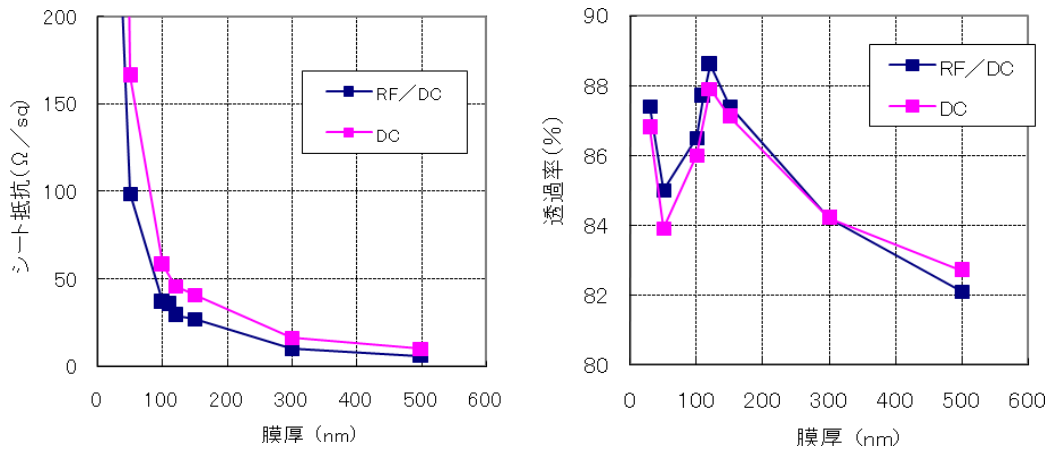


図3.5 ガラス基板上 GZO 膜の膜厚とシート抵抗(左)および透過率(右)の関係

また、膜厚が薄い領域では十分に結晶化が促進されないため、抵抗率は高い値を示すが、膜厚が 100nm 以上の領域では比較的安定するので、低抵抗化のためには 100nm 以上にすることが望ましい。

透過率は一般に光の干渉によってピークとボトムの波長が膜厚によって変動し、物質の屈折率により高透過率が得られる膜厚は異なる。GZO の屈折率は 1.8 程度であり、膜厚 110~150nm 程度が可視光領域で高透過率が得られる。RF/DC の場合には 30 Ω/sq のシート抵抗とするときこの領域に入るが、DC の場合には外れており、RF/DC はこの点においても優位性が高い。

以上のように、スパッタリング法によっても GZO を RF/DC で製膜することにより目標値を満足することが可能であった。

### (3) スパッタリング法により製膜した ZnO 系透明導電膜の評価

#### (3.1) 分光特性評価

透明導電膜の分光透過スペクトルは、薄膜の膜厚と屈折率によってピークとボトムの波長が変化するが、最終的には CF の RGB 画素それぞれの分光特性と透明導電膜の透過スペクトルとを合わせこみ透明導電膜付 CF 基板として設計される。ここでは、ZnO 系透明導電膜の製膜条件と膜厚を変化させた試料の分光透過スペクトルを測定し、基礎データとして蓄積する。試料は、前記スパッタリング法により、膜厚を 110~150nm の範囲で変化させた AZO および GZO 膜をガラス基板上に形成し、それぞれの分光透過率、反射率を測定した。図 3.6 に、典型的なサンプルの分光透過スペクトルを示す。膜厚 110 nm の試料では、透過率のピーク波長が 420nm 付近にあるのに対し、膜厚 150 nm の試料では、波長 550 nm 付近がピークとなっている。干渉効果による透過スペクトルのピークは屈折率 2 とすると膜厚の 4 倍に相当する波長となる。本成果は、AZO および GZO 膜ともに屈折率が 2 以下であることを示す。

DC で製膜した膜厚 150nm のサンプルについては、RF/DC に比べて 380~450nm 付近で透過率が小さくなっている。これは、DC のみで製膜した場合、RF/DC よりもキャリア濃度が小さくなっており、吸収端の Burstein-Moss シフトによる短波長側へのシフトが小さくなっていることによるものとして理解できる。

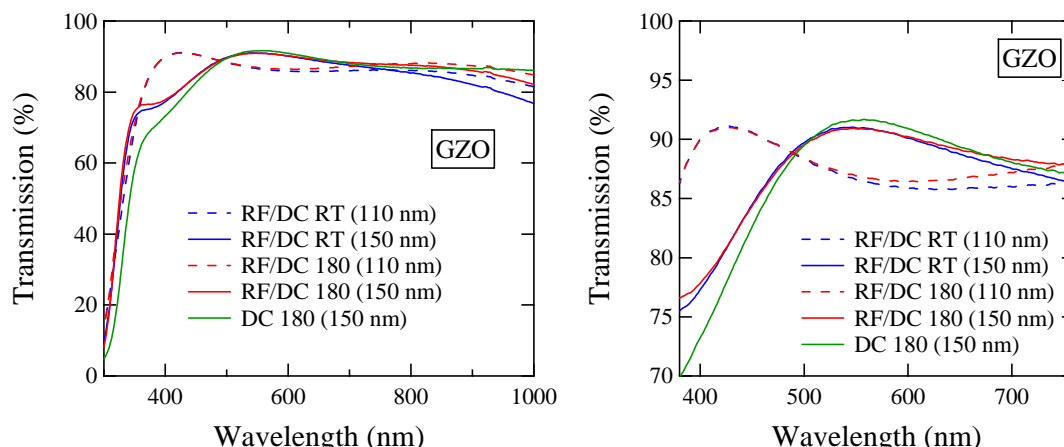


図3. 6 GZO 膜の分光透過スペクトル(右図は拡大したもの)

### (3.2) GZO 膜の結晶構造評価

スパッタリング法で製膜した GZO 膜について、X 線回折(XRD)測定により、結晶構造の評価を行った。図 3.7 に out-of-plane の XRD パターンを示す。RF/DC および DC のいずれの場合においても、(002)および(004)面の回折ピークのみが観測され、*c* 軸に配向した膜が得られたことがわかる。また、回折強度は基板温度の上昇とともに強くなる振る舞いを示し、高い基板温度でより *c* 軸配向性の高い膜が得られていることを示している。DC と比較すると RF/DC の方が、わずかに *c* 軸配向性の高い膜が得られた。(004)面回折ピークから *c* 軸格子定数を、面内方向の in-plane 測定の(200)回折ピークから *a* 軸の格子定数を求めた結果を図 3.8 に示す。また、*a* 軸、*c* 軸格子定数から求めたウルツ鉱型結晶構造のユニットセル体積もプロットしている。*a* 軸格子定数は、誤差の範囲内で変化していない。しかし、*c* 軸格子定数は、DC では基板温度に対して変化しないのに対し、RF/DC では基板温度の上昇に伴って減少している。RF/DC で観測されたこの変化は、基板温度の上昇に伴って結晶のユニットセルの体積が減少することを意味している。添加した Ga の濃度を SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy) 分析により調べたところ、図 3.9 に示す結果が得られた。RF/DC により製膜した GZO 膜では、基板温度の増加に伴い膜中の Ga 濃度が減少する傾向が見て取れる。GZO では、Ga 濃度の増加に伴い、*a* 軸、*c* 軸格子定数は増加することが知られている。RF/DC の格子定数の基板温度による変化は、膜中の Ga 濃度の変化としても定性的には説明できる。しかし、DC と RF/DC の違いについては、格子間亜鉛や酸素欠陥などの要因を考える必要がある。これらについては、2. 2項の耐熱性評価のところで再度議論する。

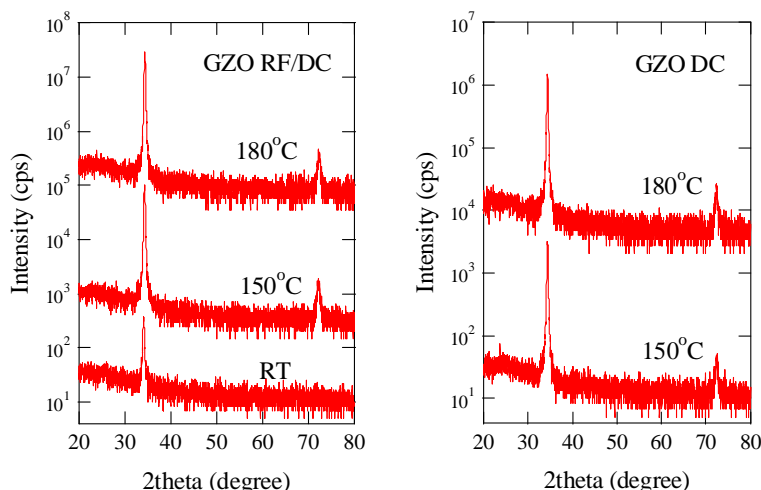


図3. 7 GZO 膜の out-of-plane XRD パターン(基板温度依存性)

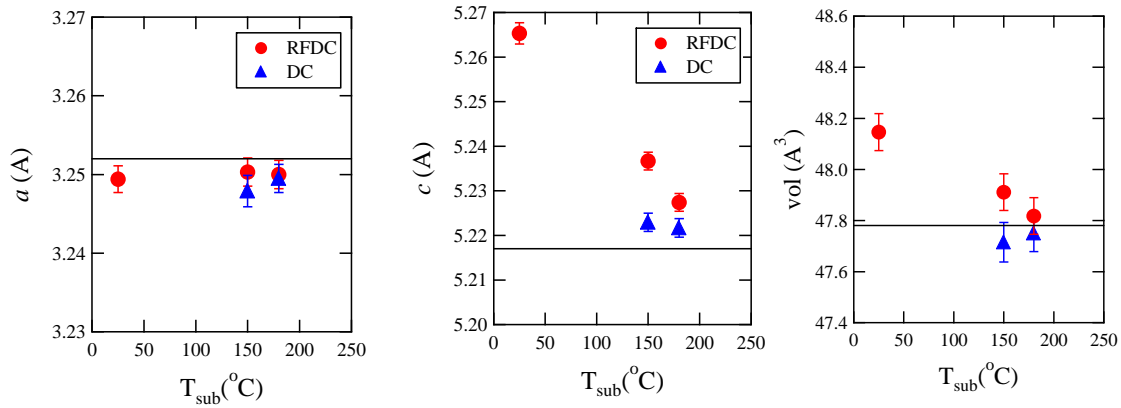


図3. 8 GZO 膜の *a* 軸、*c* 軸格子定数とユニットセル体積の基板温度依存性

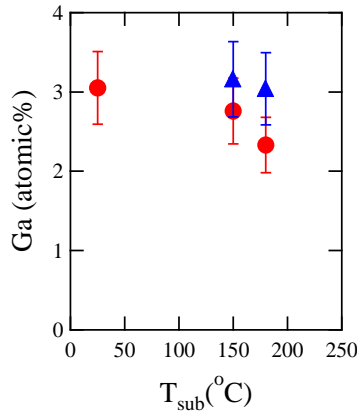


図3. 9 GZO 膜中の Ga 濃度の基板温度依存性

### (3.3) GZO 膜の機械特性評価

GZO を ITO 透明電極に置き換えるには、抵抗率や光透過率とともにカラーフィルタや TFT などの下地層に影響する膜の機械特性を明らかにしておく必要がある。その基本となる機械特性は残留応力、膜の軟らかさの指標となるヤング率、そして熱が加わる工程で重要な線膨張係数である。これらの特性は製膜方法および製膜条件により異なるが、最も大きな依存性を示す因子は膜厚である。

RF/DC マグネトロンスパッタ法、RF を重畳させない通常の DC マグネトロンスパッタ法、および、反応性プラズマ蒸着法 (RPD 法) で形成した GZO 膜に存在する残留応力の膜厚依存性を比較評価した。この評価において、残留応力はレーザービームを用いた光天秤法を適用した。この方法では光が反射することが必要なため、透明な GZO 膜を評価するには、光を反射する基板が必要になる。このためレーザービームを反射するシリコンウエハを用い、GZO の下地をガラス対応物質とするために熱酸化して表面にシリコン酸化膜を形成した。また線膨張係数評価には熱応力と膜面内方向の歪の測定が必要になる。前者は試料を加熱しながら応力を測定することにより求め、後者は斜入射 X 線回折測定法を用いて膜面内方向の歪の測定を行った。

残留応力はアルゴンガス雰囲気中で試料を室温から 500 °C まで加熱しながら測定した。さらにこの温度範囲で昇温⇄降温の連続 2 サイクルテストを行った。この熱サイクルテストにより膜厚と残留応力に占める応力因子がわかる。まず、図 3. 10 に DC マグネトロンスパッタ、RF/DC マグネトロンスパッタの各方法により形成した GZO 膜の熱処理前の室温における残留応力の膜厚依存性を示した。いずれの場合も、圧縮応力であり膜厚とともに応力が減少し、500 nm 程度の厚さになると数 100 MPa と低い値になる。しかしながら、CF 基板側電極で用いる 140 nm 程度あるいは画素基板側電極として用いる 50 nm 程度の厚さにおける残留応力は 500 nm 程度の厚膜より高く、1 GPa 程度になる。

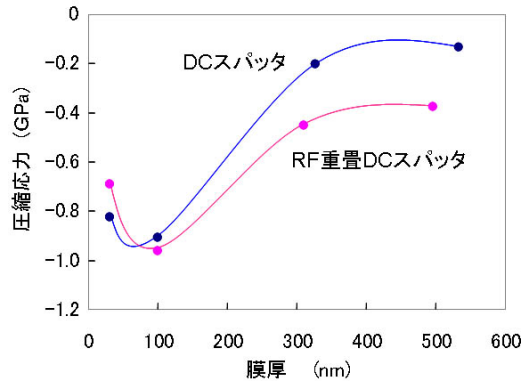


図3. 10 スパッタ GZO 膜の残留応力の膜厚依存性

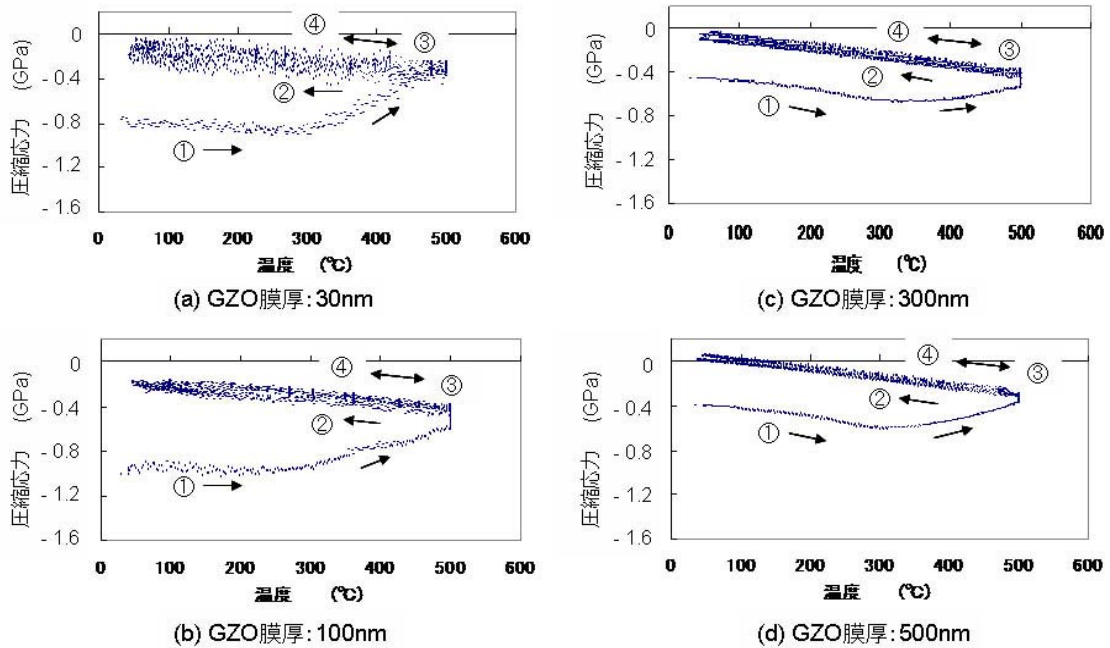


図3. 11 応力の熱サイクルテスト(膜厚依存性)

次に熱サイクルテストにおける in-situ 応力測定の結果を図3. 11に示した。ここでは代表例として RF/DC マグネトロンスパッタ法で形成した GZO 膜の残留応力の温度依存性を示した。図の中に示した①～④は昇降温の順序を示している。最初の昇温(ステップ①)過程における残留応力の温度依存性は、500°Cに達した後の降温(②)、続いての昇降温(ステップ③—④)における依存性と顕著な違いを示した。また、いずれの膜厚の試料においても、ステップ①の昇温過程で 200°Cないし 250°C以上の温度になると応力が急激に減少した。②ないし④のステップでは応力の温度依存性はほとんど一致し、その依存性は線形であった。ステップ①における室温から急激に応力が減少始める温度までは膜内に存在する歪により生じた残留応力が応力の主成分である。

そしてその温度以上で応力が減少するのは後述するように Zn の昇華にともなう膜の体積収縮による。この現象は耐熱性の節でもう一度触れる。②ないし④のステップでは応力は温度に対して比例しており応力の主成分は基板と膜の線膨張係数の差で決まる熱応力である。膜厚が 300 nm や 500 nm と厚い膜になるとステップ①においても、他の昇降温ステップ(②ないし④)における温度依存性に近い特性を示した。すなわちこれらの厚膜では製膜状態(as deposition)ですでに歪が少なく応力は熱応力により決まることがわかった。この結果は、図 3.12 に示した透過電子顕微鏡(TEM: Transmission Electron Microscope)を用いた膜の断面観察結果と良い対応を示している。

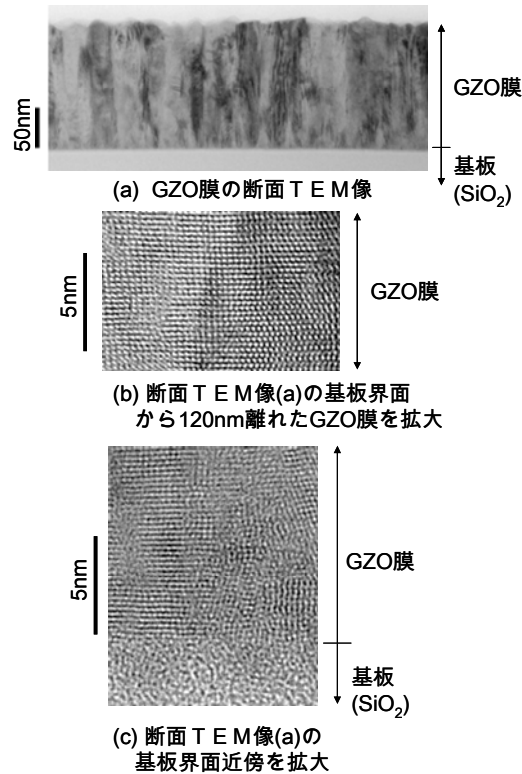


図3.12 ZnO 膜の透過電子顕微鏡観察  
(RF 重畳 DC マグネトロンスパッタ製膜試料)

TEM 写真(a)は RF/DC マグネロン装置で形成した 150 nm 厚の GZO 膜断面 TEM 写真である。写真は柱状構造の結晶粒が整然と並んでいることを示している。そしてその拡大写真(b)、(c)では白および黒の縞が見られこれらは Wurtzite 結晶構造における亜鉛原子層と酸素原子層に対応する。写真(b)の基板界面から十分離れた領域では亜鉛原子層と酸素原子層に対応する黒く見える層と白く見える層が膜厚方向に規則正しく交互に積層しているのがわかる。すなわちこのような厚膜領域では良好な Wurtzite 結晶構造を有している。そして横方向の縞は、柱状結晶粒の複数粒界にわたって横方向に連続して整然と規則正しく並んでいることがわかる。しかし基板界面近傍では写真(c)に示すように結晶の乱れが著しい。この乱れは 100 nm 近傍まで広がっていることがわかった。応力は不連続部分で集中する。このため、原子の並びが乱れている薄膜(界面)領域(RF/DC スパッタで形成した膜では界面から 100nm 離れた厚さまで)は、整然と原子層が積層した厚膜領域より値が大きくなる。特に薄膜領域と厚膜領域の境界領域では応力が特に大きくなることが考えられる。これが図 3.10 で 80 nm ないし 100 nm 厚さで応力が最大を示した要因である。

次に、斜入射X線回折測定により求めた面内方向の歪と図 3.10 および図 3.11 を用いて薄膜のヤング率と線膨張係数を求めた。ヤング率は膜厚とともに減少するが線膨張係数は膜厚とともに増大した。そして残留応力と同様に 50 nm ないし 100 nm 域でそれらはそれぞれ最大(150GPa~200GPa)および最小( $4 \times 10^{-6}$ )を示した。これはこの領域に結晶性の乱れがあり、亜鉛および酸素が各原子層面内方向に動き難くなっているためである。すなわちこの膜厚領域では他の領域より硬く(ヤング率大)、伸び難いことがわかった。なおこの硬さ(ヤング率)は ITO と同等の値であり、CF 側透明電極への代替材料として期待できる。

#### (4) スパッタリング法による ZnO 系透明導電膜の低抵抗化

平成21年度には、RPD 法の特徴の一部を直流マグネトロンスパッタ法に応用するための研究開発用スパッタ成膜装置の設計および製作を行った。平成22年度には、スパッタターゲットとして  $Ga_2O_3$  を添加した ZnO ターゲットを用い、成膜条件を最適化することにより、膜厚 120 nm において  $2.6 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$  の抵抗率を実現し、従来のスパッタリング法よりも低抵抗率の ZnO 透明導電膜を得ることに成功した。GZO 膜の抵抗率は膜厚の増加とともに減少するが、膜厚 120 nm で得られた抵抗率  $2.6 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$  を用いて膜厚 150 nm とすると、シート抵抗は  $17 \Omega / \square$  となり、マグネトロンスパッタ法によるガラス基板上の GZO 膜において、シート

抵抗 20 Ω/□以下とする最終目標を達成した。成膜に関する詳細は、2.2.2.3 大型液晶パネルの応用開発の項において述べる。

### (5) 適性ターゲット材料の開発

ZnO 透明導電膜の課題の一つが耐湿熱性であった。本研究開発では、反応性プラズマ蒸着 (RPD) 装置を用いて、高耐熱性、高耐湿性、高耐薬品性に優れた ZnO 透明導電膜の材料開発を推進してきたが、最終年度となる平成23年度には、RPD 法の成果を大型基板対応可能な DC マグネトロンスパッタ法に反映させたターゲット材料の開発を行った。

ターゲット材料開発のための ZnO 透明導電膜の成膜は、市販の汎用小型マグネトロンスパッタ装置 (アルバック社製 CS-L) を用いた。図3. 13に、ガラス基板上に成膜した GZO 膜の抵抗率、ホール移動度、キャリア濃度の基板温度依存性を示す。ターゲットは市販の GZO ターゲットを用い、投入 DC 電力は 150 W、成膜レートは 6.9 nm/min、膜厚は約 150 nm である。キャリア濃度は基板温度に対して大きな変化は見られないが、ホール移動度は基板温度の上昇に伴い増大し、結果として抵抗率が減少する様子が見取れる。基板温度 215°Cにおいて、抵抗率  $3.0 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$  (シート抵抗 18 Ω/□)、基板温度 250°Cでは、抵抗率  $2.7 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$  (シート抵抗 17 Ω/□) の良好な電気特性が得られた。

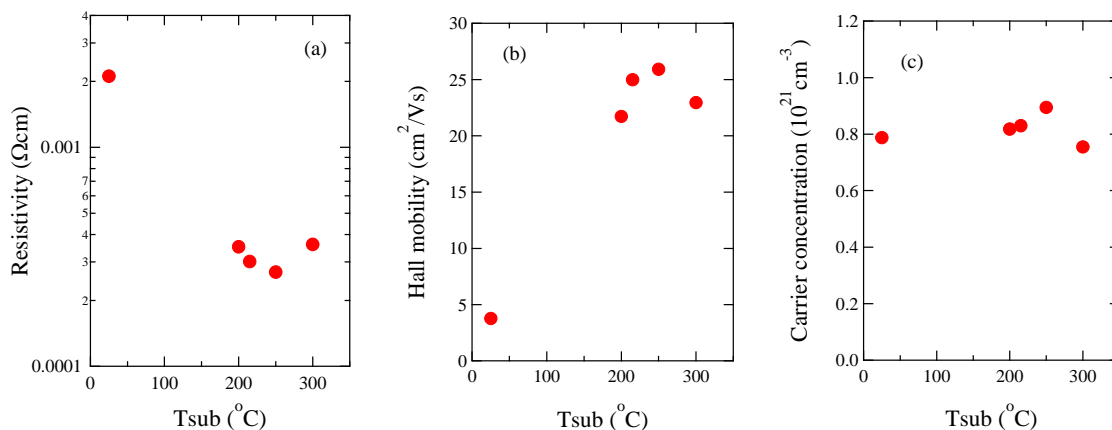


図3. 13 DC スパッタ法による GZO 透明導電膜の電気特性の基板温度依存性

2.2.2.2 透明導電膜部材 (ZnO 薄膜) の開発の項で後述するように、GZO 膜の耐湿熱特性は、微量の In 共添加によって改善することが RPD 法を用いた本研究開発によって見出された。そこで、汎用小型マグネトロンスパッタ装置により In、Ga 共添加 ZnO 透明導電膜の成膜を行い、In、Ga 共添加 ZnO 透明導電膜のスパッタ成膜への適用可能性を検討した。本研究開発では、市販の GZO ターゲットを用い、酸化インジウム焼結体をターゲット上に配置して同時スパッタリングする簡便な方法により、ZnO 膜への In、Ga 共添加を試みた。

GZO 膜、In 同時スパッタ GZO 膜は、基板温度 250°Cにてガラス基板上に成膜した。In 共添加の確認、また、膜中での濃度分布を調べるために、SIMS 分析により Ga、及び、In の深さ方向分布を評価した。図3. 14に、DC マグネトロンスパッタリング法により成膜した GZO 膜、及び、In を同時スパッタした GZO 膜について測定した、Ga 濃度、及び、In 濃度の深さ方向プロファイルを示す。GZO 膜では、In 濃度は SIMS 分析の測定限界以下であるのに対し、In を同時スパッタした GZO 膜では、In 濃度約  $3.7 \times 10^{20} \text{cm}^{-3}$  で深さ方向に均一に分布している様子が見取れる。また、XRD 法による結晶構造評価では、析出相に起因するピークは観測されず、他の ZnO 透明導電膜同様に c 軸配向した膜が得られた。このように、DC マグネトロンスパッタ法により、In 共添加 GZO 膜の成膜を確認した。



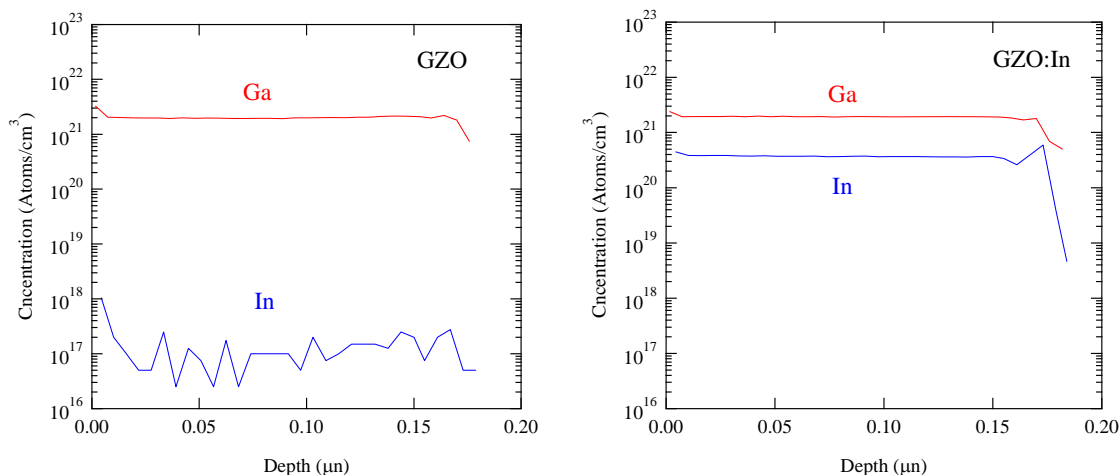


図3. 14 GZO 膜および In 同時スパッタ GZO 膜のドーパント濃度の深さプロファイル

表3. 4に、DC マグネトロンスパッタリング法によって成膜した GZO 膜および In 共添加 GZO 膜の耐湿熱試験前後の抵抗率と抵抗増加率を示す。耐湿熱試験の条件は、温度 60°C、相対湿度 95%、500 時間である。GZO 膜の耐湿熱特性は、膜厚 150 nm において 42%の抵抗増加、膜厚 100 nm では 83%の抵抗増加を示した。これらの振る舞いは、RPD 法によって成膜した GZO 膜と同等であり、成膜法に依存しない材料固有の課題であることが分かる。一方、In 共添加 GZO 膜では、In の添加により初期の抵抗率は増加する傾向にあるが、耐湿熱試験前後での抵抗変化率は、膜厚 150 nm において 12%、膜厚 100 nm でも 14%の増大に留まった。これらの傾向は、RPD 法における電気特性、耐湿熱特性の結果とよく一致しており、GZO 膜への In 共添加は、スパッタ法による成膜においても十分に効果を発揮することが確認された。

以上のように、RPD 法で得られた材料開発の成果をマグネトロンスパッタ法に反映させ、DC マグネトロンスパッタ法で成膜した膜厚 150 nm の In 共添加 GZO 膜において、耐湿熱試験前後の抵抗変化率 12%を実現した。本研究開発では、簡便な方法によるドーピング実験を行ったが、RPD 法の場合と同様に In および Ga 濃度を最適化し、実際のスパッタ用ターゲットとして作り込むことにより、耐湿熱特性のさらなる向上が期待でき、抵抗変化率 10%以下の実現も可能であろう。よって、大型基板に対応可能な DC マグネトロンスパッタ用の適正ターゲット実現のための見通しが得られたと言える。

表3. 4 DCマグネトロンスパッタ法によるZnO透明導電膜の耐湿熱特性

	膜厚 (nm)	抵抗率 ( $\times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$ )		抵抗変化率 (%)
		耐湿熱試験前	耐湿熱試験後	
GZO	101	4.03	7.40	83
GZO:In	105	4.47	5.10	14
GZO	153	2.96	4.19	42
GZO:In	154	4.01	4.48	12

### 2.2.2.2 透明導電膜部材 (ZnO 薄膜) の開発

ZnO 系透明導電膜の液晶ディスプレイへの応用に向けた最大の課題は、耐環境性と耐薬品性である。本研究開発項目では、ZnO 系透明導電膜を CF 側透明電極、TFT 側透明電極に応用することを念頭に、実際の液晶ディスプレイ作製プロセスに耐性を持ち、液晶ディスプレイの信頼性を確保する透明導電膜部材 (ZnO 薄膜) を開発する。ここでは、製膜法としてスパッタリング法と RPD 法 (反応性プラズマ蒸着法) の両方からのアプローチを行い、それぞれの成果を明らかにすることで、それらの課題を解決する ZnO 薄膜を実現する。スパッタリング法では、製膜条件と膜の耐熱・耐湿熱特性、耐薬品性との相関を調べ、その課題を抽出する。低抵抗率や耐熱特性に実績のある RPD 法では、ZnO 透明導電膜の材料としてのフィージビリティを追求するとともに、物性の詳細な比較を通して、その成果をスパッタリング法へと波及させる。

### (1) 高耐熱性、高耐湿性膜の開発

本事業では、膜厚 140 nm 前後の ZnO 薄膜(CF 側透明電極)において、耐熱性において抵抗変化率 $\leq 10\%$ 、耐湿性において抵抗変化率 $\leq 15\%$ の達成を、平成 20 年度終了時の中間目標として研究開発を推進する。平成21年度以降は、膜厚 140 nm 前後(CF 側透明電極)で耐湿性における抵抗変化率 $\leq 10\%$ を目指し、最終的には、膜厚 100 nm 前後の ZnO 薄膜(画素側透明電極)において、耐熱性・耐湿性において抵抗変化率 $\leq 10\%$ の達成を最終目標とする。

平成 19~20 年度は、膜厚 140 nm 前後で、耐熱性は「230°C・大気中・30 分の条件下で抵抗変化率 $\leq 15\%$ 」、耐湿性は「60°C・湿度 95%・500 時間の条件下で抵抗変化率 $\leq 15\%$ 」を当面の目標として、スパッタ法、RPD 法のそれぞれの特徴を明らかにするとともに、課題を明確にすることに重点をおいて研究開発を実施した。平成21年度以降は、GZO 透明導電膜の熱的な安定性に影響を及ぼす亜鉛の昇温脱離特性と電気特性および光学特性に与える影響について解明するとともに、課題として残っていた GZO 透明導電膜の耐湿熱性の向上に注力した。

#### (1.1) RPD 法によるガラス基板上 GZO 透明導電膜の製膜と評価

##### ① RPD 法による GZO 透明導電膜の製膜

製膜装置は、高知工科大学既存の反応性プラズマ蒸着(RPD)装置(住友重機械工業製)を用いた。図3.15に、RPD 装置の概念図を示す。これは直流アーク放電を用いたイオンプレーティング法である。圧力勾配型のプラズマガンを用いており、プラズマを効率よく炉内に導入することで、プラズマガンの劣化を防ぐことができる。プラズマガンと炉の底面に設置したアノードハースとの間でアーク放電を起こし、磁石とコイルにより形成したカプス磁場により高密度なプラズマをハース直上に形成する。この熱によりアノードハースにセットされた原料の蒸発を行い、同時に蒸発粒子がプラズマ中を通過することでイオン化が行われる。スパッタに比べて飛来粒子のエネルギーが低いため、基板や膜へのダメージが小さいこと、および、高速製膜(100nm/min~170nm/min)がこの装置の大きな特徴である。基板は搬送形式をとっており、蒸発粒子は装置上部を通過する基板に堆積される。膜厚は、搬送速度を変えることによって制御することができる。基板の加熱は装置天板に設置したヒーターの輻射によって行われ、基板の温度が安定するまで、10 分間程度装置内部で過熱を行っている。

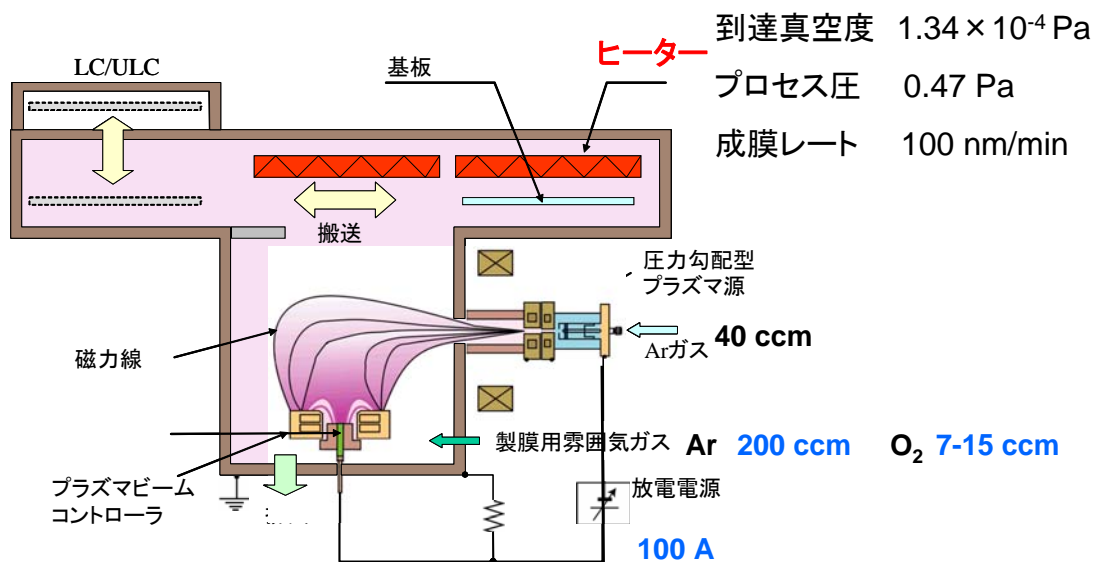


図3.15 反応性プラズマ蒸着装置(RPD 装置)の概念図

基板は無アルカリガラス(NH テクノグラス:NA35、コーニング:#1737)を使用した。無アルカリガラスは ZnO との熱膨張係数が近く、製膜時の熱による基板の影響が膜に及びにくいため、リファレンスサンプルを作製する基板として最適である。基板の製膜前処理として、超純水とイソプロピルアルコールにより超音波洗浄を行った。

RPD 法による樹脂基板上への ZnO 系透明導電膜の製膜では、樹脂基板へのプラズマダメージを抑える製

膜条件を選択する必要がある。そこで、本事業では、樹脂である CF へのプラズマダメージを考慮し、放電電流、チャンバー導入 Ar 流量について、プラズマダメージが少ない条件を選択した。基板温度は、CF の耐熱温度とプラズマ照射による基板温度の上昇を考慮し、100℃、150℃の 2 水準で行った。試料の膜厚は、スパッタ法による製膜と比較検討を進める観点から 150nm とした。製膜中にチャンバに導入する酸素ガスは、膜の酸素欠陥を補償する役割を担うと考えられるが、導入する酸素流量と酸化亜鉛透明導電膜の耐熱性や耐湿熱性との関係は十分に検討されていない。そこで、平成 19 年度は膜の耐熱性・耐湿熱性に与える酸素流量の効果を明らかにするため、酸素流量を変化させた試料を作製し、詳細な物性評価と耐熱性、耐湿熱性の評価を行った。

本事業で用いた製膜条件を以下にまとめる。

- |                              |                                                |
|------------------------------|------------------------------------------------|
| 1) 放電電流                      | 100 A                                          |
| 2) チャンバー導入 Ar 流量             | 240 ccm                                        |
| 3) チャンバー導入 O <sub>2</sub> 流量 | 8~15 ccm                                       |
| 4) 基板温度                      | 100℃、150℃                                      |
| 5) 膜厚                        | 150 nm                                         |
| 6) 原料                        | GZO 焼結体 (Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 4wt%含) |

②基礎物性評価

本項目で議論する RPD 法により製膜した GZO 膜の酸素流量と基板温度条件を右表にまとめる。また、実施した評価項目を下記にまとめる。電気特性評価はすべての試料について測定を行い、それ以外の評価項目については、番号①～⑥のサンプルを選択して実施した。

- ・結晶構造評価 X 線回折測定 (XRD) out-of-plane、in-plane
- ・電気特性評価 Hall 効果測定 (Van der Pauw 法)
- ・光学特性評価 分光光度計測定 透過率及び反射率
- ・表面観察 原子間力顕微鏡観察 (AFM)
- ・耐熱評価 熱処理炉
- ・耐湿熱評価 恒温恒湿装置

番号	O2 ccm	Ts °C
	7	100
①	9	100
	10	100
	11	100
②	12	100
	13	100
③	15	100
	8	150
④	9	150
	10	150
	11	150
⑤	12	150
	13	150
	14	150
⑥	15	150

i. GZO 膜の構造特性

サンプル①の XRD の out-of-plane 及び in-plane の測定結果を図3. 16に示す。Out-of-plane 測定では、今回評価したすべての膜において、(002)面からの回折ピーク及び強度が弱い(004)面からの回折ピークが観察された。また in-plane の測定からは、(100)、(110)、(200)面からの回折ピークが観察された。これらの結果は、サンプル①～⑥の GZO 膜がすべて c 軸に配向した膜となっていることを示している。

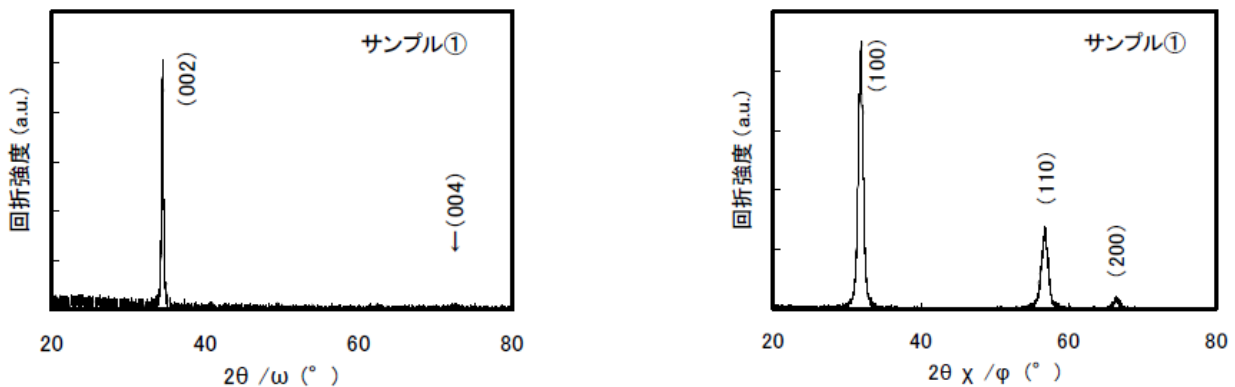


図3. 16 サンプル①の out-of-plane 及び in-plane XRD パターン

図3. 17に、サンプル①～⑥の(002)及び(100)回折ピークの半値幅及び回折強度を示す。まず、基板温度の観点から議論する。基板温度の違いに対して、(002)回折ピークでは、半値幅、回折強度において大きな違いは見られなかった。しかし、(100)回折ピークにおいては基板温度の効果がはっきりと観察され、基板温度 150°Cの膜は 100°Cの膜に比べ半値幅が狭く、回折強度が強くなっている。これらのことから、基板温度 100°Cに比べて、150°Cとより高温になると、結晶性の良い膜が得られていると考えられる。

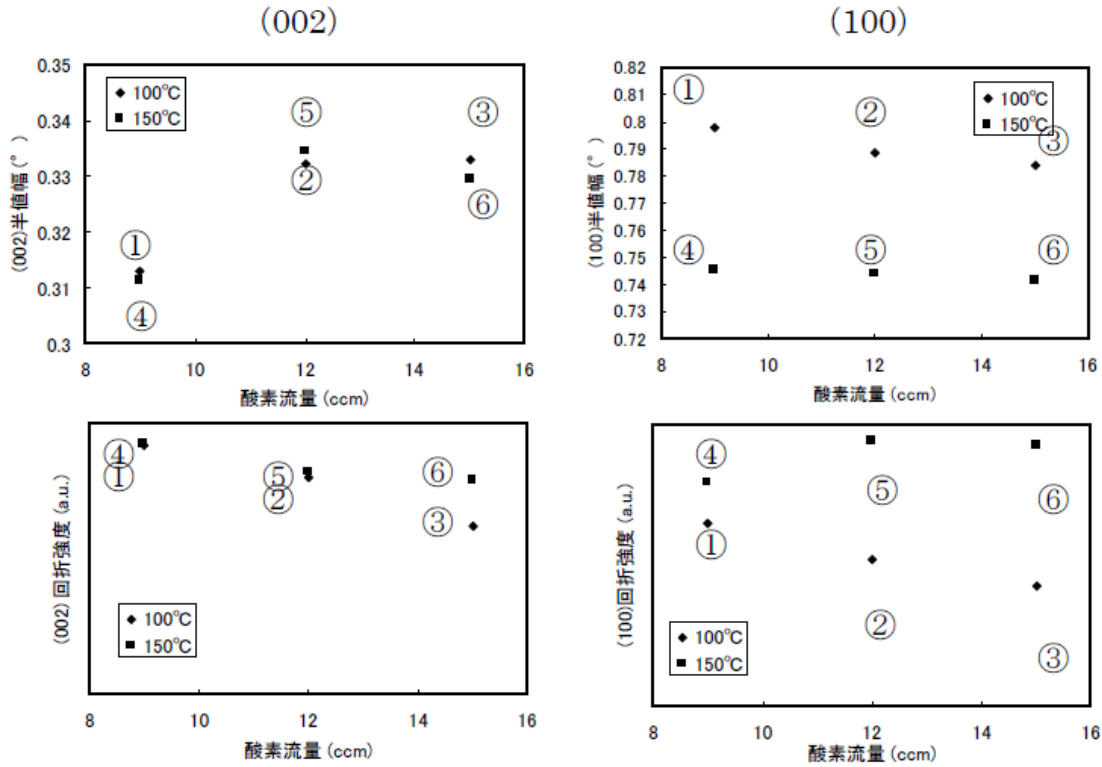


図3. 17 (002)、(100)回折ピークの半値幅及び回折強度

酸素流量に関して見てみると、(002)回折ピークの半値幅においてわずかな変化と(100)回折ピーク半値幅の酸素流量に対するわずかな減少傾向がみられるが、その変化は極めて小さい。一方、それぞれの回折強度については、サンプル④の(100)ピークの回折強度を除き、酸素流量の増加に対して減少傾向となった。

次に、XRD 測定における(002)および(100)回折ピーク位置より、結晶格子定数とユニットセルの体積、in-plane 測定の(100)、(110)、(200)の半値幅から結晶子サイズを算出した。①～⑥のサンプルの *c* 軸、*a* 軸の格子定数、ユニットセル体積、結晶子サイズの算出結果を図3. 18に示す。*c* 軸、*a* 軸の格子定数は基板温度よりも酸素流量に依存して大きく変化していることが見て取れる。特に、格子定数から算出した体積においてそれが顕著に表れており、酸素流量の増加に伴って体積が減少していることがわかる。

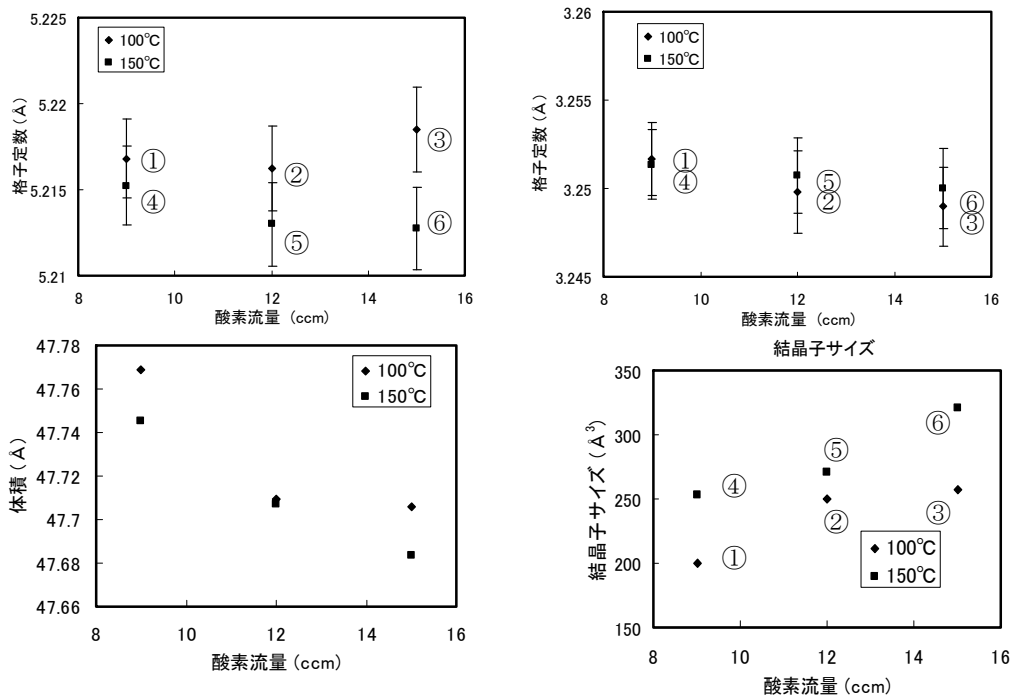


図3. 18  $c$ 軸、 $a$ 軸の格子定数、ユニットセル体積、結晶子サイズ

酸素流量に依存した格子定数および体積の変化については、亜鉛と酸素の化学量論比の考え方に立つと以下のように考察される。製膜条件において、化学量論組成となる条件よりも酸素が少ない場合、酸素欠損や格子間亜鉛といった真性欠陥が生成される。酸素流量の増加とともにこれら真性欠陥が減少し、それに伴い体積が減少すると考えられる。しかし、酸素流量を変化させて無加熱(室温)で製膜した試料の SIMS (Secondary Ionmass Spectroscopy) 分析、および、XRF 分析(蛍光 X 線分析: X-ray Fluorescence Analysis) による Ga 濃度分析の結果、酸素流量の増加に伴い、膜中に取り込まれる Ga 濃度が減少することが分かった。このことから、酸素流量を増やしていくと膜中の Ga 濃度が減少し、その結果として体積が減少することも考えられる。実際には、真性欠陥(格子間亜鉛など)と Ga 濃度の変化の両方の要因により体積が減少すると考えられる。結晶子サイズについては、基板温度が高く、酸素流量が多いほど大きくなるという傾向が見られた。

ii. GZO 膜の電気特性評価

透明導電膜として最も基本的な特性のひとつである電気特性の評価として、室温におけるホール効果測定を行った。図3. 19に、基板温度 100 °C、150 °Cにおける抵抗率、ホール移動度、キャリア濃度の測定結果を示す。基板温度 100°C、150°Cのいずれの場合においても、酸素流量に対して抵抗率のボトムがあることが見て取れる。基板温度 100°Cでは酸素流量 12ccm、150°Cでは 11ccm がそれぞれボトムとなっており、基板温度の上昇に伴って抵抗率のボトムが低酸素流量側へとシフトすると考えられる。実際、製膜条件が若干異なるが、基板温度 200°C、放電電流 150A、アルゴン流量 140ccm の場合には、酸素流量 8ccm において抵抗率がボトムとなる。

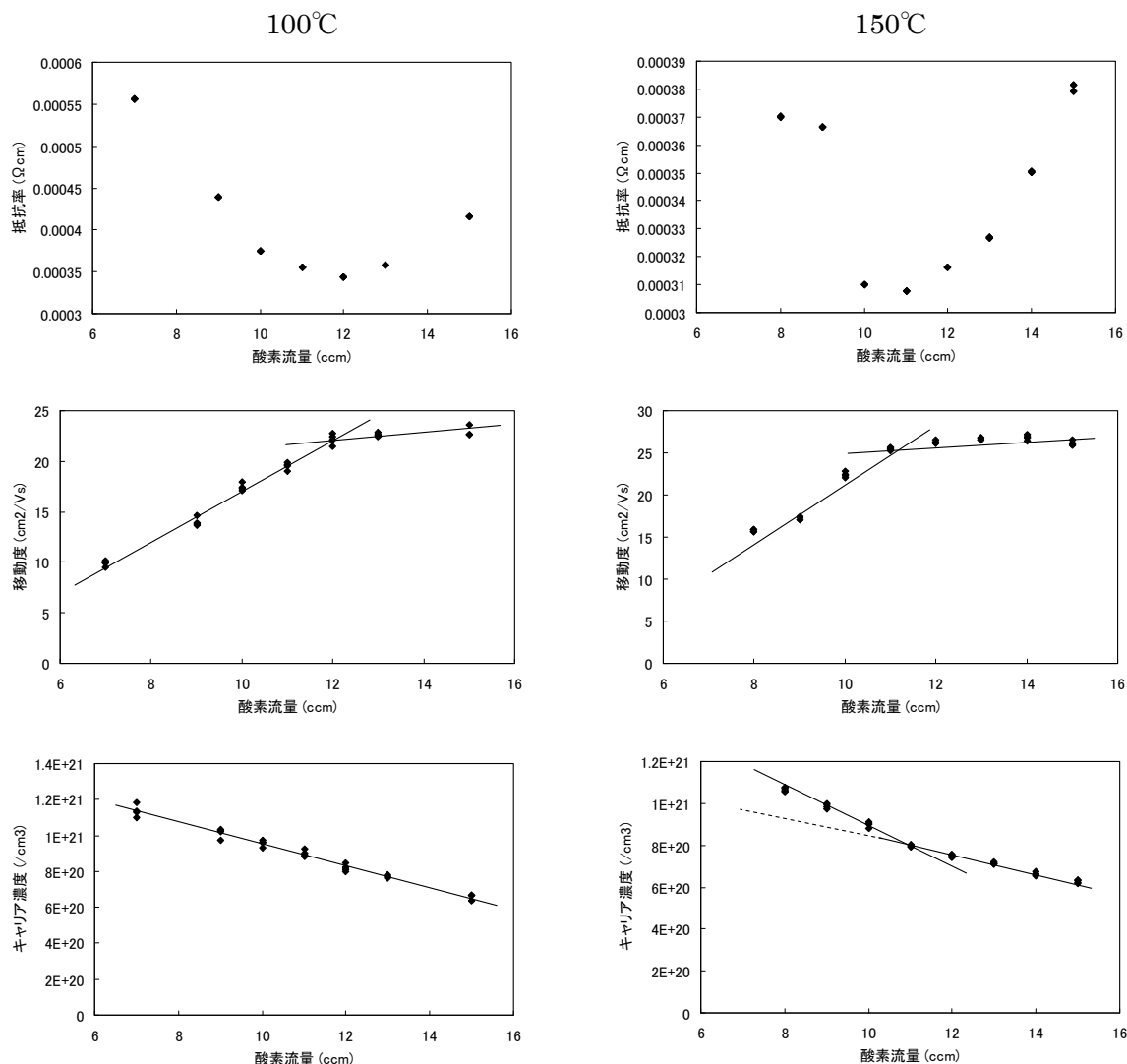


図3. 19 基板温度 100°C、150°Cにおける抵抗率、ホール移動度、キャリア濃度の酸素流量依存性

次に、ホール移動度とキャリア濃度の変化から、電気特性の酸素流量依存性、基板温度依存性について詳細に議論する。ホール移動度は、酸素流量に対して増加、キャリア濃度は減少する傾向にあることが図3. 19からわかる。

まず、ホール移動度に着目する。いずれの基板温度の場合でも、抵抗率がボトムとなる酸素流量において移動度の変化の傾きが明らかに変化している。このことは、その前後でホール移動度を減少させる散乱機構が異なっている可能性を示唆している。ホール移動度が減少する要因としては、(1)キャリアの散乱要因である Ga 濃度の減少、(2)キャリアの散乱要因となる酸素欠陥や格子間亜鉛など真性欠陥の減少、(3)結晶性の向上と結晶子サイズ増加による結晶粒界の減少などが挙げられる。すでに述べたように、膜中の Ga 濃度は製膜時の酸素流量の減少に伴って増加することがわかっており、(1)は酸素流量減少に伴う移動度減少の要因の一つとして考えられる。(2)については、酸素不足に起因した欠陥は、酸素流量の増加に伴い最適酸素流量に向かって徐々に減少すると考えられる。よって、ホール移動度の変化点よりも低い酸素流量の範囲ではこの効果が支配的であると考えられる。また、(3)については、まず、XRD から見積もられた結晶子サイズは、酸素流量の増加に伴って増大し、基板温度に対しては、150°Cの場合が 100°Cの場合に比較してより大きいという結果が得られている。これらの比較から、ホール移動度と結晶子サイズに直接的な相関関係は見られなかった。これは、添加不純物濃度が  $10^{21} \text{cm}^{-3}$  程度と高濃度のドーピング試料において、キャリア散乱因子として不純物散乱が支配的であることと矛盾しない。結晶性の観点では、in-plane の XRD 測定で観測された (100) 回折ピークの回折強度や半値幅の変化は、酸素流量に対して緩やかであったのに対し、基板温度によ

り強く依存した。以上のことから、ホール移動度に対する製膜時の酸素流量の効果としては、[3]の寄与は小さいと考えられる。(3)の寄与としては、むしろ基板温度の効果との相関が強い。

キャリア濃度の変化に関しても、同様に考察することができる。キャリアの放出要因である Ga の濃度は、酸素流量の増加に伴い減少しており、このことは酸素流量の増加に伴うキャリア濃度の減少と矛盾しない(前記(1)に相当)。また、酸素欠陥(または格子間亜鉛)などのキャリア放出要因となる真性欠陥の減少もキャリア濃度の減少を説明することができる。実際には、Ga 濃度の増加に伴う複合欠陥の生成なども予想され、酸素流量に対する電気特性の変化は、これらの複合的影響の結果として考えるべきであろう。

議論を基板温度の効果に移す。抵抗率で比較すると、基板温度が 100°C の場合に比較して、基板温度が高い 150°C の膜の方がより低抵抗率の膜が得られている。最適酸素流量(11ccm@Ts:100°C、12ccm@Ts:150°C)でのホール移動度、キャリア濃度を比較すると、キャリア濃度は約  $9 \times 10^{20} \text{cm}^{-3}$  で一致しており、ホール移動度の大小が抵抗率を決定している(22.4cm<sup>2</sup>/Vs@Ts:100°C、25.5cm<sup>2</sup>/Vs @150°C)。これは、基板温度による結晶性の向上や結晶子サイズの増大が、間接的にホール移動度の向上に寄与していると考えられる(前記[3]に相当)。

### iii. GZO 膜の光学特性評価

分光光度計を用いて、5° 入射の透過スペクトル、反射スペクトルを測定し、光学特性を評価した。サンプル①～⑥の反射率、透過率、及び 100%から透過率と反射率を差し引いた吸収率として図3. 20に示す。酸素流量の少ないサンプル①④の膜では、可視光領域において吸収が見られた。電気特性に関する考察で述べたように、これらサンプル①④は、酸素不足の膜であり、酸素欠陥、格子間亜鉛などの真性欠陥の存在が予想される。これらの欠陥が、可視域で見られた吸収の要因であると考えられる。

赤外域では、酸素流量に従って反射率、吸収が減少し、それに伴って透過率が増加している。電気特性のキャリア濃度の結果から、酸素流量が多くなるとキャリアが減少することから、赤外域のこの挙動はフリーキャリアに因るものであると考えられる。

これらの結果から、透明導電膜として使用するためには、酸素不足とならない酸素流量での製膜が必要であることが示された。

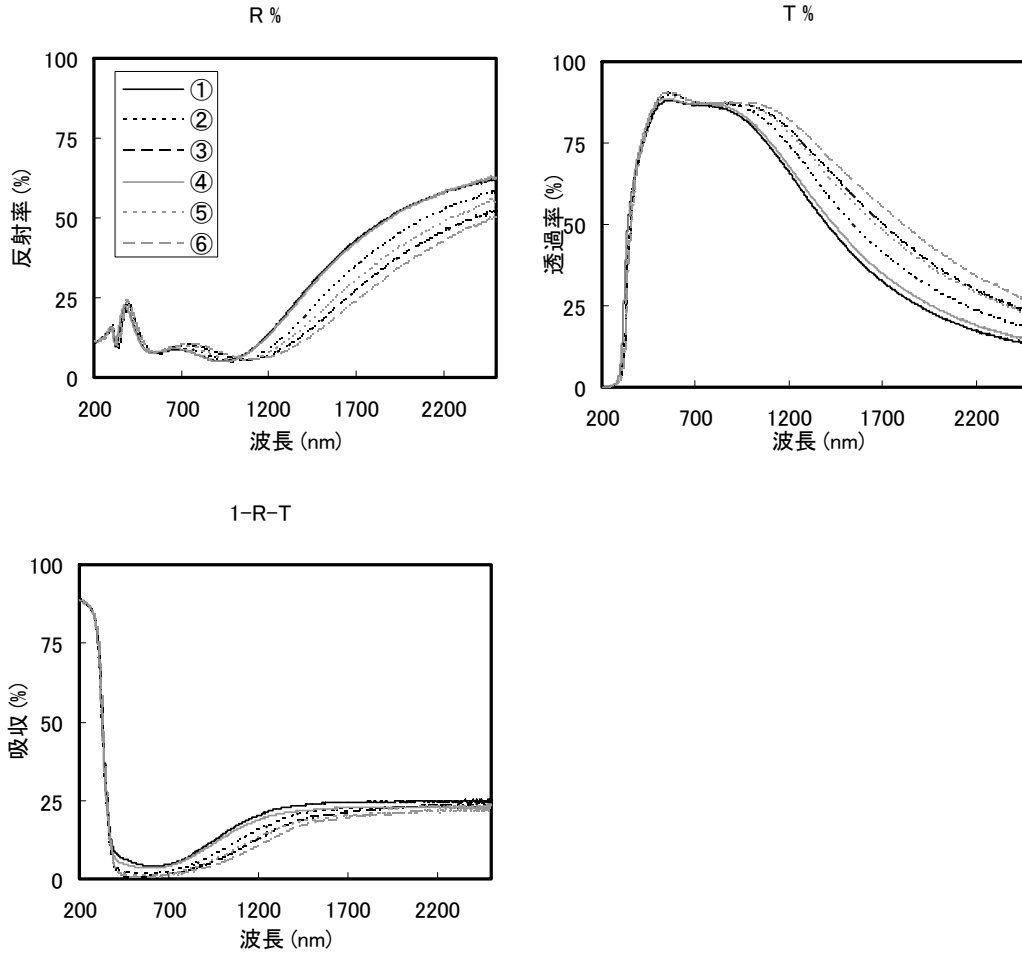


図3. 20 反射率、透過率、吸収率スペクトル

iv. GZO 膜の表面特性評価

図3. 21に、サンプル①～⑥の表面形態を AFM によって観察し、得られた表面粗さの RMS 値(Root Mean Square)を酸素流量に対してプロットした。基板温度が 150 °Cの④～⑥のサンプルにおいて、より表面の凹凸が大きいことがわかった。また、酸素流量依存性に関しては、電気特性で抵抗率がボトムとなる酸素流量 12ccm の近傍で、より平坦な表面が得られることが分かった。

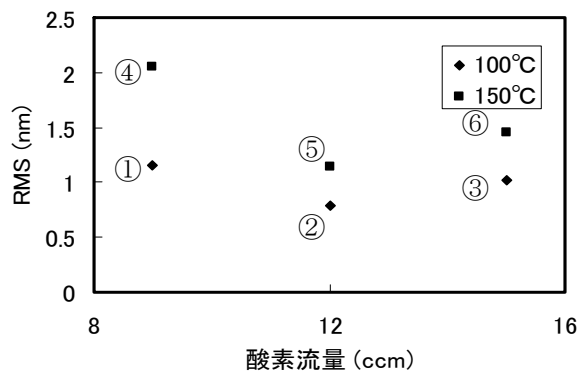


図3. 21 AFM 観察より求めた RMS 表面粗さ

v. GZO 膜の耐熱性評価

図3. 22に、基板温度 100°Cでガラス基板上に製膜した GZO 薄膜(試料①,②,③)について、熱処理(大気



中、230℃、30分)前後における、ホール測定から得られた抵抗率、ホール移動度、キャリア濃度の変化を示す。前述した、抵抗率のボトムとなる最適な酸素流量(12sccm)を境に、低酸素流量側では熱処理によって抵抗率が減少し、それに対して高酸素流量側では熱処理によって抵抗率が增大している様子が見て取れる。ホール移動度とキャリア濃度の熱処理前後の変化に着目すると、最適酸素流量(12sccm)より低酸素流量側では、熱処理によりホール移動度が増加し、高酸素流量側ではホール移動度は減少している。また、キャリア濃度については、すべての試料について熱処理によって減少する傾向にあった。

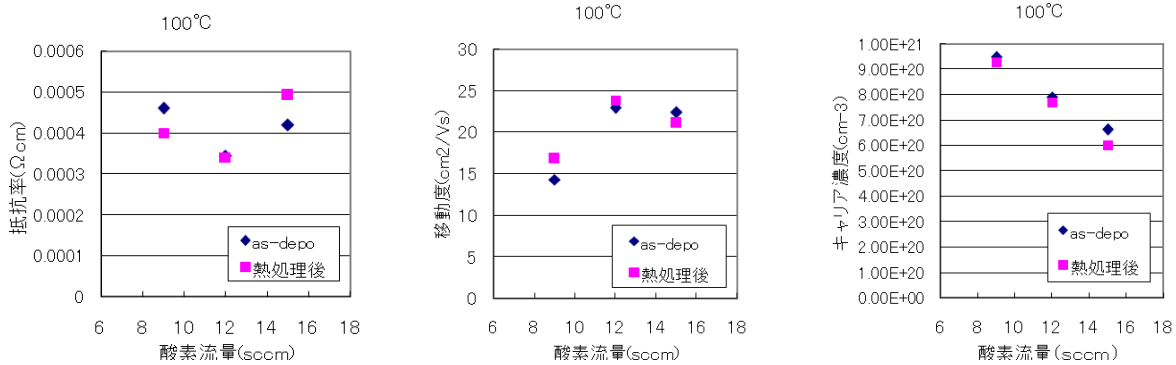


図3. 22 熱処理前後での抵抗率、ホール移動度、キャリア濃度の変化

これらの変化は、定性的には以下のように説明される。低酸素流量側では、酸素欠陥(または格子間亜鉛)に起因したキャリアが大気中での熱処理により減少し、欠陥の減少により結晶性が向上し、ホール移動度が増加する。一方、高酸素流量側では、熱処理によって酸素の侵入(または亜鉛の離脱)により過剰酸素による電子トラップ(またはアクセプタ型の亜鉛欠陥)が生成し、キャリア濃度が減少するとともに、生成された欠陥によってホール移動度は減少する。しかし、前述したように、RPD法では製膜中の酸素流量に依存して膜中のGa濃度が変化することが分かっており、熱処理前後の電気特性変化におけるGaの役割についても検討する必要があることを注意したい。これら熱処理効果に関する詳細な議論については、今後の課題としたい。

次に、基板温度依存性について議論を移す。基板温度150℃においても、前述した基板温度100℃の場合と基本的に同様の振る舞いを示した。ここでは、シート抵抗の変化率( $(R_s(\text{熱処理後}) - R_s(\text{as-depo})) / R_s(\text{as-depo}) \times 100(\%)$ )を定義して、基板無加熱(室温)、基板温度100℃、150℃の各場合について、その酸素流量依存性を図3. 23にプロットした。最適酸素流量をはさんで、低酸素流量側のシート抵抗の減少から高酸素流量側のシート抵抗の増加へと変化する様子が見て取れる。それぞれの基板温度において、抵抗変化が起こらない高耐熱性を有する最適な酸素流量は、基板温度が150℃、100℃、無加熱(室温)と低温になるに従って、11sccm、12sccm、> 12sccm(と予想される)と、より高酸素流量側へとシフトしていき様子が見て取れる。高耐熱性を示す最適酸素流量は、抵抗率でボトムとなる酸素流量とよく一致しており、RPD法によるGZO製膜では、製膜する基板温度に対して最適な酸素流量を選択することにより、シート抵抗変化率が5%以下となる大気中230℃で高耐熱性を有するGZO薄膜が得られることが分かった。

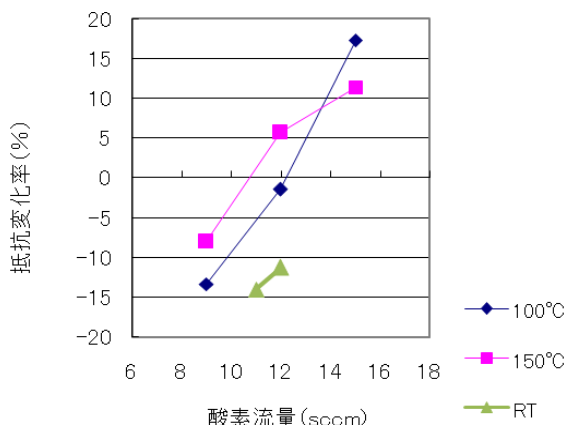


図3. 23 基板温度 150°C、100°C、無加熱(室温)で製膜した GZO 膜の熱処理前後の抵抗変化率の酸素流量依存性

vi. GZO 膜の耐湿熱特性評価

サンプル①～⑥の耐湿熱特性の評価を行った。評価条件は、温度 60°C、湿度 90%で 500 時間とした。図3. 24に、経過時間に対するシート抵抗値、初期値に対する変化率を示す。シート抵抗は、評価開始後 10 時間程度で急激に増加する様子が見て取れる。変化率をみるとサンプル①が最も変化が少ないが、これは最初の抵抗率が高かったためであり、500 時間後のシート抵抗が最も低かったのはサンプル⑤であった。サンプル①の変化率が低い理由としては、酸素流量が少ないために膜中の Ga 濃度が高くなり、耐湿熱性が向上した可能性がある。しかし、500 時間後のシート抵抗が低かったものは、最初にシート抵抗が低かったサンプル②⑤であった。

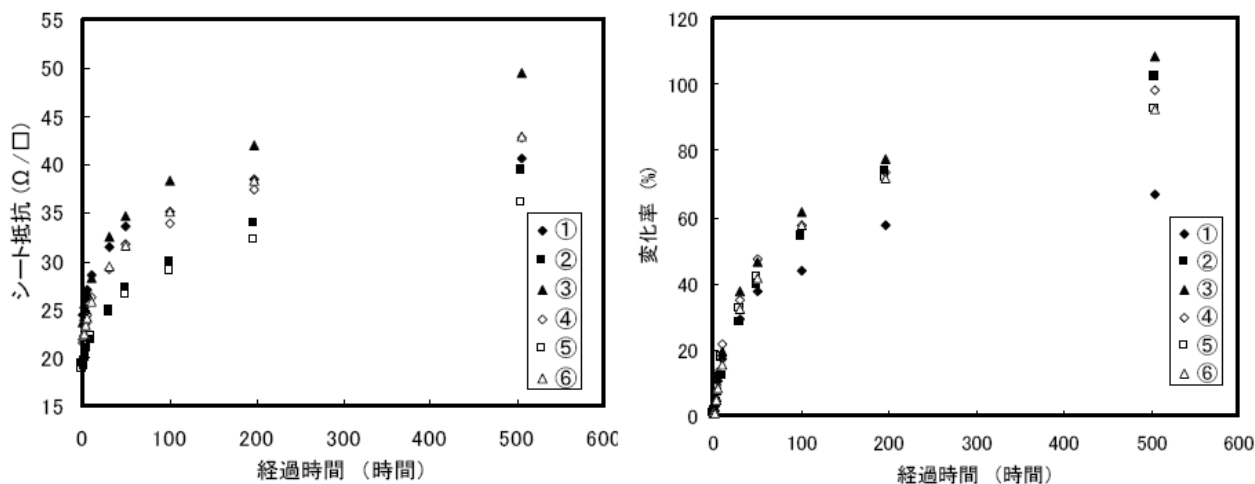


図3. 24 耐湿熱特性評価:シート抵抗値と初期値に対する変化率

酸素流量の調整により安定性を制御可能であった耐熱性の場合と異なり、耐湿熱性については、酸素流量の調整だけでは高耐湿性の膜を実現することは出来なかった。そこで、研究開発の第一段階としてキャップ層の効果を検討した。製膜条件としては高酸素流量で高抵抗になる条件を選択し、低抵抗の GZO 膜表面に数 nm 厚さのキャップ層を形成した。図3. 25にキャップ層がある場合とない場合のシート抵抗の変化と初期値に対する抵抗変化率の時間依存性を示す。

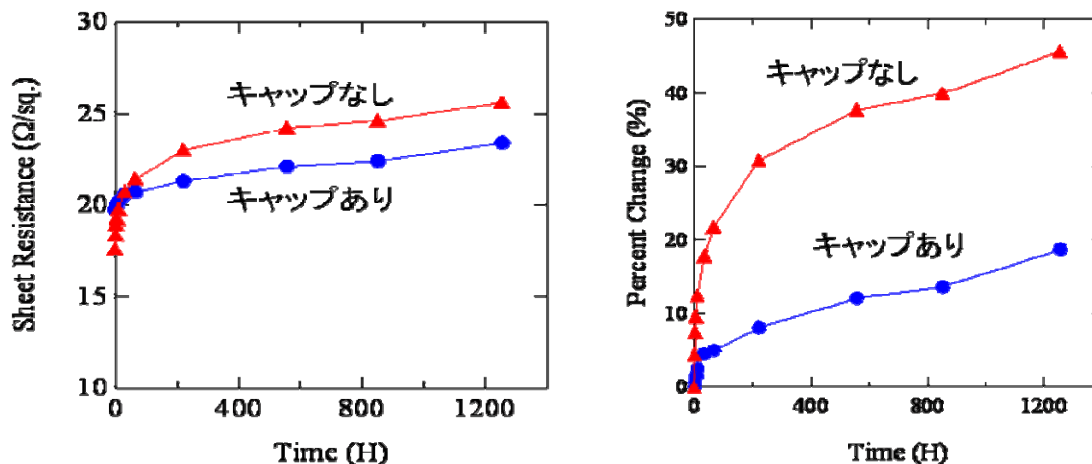


図3. 25 耐湿熱特性におけるキャップ層の効果:シート抵抗値と初期値に対する変化率

キャップ層がある場合、キャップ層のために初期抵抗は高くなるが、キャップなしの場合に見られる初期の急激な抵抗増加が抑えられる様子が見て取れる。その結果、評価基準である 500 時間経過後においては、シート抵抗値はそれぞれ 24 ( $\Omega/\square$ ) (キャップなし)、22 ( $\Omega/\square$ ) (キャップあり) となり、キャップの有無でのシート抵抗値も逆転している。初期値に対する抵抗変化率は、評価基準である 500 時間経過後において 38% (キャップなし)、12% (キャップあり) となり、キャップ層を施すことによって、中間目標値である 15% 以下を達成した。

このように何らかのキャップ層を施すことにより高耐湿性を実現することが可能であり、産業技術的には問題ない可能性が高いが、最終目標の抵抗変化率 10% 以下の達成と材料としての耐湿特性の向上を図るためには、耐湿熱特性における電気特性の劣化機構の理解とそれに対する対策を検討する必要がある。キャップ層として、高酸素流量下で製膜した極薄膜が耐湿熱性の向上に効果があった。この結果は、GZO 膜の耐湿熱性における表面状態の重要性を示唆しており、材料開発とともに表面状態の制御を中心に研究開発を推進する。

## (1.2) スパッタリング法で形成したガラス基板上 GZO 膜の耐熱性評価

### i. GZO 膜の電気特性の耐熱性

スパッタリング法によるガラス基板上への GZO、AZO 膜の製膜については、2.2.2.1 の大型基板対応製膜技術の開発で報告した。ここでは、スパッタリング法により製膜した GZO 膜の耐熱特性に絞って、RPD 法と比較しながら、その評価結果について報告する。

図3. 26に基板温度 150°C、180°Cにおいて、DC、および、RF/DC で製膜した GZO 膜の熱処理(大気中、230 °C、30 分)前後でのシート抵抗、および、シート抵抗の変化率を示す。

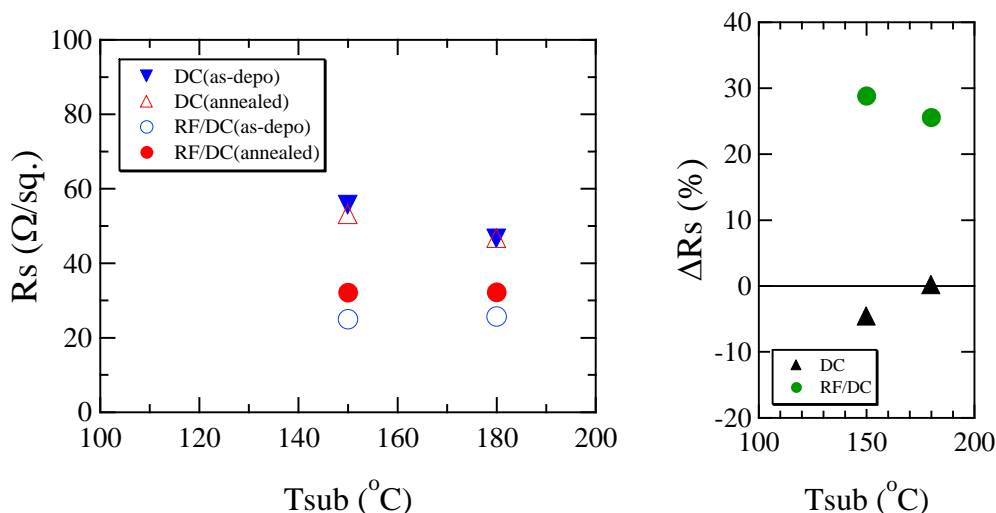


図3. 26 スパッタ製膜 GZO 膜の熱処理前後でのシート抵抗とその変化率

本論 2.2.2.1 で報告したように、DC で製膜したサンプルのシート抵抗は、RF/DC に比較して高抵抗となっているが、大気中 230 °Cでの耐熱性の観点では、RF/DC で製膜した膜では熱処理によって抵抗値が 25~30% 増加するのに対し、DC で製膜した膜では変化率は 5%以内に留まっており、むしろ僅かに減少する傾向も示した。しかし、もとのシート抵抗値の小さい RF/DC では、熱処理後のシート抵抗値も DC に比較して 20 Ω/sq. 程度小さなものであった。

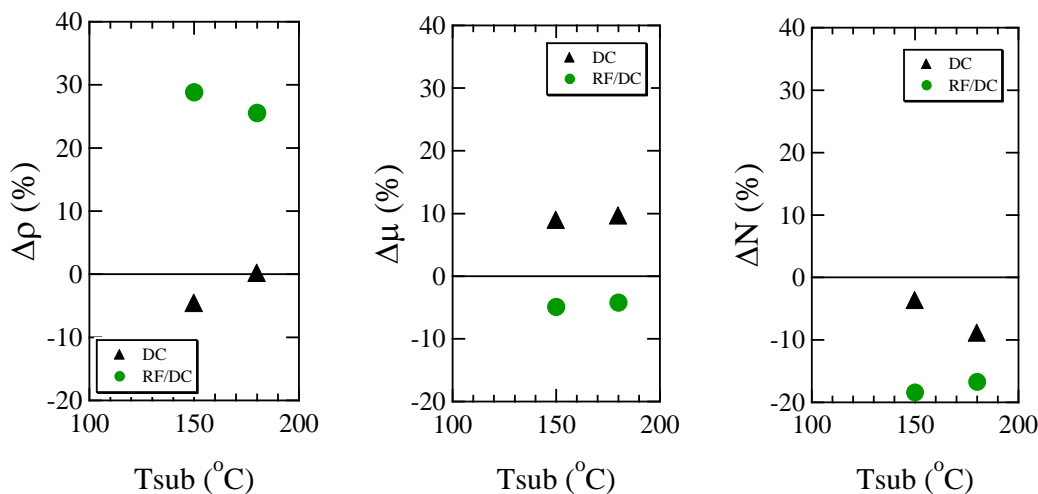


図3. 27 スパッタ製膜 GZO 膜のシート抵抗、ホール移動度、キャリア濃度の熱処理前後での変化率

次に、RF/DC の大気中 230°Cでの熱処理による抵抗増加の要因を探るために、ホール測定により得られた抵抗率(ρ)、ホール移動度(μ)、キャリア濃度(N)について、熱処理前後での変化率を図3. 27に示す。熱処理によるシート抵抗変化の大きかった RF/DC の膜については、移動度の減少は約 5%程度であるが、キャリア濃度が約 20%程度と大きく減少していることが分かる。一方、DC で製膜した膜については、キャリア濃度の減少も 5~10%に抑えられており、さらにホール移動度が熱処理によって 10%近く増大した。つまり、より優れた耐熱性を示した DC で製膜した膜については、キャリア濃度の減少とホール移動度の増加により、抵抗変化率は小さく抑えられている。また、RF/DC では、主にキャリア濃度の減少が大気中 230°Cでの熱処理による抵抗率増加の要因であった。

大気中 230°Cの熱処理前後での c 軸格子定数の変化を図3. 28に示す。耐熱性に優れた DC で製膜した

GZO 膜では、 $c$  軸は誤差の範囲内で変化は見られなかった。一方、キャリア濃度が大きく減少した RF/DC で製膜した GZO 膜では、熱処理により  $c$  軸が減少する傾向を示した。この振る舞いは、電子を放出する n 型の真性欠陥 (格子間亜鉛や酸素欠陥など) が熱処理によって減少したと考えることが出来る。

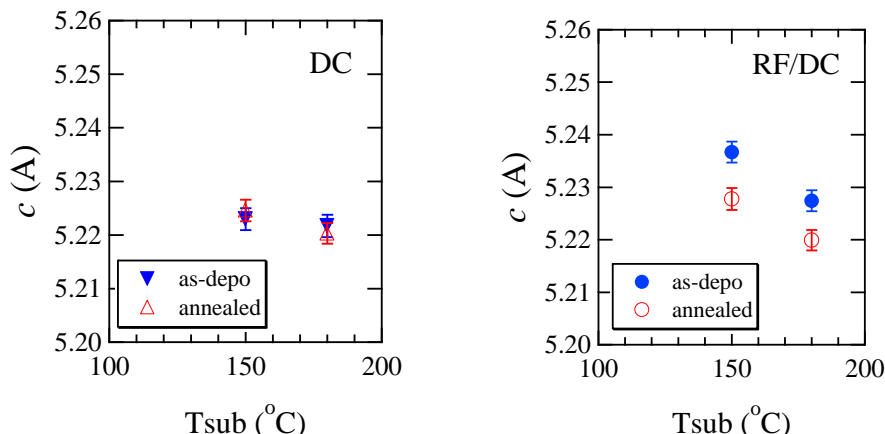


図3. 28 スパッタ製膜 GZO 膜の熱処理前後での  $c$  軸格子定数

ii. 応力変化および亜鉛昇華からみた GZO の耐熱性

GZO の耐熱性は先に述べたように膜の抵抗変化で評価するのが実際的である。ここではその変化が何故生じるかを評価する手段として応力の温度依存性および GZO 膜を構成する元素の昇温過程における昇華特性を評価した。

機械特性の 2.2.2.1(3.3)の項で示したように、GZO 膜の残留応力は熱サイクルテストの最初の昇温過程(ステップ①)において、急激に減少する温度が存在する。RF/DC マグネトロンスパッタ法、DC マグネトロンスパッタ法そして RPD 法で形成した 100 nm 厚の GZO 膜の熱サイクルテスト結果を比較検討した。いずれの製法で得られた GZO 膜も図3. 11とほぼ同様の熱サイクル依存性を示した。これらの膜ではいずれの場合も、最初の昇温過程(ステップ①)で応力が急激に減少を始める温度があり、RF/DC マグネトロンスパッタ法では 200°C~250°Cで最も低く、DC マグネトロンスパッタ法では 250°C~300°C、そして RPD 法が最も高く、350°C~400°Cであった。このように残留応力が急激に減少するのは膜構造がこれらの温度で変化し始めることを示している。圧縮応力が減少するのは一般的に膜の体積収縮によることが多い。そこでこれらの膜の昇温離脱測定(TDS:Thermal Desorption Spectroscopy)を行った。この測定では試料を加熱したときに膜から離脱する元素や分子を同時に評価できる。離脱種として Zn、ZnO、O、H<sub>2</sub>O そして Ar を選びそれらの昇温過程での振る舞いを評価した。その結果、顕著な離脱種は Zn と H<sub>2</sub>O であり、これらの中で図3. 29に示すように Zn の昇華が顕著になる温度は上に述べた残留応力が顕著に減少し始める温度とが一致した。すなわち残留応力の減少は Zn の昇華と密接に関連している。また Zn が昇華すると膜抵抗の増大が予想され、図3. 26に示した大気中 230°Cの耐熱性の結果がよく対応している。以上より、RF/DC マグネトロンスパッタ法で形成した膜は抵抗が最も低く優れているが、耐熱性は他の方法より劣っていることがわかった。これらの方法で最も耐熱性の高い膜が得られるのは RPD 法である。RF/DC の低い抵抗率は、DC に比較してキャリア濃度が多いことに起因していることをすでに述べたが、そのキャリアの起源も含めて、さらなる研究開発が必要である。

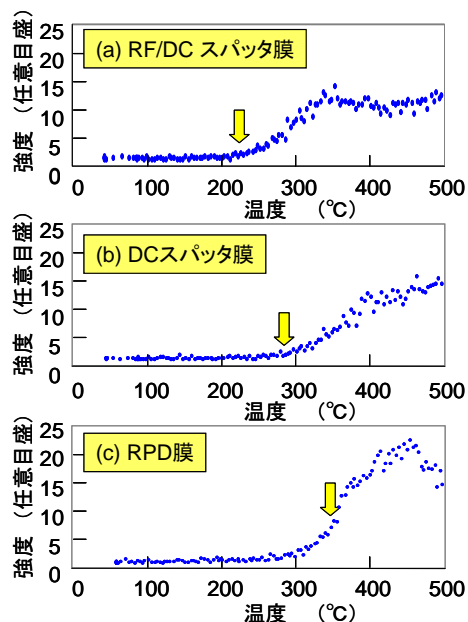


図3. 29 各種製膜法により得られた ZnO 膜からの Zn の昇温離脱特性

iii. 分光学的評価からみた GZO 膜の耐熱性

スパッタ製膜 GZO 膜の抵抗率とその耐熱性は、DC と RF/DC による製膜においてトレードオフの関係にあり、十分な耐熱性を有する低抵抗 GZO 膜を実現するためには、熱処理による物性変化の詳細を理解するとともに、製膜条件、さらには製膜法による違いを検討することによって、製膜技術の高度化を図る必要がある。そこで、RPD 法、DC マグネトロンスパッタ法、RF/DC マグネトロンスパッタ法により製膜した GZO 膜について、熱処理による物性変化を詳細に検討した。

熱処理条件は、200～500℃の温度範囲において、窒素雰囲気中および大気中で30分間熱処理し、冷却後の電気特性を Hall 効果測定により評価した。図3. 30に、RPD 法により製膜したサンプルの熱処理後の

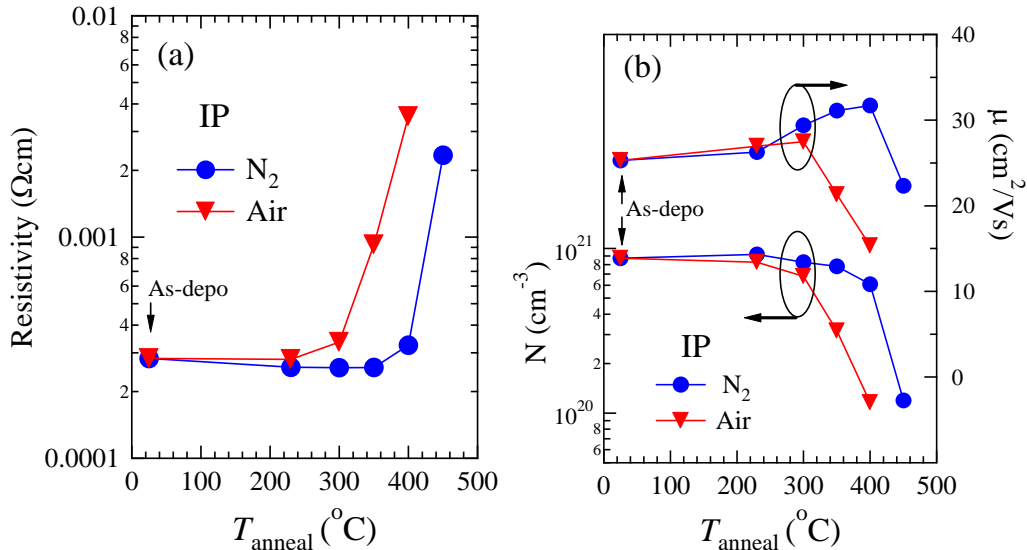


図3. 30 窒素中および大気中での熱処理後の抵抗率、キャリア濃度、ホール移動度

抵抗率、キャリア濃度、ホール移動度の熱処理温度依存性を示す。窒素雰囲気においては、400℃までの熱処理において、キャリア移動度の増加とキャリア数の減少が見られ、400℃以上の熱処理でキャリア濃度、ホール移動度ともに急激に減少し、結果として抵抗率を大きく増大している。この変化は、Zn の昇温離脱の項で示した結果と一致している。それに比較して、大気中の熱処理では、窒素雰囲気中に比較して100℃程度低温の300℃付近から同様の変化が始まっていることが見て取れる。

次に、窒素雰囲気における熱処理後の反射スペクトルおよび透過スペクトルの熱処理温度依存性を図3. 33に示す。As-depo 膜のスペクトルは、近赤外領域でフリーキャリアによる寄与である高い反射率と低い透過率を示している。熱処理温度が高くなるにつれて、透過率が增大し、反射率が減少する様子が見て取れる。この変化は、ホール効果測定で得られたキャリア濃度の変化として定性的に説明できる。

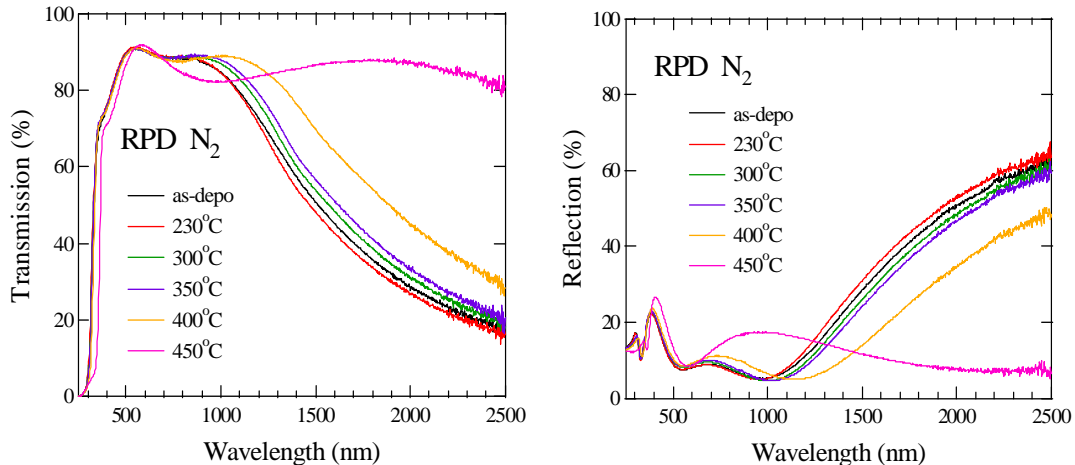


図3. 31 窒素中での熱処理後の光学スペクトルの変化

フリーキャリアの光学応答は、最も単純な理論的アプローチとして Drude モデルが用いられてきた。ここでは、透過・反射スペクトルを Drude モデルにより解析し、光学的移動度 ( $\mu_{opt}$ ) とキャリア濃度 ( $N_{opt}$ ) を見積もった。

GZO 膜の複素誘電率  $\epsilon_{GZO}$  を、 $\epsilon_{GZO} = \epsilon_{T-L} + \epsilon_{Drude}$  とする。 $\epsilon_{T-L}$  は、GZO 膜の光学ギャップを表し、透明導電膜の光学ギャップをよく再現する Tauc-Lorentz 関数を用いた。また、 $\epsilon_{Drude}$  は、Drude モデルによるフリーキャリア応答に対応し、以下の式で表される。

$$\epsilon_{Drude}(E) = -\frac{A_D}{E^2 - i\gamma_D E} = \left( -\frac{A_D}{E^2 + \gamma_D^2} \right) - i \left( \frac{A_D \gamma_D}{E^3 + \gamma_D^2 E} \right)$$

$$A_D = \frac{\hbar^2 e^2 N_{opt}}{m^* \epsilon_0}$$

$$\gamma_D = \frac{\hbar e}{m^* \mu_{opt}}$$

光学モデルとして、空気/GZO 膜/ガラス基板/空気の4層モデルを用い、 $\epsilon_{GZO}$  から反射スペクトルと透過スペクトルを計算した。振動子強度  $A_D$  とブロードニングパラメータ  $\gamma_D$  をフィッティングパラメータとして、最少二乗法により反射・透過スペクトルをフィッティングして求めた。ここでは、有効質量  $m^*$  として既報の経験式 (*H. Fujiwara and M. Kondo, Phys. Rev. B 71, 075109 (2005)*) と、ホール効果測定で得られたキャリア濃度  $N_{Hall}$  を用い、光学的移動度 ( $\mu_{opt}$ ) とキャリア濃度 ( $N_{opt}$ ) を算出した。

$$m^* = (0.280 + 0.010 \times 10^{-20} N_{Hall}) m_0$$

図3. 32に、フィッティング結果の一例を示す。透明な可視光領域で実験結果とモデル計算に違いが見られるものの、ここで注目している近赤外領域のフリーキャリア応答については良好に再現している様子が見て取れる。

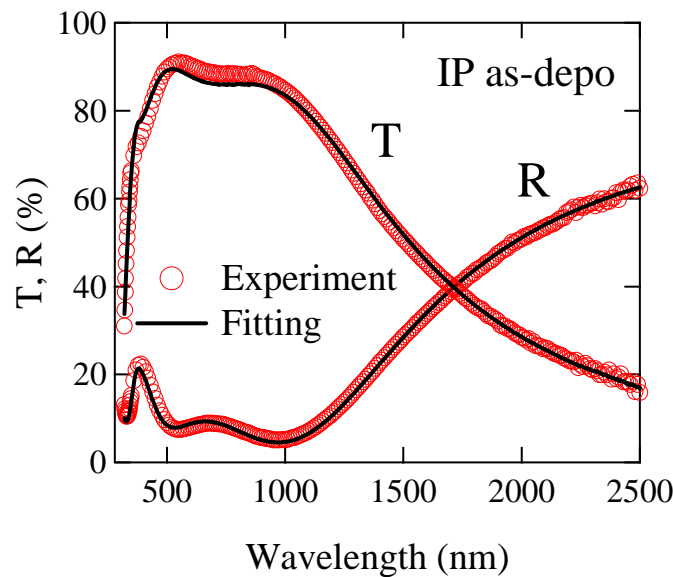


図3. 32 Drude モデルによる反射・透過スペクトルのフィッティング結果

以上の解析により得られた  $\mu_{opt}$  と  $N_{opt}$  を、ホール効果測定結果と比較しながら図3. 33に示す。キャリア数

については、ホール効果で見積もったキャリア濃度と光学的に見積もったキャリア濃度が一致する。しかし、移動度については、窒素雰囲気中の熱処理の場合、400°C以上の温度で光学移動度とホール移動度の振る舞いが異なり、両者の差が大きくなっていく様子が見て取れる。大気中の熱処理ではそのような変化が300°Cから始まっており、温度以外は基本的に同様の変化を示している。

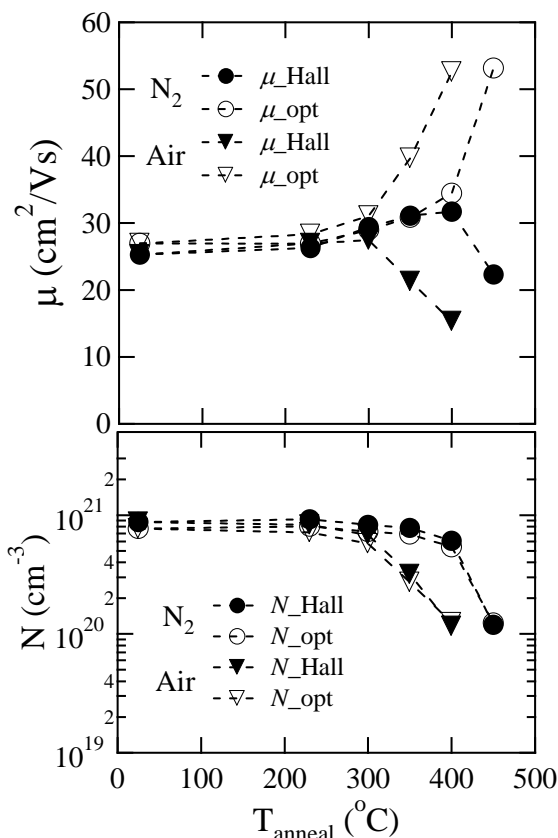


図3. 33 光学的に見積もられた光学移動度およびキャリア濃度のホール測定結果との比較

光に対するキャリア応答から見積もられる光学移動度は、光による電子の振動励起を基に見積もられることから、キャリアの運動は局所的であり、多結晶試料の結晶粒内の特性を強く反映すると考えられている。一方、ホール測定では、多結晶膜の粒界部分の影響も含めた移動度として評価される。よって、光学移動度とホール移動度の違いは、粒界部分の寄与の違いを示唆している。まず、窒素雰囲気での熱処理で説明する。350°C以下の温度では、キャリア数は減少し、光学移動度、ホール移動度ともに増加する傾向がある。これは、キャリアの起源であり、かつ散乱因子として働く欠陥の減少として理解される。前述したように Zn の昇温離脱特性と相関があることから、格子間亜鉛のような欠陥が候補となる。しかし、400°C以上の熱処理では、結晶粒内の移動度を示す光学移動度は、キャリア濃度の減少とともに引き続き増大するが、ホール移動度は減少する。このことは、400°C以上の温度での熱処理では、粒界部分にホール移動度を減少させるような変化が始まる可能性を示唆している。窒素雰囲気 600°Cで熱処理後のサンプルの断面 TEM 像を図3. 34に示す。断面 TEM のエネルギー分散型蛍光 X 線分析(TEM-EDX 分析)により、粒内と粒界部分の Ga と Zn の元素組成比を評価したところ、熱処理後のサンプルでは、粒界部分に Ga が偏析することが分かった。粒界部分に偏析した Ga が絶縁性の化合物を形成すると考えれば、散乱への粒界部分の寄与が大きくなり、ホール移動度が大きく減少することはうまく説明できる。以上の結果から、窒素雰囲気では 400°C以上の熱処理によって、Zn の蒸発や元素の移動など薄膜内部での劇的な変化が始まり、最終的には Ga の粒界偏析が引き起こされることが明らかとなった。

一方、大気中での変化については、光学移動度とホール移動度の振る舞いは、熱処理温度 300°C程度から変化が始まるが、窒素雰囲気と基本的に同様な変化である。この場合も、粒界部分の変化が電気特性の劣化に大きく寄与していると考えられる。比較のために、高純度酸素ガス中での熱処理と比較したところ、大気中の変化とよく一致した。このことは、大気中の電気特性劣化には、大気中の酸素が関与していることを示唆している。



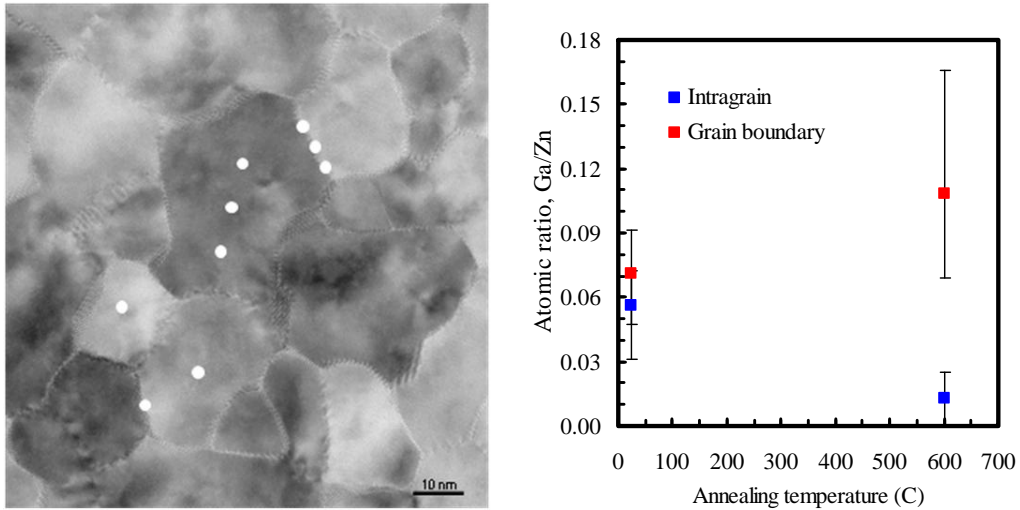


図3. 34 窒素中 600°C熱処理後の断面 TEM 像と EDX による粒内および粒界部分の Ga/Zn の元素組成比

RPD 法により製膜した GZO 膜に関する以上の結果を踏まえて、スパッタ法との比較を示す。窒素雰囲気中、大気中での抵抗変化を、AS-depo 膜の初期抵抗に対する相対値として図3. 35に示す。窒素雰囲気中では、RF/DC<DC<RPD の順番で耐熱性が向上しており、抵抗変化が始まる温度が Zn の昇温離脱とよく相関することは前述の通りであり、結晶中の化学結合状態の違いが強く影響するものと考えられる。しかし、大気中では、300°C以上の温度で抵抗が急激に増加する様子が、3つの製膜法で共通していることがグラフから読み取れる。(ただし、RF/DC では、大気中でも 200°Cからすでに抵抗が増加しており、電気特性劣化の変化は2段階になっている。)この変化に酸素が関与していることはすでに述べた。そして、300°C以上の熱処理では、製膜法によらず急激な抵抗増加を引き起こすことが明らかになった。

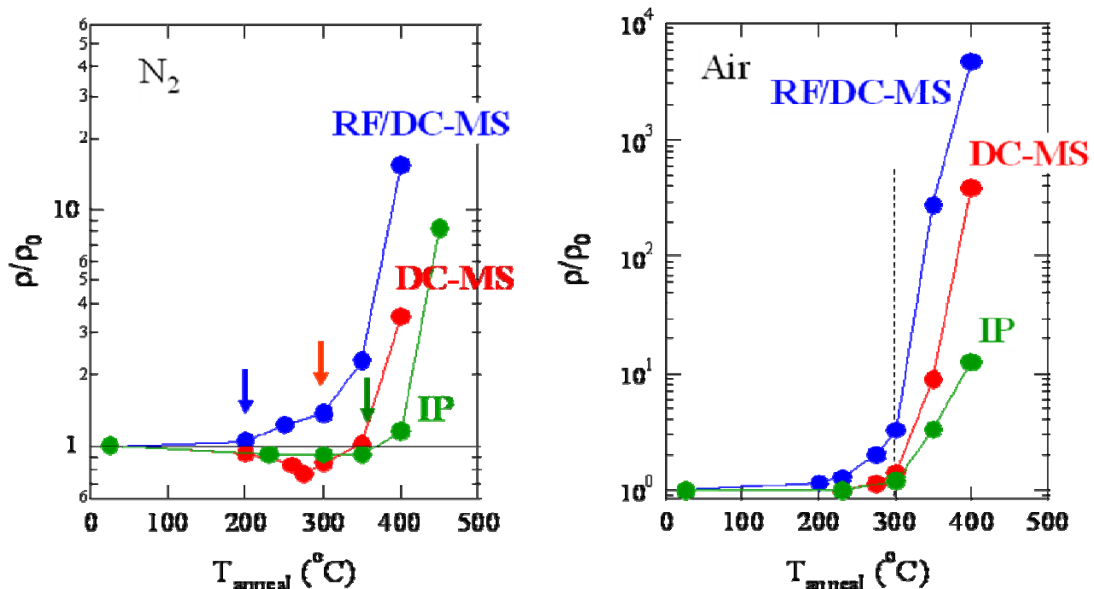


図3. 35 窒素中および大気中の熱処理後の抵抗変化: RPD 法とスパッタ法との比較

DC スパッタ法によって製膜した GZO 膜について、各温度での熱処理後の光学スペクトルから見積もった光学移動度とホール移動度の比較を RPD 法の結果とともに図3. 36に示す。高温での熱処理によって、光学移動度とホール移動度の差が大きくなる様子は、RPD 法の場合と同様である。しかし、スパッタ法の場合には、As-depo 膜の段階で、すでに光学移動度とホール移動度の有意な差が認められた。RPD 法によって製

膜した GZO 膜はスパッタ法に比較して低抵抗率を示した。ホール測定の結果では、RPD 法の場合、スパッタ法に比べて、ホール移動度が大きいことが分かっている。光学移動度においても、ホール移動度の場合と同様、RPD 法による GZO 膜では、DC スパッタ法に比較してより大きな値を示した。これらの結果から、スパッタ法では、RPD 法の場合に比較して粒内の移動度も小さく、さらにキャリア散乱に対する粒界部分の寄与も大きいことが示唆される。定性的には、スパッタ法における高エネルギー飛来粒子によるダメージに由来すると考えられるが、このような評価は ZnO 系透明導電膜製膜用の新規スパッタ製膜技術開発において、さらなる特性向上を図る上での指標となりうる。

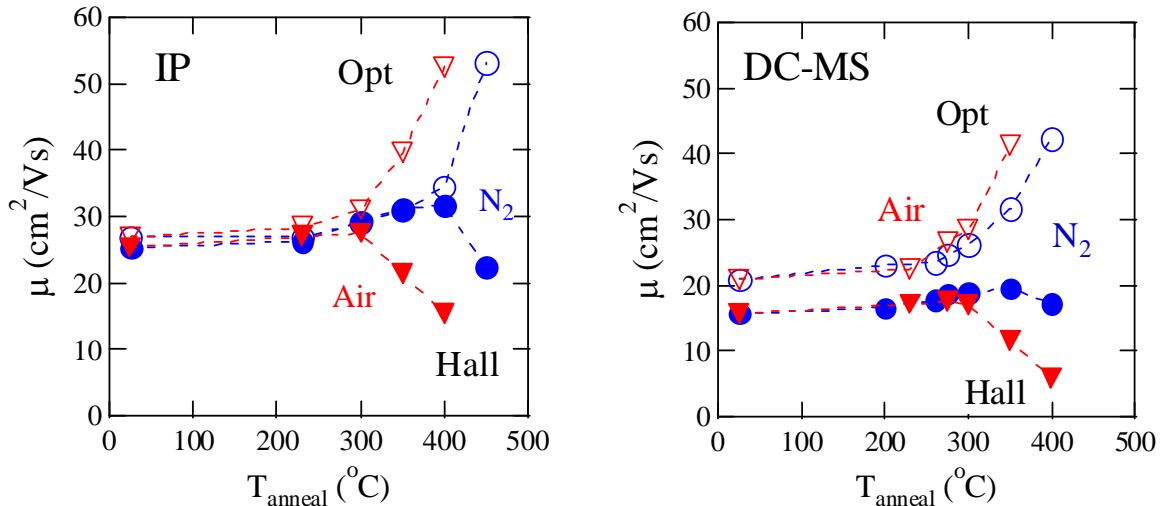


図3.36 RPD 法(左)とDC スパッタ法(右)における光学移動度とホール移動度の熱処理温度依存性

以上のように、GZO 膜の耐熱性について、窒素雰囲気と大気中の熱処理雰囲気、および、RPD 法、RF/DC スパッタ法、DC スパッタ法の3つの製膜法に対する共通点と相違点を比較しながら、それぞれの特徴を明らかにした。スパッタ法において、より低抵抗を示した RF/DC 製膜 GZO 膜の耐熱性については、窒素雰囲気中、大気中ともに 200°C の熱処理でもすでに抵抗が増加した。液晶パネル工程でより重要な大気中での耐熱性向上のためには、Zn の蒸発を抑えるしっかりと化学結合を有する GZO 膜の製膜技術開発が必要である。現有スパッタ装置における現在の製膜条件では、DC マグネトロンスパッタ法の場合、耐熱性がより優れていた。そこで、DC スパッタ法をベースに、製膜条件をさらに検討した結果、膜厚 150nm の GZO 膜において、シート抵抗 24Ω/□、大気中、230°C、30 分の熱処理後の抵抗変化率 5% が得られ、抵抗変化率 10% 以下の目標を達成した。

### (1.3) CF 基板上への GZO 製膜

ガラス基板上の製膜では、スパッタリング法、RPD 法ともに、膜厚 140nm 前後において、シート抵抗 30Ω/sq. 以下の目標値を達成した。しかし、CF 上への製膜の場合には、CF を構成する RGB 顔料や樹脂からのアウトガスなどの問題から、ガラス基板上では見られない様々な不具合が発生する可能性がある。そこで、CF 上での製膜に特有の課題を抽出すること、および、これらを改善することを目的として、液晶ディスプレイで実際に用いられている CF 上への製膜実験を行った。また、ここで得られた知見をもとに、最終的に 3 インチ液晶パネル試作用の CF 基板への製膜をスパッタリング法により実施した。

#### ① RPD 法による CF 基板上への GZO 製膜

基板温度は、CF 基板の耐熱性とプラズマ照射による温度上昇を考慮し、無加熱(室温)および 150°C、酸素流量はガラス上で決めた最適条件 12sccm として、その他のパラメータは前述したガラス基板上への RPD 製膜と同条件にて製膜を行った。

CF 上に製膜した GZO 膜のシート抵抗値を表 3.5 に示す。CF 上への製膜時に同時に製膜したガラス基板上のシート抵抗もリファレンスとして示した。すべてのサンプルについて、CF 上でのシート抵抗値は、ガラス基板上に比較して高くなる傾向にある。図 3.37 に、シート抵抗と膜厚から求めた抵抗率の基板温度依存性のガラス基板上と CF 上の比較を示す。ガラス基板上では、基板温度の増加に伴い抵抗率が減少するの

対し、CF 上では基板温度を高くしても抵抗率は変化しない。ガラス基板に対する CF 上でのシート抵抗の増加率に着目すると、図3. 38に示すように、基板温度の上昇に伴い増加率が增大する様子が見て取れる。これは、CF からのアウトガスといった CF 上への製膜の課題が、基板温度の上昇とともに顕著になったとも推測される。しかし、今回の結果を抵抗率の値でみると、CF 上では基板温度にかかわらず約  $4.5 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$  に留まっていると読むこともできる。

表3. 5 RPD 法により製膜した CF 基板上的シート抵抗値

基板温度	膜厚 (nm)	CF 上でのシート抵抗 ( $\Omega/\text{sq.}$ )	ガラス基板上的シート抵抗 ( $\Omega/\text{sq.}$ )
RT(無加熱)	160	27	21
RT(無加熱)	150	31	24
150 °C	155	28	19

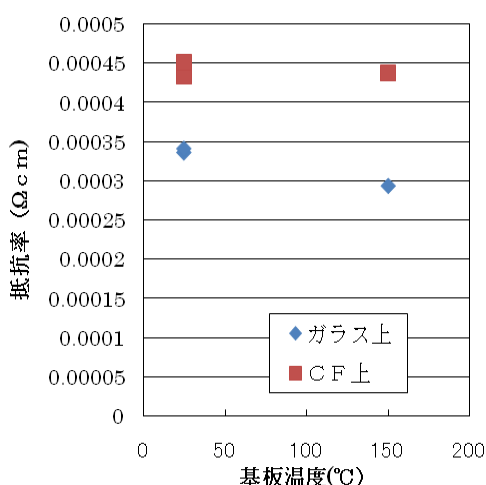


図3. 37 抵抗率の基板温度依存性、ガラス基板上とCF 上の比較

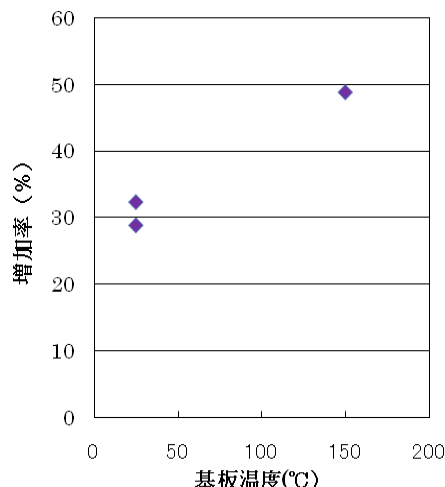


図3. 38 ガラス基板に対するCF 上の抵抗率(シート抵抗)の増加率

次に、GZO 製膜時の CF 基板に対するプラズマの効果についての検討を行った。ここでは、CF のブラックマトリクスに金属 Cr を用いた CF 基板を用いている。図3. 39に、製膜時にチャンバーに導入する Ar 流量を 100 sccm、150 sccm、200 sccm と変化させたときの抵抗率(シート抵抗と膜厚から見積もった)の基板温度依存性を示す。比較のため、同時にガラス基板上に製膜したリファレンスデータも示している。膜厚は、約 150nm である。ガラス基板上では、基板温度上昇に伴う抵抗率の減少傾向がわずかに見られるが、すべての条件において、ほぼ一定の値を示した(シート抵抗にして約  $20 \Omega/\text{sq.}$  程度)。しかし、CF 上の GZO 膜では、基板温度の上昇とともに抵抗率が減少する傾向と、Ar 流量が少ないほどシート抵抗率が小さくなる傾向が見て取れる。基板温度が低く、Ar 流量の大きい場合には、CF 上での課題が顕在化しているとみることもできる。しかし、表3. 5に示した CF 基板の場合には、プラズマダメージの小さい条件(Ar 流量 240sccm)で基板無加熱(室温)においても膜厚 150nm で  $30 \Omega/\text{sq.}$ 程度 ( $4.5 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$ ) が得られたこと、基板温度の上昇とともに CF 上でのシート抵抗の増加率が大きくなったことは矛盾する。よって、この結果は、異なる CF 基板それぞれに応じた製膜条件の最適化の必要性を示唆している。

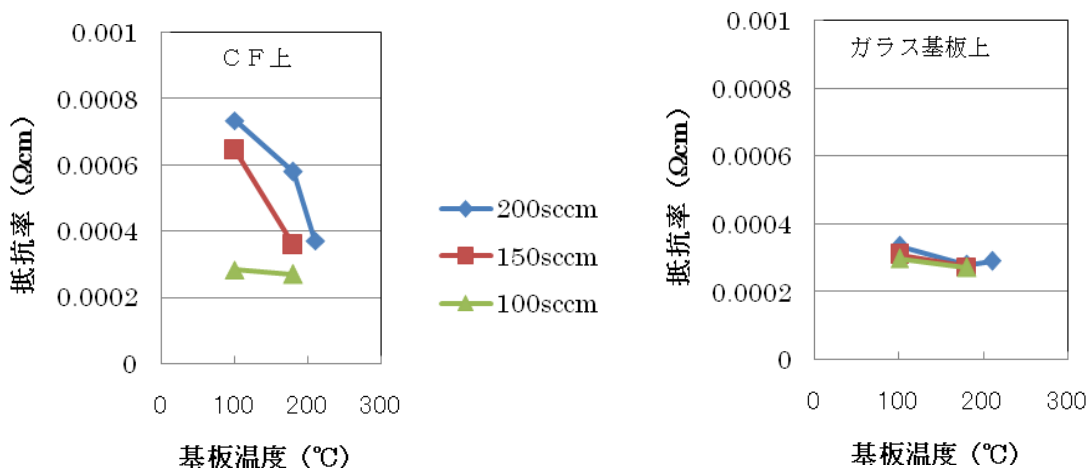


図3. 39 Ar 流量 100、150、200 sccm におけるシート抵抗の基板温度依存性

さて、製膜中に導入する Ar 流量の違いは、製膜室内の真空度を変化させ、飛来粒子の平均自由行程を変化させる役割を担うと考えられる。つまり、Ar 流量が大きいほどチャンバー内圧力が高くなり、飛来粒子の衝突確率が上がることから、飛来粒子のエネルギーが低下し、プラズマダメージが低減すると考えている。実際、RPD 法による樹脂基板上への GZO 製膜では、Ar 流量の多い条件によって、低抵抗 GZO 透明導電膜の形成に成功している。ここでは、ブラックマトリクスに伝導性の Cr を用いているため、膜のシート抵抗には Cr の伝導も寄与している可能性が十分に考えられる。実際、Ar 流量 100sccm の場合、ガラス基板上よりも CF 上で低いシート抵抗値が得られている。シート抵抗における Cr の寄与を見積もることができないことから、今回の結果から確実な結論を得るのは難しいが、少なくとも Ar 流量によりプラズマ条件を変化させることによって、CF へのプラズマ効果、または、CF と GZO との界面状態が変化し、今回得られたシート抵抗の振る舞いが観測されたと推測できる。例えば、CF 表面へのプラズマダメージにより、Cr の伝導が支配的になるなどが考えられる。このような、製膜時のプラズマ状態の変化が、ZnO 透明電極付 CF 基板の特性（例えば、密着性や耐薬品性）に何らかの影響や効果を及ぼす可能性があり、今後検討を進める必要がある。

製膜時のプラズマ状態の制御は、樹脂基板への影響のみならず、GZO 膜の成長特性にも大きく影響する。そこで、ブラックマトリクスとして Cr を含まない前者の CF 基板を用い、プラズマ状態と電気特性の検討を行った。プラズマ状態を制御することにより、図3. 40の矢印のように抵抗が減少し、膜厚 153nm において、CF 上でのシート抵抗 22Ω/□(ガラス基板上 17Ω/□)を得ることができた。図 3.35 右図に示した、ガラス基板上での抵抗値に対する CF 上での抵抗値の抵抗増加率についても、プラズマ状態を制御することによって、増加率も減少している様子が見て取れる。しかし、依然として 30%程度の増加を示し、プラスチック基板を用いた場合や、CF 上の ITO の場合に比較しても大きな値となっている。このような抵抗増加は、CF 上での ZnO 系透明導電膜に特有の課題であることが予想される。

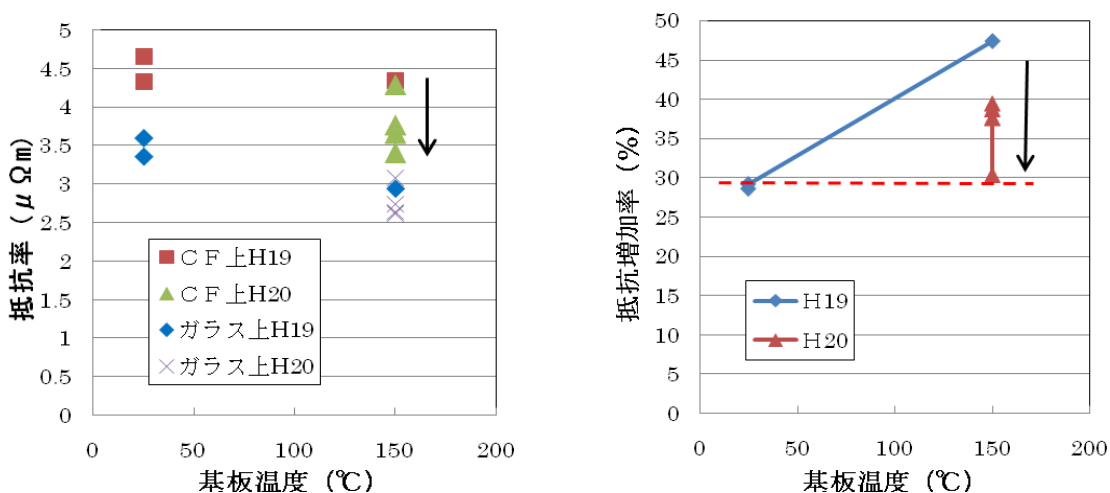


図3. 40 抵抗率(左)とガラス基板上に対するCF上の抵抗増加率(右)の基板温度依存性

② スパッタリング法によるCF基板上へのGZO製膜

ガラス基板上の場合には基板温度 180℃で GZO を RF/DC にて製膜することにより 30Ω/sq 以下(膜厚 150nm)が得られた。ただし、CF 上の場合にはアウトガスなどの問題から様々な不具合が発生する可能性がある。それらの課題を抽出すること、およびこれらを改善することを目的とする。最終的にはパネル試作用の CF 基板(320mm×400mm)に製膜を実施する。図3. 41には CF 基板上に RF/DC および DC にて GZO を製膜した際の R(赤)フィルターの SEM 像を、表3. 6には AFM により計測したそれぞれの画素の表面粗さを示す。これらから、RF/DC の場合には R フィルターの表面凹凸が大きくなっており、フィルターへのダメージが大きいことを示している。それに対して DC は比較的ダメージが緩和されていた。この結果から、DC と RF/DC 法を適切に組み合わせることによりフィルターへのダメージを軽減できると考えられる。また、基板温度は低いほど画素へのダメージは軽減される傾向が見られたので、シート抵抗との兼ね合いも考慮して 150℃程度が適当と考えられる。

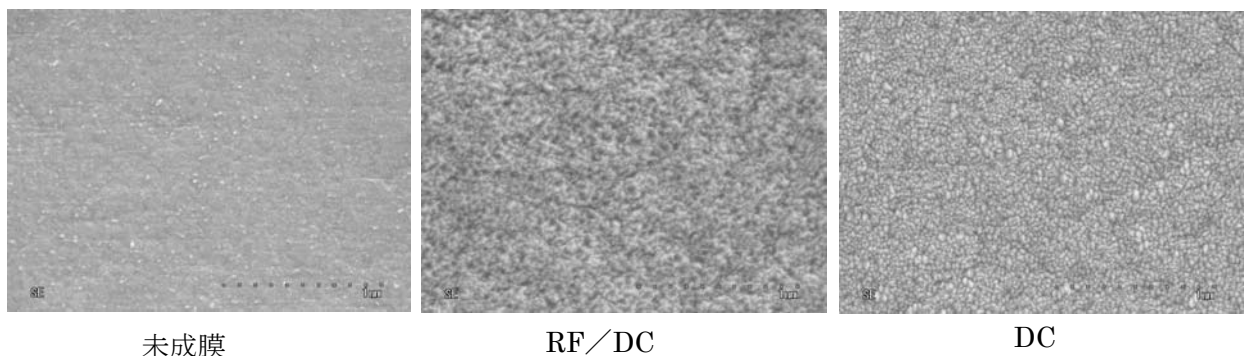


図3. 41 RF/DC および DC にて GZO を製膜した際の R フィルターの SEM 像

表3. 6 AFM により計測したそれぞれの画素の表面粗さ

GZO 製膜条件	R 画素		G 画素		B 画素	
	P-V(nm)	Ra(nm)	P-V(nm)	Ra(nm)	P-V(nm)	Ra(nm)
RF/DC	105.5	12.8	58.1	6.5	101.5	7.2
DC	55.9	5.2	51.8	3.8	68.4	5.8

図3. 42には DC および RF/DC にて GZO を CF 上に製膜した際の基板面内でのシート抵抗のバラツキを示す。基板温度はいずれも 150℃としている。

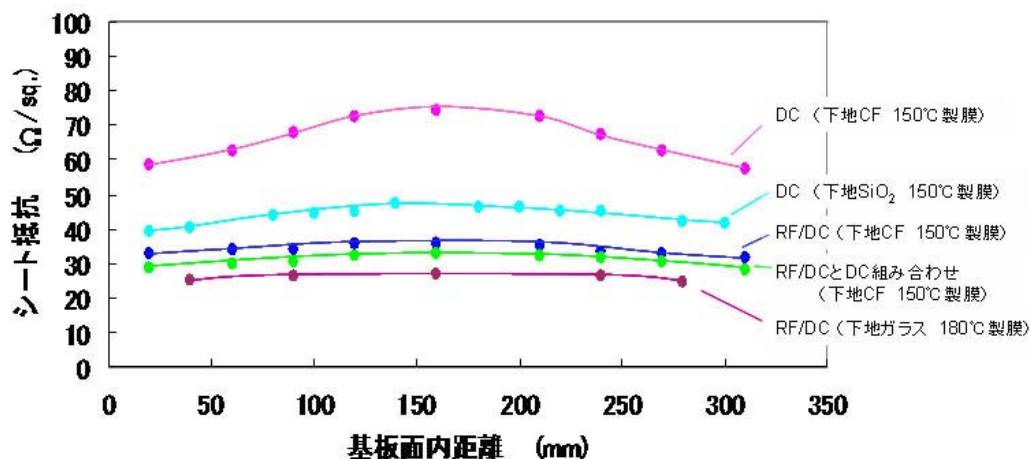


図3. 42 CF 基板面内でのシート抵抗のパラツキ

この図から、CF 基板上の場合には基板中心部付近でシート抵抗が高くなっており、これは CF からのアウトガスの影響が関与しているものと推測される。製膜条件で比較すると面内バラツキは DC ≥ RF/DC であり、DC と RF/DC 適切に組み合わせた場合も比較的緩和されている。また、下地層として SiO<sub>2</sub> を製膜した場合にはアウトガスの影響を抑えることが可能であるためバラツキも緩和され、さらにフィルターへのダメージも軽減された。しかし全体的にシート抵抗は高い値となった。

③ CF 基板上 GZO 膜の構造特性評価

これまで報告したように、CF 上に製膜した GZO 膜では、ガラス基板上の GZO 膜に比較して、電気的特性が悪くなる傾向が見られている。そこで、膜の構造特性の観点から、CF 上とガラス上の比較を行った。図3. 43に、スパッタリング法にて 150°C で製膜した CF 上およびガラス基板上 GZO 膜の XRD の out-of-plane 測定、および、in-plane 測定結果を示す。CF 上の out-of-plane 回折パターンでは、基本的に c 軸配向を示しているが、ガラス基板の場合に比較して(002)回折強度が弱く、配向性が悪くなっていることを示唆している。このことは、in-plane 測定結果に明瞭に現れており、ガラス基板上では観測されなかった(101)、(201)ピークが CF 上のサンプルでは観測された。これらの結果は、同じ条件で製膜した場合でも、CF 上では GZO 膜の配向性が悪くなることを示している。

図3. 44には、RPD 法により CF 上に製膜した GZO 膜の in-plane XRD の結果を示す。スパッタリング膜の結果と同様に、ガラス基板上では観測されない、(101)、(201)回折ピークが観測されており、それはスパッタリング法の場合と同程度であった。

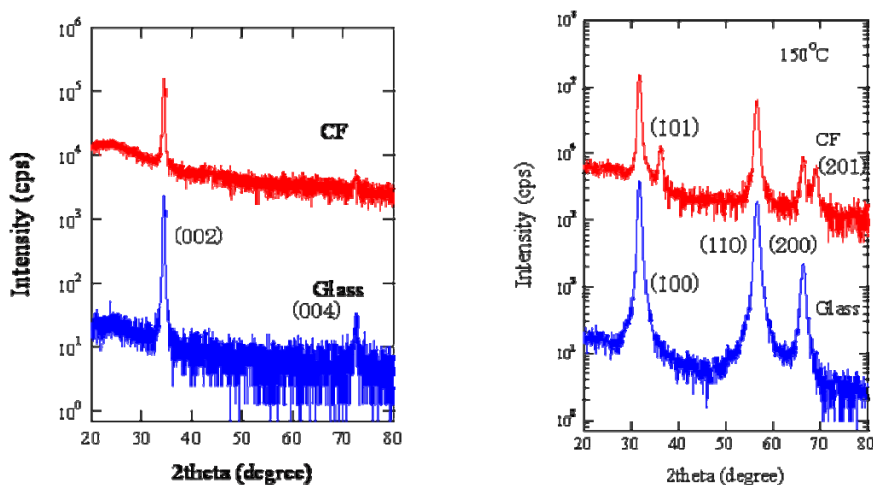


図3. 43 スパッタリング法により製膜した GZO 膜の out-of-plane(左)、in-plane(右)XRD パターンの CF 上とガラス上での比較

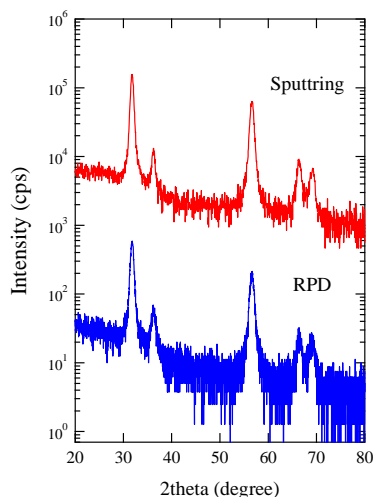


図3. 44 CF上に製膜したGZO膜のin-plane XRDパターンのスパッタリング法とRPD法の比較

ガラス基板と異なりCF上では、樹脂表面の平坦性がガラス基板より悪いこと、RGBの各画素間で段差があること、プラズマダメージにより表面が荒れること、CFからのアウトガスの影響など、結晶配向性を乱す要因がいくつか挙げられる。2.2.2.2(1.3)－①「RPD法によるCF基板上へのGZO製膜」で報告したように、CF基板上ではガラス基板上の抵抗値に対して30%程度の抵抗増加を示した。このCF上での抵抗増加は、CF表面の荒れや画素間の段差など、CF固有の表面形状に起因してZnO系透明導電膜の配向性に乱れが生じ、その結果として膜の電気特性が悪くなってしまったということが考えられる。そこで、CF上にオーバーコート層を施し、GZO製膜に対するオーバーコートの効果について、CF上に直接製膜した場合との比較検討を行った。その結果、オーバーコート付きCF基板上に製膜した場合のシート抵抗値はガラス基板上と同程度であり、CF上のGZO膜の製膜についてはオーバーコート層が大きな効果を発揮することが分かった。

④ CF基板上GZO膜の耐熱特性

RPD法によりガラス基板上に製膜したGZO膜では、耐熱性の中間目標(抵抗変化率 $\leq 10\%$ )は達成できた。しかし、実デバイスへの応用を考えた場合、ガラス基板上で達成された耐環境性が、CF基板上に形成した膜にそのまま当てはめることはできない。ここでは、CF上に製膜したGZO膜の耐熱性を検討した。

図3.45に、基板無加熱(室温)でCF上に製膜したGZO膜について、熱処理(大気中、230°C、30分)前後のシート抵抗変化率を示す。まず、CF上においても熱処理前後の抵抗変化率は10%以内に抑えられており、CF上GZO膜での耐熱性の中間目標を達成した。

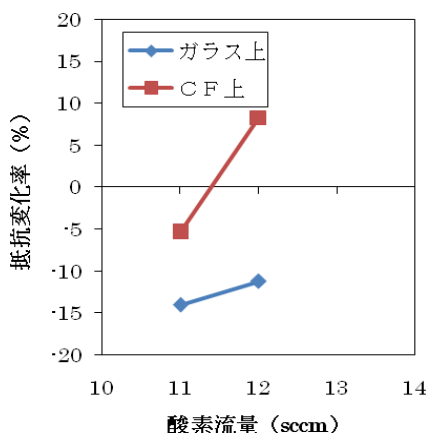


図3. 45 熱処理前後の抵抗変化率の酸素流量依存性

さて、基板無加熱(室温)条件では、ガラス基板上で最適な酸素流量は、12sccm よりも多いと予想されることをガラス基板上の耐熱性評価の項で述べた。しかし、CF 基板上の結果では、酸素流量 11sccm と 12sccm とで、抵抗変化率は減少側から増加側へと移行している様子が見て取れる。これは、酸素流量を精密に制御することで、抵抗変化のない GZO 膜を実現可能であることを示唆している。一方で、CF 上での最適な酸素流量は、ガラス基板上での製膜に比べて低酸素流量側へと変化することも示している。これは、CF からのアウトガス(主に水分)が酸化を促進する役割を担っていることに起因すると考えられる。

スパッタリング法によりガラス基板上に製膜した GZO 膜の耐熱特性に議論を戻す。大気中 230°Cでの耐熱性は RF/DC よりも DC のほうが優れていたが、RF/DC ではもとのシート抵抗が低いこともあり、耐熱試験後で比較しても RF/DC のほうがまだ 10~20Ω 程度低い値であった。そして、前述したように、製膜プロセスの改善により、シート抵抗 24Ω/□で耐熱性における抵抗変化率 10%以下を達成した。一方、スパッタリング法により CF 上に製膜した GZO 膜については、ガラス基板上の膜に比較して耐熱性が悪く、20%程度の抵抗増加が見られた。しかし、オーバーコート付き基板を用いた場合では、抵抗変化率 10%以下の良好な耐熱特性が得られた。

#### (1.4) GZO 膜からの亜鉛の昇温脱離とその影響

亜鉛の昇温脱離特性と熱処理による電気特性変化に相関があることをすでに述べた。しかし、超高真空中での昇温過程に伴う亜鉛の昇温脱離と大気圧不活性ガス中でのアニール後に測定した電気特性とは、実験条件が大きく異なることから直接比較することは難しい。そこで、昇温脱離測定中に昇温を停止することにより GZO 膜から蒸発した亜鉛の量を制御し、GZO 膜からの亜鉛の脱離が電気特性や光学特性に与える影響についてさらなる検討を行った。

図3. 46(左図)に、亜鉛の昇温脱離測定の結果を示す。温度上昇に伴い、亜鉛が脱離する様子が見て取れる。ここで、図に示した T1~T5 の温度で昇温脱離測定の昇温を停止し室温まで降温した。相対的な亜鉛の脱離量は、それぞれの昇温脱離曲線の積分強度から見積もることが出来る。図3. 49(右図)に、亜鉛の脱離曲線の積分値から求めた亜鉛の脱離量を昇温脱離測定の昇温停止温度に対してプロットした。それぞれの点が、T1~T5 まで昇温したサンプルに対応している。なお、グラフ中 25°Cの位置にプロットしたサンプルは、昇温脱離測定を行う前の as-depo 膜を示している。以上のプロセスによって、GZO 膜からの亜鉛の脱離量を変化させた5水準サンプルを準備した。

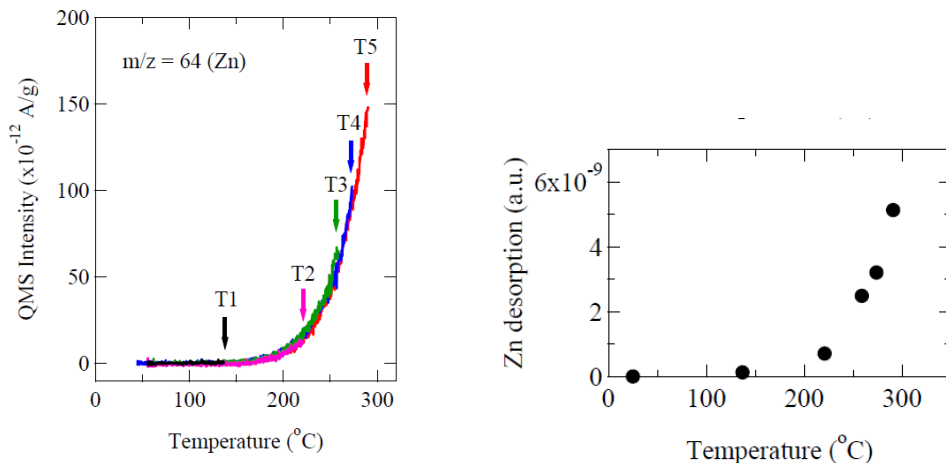


図3. 46 GZO 膜からの亜鉛の昇温脱離曲線(左)と面積強度から見積もった亜鉛の脱離量(右)

図3. 47に、昇温脱離測定後に測定した室温での電気抵抗率、キャリア濃度、ホール移動度を昇温脱離測定の昇温停止温度に対してプロットした図を示す。抵抗率は、温度上昇に伴い変化がほとんど見られず、as-depo 膜の値を維持している。しかし、キャリア濃度とホール移動度の変化をみると、200°C以上まで昇温させた場合、キャリア濃度は減少し、ホール移動度は増大する様子が見て取れる。そして、図3. 46に示した各サンプルからの亜鉛の脱離量と比較すると、キャリア濃度の初期値(as-depo 膜)からの減少量は、亜鉛の脱離量に比例して増加することが分かった。このように比較的低温で GZO 膜から脱離する亜鉛の起源として、



格子間亜鉛、粒界部に存在する結合の弱い亜鉛、酸素欠損近傍の亜鉛など、いくつかの候補が考えられる。亜鉛の脱離とキャリア濃度が強く関連することから、格子間亜鉛が有力候補である。

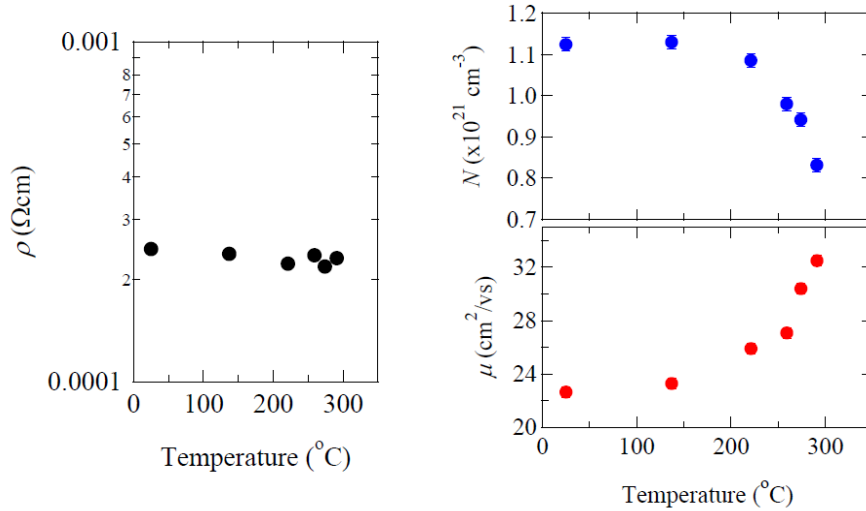


図3. 47 亜鉛の昇温脱離分析後に測定した GZO 膜の室温での電気特性

以上、昇温脱離測定を用いた亜鉛脱離量の制御とホール効果の評価から、亜鉛の脱離が GZO 膜の電気特性に与える影響について明らかにした。また、加熱によって見かけ上の電気抵抗が変化していない場合でも、亜鉛の脱離によってキャリア濃度やホール移動度が変化する可能性があることも判明した。産業応用上は、亜鉛の蒸発が装置の汚染を引き起こす可能性もあり、成膜後工程において成膜温度以上に加熱する場合には注意が必要である。

(1.5) GZO 膜の耐熱特性に対する熱処理雰囲気の影響

図3. 33で示した、RPD 法で成膜した GZO 膜電気特性の熱処理温度依存性について、キャリア濃度に対するホール移動度、光学移動度として図3. 48に改めてプロットする。測定条件は、各雰囲気、各温度で30分間熱処理し、徐冷後に室温でホール効果測定を行った。前述したように、熱処理温度の上昇に伴いホール移動度と光学移動度の振る舞いに違いが生じ、熱処理による劇的な電気抵抗増大の機構として粒界散乱の寄与が示唆された。また、大気中での熱処理では、窒素中での熱処理に比較してより低温から抵抗の増大が生じた。そこで、GZO 膜の耐熱特性に対する雰囲気の影響を理解するために、フォトルミネッセンス、電気特性の温度依存性といった実験手法を用い、それぞれの違いを比較検討した。

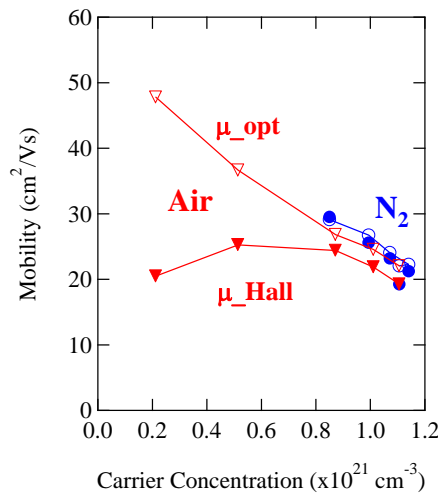


図3. 48 窒素中および大気中で熱処理後のホール移動度、光学移動度とキャリア濃度の関係

熱処理前後におけるGZO膜の発光スペクトルでは、バンド端近傍にブロードな発光が観測され、熱処理温度に依存して系統的に変化した。大気中、及び、窒素雰囲気での熱処理後の発光強度の熱処理温度依存性を図3. 49(左図)に示す。この結果を図3. 49(右図)に示したホール移動度とキャリア濃度の熱処理温度依存性と比較すると、発光強度はキャリア濃度と同様の変化を示すことが分かった。一般的に、N型の半導体ではキャリア濃度の増大に伴い発光強度が増大することが知られており、GZO エピタキシャル薄膜におけるフォトルミネッセンスのキャリア濃度依存性においても同様の振る舞いが報告されている。しかし、大気中での熱処理と窒素中での熱処理で同じキャリア濃度のサンプルで比較すると、窒素中での熱処理の場合がより発光強度が強いことから、大気中の熱処理ではキャリアトラップが多く存在することが示唆された。また、大気中の熱処理では、温度の上昇とともに深い準位からの発光が現れ、酸素由来のキャリアトラップの形成が示唆された。これは、電気特性の温度依存性にもその影響が明確にみられた。窒素中で熱処理した試料では、フォノンによるキャリア散乱が温度依存性を支配しているのに対し、キャリアトラップの形成が示唆される試料では、低温でホール移動度が減少する粒界散乱に起因する振る舞いが観測された。

光学移動度による検討も含めたこれまでの結果から、大気中での熱処理では、大気中の酸素によって酸素由来のキャリアトラップ準位が形成され、キャリア濃度の減少、粒界散乱によるホール移動度の減少により、抵抗率が增大すると考えることができる。

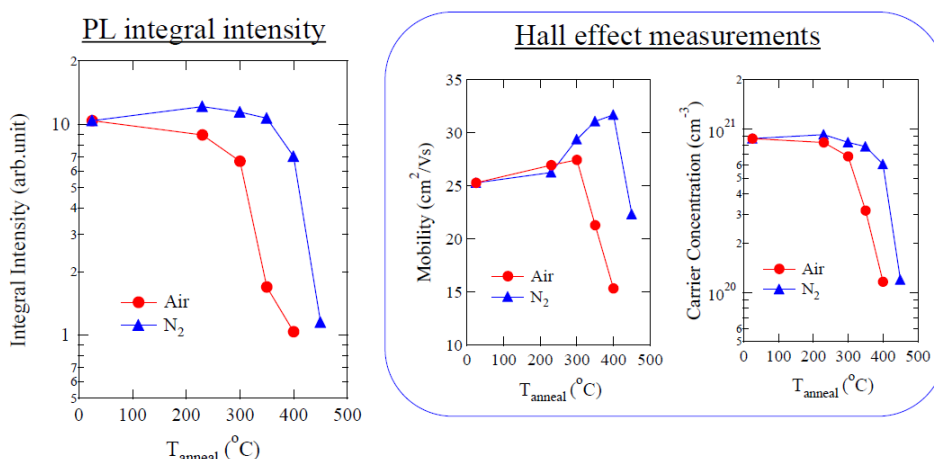


図3. 49 大気中および窒素中での熱処理後の発光スペクトルの強度とホール測定結果との比較

前節(1. 4)では、真空中での昇温に伴う亜鉛の脱離がGZO膜の電気特性に影響することを明らかにした。そこで、大気中、窒素中、350°Cで熱処理した後のGZO膜について、亜鉛の昇温脱離特性を測定した前後での電気特性変化を調べた。窒素中350°C熱処理試料では、昇温脱離測定後、キャリア濃度が減少し、ホール移動度は増大した。一方、大気中350°Cで熱処理した試料では、昇温脱離測定後、キャリア濃度、ホール移動度ともに増大し、電気特性が回復した。このことは、大気中での熱処理によって形成された酸素由来のキャリアトラップは、真空中での加熱によってアニールアウトされると解釈することが出来る。

以上のように、GZO膜の耐熱特性において、亜鉛や酸素の吸着脱離現象がGZO膜の電気特性に深く関与していることを明らかにしてきた。学術的には、昇温脱離する亜鉛の起源や吸着酸素の化学状態が、未解明の課題として残っている。今後の解明に期待したい。

### (1.6) RPD法によるGZO膜の耐湿熱特性の向上

2.2.2.2(1.1)で示したように、RPD法により成膜したGZO膜の耐湿熱特性では、高酸素流量条件で成膜した厚さ数nmの高抵抗キャップ層が一定の効果を示すことが明らかとなった。しかし、目標である10%以下の抵抗変化率を膜厚100nmで達成するためには、GZO膜自体の耐湿熱特性の向上が必要不可欠である。そこで、RPD法において良好な電気特性が得られる基板温度200°Cに条件を設定し、(1)成膜時の酸素流量制御、(2)Ga濃度制御、(3)薄膜マイクロ構造制御、(4)第2の添加元素効果といった複数のアプローチによって、耐湿熱特性の改善を目指した。なお、ここで行った耐湿熱試験の条件は、温度60°C、相対湿度95%、500時間である。

①成膜時酸素流量および Ga 濃度の制御

基板温度 100~150°Cで樹脂上での GZO 成膜に最適化した成膜条件では、GZO 膜の耐湿熱特性に対する成膜時の酸素流量制御の効果や影響は明確に観測されなかった。しかし、高酸素流量キャップ層が一定の効果を示すことから、酸素流量が耐湿熱特性に影響を与える可能性は残されている。そこで、基板温度 200°Cのガラス基板上で低抵抗 GZO 膜の実績のある成膜条件を用いて、成膜時の酸素流量が耐湿熱特性に与える影響について改めて検討した。

図3. 50に膜厚 200 nm の GZO 膜に対する耐湿熱特性の成膜時酸素流量依存性を示す。低抵抗を実現する酸素流量 10 sccm では抵抗変化率が大きくなっているが、酸素流量の増加に伴い変化率は減少し、酸素流量 15 sccm を超えると抵抗変化率 10 %以下に抑えられている傾向が明確に観測された。図##に耐湿熱試験前後におけるキャリア濃度とホール移動度の変化率を示す。ホール移動度の変化率は酸素流量や Ga 濃度にそれほど大きく依存せず概ね 10%以下に抑えられている。一方、キャリア濃度の減少は低酸素流量側で顕著であり、酸素流量の増大に伴い変化率が減少していく。このように、GZO 膜の耐湿熱特性に対する酸素流量依存性を検討し、原料タブレットへの Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の添加濃度 4wt%で得られる低抵抗成膜条件で成膜した GZO 膜では、主にキャリア濃度の減少により耐湿熱試験後の抵抗が増大することが分かった。そして、酸素流量を調整することによりキャリアの減少率は抑えられ、耐湿熱試験前後での抵抗変化率 10%以下の GZO 膜が得られることが分かった。

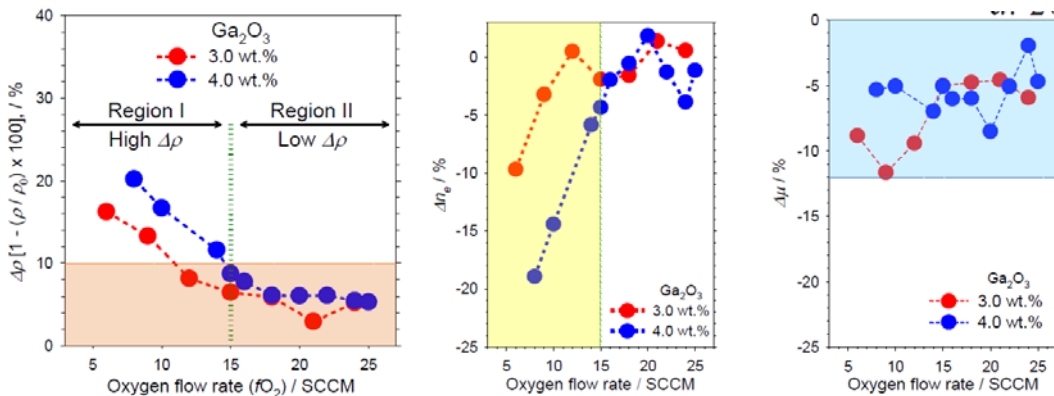


図3. 50 GZO 膜の耐湿熱特性に対する成膜時の酸素流量依存性：  
左から、抵抗変化率、キャリア濃度変化率、ホール移動度変化率

基板温度 120°Cとやや低温で成膜した場合の例ではあるが、RPD 法で成膜した GZO 膜の光吸収スペクトルの酸素流量依存性を図3. 51に示す。低酸素流量で成膜した場合の光吸収スペクトルでは、近赤外域のフリーキャリア吸収、紫外域のバンド間基礎吸収に加えて、可視光領域のギャップ内吸収が観測されている。昇温脱離測定後の分光測定から、この吸収帯は GZO 膜からの亜鉛の昇温脱離によって減少することが分かった。よって、低酸素流量で製膜された GZO 膜で観測される可視光領域の吸収帯は亜鉛関連の欠陥に起因した吸収である可能性がある。また、過去に報告されたラマン散乱の結果でも、低酸素流量において酸素欠陥のピークが観測されている。これらのことから、RPD 法により比較的低酸素流量条件下で成膜した GZO 膜では、過剰亜鉛、または、酸素欠損状態が存在すると考えられる。そして、そのような膜では耐湿熱特性における抵抗変化が大きい。

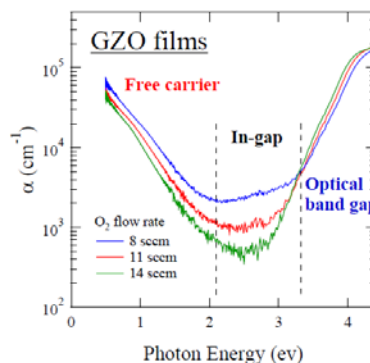


図3. 51 GZO 膜の光吸収スペクトルの酸素流量依存性

膜厚 200 nm で得られた耐湿熱性に対する酸素流量依存性の結果をもとに、酸素流量をキャリア濃度変化の少なくなる 18 sccm と固定して、膜厚 150 nm の GZO 膜についてドーパントである Ga 濃度依存性を検討した。図3. 63に耐湿熱試験前後での電気特性変化の Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 添加濃度依存性を示す。予想されたように、キャリア濃度の変化はすべての組成において 10%以下の減少に抑えられ、2.5~5wt%ではほとんど変化していない。一方、ホール移動度は、耐湿熱試験前後で約 10%程度減少しており、変化率は Ga の添加濃度にほとんど依存しない振る舞いが見て取れる。抵抗変化率でみると、Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 添加濃度 5wt%、6wt%において、抵抗変化率 10%以下を示した。

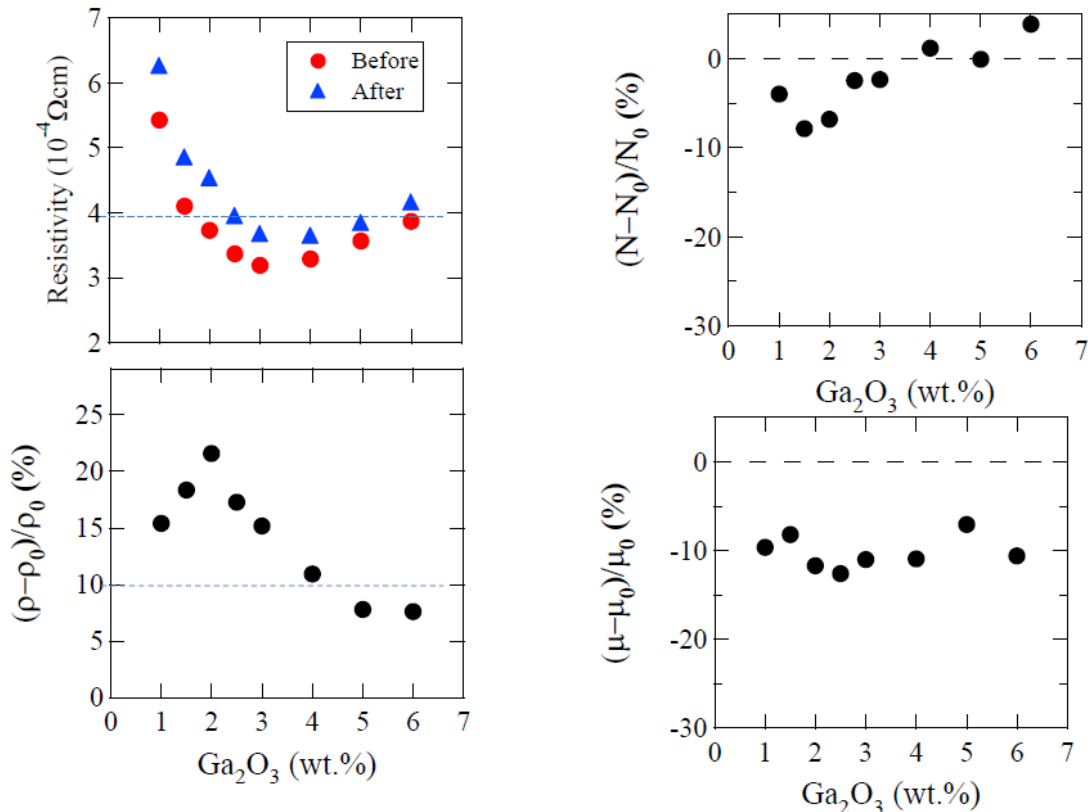


図3. 52 GZO 膜の耐湿熱特性に対する Ga 濃度依存性：耐湿熱試験前後の抵抗率(左上)、抵抗変化率(左下)、キャリア濃度変化率(右上)、ホール移動度変化率(右下)

以上、酸素流量、Ga 濃度の検討から、Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 添加濃度 5wt%を原料とした膜厚 150 nm の GZO 膜において、初期の抵抗率  $3.6 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$ 、耐湿熱試験前後の抵抗変化率 8%を実現し、膜厚 150 nm で抵抗変化率 10%以下の目標を達成した。

②薄膜マイクロ構造制御

RPD 法によってガラス基板上に成膜した多結晶 GZO 膜は、柱状構造と高いc軸配向性を示す。膜厚の増加とともに、c軸配向性は向上、結晶子サイズは増大、そして抵抗率が減少することが分かっている。しかし、これら薄膜マイクロ構造と膜の耐湿熱特性の関係については不明であった。一方、酸化物ナノシートをシード層とした薄膜配向性の制御が提案され、酸化物多結晶薄膜の成膜に適用されている。そこで、2次元六方格子を有するタングステン酸化物ナノシートを付与したガラス基板を用いて GZO 膜の薄膜マイクロ構造を制御し、薄膜マイクロ構造の制御が耐湿熱特性および電気特性に与える効果について検討した。用いたタングステン酸化物ナノシートは、厚さ 1.8 nm、大きさが数 100 nm 程度であり、無数のナノシートがガラス基板上に敷き詰められている。このテンプレート基板上にGZO膜を成膜した場合、c軸配向性は向上し、結晶子サイズは増大し、期待した変化を実現できた。

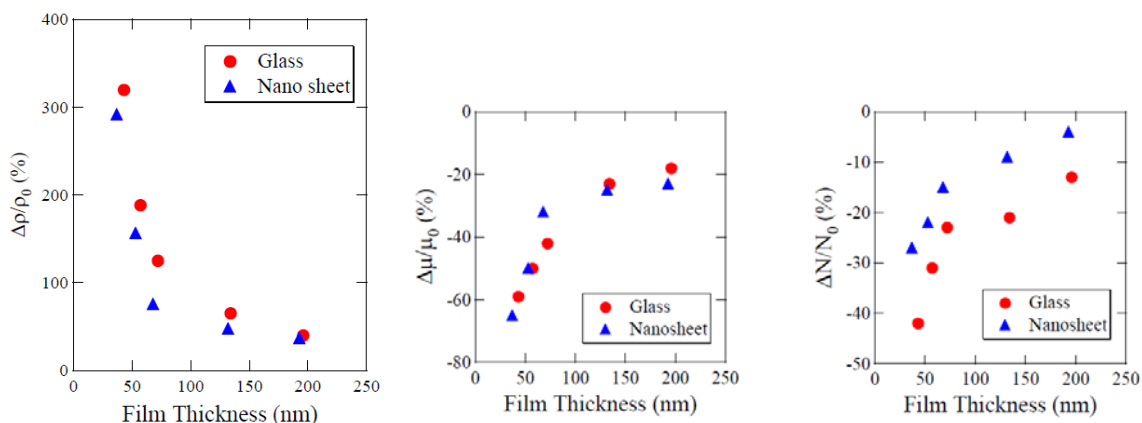


図3. 53 耐湿熱試験前後での抵抗変化率、ホール移動度変化率、キャリア濃度変化率：  
ナノシート上とガラス基板上の比較

図3. 53に、抵抗率、ホール移動度、キャリア濃度の耐湿熱試験前後の変化率を示す。ナノシートシード層の有無に関わらず膜厚の減少に伴い、抵抗変化率が劇的に増大していく様子が見て取れる。すべての膜厚について、ナノシートシード層上に成膜した GZO 膜の抵抗変化率は、ガラス基板上に直接成膜した場合に比べて減少した。膜厚 70 nm 程度での抵抗変化率は、ガラス基板上で 125%の抵抗増加、ナノシートシード層上では 76%の抵抗増加となっており、ナノシートシード層を用いたマイクロ構造制御の効果は見られた。これらの試料の成膜条件は、低抵抗が得られる酸素流量 8 sccm で成膜している。酸素流量を調整した場合のある程度の改善は期待できるが、膜厚 100 nm 程度で抵抗変化率 10%以下を達成するには十分とは言えないものであった。

### ③ 第2の元素添加効果

Ga を添加した ZnO 膜に第 2 の元素を共添加することによる耐湿性の向上を試みた。その結果、GZO 膜への微量のインジウムの添加が、電気特性、光学特性を大きく劣化させることなく耐湿性を向上させることを見出した。表3. 7に、Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の添加量を 3wt%、4wt%と変化させた場合の GZO 膜と、3wt%の GZO に In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を 0.5 wt%添加した場合の電気特性・光学特性を示す。膜厚は、150nm である。Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の添加量 3wt%の GZO 膜に対して、Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を 4wt%に増加させた場合、ドーパントの増加によりキャリア濃度は増加する。そして、キャリア濃度が増加することによりイオン化不純物散乱の寄与が大きくなり、ホール移動度は減少している。次に、Ga3wt%の GZO に In を添加した場合、同様にキャリア濃度は増加し、移動度が減少する振舞いが観測された。図3. 54に分光透過スペクトルを示す。キャリア濃度の変化に応じて、近赤外域の透過率が変化しているが、400~800 nm の可視光領域では、In の添加によっても大きな変化はなく高い透過率を示している。可視光領域の平均透過率(表中)でも、In を添加した GZO 膜で 86.6 %と GZO 膜と同程度の高い透過性を維持している。このように、In 共添加 GZO 膜では、抵抗率、透過率ともに、GZO 膜と遜色ない特性を示すことが分かった。

表3. 7 膜厚150nm のGZO膜およびIn共添加GZO膜の電気特性

Dopant	Surface resistivity (Ω/□)	Volume resistivity (Ω・cm)	Hall Mobility (cm <sup>2</sup> /Vs)	Carrier Concentration (/cm <sup>3</sup> )	Transmittance <sup>1)</sup> (%)
GZO 3wt%	19	2.8 × 10 <sup>-4</sup>	26.9	8.23 × 10 <sup>20</sup>	87.0
GZO 4wt%	16	2.4 × 10 <sup>-4</sup>	21.5	1.26 × 10 <sup>21</sup>	86.9
<b>GZO 3wt% + In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>0.5wt%</b>	<b>19</b>	<b>2.9 × 10<sup>-4</sup></b>	<b>21.4</b>	<b>1.01 × 10<sup>21</sup></b>	<b>86.6</b>

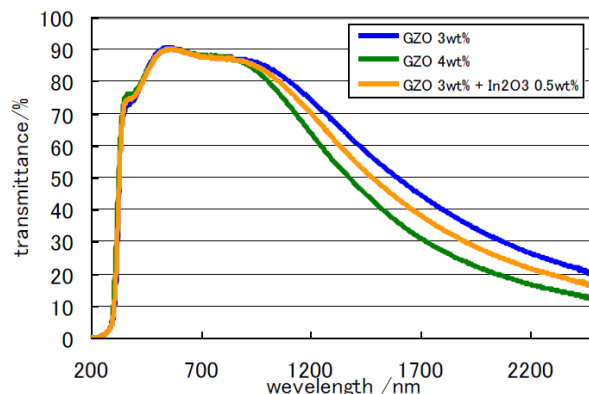


図3. 54 GZO 膜と微量の In を共添加した GZO 膜の分光透過スペクトル

次に、耐湿熱試験前後のシート抵抗の変化率を表3. 8に示す。4wt%の GZO 膜が 34%の抵抗増加を示したのに対し、In を共添加した場合は 14%の増大に抑えられている。このように、1wt%以下と極微量の In の添加が GZO 膜の耐湿熱特性の向上に寄与することが分かった。

表3. 8 耐湿熱試験前後のシート抵抗と抵抗変化率

Dopant	Before ( $\Omega/\square$ )	After ( $\Omega/\square$ )	Increase Rate (%)
GZO 3wt%	19	31	69
GZO 4wt%	16	21	34
<b>GZO 3wt% + In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.5wt%</b>	<b>19</b>	<b>22</b>	<b>14</b>

#### ④ 酸素流量制御と In 共添加による GZO 膜の耐湿熱性向上

成膜時の酸素流量制御、Ga 濃度制御、薄膜マイクロ構造制御、第2の添加元素効果といった複数のアプローチで得られた知見をもとに、成膜時の酸素流量制御と In 共添加の In 添加濃度の最適化を行った。その結果、膜厚 150nm の ZnO 透明導電膜において、抵抗率  $3.1 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$ 、耐湿熱試験前後の抵抗変化率 9% を達成し、前述した Ga 単独ドーピングの結果よりもさらに低抵抗な GZO:In 膜で高耐湿性膜を実現した。また、膜厚 100nm の膜においても、抵抗率  $4.3 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$ 、耐湿熱試験前後の抵抗変化率 7% を実現し、膜厚 100 nm 以下程度において抵抗変化率 10% 以下とした最終目標を達成した。

## (2) 耐薬品性膜の開発

液晶ディスプレイの実プロセスでは、プロセスで用いられる様々な薬液に対して、はがれや目減り、抵抗変化、光学特性の変化の少ない耐薬品性の ZnO 膜が求められる。本研究開発事業では、ZnO 膜の CF 側透明電極への応用を念頭に、配向膜塗布の際に使用する有機溶剤に対し、はがれ、目減りを失くすこと、抵抗変化率  $\leq 10\%$  達成を中間目標とする。平成 19 年度は、CF 側透明導電極を想定した膜厚 140nm 前後で、配向膜塗布に使用する溶剤「N-メチル-2ピロリドン(N-Methyl-2-pyrrolidone)」を用い、「室温・10 分浸漬の下で抵抗変化率  $\leq 15\%$ 」を当面の目標として研究開発を行った。

### (2.1) スパッタ法製膜 GZO 膜の耐薬品性評価

耐薬品性については、GZO 膜そのものの耐薬品性、CF 上に GZO 膜を製膜した部材としての耐薬品性の両面からアプローチする必要がある。そこで、ガラス基板上に製膜した GZO 膜、および、CF 上に製膜した GZO 膜それぞれについて評価を行った。また、薬液は、後述する研究開発項目③の試作工程で使用する薬液を選択した。

図3. 55に、RF/DC スパッタリング法でガラス基板上に製膜した GZO 膜について行った、4種類の有機溶剤への浸漬、および、大気中 230°Cでの熱処理(プロセス4)の前後でのシート抵抗を示す。4および5のプロセステストにおいてシート抵抗の増加が見られた。4は前述した耐熱性の評価である。N-メチル-2ピロドリン(プロセス2)に対しては、浸漬前後でシート抵抗の変化は見られなかった。プロセス5の工程では、有機溶剤を飛ばすための熱処理プロセスが入っていることから、GZO 膜の材料として耐有機溶剤性の課題としては、熱処理工程を伴うプロセスに課題があると考えられる。

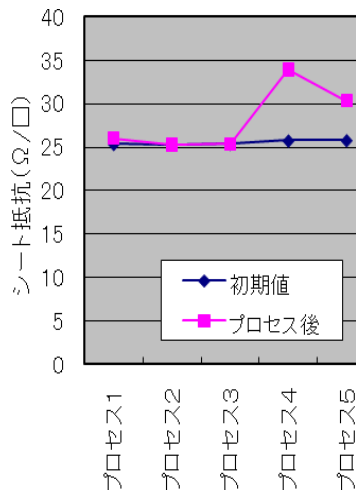


図3. 55 有機溶剤等に対する耐性試験(シート抵抗)

CF 上にスパッタリング法で製膜した試料についても、同様のテストを行った。CF 上では、シート抵抗変化とともに、膜の剥がれにも着目した。シート抵抗については、ガラス基板上と同様に、熱処理プロセスが課題であることが分かった。目標として設定した N-メチル-2ピロドリンについては、例えば基板温度 150°Cで RF/DC により製膜した CF 上 GZO 膜について、薬液浸漬前後での抵抗変化率が 1.5%であり、目標を十分に達成できた。膜の剥がれについては、光学顕微鏡による外観観察を行った。樹脂に対して最も厳しいと考えられる N-メチル-2ピロドリンへの浸漬においても、異物またはピンホールに起因すると考えられる部分で CF 樹脂の変質が観測されたが、膜の剥がれの問題は見られなかった。また、異物等に起因した問題については、基板洗浄や製膜プロセスの最適化で解決可能である。

## (2.2) RPD 法製膜 GZO 膜の耐薬品性評価

RPD 法により CF 上に製膜した GZO 膜については、シート抵抗変化、膜剥がれなどの外観変化に加え、光学特性変化の評価を行った。表3. 9に、有機溶剤への浸漬後の外観および光学特性の評価結果を示す。N-メチル-2ピロドリンに対して、シート抵抗については、スパッタ膜と同様大きな変化がなかったが、外観については特定の画素で異常が観測された。光学特性については、有機溶剤による変化は観測されなかった。しかし、大気中 230°Cでの熱処理に対して、B 画素でのみ光学特性に変化が観測されたことを付け加えておく。このように、CF 上の ZnO 透明導電膜では、RGB の画素それぞれの特性が深く関係することから、各プロセスを最適化する上で注意が必要である。また、RPD により製膜した今回の GZO 膜では、CF と膜の密着性にも課題が見られた。

表3. 9 CF 上に RPD 法で製膜した GZO 膜の各種有機溶剤に対する耐性テスト結果

有機溶剤	外観	光学特性
NMP	R 画素にて膨潤あり	異常なし
有機溶剤1	R 画素にて膨潤あり	異常なし
有機溶剤2	異常なし	異常なし
有機溶剤3	異常なし	異常なし

### 2.2.2.3 大型液晶パネルの応用開発

#### (1) CF 側電極の開発

CF 基板上への GZO 膜の製膜条件と膜特性の詳細については、2.2.2.2 項の「透明導電膜部材 (ZnO 薄膜) の開発」の中で報告した。ここでは、実際の液晶ディスプレイ製造プロセスの観点から、CF 側透明電極としての ZnO 系透明導電膜応用上の課題の抽出とその解決を目指した。

#### (1.1) スパッタリング法による試作用 GZO 透明導電膜付 CF 基板の作製

2.2.2.2 項で報告したように、DC と RF/DC の膜構成や膜厚を最適化することによって現状における最適な特性をもった GZO を製膜することが可能となった。表 3. 10 には、パネル評価サンプルと一連の実験で得られた性能比較を示す。ITO はリファレンスとして製膜を行ったものであり、これとパネル性能を比較することで課題点の抽出を行う。

表 3. 10 パネル評価用サンプルと一連の実験で得られた性能比較

製膜内容	シート抵抗	透過率	画素のダメージ	シート抵抗のバラツキ	耐熱性
RF/DC	○	○	×	○	(△)
DC と RF/DC 組み合わせ	○	○	△	○	(○)
下地層 SiO <sub>2</sub> あり	×	○	○	○	-
ITO	◎	△	○	-	-

※“ 下地層 SiO<sub>2</sub> あり ”の GZO 製膜条件は DC と RF/DC 組み合わせ

#### (1.2) CF 上 GZO 膜の表面構造評価

CF 上に製膜した GZO 膜の表面構造は、配向膜との密着性において液晶パネル試作工程に影響する可能性が懸念される。図 3. 56 に、CF 上に RPD 法により製膜した GZO 膜の AFM により測定した表面モフォロジの一例を示す。表面粗さは、Ra = 1.44 nm であり、ガラス基板上に比較すると表面粗さは増加する傾向にある。また、スパッタ法により CF 上に製膜した GZO 膜の表面粗さは、表 3.5 に示したように、DC マグネトロンスパッタ法で 3.8~5.8 nm、RF/DC では 6.5~12.8 nm であり、RPD 法の GZO 膜に比較して表面粗さが大きいことが分かった。

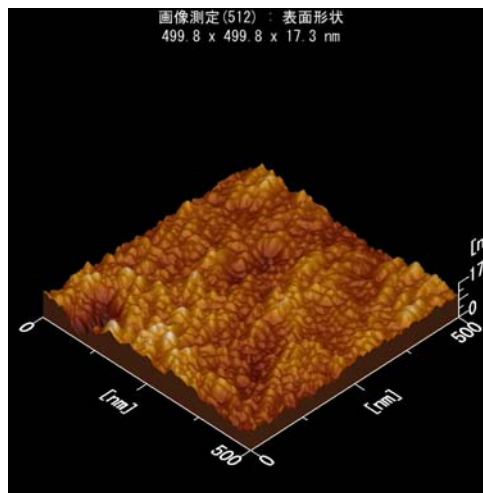


図 3. 56 CF 上の GZO 膜の表面モフォロジ



### (1.3) 液晶パネル試作工程と膜の密着性

(平成19年度—平成20年度)

GZO 膜の機械特性評価の図3. 10に述べたように、100 nm 前後の膜は 1GPa 程度の強い圧縮応力を有する。このため CF 側電極として GZO 膜を用いた場合、パネルへの組立工程で加わる機械的襲撃により膜の剥離が心配された。そこで本年度の試作では「ITO 電極を用いたからフィルターと同じ工程で組み立てたときにどのような問題が生じるか」との観点からパネル組み立てを行った。すなわちカラーフィルター上への GZO 製膜工程以外は、従来の ITO 電極と全て同じ工程とした。接着性が関係する工程は種々あるが、その結果をまとめると以下のとおりである。なお、GZO 製膜後のパネル組み立て工程流れ図は後述の 2.3.3. 液晶パネルの試作と評価のところで説明するので参照されたい。

- ・ 配向膜形成(ポリイミド塗布)工程:この工程では塗布の際の GZO との濡れ性が懸念された。しかし塗布材がはじかれるような問題は生じなかった。
- ・ 配向膜硬化(焼成)工程:塗布した配向膜を焼成過程での剥がれを注意したが、目視レベルではほとんど変化無く、問題は生じなかった。
- ・ 配向処理(ラビング)工程:液晶を一定方向に配向させるため、配向膜表面に機械的に擦過傷を付ける。この擦過工程により配向膜、GZO 膜そしてカラーフィルターの剥がれなどが心配された。しかし工程完了後の目視検査では全く障害は観察されなかった。
- ・ シール工程:今回の試作では 320 mm×400 mm 基板(マザーガラス)に赤、緑、青のカラーフィルターパターンを形成し、その上に基板全体に GZO 膜を製膜した。その上に複数個の3インチパネルが形成できるようにシールを印刷し、CF 側と画素側の基板を対抗接着(図3. 57)させた。そしてこれらのマザーガラスから各3インチパネルに切り出した。切り出した接合パネル(セル)においてシールが無い部分(注入口)から両基板間に液晶を注入し、その後に注入口を封じて液晶が外部に漏れ出さないようにした。このときパネルの CF 側ではシール層が GZO 膜と密着して液晶を封じることになる。この接着部分が懸念されたが、パネル完成まで剥がれることはなかった。

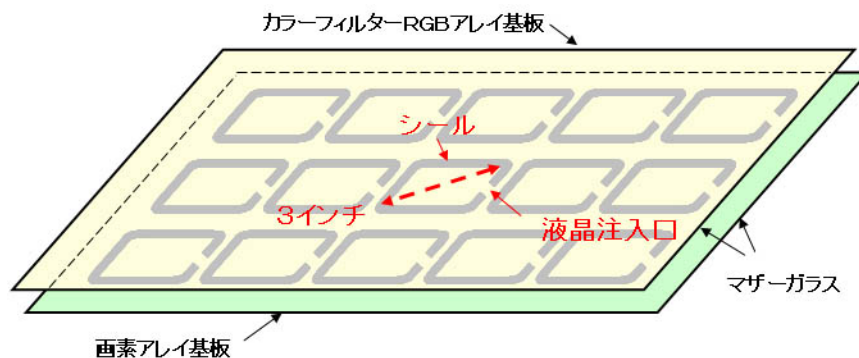


図3. 57 CF 基板と画素基板のシール材を介した張り合わせ

以上のようにパネル組み立てで工程において当初予想した物理的、機械的トラブルは全く生じなかった。このように ITO カラーフィルターパネルを作製する工程と同じ条件で液晶パネルを組み立てても問題が生じなかった。すなわち CF 側電極への GZO 膜適用は ITO パネル組み立て工程とコンパティビリティが高いと考えられる。

(平成21年度—平成23年度)

大型液晶得パネル製造では、先に示した小型液晶パネル製造プロセスフローに示した配向膜に液晶を配向しやすくするためのラビング処理は行わない。このためラビングによる機械的損傷に起因した酸化亜鉛透明導電膜の剥離などを考慮する必要は無かった。一方、リブスペーサー作製のためのリソグラフィ関連プロセスに用いる強アルカリ液により酸化亜鉛膜が腐食して、剥離する問題が生じた。平成21年度の20インチ液晶TV試作では、酸化亜鉛透明電極が薬液に接触しないように保護膜で被覆した。このため20インチ液晶テレビではインジウム使用原単位50%以上低減とした本プロジェクトの目標を達成することができなかった。平成22年度試作では上記の保護膜を用いなくても薬液により酸化亜鉛透明電極が損傷をうけないように工夫することにより、CF基板側の透明電極を酸化亜鉛透明導電膜で100%構成することに成功した。この工夫によりインジウム使用原単位を50%以上低減した20インチ液晶TVの製造に成功した。

## (2) 画素アレイ側電極の開発

(平成19年度—平成20年度)

20年度までの液晶ディスプレイ試作ではCF側透明電極のみにZnO透明電極を用いることとした。そして画素側電極は開発課題が多いため中間目標として、20年度末までに種々の技術を研究し、21年度からの大型液晶ディスプレイ開発への見通しが得られる要素技術を開発することとした。具体的にはその技術開発に必要なホトリソグラフィ用のTEG(Test Element Group)マスクパターンの設計・作製ならびに両性酸化物であるために薬液によるウエットエッチングが非常に難しいとされるZnO膜を微細な透明電極パターンに加工するための最も難しいと考えられている微細加工に関する研究を行った。なお、液晶ディスプレイに用いられているITO電極は製造コストとともに大型ディスプレイ製造への適応性の点より化学薬品を用いた微細加工、すなわちウエットエッチング技術が用いられている。GZO透明電極をITO電極の代替として用いるためにはITO電極と同等の微細加工ができるウエットエッチング技術の開発が必須である。

ホトリソグラフィ工程で使用する現有の露光装置はコンタクトアライナー方式であり、これに対応したマスクを作製した。TEGにおける微細加工検討パターンは20 $\mu\text{m}$ 幅からコンタクトアライナー方式の限界と考えられる線幅2 $\mu\text{m}$ の微細配線まで評価できるように設計した。また、画素側基板にGZO透明電極を適用する場合、下地となるAl電極・配線との接触(コンタクト)抵抗測定にはLSIで用いられているKelvin素子を応用することとした。そして正確なコンタクト抵抗率を得るため、コンタクト面積をパラメータとして20 $\mu\text{m}$ ×20 $\mu\text{m}$ から5 $\mu\text{m}$ ×5 $\mu\text{m}$ の各種面積を有する素子を設計した。この他にキャリア移動度、キャリア濃度を評価するためのホール効果測定素子(Van der Pauw法)、TFT素子などの段差上に形成したZnO膜の被覆性を評価するための素子、信頼度評価素子(膜抵抗の耐熱、耐湿、耐薬品、耐機械性など)パターンを組み込んだ。

本期間は上記マスク設計とともにそれを用いた微細加工の可能性の検討、特に加工に用いるエッチング液の研究を行った。

開発技術の要点は以下のとおりである。

(1)ホトリソグラフィ技術の最適化:

プリベーク、露光、現像、  
ポストベークなどの条件最適化

(2)GZO膜適用可能ホトリソグラフィ関連薬液の開発と従来製品の中からGZO膜に最適な薬液の選択

レジスト現像液、レジスト剥離液 (有機アルカリ系薬液)

(3)ZnO膜エッチング液 (有機酸および有機酸塩系薬液)

ホトリソグラフィには、ポジ型ノボラック系レジストあるいはアクリル系レジストを用い、現像液にはTMAH(水酸化テトラメチルアンモニウム: $\text{N}(\text{CH}_3)_4\text{OH}$ )水溶液をベースにして用いた。ホトレジスト剥離液については本研究グループの三菱瓦斯化学株式会社のELM-R10系製品の薬液がGZO膜に適していることをみいだした。これらの現像液および剥離液はいずれもpH11ないし13の強アルカリ性を有する。

ホトリソグラフィ工程は、レジスト塗布⇒プリベーク⇒露光⇒現像⇒ポストベークの順序で行った。ホトレジスト現像液には一般的にKOHやNaOHなどの無機系と有機系の強アルカリ薬液が用いられる。例えばNaOH(5%)にGZO膜を浸漬すると数分で消失してしまう。そこで上に述べた現像液および剥離液のGZO膜への影響を調べた。ホトレジストの現像および剥離のプロセスでGZO膜がこれらの薬液に浸漬される時間より十分長い間放置したときのGZO膜の厚さの減少量を測定した。図3.58に示すように膜減りは全くなかった。パターン部のGZO膜によりダメージを与えるのは、現像液より剥離液である。そこでガラス基板上に形成した50nmと100nm厚のGZO膜を剥離液に浸漬したときの可視光透過率スペクトルを図3.59に示した。両膜厚試料とも剥離液による透過率特性は全く変化しないことがわかった。これらの検討よりGZO膜に損傷を与えないホトリソグラフィ技術を開発した。

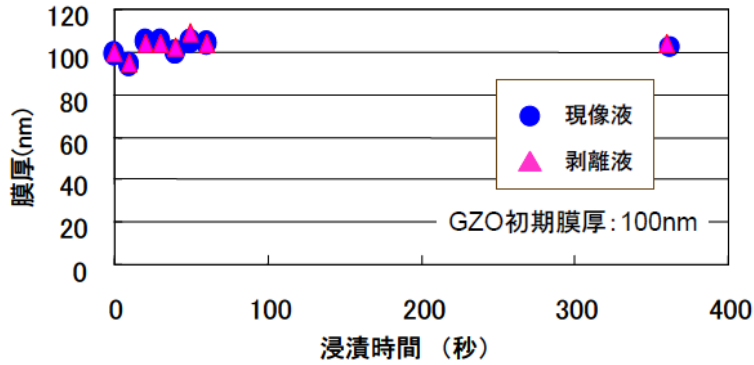
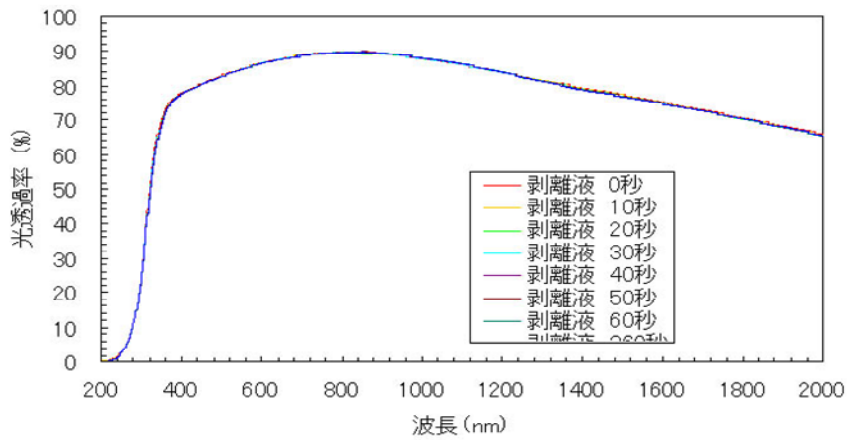
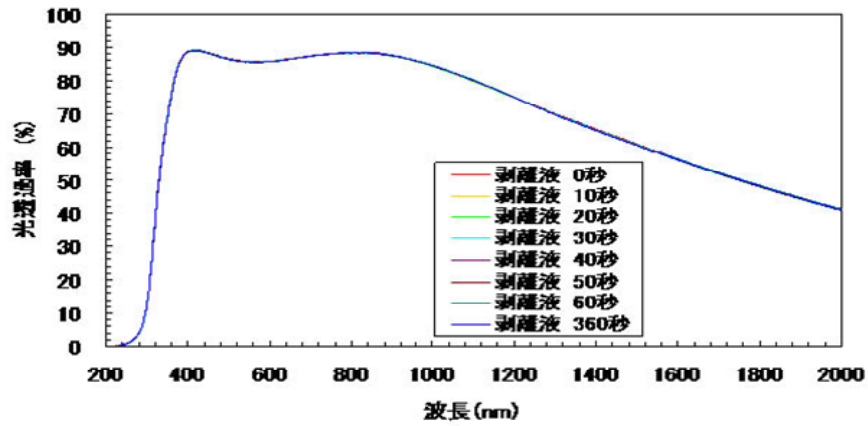


図3. 58 ホトレジスト現像液、剥離液浸漬時間による GZO 膜厚変化の評価結果



50nm厚GZO膜



100nm厚GZO膜

図3. 59 GZO 膜可視光透過率のホトレジ剥離液への浸漬時間の関係

次にエッチング液の検討を行った。前に述べたように ZnO は両性酸化物であるためアルカリ液と同様に酸性液にも耐性が無い。ITO の加工に用いられていたことのある  $H_2SO_4$  (5%) 液 (室温) で浸漬したところ、100nm の GZO 膜が約 3 秒で消失した。また各種 pH の無機酸性液でもエッチング速度の制御および安定性が十分でなかった。そこで ZnO 膜のエッチングには有機酸液を準備し、その液にアルカリ液を適量添加することにより有機酸をベースとした種々の酸性度を持つエッチング液を作製した。そしてエッチングは 30°C で浸

漬揺動させながら行った。加工後のレジスト剥離には上に述べたアルカリ性薬液を用いた。そしてエッチング評価には光学顕微鏡および SEM を用いた。

RF/DC マグネトロンおよび DC マグネトロンの両スパッタ法で形成した GZO 膜のエッチング速度を評価した。そして RPD 法で形成した GZO 膜はこれらより 20~40%遅い値を示した。

次に CD loss (Critical Dimension loss) について述べる。微細加工で重要な CD loss は図3. 60の断面 SEM 写真に示すようにレジスト端部から膜横方向に食い込んだ長さで定義される。オーバエッチング時間と CD loss の関係を同図に示した。図の横軸は相対的なエッチング時間であり、ジャストエッチング時間は膜厚方向にエッチングが進み、膜が完全に無くなった時間、50%オーバエッチング時間はジャストエッチング時間の 1.5 倍、100%オーバエッチングはジャストエッチングの2倍の間、エッチング液に浸漬した結果を示している。図より最適酸性度のエッチング液を用いることにより目標の CD loss 0.5  $\mu\text{m}$  を実現した(図では弱酸性の有機酸塩系薬液を用いた)。

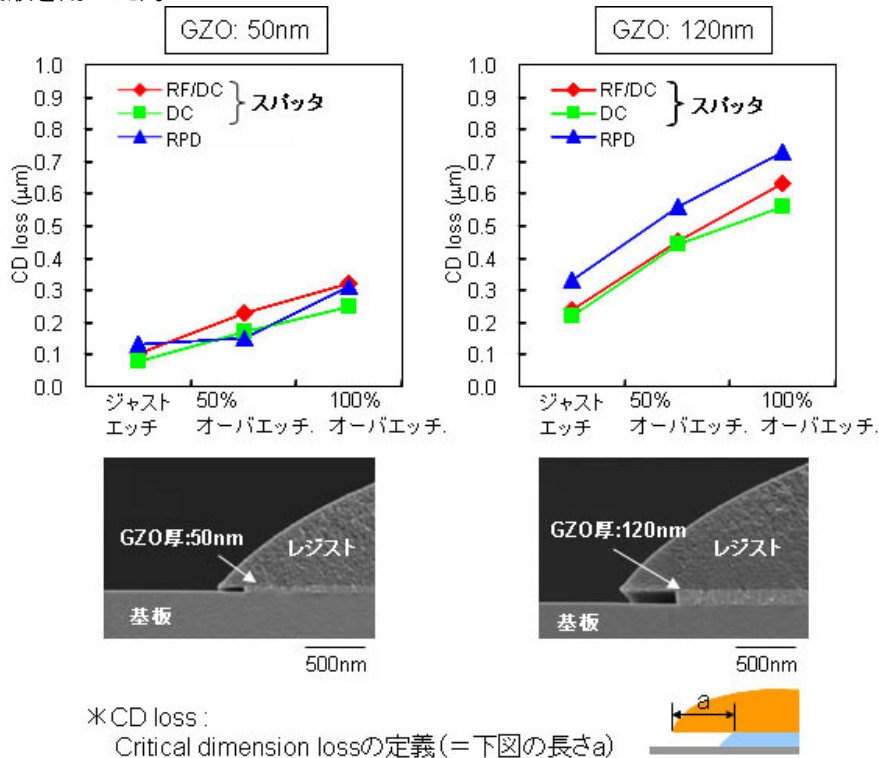


図3. 60 オーバエッチング時間と CD loss の関係

上記のホトレジスト現像液、剥離液そしてエッチング液を用いて GZO をエッチングして得られた加工パターンの光学顕微鏡写真を図3. 61に示した。露光などのホトリソグラフィ関連条件ならびにエッチング条件の最適化によりライン(L)幅/スペース(S)幅=4  $\mu\text{m}$ /4  $\mu\text{m}$ の微細パターンを加工することに成功した。この L/S 値は現在の大型液晶パネルに用いられている ITO 透明電極と同レベルである。写真には弱酸性の有機酸塩系エッチング液を用いた場合と、強酸性の有機酸系エッチング液をも用いて 100nm の GZO 膜を加工したときの代表例を示している。強酸性エッチング液では加工パターン端形状にギザギザがあり、またエッチング残渣が生じ難い欠点がある。これに対して弱酸性エッチング液では加工パターン端部がスムーズであり、残渣が生じることは少ない。さらに図3. 62に示すように、弱酸性エッチング液では強酸性エッチング液と比較してオーバエッチングに対するプロセスマージンが大きいいため、微細パターンの加工制御が容易であるという長所を有することがわかった。

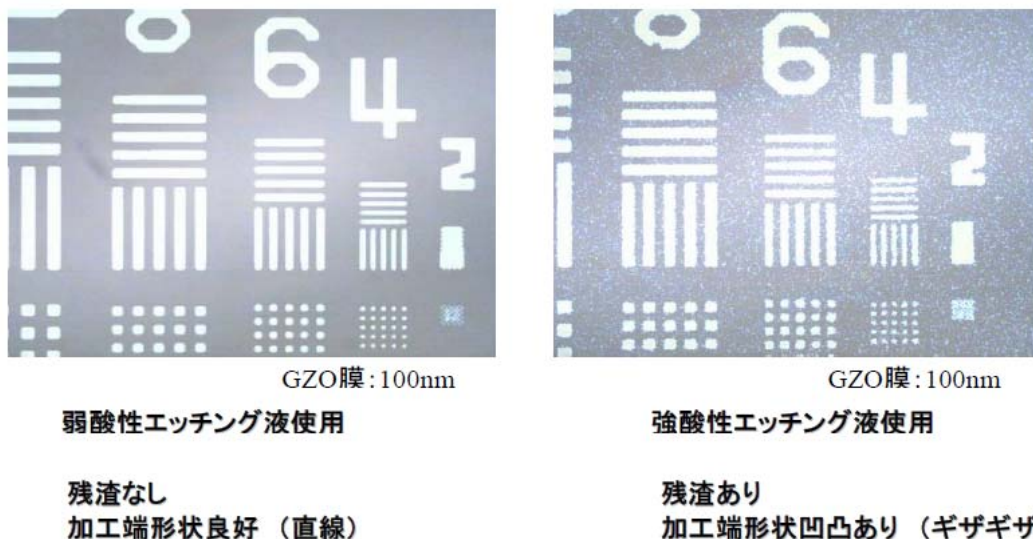
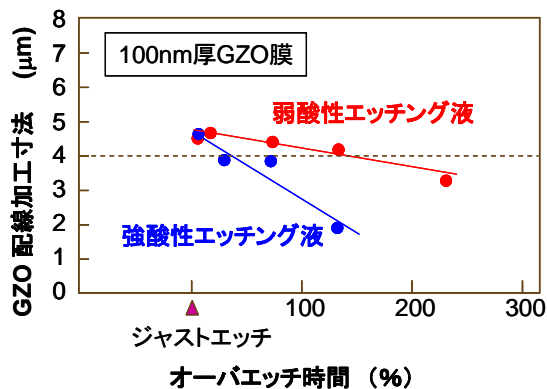


図3. 61 GZO 膜製膜温度と加工形状



【注】 マスク設計寸法 4 μ m

図3. 62 GZO 膜オーバエッチング時間と加工寸法の関係 (エッチング液酸性度と加工寸法シフト)

今後はウエットエッチング法による微細加工の限界であり、われわれの有するコンタクトアライナー(ホトリソグラフィ用露光装置)の限界である L/S が2~3 μ mの微細パターン加工技術の開発を推進する。またこの微細加工技術を用いて TFT 基板側への GZO 透明電極技術の開発を推進する。

(平成21年度—平成23年度)

① 微細パターン形成技術

平成21年度から平成23年度における酸化亜鉛透明電極のウエットエッチング技術による微細パターン形成技術の開発では、平成19年度および20年度に開発した技術および関連薬液の最適化を行った。さらに、新たに導入したマグネトロンスパッタ装置を用いて酸化亜鉛透明導電膜の成膜条件とウエットエッチング特性の関係を明らかにし、微細パターン形成技術の高度化を行った。酸化亜鉛透明電極はTFTアレイの画素基板側ではTFTなどのパターンを有する下地層の上に形成される。LSI(Large Scale Integrated Circuit)分野では下地パターンの平坦部と端部側壁部上に形成された各種金属膜のウエットエッチング特性に大きな差があることは周知である。このため本プロジェクトにおいても平坦基板上に成膜した酸化亜鉛透明導電膜のウエットエッチング特性とパターン端側壁部上に形成された膜のエッチング特性について検討を行い、微細パターン形成技術の開発を行った。

①-1 平坦下地層上の酸化亜鉛透明導電膜の加工

導電性酸化亜鉛は両性酸化物であるため、物質固有の性質として酸性およびアルカリ性の環境に耐性が無い。したがって、酸化亜鉛透明導電膜を液晶ディスプレイパネルに用いるには、パネル製造工程で酸性液あるいはアルカリ性液と膜が直接接触するのを避けるための技術や方法の開発、あるいは薬液を工夫するなどの対策が必要である。

TFTピクセルアレイの画素基板側の透明電極として酸化亜鉛透明導電膜を用いるには、膜を所望のパターン形状に加工する必要がある。この加工技術開発では、現在の液晶TV製造ラインへの負担を生じさせないことを念頭に、ITO電極形成に用いられているウエットエッチングとほぼ同じプロセスフローにより酸化亜鉛透明導電膜の微細パターンを形成できるようにした。そのプロセスフローと各プロセスステップでの試料の断面構造を図3.63に示した。

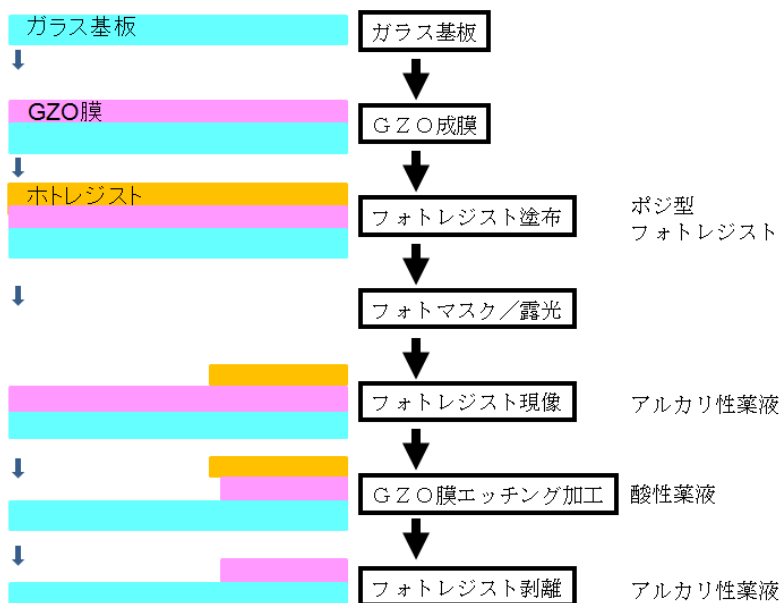


図3.63 酸化亜鉛透明導電膜の微細パターン形成プロセスフロー

各プロセスステップにおける断面図より、酸化亜鉛透明導電膜の高い耐薬品性が必要とされるのはホトレジストを剥離する工程のみであることがわかる。何故なら、ホトレジスト膜を現像する工程および酸化亜鉛膜をエッチングする工程ではパターン部以外の酸化亜鉛透明導電膜を除去することを目的としているため膜がエッチングされることは大きな問題では無い。ホトレジストの剥離液としてpHが11.0ないし12.0のアミン系のアルカリ液を用いることにより、剥離工程中に酸化亜鉛透明導電膜がほとんど浸食されないことを明らかにした。

現像液は平成19年度—平成20年度と同様にTMAHを純水で希釈し、そのpHを最適化した。紫外線露光処理後、現像液に試料を浸漬してホトレジスト膜のパターンを形成する。ホトレジスト層を完全に現像した後は、酸化亜鉛透明導電膜がアルカリ性の現像液により浸食される。この浸食量をTMAH現像液の水素イオン指数(pH)および浸漬時間とガラス基板上に形成した酸化亜鉛透明導電膜の可視光波長域の透過率の変化率および抵抗率の変化率より評価した。

本プロジェクトでは薬液による透過率の劣化の許容範囲を2%以下そして膜の抵抗変化率を10%以下と定義している。そしてホトリソグラフィプロセスではホトレジストの現像時間を60秒以下としている。これらを考慮して酸化亜鉛透明導電膜の微細パターン形成に適用できるTMAH現像液の上限pHを13.2と決めた。一方、現像液として使用可能なpHの下限値は、正常なホトレジストパターン形成の可否判断より12.0とした。

次に酸化亜鉛透明導電膜の微細パターンを形成するためのエッチング液の最適化を行った。

平成19年度—平成20年度において、カルボン酸系の有機酸エッチング液を用いて線幅(L)/線間隔(S)が4μm/4μmの微細パターンを実現した。そして強酸性より弱酸性エッチング液のほうが微細パターン形成のプロセスマージンが大きくなることを示した。平成21年度—平成23年度では、さらに微細なパターンを形成できる技術を開発するため、酸化亜鉛透明導電膜の結晶構造、特に結晶方位とエッチング特性の関係を実験的に評価し、解析を行った。

マグネトロンスパッタ装置を用い、DCスパッタパワーを印加して150°Cで形成した酸化亜鉛透明導電膜のX線回折測定結果を図3.64に示す。

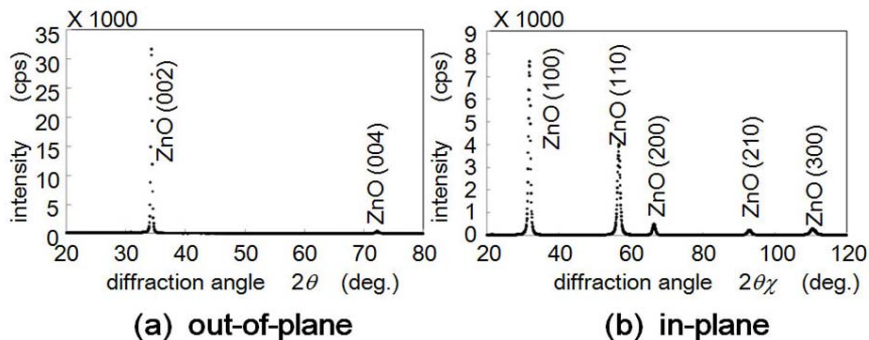


図3. 64 酸化亜鉛透明導電膜のX線回折パターン

図の中の out-of-plane および in-plane はいずれもX線回折手法を示している。前者は基板面に平行な結晶面からのX線回折を示しており、後者は基板面に垂直な結晶面からのX線回折を示している。各ピークに付けられた数字は ZnO の Wurtzite 結晶における特定の格子面からの回折を示している。

これらのX線回折測定結果と透過電子顕微鏡による酸化亜鉛透明導電膜の断面写真を対応させることにより、ZnOの Wurtzite 結晶の a 軸方向は膜面内方向と一致し、c 軸方向は膜垂直方向と一致することがわかった。

結晶構造の評価・解析結果をもとに結晶方位とエッチング速度の関係を求めた。図3. 65に c 軸方向(膜厚方向)のエッチング速度に対する a 軸方向(膜面内方向)のエッチング速度の比とカルボン酸系有機酸エッチング液のpH との関係を示した。pH の増大とともに比は減少し、中性液に近いエッチング液では成膜方法にかかわらずほぼ2の値を示した。微細パターンを実現するにはホトレジストパターン周辺の酸化亜鉛透明導電膜を完全に除去する間、すなわち膜厚方向にエッチングが進行する間にホトレジストパターン下部の酸化亜鉛透明導電膜が膜面内方向に浸食される量を抑制する必要がある。したがってエッチング速度比とエッチング液のpHの関係より、弱酸性のエッチング液が微細パターン形成に適していることがわかる。そしてマグネトロンスパッタ装置で形成した膜の場合、微細パターンを実現するには、pH が5. 1－6. 8の弱酸性エッチング液が適当であることがわかった。この結果は平成19年度—平成20年度に報告した加工プロセスマージンは弱酸性のエッチング液を用いた方が広くなる結果とよく対応している。

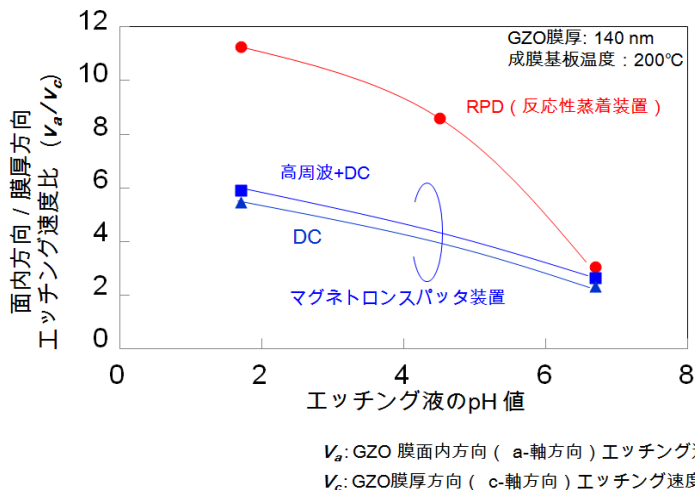


図3. 65 GZO 膜の膜面内方向 ( a 軸) と膜厚 ( c 軸) 方向のエッチング速度比( $V_a/V_c$ )の成膜法との関係

なお、RPDで形成した膜の面内方向と膜厚方向のエッチング速度比は低pHのエッチング液、すなわち強酸の液ではマグネトロンスパッタ装置形成した膜の2倍程度大きい値を示した。また、RPD で形成した膜では、加工後にパターン周辺部にエッチング残渣が発生する頻度が高い傾向を示した。このため加工後にパターン部の酸化亜鉛透明導電膜の表面とパターン周辺部の残渣の元素組成をマイクロオージェ分析装置を用いて分析した。そして酸化亜鉛透明導電パターン部から得られたオージェ電子のエネルギースペクトルと残渣部から得られたスペクトルの比較より、大気から酸性のエッチング液に取り込まれた炭酸ガスあるいはエッチング液を構成する有機酸の炭素を源とし、エッチング過程で酸化亜鉛透明導電膜の表面に亜鉛炭素酸化

物 (Zinc-oxy-carbonate) が自然生成し、それが残差としてパターン周辺部に残ることがわかった。

RPD、マグネトロンスパッタのいずれの方法で形成された膜においても、微細パターン形成には残渣の発生を抑制するための技術開発が必要である。そして、本研究開発では残渣発生メカニズムの検討をベースに、エッチング残渣を抑制するためのノウハウを構築した。

次に、上記の a 軸方向 (膜厚方向) と c 軸方向 (膜厚方向) のエッチング速度比が実際の微細パターン形成においてどのように影響するかについて述べる。

図3. 65に示した強酸性エッチング液では膜面内方向のエッチング速度が速くなる現象は、微細パターンを形成する際の障害となる。図3. 66にホトレジストパターンをマスクとしてその下の層である酸化亜鉛透明導電膜をエッチングしたときの CD (critical dimension)ロス、いわゆるサイドエッチング量 (ホトレジストパターン端から面内方向にエッチングされた距離) のエッチング時間依存性を示した。図においてジャストエッチ時間とはホトレジストが被覆されていないパターン周辺部の酸化亜鉛透明導電膜がエッチングにより無くなった時間 (膜厚方向のエッチング時間) と定義される。図において横軸のオーバーエッチング時間 (%) はジャストエッチング時間に対して余分にエッチングした時間をパーセンテージを示している。例えば100%オーバーエッチングはジャストエッチング時間の2倍の時間エッチングしたことになる。図に示すように強酸性エッチング液 (pH 2近傍) を用いた場合、50 nm と 100 nm の厚さの酸化亜鉛透明導電膜は、両方ともオーバーエッチングによる CD ロスの増大量が顕著であった。100 nm 厚さの膜の場合、100%のオーバーエッチングで CD ロスは  $3 \mu\text{m}$  に近い値に達した。したがって、強酸性エッチング液では数ミクロンメートルの微細パターン形成は難しいことがわかる。これに対して、弱酸性エッチング液 (図では pH 7.0 弱の液を使用) では100%のオーバーエッチングを行っても、CD ロスは  $0.5 \mu\text{m}$  を超えなかった。この程度の CD ロスであれば数ミクロンメートルの微細パターンの形成は可能である。

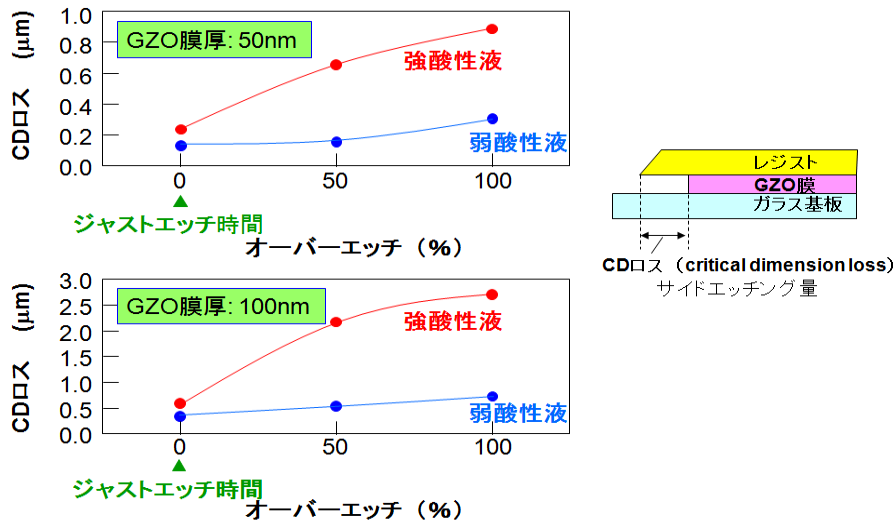


図3. 66 エッチング液酸性度と GZO 膜 CD ロス比較

酸化亜鉛透明導電膜の微細パターン形成においてエッチング液の酸性度が影響する現象として上記の他に、先に述べたエッチング残渣発生頻度とともに形成されたパターンの端部形状がある。平成19年度—平成20年度の報告に強酸性エッチング液および弱酸性エッチング液を用いた場合の、残渣とパターン形状に関してすでに報告済みである。強酸性エッチング液を用いた場合はエッチング残渣が発生し易いうえに、パターン端形状がギザギザになる傾向がある。これに対して弱酸性液では残渣発生頻度も少なく、またスムーズな端部形状を有するパターンが形成できる。

先に述べた最適化した pH 値を持つ現像液、剥離液そして弱酸性エッチング液を用い、さらに残渣発生に配慮したエッチング処理、そして露光光学系の精密調整を行うことにより、目標の  $3 \mu\text{m}$  幅よりさらに狭い  $2 \mu\text{m}$  幅のライン & スペースを有する酸化亜鉛透明導電膜の微細で密なパターンを形成する技術を完成させた。

なお微細パターン形成では、ホトマスクとホトレジスト層を直接接触させた状態で紫外線を照射する方式の装置、いわゆるコンタクトアライナー (露光装置) を用いた。この方式ではホトマスクとホトレジスト層の密着度、ホトレジストの厚さ、酸化亜鉛透明導電膜や基板面での光の反射や吸収などを考慮した光学系の精密調整



## 記載要領

が重要である。精密調整が不十分な場合、照射した紫外光が密パターン端部での光干渉を生じ、図3. 67 (b)に示したように、ホトマスクには存在しない異常パターンが発生することがある。写真では $2\mu\text{m}$ 密集パターン端部でドット状の異常パターンが生成されている。このため光学系をさらに精密調整して光路の最適化を行うことにより、図3. 67(a)の光学顕微鏡写真に示すような光干渉の無いパターンを形成することができた。

なお、図3. 67ではカルボン酸系の有機酸エッチング液を用いたが、無機系のエッチング液、例えば硫酸、硝酸、塩酸、リン酸などの水溶液あるいは硝酸アンモニウム液においても弱酸性液を用いることにより図12 (a)と遜色のない $2\mu\text{m}$ 幅のライン&スペースの酸化亜鉛透明導電膜の微細パターンを形成できる技術を開発した。

最後に以上をまとめると、 $2\mu\text{m}$ ないし $3\mu\text{m}$ 幅の酸化亜鉛透明導電膜微細パターンを形成するのに最適な各薬液の pH 範囲は以下のとおりである。

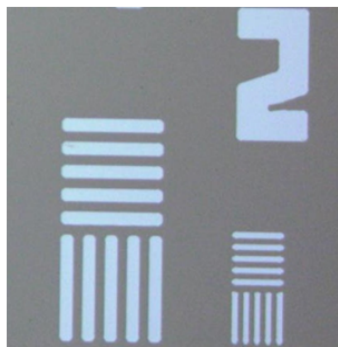
ホトレジスト: ポジティブ型ホトレジスト

ホトレジスト現像液: TMAH 水溶液, 最適 pH 範囲 12.0 - 13.2

エッチング液: 弱酸性液, 最適 pH 範囲 5.1 - 6.8

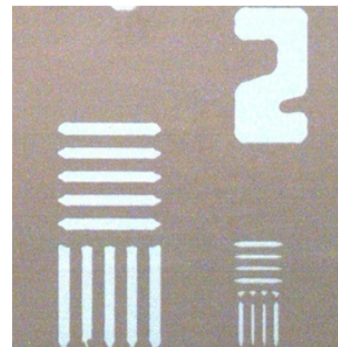
ホトレジスト剥離液: アミン系のアルカリ液(三菱ガス化学製:ELM-R10-F22), 最適 pH 範囲 11.0 - 12.0

光学顕微鏡写真



GZO: 120 nm

(a) 光学系精密調整: 光干渉低減



GZO: 64 nm

(b) 調整不足: 光干渉あり

図3. 67 ウエットエッチング技術を用いた  $2\mu\text{m}$ 幅のライン&スペースを有する酸化亜鉛透明導電膜のパターン形成  
(コンタクト露光におけるマスクー試料間距離最適化による光干渉低減)

### ①-2 下地パターン端段差側壁部の酸化亜鉛透明導電膜の形成と加工

ウエットエッチングによるパターン形成ではTFT (Thin Film Transistor) などのパターン端段差側壁(図3. 68)に形成される透明導電膜のエッチング特性の検討が必要である。段差は一般的に数100ナノメートル程度にすぎないため、実段差の膜の性質とウエットエッチング特性の関係を評価するのは難しい。このため図3. 68に示した側壁に形成された膜と同等の膜を平面基板に実現するため、図3. 69に示すようにスパッタ飛翔粒子の基板への入射角を変更できるマグネトロンスパッター装置を設計し、導入した。試料を回転させながら成膜する構造とし、試料面に垂直方向の回転軸とスパッタターゲット表面に垂直な方向の成す角度 $\theta$ は図3. 68に示した飛翔粒子入射角 $\theta$ に対応する。スパッタ装置では図3. 69の $\theta$ を0度から $65^\circ$ まで可変可能とした。

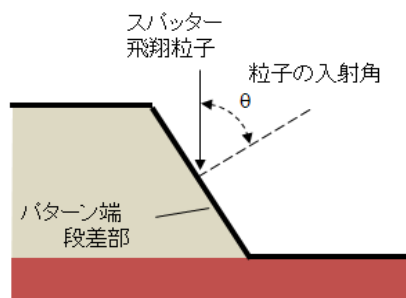


図3. 68 素子段差部と入射粒子の関係

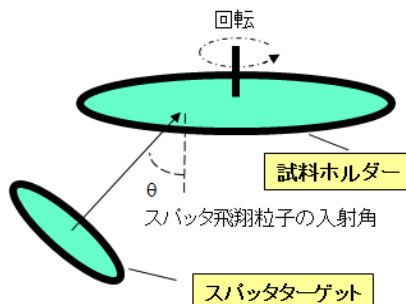
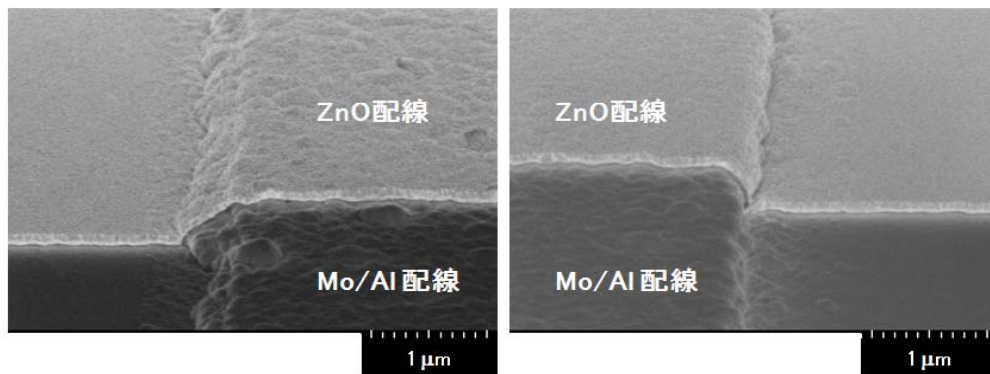


図3. 69 スパッター飛翔粒子の斜め入射を考慮したマグネトロンスパッター装置配置図

パターン段差側壁部への被着粒子のような斜め方向から入射した粒子により形成された膜は、パターン平坦部のように垂直入射成分が大半を占める被着粒子により形成された膜と比較して1.5倍程度高い抵抗率を示した。透過電子顕微鏡を用いた電子線回折法により評価・解析した結果、垂直入射粒子成分が多い条件で形成した酸化亜鉛透明導電膜は、ZnOのWurtzite結晶構造のc軸が膜面に垂直方向、いわゆる<001>配向するのに対し、斜入射粒子成分が多い段差部側壁に形成した膜はランダム方位結晶粒の集合体になる傾向が高いことがわかった。このような段差側壁部に形成された膜では結晶配向性が平坦部より悪くなる現象は、LSI(Large Scale Integration Circuit)の多層配線を構成するアルミニウムやタングステンなどの金属膜において古くから知られている。そしてウエットエッチングのみならず反応性ガスのプラズマを用いる、いわゆるドライエッチング技術を用いた微細配線形成において平坦部の膜より段差部の膜のエッチング速度が速くなり、段差部で断線する可能性が高くなる。この現象は段差部での配線のネッキングダウンなどと呼ばれて広く知られている。したがって透明電極パターン形成においても段差側壁部で結晶の配向性が良く、抵抗率が平坦部に近い膜を形成する技術の開発が重要となる。検討の結果、斜め入射被着粒子により成膜においても、250℃程度の比較的高い温度で、かつスパッターパワーが比較的大きい条件で成膜すると、平坦部と同様にWurtzite結晶構造のc軸が膜面に垂直に配向した膜が得られ、平坦部と同様の低い抵抗率( $2.6 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$ )を有する膜が得られることを明らかにした。そしてこのような膜はエッチング速度もパターン平坦部に形成した膜とほとんど同じであることがわかった。この段差部において膜に孔開きが生ぜず、酸化亜鉛透明電極配線の断線が生じない、いわゆるネッキングダウンが発生しないことが期待される。段差部におけるエッチング状態については次の②で述べる。なお、200℃以下の低温で形成した膜はエッチング速度が2倍ないし3倍速くなるためネッキングダウンを生じやすい。

② 段差部被覆性およびTFT金属電極とのコンタクト抵抗

画素基板側に設ける酸化亜鉛透明電極は、TFTピクセルアレイの段差上に形成され、かつパターン加工が必要になる。本研究開発では下地段差500nmにおける酸化亜鉛透明電極の被覆性(ステップカバレッジ)が40%以上を目標とした。そこでTFTからの取り出し電極として最も広く用いられているアルミニウム(Al)層の上にモリブデン(Mo)層をDCスパッター装置で形成し、その2層をホトリソグラフィ技術とウエットエッチング技術を用いてMo/Al積層電極・配線を作製した。Al層を350nm厚さ、Mo層厚さ150nm厚さとすることにより、500nmの段差を設けた。これらの金属電極・配線を形成後、その上にシリコン酸化物層間絶縁膜を100nm形成した。そしてその上に厚さ100nmの酸化亜鉛透明導電膜を形成し、先に述べたウエットエッチング加工技術を用いてZnO透明電極・配線を形成した。その典型例を図3.70に示した。



(a) Mo/Al配線傾斜段差側壁上の ZnO配線の被覆性

(b) Mo/Al配線オーバーハング段差側壁上の ZnO配線の被覆性

図3. 70 Mo/Al 積層電極・配線段差部における酸化亜鉛透明電極・配線の被覆性 (走査型電子顕微鏡による観察)

Mo/Al 積層電極・配線からなる段差は、そのパターン形成方法、条件そして製造ロットにより図の(a)に示すような傾斜(テーパ)側壁形状と(b)の配線の上部が下部より突き出た、いわゆるオーバーハング形状になることがある。図3. 70に示すように(a)の傾斜段差においては酸化亜鉛透明電極・配線の被覆性は平坦部とほとんど同じである。すなわち100%のステップカバレッジが確保できることがわかった。(b)のオーバーハング部においても50%以上のステップカバレッジが得られることが確認された。なお(b)のオーバーハング部では段差最底部端の形状により線状のスリットが生じているように見えるが、実際は断線していない。オーバーハング部ではスパッタ法より被覆性のよい化学蒸着法(CVD:Chemical Vapor Deposition)で形成した膜においてもほとんど同様なスリットが発生する。そして段差部でのステップカバレッジは膜の材料による違いはほとんどみられない。下地層の段差形状のみに依存する。

図3. 70に示した酸化亜鉛透明導電膜は、先に述べた平坦部と段差部におけるエッチング速度が近い条件の膜で構成されている。図3. 70の走査型電子顕微鏡写真から明らかなように期待通り段差部でのネックングダウンは全く生じていない。

上記の段差部被覆性を評価するプロセスTEG (Test Element Group)には酸化亜鉛透明電極と金属電極・配線間のコンタクト抵抗率を求めするための Kelvin 素子も同時に形成できるようにホトマスクを設計した。この素子を用いて酸化亜鉛透明電極と Mo/Al 積層電極・配線間のコンタクト抵抗率を求めた。そしてこれらの間ではオーミックコンタクト確保できており、かつそのコンタクト抵抗率は試作ロット間で少し異なるが  $2 \times 10^{-5} - 5 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}^2$  の範囲の値が得られることがわかった。この範囲のコンタクト抵抗率は ITO 電極と Mo/Al や種々の金属電極との間のコンタクト抵抗率として報告されている値と同じである。

### (3) 液晶パネルの試作と評価

(平成19年度—平成20年度)

本研究期間の開発では、CF 側透明電極に ZnO 透明導電膜を用いるための課題抽出を目標とした。そして、パネル試作では画素アレイ側の透明電極には、現在の液晶パネルと同様に ITO 透明電極を用いた。このような構造としたのは、すでに述べたように(1)カラーフィルター基板側 ITO 電極を ZnO 透明電極に置き換えることにより、本プロジェクトの目標であるインジウム 50%削減が可能なこと、(2)画素アレイ基板側電極は微細加工技術、下地の Al 電極・配線との接触抵抗低減そして下地段差上への高被覆性製膜技術など多くの技術を開発する必要があること、(3)両基板とも同時に ZnO 透明電極に置き換えると、パネル組み立てた後の特性評価において各電極個別の問題点や課題の識別抽出が難しくなる、さらには(4)画素アレイ側の透明電極を ZnO 系に置き換えてパネル試作するにはパネルメーカーの TFT アレイ製造ラインに従来全く用いられていなかった亜鉛を持ち込むことになるため、現段階では企業の製造現場から持ち込み許可が得られる見通しがたたないなどの理由による。



図3. 71 ZnO 透明導電膜形成以後の  
3インチ液晶パネル組み立て工程流れ図

液晶パネル作製には、RGB カラーフィルターアレイ基板と画素アレイを配した基板が必要である。そしてこれらのアレイパターンの設計および液晶を駆動するための回路が必要になる。これらとともにノウハウ、人員、予算、比較的長い作製期間などを要する。これらは大きな困難をともなうが、本プロジェクトの主題ではない。そこで本研究グループの企業であるカシオ計算機株式会社の3インチ(対角)液晶パネル用のパターンを利用することとした。

次に本研究期間の小型液晶パネル製造に用いた ZnO 透明導電膜形成以後のパネル組み立て工程の流れ図を図3. 71に示した。基板には 320mm×400mm のマザーガラスを用いた。図の CF 基板は本プロジェクトのアドバイザーである凸版印刷株式会社から入手した。また画素(TFT)基板はカシオ計算機(株)の製造ラインより入手した。前者の基板は前記マザーガラス全面にRGBパターンアレイが形成された段階にある。すなわち RGB カラーフィルター上には何も形成(被覆)されていない状態で入手した。なお一部のパネル試作実験ではカラーフィルターに樹脂がオーバーコートされたものも用いた。後者はマザーガラス基板上に各画素を個別に駆動するためのスイッチング用 TFT と ITO からなる画素透明電極がアレイ状に配置されている。

次に入手した CF 側基板に RF/DC マグネトロンスパッタ法、DC マグネトロンスパッタ法、そしてこれらの組み合わせからなる GZO 膜を 150 nm 形成した。また比較のため ITO を製膜したカラーフィルター基板も作製した。

本研究期間のパネル試作では CF 側電極に用いる ZnO 透明製膜関連以外の全工程をあえて現在用いられている ITO 工程と同じとした。すなわちプロセスレシピも含めて何ら変更することなく適用することとした。これは現在製造中の ITO を使用した液晶パネル製造工程とのコンパティビリティを評価することにより課題を抽出することを目的としたためである。液晶パネルの製造企業では低コスト化が最大テーマであり、材料の変更に伴い種々の工程や装置の変更を要するとコスト高になるため実製品への適用の難度が高まる。したがって ITO 電極で構築されたプロセスや製造装置をできるだけ変更することなく ZnO 透明電極を適用できることが望まれる。

上記の流れ図において両基板を貼り合わせしてシール材を硬化させたときの概念的状態はすでに図3. 57に示した。この後にマザーガラス基板上に形成した各シールエリア(セル)ごとに切り離した。このように切り分けられた3インチディスプレイセルに液晶を注入し、以後流れ図に示した工程で3インチ液晶パネルを完成させた。

完成した液晶パネルを図3. 72に示した。このパネルは図3. 73に示すように有効表示領域が 3 インチであり、230400 画素=240 画素×960 画素からなる。

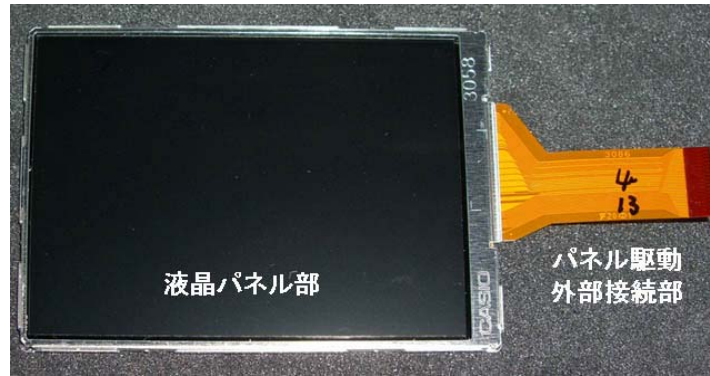


図3. 72 パネル外観

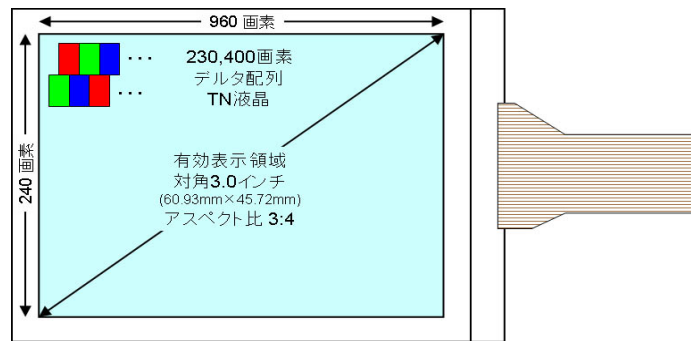


図3. 73 パネル説明図

本試作では複数のマザーガラス基板を準備し、これらの基板を用いて RF/DC マグネトロンあるいは DC マグネトロンなどのスパッタ法での ZnO 透明導電膜形成とともに DC マグネトロンスパッタ法による ITO 透明導電膜形成などの分流試作を行った。各基板から複数個の3インチ液晶パネルを作製した。これらの試作パネルを図3. 74に示した。この一部のパネルに写真を撮る際の天井の蛍光灯などが写っているが、いずれも目視レベルの欠陥が生じることなく正常にパネルとして組み立てを完了することができた。



図3. 74 試作した3インチ液晶パネル群の一部

組み立てが完了したパネルを駆動装置に接続して、その点灯確認を行った。いずれのパネルも点灯に成功した。その例を図3. 75に示した。図からわかるように全く欠陥が観られず、当初の満足な表示が可能か、表示不良(配向不良など)が生じないか、などの懸念が払拭された。また CF 側透明電極のみを ZnO 導電膜に置き換え、画素側透明電極に ITO 電極を用いたことによる液晶の配向不良を心配した。しかしそれに起因した特性不良を生じることなく正常に動作した。そして製造パネルの点灯歩留まりは100%と良好な結果を得た。

この3インチ液晶パネルの点灯成功により、ZnO 透明導電膜の CF 側電極への適用の見通を得た。この点灯確認後、ディスプレイの長期駆動試験を行った。この駆動試験は 60°C、湿度 90%の環境の中で、R⇒G⇒B サイクルで連続点灯させた。この試験では ZnO 電極液晶ディスプレイとともに ITO 電極液晶ディスプレイも

## 記載要領

リファレンスとして並行して駆動させた。パネル試作にあたっては CF 基板側透明電極として DC スパッタ法および RF/DC スパッタと DC スパッタ法を組み合わせる方法で形成した種々の仕様の GZO 膜を有するいずれのパネルにおいても 1000 時間の連続点灯試験でも劣化するパネルは皆無であった。通常、小型液晶パネルを製品化できる目安として上記環境で 250 時間の連続駆動で表示特性が劣化しないことが要求される。したがって 1000 時間連続駆動で劣化するパネルが無かったことより、小型液晶パネルに関する限り、CF 基板側透明電極を ITO から GZO に置き換えられることは可能と言える。

以上をまとめると、3 インチ液晶パネルの点灯に成功した。そして本研究期間の目標である大型パネルの開発に向けた ZnO 透明電極適用液晶パネルの基本製造プロセスフローを構築した。

特筆すべき点は、従来の ITO 透明電極を用いた液晶パネルプロセスとコンパティブルな ZnO 透明電極液晶プロセスの見通しを得たことである。すなわち現在の液晶パネル製造ラインへの新規設備投資を抑制(コスト抑制)しながら ITO 透明電極を ZnO 透明電極に置き換えられる可能性が得られた。



(テストパターン: カラーバー)



図3.75 3インチ液晶点灯表示例

(平成21年度—平成23年度)

### 【 液晶ディスプレイパネルの試作 】

新規な材料や技術を用いた大型液晶ディスプレイパネル(テレビ)の開発では、大型サイズのテレビと基本的な構成と製造プロセスが同等の中型サイズレベルのテレビを用いて試作し、新材料や新技術、性能、信頼性そして製品化した際の諸問題の抽出と対策などが行われるのが一般的である。この目的には、試作コストが比較的安く、各種製造装置の取り扱いが大型液晶の場合より容易であり、かつ性能評価結果が大型液晶テレビにも適用できるなどの観点から、大型液晶テレビの開発のためのプロトタイプとしては20インチサイズレベルのテレビが好適である。本研究開発では同様の観点から20インチサイズの液晶テレビを試作した。テレビの駆動方式には大きく分けて、液晶層をCF基板側と TFT ピクセルアレイの画素基板側の透明電極で挟み、これらの2枚の電極間に電圧を印加して液晶を駆動するVA (Vertical Alignment) 方式と液晶層の面内方向に電圧を印加して液晶を駆動するIPS (In Plane Switching) 方式がある。本試作ではVA方式のテレビを採用し、酸化亜鉛透明電極をCF基板側の共通電極のみに適用した。したがって画素基板側は従来通りのITO透明電極を用いた。したがってテレビの製造手順は3インチの小型液晶パネルと基本的には同様と言えるが、

C F基板と画素基板間との間に液晶層を設けるためのスペーサーの方式が異なる。先に述べたように3インチの小型液晶パネル試作ではビーズ（ボール）スペーサーを用いたが、ここでは大型液晶テレビに用いられている柱状のリブスペーサーを用いた。そして既に述べたようにリブスペーサーはフォトリソグラフィ技術により形成した。その形成過程で用いられる強アルカリ液により酸化亜鉛透明導電膜が損傷をうけないように工夫した。そしてC F基板側に設ける透明電極には酸化亜鉛透明導電膜を100%使用できるようにした。

この20インチサイズのテレビ試作では、同一のテレビ試作ロットにおいてC F基板側透明電極に酸化亜鉛透明導電膜を用いたテレビとITO透明導電膜を用いたテレビを分流して作製した。この従来製品と同様にITO透明電極を用いたテレビは、酸化亜鉛透明電極を用いたテレビとの性能比較評価用として作製した。なおこの分流試作では、酸化亜鉛透明導電膜を形成する工程以外は両者の製造工程が同一になるように配慮した。なお、20インチ液晶テレビの試作は一般競争入札を通して試作企業を決定した。このようにして試作した液晶テレビは、図3.76に示すように正常なテレビ表示動作をすることを確認した。



図3.76 C F基板側透明電極に酸化亜鉛透明導電膜を用いた20インチテレビと従来品の汎用品と同様にITO膜を用いたテレビの表示状態比較 (nanotech 2012, 東京ビッグサイトにて展示)

【 評価 】 C F基板側透明電極に酸化亜鉛透明導電膜を適用した20インチ液晶テレビのモジュール透過率を同一のテレビ製造ロットで分流して作製したITO電極を用いた標準テレビモジュールの透過率と比較して評価した。なお、透過率はテレビのバックライトの波長スペクトルに依存するため、両テレビとも同じ型のLED (Light Emitting Diode) バックライトを使用した。テレビモジュールの分光透過率より、ITO電極を用いた従来品の汎用テレビと比較して酸化亜鉛系透明電極適用テレビでは平均透過率が相対比較で5%向上することを確認した。なお、テレビモジュールの可視光 (380nm ~ 780nm) 透過率スペクトルの中の400nm ~ 500nmの短波長領域において酸化亜鉛透明電極を用いたテレビの透過率の優位性が顕著であった。これにともない、nanotech 2012において、本試作テレビの展示を見られた来訪者から酸化亜鉛透明電極を用いた方が白色および青色から黄色の波長域の表示が明るく綺麗に見えるとの評価をいただいた。また透過率とともにモジュール正面のコントラスト評価 (偏光板有、パネル駆動時) を行った。この特性はITO適用テレビと同等の特性を示した。またモジュール (変更板有、パネル駆動時) における色再現性範囲をITO適用汎用テレビと比較評価した。ITO電極を用いた従来品の汎用モジュールと同等の色再現性が確認された。これらの評価を行ったテレビについて、さらに長期連続駆動試験を行った。この試験は、大型液晶パネルメーカーで用いられている温度50℃、相対湿度95%の環境下で行った。そして1000時間連続駆動を行っても比較用の従来品のITO電極適用液晶テレビと同様に全く劣化しないことを確認した。この長期連続駆動試験よりC F基板側の透明電極を大型液晶テレビに適用できる見通しを得た。

## 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

【 中間目標まで: 液晶ディスプレイパネルにおける ITO 代替による実用化見通し 】

中間目標である共通電極に ZnO 透明電極を用いた 3 インチの液晶ディスプレイパネルの点灯表示に世界で初めて成功した。この試作成功により小型液晶パネルでは本プロジェクトの目標であるインジウムの使用原単位50%を超える75%低減を実現した。本試作成功で最も重要な点は従来の ITO 電極を用いたパネル製造プロセスにおいて ZnO 透明導電膜の製膜工程以外は全く変更する必要が無く(図 4.1 参照)、またパネル製造過程において ZnO 膜起因の問題も全く生ぜずに100%歩留まりでパネル組み立てを完成できたことである。

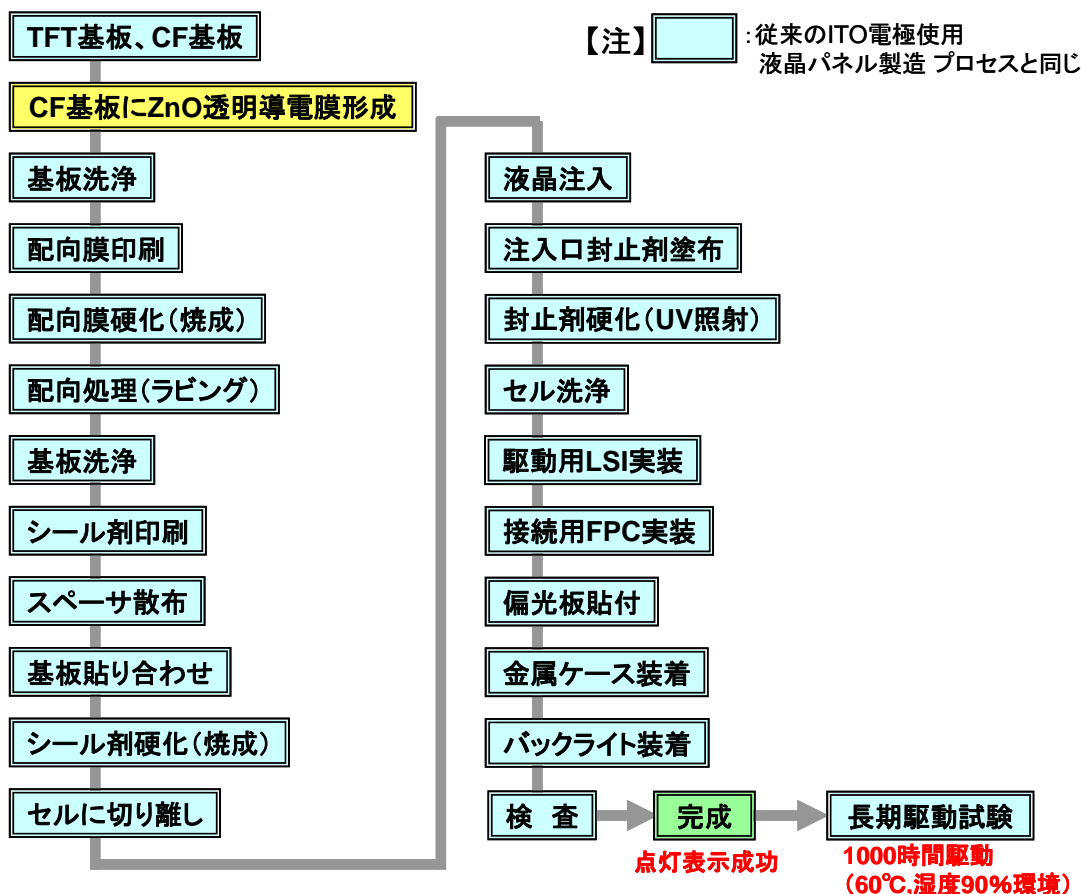


図 4.1 ZnO 透明共通電極応用液晶パネルの製造工程流れ図

すなわち従来の ITO 使用パネルプロセスと完全コンパティブルにできることを立証した。Zn は廉価であるため、ZnO 透明電極を用いるパネルメーカーが増えると ZnO スパッターターゲットは ITO ターゲットより1ないし2桁程度低価格になる可能性を含んでいる。したがって完全コンパティブルであることは液晶パネル製造コストを低減できる要素を有していることを示している。なお小型パネル



製造メーカーであるカシオ計算機(株)がパネル組み立てを担当し、製品化判断基準より長時間の連続駆動試験(60℃、湿度 90%で 1000 時間連続駆動)によっても全く表示特性が劣化を生じないことより、実用化の見通しが得られたと言える。

【 最終目標:代替製品化から新商品(優位性)へ:実用化見通しの強化 】

プロジェクト 3 年目以降では、20インチ型液晶ディスプレイテレビにおける共通電極に対し、上記、3 インチ液晶パネルと同様に、ITO 共通電極に対し、ZnO 共通電極に完全代替(インジウムの使用原単位50%を超える)することを目標にして、シャープ株式会社に試作発注した。

結果として、従来の大量生産プロセスを通し、試作に成功した。中間評価で得られた成果と比較すると下記の通りの大きな進展を得た。テレビ表示において、輝度が、従来の ITO 技術と比較して 5%程度高いことがパネルメーカーの評価を通して、判明した。これはバックライトの消費電力の低減化を可能とさせる。連続表示試験も当該パネルメーカーの基準に従い、表示性能の劣化が認められず、合格となった。すなわち、表示性能に対し、単なる従来製品の代替ではなく、優位性を示し、新表品開発レベルとなったこととなる。これより、実用化の見通しが強化されたと言える。

事業化においては、パネルメーカー(エンドユーザ)により、需要に即したプロコン分析が必要であり、これはパネルメーカーに期待する。

## 1.2 事業化までのシナリオ

携帯電話などの小型液晶パネルについては、本中間成果により事業化の可能性を示したと言える。しかし大型液晶パネルは小型パネルと構造および表示方式が異なる部分があるため、実用化および事業化は 21 年度から 23 年度に実施する大型液晶パネルへの ZnO 透明電極の応用研究開発成果にて実現させる。

本研究開発は ZnO の素材、製膜、エッチング液そしてパネル組み立てまで、すなわち液晶パネル製造における川上から川下までの企業が構成し、緊密な連携の下に一致団結して推進している。このため参画企業の製造レベルごとの事業化が可能であり、すでに事業化の計画を有する企業がある。Ga 添加 ZnO の素材をハクスイテック株式会社はすでに製品化実施済みである。またジオマテック株式会社は本開発で成功したマグネトロンスパッタ法による低抵抗、可視光高透過率の高性能 ZnO 透明導電膜の製膜受託事業を平成 21 年度下期より開始している。ZnO 薄膜の微細加工関連の薬液の開発を担当した三菱瓦斯化学株式会社ではリソグラフィ関連薬液およびエッチング薬液の一部を製品化済みである。パネルアセンブリメーカーであるカシオ計算機株式会社では本プロジェクトにより実用化可能と判断しており、インジウムの枯渇などにより ITO 透明電極の供給に問題が生じたときのために態勢を整えておく。大型液晶パネルは 21 年度以後の研究開発成果を基に事業化のシナリオが決まる。なお 19 年度、20 年度に参画した株式会社 ZnO ラボは反応性プラズマ蒸着法による Ga 添加 ZnO 膜の受託製膜ならびに製膜装置の販売を開始した。

## 1.3 波及効果

世界で初めての ZnO 透明共通電極を用いた小型液晶パネル試作成功および20型液晶ディスプレイテレビの試作成功ならびに微細加工技術(エッチング液開発やプロセスなど)の開発など本プ

プロジェクトにより成功を収めた関連技術を、新聞、テレビといった広報、そして国際学会ならびに各種出版物(学会誌、書籍など)にて多くの発表を行ってきた。これらにともない国内外(主には、中国、韓国そして台湾など)より情報の問い合わせとともに製膜や微細加工依頼が多数寄せられている。問い合わせは、液晶パネル関連メーカ(スパッタリング法用ターゲット製造企業も含め)はもちろんであるが、電気事業とは全く関係の無い事業分野(化粧品分野(紫外線カット応用品など)、薬品分野(抗菌性など)、建材分野(近赤外光領域の反射を応用とした窓材など)など)を生業とする企業からの問い合わせも多い。これはいかに材料からの技術開発が大きな波及効果を生むか、その典型と言えよう。

上記顕在および潜在ユーザ情報より以下の波及効果が考えられる。

- ① 液晶パネル関連分野:本研究開発に参画していない素材企業においても ZnO 透明導電膜成膜源(スパッタターゲットなど)や ZnO 関連エッチング液などに関する製品開発が活発化してきた。また新規参入企業も(例:透明導電膜材料の原料(粉末、およびスパッタターゲットなど)提供など)でできた。本試作と異なる液晶パネル方式を採用している企業からも ZnO 透明電極を用いたパネル開発に興味を持つ企業がでてきた。
- ② 他分野:ZnO 透明導電膜は ITO より可視光透過率に優れている、といった特長を有する。特に青色など短波長領域の透過率に優位性がある。この透過率の優位性はタッチパネルにおいて表示色に直接的な改善効果が見られる。本研究開発テーマの参画企業であるアルプス電気株式会社において製品応用を行う。上記、可視光透過率での優位性は薄膜太陽電池の窓層および中間層への応用の可能性および現行(CIGS 型薄膜太陽電池)での更なる特性改善による光電変換効率の向上が期待される。ZnO 透明導電膜は、キャリア密度の制御を実施することで、可視光領域だけではなく、近赤外光領域においても高透過率実現が可能なことから、光電変換効率の向上に必須な太陽光近赤外光領域(700-1500nm)の有効利用も可能とさせる。

さらに高知工科大学で研究開発を進めてきた透明電磁シールドや紫外光と赤外光を透過し難くする効果を利用して可視光バンドパスフィルター機能の利用した窓ガラス建築素材、加えて低温成膜が可能な特長を利用したプラスチックフィルム基板を用いたフレキシブル透明導電膜など、環境問題やエネルギー問題などに寄与する電気事業分野とは異なる事業分野での多くの応用が考えられる。また本研究開発で得た高性能 ZnO 薄膜製膜技術は今後発展が期待されている ZnO 系半導体などの電子デバイス(紫外光領域発光ダイオード、ガスセンサー(高知工科大学では、低温高感度水素センサーの研究開発をすでに実施している)など)への波及効果も期待できる。

### ③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発

## Ⅲ. 研究開発成果について

### 1. 事業全体の成果

#### 1.1 研究開発の概要

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

焼結磁石における結晶粒を数ミクロンサイズになるよう微細化することで、ジスプロシウム添加量を低減しても高保磁力が得られる焼結磁石の作製プロセスを確立する。

##### 1) 次世代焼結磁石用原料合金の研究開発

結晶粒径と元素分布を制御することにより、高い保磁力が引き出せる原料合金を開発する。

##### 2) 超微細結晶粒焼結磁石作製プロセスの開発

結晶粒径制御により高保磁力焼結磁石の作製プロセスを開発する。

##### 3) 高保磁力磁石の焼結組織最適化に関する研究

Nd-rich 相などの組織形態制御により焼結組織の最適化を図る。

##### (2)「界面ナノ構造制御による保磁力向上技術の開発」(界面 Grp)

強磁場プロセス、薄膜プロセス、組織制御等を検討して Nd-Fe-B 系焼結磁石の界面ナノ構造を制御し、主相界面の格子整合性を向上させてジスプロシウム添加量の低減と高保磁力の実現の指針を得る。さらに、これらの指針をもとにジスプロシウムを磁石試料中で保磁力増加に効果的な部位に必要な量を添加するジスプロシウム有効活用技術を開発し、ジスプロシウム添加量の削減を図る。

##### 1) 強磁場を用いた界面構造制御による保磁力向上の研究

強磁場熱処理による粒界相の結晶配向を用いて、この界面構造をより均一にして高保磁力化を目指す。

##### 2) 薄膜プロセスで制御した理想界面による保磁力向上の研究

理想的な磁石薄膜と粒界相物質を成膜し、磁化反転のモデル実験を行うことにより、保磁力のメカニズムを解明する。

##### 3) 焼結磁石の組織制御による界面ナノ構造最適化の研究

ジスプロシウムの拡散制御技術の検討により結晶粒表面にジスプロシウムを優先偏析させる技術を開発する。

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

Nd-Fe-B 系焼結磁石の界面ナノ構造や磁化過程の詳細な解析をすることによって、現状の保磁力が異方性磁場 (90 kOe) の 10%程度の値に留まっていること、従来の研究から結晶粒を小さくしても保磁力がある結晶粒径で急激に低減すること、などの理由を解明し、さらには計算科学を駆使することによって保磁力向上の指導原理を獲得する。得られた情報は上記項目 (1)、(2) の製造プロセスへ還元する。

##### 1) ナノ組織解析・原子レベル元素分析による界面構造評価

焼結磁石の粒界ナノ構造を原子レベルで解析し、粒界構造と保磁力の因果関係を解明する。

2) 中性子小角散乱法による平均界面構造評価と保磁力

中性子小角散乱測定により、保磁力の起源となる磁石内部の平均界面構造を明らかにする。

3) 微小結晶粒子集団における磁化反転機構と制御法の研究開発

磁化反転機構解析により保磁力の決定要因を解明する。

4) 希土類磁石の保磁力機構に関する理論研究

第一原理計算に基づく微視的立場から焼結磁石の保磁力の発現機構を明らかにする。

(4) 「自動車用磁石への応用」(応用 Grp)

自動車用磁石、特にハイブリッド自動車の駆動モータは、現在ジスプロシウム添加 Nd-Fe-B 系磁石の大きな応用先である。本研究の遂行によって高保磁力高性能な Nd-Fe-B 系磁石を開発できれば、ジスプロシウム使用量の削減が最も効果的に実施できると考えられることから、例えば開発磁石の耐久性評価、モータ適用時の磁石の最適形状設計等といった当該分野への応用について検討を行う。得られた情報は、各製造プロセスへ還元するとともに更なる高性能化への指針とする。

1.2 全体の成果

本研究において得られた成果を、最終目標と比較してまとめると、以下の表Ⅲ-1-1 のようになる。

表Ⅲ-1-1 研究開発項目全体の成果

目 標	研究開発成果	達成度
最終目標：平成 23 年度までに、結晶粒径の微細化、界面ナノ構造制御技術等により、ジスプロシウム使用量原単位 30%削減を達成する。	①1.1 μm まで粉末粒径を小さくすることおよび低酸素プロセスの実現により高保磁力を実現し、最終目標を上回る Dy40%削減に相当する磁気特性を有する Dy フリー焼結磁石の作製に成功した。 ②Dy リッチシエル化率 85%と界面制御により、最終目標を上回る Dy35%削減に相当する磁気特性を有する焼結磁石の作製に成功した。	達成
(1) 結晶粒径 2 μm で元素濃度分布を最適化した原料合金、並びにジスプロシウムフリーで結晶粒径 2 μm 以下の焼結磁石、における量産化技術の確立。	結晶粒径 2 μm 以下となる原料合金の作製に成功し、元素濃度分布制御の可能性を見出した。 結晶粒径 1.8 μm 相当の磁石において、Dy 削減率 40%に相当する焼結磁石の開発に成功し、量産化に関する知見を得た。	達成
(2) 強磁場プロセスやジスプロシウム有効活用技術の導入等によって、高	薄膜プロセスで、14 kOe の保磁力上昇を実現した。	達成

保磁力化の実現 (10kOe)。	6.5%Dy 組成で 30kOe の保磁力を達成する Dy の有効活用技術を開発し、Dy35%削減に相当する磁気特性を有する焼結磁石を開発した。	
(3) 内部又は界面の微細・平均構造と保磁力との相関や磁化反転機構を明らかにし、高保磁力省ジスプロシウム磁石開発における指導原理の確立。	マルチスケール解析による、粒界構造と保磁力の因果関係の解明、保磁力機構の考察、第一原理計算による粒界相の磁性の推定を通じ、保磁力向上に寄与した。	達成
(4) モータ出力密度 3 倍のための開発要素の明確化。	計算と実測により、モータコア体格を 23%小さくすることに成功し、出力密度向上の開発要素を明確化した。	達成

## 2. 研究開発項目毎の成果

### 2.1 目標の達成度

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

##### 1) 次世代焼結磁石用原料合金の研究開発

- 原料合金製造プロセスの条件を最適化することにより、結晶粒径 2 $\mu$ m の合金が作製され、目的を達成した。
- 合金作製条件により得られた合金内における Dy 元素分布の状況が異なることが分かり、製造条件により原料合金内における元素分布制御の可能性が示唆された。

##### 2) 超微細結晶粒焼結磁石作製プロセスの開発

- 粉末粒径 1.1  $\mu$ m の Nd-Fe-B 原料粉末の微細化を作製し、酸素量 1500 ppm 以下で結晶粒径 1.8  $\mu$ m 以下の超微細結晶粒焼結磁石の作製の作製に成功した。
- Nd リッチ相の分散性を改善することで、超微細結晶粒 Nd-Fe-B 焼結磁石は Dy フリーで 20 kOe の保磁力を得ることができた。
- 以上より、本プロジェクトの最終目標 Dy30%削減を上回る Dy40%削減に相当する磁気特性を有する Dy フリー焼結磁石の作製に成功した。

##### 3) 高保磁力磁石の焼結組織最適化に関する研究

- ストリップキャスト材に対して、点算法を改良した方法によって Nd-rich 相の存在状況の評価を可能とした。結果、約 4  $\mu$ m の層間隔となっていること、ロール面から 50  $\mu$ m 程度の領域に組織不均一になっていることを明らかにするとともに、ストリップキャスト材の評価技術を確立した。また、熱処理によって SC 材における Nd-rich の組織形態が変化すること、Dy 量の分配率が 2-14-1 相内よりも Nd-rich 相内が大きいことを明らかにした。さらに、ストリップキャスト材の作製条件と組織の関係について調査し、ストリップキャスト材の厚みを薄くすることにより、ラメラ間隔を小さくできることを見出し、新たな合金作製手法を提案した。

- ・ 水素処理材およびジェットミル粉末の Nd-rich の存在形態について評価を行い、ジェットミル粉末の平均粒径が小さくなるほど、Nd-rich の付着率が低下することを明らかにした。
- ・ 焼結磁石の組織観察から、微細なジェットミル粉を用いた焼結体では結晶粒径は低下するが、結晶粒界に Nd-rich 相が存在する確率が低下することなどを見出した。
- ・ Nd-rich の付着率向上のため、Nd-rich 層間隔を微細にした新規開発合金において、ジェットミル粉末の Nd-rich の付着率が向上することを示した。
- ・ Dy フリーで 20kOe の保磁力を持つ磁石と同組成で粒径の異なる磁石の組織を、ミクロ、マクロの両面から検討することにより、Nd-rich 相の分散性が向上し、結晶粒子の凹凸の減少により保磁力増加したと考えられることを示した。
- ・ Nd-rich 相の濡れ性評価および成膜技術を用いた界面モデルの検討を行った。濡れ性評価からは、Cu の添加により濡れ性が向上すること、液相中への酸素固溶度が増大することを明らかにした。薄膜を用いた粒界モデルの組織観察から、熱処理によって保磁力が回復した試料では、Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 相と Nd-rich 相の界面にアモルファス相や C-Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の非平衡相が形成されていることを世界で初めて見出した。さらにこれらの評価と界面モデルの考察から、焼結過程および熱処理過程における高保磁力を得るための理想的な組織変化のモデルを構築し、製造プロセスグループへ情報を還元した。  
上記の事項により、個別研究開発項目における最終目標を達成した。

## (2) 「界面ナノ構造制御による保磁力向上技術の開発」(界面 Grp)

### 1) 強磁場を用いた界面構造制御による保磁力向上の研究

- ・ Nd-Fe-B 系焼結磁石の強磁場中熱処理を行い、Al、Cu を添加した試料で、しかも 500°C および 550°C という特定の熱処理温度付近でのみ顕著な保磁力上昇が見られることを見出した。
- ・ これらの温度は、粒界に存在する Nd-Cu 相 および Al-Cu 相の共晶温度と一致し、磁場効果の機構と関係があることが示唆された。
- ・ 「強磁場中熱処理後急冷システム」「マルチサンプル磁場中熱処理装置」、および「磁場掃引誘導型マルチサンプル磁化測定装置」を設計・製作し、強磁場プロセスの迅速な最適化を可能にした。
- ・ 特に、粒径が 5 μm の試料では、磁場中保磁力比 FCR が最大 52%に達し、これまでの最高値を示すことを見出した。
- ・ 強磁場中熱処理により Dy フリーの粒径微細化試料では最大 15%、従来法で作製された試料では最大 52%の保磁力上昇を観測した。それぞれ、ゼロ磁場中熱処理時の保磁力に対し、1.9 kOe および 4.7 kOe の保磁力上昇に対応する。一方、Dy を 10%含む試料では、475°C で 140 kOe を印加して熱処理した場合に、保磁力が 6 kOe 上昇することがわかった。
- ・ 磁気力を有効に応用するための強磁場プロセッシング装置を構築し、磁気力が液相化した Nd-rich 相に影響を及ぼしうることを示した。また、Dy の拡散に対して磁気力が有効に働くことも示唆された。

## 2) 薄膜プロセスで制御した理想界面による保磁力向上の研究

- ・ サファイア単結晶基板にエピタキシャル成長させた Ta 上に  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  を成長させることで、3~4  $\mu\text{m}$  程度の幅の微細組織を有する  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  の島状単結晶を得ることができた。
- ・ この薄膜を Nd 層で被覆して加熱したときに保磁力の顕著な上昇がみられることを確認した。
- ・ 平成 23 年度の最終到達目標である「5  $\mu\text{m}$  程度のサイズをもつ主相粒子の形成」を、 $\text{SiO}_2$  基板上への  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  膜の作製によって、ほぼ達成した。
- ・ サファイア基板上に形成した粒子サイズが  $\mu\text{m}$  オーダー程度である  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  単結晶粒子へ Nd 被覆層を形成し、連続的に 550°C のポストアニールを行うことで、平成 23 年度の最終目標である保磁力の 15 kOe 増大に迫る「14 kOe の保磁力上昇」を確認した。
- ・ 酸化マグネシウム基板およびサファイア基板上に形成した粒子サイズが 60 nm 程度である  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  微細粒子へ Nd 被覆層を形成し、連続的に 500°C のポストアニールを行うことで、「26.2 kOe の最大保磁力値」を新たに確認した。

## 3) 焼結磁石の組織制御による界面ナノ構造最適化の研究

- ・ Dy 源の種類・サイズの検討及び、混合条件を制御することで、焼結前の時点で Dy を高分散させることに成功した。
- ・ 焼結後の Dy 分布は焼結前の Dy 分布に影響されることを確認し、その分布が磁気特性に影響することを確認した。
- ・ Dy 源の種類について検討し、種類によって焼結磁石の磁気特性に違いが生じることを確認した。いわゆる粒界拡散法で使用されている  $\text{Dy}_2\text{O}_3$ 、 $\text{DyH}_2$  に加え、Dy-Fe 合金の使用が可能であることを見出した。
- ・ 焼結磁石における総希土類元素 (=T.RE) 量の影響を評価し、T.RE 量増加と共に保磁力が増加することを確認した。
- ・ メインアロイ粉のサイズの影響を評価した。小サイズ化で焼結体の粒径が小さくなり、保磁力が向上した。メインアロイ粉サイズを 3.5  $\mu\text{m}$  前後にすることで、焼結体の粒径を目標値の 6  $\mu\text{m}$  以下にすることができた。
- ・ 磁石粒子の表面が Dy リッチ領域で覆われている粒子の割合 (=シェル化率) について評価した。シェル化率向上には Dy 源サイズの小型化が効果的であることが明らかとなり、最高でシェル化率 85% が得られた。一方、シェル化率と保磁力の相関は低かった。
- ・ 上記の検討の結果、本プロジェクトの目標、Dy 削減 30%を上回る、Dy 削減 35%の 6.5%Dy 組成において、保磁力 30 kOe を達成した。

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

### 1) ナノ組織解析・原子レベル元素分析による界面構造評価

- ・ 20kOe を示す Dy フリー微細粒焼結磁石について、FIB-SEM/TEM/アトムプローブを用いた詳細なマルチスケール組織解析を行い、最終熱処理によって Cu を含む金属 Nd リッチ相が融解し、高 Nd 組成の厚い粒界相が増加し、保磁力が向上することを明らかにした。
- ・ 微細結晶焼結磁石の初磁化曲線が 2 段階で飽和する挙動について、一段目は粒内の磁壁移動による磁化過程であり、二段目は単磁区化した粒子を取り囲む強磁性結晶粒界でピ

ニングされていた磁壁が移動する磁界に相当し、それが保磁力と同程度の磁界であることから、焼結磁石の保磁力メカニズムは単磁区粒子粒界からの磁壁デピニングと移動と関連があることを示した。

- ・ 一般的な焼結磁石の原子プローブ解析結果及びモデル薄膜実験結果から、粒界相が軟磁性特性を示すことがわかり、粒界相中の非磁性元素濃度を更に増加させることが保磁力向上のために重要であることを明確にした。

## 2) 中性子小角散乱法による平均界面構造評価と保磁力

- ・ Nd-Fe-B 焼結磁石の磁区を含む内部平均構造の相違が、中性子小角散乱パターンの変化として現れることを検証した。また、保磁力が大きいほど、中性子小角散乱強度も大きくなることを見いだした。
- ・ 強磁場熱処理中の内部平均構造の変化をその場観察することのできる、中性子小角散乱測定のために最適化した特殊なレーザー試料加熱装置と無冷媒超電導磁石を製作した。また、それを使って、磁区構造の温度変化を観察することに成功した。
- ・ 試料作製プロセス、熱処理条件の違いにより、中性子小角散乱パターンが、内部構造の変化に従って顕著に異なること、保磁力の向上とともに、中性子小角散乱パターンの異方性が強まることを見いだした。異方的な散乱を起こしている散乱体の大きさを評価し、SEM 観察で得られた結果を参考にすることで、Nd リッチ相の異形状と保磁力の間に相関があることを明らかにした。

## 3) 微小結晶粒子集団における磁化反転機構と制御法の研究開発

- ・ 磁気測定については、 $10^{-7}$  emu 感度までの高感度測定と、低高温における測定が可能となった。
- ・ 3次元的に微細化した 20 - 100  $\mu$ m サイズの磁石では、試料表面の酸化などの影響が試料全体に及ぶことが確認できた。これから、バルク磁石試料について、結晶粒子集団の協同現象的磁気挙動のサイズが 100  $\mu$ m 径程度に及ぶ理由も推定できた。
- ・ 微細試料の調製にはイオンミリング装置も導入でき、角柱状の試料の切り出しも可能となった。
- ・ 磁区構造観察には SHPM (走査型マイクロ・ホール・プローブ顕微鏡) による磁区画像取得も可能になり、微細試料の試料内部の 3次元磁区構造の観察 (コンピューターによる合成) の可能性を明瞭に示すことができた。
- ・ 永久磁石の保磁力発現機構における結晶粒子集団の挙動と、表面効果の磁気特性への影響を明瞭化することを通して、保磁力発現機構の理解を深めることに貢献し、Dy 添加効果を含む保磁力増加の手法開発の研究にも寄与できた。

## 4) 希土類磁石の保磁力機構に関する理論研究

- ・ Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B バルク状態に対して、FLAPW 法による第一原理バンド計算から結晶場パラメータを評価する技術を確立し、バルクの磁気異方性定数  $K_0$  が  $10^7$  (J/m<sup>3</sup>) 程度という実験事実と整合することを確認した。
- ・ Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 磁石の結晶粒の表面の Nd の磁気異方性定数  $K_0$  が面方位によっては負となり得ることを示した



- ・ 古典ハイゼンベルグ模型を用いた磁化曲線の計算により、表面の負の磁気異方性定数が保磁力の顕著な低下をもたらすことを示した。
- ・ 実験的に確認されている Fe を含む粒界相の電子状態の計算を行い、室温以上のキュリー温度を持つ強磁性であることを示した。

#### (4) 「自動車用磁石への応用」(応用 Grp)

- ・ 本研究開発項目では、将来増加すると思われるハイブリッド自動車に搭載されるモータ設計のトレンド(小型化、高回転化)に即し、ロータ磁石部ブリッジの最適構造を、強度とリラクタンストルク応用の両面から、計算および実験により求める。

## 2.2 知的財産の取得及び標準化の取り組み

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Ⅲ-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		その他の外部発表(プレス発表等)
	国内	外国	PCT 出願	査読付き	その他	
H19FY	0	0	0	3	5	30
H20FY	1	0	0	7	8	56
H21FY	1	0	0	8	2	58
H22FY	0	0	0	11	17	85
H23FY	1	0	0	18	5	56

### ③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発

#### 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

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

###### 1) 次世代焼結磁石用原料合金の研究開発 ((株) 三徳)

各種急冷合金作製法により焼結磁石用原料合金における結晶粒径  $2\ \mu\text{m}$  以下の微細化手法を見出した。焼結磁石作製工程とのマッチングを図り、合金作製条件の更なる最適化を行い、合金作製規模のスケールアップを進めることにより、微細化技術の工業的実現の可能性はあると考えられる。

###### 2) 超微細結晶粒焼結磁石作製プロセスの開発 (インターメタリックス (株))

超微細結晶粒磁石の検討では、粉碎装置の改造を重ねて、粉末の低酸素化と平均粒径  $1.1\ \mu\text{m}$  までの超微細化を同時に実現した。また超微細低酸素粉末の成形、配向技術としての PLP 法を用いて、高密度充填と高配向度成形が実現できた。その結果、Dy フリーで保磁力  $20\ \text{kOe}$  の焼結磁石の作製に成功した。超微細結晶粒焼結磁石の作製工程は、ラボレベルでほぼ確立しており、Dy 使用量削減率  $40\%$  磁石の量産は技術的に可能である。今後は、スケールアップに伴う採算性評価や大型装置開発を行い、実用的な課題を解決していく必要がある。

###### 3) 高保磁力磁石の焼結組織最適化に関する研究 (東北大学 (杉本))

点算法を改良したストリップキャスト材の評価方法を確立し、ストリップキャスト材の作製条件と組織形態を定量的に評価できるようになった。これに基づき、検討項目 (1) - 1) における原料合金の作製条件へ、情報をフィードバックするとともに、新たな合金作製プロセスを提案した。

原料合金、水素処理材、ジェットミル粉末、焼結体における Nd-rich 相の組織形態、さらに、濡れ性評価、薄膜技術を用いた界面モデルの検討から、焼結過程ならびに熱処理過程における組織変化に関する知見の獲得により、検討項目 (1) - 2) における焼結体作製条件の最適化の促進ならびに実用化に寄与した。

上述の 2 点の成果により、結晶粒微細化による高保磁力 Nd-Fe-B 系磁石の実用化の可能性は高い。

###### (2) 「界面ナノ構造制御による保磁力向上技術の開発」(界面 Grp)

###### 1) 強磁場を用いた界面構造制御による保磁力向上の研究 (東北大学 (加藤))

Cu や Al などの微量添加物が粒界で低融点物質を形成し、その融点近傍において強磁場中熱処理による保磁力上昇が顕著に起こることを明らかにした。また強磁場プロセスによって最大で  $6\ \text{kOe}$  の保磁力上昇を観測した。

ネオジム系磁石の保磁力を向上させるためには、粒界構造制御が有望である。そのため

には冶金学的手法が一般に用いられ、現在までに多くの知見が蓄積されている。近年発達してきた強磁場・電磁プロセッシングによるバルク材料の構造制御技術は、将来性の高い有望な手法である。今回確認された強磁場プロセスによる保磁力上昇は、強磁場環境がもたらした構造変化に由来するものと考えられ、理想構造の手がかりを探索する上で重要な意味合いがある。

一般に強磁場プロセスは、量産に不向きであると考えられていたが、近年の無冷媒型超伝導マグネットの高性能・低価格化により、その障害は克服可能であることも認識されるべきである。一方、強磁場プロセスによって従来法では得られない新奇な粒界構造が得られることも予期されることから、強磁場プロセスで得られた知見を量産プロセスに導入することは可能である。このように、間接的に量産化へ寄与できる可能性もある。

## 2) 薄膜プロセスで制御した理想界面による保磁力向上の研究 (山形大学)

残留酸素濃度の異なる環境の下での薄膜プロセスによって形成されたモデル界面ならびに粒子サイズと保磁力の関係を検討することで得られた知見から、本検討項目(1)および(3)ならびに検討項目(1)－2)への保磁力上昇の指針と最適ナノ構造の提案がなされた。この結果、高保磁力を持つ粒子微細化ネオジム磁石と界面制御されたコアシェル構造を持つネオジム系永久磁石の実用化の可能性は高いと考えられる。

## 3) 焼結磁石の組織制御による界面ナノ構造最適化の研究 (TDK (株))

Dy をより有効に活用するための Dy 偏析技術として、従来の 2 合金法を発展させた H-HAL (Homogeneous-High Anisotropy field Layer) 法を開発した。原料粉として細かい Dy 源を使用することで、焼結前、焼結後の双方で Dy を主相粒子表面付近に薄く均一に分布させ得ることを明らかとし、それに伴い磁気特性が改善されることを示した。また同手法では  $Dy_2O_3$  等の Dy 系非金属粉あるいは Dy-Fe 系合金粉の双方ともを Dy 源として利用可能であることが明らかとなった。

本 H-HAL 法は Dy 源の選択肢が広く、特に Nd-Fe-B 系焼結磁石の製造に一般に用いられている Dy-Fe 系合金の使用が可能であるということは、本法が現行の磁石製造工程を大きく変えることなく適用可能であることを意味している。これは、実用化の観点からは大きなメリットである。

上述のとおり、現行の製造工程を大きく変化させることなく省 Dy 化できることを示した本成果は実用化される可能性大といえる。

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

### 1) ナノ組織解析・原子レベル元素分析による界面構造評価 (NIMS)

これまで 3 次元アトムプローブによる NdFeB 磁石の解析は皆無であったが、本プロジェクトで確立した 3 次元アトムプローブ解析法、さらには、マルチスケール組織解析法は、今後の磁石開発に応用され、特性向上に大きな役割を果たすものと期待される。

### 2) 中性子小角散乱法による平均界面構造評価と保磁力 (JAEA)

中性子小角散乱法により、(1) 「結晶粒の微細化・原料粉末最適化による保磁力向上技術の開発」で作製された試料の内部構造評価を行い、数  $\mu m$  から数 nm に及ぶ広い空間ス

ケールにわたる Nd-Fe-B 焼結磁石の構造解析が、非破壊で可能であることを実証した。さらに、焼結磁石試料の構造評価に最適化した、試料加熱装置及び中性子小角散乱測定用超電導磁石を開発し、温度や外部磁場による磁区構造の変化を含む構造変化のその場観察を可能にした。定量的な解析手法については課題が残るものの、並列化処理によるシミュレーションの高速化は完了し、今後の高度な解析手法を行う際の環境を整えた。これらの成果により、結晶粒微細化した Nd-Fe-B 系磁石の最適な熱処理条件の、熱処理中の構造変化のその場観察という新たな側面からの評価手法が実用化される可能性は高い。

### 3) 微小結晶粒子集団における磁化反転機構と制御法の研究開発（静岡理科大学）

結晶粒子集団はサイズが  $100\ \mu\text{m}$  径で、結晶粒子が  $10^4$  個程度の試料サイズとなった場合、集団全体の協同現象的挙動が顕著である。そのような試料の表面を適正に処理すれば、試料全体の磁気特性劣化の発現を抑えることができそうである。この知見から、数百  $\mu\text{m}$  径以下の結晶粒子集団の集団表面を添加元素などで反応修飾することが、もっとも効率的な試料粒子群の処理法につながると考えられる。したがって、そのようなサイズの試料粒子（結晶粒子集団）の表面の反応修飾を検討することが、本研究で得られた知見の実用化への可能性がもっとも大きな方向性であると考えられる。

### 4) 希土類磁石の保磁力機構に関する理論研究（東北大学（佐久間））

本研究の結果、Nd-Fe-B 磁石の磁化反転は結晶粒界近傍からの核生成によるものであること、また、この核生成しやすさが結晶粒の面方位によることが明らかになった。今後、核生成と粒界相の組成との関係を詳細に検討することにより、高保磁力磁石構造の指針を示し、本プロジェクトの目的達成の支援を行う予定である。

## (4) 「自動車用磁石への応用」(応用 Grp)

材料性能向上、冷却構造の最適化、マグネットトルクとリラクタンストルクとの最適組み合わせなどの要素技術を積み上げる事により、出力密度 2 倍の可能性が見えてきた。

これらは、モータ小型化がもたらす車両軽量化による燃費向上と CO<sub>2</sub> 低減、希少元素使用量低減などにつながる。

更に希少元素使用低減は、低コスト化にもつながり、将来自動車のハイブリッド化等に対し、顧客にとっても購入しやすいものとなることが期待される。

## 1.2 事業化のシナリオ

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

#### 1) 次世代焼結磁石用原料合金の研究開発（(株)三徳）

今回得られた結晶粒径  $2\ \mu\text{m}$  以下の微細化技術のスケールアップを行ない、更に、焼結磁石作製工程とのマッチングを図り、事業化へつなげる。

#### 2) 超微細結晶粒焼結磁石作製プロセスの開発（インターメタリックス（株））

量産化のための技術を確立し、インターメタリックス（株）またはライセンス供与した第三者により事業化を検討する。

### 3) 高保磁力磁石の焼結組織最適化に関する研究 (東北大学 (杉本))

得られた成果により、原料合金、微粉末、焼結体組織における Nd-rich 相の均一性を定量的に検討することが可能となった。磁石特性と組織を定量的に結び付けることで、磁石特性の向上を図り、実用化、事業化に貢献する。

## (2) 「界面ナノ構造制御による保磁力向上技術の開発」(界面 Grp)

### 1) 強磁場を用いた界面構造制御による保磁力向上の研究 (東北大学 (加藤))

強磁場プロセスを、現在の Nd-Fe-B 磁石の量産プラントに直接組み込むことは、装置の特性上容易ではないが、本研究で得られた高保磁力磁石の界面ナノ構造などの知見や設計指針を、量産プロセスに生かすことは可能である。すなわち、強磁場プロセスの知見を間接的に量産プロセスに生かすことで Dy 使用量の削減は達成できる。また、現状の成果の段階においても、小ロットであれば、強磁場中熱処理を行った磁石を市場へ提供することは可能である。将来的には、バッチ式で磁石の高保磁力化ができるシステムの構築に対する設計指針を与え、事業化に寄与することも検討している。

### 2) 薄膜プロセスで制御した理想界面による保磁力向上の研究 (山形大学)

得られた成果により得られた、界面効果と微細化効果の知見を、本検討項目 (1) および (3) ならびに検討項目 (1) - 2) の焼結磁石グループに供与していくことにより、磁石特性の向上を図って、実用化、事業化につなげる。

### 3) 焼結磁石の組織制御による界面ナノ構造最適化の研究 (TDK (株))

開発した H-HAL 法においては、Dy 源の混合・分散が重要であり、Dy 源の種類・サイズ、混合法 (混合装置)、混合タイミング、等の選択が最初の課題となる。特に Dy 源のサイズは重要であるが、微細サイズが求められるため、このサイズ実現を克服する必要がある。例えば、 $Dy_2O_3$  等であれば、社外から購入するのも 1 つの選択肢である。本プロジェクトにおいては、主に高圧式 JM (ジェットミル) での粉碎により微細 Dy 源を得た。成形以降は Nd-Fe-B 系焼結磁石の一般的な製造工程と違いが無く、設備導入あるいは改造の必要はない。

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

### 1) ナノ組織解析・原子レベル元素分析による界面構造評価 (NIMS)

本プロジェクトで達成された省 Dy 磁石を事業化する際には、更に添加元素やプロセスの最適化を行うことが考えられるが、それには、マルチスケール組織解析法の更なる寄与が期待できる。

### 2) 中性子小角散乱法による平均界面構造評価と保磁力 (JAEA)

中性子小角散乱法は、Nd-Fe-B 焼結磁石に限らず、約 1 nm から約 10  $\mu\text{m}$  の空間スケールの構造や構造揺らぎを、生体物質、ソフトマターからハードマターまで、その測定対象を選ばない非破壊的構造解析手法として非常に有効である。そのため、これまでは、国内で利用可能な JRR-3 の SANS-J-II と PNO のビームタイムを獲得するのが非常に難しく、実質、国内外の研究者を遠ざけていた。このような状況は、J-PARC センターの物質・生命科学実

験施設 (Materials and Life Science Experimental Facility: MLF) の本格的な稼働により、一変しようとしている。MLF には、PNO の測定領域から、SANS-J-II の測定領域を遙かに超えた広範囲の  $q$  領域を一度に測定することが可能な、大強度型中性子小中角散乱装置 (大観) の整備が進められ、平成 24 年度より一般利用を開始した。大観では、SANS-J-II では届かない粒界相の構造情報が現れることが期待される、 $1 \text{ nm}^{-1}$  よりも大きな領域も非常に短時間で測定することが可能である。この装置を使うことで、Nd-Fe-B 焼結磁石の中性子小角散乱法による研究が加速され、磁石特性のさらなる向上に貢献できる。

### 3) 微小結晶粒子集団における磁化反転機構と制御法の研究開発 (静岡理科大学)

数百  $\mu\text{m}$  径の結晶粒子集団として孤立試料を調製し、その試料が必要な高保磁力を発現する熱処理あるいは表面反応修飾条件を検討する。MEMS や超小型モータなどにも用いられる小磁石を、同様の特性最適化した粉体粒子群として調製し、熱処理などで集団を一体化して、より大型の実用磁石として提供する。その後、用途の拡大に向けて実用範囲の開拓を進める。

### 4) 希土類磁石の保磁力機構に関する理論研究 (東北大学 (佐久間))

実験的に認められる粒界相の組成と逆磁区発生過程の関係を明らかにし、更なる実験グループとの連携により、低 Dy 量で高保磁力を示す磁石構造を提案し、本プロジェクトの目的達成の支援を行う。

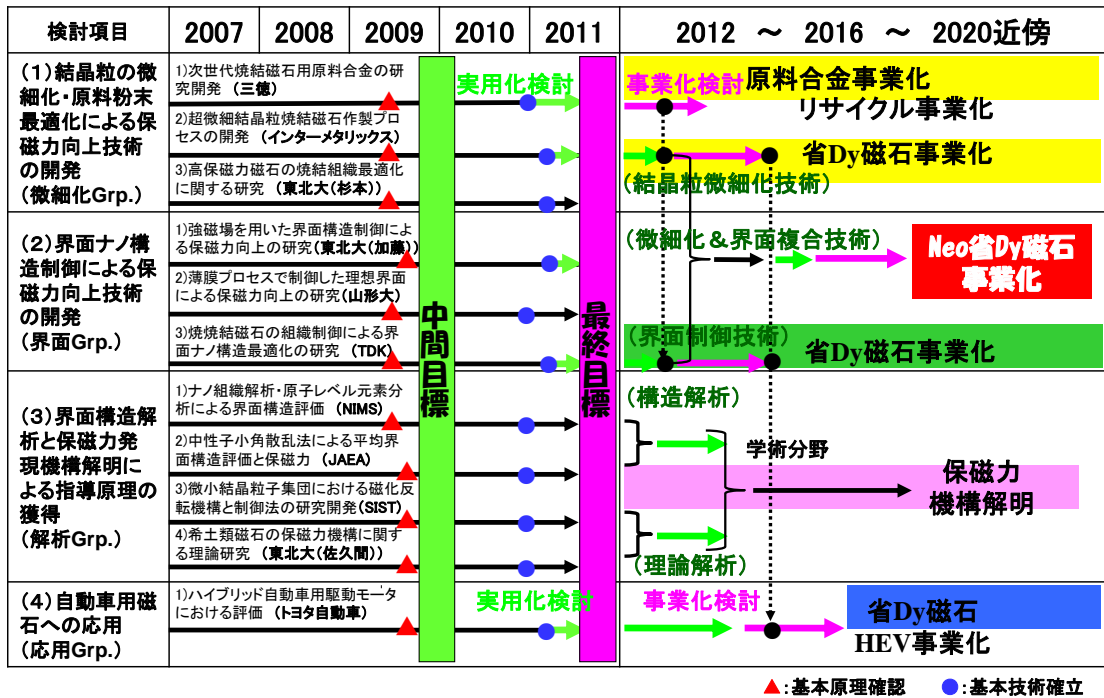
## (4) 「自動車用磁石への応用」(応用 Grp)

### 1) ハイブリッド自動車用駆動モータにおける評価 (トヨタ自動車 (株))

重希土類使用量低減により、資源リスクへの危惧なく、当面は埋込磁石型モータが主流となる。本プロジェクトで開発された性能向上磁石の採用で、モータの小型化・軽量化による燃費向上と  $\text{CO}_2$  削減、また低コスト化によりハイブリッド車が、環境対応車としての中心的な役割を担う。

上述したように本研究プロジェクトの成果で得られた原料合金微細化技術から原料合金の事業化、結晶粒微細化技術と界面制御技術から省 Dy 磁石事業化が可能である。また、構築された技術を複合化することにより、同技術の相乗効果が得られてさらに省 Dy 化、高保磁力化が進んだ新しい省 Dy の Nd-Fe-B 系磁石への研究につながり、すでに各研究機関でも実施体制に入ってきている。一方、これらの事業化の過程では、希土類金属のリサイクルが必要となり、リサイクル事業も立ち上がると考えられる。さらに、これらの事業化で開発された省 Dy 磁石を HEV に搭載することになり、省 Dy 磁石搭載 HEV の事業化も進むと思われる。なお、これらの事業化に寄与するのが構造解析技術、数値解析技術であるが、これらの進歩により永久磁石の長年の問題であった保磁力機構が徐々に明確化していくと考えられる。以上の概要を、表IV-1にまとめた。

表IV-1 事業化までのシナリオ



### 1.3 波及効果

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

##### 1) 次世代焼結磁石用原料合金の研究開発 ((株) 三徳)

焼結磁石用原料合金における結晶粒径微細化技術を見出したことにより、“超微細結晶粒焼結磁石作製プロセスの開発”が促進される。更なる作製条件の適正化により“界面構造解析と保磁力発現機構解明による指導原理の獲得”研究から得られた最適な焼結磁石組織・元素分布を実現するための一つのアプローチとして期待される。

##### 2) 超微細結晶粒焼結磁石作製プロセスの開発 (インターメタリックス (株))

各検討項目へ超微細結晶粒焼結磁石サンプル供給することで、これまで観察したことがない新たな知見が得られた。学術的研究と議論が活性化され、保磁力発現機構の解明などが進み、高性能モータ用 Nd-Fe-B 焼結磁石の Dy 使用量削減に役立つ情報が得られた。また、本プロジェクトの省 Dy 磁石が事業化された場合、モータの効率が上がることで、家電・自動車用モータの小型化・省エネに繋がり、産業の発展が期待される。

##### 3) 高保磁力磁石の焼結組織最適化に関する研究 (東北大学 (杉本))

SC 材からジェットミル粉末、焼結体の各状態の組織観察により、ジェットミル粉末に必要な合金設計方針を定量的に示したことにより、本検討項目 1) および 2) の開発が促進される。

焼結組織についての考察が進んだことにより、焼結体作製について、さらに効率的な研究開発および特性向上の推進が期待される。

## (2) 「界面ナノ構造制御による保磁力向上技術の開発」(界面 Grp)

### 1) 強磁場を用いた界面構造制御による保磁力向上の研究(東北大学(加藤))

強磁場プロセスによって上昇した保磁力のメカニズムを解明することで、Nd-Fe-B 磁石の作製プロセスの最適化に対する指針を与えることができる。例えば、微細構造観察による粒界のナノ構造の解析や、磁性理論に基づいた基礎研究への発展が挙げられる。具体的には、SEM、TEM、SANS を用いた局所および平均構造解析、KEM、MFM などを用いた磁気構造観察、および計算科学に基づいた理想的界面構造の設計などへ、それぞれ試料提供や共同研究を行うことが可能となる。その結果を、焼結磁石の作製プロセスの設計のための指針としてフィードバックすることができる。

### 2) 薄膜プロセスで制御した理想界面による保磁力向上の研究(山形大学)

ネオジム焼結磁石における Nd-rich 相と主相との界面効果と主相粒子の微細化が、保磁力の上昇に対して互いに独立に寄与することを実証したことにより、本検討項目(1)および(3)ならびに検討項目(1)-2)の開発が促進される。

さらに、高保磁力磁石の磁化反転機構に関する知見が得られたことから、今後のネオジム焼結磁石材料開発推進への寄与が期待される。

### 3) 焼結磁石の組織制御による界面ナノ構造最適化の研究(TDK(株))

従来とは大きく異なる設備・工程を必要とせずに Dy 削減できることを示した本研究成果、すなわち H-HAL 法は、比較的量産工程への適用が容易であると考えられる。

学術的には H-HAL 法で得られた省 Dy 磁石の微細組織の解析を通して、別途研究が進んできた保磁力と微細組織構造の関連の議論が一層盛んになることが期待される。

産業的には、従来の省 Dy 磁石における製法・工程の見直しが行われ、さらに他の Dy 削減技術との相乗効果の確認が進むと考えられる。

以上の通り、当該分野の研究、あるいは産業の活性化に一役買うものと期待する。

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

### 1) ナノ組織解析・原子レベル元素分析による界面構造評価(NIMS)

界面構造のマルチスケール組織解析法によって明らかになった保磁力発現機構は、更なる保磁力向上のための指針となるため、今後の省 Dy 磁石性能の向上に大きく貢献できると考えられ、社会全体の省エネルギー化への貢献も期待できる。

### 2) 中性子小角散乱法による平均界面構造評価と保磁力(JAEA)

J-PARC に整備された大強度型中性子小角散乱装置(大観)を利用することで、原料粉の粒径、不純物量、焼結温度、熱処理温度などの違いによる保磁力と内部平均構造との相関の研究を迅速かつ系統的に行うことができる。さらに、熱処理中の構造変化、着磁及び減磁過程における磁区構造の変化などのその場観察により、保磁力機構解明に向けた構造情報を与えることができる。これらは、SEM や 3DAP 等が与える実空間像から得られる情報と相補的な情報となる。

中性子小角散乱法は、Nd-Fe-B 焼結磁石に限らず、一般的な焼結磁石にも適用可能であるため、本研究開発テーマで得られた成果は、他の研究プロジェクトや新元素戦略で行わ



れる、Nd-Fe-B 焼結磁石のさらなる高性能化、希土類元素を使わない新たな高性能磁石材料の開発研究への貢献も期待できる。

### 3) 微小結晶粒子集団における磁化反転機構と制御法の研究開発（静岡理科大学）

現在の磁石調製工程では、原料粉体の状態か、焼結体として mm サイズ以上に成形された磁石に対して、種々の表面処理を施すことが一般的である。本研究から得られた知見が示しているのは、磁氣的に協同的にふるまう磁石粒子集団は、数  $\mu\text{m}$  径の 1 次結晶粒子よりもはるかに大きいということである。つまり、単磁区粒子のような磁化反転が、数百  $\mu\text{m}$  サイズの  $10^4$  個以上の 1 つの結晶粒子集団で起こる可能性がある。それを発現させるには、粒子集団表面がどのような状態になるべきなのか、また、その磁氣的連動の発現機構がどのようなものなのか、などが解明されれば、極めて広い応用が可能となると考える。

### 4) 希土類磁石の保磁力機構に関する理論研究（東北大学（佐久間））

第一原理計算による電子状態の解析から、Nd-Fe-B 磁石の結晶粒表面における（磁気モーメントや結晶磁気異方性定数などの）磁気特性が高精度で評価できるようになった。この手法により、粒界相を含む Nd-Fe-B 磁石の磁化過程と保磁力の支配因子を操作可能なパラメータを用いることなく理論的に解析できる目処が立った。また、結晶粒表面の Nd の磁気異方性定数  $K_0$  が面方位によっては負となり得ることと、これにより保磁力が著しく低下することを示したのは本研究が初めてであり、希土類化合物以外の永久磁石の保磁力機構を解明する上で重要な手がかりとなるものと考えている。

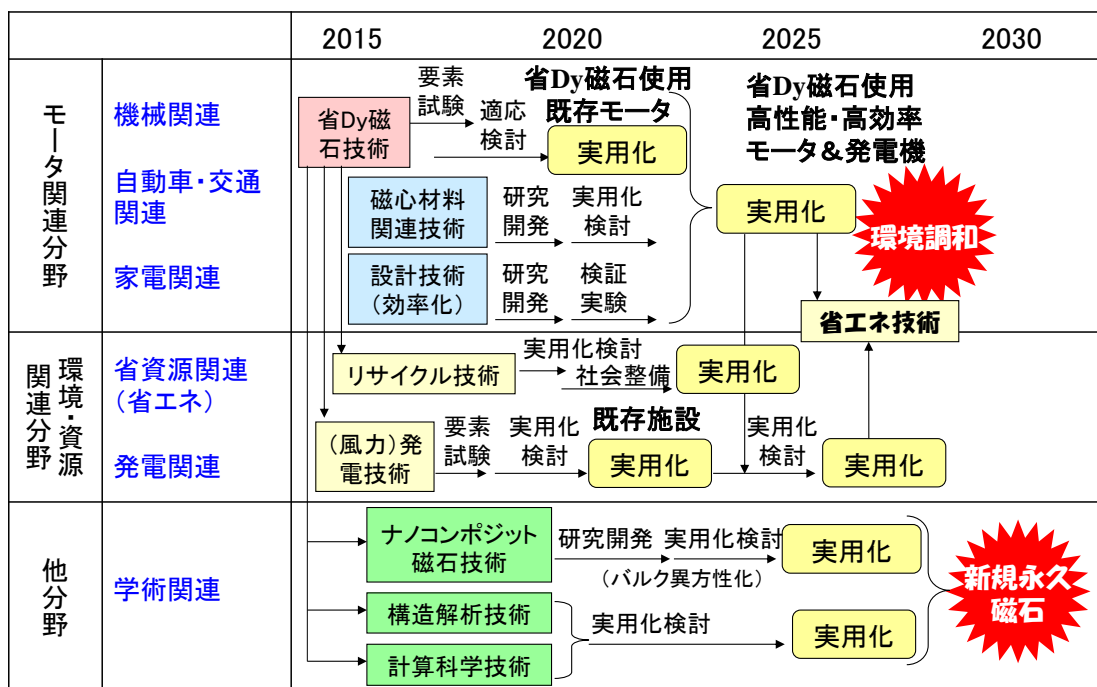
## (4) 「自動車用磁石への応用」(応用 Grp)

### 1) ハイブリッド自動車用駆動モータにおける評価（トヨタ自動車（株））

現行ネオジム磁石の採用を続けながら、更なる高効率モータ構造の研究継続、埋込磁石モータ採用継続により、ネオジム磁石以外の新規次世代磁石研究の加速が期待される。

上記の開発された技術は、表IV-2に示すような①モータ関連分野、②環境・資源関連分野、③学術関連分野へ波及効果を生むと考えられる。すなわち、①の分野では省 Dy 磁石を既存モータ、さらには磁心材料、モータ設計技術により開発されるモータに組み込むことにより、高トルク・高性能・高効率モータの開発を促進する。これらのモータは機械関連、自動車・交通分野、家電関連で実用化されていくと推察される。②の分野では省 Dy 技術とともに、リサイクル技術が進歩することにより省資源分野に貢献する。さらに①の高効率モータの実用化により、省エネ・低炭素社会の実現や、モータの原理は発電機にもつながることから、風力発電などの発電分野にも貢献し、将来の環境調和型社会の構築に寄与する。一方、本研究プロジェクトで得られた技術は、③の分野における構造解析技術、計算科学技術につながり、ナノコンポジット磁石ならびに新規永久磁石の開発に寄与すると考えられる。

表IV-2 波及効果



## ④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発

### Ⅲ. 研究開発成果について

超硬工具におけるタングステンの使用量を低減するため、切削工具の機能を再検討し、タングステンを工具機能として必要な部位にのみ使用し、その他の部位にサーメット(TiC や Ti(C,N)を硬質粒子の主成分とする複合材料)を中心とする硬質材料に代替した上で、工具の機能を同等以上に高める技術を開発した。

焼入れ鋼のような硬質の被削材を切削加工するためには、工具の刃先部へ鋼との親和性が低く、非常に硬質である cBN を超硬基材にロウ付けして使用されてきたが、基材をサーメットに置き換えても強固に接合する技術を新たに開発した。本技術は低融点のロウ材にかわる耐熱性を有するインサート材料を用いて、局所的な瞬間の加熱を実施することで基材や硬質材料への熱負荷を抑えることに成功した。また、実際の工具形状に適した装置の試作、改良を行い、cBN をタングステンの削減割合が 40 質量%以上の基材に 60 秒以下の処理時間で 100MPa を超える接合強度(従来のロウ付け以上)を達成できた。この処理時間は中間報告時の半分の時間であり、実用化に近づくことができた。また、インサート材は 1000°Cの耐熱性を有していることも明らかにすることができた。得られたハイブリッド切削工具は従来の超硬合金と同様のプロセスにて、外周研削も問題なく実施することができた。焼き入れ鋼の連続切削試験において、従来のロウ付けチップなみの切削性能であることを確認できた。

一般鋼や鋳鉄のような比較的連続した切屑を排出する被削材を加工するには、工具表面に 3次元のブレーカが必要であり、その表面を硬質で、被削材と低反応性のセラミックス被膜でコーティング処理しなければならない。3次元ブレーカの形成は粉末をプレス成形する際に作りこむことがコスト面から有利であり、従来のコーティング技術を活用するためには工具表面のみ超硬合金で作製する必要があると判断した。そこで、切削工具の内部を炭窒化チタン等の複相硬質材料からなるサーメットで作製し、表面部を超硬合金からなる複合構造硬質工具の作製技術を開発した。さらに焼結温度の異なる両材料を同時焼結する技術を開発した。この結果、3次元ブレーカ付きの焼結体を従来と同等程度のコストで作製する技術を開発することができた。超硬合金とサーメットの焼結挙動を詳細に解析するとともに、界面部の組織を制御することで剥離や割れが生じずに焼結できる技術を開発した。

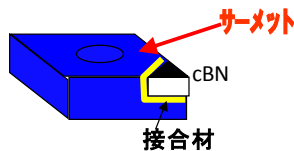
さらに、焼結後の両材料における残留応力を解析あるいは実測定し、切削工具として有効である表面層(超硬合金層)への圧縮応力の導入を実現した。さらに、複合構造硬質材料の熱伝導性や耐酸化性、耐熱性、破壊靱性値などを改善するために基礎的なデータを収集した。また、硬質粒子の結晶粒成長機構や添加元素による固溶体生成に関する基礎データを収集し、サーメットの組織微細化につながる知見を得た。得られたサーメットの中に微細組織を作りこむことに成功した。得られた複合構造硬質工具の焼結技術を高度化することで、焼き上がり状態で切削工具として使える寸法精度(M 級)を実現した。このチップにコーティングを施し、断続切削試験において従来のコーティングを有する超硬合金と同程度の切削性能であることが確認できた。

目 標	研究開発成果	達成度
<b>プロジェクト全体の最終目標</b> (1)ハイブリッド切削工具の開発 ①焼入れ鋼用 cBN 切削工具におけるタングステンを 40 質量%削減 ②超硬なし cBN を 60 秒で接合 ③焼入れ鋼に対する高負荷連続切削試験でロウ付けチップと同等の性能  (2)複合構造硬質工具の開発 ①一般鋼または鋳鉄用被覆超硬工具におけるタングステンを 30 質量%削減 ②3次元ブレーカ付き M 級精度の複合構造硬質工具における一般鋼の断続切削試験でコーティングを有する超硬合金と同等の切削性能	<b>目標に対する成果</b> (1)ハイブリッド切削工具の開発 ①試作工具におけるタングステン量 54 質量% (タングステン削減量 40 質量%以上) ②通電接合により超硬なし cBN を 60 秒で接合 ③同等性能を切削試験にて確認  (2)複合構造硬質工具の開発 ①試作工具におけるタングステン量 58 質量% (タングステン削減量 30 質量%以上) ②3次元ブレーカ付き M 級チップの作製 コーティング処理を行い、同等性能を切削試験にて確認	(1)ハイブリッド切削工具の開発 ① 達成 ② 達成 ③ 達成  (2)複合構造硬質工具の開発 ① 達成 ② 達成

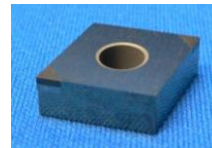
## プロジェクトの成果

① 焼入れ鋼用切削工具 (CBN工具)

40%削減



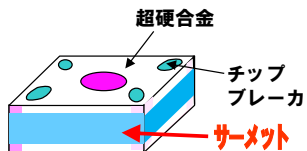
新接合技術  
新ロウ材



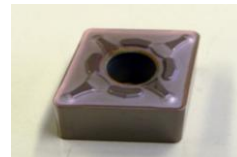
サーメットなどの省W基材に短時間(1分以内)でCBNなどの硬質材料を高強度(100MPa以上)で接合する技術を開発→同等切削性能を達成

②一般鋼・鋳鉄用切削工具 (コーティング超硬工具)

30%削減



積層プレス技術  
同時焼結技術



超硬合金と省W基材を積層プレスし同時焼結しながら、剥離や変形を抑制して焼結する技術を開発。→同等切削性能を達成

#### IV. 実用化、事業化の見通しについて

本プロジェクトでは、CBN工具及び超硬工具(コーティッド超硬工具を含む)を複合構造とすることで、タングステン使用量を40%以上あるいは30%以上低減する技術を開発した。この複合構造硬質工具製造技術はCBN工具及び超硬工具(コーティッド超硬工具を含む)の幅広い用途において、実用化が期待できる。しかし、実用化には多種類のチップ形状に対する技術適用が必要となり、特徴あるチップ形状への展開が可能かの検討が必要となる。また、大量に製造した場合の安定生産が可能かの調査も必要となる。このため、プロジェクト終了後3年程度の量産技術開発及び実用化検討を行うことで、事業化を目指す必要がある。また、開発した複合化技術を切削工具の高性能化に活用できれば、ユーザーでの開発工具の導入メリットが大きくなり、開発技術の実用化及び事業化を加速することができる。このため、開発技術の波及効果の検証も本プロジェクト成果の普及には重要であり、今後、継続して研究開発を進める。

##### (1)実用化見通し

タングステンは資源が偏在し、価格が高騰しやすいレアメタルである。このため、長期的な観点ではタングステンの需給が逼迫してタングステンの原料価格が更に高騰する可能性はかなり高い。その際に工具メーカー各社が超硬工具の値上げを行う事態になれば、ユーザーは収益確保のため、タングステン価格高騰の影響を受けにくい本プロジェクトで開発した工具に高い関心を示すと予想される。

しかしながら、現時点では供給リスクは存在していない。このため、製品としては希少資源の省使用化あるいは代替化だけではユーザーの要求を満足させることは難しい。つまり、既存材料と同等の性能の工具を同等の価格で供給するだけではユーザーのメリットが小さく、ユーザーの関心を高めることができない。

本プロジェクトで開発した“ハイブリッド切削工具”においては、ロウ付け工具に比べて耐熱性を向上しており、高速切削の実現および耐摩耗性に優れるコーティングの可能性が期待される。また、“複合構造硬質切削工具”においては、表面の超硬合金層に圧縮残留応力を導入することで、超硬工具の耐欠損性の向上が期待できる。いずれもこれまでの切削工具では実現できない技術であり、ユーザーの新たなニーズを発掘することが期待できる。また、CBN工具、超硬工具及びコーティッド超硬工具の非常に幅広い用途において、開発技術の適用が期待でき、今後、ユーザーでの実用化(ユーザーでの性能評価)を進める。

##### (2)事業化の見通し

本プロジェクトで開発した技術を事業化するには、ユーザーでの性能評価結果が良好であること以外に、多種類のチップ形状に対する技術適用、量産技術の開発、品質バラツキの評価が必要である。量産技術の開発においては、量産製造が可能な設備の仕様設計、品質バラツキを抑制する機構の開発、開発設備の導入、本設備での量産性と品質バラツキの評価などで3年程度の期間を要するものと予想される。

本プロジェクトでは、従来工具と同等性能を保ちながら、タングステン使用量を低減する技術開発を目標に進めてきたが、タングステン価格が現状のまま安定し、需給リスクが高まらない場合、開発した工具の市場浸透が難しい可能性もある。工具の販売価格が従来の超硬工具と同等の場合、同等の工具性能ではユーザーで開発工具を導入するメリットが小さいためである。

このため、“ハイブリッド切削工具”における耐熱性向上、“複合構造硬質切削工具”における耐欠損性の向上など、プロジェクトで開発した技術を切削性能の向上に寄与させる技術開発を進め、ユーザーでの開発工具の導入メリットを高めることで、事業化の推進に努める。

## ⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発

### Ⅲ. 研究開発の成果について

#### 1. 事業全体の成果

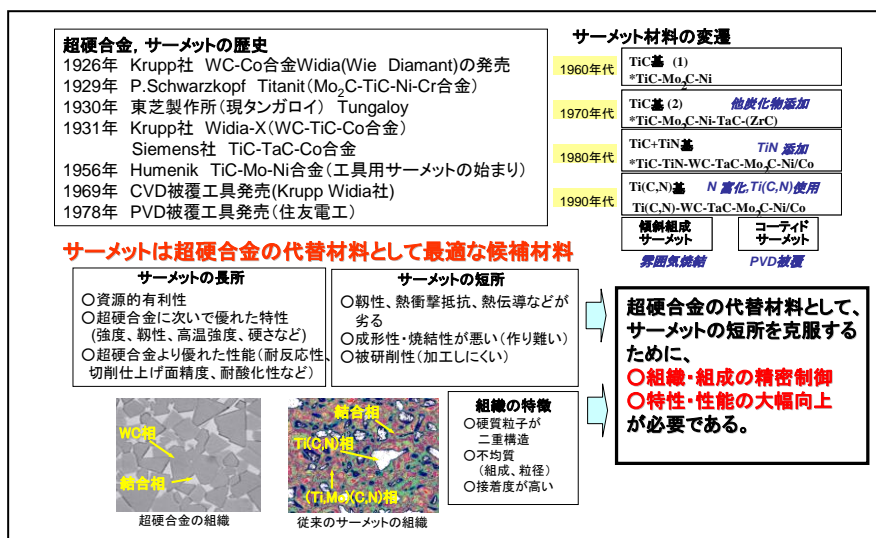
##### 1. 1 研究開発内容

超硬工具（切削工具、耐摩耗工具）のタングステン使用原単位を低減するため、WC基超硬合金に代わる硬質材料として有望な炭窒化チタン（Ti(C, N)）基サーメット（図Ⅲ-1-1）について、新規サーメット基材の開発および新規サーメットを基材とした新規コーティング技術の開発を進めた（図Ⅲ-1-2、図Ⅲ-1-3）。

サーメットの組織、特性及び焼結性などに関する基盤技術を確立するために、接着度・結晶粒径などの組織学的因子を評価する技術と共に、粒界・界面構造等を明らかにする微構造解析技術を確立した。また、サーメット焼結プロセス中に生じる組織変化を予測するために、固相焼結から液相焼結までの焼結・粒成長を一貫してシミュレーションする技術を開発した。

新規サーメットを開発するために、新規固溶体粉末を合成する技術、および開発した固溶体粉末を用いて新規サーメットを作製する技術を確立した。新規コーティング技術を開発するために、レーザーCVDによるサーメット基材用コーティング技術の開発を行い、従来の熱CVDに比べ十分低い温度で $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ コーティングを合成する技術を確立した。

スローアウェイ切削工具や軸物切削の切削工具用サーメット及び線引きダイス・プラグや製缶工具・圧粉金型等の耐摩耗工具用サーメットを開発するために、強度、靱性、熱衝撃性等の材料特性の最適化を目的として、新規に開発した固溶体粉末を用いてサーメットを作製し、高熱伝導材料、高靱性材料等を開発した。これら開発サーメットを用い、工具材料の性能評価を実施した。

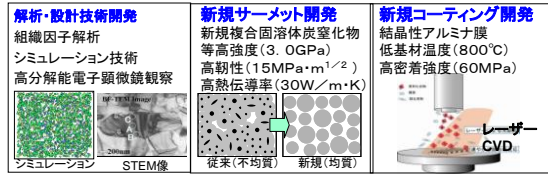


図Ⅲ-1-1 サーメットの特徴

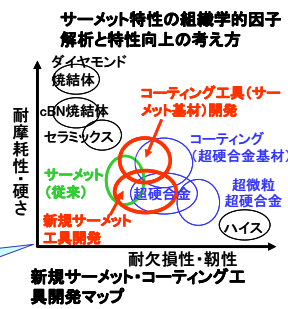
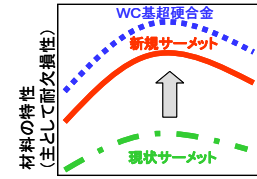
- 検討項目**
- ①サーメットの基盤技術確立
    - (1)サーメットの解析及び設計技術の開発
    - (2)新規サーメット材料の開発
    - (3)コーティング技術の開発
  - ②切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発
  - ③耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発

**目標**

<最終目標>  
一製品あたりのWを現状から**30%以上削減**した  
サンプルを提供可能な特性(主として耐欠損性)にする。



超硬工具用タングステン代替材料として、サーメットは他の候補材料(セラミックス、超高压焼結体、ハイス等)よりも特性(韌性と硬さのバランス)が極めて有利である。



図Ⅲ-1-2 サーメット開発の進め方

検討項目	2007	2008	2009	2010	2011	最終目標値
サーメット及びコーティングの基盤研究	サーメットの解析及び設計技術の開発					組織形成と破壊メカニズムを解明。 所定の特性値を満足する新規サーメット材料を開発。 加熱温度を低温化した新規CVDコーティング技術を開発。
	新規サーメット材料の開発					
	コーティング技術の開発					
切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発	切削工具用高韌性サーメットの開発					切削工具用サーメットにおいて所定の特性値を達成。 切削工具で約70%のタングステン使用原単位の低減。
	切削工具用サーメットの安定製造技術の確立 (実用化検討)					
耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発	耐摩耗工具用高韌性サーメットの開発					耐摩耗工具用サーメットにおいて所定の特性値を達成。 摩耗工具で94~100%のタングステン使用原単位の低減。
	大型部材焼結技術、研削等加工技術の確立 既存コーティング技術の適用 (実用化検討)					

図Ⅲ-1-3 サーメット開発のスケジュール

1.2 全体の成果

中間評価時の指摘に対しては表1-1-1のように対応した。本研究において得られている全体の成果を、最終目標と比較してまとめると、以下の表Ⅲ-1-2のようになる。

表Ⅲ-1-1 中間評価指摘に対する対応

中間評価時の指摘(改善すべき点)	中間評価時指摘への対応(具体的内容)
<p>①サーメットの本質的弱点である破壊靱性値およびその他の材料特性を如何に上げるかを、試行錯誤的でなく基礎的(系統的)に進めるべき。</p> <p>②実用化に向けた実験、事業化への検討を前倒しすべき。波及効果も早期に実現をめざすべき。</p> <p>③サーメット技術で世界をリードするために、グループ内の連携強化、他企業との協力、海外企業との情報交換などを進めるべき。</p>	<p>①固溶体粉末使用により組織均質化(とくに結合相の均質分布)によって、破壊靱性が向上し、またWC相の効果的な残留組織によってさらに破壊靱性の向上を実現することができた。強度(抗折力)、熱伝導率、硬さ、熱衝撃抵抗などの材料特性の改善も達成された。</p> <p>②切削試験や摩耗試験などの実用化に向けた評価を行い、開発サーメットが実用化に十分な性能を有することを実証した。助成事業に申請し、H24~25年度で実用化研究を行う。波及効果(サーメット以外)でも実用化を着実に進める。</p> <p>③グループ内における研究機関と企業間の材料開発の連携を強化した。原料粉末製造に関して専門メーカと強く連携し量産プロセスの目途をたてた。海外企業と情報交換を行い、我が国が世界をリードするサーメット工具開発指針を得た。</p>

表Ⅲ-1-2 事業全体の成果

検討項目	最終目標	成果	達成度	コメント
<p>①サーメット及びコーティングの基盤研究</p> <p>①-1サーメットの解析及び設計技術の開発</p> <p>①-2新規サーメット材料の開発</p> <p>①-3コーティング技術</p>	<p>新規炭窒化チタン(Ti(C,N))基サーメット材料を開発することで、WC基超硬工具(切削工具、耐摩耗工具)よりもタングステン使用原単位を30%以上低減。</p>	<p>固溶体粉末を使用した新規サーメットを開発し、タングステン使用量を30%以上低減するとともに、優れた材料特性を実現させた。サーメットに関わる種々の基盤技術を確立し、かつサーメット開発以外にも波及可能な材料技術を開発できた。</p>	◎	<p>我が国のサーメット技術を、ますます世界をリードする技術に大きくレベルアップすることができた。</p>
<p>②切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発</p>	<p>軽切削用スローアウェイ工具で約70%、穴明けドリル用(軸物)切削工具で約70%のタングステン使用原単位の低減を実現する。</p>	<p>固溶体粉末を使用した切削工具用サーメットについて研究し、約70%のタングステン使用低減を実現すると共に、切削特性の優れたサーメットを開発することができた。</p>	○	<p>最もタングステン使用量が多い切削工具の分野で、世界に先駆けたサーメット工具が開発でき、今後、助成事業を経て実用化する。</p>
<p>③耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発</p>	<p>ダイス・プラグ用耐摩耗工具で100%、金型用耐摩耗工具で約94%のタングステン使用原単位の低減を実現する。</p>	<p>固溶体粉末を使用した耐摩耗工具用サーメットについて研究し、94~100%のタングステン使用低減を実現すると共に、耐摩耗特性の優れたサーメットを開発することができた。</p>	○	<p>耐摩耗工具開発には欠かせない大型部品の製造プロセスや加工技術も開発でき、今後、助成事業を経て実用化する。</p>

達成度: ◎目標以上の達成, ○達成, △一部未達成, ×未達成

## 2. 研究開発項目毎の成果

### 2. 1 成果の最終目標の達成度

#### 2. 1. 1 研究開発項目

「超硬工具向けタングステン使用量削減技術開発および代替材料開発～新規サーメット及び



コーティングの技術開発～について、以下の3つの研究開発項目についての研究開発を実施した。

・研究開発項目①「サーメット及びコーティングの基盤研究」として、サーメットの解析及び設計技術の開発、及び新規サーメット材料を開発するとともに、新規コーティング技術を開発する。具体的には以下の3項目を実施する。

①-1「サーメットの解析及び設計技術の開発」として、組織、特性及び焼結性などに関する基盤技術を確立する。

①-2「新規サーメット材料の開発」として、サーメットの組織や焼結収縮をより均一化し材料特性を改良するために、原料粉末として従来の単純な混合粉末ではなく、より均一な固溶体粉末を用いてサーメットを製造し、組織や特性を評価する。

①-3「コーティング技術の開発」として、サーメット基材上への安定したコーティングを可能とするために、コーティング時の加熱温度を低温化した新規CVDコーティング技術の開発を行う。

・研究開発項目②「切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発」として、研究開発項目①の成果を活用して、切削工具としてスローアウェイ切削工具や軸物切削工具用のサーメットを対象とし、強度、靱性、熱衝撃性等の材料特性の最適化、成形・焼結プロセス技術の確立、コーティング向け積層化・傾斜組成化技術の確立、切削工具向けコーティング技術の確立等をおこなう。開発したサーメット及びコーティングにより切削工具を作製し、これにより、鋼やアルミニウム合金等の総合的切削性能を達成する。

・研究開発項目③「耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発」として、研究開発項目①の成果を活用して、耐摩耗工具として線引きダイス・プラグ等用の高硬度型サーメット及び製缶工具・圧粉金型等の高靱性型のサーメットを対象とし、強度、靱性、熱衝撃性等の材料特性の最適化、サーメット大型部材の成形・焼結技術の確立、被研削性・放電加工性等の改良、耐摩耗工具向けコーティング技術の開発確立等をおこなう。開発したサーメット及びコーティングによりダイス・プラグ用及び金型用耐摩耗工具を作製し、これにより、ダイス・プラグ及び金型としての総合的耐摩耗工具性能を達成する。

## 2. 1. 2 研究開発の成果

### 研究開発項目①「サーメット及びコーティングの基盤研究」

#### ①-1「サーメットの解析及び設計技術の開発」

サーメットの特性とサーメット組織を関連づける為の基礎技術として組織学的因子の定量化手法を確立した。サーメットの焼結プロセス中に生じる組織変化を予測のためのモンテカルロ法による焼結・粒成長シミュレーションの開発を行うとともに、組成の異なる層からなる積層体焼結のシミュレーション技術を開発した。

TEMを用いて混合粉サーメットならびに固溶体粉サーメットの観察・分析を行い、固溶体粉サーメットの組織形成過程を明らかにすることができた。また、HRTEMをIFFT処理した像

を解析して各相の転位解析を行うことにより、サーメットの破壊に関する新しい知見を得ることができた。結合相との接触角を高精度に測定できる技術を確立した。さまざまな複合固溶体チタン炭窒化物基材と Ni 間の濡れ性を調査し、Ni への硬質相の固容量の増加と共に濡れ特性が向上すること、Mo が最も効果が高いことがわかった。φ50mm×H50mm 成形体における脱成形助剤の結果、流動パラフィン、各種ワックスエマルションは従来から使用されている固形パラフィンより割れ防止に効果的であることが明らかになった。

#### ①-2「新規サーメット材料の開発」

サーメット組織を高度に制御するために、2 種類の固溶体粉末の合成方法を確立した。開発した固溶体粉末を用いてサーメットを作製し機械的特性を評価した。固溶体粉末を用いたサーメットでは、抗折力、破壊靱性が向上することを明らかにした。コアを残留させた二重構造型サーメットでは、サーメット中の Mo 量を低減することで熱伝導率が向上し、耐熱衝撃特性 ( $R_{20}$ ) が増大することを明らかにした。

#### ①-3「コーティング技術の開発」

サーメット工具に高品質のセラミックス硬質コーティングが可能なプロセスとして、レーザーを用いた CVD プロセスを開発した。このプロセスでは、 $Al_2O_3$  膜や TiN 膜などを、従来法に比べ、大幅に低い基材温度で作製できることを明らかにした。さらに、レーザー出力や合成圧力、原料気化温度などによって、膜の微細組織および結晶配向が制御できることを明らかにした。また、Ti (C, N)-Ni サーメット上に、Ni を膜中に拡散させずに TiN をコーティングする手法を確立した。この TiN コーティングサーメット上に中間層を作製することにより、脆弱な酸化層を形成させずに  $Al_2O_3$  をコーティングする技術を確立した。サーメット上に作製した TiN コーティングおよび TiN/中間層/ $Al_2O_3$  積層コーティングの密着強度が 78 MPa 以上であることを明らかにした。

### 研究開発項目②「切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発」

省タングステンを目的に、サーメットの破壊靱性値、熱伝導率および切削性能の改善を研究した。その結果、①(Ti, Nb, Mo) (C, N) 固溶体粉末を用いたサーメット、および②表面高靱層付与サーメットを用いて、現在は被覆超硬合金工具が使用される加工領域で、いずれの開発サーメットも使用できることが確認できた。これらの開発サーメットは目標値として定めた値を超えることができた。

実生産工程での大型ロット試験も行い、生産性に障害となるような問題が無いことも確認した。本件は、実用化に向けて、広範囲な加工試験を予定しており、組成・組織と切削可能領域を調整しながら商品とする予定である。

### 研究開発項目③「耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発」

サーメットの破壊靱性は、固溶体粉および結合相組成などの検討により、高硬度型、高靱性型ともに向上した。開発サーメットの摩耗量は超硬合金を大きく下回った（改良された）。また焼結時の雰囲気制御することにより、表面に残留圧縮応力を付与したサーメットが得られ、焼結体表面近傍の同一硬さにおける  $K_{IC}$  を向上させることができた。サーメットの抗折力向上の検討については、超微粒固溶体粉を用い、高強度なサーメットを開発することができた。

肉厚サーメットの焼結割れの発生要因について検討し、焼結割れや内部にポアやプールの無い健全な肉厚 50mm (φ50mm×H50mm) の大型サーメットを得る条件を確立した。サーメットの研削加工の問題点を明確にし、従来加工技術を用いた超硬合金と同等の研削比を達成した。ELID 砥石による加工およびワイヤー放電加工において、加工面の面粗さを低減させることに成功した。

耐摩耗工具の主力製品のひとつであるダイス・プラグ・金型についての製品製造技術を確立し、ダイスおよびプラグ試作品のユーザー評価を実施した。サーメット製耐摩耗工具は、多くの製品において超硬合金製耐摩耗工具の代替工具となり得ると判断された。

## 2.2 知的財産権等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Ⅲ-2-1 本研究における成果発表のまとめ

	H19	H20	H21	H22	H23～	計
特許出願	0	3	3	2	1	9
論文	0	8	13	26	36	83
研究発表・講演	10	28	37	40	56	171
受賞実績	2	2	2	1	8	15
新聞・雑誌等への掲載	0	1	0	1	2	4
展示会への出展	1	2	2	2	2	9

## ⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発

### 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

本PJの実用化は、以下のことを目指す。概要を図IV-1に示す。

- ・スローアウェイタイプの転削・旋削用途で使用可能なサーメット工具を提供する。
- ・ダイス、プラグ等など各種耐摩耗工具に使用可能なサーメットを提供する。

大幅に靱性を改良し、従来サーメットで加工できなかった用途で使用し、かつ、サーメットの持つ優れた加工面粗さや高速切削で超硬合金と差別化を図る。

##### 1. 2 事業化までのシナリオ

サーメット及びコーティングの基盤研究については、1)サーメットの解析及び設計技術の開発、2)新規サーメット材料の開発、3)コーティング技術の開発の成果を基に、波及効果としての事業化を目指す。本項目については、以下(3)項にて記載する。

切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発については、切削工具用高靱性サーメットの開発および切削工具用サーメットの安定製造技術の確立を行うと共に実用化の検討を行い、実用化検討を行った。さらに、平成24年度のNEDO助成事業を活用し、高靱性サーメット工具の適用領域を大幅に拡大する。

耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発については、高靱性サーメットの開発および大型部材焼結技術、研削等加工条件の確立を行うと共に実用化の検討を行った。さらに、平成24年度NEDO助成事業も活用して更なる適用領域拡大も試みる。

以上の概要を、図IV-2に示す。

##### 1. 3 波及効果


本プロジェクトで実施した基礎技術開発は、波及効果として以下の分野での実用化が期待される。微細組織評価技術の開発は、界面機能を利用した新規材料の創出につながるものが期待される。材料分野での実用化が期待される。焼結シミュレーション技術は、ニアネットシェイプ焼結など素形材分野の粉末冶金に関わる技術として実用化が期待される。新規炭窒化物合成技術は、高性能セラミックスなど材料分野に関わる技術として実用化が期待される。新規コーティング技術は、耐熱・耐摩耗材料用高機能膜として、材料分野での実用化が期待される。以上の概要を、図IV-3に示す。

本PJの実用化は、以下のことを目指す。

- ・スローアウェイタイプの転削・旋削用途で使用可能なサーメット工具を提供する。

ISO準拠転削インサート      ISO準拠旋削インサート

**(株)タンガロイ**




平成24年度のNEDO助成事業を活用し、高靱性サーメット工具の適用領域を大幅に拡大する。

- ・ダイス、プラグ等など各種耐摩耗工具に使用可能なサーメットを提供する。

ダイス、プラグ      製缶工具

**富士ダイス(株)**



サーメットは耐摩耗工具としてはごく限定された分野にしか適用されておらず、新たな適用分野となる。また、平成24年度NEDO助成事業も活用して更なる適用領域拡大も試みる。

- ◆ 大幅に靱性を改良し、従来サーメットで加工できなかった用途で使用し、かつ、サーメットの持つ優れた加工面粗さや高速切削で超硬合金と差別化を図る。
- ◆ 競合技術(例えばセラミックス、超高压焼結体等)に比べサーメットの適用範囲は広い。

図 IV-1 成果の実用化可能性

	2007	2008	2009	2010	2011	2012~2014	
サーメット及びコーティングの基盤研究	サーメットの解析及び設計技術の開発					最終目標試作	波及効果 材料分野・素形材分野
	新規サーメット材料の開発						
切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発 【(株)タンガロイ】	コーティング技術の開発					中間目標	新規切削工具の事業化
	切削工具用高靱性サーメットの開発						
耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発 【富士ダイス(株)】	素材安定製造基礎技術の確立					(実用化検討)	(各種製品への適用) 新規耐摩耗工具の事業化
	高硬度型・高靱性型サーメットの開発						
大型部材焼結技術、研削等加工条件の確立					(実用化検討)		(平成24・25年度NEDO助成事業) 熱的特性向上などによる適用領域拡大

▲: 基本原理確立      ●: 基本技術確立

図 IV-2 事業化までのシナリオ

適用分野		2013	2015	2020
材料分野・素形材分野	材料設計	焼結シミュレーション技術 シミュレーション高度化	焼結材料など 実用化検討	実用化
	粉末冶金	微細組織評価技術 試作(実用化検討)	新規超微粒合金など 実用化	
	セラミックス	新規炭窒化物合成技術 界面評価・組織制御技術の高度化	高機能セラミックスなど 実用化検討	実用化
	高機能膜	新規コーティング技術 実用化検討(量産試作への適用)	超電導線材など 実用化	

図 IV-3 波及効果

## ナノテク・部材イノベーションプログラム基本計画

### 1. 目的

このプログラムは、情報通信、ライフサイエンス、環境、エネルギーなど、あらゆる分野に対して高度化あるいは不連続な革新（ジャンプアップ）をもたらすナノテクノロジー及び革新的部材技術を確立するとともに、その実用化や市場化を促進することで、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等を可能とすることを目的とする。

### 2. 政策的位置付け

第 3 期科学技術基本計画（2006 年 3 月閣議決定）

- ・ 「ナノテクノロジー・材料分野」は、特に重点的に研究開発を推進すべき分野（重点推進 4 分野）の一つに指定されていて、優先的に資源配分することとされている。
- ・ 我が国の材料技術は、基礎研究から応用研究、素材、部材の実用化に至るまでの全ての段階において世界のトップレベルを堅持しており、我が国製造業の国際競争力の源泉となっている。

「イノベーション 25」（2007 年 6 月閣議決定）

- ・ 「ナノテクノロジー・材料分野」は、中長期的に取り組むべき課題として、「1. 生涯健康な社会形成」、「2. 安全・安心な社会形成」、「4. 世界的課題解決に貢献する社会形成」、及び「5. 世界に開かれた社会形成」の分野に位置付けられている。
- ・ 所要の措置を講じていくことが必要である事項として以下の点が指摘されている。
  - ・ 学際領域・融合領域における教育等人材育成、拠点形成
  - ・ 社会受容を促すための積極的な取り組み
  - ・ 知的財産確保のための戦略的な取り組み

「経済成長戦略大綱」（2006 年 7 月財政・経済一体改革会議）

- ・ 「我が国の国際競争力の強化」の取り組みとして、高度な部品・材料産業やモノ作り中小企業の強化が掲げられている。
- ・ 「技術戦略マップ」の活用等により、ユーザー企業との垂直連携による研究開発を推進することを通して、我が国経済発展の基盤である高品質、高性能な部品・材料産業の強化を図ることが今後の取組として記載されている。

「新産業創造戦略 2005」（2005 年 6 月経済産業省）

- ・ 部材分野は、新産業群の創出を支える共通基盤技術として位置づけられている。
- ・ 「高度部材・基盤産業」の集積を形成していることが、「ものづくり」に不可欠な基盤技術のネットワーク化を通じた現場レベルでの迅速かつ高度な摺り合わせを可能としており、我が国「ものづくり」の強みの源泉となっていると記載されている。

### 3. 達成目標

- ・世界に先駆けて、ナノテクノロジーを活用した非連続な技術革新を実現する。
- ・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。
- ・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。
- ・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。

### 4. 研究開発内容

#### [プロジェクト]

##### ・ナノテクノロジーの加速化領域

ナノテクノロジーを活用した不連続な技術革新を加速・促進する。

#### (1) 異分野異業種融合ナノテクチャレンジ(運営費交付金)

##### 概要

革新的なナノテクノロジーを活用し、川上と川下の連携、異業種異分野の連携で行う部材開発に対して支援を行い、燃料電池、ロボット、情報家電、健康・福祉・機器・サービス、環境・エネルギー・機器・サービスの5分野に資するキーデバイスの実現を目指す。

##### 技術目標及び達成時期

マテリアル・プロセス研究、加工・計測技術研究、昨今の環境意識向上に対応した研究、社会課題を解決するための基盤技術研究に加え、異分野等の融合研究を推進することにより、2011年度までにナノテクノロジーの産業化のための基盤的技術を確立し、実用化を図る。

##### 研究開発期間

2007年度～2011年度

#### (2) ナノテク・先端部材実用化研究開発(運営費交付金)

##### 概要

新産業創造戦略の趣旨に則り、革新的なナノテクノロジーを活用し、川上と川下の連携、異業種・異分野の連携で行うデバイス化開発の支援を行うため、

ナノテクノロジー活用による材料・部材の高度化を図る先導的研究開発(ステージ )

ナノテクノロジー研究成果の部材等への課題設定型実用化により目指した開発支援(ステージ )

について提案公募を実施する。

##### 技術目標及び達成時期

2010年頃に想定される半導体微細加工の限界を克服するため、分子・原子を1つずつ制御し部品部材に組み上げる「ボトムアップ型」のナノテクノロジーなど革新的なナノテクノロジー等の活用により、情報家電・ロボット、燃料電池等新規産業5分野等において、従来の性能・効率を大幅に改善するナノテク・先端部材技術を開発し、我が



国が優位にあるナノテクノロジーを基盤とした国際的な産業競争力を強化することを目標とする。

研究開発期間

2005年度～2011年度

#### ・情報通信領域

ナノテクノロジーや革新的部材開発技術を駆使して既存技術の微細化の壁を突破し、電子デバイス・光デバイスで世界をリードするとともに、高度化された製造技術の開発を行う。

#### (1) ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造技術開発 - うち新材料・新構造ナノ電子デバイス

概要

ナノエレクトロニクスは、ナノテクノロジーの最大の応用領域の一つであり、デジタル・デバイスのCMOS構造というアーキテクチャは、優れた工学概念である。また、これまでの半導体技術の微細化に基づく高集積化・高速化・低消費電力化の追求は、シリコン材料をベースとするプレーナ構造を基本とした微細加工プロセスの高度化にあった。

しかし、さらなる微細化によるデバイスのパフォーマンス向上は物理的限界に直面しつつあり、問題は、FETを、シリコン材料をベースとして作製することにより現出していると考えられる。

そのため、次世代の電子デバイスのために「シリコンで培った微細化技術やデバイス原理をこれまで同様に活用しながら、シリコンという材料の物理的限界を突破するための“新材料”や“新(デバイス)構造”を実現すること」、すなわち、「New Nano Materials/Structure on Silicon for “More Moore”」の半導体技術を、ナノテクノロジーを最大限に活用することによって研究開発を行い、将来の産業応用への目を見出していく取りかかりとする。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、産業界が10年後を見据えた将来の電子デバイスを開発する際に、産業技術として活用できるかどうかの実現可能性を見極め、また技術シーズを確立する。

研究開発期間

2007年度～2011年度

#### (2) ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造技術開発 - うち窒化物系化合物半導体基板・エピタキシャル成長技術の開発(運営費交付金)(再掲)

概要

窒化物系化合物半導体は日本が強みを有し、パワーデバイス、高周波デバイス、発光デバイス等、今後のIT社会を支えとなることを期待されている分野である。しかし、既存のバルク単結晶基板成長技術やエピタキシャル成長技術では、従来の半導体では実現できない領域で動作可能なハイパワー、超高効率デバイス性能を十分に引き出すには至っていない。

これを突破するため、大学あるいは研究所を拠点に材料メーカー、デバイスメーカー、装置メーカー等が相互連携して、窒化物半導体の結晶欠陥低減技術やナノ構造作製技術等の革新を図り、これらデバイスの飛躍的な性能向上と消費電力削減の実現を図る。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、次世代窒化物系半導体デバイスを実現する以下結晶作製技術を開発する。

1) 基板技術 (GaN、AlNバルク結晶作製技術)

・口径2～4インチで高品質エピ成膜を可能とする低コストの単結晶基板作製技術の確立。

2) エピ技術 (エピタキシャル成膜及び計測評価技術)

- ・低欠陥高品質エピ層を実現する成膜技術及び膜成長過程を計測評価する技術の確立。
- ・高出力かつ高安定動作可能なエピ層の実現
- ・高耐圧超高速な新しいデバイス構造の開発

研究開発期間

2007年度～2011年度

(3) スピントロニクス不揮発性機能技術プロジェクト (運営費交付金)

概要

将来のエレクトロニクスにおいて中核的な基盤技術となり得るスピントロニクス技術 (電子の電荷ではなく、電子の自転 = 「スピン」を利用する全く新しいエレクトロニクス技術) を確立するため、強磁性体ナノ構造体におけるスピンの制御・利用基盤技術を開発し、我が国が世界に誇るシーズ技術を核として、産学官の共同研究体制を構築し、将来の中核的エレクトロニクス技術における我が国の優位性の確保を図る。

技術目標及び達成時期

2010年度までに、超高集積で高速な不揮発性メモリとして期待されるスピンメモリのための基盤技術を確立する。また、新ストレージ・メモリデバイス、不揮発性スピン光機能素子、スピン能動素子等の新しい動作原理によるスピン新機能素子の実現のための基盤技術を確立する。

研究開発期間

2006年度～2010年度

(4) 三次元光デバイス高効率製造技術 (運営費交付金)

概要

波面制御素子による空間光変調技術を確立し、ガラス中に三次元造形を高精度に一括形成できるプロセス技術を開発する。この技術を用いて、具体的な光デバイスを作製し、当該技術の有効性の確認と市場への早期参入のための基盤技術を確立する。

技術目標及び達成時期

2010年度までに波面制御素子による空間光変調技術を用いたフェムト秒レーザー照射技術等を確立し、高精度の光デバイスを高速に作製できるプロセス技術を開発する。

研究開発期間

2006年度～2010年度

(5) 次世代高度部材開発評価基盤の開発\* (運営費交付金) (再掲)

概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。半導体産業分野で、集積回路の消費電力低減に必要な配線形成用各種材料等の開発のネックとなっているナノレベルでの材料間の相互影響を評価可能な統合部材開発支援ツールを開発する。これにより、集積回路の種類やデザインルールに応じて、配線形成用各種材料とプロセスの最適な組み合わせの提案技術(統合的材料ソリューション提案技術)を確立する。

技術的目標及び達成時期

2008年度までに、半導体材料開発に貢献する材料評価基盤を構築するとともに、上記の統合的材料ソリューション提案技術を確立する。また、本プロジェクトを通して得られた基礎データ等については、プロジェクト実施期間中にデータを体系的に整理し、幅広く社会に提供を図る。

研究開発期間

2006年度～2008年度

(6) 超フレキシブルディスプレイ部材技術開発\* (運営費交付金) (再掲)

概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から、製造工程等の省エネルギー化を実現するために行う。従来、表示デバイスの製造には、真空蒸着と高温下での焼成と、それに伴う排ガス排水処理が必須であった。これを、ロールtoロール方式に代替することで常圧、常温下での製造を実現し、フレキシブルな薄型ディスプレイを効率よく製造する。そのために、有機TFT材料およびコンタクトプリント技術等を開発する。

技術的目標及び達成時期

2009年度までに、実用化に向けた実証のための巻き取り方式ディスプレイのプロトタイプを試作する。またフレキシブルデバイス材料開発に貢献する部材ならびに薄膜複合化技術を開発し、これらをパネル化するための実用化技術を確立する。

研究開発期間

2006年度～2009年度

(7) 低損失オプティカル新機能部材技術開発\* (運営費交付金) (再掲)

概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、近接場光の原理・効果を活用した低損失オプティカル新機能部材技術を開発し、実用化の目処を得ることを目的とする。動作原理に近接場光を用いるオプティカル新機能部材は、従来の材料特性のみに依存した光学部品では不可能な機能・性能を発揮し、液晶プロジェクター・液晶ディスプレイなど情報家電の省エネルギー、高性能・高信頼化を図る上でのキーデバイスとなることが期待できる。

技術目標及び達成時期

2010年度までに、共通基盤技術として、ナノ構造部材の設計・作製・評価技術を開発するとともに、ナノ構造部材に発現する近接場光の機能を動作原理とする低損失オプティカル新機能部材を検討し機能を確認する。

研究開発期間

2006年度～2010年度

#### ・ライフサイエンス・健康・医療領域

ナノテクノロジーを駆使して初めて可能となる診断・治療により革新的な医療を実現する。

(1) 次世代DDS型悪性腫瘍治療システムの研究開発事業(運営費交付金)(再掲)

(深部治療に対応した次世代DDS型治療システムの研究開発事業)

概要

DDSのさらなる裾野の拡大、及び早期実用化を目指し、様々な外部エネルギー(機器技術)と薬剤技術を組み合わせることにより、比較的人体の深部にある臓器(肺、消化器)等のがんを対象としたDDS型治療システムの開発を行う。

技術目標及び達成時期

光線力学治療システムの前臨床試験の開始及び治療効果・安全性の検証と、超音波診断・治療システムの前臨床試験を可能とする薬剤及び装置の完成に関する開発を難治性がんの治療に向けて行う。

研究開発期間

2006年度～2009年度

(2) 個別化医療実現のための技術融合バイオ診断技術開発(運営費交付金)(再掲)

概要

我が国が有する微細加工技術・表面処理技術といったナノテク等の強みを活かし、染色体異常を高感度、高精度かつ迅速、安価で非コード領域までを検出するゲノムアレイや解析基盤技術開発を行うとともに、全自動解析システムの開発を行う。

技術目標及び達成時期

2010年度までに、BAC(染色体の断片)を用いた非コード領域を含むゲノム全領域を検出できる高精度ゲノムアレイを開発する。さらに、臨床現場において、微量サンプル(数ナノグラム)から、12時間以内に染色体異常(増幅、欠失、コピー数多型等)を、低コストかつ定量性・再現性を確保して検出ができる自動染色体異常解析システムのプロトタイプを開発する。

研究開発期間

2006年度～2010年度

(3) 分子イメージング機器研究開発プロジェクト(運営費交付金)(再掲)

(3-1) 生活習慣病超早期診断眼底イメージング機器研究開発プロジェクト

概要

細小血管の分子レベルでの代謝機能を非侵襲で可視化する細胞代謝イメージングを実現し、代謝異常を細胞レベルで観察することにより、循環器系疾患等の早期の診断・治

療を図る。

技術目標及び達成時期

2009年度までに、ナノテクノロジーを活用した光学基盤技術等を確立することにより、細胞やタンパク質レベルの組織診断を可能とする機器を開発する。

研究開発期間

2005年度～2009年度

### (3-2) 悪性腫瘍等治療支援分子イメージング機器研究開発プロジェクト

概要

良性・悪性の区別も含めた腫瘍の超早期診断を実現するため、悪性腫瘍に特異的に反応する標的物質を利用することにより生体細胞の分子レベルの機能変化を抽出・検出できる機器の開発を行う。

技術目標及び達成時期

2009年度までに、全身で3mm、局所で1mmの分解能を有する分子イメージング機器を開発する。

研究開発期間

2005年度～2009年度

## ・エネルギー・資源・環境領域

ナノテクノロジーや革新的部材開発技術を駆使して、エネルギー・資源・環境等の社会的制約を克服すると同時に我が国の強みであるナノテック関連産業・部材産業の競争力を強化する。

### ( ) エネルギー制約の克服

#### (1) サステナブルハイパーコンポジット技術の開発(運営費交付金)(再掲)

概要

炭素繊維複合材料は、軽量、高強度等の優れた特性を有している。従来の熱硬化性樹脂を用いた炭素繊維複合材料では成形性・加工性に乏しくリサイクルが困難であったため、熱可塑性樹脂を用いた炭素繊維複合材料(CFRP)の開発を行う。

技術目標及び達成時期

2012年度までに、炭素繊維と熱可塑性樹脂との中間基材を開発し、熱可塑性CFRP加工技術を開発する。

研究開発期間

2008年度～2012年度

#### (2) 革新的ガラス溶融プロセス技術開発(運営費交付金)(再掲)

概要

プラズマ等による高温を利用し瞬時にガラス原料をガラス化することにより、極めて効率的にガラスを気中で溶融(インフライトメルティング法)し省エネに資する革新的ガラス溶融プロセス技術を開発する。

技術目標及び達成時期

2012年度までに、インフライトメルティング法により原料を溶解する技術、カレットをガラス原料として利用するため高効率で加熱する技術、カレット融液とインフライトメルティング法による原料融液とを高速で混合する技術を開発する。

研究開発期間

2008年度～2012年度

(3) 高温超電導電力ケーブル実証プロジェクト(運営費交付金)(再掲)

概要

革新的な超電導送電技術を確立するため、工業生産プロセスで実用化レベルに達している高温超電導線材を活用し、実用化のための実証試験及び評価を行う。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、200MVA級の中間接続部を有した三心一括型高温超電導ケーブルを、冷却装置や保護装置などの付帯設備とともに66KV実系統に接続して、12ヶ月以上の長期連系試験を行うことによって総合的な安全性や信頼性を実証する。

研究開発期間

2007年度～2011年度

(4) マルチセラミックス膜新断熱材料の開発(運営費交付金)(再掲)

概要

住宅やビルなどの冷暖房における大幅な省エネを実現する画期的な断熱性能を示す壁および窓材料を、セラミックスのナノ多孔体構造やナノ羽毛状構造およびセラミックス・ポリマー複合化構造などからなるマルチセラミックス膜アセンブリ技術によって開発する。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、熱貫流率(熱の伝わりやすさ)が $0.3\text{W}/\text{m}^2\text{K}$ 以下、壁厚さ10mm程度の超断熱壁材料および熱貫流率が $0.4\text{W}/\text{m}^2\text{K}$ 以下、光(可視光)透過率が65%以上(Low-Eガラス使用)、ヘイズ率が1%以下の超断熱窓材料を実現する。

研究開発期間

2007年度～2011年度

(5) カーボンナノチューブキャパシタ開発プロジェクト(運営費交付金)(再掲)

概要

従来の活性炭電極では不可能な高出力かつ高エネルギー密度の電気二重層キャパシタを実現するため、高度に配向した長尺の単層カーボンナノチューブの大量合成技術を開発するとともに、これを用いたキャパシタ電極の開発を行う。

技術目標及び達成時期

2010年度までに、単層カーボンナノチューブの高度配向技術及び大量生産技術を確立するとともに、キャパシタ製造技術を確立することで、 $20\text{Wh}/\text{Kg}$ の高エネルギー密度と耐久性を有する電気二重層キャパシタを開発する。

研究開発期間

2006年度～2010年度

(6) 発電プラント用超高純度金属材料の開発(運営費交付金)(再掲)

概要

従来の金属材料と比べ耐食性、耐久性、加工性などの飛躍的な向上が期待できる超高純度金属材料の発電プラント部材としての実用化を目指し、低コスト・量産化製造プロセス、及び加工・溶接技術等の開発を行い、部材としての実用特性の評価・検証を行う。また、実用化に向けたフィージビリティ調査を行い経済性の評価等を実施するとともに、材料特性に関するデータベースの整備及びそれに必要な試験研究を行う。

技術目標及び達成時期

2009年までに、不純物総量100ppm未満、溶解量数100kg以上の低コスト・量産化技術製造技術を開発するとともに、製造された超高純度材料が発電プラントの各種機器に適用でき、本材料の持つ優れた特性を長期に亘って発揮できることを確認する。

研究開発期間

2005年度～2009年度

(7) セラミックリアクター開発(運営費交付金)(再掲)

概要

電気化学的に物質やエネルギーを高効率で変換する次世代型セラミックリアクターの実現のため、低温作動と急速作動停止を可能とする材料の開発とマイクロセルの集積構造化技術等の開発を行う。

技術目標及び達成時期

2009年度までに、新電解質材料の適用や電極反応の高効率化等による、低温作動時(650以下)での出力性能を向上させる材料技術と共に、マイクロセルの集積構造化や精緻なインターフェース構築のための製造プロセス技術を開発。そして、これらの技術を統合することにより、次世代型セラミックリアクターとしてのプロトタイプモジュール実証(出力性能2kW/L等)を行う。

研究開発期間

2005年度～2009年度

(8) 高機能チタン合金創製プロセス技術開発プロジェクト(再掲)

概要

大量の電力を必要とする従来のバッチ処理方式のチタン製錬法(クロール法)を、エネルギー効率の高い連続処理方式へ転換する抜本的なプロセス改善のための技術を開発する。また、併せて、成形性の高いチタン合金設計技術及び成形プロセス技術を開発する。

技術目標及び達成時期

2008年度までに省エネ型チタン新製錬プロセスの基盤技術を開発し、2010年

までに実用化を目指す。また、本製錬技術により得られるチタンをベースとして、加工性、強度等をさらに向上させた合金設計・成形プロセス技術を確立する。

研究開発期間

2005年度～2008年度

( ) 資源制約の克服

(1) 希少金属代替材料開発プロジェクト(運営費交付金)

概要

希少金属は、特殊用途において希少な機能を発揮する一方で、その希少性・偏在性・代替困難性から、市場メカニズムが必ずしもうまく機能せず、その供給停止は川下の経済成長の制約要因となり得るリスクを伴っている。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、「コンピュータによる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」等が可能となりつつあることから、こうした最先端技術を用いることで、希少金属の新たな代替/使用量低減技術を開発する。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、以下希少金属元素の使用原単位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ことを目標とする。また、製品の機能や製造コストは現状と同等を少なくとも維持することを前提とする。

〔対象元素〕	〔使用原単位の低減目標値〕
・透明電極向けインジウム(In)	: 現状から50%以上低減
・希土類磁石向けディスプロシウム(Dy)	: 現状から30%以上低減
・超硬工具向けタンゲステン(W)	: 現状から30%以上低減

研究開発期間

2007年度～2011年度

( ) 環境制約の克服

(1) グリーン・サステイナブルケミカルプロセス基盤技術開発

概要

化学品等の製造プロセスにおけるシンプル化、クリーン化、原材料・資源の多様化、更に、廃棄物の減容化、容易なりサイクル等を実現し、産業競争力強化、国際規制の先取りを図って、将来にわたっても持続的に化学品等を製造するための必要な新規なGSC(グリーン・サステイナブルケミストリー)プロセスを開発する。

技術的目標及び達成時期

2015年度までに、有害な化学物質を大幅に削減、使わない革新的なプロセス及び化学品の開発や廃棄物、副生成物の大幅に削減できる革新的なプロセス及び化学品の開発を行う。

研究開発期間



2008年度～2015年度

(2) 次世代高信頼性ガスセンサ技術開発(運営費交付金)(再掲)

概要

一酸化炭素中毒やガス漏れなどのガス事故を限りなくゼロに近づけるため、センサー素子のナノレベルでのメカニズム解析及び開発設計を行い、コードレスで高信頼性を有する次世代高信頼性ガスセンサー(COセンサー・メタンセンサー)を開発する。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、最先端のナノテクノロジー及びMEMS技術を導入し、電池駆動で5年以上の長寿命、高信頼性(数百ppm以下の故障率)、低コストなCOとメタンのセンサーを開発する。

研究開発期間

2008年度～2011年度

(3) 革新的膜分離技術の開発(再掲)

概要

河川水等の浄水工程における、微量の有害物質、微生物等の除去に係る水処理技術のうち、分離膜方式による高効率(省エネ)な分離技術を開発する。

技術目標及び達成時期

2012年度までに、ナノテクノロジー等新技术を用いて新素材を開発し、高度な水質制御と高速処理を兼ねた膜ろ過システムを開発する。

研究開発期間

2008年度～2012年度

(4) 循環社会構築型光触媒産業創成プロジェクト(運営費交付金)

概要

我が国で発見された光触媒技術の新産業分野開拓を目指し、サイエンスにさかのぼることにより、紫外光のみならず、可視光レベルでの性能・機能の飛躍的な向上のための技術基盤を構築する。これにより、従来では困難とされてきた医療関連分野や土壌処理、PFC処理/フッ素回収などの環境関連分野等に光触媒技術を導入し、光触媒の最大のメリットである自然エネルギーを利用した安心・安全な環境を提供できる技術を開発する。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、材料レベルで紫外光応答型2倍、可視光応答型10倍の感度向上を達成し、その高感度光触媒を適用した薄膜プロセス技術の基盤技術を確立する。

研究開発期間

2007年度～2011年度

(5) 革新的マイクロ反応場利用部材技術開発\*(運営費交付金)(再掲)

概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、マイクロリアクター、ナノ空孔などの精密反応場を利用し、反応分子の自由な運動を活性種レベルで制御した革新的な化学反応プロセスと新機能材料創成技術の確立を目指す。さらに、マイクロリアクターとナノ空孔反応場の組み合わせ、各反応場とマイクロ波等のエネルギー供給手段との組み合わせにより協奏的反応場を構成し、さらなる高効率生産等を可能にする基盤技術を開発する。これらの技術の確立により、反応システムの小型化、多段プロセスの簡略化等を通じた化学産業の製造工程等の省エネルギー化を図る。

技術的目標及び達成時期

2010年度までに、マイクロリアクター技術、ナノ空孔技術を軸とし、これらに更にマイクロ波、超臨界流体等のエネルギー供給手段を組み合わせた協奏的反応場を構成することにより、これまでにない革新的な化学反応プロセスを確立し、新機能材料創成技術を実現する。さらに、これらの技術を用いて高性能・高機能電子材料、医薬中間体などの部材を開発する。

研究開発期間

2006年度～2010年度

#### (6) 高感度環境センサ部材開発\*

概要

ダイオキシンをはじめとする微量有害有機物質を高感度・高選択・安価・迅速に計測するため、分子認識部位として生体分子を用い、有害有機物質の結合の有無・量を直接電気信号に変換するセラミックスセンシング材料(電極材料)を用いたセンサ部材を開発する。

技術目標及び達成時期

2010年度までに、ダイオキシン類、エストラジオール及びビスフェノールAについて、 $0.001 \text{ ng} \cdot \text{ml}$ の濃度において有意な電気信号として検出し得る小型・携帯型計測器に挿入可能な寸法のセンサ部材の開発を目標とする。

研究開発期間

2006年度～2010年度

#### ・材料・部材領域

極めて広範囲な産業領域に波及する材料・部材領域について、ユーザー製造業等との連携(川上・川下連携)を促進し、高度な部材産業群の「すり合わせ力」を一層強化する。

#### (1) 高機能複合化金属ガラスを用いた革新的部材技術開発(運営費交付金)

概要

複合化金属ガラス(金属ガラスマトリックス中に第二相として微結晶や微粒子または微小空隙等を分散させたもの)を創製して、次世代高密度記録媒体、超微小モータ用部材および高強度・高導電性電気接点部材を開発する。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、複合化金属ガラス合金を創製し、従来の金属ガラス単層合金の持つ優れた特徴に加えて、塑性加工性、硬磁気特性、高電気伝導性等を付与する。この

複合化金属ガラスの新規特性を用いて、従来の金属ガラス単層合金では為しえなかった革新的部材の開発を行い、さらに多様な工業製品に応用することで、我が国産業の優位性を確保する。

研究開発期間

2007年度～2011年度

## (2) 超ハイブリッド部材技術開発 (運営費交付金)

概要

従来実現が不可能と考えられていた相反する複数機能(トレードオフ機能)を両立できる材料を、異種素材の組合せ(ハイブリッド化)により実現するための技術を開発する。要素技術として、異種材料間の界面挙動をシミュレーション技術等により解明し、ナノレベルよりもさらに微小な原子・分子レベルでのハイブリッド化構造・配列制御のための合成技術を開発する。従来の単一材料では実現困難であったトレードオフの性能を引き出すことで、自動車用構造材料、パワーデバイス用材料、光学材料等を出口イメージとした、高機能革新部材製造に必要な技術基盤を開発する。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、電気・電子材料、光学材料、その他工業材料について従来材料では実現できなかった相反機能を解消するとともに、市場評価が可能な成果物を供試し、市場(ユーザー)から、客観的な実用化研究開発課題を抽出する。また、単なる相反機能の解消ではなく、相反機能を制御・実現する技術を開発する。

研究開発期間

2007年度～2011年度

## (3) 鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発 (運営費交付金) (再掲)

概要

プラント、構造物や自動車等の革新的な高効率化、省エネルギー化、長寿命化、安全・安心化を図るため、最新の科学的知見を導入し、鉄鋼材料及び鋼構造体を超高機能化する基盤的研究開発を行う。具体的には、高強度鋼、高機能鋼の実用化拡大の基盤となる(1)高級鋼厚板(高強度鋼、極低温用鋼、耐熱鋼)溶接部の信頼性・寿命を大幅に向上する溶接施工技術(高密度・清浄熱源溶接技術)、及び金属組織制御技術を基本とする材料技術(クリープ破壊及び水素破壊の機構解明等を踏まえた)の開発、(2)部材の軽量化を図るために強度、加工性等の最適機能傾斜を付与する機械部品鍛造技術(駆動部材の信頼性確保のための耐疲労破壊特性の向上を踏まえた)の開発を行う。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、高級鋼厚板(高強度鋼・極低温用鋼・耐熱鋼)の溶接を予熱・後熱なしに可能とする溶接技術と材料技術を開発するとともに、傾斜機能部材の鍛造技術を開発する。

研究開発期間

2007年度～2011年度

(4) マグネシウム鍛造部材技術開発プロジェクト\* (運営費交付金)

概要

マグネシウム合金部材について、製品歩留まりが高く、高耐疲労性を付与する鍛造技術の開発を行う。また、循環型素材としてのマグネシウム合金部材の特性を活かし、リサイクル材の鍛造用ピレット化に係る課題抽出を行う。当該技術開発により、マグネシウム鍛造部材製造技術の基盤を構築し、我が国の家電、自動車等の川下産業の競争力の強化に不可欠な高度部材を供給する。

技術目標及び達成時期

2010年度までに高強度・高耐疲労・加工性に優れたマグネシウム鍛造技術を確立する。

研究開発期間

2006年度～2010年度

(5) 先端機能発現型新構造繊維部材基盤技術の開発\* (運営費交付金)

概要

電界紡糸や溶融紡糸等により創製される極微細な繊維状材料に対してナノオーダーの成形加工や微細な界面加工ならびに複合化することで材料を高機能化した革新的部材を創出する。高機能新材料を求めるユーザーの要望を満たす繊維の極微細加工と高次複合化を解決する基盤技術開発を行う。

技術的目標及び達成時期

2010年度までに、電界紡糸法による繊維高機能化、大型装置化技術およびナノ溶融分散紡糸法による超極細炭素繊維製造技術を開発し、これら基盤技術を活用して、高性能・高機能電池用部材、高性能・高機能フィルター用部材、高性能・高機能医療衛生用・産業用部材を開発する。

研究開発期間

2006年度～2010年度

(6) 次世代光波制御材料・素子化技術\* (運営費交付金) (再掲)

概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、ガラス材料に関する精密モールド技術を確立し、機能性の高い光波制御素子を低コストで生産できるプロセス技術を開発することで部材の小型化・高機能化を図りつつ、省エネを実現する。

技術目標及び達成時期

2010年度までにサブ波長レベルの微細構造をガラス表面にモールド成形する技術を実現し、実装可能な具体的なデバイスを作製する。

研究開発期間

2006年度～2010年度

・ナノテクノロジー・部材分野推進共通基盤領域

ナノテクノロジー、部材分野の研究開発に必要な加工・計測・解析技術等の共通基盤の確

立とともに、信頼性、普遍性、安全性等のリスク不安に対処したリスク管理手法を開発し、社会に貢献する産業化の支援を相互的に推進する。

(1) ナノ粒子の特性評価手法開発 (運営費交付金)

概要

ナノ粒子のキャラクタリゼーション、計測技術の確立とともに、生体影響等評価手法、暴露評価手法及びナノテクノロジーによるリスク不安に対処したリスク管理手法を開発する。

技術目標及び達成時期

2008年度までに、ナノ粒子のキャラクタリゼーション及び計測技術を確立するとともに、2010年までに、生体影響等評価手法、暴露評価手法及びリスク評価手法を開発し、ナノ材料のリスク評価指針及びナノ粒子の管理指針の提言を行う。

研究開発期間

2006年度～2010年度

(2) 高度分析機器開発実用化プロジェクト\* (再掲)

概要

燃料電池・情報家電・ナノテクといった先端新産業において、材料解析・性能評価・品質管理等で必要とされる超微量・超低濃度試料の分析技術の開発を行う。これら産業化の各フェーズに適した分析技術を開発することにより、先端新産業の事業化や製品の高付加価値化を図る。

技術目標及び達成時期

2008年度までに希ガスイオン源を搭載した集束イオンビームの開発、低加速・高分解能・高感度の元素分析用顕微鏡の開発、超微量試料用分離・分析技術の開発を行う。

研究開発期間

2006年度～2008年度

注：\*印のある研究開発プロジェクトは2006年度より開始された新産業創造高度部材基盤技術開発の一環として実施しているもの。

## 5．政策目標の実現に向けた環境整備（関連施策）

ナノテクノロジーは、情報通信、環境、エネルギーなどの分野における科学技術の進歩や課題解決に貢献する重要な技術シーズである。そのため、ナノテクノロジーの研究開発と一体となった関連施策を実施することで、その成果を市場に出していくことが重要である。主な関連施策を、以下に示す。

### 〔技術戦略マップ〕

- ・NEDO及び経済産業省では、技術戦略マップを策定、毎年改訂し、ナノテク・部材分野の将来の方向性を見定めながら、合理的かつ効果的な研究開発プロジェクトを推進しているところ。また、技術戦略マップを活用して、多様な連携（川上川下の垂直連携、異業種間の水平連携など）による研究開発を促進、支援し、当該分野の技術革新を促進する。

### 〔サンプル提供・実用化促進〕

- ・NEDOでは、実施するナノテクノロジー関連の研究開発プロジェクト成果のサンプルを対象として、それらを活用した用途の開発、実用化ないし製品化提案を有する企業とのマッチングを図ることで、プロジェクトの事業化を促進する取組みを実施しているところ。

### 〔基準・標準化〕

- ・ナノテクノロジーの標準化については、研究開発プロジェクトを推進する上で、適切な活動（国際規格ISO/IEC、日本工業規格JIS、その他）を実施し、我が国のナノテクノロジー分野の研究開発、産業活動の効率向上を図り、研究開発の成果が社会で普及する環境を整備する意味でも重要である。これまでの主な取組みについては、下記のとおり。
- ・2005年5月にナノテクノロジーの標準化に向けてISO/TC229の設立がされ、「用語と命名法」、「計測とキャラクタリゼーション」、「健康・安全・環境」の3つのWGにおいて、国際標準化の策定に向けて議論が開始された。
- ・また、2007年6月にシンガポールで開催された第5回総会以降、「材料規格」の分科会の設立に向けて対応しているところ。
- ・さらに、2006年9月にはナノテクノロジーに関する電気電子技術の標準化に向けてIEC/TC113が設立され、「用語と命名法」、「計測とキャラクタリゼーション」、「性能評価」の3つのWGにおいて、国際標準化の策定に向けて議論が開始されている。（なお、はISO/TC229とのジョイントWGとなっている。）

### 〔広報〕

- ・ナノテクノロジーに関する先端技術及び製品等の世界最大の展示会である「nano tech」が毎年日本で開催されている。2002年に開催された第1回以降、出展者来場者ともに増加傾向にあり、近年は海外、とくにヨーロッパ・アジア等の出展が目立つようになってきている。

### 〔社会受容〕

- ・ナノテクノロジーの社会受容に対する取組みは、ナノテクノロジーの産業化を推進するため、例えば工業ナノ粒子のキャラクタリゼーション技術や人の健康や環境に及ぼす影響など、潜在的な課題に関する知見を蓄積する取組みが重要である。

- ・経済産業省では、2006年度から「ナノ粒子特性評価手法の研究開発」を開始し、工業ナノ粒子の有害性評価手法、また、そのリスク評価手法の確立を目標としたプロジェクトを開始しているところ。

#### 〔人材育成〕

- ・経済産業省では、「製造中核人材育成事業」を実施しており、産学連携による波及効果の高い人材育成プログラムを開発、実践している。ナノテクノロジー関連の人材育成プログラムも複数実施しているところ。

#### （例）ナノテク製造中核人材の養成プログラム

概要：情報家電、燃料電池、ロボット、医療機器、バイオ等の応用分野において、その産業の基盤と創出を支える中堅企業を対象として、「基礎加工技能・技術、特殊な要素技能・技術に習熟し、製造技術の高度化を図る人材」及び「豊富なナノ加工プロセスの知識や先端機器を使いこなすノウハウ等を習熟し、製造現場の技能・技術を統括できず人材」を育成するもの。

- ・NEDOでは、我が国の産業技術の発展のため、先端分野や融合分野の技術を支える人材の育成と、人的交流の面から産学連携を促進するための「場」の形成を促進する取り組みを実施している（NEDO特別講座）。具体的には、優れた成果を生み出しつつあり、大学が技術の中核となっている研究開発プロジェクトをコアプロジェクトとし、そのプロジェクトリーダーの所属大学に拠点を設置し、関連技術の人材育成、人的交流の拡大、周辺研究の実施を行うもの。ナノテクノロジー関連の研究開発プロジェクトも複数実施しているところ。

#### 〔他省庁との連携〕

- ・総合科学技術会議／連携施策群において、「ナノバイオテクノロジー」「ナノテク研究推進と社会受容」が設置され、関係省庁と連携して実施しているところ。
- ・経済産業省が実施する研究開発プロジェクトにおいては、文部科学省など他省庁との連携の可能性について検討を行い、研究開発プロジェクトの立案、推進しているところ。

（例）ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造技術開発 - うち新材料・新構造ナノ電子デバイスプロジェクト、希少金属代替材料開発プロジェクト など

## 6．研究開発の実施に当たっての留意事項

事業の全部又は一部について独立行政法人の運営費交付金により実施されるもの（事業に（運営費交付金）と記載したもの）は、中期目標、中期計画等に基づき、運営費交付金の総額の範囲内で、当該独立行政法人の裁量によって実施されるものである。

## 7．改訂履歴

- (1) 平成12年12月28日付け制定。
- (2) 平成14年2月28日付け制定。材料ナノテクノロジープログラム基本計画（平成12・12・27工総第16号）は、廃止。
- (3) 平成15年3月10日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成14・02・25産局第8号）は、廃止。
- (4) 平成16年2月3日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成15・03・07産局第1号）は、廃止。
- (5) 平成17年3月31日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成16・02・03産局第7号）は、廃止。
- (6) 平成18年3月31日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成17・03・25産局第4号）は、廃止。
- (7) 平成19年4月2日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成18・03・31産局第13号）は、廃止。
- (8) 平成14年2月28日付け制定。
- (9) 平成15年3月10日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成14・02・25産局第9号）は、廃止。
- (10) 平成16年3月7日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成15・03・07産局第5号）は、廃止。
- (11) 平成17年3月31日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成16・03・07産局第5号）は、廃止。
- (12) 平成18年3月31日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成17・03・25産局第3号）は、廃止。
- (13) 平成19年4月2日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成18・03・31産局第14号）は、廃止。
- (14) 平成20年4月1日付け、ナノテク・部材イノベーションプログラム基本計画制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成19・03・20産局第1号）および革新的部材プログラム基本計画（平成19・03・19産局第4号）は、本イノベーションプログラム基本計画に統合することとし、廃止。



## 環境安心イノベーションプログラム基本計画

### 1. 目的

資源制約を克服し、環境と調和した持続的な経済・社会の実現と、安全・安心な国民生活を実現するため、革新的な技術の開発等を通じた地球全体での温室効果ガスの排出削減、廃棄物の発生抑制（リデュース）、製品や部品の再使用（リユース）、原材料としての再利用（リサイクル）推進による循環型社会の形成、バイオテクノロジーを活用した環境に優しい製造プロセスや循環型産業システムの創造、化学物質のリスクの総合的な評価及びリスクを適切に管理する社会システムの構築を推進する。

### 2. 政策的位置付け

第3期科学技術基本計画（2006年3月閣議決定）及び分野別推進戦略（2006年3月総合科学技術会議）における国家的・社会的課題に対応した研究開発の重点推進分野である環境分野及び国の存立にとって基盤的であり国として取り組むことが不可欠な研究開発の推進分野であるエネルギー分野に位置付けられるものであるほか、次のとおりである。

「地球温暖化対策技術研究開発の推進について」（2003年4月総合科学技術会議）

総合科学技術会議重点分野推進戦略専門委員会に設置された温暖化対策技術プロジェクトチームでまとめられた上記報告書における研究開発推進戦略に対応するものである。

Cool Earth - エネルギー革新技术計画（2008年3月経産省公表）

重点的に取り組むべきエネルギー革新技术「21」を含むものである。

京都議定書目標達成計画（2005年4月閣議決定）

目標達成のための対策と施策のうち地球温暖化対策技術開発の推進に位置づけられるものである。

イノベーション25（2007年6月閣議決定）

イノベーション立国に向けた政策ロードマップ - 技術革新戦略ロードマップ「世界的課題解決に貢献する社会 ものづくり技術分野」の中で「3R型設計・生産・メンテナンス技術、製品の設計・製造段階でのリサイクル阻害物質の使用排除を可能とする技術、製品中の有用・有害物質管理技術の開発・標準化」が資源を有効利用し、環境に配慮したものづくり技術として位置づけられている。

21世紀環境立国戦略（2007年6月閣議決定）

今後1、2年で重点的に着手すべき八つの戦略の中で「3R関連法制度等の充実や技術開発の支援を通じて、製品のライフサイクル全体での天然資源投入量の最小化や再生資源の高付加価値製品への利用を促進し、資源生産性の更なる向上と環境負荷の低減を図る」との方針が示されている。

経済成長戦略大綱（2006年7月財政・経済一体改革会議）

「環境と経済の両立を図るため、金融面からの環境配慮を進めるとともに、環境技

術の開発、3Rイニシアティブやアジア環境行動パートナーシップ構想による優れた技術・制度の国際的な普及と標準化等に向けた取組を進める」との方針が示されている。

産業構造審議会廃棄物・リサイクル小委員会基本政策ワーキンググループ報告書（2008年1月）

「近年、安定供給が懸念されているレアメタルの中には、使用製品からの回収・再利用技術が確立していないものもあることから、回収された使用済製品から効率的に抽出するための新たな技術の開発にも取り組むべきである。」とされている。

バイオマス・ニッポン総合戦略（2006年3月閣議決定）

バイオマスの変換に関する戦略として、経済性の向上、革新的な変換技術の開発に取り組むこととしている。

新産業創造戦略2005（2005年6月経済産業省）

先端的新産業分野として揚げられた戦略7分野の一つの「環境・エネルギー・機器・サービス」及び「健康・福祉・機器・サービス」に該当し、「技術戦略マップ」を活用し、効果的な研究開発を促進することが今後の取組として指摘されている。

「新・国家エネルギー戦略」（2006年5月経済産業省）

省エネルギーフロントランナー計画において省エネルギー技術開発の一層の推進を図ることとしている。

バイオテクノロジー戦略大綱（2002年12月BT戦略会議取りまとめ）

持続可能な快適社会の実現（よりよく暮らす）に向けて、バイオテクノロジー（BT）を活用して、画期的な新製品の開発と工業生産の抜本的効率化を図るとともに、生産に要する環境負荷を大幅に減少させることとしている。

### 3. 達成目標

#### ・地球温暖化防止新技術

- (1) 世界全体の温室効果ガス排出量を現状に比して2050年までに半減するという長期目標のもと、経済成長と温室効果ガスの排出削減の双方を同時に達成できる革新的技術を開発し、それらを通じて2013年以降の次期枠組みに主要排出国の参加を促すための国際協力を推進

【目標】 世界全体の温室効果ガス排出量を現状に比して2050年までに半減

- (2) 「京都議定書」で課せられた温室効果ガス削減目標の達成

（「京都議定書目標達成計画」に示された各部門の目安としての目標（基準年比）は以下のとおり）

#### 【目標】

エネルギー起源CO<sub>2</sub>： +0.6%

非エネルギー起源CO<sub>2</sub>： 0.3%

メタン： 0.4%

一酸化二窒素： 0.5%

代替フロン等3ガス： +0.1%

- ( ) 「京都議定書目標達成計画」とは、「地球温暖化対策の推進に関する法律」に基づき、「京都議定書」の6%削減約束を確実に達成するために必要な措置を

定めるものをいう（平成17年4月閣議決定、平成18年7月一部変更）。

### 3 R

2015年度までに以下の目標の達成を図る。

資源生産性：約42万円/トン（2000年度：約26万円/トン）

循環利用率：約14～15%（2000年度：約10%）

最終処分量：約23百万トン（2000年度：約56百万トン）

（備考）

資源生産性 = (GDP)/(天然資源等投入量)

循環利用率 = (循環利用量)/(循環利用量 + 天然資源等投入量)

### 環境調和産業創造バイオ

バイオプロセスによって有用物質を生産し、廃棄物や汚染物質を発酵等により処理又は再資源化するという、循環型の産業システムを実現するために必要な技術基盤の構築を図るとともに、遺伝子組換え体の産業利用における安全性管理の充実を図る。具体的には、工業プロセスにバイオテクノロジーを導入することや、微生物や植物機能等を活用したモノ作り技術の開発、バイオマス利用、及びバイオ技術による産業廃水等処理技術の開発等を通して、環境調和型産業の創出に資する。

### 化学物質総合評価管理

化学物質のリスクの総合的な評価を行いつつ、リスクを評価・管理するための技術体系を構築する。そのために、化学物質のリスクに係る国民の理解増進のための基盤、事業者が自らリスクを判断する手段及び国が規制等の施策を講ずる際の手段として、化学物質のライフサイクルにわたるリスクの総合的な評価管理を行うための手法を確立するとともに、リスクの削減に資するプロセス、手法の開発、さらには知的基盤を整備する。

## 4. 研究開発内容

### - 1. CO2固定化・有効利用技術

排出される二酸化炭素を分離回収・固定化することや、有用物質に変換する技術を開発する。

#### ( ) 共通技術開発等

##### (1) プログラム方式二酸化炭素固定化・有効利用技術開発

###### 概要

二酸化炭素の固定化・有効利用技術開発は、現時点においては基礎的研究分野に属する研究が多く、長期的観点からの取り組みが必要不可欠。このため本事業では将来において実現可能性の高い二酸化炭素固定化・有効利用技術に関する革新的な技術シーズを発掘し、実現可能性を確認した上で、基盤技術として確立する。

###### 事業期間

1999年度～2011年度

###### 実施形態

適切な研究課題、実施企業等を選定し、先端的研究、基盤技術研究の2段階で

実施。

( 2 ) 地球環境国際研究推進事業

概要

地球温暖化問題の解決に向け、C T I ( 気候変動技術イニシアティブ ) 等の国際的な枠組みを活用し、諸外国との研究協力を進めることにより、世界的な温暖化問題への取り組みを強化する。

事業期間

2 0 0 2 年度 ~ 2 0 1 1 年度

実施形態

諸外国との連携のもと、テーマ毎に適切な研究体制を構築し実施。

( ) 二酸化炭素分離回収・貯留・隔離技術開発

( 1 ) 低品位廃熱を利用する二酸化炭素分離回収技術開発

概要

二酸化炭素を分離回収するための、低温再生可能な吸収液を開発し、鉄鋼プラントの低温度レベルの廃熱と高濃度二酸化炭素排ガスをを用いてパイロット試験を実施して、二酸化炭素分離回収コストが大幅に削減されることを実証する。

技術目標及び達成時期

2 0 0 8 年度までに、C O 2 分離回収コストを大幅に削減する技術を実証する。

研究開発期間

2 0 0 4 年度 ~ 2 0 0 8 年度

( 2 ) 分子ゲート機能 C O 2 分離膜の技術研究開発

概要

圧力を有するガスからの C O 2 / H 2 の分離用に期待されている膜技術の実用化ステップの前進を目的に、分子ゲート機能分離膜の高圧下における C O 2 / H 2 選択性の向上、分離膜モジュールの大型化に取り組む。

技術目標及び達成時期

2 0 1 5 年頃において、石炭ガス化複合発電 ( I G C C ) 等の圧力ガスから従来の 3 分の 1 程度 ( 1 , 5 0 0 円 / t - C O 2 程度 ) のコストで C O 2 を分離回収することを可能とする技術の確立を目指す。

研究開発期間

2 0 0 6 年度 ~ 2 0 1 0 年度

( 3 ) 二酸化炭素地中貯留技術研究開発

概要

火力発電所等の大規模発生源から分離回収された二酸化炭素を地中帯水層へ貯留する技術を開発し、実証する。

技術目標及び達成時期

貯留した二酸化炭素のモニタリング技術、挙動予測手法、環境影響・安全性評価手法の開発、及び全国貯留層賦存量調査を行う。さらに、早期に火力発電所等の大排出源を対象とした大規模実証に着手し、2 0 2 0 年までに実用化の目途を

つけることを目指して技術開発を推進する。

研究開発期間

フェーズ1：2000年度～2004年度

フェーズ2：2005年度～2012年度

#### (4) 二酸化炭素の海洋隔離に伴う環境影響予測技術開発

概要

火力発電所等の大規模発生源から分離回収された二酸化炭素を海洋中層に放流・隔離を行った場合に、海洋環境へおよぼす影響を評価する技術を開発する。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、海洋隔離に伴う海洋中二酸化炭素の挙動予測技術の確立、隔離可能性及び有効性評価、生物影響評価技術の開発を推進する他、国際的な連携の強化と海洋隔離実施に対する国際的・社会的合意の形成に向けた取り組みを行う。

研究開発期間

フェーズ1：1997年度～2001年度

フェーズ2：2002年度～2006年度

フェーズ3：2007年度～2011年度

#### (5) 環境調和型製鉄プロセス技術開発（運営費交付金）

概要

高炉ガスからの効率的な二酸化炭素分離と中低温排熱の有効活用及び水素を炭素（コークス）の一部代替として鉄鉱石を還元する革新的製鉄プロセスの開発を行う。

技術目標及び達成時期

最終的な技術開発目標として製鉄プロセスにおけるCO<sub>2</sub>排出量を30%削減することを目指し、2050年までに実用化する。

研究開発期間

2008年度～2017年度

#### ( ) 大規模植林

##### (1) バイオ技術活用型二酸化炭素大規模固定化技術開発

概要

バイオエタノール化に適した樹木への環境耐性付与を遺伝子技術により実施し、これら原料樹木の不良環境下での効率的な植林技術を開発する。

技術目標及び達成時期

事業4年目までに、未利用の不良環境地でも生育できる高セルロース樹木を遺伝子技術により開発し、実証植林を行う。

研究開発期間

2008年度～2011年度

## - 2 . 脱フロン等技術

代替フロンの排出量を抑制するため、代替フロンを削減する技術（脱フロン等技術）を開発する。

### （ 1 ）革新的ノンフロン系断熱材技術開発（運営費交付金）

#### 概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、住宅・建築物の省エネルギーという社会適用性に応えるため超微細発泡等による断熱性能の向上のための技術開発を行う。

#### 技術的目標及び達成時期

既存のノンフロン断熱材では達成できていない断熱性能を実現し、更には従来のフロン断熱材の断熱性能を超える高断熱性能を実現する断熱材を平成 2 4 年頃を目途に開発する。

#### 研究開発期間

2 0 0 7 年度～ 2 0 1 1 年度

### （ 2 ）ノンフロン型省エネ冷凍空調システムの開発（運営費交付金）

#### 概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、家庭用・業務用及び運輸用エアコン及びショーケース等に使用可能なノンフロンかつ高効率を達成でき、安全性についても配慮された新たな冷凍システムの開発を行う。

#### 技術的目標及び達成時期

2 0 0 9 年度までに、ノンフロン（自然冷媒等）型省エネ冷凍・空調システムを開発する。

#### 研究開発期間

2 0 0 5 年度～ 2 0 0 9 年度

## . 3 R

### （ ）建設ストック 3 R 対策

#### （ 1 ）革新的構造材料を用いた新構造システム建築物研究開発（再掲）

#### 概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、我が国鉄鋼業の約 5 0 % を占める建設市場において、建築物のメインフレームに高強度鋼を用いることで、鉄鋼部材の軽量化（リデュース）とそれに伴う輸送効率の向上、高強度化、非溶接化に伴う部材のリユース促進、製造・施工の省エネ・省力化等を図る。

同時に、柔剛混合構造（高強度鋼とダンパーの組み合わせ）技術の確立、関連法規への対応等により、震度 7 にも耐えうる新構造システム建築物の建設が可能となり、我が国で大きなリスクである大規模地震災害から国民を守り、安心安全社会の実現に寄与する。

#### 技術目標及び達成時期

2 0 1 3 年度までに、最大規模の地震（震度 7）に対しても倒壊・損壊しない建築物を高強度鋼（8 0 0 N / mm<sup>2</sup>級鋼材）とダンパーの組み合わせによる柔剛

混合構造により実現を図るものであり、国土交通省や民間企業と連携してこの建築物のメインフレームに必要な高強度鋼部材、接合法等の開発を行う。主な研究開発目標は以下の通りである。

- ・ 震度7弾性新構造システム開発
- ・ 高強度部材の製造技術開発
- ・ 超高強度接合部品開発
- ・ 高強度部材の接合技術開発

研究開発期間

2006年度～2008年度

( ) 金属資源等3R対策

(1) 希少金属等高効率回収システム開発(再掲)

概要

小型電子・電気機器にはベースメタルや、金、銀等の貴金属の他、インジウム、ニッケル等の希少金属等を含有している。現状では、これらの機器が廃棄された後は、非常に高温で処理する乾式製錬技術を用いてリサイクル・処理されているため、多大なエネルギーを消費するばかりか、回収可能な金属が銅、金、銀等に限定されており、その他の希少金属等は回収できずに廃棄処分されている。このため、湿式製錬技術を活用した高効率な最適技術の開発等を通じて、回収工程の省エネルギー及び希少金属等の回収率向上を図る。

技術目標及び達成時期

- ・ 従来方法(乾式製錬)で処理する場合に比べて、大幅な省エネルギーの実現(省エネルギー効果:原油換算で約78万kl/年削減)
- ・ 廃小型電子・電気機器、廃超硬工具等中に含まれる希少金属等の回収率の向上(インジウム0% 90%、ニッケル50% 95%、コバルト0% 95%、タンタル0% 80%、タングステン90% 95%、レアアース0% 80%)

研究開発期間

2007年度～2010年度

(2) 希少金属代替材料開発プロジェクト(再掲)

概要

希少金属は、特殊用途において希少な機能を発揮する一方で、その希少性・偏在性・代替困難性から、市場メカニズムが必ずしもうまく機能せず、その供給停止は川下の経済成長の制約要因となりうるリスクを伴っている。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、従来できなかった、「コンピュータによる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」等が可能となりつつあることから、こうした最先端技術を用いることで、希少金属の新たな代替/使用量低減技術を開発する。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、以下希少金属元素の使用原単位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ことを目標とする。また、製品の機能や製造コストは現状と同等を少なくとも維持することを前提とする。

- ・透明電極向けインジウム（In）：現状から50%以上低減
- ・希土類磁石向けディスプロシウム（Dy）：現状から30%以上低減
- ・超硬工具向けタングステン（W）：現状から30%以上低減

研究開発期間

2007年度～2011年度

## ・環境調和産業創造バイオ

### (1) 植物機能を活用した高度モノ作り基盤技術開発

#### ( ) 植物利用エネルギー使用合理化工業原料生産技術開発（運営費交付金）（再掲） 概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、現在の化学工業プロセスに代わる、植物の有する有用物質生産能を活用した省エネルギー・低環境負荷型の工業原料生産プロセスへの変換を促進する。具体的には、工業原料の生産に関わる重要な物質生産プロセスに関する代謝系をゲノム情報に基づき解析するとともに、有用物質生産制御に必要な一連の代謝遺伝子群の発現を統一的に制御する技術の開発を行う。

技術目標及び達成時期

2009年度までに、工業原料として有望なバイオマスとしてイソプレノイド、油脂などの有用物質生産に関わる代謝経路とその調節メカニズム及び生産物質の蓄積・移動に係るメカニズムの解析を行い、関連遺伝子情報を整備するとともに、統括的発現制御技術を開発する。

研究開発期間

2002年度～2009年度

#### (ii) 植物利用高付加価値物質製造基盤技術開発

概要

動物や微生物による物質生産と比較して、安全性が高い、生産コストが低い、省エネルギーで環境調和型といった特徴を有する植物を活用した高機能タンパク質等の高付加価値物質生産（モノ作り）の基盤技術を開発するために、有用物質を高効率に高生産させる組換え植物の基盤技術を開発するとともに、閉鎖型人工環境下での高効率な栽培技術の開発を一体的に進める。

技術目標及び達成時期

2010年度までに、実用植物において実用可能なレベルまで有用物質を効率的に高生産・高蓄積させる組換え植物を開発するとともに、目的有用物質を安定かつ均一に生産・蓄積させる栽培技術を確立し、その生産の実用性を閉鎖型人工環境下において確認する。

研究開発期間

2006年度～2010年度



(2) 微生物機能を活用した環境調和型製造基盤技術開発(再掲)

( ) 微生物機能を活用した高度製造基盤技術開発(運営費交付金)

概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、省エネルギーかつ環境負荷が少ないといった特徴を有する微生物機能を活用した有用物質の革新的な生産プロセス(モノ作り)の技術を構築するため、産業用途に必要な機能既知遺伝子で構成されたゲノムを持ち、物質生産性向上につながる性能を備えた高性能宿主細胞の創製や、微生物反応の多様化・高機能化技術を開発するとともに、バイオマスを原料として有用物質を体系的かつ効率的に生産する(バイオリファイナリー)ための基盤技術を開発する。

技術目標及び達成時期

2010年度までに、物質生産性向上につながる性能を備えた高性能宿主細胞を創製するとともに、バイオプロセスの実用化適用範囲の拡大のための微生物反応の多様化・高機能化技術の開発を行う。バイオリファイナリー技術については、バイオマスを高効率で糖化し、糖から高効率で各種化成品の基幹物質を生産するバイオプロセス体系を構築する。

研究開発期間

2006年度～2010年度

(ii) 微生物群のデザイン化による高効率型環境バイオ処理技術開発(運営費交付金)

概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、従来エネルギー多消費・廃棄物多排出型であった廃水・廃棄物処理において、微生物群の構成及び配置等を人為的に制御(デザイン化)することで、その処理効率を大幅に向上させ、省エネルギーで廃棄物も少ない高効率型廃水、廃棄物処理の基盤技術を確立する。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、特定有用微生物群を人為的に安定導入・維持もしくは人為的に空間配置・優先化させる等のデザイン化技術を開発し、従来の廃水、廃棄物処理に比べより高効率で省エネルギーな処理技術を開発するとともに、実用化に資するための実証可能なテストプラント規模にて評価する。

研究開発期間

2007年度～2011年度

(3) バイオマスエネルギー等高効率転換技術開発(再掲)

概要

バイオマスに関する燃料分野と化成品分野の融合・連携を図り、食料と競合しないセルロース系原料から、より低コストで高効率なエネルギー化を可能にする先進的・革新的な新技術の確立を目指すとともに、バイオ燃料の製造のみならず、プロパノール、ブタノール製造、化学品の製造の実用化を目指した技術開発を行う。

技術目標及び達成時期

2012年度までに、セルロース系バイオマスを原料とし、バイオ燃料製造の従来技術に比べて画期的に優れた効率や低コスト化を可能とする糖化・発酵等の基盤

技術を開発するとともに、バイオマス利用に資する微生物の利用基盤技術の開発を行う。さらに、プロパノール等の高効率取得のための触媒開発等により、化成品製造の実用化を目指した技術開発を行い、バイオマスに関する燃料分野と化成品分野の融合・連携を図る。

研究開発期間

2007年度～2012年度

- 1 . 化学物質総合評価管理

( 1 ) 化学物質の最適管理をめざすリスクトレードオフ解析手法の開発 ( 運営費交付金 )  
概要

化学物質のリスクを共通指標で比較、検討し、事業者等における代替物質の選択の際に、リスクの相互比較が可能となるリスク評価手法及び社会経済分析等リスクトレードオフ解析手法を構築する。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、代表的な化学物質用途群につき、化学物質のライフサイクルに応じたあらゆる暴露を考慮した排出量推計手法や室内暴露評価手法等環境動態解析手法を構築する。さらに、用途群内の物質間でのリスクトレードオフ解析手法を開発する。

研究開発期間

2007年度～2011年度

( 2 ) ナノ粒子の特性評価手法開発 ( 運営費交付金 )

概要

ナノ粒子のキャラクタリゼーション、計測技術の確立とともに、生体影響等評価手法、暴露評価手法及びナノテクノロジーによるリスク不安に対処したリスク管理手法を開発する。

技術目標及び達成時期

2008年度までに、ナノ粒子のキャラクタリゼーション及び計測技術を確立するとともに、2010年までに、生体影響等評価手法、暴露評価手法及びリスク評価手法を開発し、ナノ材料のリスク評価指針及びナノ粒子の管理指針の提言を行う。

研究開発期間

2006年度～2010年度

( 3 ) 構造活性相関手法による有害性評価手法開発 ( 運営費交付金 )

概要

従来の動物実験による反復投与毒性試験に代わり、*in silico* や類推等を用いた予測・評価を可能とするため、既知の周辺情報やそれらから得られる新たな知見を基に、よりの確に効率よく毒性を評価可能とする有害性評価支援システムを構築する。

技術目標及び達成時期

2011年度までに、公開されている反復投与毒性試験データや毒性作用機序情報が搭載されたデータベース、肝臓における代謝産物・代謝経路を予測する手法、及び対象とする化学物質の標的臓器・症状やその毒性の強さの範囲等を予測する手

法を開発する。さらに、それらを統合した有害性評価支援システムを構築する。

研究開発期間

2007年度～2011年度

(4) 石油精製物質等簡易有害性評価手法開発(運営費交付金)(再掲)

概要

石油の生産及び流通の合理化を図る観点から、石油製品等に含まれる化学物質によるリスクを把握し、必要な対策を適切に行うことを可能とするため、*in vitro* 培養系技術等の活用により遺伝子組換え細胞等を用いた *in vitro* 系簡易有害性予測手法、また、トキシコゲノミクスを活用した短期動物試験結果と相関する遺伝子発現データセットを開発する。

技術目標及び達成時期

2010年度までに、遺伝子導入技術、幹細胞分化誘導技術、生物発光技術等を適用した培養細胞を用いて、試験期間1ヶ月程度、発がん性、催奇形性及び免疫毒性を予測評価できる試験手法を開発し、また、遺伝子発現解析技術を短期動物試験に適用し、28日間反復投与試験結果と相関する遺伝子発現データセットを完成させる。また、標準的な試験プロトコルを策定する。

研究開発期間

2006年度～2010年度

- 2 . 化学物質リスク削減技術開発

(1) 有害化学物質リスク削減基盤技術研究開発(運営費交付金)

概要

環境中に広く排出され、人の健康や生態系へのリスク(有害性×暴露量)を及ぼすおそれのある有害化学物質を効率的に削減、代替する技術について、リスク削減効果が高く、広く導入・普及が可能となる実用化基盤技術を開発する。

技術目標及び達成時期

2008年度までに、P R T R制度(化学物質排出把握管理促進法に基づき有害なおそれのある化学物質について、事業所からの環境中への排出量及び廃棄物としての事業所外への搬出量等を把握・集計・公表する制度)の排出実態の公表結果等を活用し、環境影響が懸念される有害化学物質の優先順位付けを行い、選定された有害化学物質に対する削減、回収、無害化技術、代替物質の開発及び代替プロセスの構築等を行う。特に、2005年度から大気汚染防止法において規制対象となる揮発性有機化合物(VOC)に重点を置き、同法で定められた「VOCの排出量を2010年度までに2000年度比で3割削減すること」に資する技術開発を行うこととする。

研究開発期間

2004年度～2008年度

(2) アスベスト含有建材等回収・処理等技術開発事業(運営費交付金)

概要

今後、解体廃棄物として、大量の排出が予測されるアスベスト含有建材を対象と

して、そのアスベスト含有状況について簡易かつ確実な探知・分析を可能とし、安全性、信頼性の高い回収・処理を実現する関連機器・システムの技術開発を行う。

技術目標及び達成時期

2009年度までに、アスベスト含有製品の使用時、解体・回収・廃棄時においてオンサイト方式で検出感度0.1wt%超レベルに検出できる計測技術を確立し、アスベストを含む建材等の回収・除去現場におけるアスベストの飛散及び暴露を最小化し、回収・除去の安全性及び信頼性等を確保する技術を確立する。また、アスベスト含有廃棄物の無害化処理又は再資源化段階における安全性、効率性に優れた技術を確立する。

研究開発期間

2007年度～2009年度

## 5. 政策目標の実現に向けた環境整備（成果の実用化、導入普及に向けた取組）

### 【導入普及促進】

排出量の多い品目・業種や処理困難物を中心にリサイクルシステムなどの実証・市場化対策に関するフィージビリティ・スタディを実施する。

サプライチェーングループを対象に、部品等の仕様と原材料の使用・副産物の発生状況等に関する診断を実施し、製品設計及び製造プロセスの同時改善の方向性に関する提案、指導を行うとともに、取組事例を分析・評価し、資源投入量の抑制効果の高い優良な事例を公開する。

商品選択に資するわかりやすい3R配慮情報（省資源性や再生資源・部品の使用状況等）を消費者に提供し、環境配慮型製品の市場拡大を推進するため、指標の策定や、情報提供手法の確立、製品の情報検索が可能なシステムの検討・開発を行う。

3R対策が講じられている製品等の市場開拓を促進するため、政府が環境物品等を率先購入することを定めたグリーン購入法について、同法の判断基準が引き続き3R対策を適切に反映するようにしていく。

化学物質の有害性評価、暴露分析、リスク評価等のデータベースの構築を図るとともに、それらの手法の各種活動（事業者の自主管理活動、事業者、地方自治体等が国民とリスクコミュニケーションを図る活動等）等への導入を図る。

公害防止設備に対する優遇税制等の支援を行う。

### 【法規制・制度改革】

二酸化炭素回収・貯留（CCS）の国内での本格実施に必要な法規制・制度の整備等に関して検討を行う。

資源有効利用促進法等のリサイクル関連法制度によるスキームを活用して、3R対策を網羅的に講じることにより、循環型社会の構築を図る。

遺伝子組換え生物等の使用等の規制による生物の多様性の確保に関する法律（カルタヘナ法）に基づく立入検査で査収した生物が遺伝子組換え生物であるか否かを判断するための基盤的な技術の高度化や収去方法を確立すること等により、的確な法律の執行体制を整備する。

### 【ガイドライン】

事業者による自主的取組を促進する観点から、産業構造審議会において策定している「業種別・品目別廃棄物処理・リサイクルガイドライン」（自主的な目標の設定）につい

て、3R対策を加速する観点から適宜フォローアップを行い、改定を行う。

#### 【基準・標準化】

各プロジェクトや民間における技術開発等で得られた成果のうち、標準化すべきものについては、適切な標準化活動（国際規格（ISO/IEC）、日本工業規格（JIS）、その他国際的に認知された標準の提案等）を実施する。

CO<sub>2</sub>回収・貯留後のモニタリング、植林等によるCO<sub>2</sub>固定化量の計算、バイオマス利用時のCO<sub>2</sub>排出削減量の評価、環境影響や安全性評価手法など、CO<sub>2</sub>固定化・有効利用を推進するに当たって標準化が必要となる事項については、研究・開発状況や社会情勢を常に意識しながら計画的に標準化を推進する。

リサイクル品などの3R配慮製品に対する需要の創出・拡大を図るため、「環境JIS策定促進のアクションプログラム」に基づき、リサイクル品等の品質基準及び試験評価方法の規格（環境JIS）の策定を引き続き推進する。

バイオマス由来プラスチックにおけるバイオマス含有量測定の標準化を推進するとともに、生分解性プラスチックに係る微生物嫌気分解試験方法の国際標準化を着実に実施する。

高精度・簡易有害性評価システムの開発については、2014年度を目途に有害性評価手法等を経済開発協力機構（OECD）にテストガイドラインとして提案することを検討し、国際標準化を推進する。

#### 【調達促進】

バイオマス由来プラスチック等、生物機能を用いた生産プロセスにより生産された製品について、グリーン購入法に基づく調達品目として位置付けられるべく検討を行う。

#### 【広報・啓発】

研究開発プロジェクトの成果について広く普及啓発を図るため、シンポジウム等を行う。

3Rの普及・促進を図るため、毎年10月を「3R推進月間」とし、この期間を中心として、3R活動への関係者の取組を促すための「3R推進功労者等表彰」や、循環ビジネス振興のための「資源循環技術・システム表彰」等の普及啓発活動を実施する。

#### 【知的基盤整備】

国内外との共同研究等を通じ、革新的な温暖化対策技術や方策についての情報交換に資する、情報ネットワークの構築等を図る。

物質生産用に開発された汎用宿主細胞や取得した生物遺伝資源は、独立行政法人製品評価技術基盤機構に整備し、社会に幅広く提供する。

独立行政法人製品評価技術基盤機構の化学物質管理センターにて事業者・国民・公的機関の化学物質管理に関する冷静な対話（科学的知見の共有）を促進するための知的情報基盤整備を図る。

#### 【国際協力】

生物多様性条約に基づく遺伝子資源へのアクセス促進事業において、日本のバイオ関連企業の遺伝資源保有国（途上国）の遺伝資源に対するアクセスを促進するための技術的環境整備及び遺伝資源へのアクセス実施の調整を行う。

#### 【他省庁との連携】

総合化学技術会議が推進する科学技術連携施策群の「食料・生物生産研究」及び「総合的リスク評価による化学物質の安全管理・活用のための開発技術」、ライフサイエンス

P T、社会還元プロジェクトの下での関係府省間における適切な連携の実施。

#### 【プロジェクト等との連携】

C O 2 固定化・有効利用技術のロードマップに基づき、技術シーズ発掘型技術開発事業成果のプロジェクトへの取り込みや、プロジェクト間の連携により、効果的な固定化・有効利用システムの実現を図る。

植物機能を活用したモノ作り基盤技術開発に係る2つのプロジェクト間での、遺伝子高発現技術やモデル植物での基盤技術及び実用作物への技術展開に関する情報交換を推進する。

#### 6．研究開発の実施に当たっての留意事項

- ・事業の全部又は一部について独立行政法人の運営費交付金により実施されるもの（事業名に（運営費交付金）と記載したものは、中期目標、中期計画等に基づき、運営費交付金の総額の範囲内で当該独立行政法人の裁量によって実施されるものである。
- ・プログラム目標等については、京都議定書目標達成計画の評価・見直しプロセスに伴う対応を行う。
- ・各プロジェクトを横断的観点からマネジメントする体制を整備し、技術の進捗状況や社会情勢等を踏まえた適切な資源配分、技術成果のレビュー、普及施策の検討、実施すべき技術開発テーマ・領域・分野等の検討等を実施する。

#### 7．改訂履歴

- (1) 平成12年12月28日付け、生物機能活用型循環産業システム創造プログラム基本計画、化学物質総合評価管理プログラム基本計画制定。
- (2) 平成14年2月27日付け、生物機能活用型循環産業システム創造プログラム基本計画制定。生物機能活用型循環産業システム創造プログラム基本計画（平成12・12・27工総第15号）は、廃止。平成14年2月28日付け、革新的温暖化対策技術プログラム基本計画、3Rプログラム基本計画、化学物質総合評価管理プログラム基本計画制定。化学物質総合評価管理プログラム基本計画（平成12・12・27工総第14号）は、廃止。
- (3) 平成15年3月10日付け制定。革新的温暖化対策技術プログラム基本計画（平成14・02・25産局第16号）、3Rプログラム基本計画（平成14・02・25産局第13号）、生物機能活用型循環産業システム創造プログラム基本計画（平成14・02・25産局第5号）、化学物質総合評価管理プログラム基本計画（平成14・02・25産局第7号）は、廃止。
- (4) 平成16年2月3日付け制定。革新的温暖化対策技術プログラム基本計画（平成15・03・07産局第18号）及びエネルギー環境二酸化炭素固定化・有効利用プログラム基本計画（平成15・03・07産局第19号）は、革新的温暖化対策技術プログラム基本計画に統合することとし、廃止。3Rプログラム基本計画（平成15・03・07産局第6号）、生物機能活用型循環産業システム創造プログラム基本計画（平成15・03・07産局第3号）、化学物質総合評価管理プログラム基本計画（平成15・03・07産局第8号）は、廃止。
- (5) 平成17年3月31日付け制定。地球温暖化防止新技術プログラム基本計画（平成16・02・03産局第13号）、3Rプログラム基本計画（平成16・02・03産局

第5号)、生物機能活用型循環産業システム創造プログラム基本計画(平成16・02・03産局第15号)、化学物質総合評価管理プログラム基本計画(平成16・02・03産局第3号)は、廃止。

(6)平成18年3月31日付け制定。地球温暖化防止新技術プログラム基本計画(平成17・03・25産局第8号)、3Rプログラム基本計画(平成17・03・29産局第1号)、生物機能活用型循環産業システム創造プログラム基本計画(平成17・03・25産局第2号)、化学物質総合評価管理プログラム基本計画(平成17・03・25産局第10号)は、廃止。

(7)平成19年4月2日付け制定。地球温暖化防止新技術プログラム基本計画(平成18・03・31産局第9号)、3Rプログラム基本計画(平成18・03・31産局第10号)、生物機能活用型循環産業システム創造プログラム基本計画(平成18・03・31産局第3号)、化学物質総合評価管理プログラム基本計画(平成18・03・31産局第11号)は、廃止。

(8)平成20年4月1日付け、環境安心イノベーションプログラム基本計画制定。地球温暖化防止新技術プログラム基本計画(平成19・03・19産局第6号)、3Rプログラム基本計画(平成19・03・19産局第5号)、生物機能活用型循環産業システム創造プログラム基本計画(平成19・03・16産局第2号)、化学物質総合評価管理プログラム基本計画(平成19・03・20産局第2号)は、本イノベーションプログラム基本計画に統合することとし、廃止。

(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」基本計画

電子・材料・ナノテクノロジー部  
新エネルギー部

## 1. 研究開発の目的・目標・内容

### (1) 研究開発の目的

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

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

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

なお、平成18年3月28日に閣議決定された「第3期科学技術基本計画」では、「ナノテク・材料分野」を「重点推進4分野」の一つとして位置づけ、これに優先的に資源配分することとしている。本研究開発は、同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」にあたるものであり、文部科学省の元素戦略プロジェクトと連携し基礎から実用化までの間隙のない支援体制を確立して行うもので、我が国の科学技術力の向上という観点からも極めて意義が高いものである。

### (2) 研究開発の目標

最終目標では、以下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以下の低減が見込まれ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。

対象元素	使用原単位の低減目標値	最終目標年度
透明電極向けインジウム (In)	現状から50%以上低減	平成23年度末
希土類磁石向けジスプロシウム (Dy)	現状から30%以上低減	
	希土類磁石向けネオジム (Nd)	現状から100%低減(代替)
超硬工具向けタングステン (W)	現状から30%以上低減	平成23年度末
排ガス浄化向け白金族 (Pt)	現状から50%以上低減	平成25年度末
精密研磨向けセリウム (Ce)	現状から30%以上低減	
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	
排ガス浄化向けセリウム (Ce)	現状から30%以上低減	平成23年度末

さらに、上記開発技術を始めとする希少金属使用低減効果が期待できる技術の実用化を進める。



### (3) 研究開発内容

#### [委託事業]

上記目標を達成するために、以下の研究開発項目について、別紙の研究開発計画に基づき研究開発を実施する。

- ①透明電極向けインジウム使用量低減技術開発
- ②透明電極向けインジウム代替材料開発
- ③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発
- ④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発
- ⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発
- ⑥排ガス浄化向け白金族使用量低減技術開発及び代替材料開発
- ⑦精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発及び代替材料開発
- ⑧蛍光体向けテルビウム・ユウロピウム使用量低減技術開発及び代替材料開発
- ⑨Nd-Fe-B系磁石を代替する新規永久磁石及びイットリウム系複合材料の開発
- ⑩排ガス浄化向けセリウム使用量低減技術及び代替材料開発、透明電極向けインジウムを代替するグラフェンの開発

本研究開発項目は、実用化まで長期間を要するハイリスクな「基盤的技術」に対して、産学官の複数事業者が互いのノウハウ等を持ちより協調して実施する事業であり、委託事業として実施する。

#### [助成事業（助成率：2／3）]

##### 1) 概要

希少金属の使用量低減を加速するため、産業界で取り組まれている希少金属代替・削減技術の実用化開発で、事業終了後数年に実用化することが期待される優れた提案に対し、助成金を交付する。

##### 2) 対象事業者

日本に登記されていて、日本国内に本申請に係る主たる技術開発のための拠点を有し、助成事業終了後、実用化を主体的に実施する事業者。

##### 3) 研究開発テーマの実施期間

2年を限度とする。（必要に応じて延長する場合がある。）

##### 4) 研究開発テーマの助成率

2／3以内

## 2. 研究開発の実施方式

### (1) 研究開発の実施体制

#### [委託事業]

研究開発項目①～⑤は、経済産業省により、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）から公募によって研究開発実施者が決定され、共同研究契約等を締結する研究体が構築され、平成19年度より委託により実施されている。平成20年度より、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（以下、「NEDO」という。）が本事業を運営・管理するに当たっては、外部有識者から構成される技術評価委員会等を設置し、平成19年度の進捗状況を踏まえた事業内容・計画及び実施体制の妥当性についての審議に基づいた評価を行った上で委託して実施する。研究開発項目⑥～⑩はNEDOが単独ないし複数の原則、本邦の企業、大学等の研究機関（原則、国内に研究開発拠点を有していること。ただし、国外企業の特別な研究開発能力、研究施設等の活用あるいは国際標準獲得の観点からの国外企業との連携が必要な場合はこの限りではない。）から公募によって研究開発実施者を選定後、共同研究契約等を締結する研究体を構築し委託して実施する。

また、各研究体の有する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、各研究体には研究開発責任者（テーマリーダー）を置き、その下に研究者を可能な限り結集して効果的な研究開発を実施する。

#### [助成事業（助成率：2／3）]

本研究開発（希少金属代替・削減技術実用化開発）は、NEDOが、原則本邦の企業、大学等の研究機関（原則、本邦の企業等で日本国内に研究開発拠点を有していること。なお、国外の企業等（大学、研究機関を含む）の特別の研究開発能力、研究施設等の活用または国際標準獲得の観点から国外企業等との連携が必要な部分を、国外企業等との連携により実施することができる。）から、公募によって研究開発実施者を選定し助成（助成率2/3）により実施する。

## （2）研究開発の運営管理

### [委託事業]

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

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研究開発推進にあたり、お互いの研究開発成果・課題等について議論する。さらに、得られた研究開発成果については、合同シンポジウム等により積極的に公開する。

### [助成事業（助成率：2/3）]

NEDOは、経済産業省と密接な関係を維持しつつ、本制度の目的及び目標に照らして適切な運営管理を実施する。また、必要に応じて、NEDOに設置される技術検討委員会等における外部有識者の意見を運営管理に反映させる等を行う。具体的には以下の事項について運営管理を実施する。

#### ①研究開発テーマの公募・採択

- a) ホームページ等のメディアの最大限の活用等により公募を実施する。また、公募に際しては、機構のホームページ上に、公募開始の1ヶ月前（緊急的に必要なものであつて事前の周知が不可能なものを除く）には公募に係る事前の周知を行う。
- b) 機構外部からの幅広い分野の優れた専門家・有識者の参画による、客観的な審査基準に基づく公正な選定を行う。特に、本事業では比較的短期間で技術の実用化・市場化を行うことを目的とするものであることに留意し、達成すべき技術目標や実現すべき新製品の「出口イメージ」が明確で、希少金属使用量低減に寄与する案件を選定する。
- c) 公募締切から70日以内での採択決定を目標とし、事務の合理化・迅速化を図る。
- d) 選定結果の公開と不採択案件応募者に対する明確な理由の通知を行う。

#### ②研究開発テーマの評価

NEDOは、技術的及び政策的観点から、研究開発の意義、目標達成度、成果の技術的意義並びに将来の産業への波及効果等について、厳正な技術評価を適時適切に実施するとともに、その評価結果を踏まえ必要に応じて研究開発テーマの加速・縮小・中止等見直しを迅速に行う。

## 3. 研究開発の実施期間

### [委託事業]

研究開発項目①～⑤については、平成20年度から平成23年度までの4年間とする。平成19年度に経済産業省が実施した「希少金属代替材料開発プロジェクト」事業について、平成20年度よりNEDOの事業として実施するものである。

研究開発項目⑥～⑧については、平成21年度から平成25年度までの5年間とする。

研究開発項目⑨-1及び⑨-2については、平成21年度から平成22年度までの約1年間とする。

研究開発項目⑩については、平成22年度から平成23年度までの約1年間とする。

研究開発項目⑨-3については、平成23年度から27年度までの5年間とする。

### [助成事業]

希少金属代替・削減技術実用化開発については、平成24年度から平成27年度までの4年間とする。

#### 4. 評価に関する事項

##### [委託事業]

NEDOは、技術的及び政策的観点から、研究開発の意義、目標達成度、成果の技術的意義並びに将来の産業への波及効果等について、外部有識者による研究開発の評価として、研究開発項目①～⑤については、中間評価を平成21年度、事後評価を平成24年度に、研究開発項目⑥～⑧については、中間評価を平成23年度、事後評価を平成26年度に、研究開発項目⑨-1については、事後評価を平成24年度に、⑨-2については、事後評価を平成23年度に、研究開発項目⑩については、事後評価を平成24年度に、研究開発項目⑨-3については、中間評価を平成25年度、事後評価を平成28年度に実施する。また、中間評価結果を踏まえ必要に応じプロジェクトの加速・縮小・中止等見直しを迅速に行う。なお、評価の時期については、当該研究開発に係る技術動向、政策動向や当該研究開発の進捗状況等に応じて前倒しする等、適宜見直すものとする。

##### [助成事業（助成率：2/3）]

NEDOは、政策的観点から見た制度の意義、目標達成度、将来の産業への波及効果、効果的な制度運営等の観点から、制度評価を制度評価指針に基づき、原則、内部評価により毎年度、実施する（事後評価を含む）。ただし、制度立上げの初年度、翌年度に公募を実施しない年度においては制度評価を実施しないこととする。また、制度評価結果を踏まえ必要に応じて制度の拡充・縮小・中止等見直しを迅速に行う。  
なお、評価の時期については、本制度に係る技術動向、政策動向や本制度の進捗状況等に応じて、適宜見直すものとする。

#### 5. その他の重要事項

##### (1) 研究開発成果の取扱い

①成果の普及 研究開発成果については、NEDO、実施者ともサンプル提供等普及に努めるものとする。

##### ②知的基盤整備事業又は標準化等との連携

得られた研究開発の成果については、知的基盤整備又は標準化等との連携を図るため、必要に応じて、成形体構造評価技術の確立に伴う設計に必要なデータベースの構築、規制動向の把握及び標準案の検討や提案等を積極的に行う。

##### ③知的財産権の帰属

委託研究開発の成果に関わる知的財産権については、「独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構新エネルギー・産業技術業務方法書」第26条の規定等に基づき、原則として、すべて委託先に帰属させることとする。

なお、国内外の研究開発動向を踏まえ、国際的な市場普及を見据えた知財戦略及び知財マネジメントを適切に行うこととする。

##### (2) 基本計画の変更

NEDOは、研究開発内容の妥当性を確保するため、社会・経済的状況、国内外の研究開発動向、政策動向、プログラム基本計画の変更、第三者の視点からの評価結果、研究開発費の確保状況、当該研究開発の進捗状況等を総合的に勘案し、達成目標、実施期間、研究開発体制等、基本計画の見直しを弾力的に行うものとする。

##### (3) 根拠法

本プロジェクトは、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構法第15条第1項第2号及び第3号に基づき実施する。

##### (4) その他

本研究によって得られたあらゆる知的財産、また本研究の過程又は成果に基づき開発したプログラム、サンプル若しくは装置などの成果物について、本プロジェクト外（国内外）への供試・

開示については、事前に研究開発責任者とNEDOに連絡する。その際に、NEDOが申請書の提出を求めた場合は、これに応じ速やかに提出する。

#### 6. 基本計画の改訂履歴

- (1) 平成20年3月 制定。
- (2) 平成20年7月、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」の記載を改訂。
- (3) 平成21年3月、新鉱種追加により改訂。
- (4) 平成21年12月
  - ・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改訂。
  - ・「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。
- (5) 平成22年3月、研究開発項目⑦-2目標の細分化に伴い改訂。
- (6) 平成22年6月、採択条件等反映のため、研究開発項目⑨-1 および⑨-2の最終目標等を改訂。
- (7) 平成22年12月、「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。
- (8) 平成23年7月
  - ・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
- (9) 平成24年3月、希少金属代替・削減技術実用化開発を追加。

## 研究開発項目①「透明電極向けインジウム使用量低減技術開発」

### 1. 研究開発の必要性

現行のFPD用ITOターゲットは抵抗値、可視光領域での光透過性、良好なエッチング特性、アルカリ溶液での安定性の観点から  $\text{In}_2\text{O}_3$ -90wt%+ $\text{SnO}_2$ -10wt%の組成比が主に利用されている。したがって、ITO製造におけるIn原単位を40%以上低減するために、従来のITO組成の $\text{In}_2\text{O}_3$ 量を40%以上低減しても従来同等の導電性、エッチング性を維持する新規組成の開発を行う必要がある。 $\text{SnO}_2$ 成分が増加すると抵抗率の上昇(高抵抗化)、難エッチング等の課題が予想されるため、抵抗率の上昇を解決する手段として低電圧スパッタ技術の導入、第4元素の添加を実施する。また、難エッチングの課題には $\text{H}_2\text{O}$ 添加法の導入と第4元素の添加等を実施する。また、その後大型ターゲットの作製と工業化技術の開発を行うためには、第一原理計算による組成の適正化とそれらを基にした小型装置による省In組成のITO膜の実験的立証が必要である。

また、In量の使用原単位を10%以上改善するため、インジウムの使用効率をほぼ100%に高めることができ、さらに真空装置を使わず、エッチング工程が不要でエネルギー削減が可能なITOナノインクを使用した直接基板に描画する方法を開発する。

### 2. 研究開発の具体的内容

#### (1)「スパッタリング法における透明電極向けインジウム使用量低減化技術開発」

第4元素を添加することにより、ITO中のIn量を削減する新規組成ITOの開発を行い、かつ別途薄膜化技術を開発し、従来のITO組成で現状の薄膜のトータル厚さを削減する。これらの研究開発によりITO中のIn使用原単位の40%以上の削減を目標とする。

#### 1) 新規ターゲット組成並びにその大型ターゲット焼成技術の開発

##### (a)新規ターゲット組成開発

第一原理計算プログラムにより、超大規模シミュレーションをおこない、安定構造、状態密度、電荷密度分布等の解析を行う。得られた結果を用い、新組成ITO薄膜をコンビナトリアル実験手法により作製し、低抵抗、エッチング性、光透過度、高屈折率を向上した新規ターゲットを開発する。

計算機を用いた第一原理計算による手法とコンビナトリアル手法を用いた実験的検証の組み合わせにより、効率的に新規組成の省In組成のITO薄膜の開発を行う。基本的に第4元素は、できるだけ資源的に問題がないものを実施することとする。

##### (b)新規ターゲット組成のスパッタプロセスでの支援技術開発

当初、新組成が確定するまでは、 $\text{SnO}_2$ 含有量を増やしたITOターゲット( $\text{SnO}_2$ 含有量がMax. 50wt%)を作製し、基板上への成膜と薄膜評価を進める。第4元素を添加した新規組成を受け、本プロセスで薄膜測定を行い、プロセスの効果を明らかにする。

##### (c)新規ターゲットの開発(新規組成ターゲットの工業化技術開発)

ターゲットの大型化の問題点として、割れ、反り、低密度化がある。これらを解決するために、新規組成ターゲットの工業化技術開発を行う。

#### 2) 透明電極膜の薄膜化スパッタ技術開発

1)の第4添加元素含有新組成の検討をするのと並行して、薄膜化(現状のITO膜構成よりも薄い膜厚)スパッタ技術によるInの省資源化を目指す。

#### (2)「非スパッタリング法による透明電極向けインジウム使用量低減技術開発」

ITOナノインク塗布法の導入により、装置内壁付着とエッチングでロスしている分をなくし、従来ターゲットとして大量に循環していたInの削減を目指す。これらにより、製造工程で使用しているIn使用原単位の10%を削減する。

#### 1) インクジェット法塗布用ナノインク開発

現在広く実施されている液相法により得られるITO粒子は一次粒子径10~50nmの凝集粒子で、

その粉末抵抗値は $\sim 0.1\Omega\text{cm}$ である。インクジェット法にて薄膜（膜厚 $< 200\text{nm}$ ）、低表面粗さ（ $R_a < 10\text{nm}$ ）の要求を達成するためにインク化工程で強力な分散処理を行うが、完全に分散することはできず、歩留まりも悪く、さらにITO粒子表面の酸化等により抵抗値が急激に上昇してしまうと言った問題がある。これを解決するために、ゾルゲル法を主流とした、現行法を改良又は全く新規に開発する新規単分散ITOナノ粒子合成法の開発を行い、インクジェット法に適した工業化技術開発を実施する。

## 2) 静電塗布用ナノインク開発

粒子合成では、大量生産の指標である、合成系の金属イオン濃度が $0.1\text{mol/L}$ 以上となる濃厚系での液相反応について、特に形態制御と単分散を実現するために、単分散粒子合成の一般的手法である、ゲルゾル法をさらに発展させて、ITO単分散ナノ粒子合成技術の完成を目指す。また、形態制御された比較的大型のナノ粒子（数十nm）とその大型ナノ粒子を結合させるための数nmの粒子を合成し、最密充填を実現するための分布とその分布を実現するための静電塗布法を開発する。

## 3) シミュレーション

ナノ粒子の形状及びその集合分布を様々に変化させる事が可能なプログラムを開発する。それを用いて、さまざまなナノ粒子形状についてのシミュレーションを行い、表面充填率とナノ粒子量との関係から、塗布剤の最適な充填率を決定する。得られた結果を実験にフィードバックする。

## 3. 達成目標

中間目標：平成21年度

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

薄膜化スパッタ技術開発では、ITO膜厚を $100\text{nm}$ 以下で透過率 $85\%$ 以上（測定波長 $550\text{nm}$ ）を達成する。

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

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

以上の結果からInの使用原単位を $6\%$ 以上削減できることを実験的に立証する。

最終目標：平成23年度

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

薄膜化スパッタ技術開発では、スパッタリング法における大型FPD用のITO膜の厚さを両面合せて現状値 $220\text{nm}$ から $100\text{nm}$ 以下とし、シート抵抗 $16\Omega/\text{sq}$ （ $160\mu\Omega\text{cm}$ ）以下、透過率 $85\%$ 以上（測定波長 $550\text{nm}$ ）とする製造技術を開発することを目標値とする。

以上の技術を確認しInの使用原単位を $40\%$ 以上削減できる工業化・製造技術を確認する。

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

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

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

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

## 研究開発項目②「透明電極向けインジウム代替材料開発」

### 1. 研究開発の必要性

現状では、フラットパネルディスプレイ用透明電極は、ほぼ全面的にマグネトロンスパッタ製膜にて蒸着されたITO透明導電膜が採用されている。酸化亜鉛系材料は、その優れた光学的・電気的特性によって、従来からITO代替材料として最も有力な候補の一つであるが、製膜の均一性、光学的・電気的特性、耐熱性、耐薬品性等の特性値について所定の目標値を満足する必要がある。

したがって、酸化亜鉛系材料を対象にITO代替材料として利用可能な材料開発を実施する。

### 2. 研究開発の具体的内容

#### (1) 酸化亜鉛系混晶材料による高性能透明電極用材料の開発

酸化亜鉛の構成元素を他の様々な元素で置換した新しい混晶半導体を開発し、酸化亜鉛系材料の電気的特性及び化学的安定性を、液晶ディスプレイ用透明電極材料として実用に耐え得る水準にまで向上させる。

#### (2) 酸化抑制型マグネトロンスパッタ製膜技術(材料技術を含む)の開発

##### 1) 酸化抑制型マグネトロンスパッタ製膜技術の開発

- ・酸化抑制製膜条件の最適化
- ・製膜初期制御技術の開発

##### 2) 低酸素含有 ZnO 系焼結体ターゲットの開発

- ・最適 ZnO 系焼結体ターゲットの開発

#### (3) 酸化亜鉛系液晶ディスプレイの開発

- 1) 「大型基板対応製膜技術の開発」として、大型基板（第8世代-2, 160mm × 2,460mm）に対応した製膜技術及び製膜装置の実現の見通しを得る。
- 2) 「透明導電膜部材（ZnO 薄膜）の開発」として、耐熱・耐湿性、耐薬品性などの実使用条件を満足する条件にて抵抗率変化10%以下を達成する。
- 3) 「大型液晶パネルの応用開発」として、大型液晶ディスプレイを試作し、ITO透明導電膜と同等以上の表示信頼性を確保しつつ、紫色領域・青色領域・緑色領域において、透過率最大2%増大を達成する。

### 3. 達成目標

中間目標：平成21年度

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

最終目標：平成23年度

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

- ・抵抗率： $4.5 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$  以下
- ・透過率：可視光平均透過率85%以上
- ・耐熱性：抵抗変化率 $\leq 10\%$  (230°C、大気中30分)
- ・耐湿性：抵抗変化率 $\leq 10\%$  (60°C、95%、500時間)
- ・耐薬品性：可視光透過率の変化率 $\leq 2\%$  (NaOH(5%)又はH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(5%)室温10分浸漬)

## 研究開発項目③「希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発」

### 1. 研究開発の必要性

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

### 2. 研究開発の具体的内容

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

焼結磁石における結晶粒を数マイクロンサイズになるよう微細化することで、ジスプロシウム添加量を低減しても高保磁力が得られる焼結磁石の作製プロセスを確立する。

##### 1) 次世代焼結磁石用原料合金の研究開発

結晶粒径と元素分布を制御することにより、高い保磁力が引き出せる原料合金を開発する。

##### 2) 超微細結晶粒焼結磁石作製プロセスの開発

結晶粒径制御により高保磁力焼結磁石の作製プロセスを開発する。

##### 3) 高保磁力磁石の焼結組織最適化に関する研究

Nd-rich相等の組織形態制御により焼結組織の最適化を図る。

#### (2) 「界面ナノ構造制御による保磁力向上技術の開発」

強磁場プロセス、薄膜プロセス、組織制御等を検討してNd-Fe-B系焼結磁石の界面ナノ構造を制御し、主相界面の格子整合性を向上させてジスプロシウム添加量の低減と高保磁力の実現の指針を得る。さらに、これらの指針をもとにジスプロシウムを磁石試料中で保磁力増加に効果的な部位に必要な量を添加するジスプロシウム有効活用技術を開発し、ジスプロシウム添加量の削減を図る。

##### 1) 強磁場を用いた界面構造制御による保磁力向上の研究

強磁場熱処理による粒界相の結晶配向を用いて、この界面構造をより均一にして高保磁力化を目指す。

##### 2) 薄膜プロセスで制御した理想界面による保磁力向上の研究

理想的な磁石薄膜と粒界相物質を成膜し、磁化反転のモデル実験を行うことにより、保磁力のメカニズムを解明する。

##### 3) 焼結磁石の組織制御による界面ナノ構造最適化の研究

ジスプロシウムの拡散制御技術の検討により結晶粒表面にジスプロシウムを優先偏析させる技術を開発する。

#### (3) 「界面構造解析と保磁力発現機構解明による指導原理の獲得」

Nd-Fe-B系焼結磁石の界面ナノ構造や磁化過程の詳細な解析をすることによって、現状の保磁力が異方性磁場（90kOe）の10%程度の値に留まっていること、従来の研究から結晶粒を小さくしても保磁力がある結晶粒径で急激に低減すること、等の理由を解明し、さらには計算科学を駆使することによって保磁力向上の指導原理を獲得する。得られた情報は上記項目(1)、(2)の製造プロセスへ還元する。

##### 1) ナノ組織解析・原子レベル元素分析による界面構造評価

焼結磁石の粒界ナノ構造を原子レベルで解析し、粒界構造と保磁力の因果関係を解明する。

##### 2) 中性子小角散乱法による平均界面構造評価と保磁力

中性子小角散乱測定により、保磁力の起源となる磁石内部の平均界面構造を明らかにする。

##### 3) 微小結晶粒子集団における磁化反転機構と制御法の研究開発

磁化反転機構解析により保磁力の決定要因を解明する。

##### 4) 希土類磁石の保磁力機構に関する理論研究

第一原理計算に基づく微視的立場から焼結磁石の保磁力の発現機構を明らかにする。

#### (4) 「自動車用磁石への応用」

自動車用磁石、特にハイブリッド自動車の駆動モータは、現在ジスプロシウム添加Nd-Fe-B系磁石



の大きな応用先である。本研究の遂行によって高保磁力高性能な Nd-Fe-B 系磁石を開発できれば、ジスプロシウム使用量の削減が最も効果的に実施できると考えられることから、例えば開発磁石の耐久性評価、モータ適用時の磁石の最適形状設計等といった当該分野への応用について検討を行う。得られた情報は、各製造プロセスへ還元するとともに更なる高性能化への指針とする。

### 3. 達成目標

中間目標：平成 21 年度

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

最終目標：平成 23 年度

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

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

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

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

(4) モータ出力密度 3 倍のための開発要素の明確化。

## 研究開発項目④「超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発」

### 1. 研究開発の必要性

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

### 2. 研究開発の具体的内容

#### (1)「ハイブリッド切削工具の開発」

焼き入れ鋼用切削工具向けに、炭窒化チタン系硬質材料基材に切削チップの先端部として cBN（立方晶窒化ホウ素）を接合し、ロウ付け cBN 切削工具と同等の切削性能を達成すると同時に、接合部には 1000℃の耐熱性をもたせる。

##### 1) 異種材料のソリッド接合技術及びインサート材料の開発

切削工具の切刃部に要求される特性を有する硬質材料と基材となる材料を接合する技術を開発する。

##### 2) ハイブリッド切削工具の実用化技術の開発

工業化に対応するため、実用工具における被接合材及び基材の形状設計、被接合材と基材の高精度位置決め技術等を開発する。

#### (2)「複合構造硬質切削工具の開発」

一般鋼及び鋳鉄用切削工具向けに、複数の硬質材料粉末を用いて粉末複合化成形した3次元ブレーカ付きM級切削チップを開発し、超硬合金工具と同等の切削性能を達成する。

##### 1) 多相組織硬質材料の開発

多成分からなる多相組織硬質材料の焼結技術等を開発し、その特性を明らかにして超硬合金工具の機能代替を達成する。

##### 2) 複合構造硬質切削工具の実用化技術の開発

多相組織硬質材料に3次元ブレーカが形成可能な複合構造硬質切削工具の実用化技術を開発する。

### 3. 達成目標

中間目標：平成21年度

#### (1)「ハイブリッド切削工具の開発」

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

#### (2)「複合構造硬質切削工具の開発」

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

最終目標：平成23年度

下記の各項目について目標を達成し、超硬工具（切削工具）のタングステン使用原単位を30%以上低減する。

#### (1)「ハイブリッド切削工具の開発」

1) 焼き入れ鋼用 cBN 切削工具におけるタングステン使用原単位を40%削減する。

2) 焼き入れ鋼に対する高負荷連続切削試験でロウ付けチップと同等の切削性能を達成する。

#### (2)「複合構造硬質切削工具の開発」

1) 一般鋼又は鋳鉄用被覆超硬工具におけるタングステン使用原単位を30%削減する。

2) 3次元ブレーカつきM級精度の複合構造硬質工具による一般鋼の断続切削試験で、コーティングを有する超硬合金と同等の切削性能を達成する。

## 研究開発項目⑤「超硬工具向けタングステン代替材料開発」

### 1. 研究開発の必要性

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

### 2. 研究開発の具体的内容

#### （1）「サーメット及びコーティングの基盤研究」

サーメットの解析技術及び設計技術の開発、及び新規サーメット材料を開発するとともに、新規コーティング技術を開発する。具体的には以下の3項目を実施する。

##### 1) 「サーメットの解析及び設計技術の開発」

組織、特性及び焼結性等に関する基盤技術を確立する。

##### 2) 「新規サーメット材料の開発」

サーメットの組織や焼結収縮をより均一化し材料特性を改良するために、原料粉末として従来の単純な混合粉末ではなく、あらかじめ固溶体化した粉末を用いてサーメットを製造し、組織や特性を評価する。

##### 3) 「コーティング技術の開発」

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

#### （2）「切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発」

上記（1）の成果を活用して、切削工具としてスローアウェイ切削工具や軸物切削工具（穴あけドリル）用のサーメットを対象とし、強度、靱性、熱衝撃性等の材料特性の最適化、成形・焼結プロセス技術の確立、コーティング向け積層化・傾斜組成化技術の確立、切削工具向けコーティング技術の確立等を行う。開発したサーメット及びコーティングにより切削工具を作製し、これにより、鋼やアルミニウム合金等の総合的切削性能を達成する。

#### （3）「耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発」

上記（1）の成果を活用して、耐摩耗工具として線引きダイス・プラグ等用の高硬度型サーメット及び製缶工具・圧粉金型等の高靱性型サーメットを対象とし、強度、靱性、熱衝撃性等の材料特性の最適化、サーメット大型部材の成形・焼結技術の確立、被研削性・放電加工性等の改良、耐摩耗工具向けコーティング技術の開発等を行う。開発したサーメット及びコーティングによりダイス・プラグ用及び金型用耐摩耗工具を作製し、これにより、ダイス・プラグ及び金型としての総合的耐摩耗工具性能を達成する。

### 3. 達成目標

中間目標：平成21年度

下記の各項目について技術を確立する。

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

最終目標：平成23年度

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

#### （1）「サーメット及びコーティングの基盤研究」

##### 1) 「サーメットの解析及び設計技術の開発」

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

## 2) 「新規サーメット材料の開発」

下記の特性値を満足する新規サーメット材料を開発する。

- ・抗折力：3GPa
- ・破壊靱性値：15MPa・m<sup>1/2</sup>
- ・耐熱衝撃抵抗：75W・m<sup>-1/2</sup>

## 3) 「コーティング技術の開発」

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

### （2）「切削工具用サーメット及びコーティング技術の開発」

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

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

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

### （3）「耐摩耗工具用サーメット及びコーティング技術の開発」

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

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

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

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

1. 研究開発の必要性

白金族は、自動車排ガス触媒を中心とする各種触媒、電気電子機器等に用いられており、排ガス触媒向けを中心に世界的に需要が増加している。白金の新地金生産は年間約 210 t であり、その 90%以上を南アフリカとロシアが担っている。白金の国内需要はおよそ 36 t、うち 27 t が自動車触媒向けであるが、供給の 80%を南アフリカに依存している。一方、南アフリカにおいては、近年設備や安全上の問題による鉱山閉鎖、電力不足による操業停止等、供給懸念が顕在化している。

今後、世界的な自動車需要の増加、及び特に日本・欧州を中心としたディーゼル排ガス規制の強化により、排ガス触媒向け白金族の需要が拡大すると見込まれる白金生産の 90%を南アフリカとロシアが担っていることから、将来の排ガス触媒等の需要拡大に対する供給不足が発生し、わが国の産業において成長阻害の懸念がある。

本研究開発は、自動車排ガス触媒等の白金族使用原単位を 50%以上低減するため、以下の基盤技術及び製造技術を開発する。

2. 研究開発の概要

本プロジェクトは、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NO<sub>x</sub>トラップ触媒 (LNT : Lean NO<sub>x</sub> Trap Catalyst)、ディーゼルパー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等の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有する凝集 (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 (パーティキュレート・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) の機能統合化 (「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℃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。

### 3. 達成目標

ディーゼルエンジンの排ガス浄化向け触媒の白金族使用原単位を50%以上低減する基盤技術及び製造技術を開発することを目標とする。

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NO<sub>x</sub>分解触媒を絞り込む
  - ・ハニカム、繊維等の構造やアルミナ等材料組成を検討し、プラズマに効果的な支持体構造と組成を選定する
- (5) 排気触媒統合化に関する研究開発
  - ・白金族、白金族代替を用いた統合化した触媒システム全体での課題を明らかにする
  - ・解決方策の具体案の検証を行い、耐久試験前で白金族使用量を85%低減可能な統合化システムを決定する
- (6) 遷移元素化合物の実触媒化、量産化に関する研究開発
  - ・耐久試験前において、DOCの白金族使用量60%低減を可能とする触媒仕様を決定する
  - ・耐久試験前において、LNTの白金族使用量75%低減を可能とする触媒仕様を決定する
  - ・耐久試験前において、DPFの白金族使用量65%低減を可能とする触媒仕様を決定する

最終目標：平成25年度

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

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

1. 研究開発の必要性

白金族は、自動車排ガス触媒を中心とする各種触媒、電気電子機器等に用いられており、排ガス触媒向けを中心に世界的に需要が増加している。白金の新地金生産は年間約 210 t であり、その 90%以上を南アフリカとロシアが担っている。白金の国内需要はおよそ 36 t、うち 27 t が自動車触媒向けであるが、供給の 80%を南アフリカに依存している。一方、南アフリカにおいては、近年設備や安全上の問題による鉱山閉鎖、電力不足による操業停止等、供給懸念が顕在化している。

今後、世界的な自動車需要の増加、及び特に日本・欧州を中心としたディーゼル排ガス規制の強化により、排ガス触媒向け白金族の需要が拡大すると見込まれる白金生産の 90%を南アフリカとロシアが担っていることから、将来の排ガス触媒等の需要拡大に対する供給不足が発生し、わが国の産業において成長阻害の懸念がある。

本研究開発は、自動車排ガス触媒等の白金族使用原単位を 50%以上低減するため、以下の基盤技術及び製造技術を開発する。

2. 研究開発の概要

本プロジェクトは、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、白金族金属間及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、複数の触媒活性種及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リ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)及び(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。

### 3. 達成目標

ディーゼルエンジンの排ガス浄化向け触媒の白金族使用原単位を50%以上低減する基盤技術及び製造技術を開発することを目標とする。

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ともに、実排ガス試験用の担体用粉末を提供する。

・触媒機能高度化技術：解明された触媒活性の制御因子に基づいた白金族使用量低減につながる触媒設計指針を提案する。

・複合ナノ粒子調製技術：解明された触媒成分金属の複合化に関する知見に基づき、白金族使用量低減につながる触媒設計指針を提案する。

・実用候補触媒の抽出：以上の技術に基づき、模擬排ガスを用いた条件で白金族使用量を従来より40%低減した酸化触媒を開発する。

#### (2) 白金族代替DPF用触媒の開発

・非白金族系DPF用触媒のスス燃焼温度400℃以下を達成し、白金族使用量を40%低減したDPF触媒を開発する。

#### (3) 触媒の部材化技術とシステム構築

・従来と比較して白金族使用量を10%低減できる機能分離コート技術を開発するとともに、各研究項目を総合した実用的なディーゼル排ガス触媒システムを提案する。

最終目標：平成25年度

#### (1) 実用触媒製造技術の確立

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する。

・750℃、50時間の耐久に耐えるディーゼル酸化触媒を開発する。

・800℃、50時間の耐久に耐えるDPF用触媒を開発する。

・プロトタイプ触媒の試作に向けて有望な実用候補触媒を大量に調製するための技術を確立する。

・開発した触媒について、実機サイズのハニカムとDPFを用いた触媒システムでトラックエンジンを用いたベンチ評価を行い、課題を確認する。この課題を解決し、実用性をもった触媒システムを開発する。



研究開発項目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. 研究開発の必要性

セリウムは、フラットパネルディスプレイのパネルガラス、パソコン用ハードディスクドライブ内のガラスディスクの研磨材として用いられている。世界最大のレアアース供給国である中国からの輸出統計によれば、わが国は世界最大のセリウム消費国である(内需データが不明な中国を除く)。わが国におけるセリウム需要の過半(5割以上)は、研磨材向けの需要によって占められており、その消費量は平成19年現在9,000t(酸化物換算)ほどと推計されている。

今後、テレビのフラット化進行などにより、全世界でフラットパネルディスプレイの主要用途である薄型テレビの生産拡大が見込まれること、また新興国等におけるIT化進行等によりハードディスクドライブの主要用途であるパソコンの生産拡大が見込まれること等から研磨材料向けセリウムの需要も拡大するものと思われる。

希土類元素(レアアース)であるセリウムは、全世界における供給の9割強を中国が担っていることから、将来の研磨材料等の需要拡大に対する供給不足が発生し、わが国の産業において成長阻害の懸念がある。

本研究開発は、研磨材料等のセリウム使用原単位を30%以上低減するため、以下の基盤技術及び製造技術を開発する。

2. 研究開発の概要

本プロジェクトは、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。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

フェムト秒レーザー等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・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。

(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

(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。

3. 達成目標

精密研磨向けセリウムの使用原単位を30%以上低減する基盤技術及び製造技術を開発することを目標とする。

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

最終目標：平成25年度

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

研究開発項目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 B O D Y 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. 研究開発の必要性

セリウムは、フラットパネルディスプレイのパネルガラス、パソコン用ハードディスクドライブ内のガラスディスクの研磨材として用いられている。世界最大のレアアース供給国である中国からの輸出統計によれば、わが国は世界最大のセリウム消費国である(内需データが不明な中国を除く)。わが国におけるセリウム需要の過半(5割以上)は、研磨材向けの需要によって占められており、その消費量は平成19年現在9,000t(酸化物換算)ほどと推計されている。

今後、テレビのフラット化進行などにより、全世界でフラットパネルディスプレイの主要用途である薄型テレビの生産拡大が見込まれること、また新興国等におけるIT化進行などによりハードディスクドライブの主要用途であるパソコンの生産拡大が見込まれることなどから研磨材料向けセリウムの需要も拡大するものと思われる。

希土類元素(レアアース)であるセリウムは、全世界における供給の9割強を中国が担っていることから、将来の研磨材料等の需要拡大に対する供給不足が発生し、わが国の産業において成長阻害の懸念がある。

本研究開発は、研磨材料等のセリウム使用原単位を30%以上低減するため、以下の基盤技術及び製造技術を開発する。

2. 研究開発の概要

本プロジェクト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4 B O D Y 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4 B O D Y 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、それぞれに関した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(4 B O D Y)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

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。

### 3. 達成目標

精密研磨向けセリウムの使用原単位を30%以上低減する基盤技術及び製造技術を開発することを目標とする。

中間目標：平成23年度

#### (1) 複合砥粒の研究開発

##### 1) 無機複合砥粒の開発

- ・酸化セリウムの成分割合を30%以上減じ、代表的なガラス素材であるソーダガラスに対して従来の酸化セリウム砥粒と同等の研磨特性(研磨能率と仕上げ面粗さの比が同一)を実現する無機複合砥粒を見出す。

##### 2) 有機無機複合砥粒の開発

- ・代表的なガラス素材であるソーダガラスに対して従来の酸化セリウム砥粒の研磨特性(研磨能率と仕上げ面粗さの比)の1.4倍以上の研磨特性を実現する有機無機複合砥粒を見出し、サンプルが提供できる状態にする。

#### (2) メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発

##### 1) 有機メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発

- ・代表的なガラス素材であるソーダガラスに対して従来の酸化セリウム砥粒の研磨特性(研磨能率と仕上げ面粗さの比)の1.2倍の研磨特性を実現する有機メディア粒子を見出し、サンプルが提供できる状態にする。

##### 2) 無機メディア粒子を用いた研磨技術の研究開発

- ・代表的なガラス素材であるソーダガラスに対して従来の酸化セリウム砥粒の研磨特性(研磨能率と仕上げ面粗さの比)の1.4倍の研磨特性を実現する無機メディア粒子を見出し、サンプルが提供できる状態にする。

#### (3) 研磨特性を向上させる研磨パッドの研究開発

##### 1) 多孔質熱硬化性樹脂研磨パッドの研究開発

- ・代表的なガラス素材であるソーダガラスに対して従来の多孔質ウレタン研磨パッドあるいはセリアパッドと比較して、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。

最終目標：平成25年度

#### (1) セリウム使用量低減に寄与する複合砥粒の開発

- ・酸化セリウム使用量低減率30%の無機複合砥粒を開発する
- ・酸化セリウム使用量低減率30%の有機無機複合砥粒を開発する

#### (2) セリウム使用量低減に寄与する複合粒子研磨法のメディア粒子の開発

- ・研磨能率40%以上向上できる有機メディア粒子を開発する
- ・研磨能率40%以上向上できる無機メディア粒子を開発する

#### (3) セリウム使用量低減に寄与する研磨パッドの開発

- ・研磨能率40%以上向上できる研磨パッドを開発する

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

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

1. 研究開発の必要性

テルビウムは、照明用三波長ランプ（蛍光灯）や液晶テレビのバックライトの蛍光体（緑色蛍光体の付活体）として用いられている。ユウロピウムも同様に照明用三波長ランプや液晶テレビのバックライト用蛍光体（赤色蛍光体の付活体）として用いられている。世界最大のレアアース供給国である中国からの輸出統計によれば、わが国は世界最大のテルビウム、ユウロピウム消費国である（内需データが不明な中国を除く）。わが国におけるテルビウム需要の過半（7～8割）は蛍光粉向けの需要によって占められており、その消費量は平成19年現在100t（酸化物換算）ほどと推計されている。また、ユウロピウム需要のほぼ全量は蛍光粉向けの需要によって占められており、その消費量は平成19年現在70t（酸化物換算）ほどと推計されている。

今後、地球温暖化対策及び省エネルギー対策の進展を受けた白熱電灯から蛍光灯への切替拡大により、全世界で照明用三波長ランプの生産拡大が見込まれること、またテレビのフラット化進行などにより、全世界で液晶テレビのバックライトの生産拡大が見込まれることなどから蛍光粉向けテルビウム・ユウロピウムの需要も拡大するものと思われる。

希土類元素（レアアース）であるテルビウム・ユウロピウムは、全世界における供給の9割強を中国が担っていることから、将来の蛍光粉等の需要拡大に対する供給不足が発生し、わが国の産業において成長阻害の懸念がある。

本研究開発は、蛍光灯等のテルビウム・ユウロピウム使用原単位を80%以上低減するため、以下の基盤技術及び製造技術を開発する。

2. 研究開発の概要

本プロジェクトは、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認する。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も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。

3. 達成目標

蛍光体向け Tb、Eu の使用原単位を現状から80%以上低減する基盤技術及び製造技術を開発することを目標とする。

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) ~ (3) で開発された技術をあわせて従来のものより製造時の Tb、Eu の使用量を 80% 以上低減することが可能なランプを提示する。

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

1. 研究開発の必要性

我が国の低炭素社会実現に必要な電気自動車等の製品においては焼結永久磁石がキーデバイスであり、高保持力を得るためにレアメタルを使用している。これらレアメタルは一部の外国に供給を依存しているため研究開発項目③でジスプロシウムの使用量低減技術を開発しているところである。しかし昨今の世界的な環境意識の高まりから今後、これら製品の需要増加が見込まれるため、中長期的な視点から抜本的な対策が求められる。

このため、我が国の強みであるナノテク技術や新素材・部材の開発力を生かし、レアメタルに依存しない低炭素社会の実現を可能とする新規永久磁石の研究開発を促進する必要がある。

2. 研究開発の概要

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

(1) 「窒化鉄系材料の合成とその基礎特性把握」

これまで蓄積してきた窒化鉄薄膜に関する豊富な知見をもとに、これまで獲得してきたナノ粒子化技術を援用し、所望相である  $Fe_{16}N_2$  相が実現可能な直接合成あるいは間接合成技術の獲得を目指す。

(2) 「R-Fe-N 系磁石の高性能化に向けた要素技術開発」

R-Fe-N 系化合物の優れた磁気特性に着目し、これらを高充填でバルク化して高性能磁石とするための要素技術を開発するため、磁性粉末やバインダ材料などの材料とパルス通電焼結法、低温せん断圧縮法、超高压法などのバルク化技術を検討する。また、非平衡相を作製できる薄膜法や超高压を用いて新たな R-Fe 系化合物を探索する。

(3) 「新規磁石材料の高特性化に向けた指導原理獲得」

アトムプローブなどの微細構造解析技術および電子顕微鏡観察によるナノ粒子の微構造観察技術を上記 (1) 項および (2) 項で作製した新規磁石材料に適用し、粒子の粒径・形態や焼結状態、結晶配向性、組成分布等の構造情報を得て、新規磁石材料の高特性化に向け、それら構造的知見を合成・プロセス条件にフィードバックする。

(4) 「モータの評価・解析」

新規磁石および希土類磁石を用いたモータの特性比較および新規磁石に適したモータ構造に関する検討で得られた知見を実証するため、実際に磁石モータを試作し、試験を行う。まずは先行して希土類磁石を用いたモータの試作・試験を行うことで、シミュレーションから実証試験までを一貫して行える態勢を作る。

3. 達成目標

最終目標：平成 22 年度

(1) 窒化鉄系材料の開発

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

(2) R-Fe-N 系材料の開発

- ・モータ用磁石としての実用を考え、保磁力 20 kOe 程度を目標とする。



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

1. 研究開発の必要性

超軽量かつ高性能な次世代モータ、発電機やMRI等の次世代医療診断機器等の実現のためには、高い磁場を発生させることのできるコイル（電磁石）が必要となる。

イットリウムは光学ガラス、赤色蛍光体、自動車の排ガス処理用触媒等に利用されている希少金属である。イットリウムを用いた複合材料は、ジスプロシウムを含有するモータ部材に将来的に代わる可能性があると期待されている。イットリウム系複合材料は、次世代モータ、発電機、医療診断機器等の実現には不可欠な材料であり、この開発を行う必要がある。

2. 研究開発の概要

本プロジェクトは、ジスプロシウムを含有するモータ部材に将来的に代わる可能性のある次世代モータ部材を実現するイットリウム系複合材料の開発を行う。イットリウム系複合材料は高温超電導材料であり、線材形状をしていることから界磁巻線同期回転機への適用が可能である。超電導材料は電気抵抗が零であることから損失なく電流を流すことができる。特に、イットリウム系超電導体（ $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ ）は約 90 K 以上の臨界温度（ $T_c$ ）を有し、特に磁場中で高い臨界電流（ $I_c$ ）特性を示すことから、電動機等の回転機の磁場中での応用に適した材料である。しかしながら、コンパクトなモータを実現するためには効果的な磁場環境を作り出すことが必要であり、この条件を満たすためには、強力な電磁力に耐え得る機械的な強度と共に接続損失低減のために単長の長い線材が必要となる。そこで、本研究開発では、まず、必要な特性を有した超長尺イットリウム系複合材料を作製するプロセスを開発する。並行して、更に希少金属の利用率の低減が期待できるプロセス開発を行うと共に、イットリウム系複合材料を用いたモータに対する構造最適化のための課題を抽出することを目的とした概念設計、巻線技術及び冷却技術等の要素技術開発を実施する。

(1) 超長尺イットリウム系複合材料における希少金属使用量低減技術開発

本項目では、これまで国内で 500 m 長複合材料を実現できている作製プロセスを選択し、イットリウム系複合材料を用いた電磁石を実現するために必要な  $I_c$  を超える高い特性を有した超長尺複合材料を実現するプロセス開発を行う。

(2) イットリウム系複合材料の製造工程における希少金属利用率等の効率向上技術開発

本項目では、研究項目（1）で選択したプロセスに比べて現状では長尺作製実績は十分ではないものの原理的に高い原料収率が見込まれる作製手法において複合材料プロセスの開発を行うことで、イットリウム利用率向上技術の開発を行う。

(3) イットリウム系複合材料を用いた回転機要素技術開発

本項目では超長尺イットリウム系複合材料を用いたモータに対する構造最適化のための課題抽出を目的として、磁場、応力等のシミュレータの開発とこれを用いた構造評価を行なうと共にモータ開発の基軸になる傘型等異形界磁巻線、サーモサイフォン式冷却方式の要素技術の開発を並行して行う。

3. 達成目標

最終目標：平成 22 年度

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

(具体的目標値)

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

(2) 超電導層の連続形成プロセスにおいて、原料収率 40% 以上を見通す。

(具体的目標値)

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

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

(具体的目標値)

- 磁場－応力－伝熱を連成した回転機評価用シミュレータを開発する。
- 上記シミュレータを用いた総合評価により傘型コイル利用回転機で従来の永久磁石回転機に比べ希少希土類元素使用量が 1/10 となる成立性を示す。
- Ne を用いたサーモサイフォン式冷却装置において高速回転時の回転数と冷却能力の関係を明らかにし、回転機の冷却設計を可能にする。

## 研究開発項目⑨-3 Nd-Fe-B系磁石を代替する新規永久磁石の実用化に向けた技術開発

### 1. 研究開発の必要性

ハイブリット自動車や電気自動車、情報家電、産業機器等のモータの高能率化においては永久磁石がキーデバイスであり、日本で開発され最強の磁石と言われるネオジム磁石(Nd-Fe-B系磁石)は高保磁力を得るためにジスプロシウム(Dy)を使用しているが、ネオジム(Nd)やDyは一部の外国に供給を依存しており、研究開発項目③でDyの使用量低減技術を開発しているところである。しかし昨今の世界的な環境意識の高まりから今後、これら製品の需要増加が見込まれるため、中長期的な視点から抜本的な対策が求められる。

このため、我が国の強みであるナノテク技術や新素材・部材の開発力を生かし、Nd、Dyに依存しない新規永久磁石の研究開発を促進する必要がある。

これまでにネオジム磁石そのものの代替として研究開発項目⑨-1で窒化鉄系やR-Fe-N系(Rは希土類元素)の磁性材料の研究開発を行ったが、実用化までには至っていない。

従って、ネオジム磁石を代替する新規永久磁石の実用化に向けた技術開発を行う必要がある。

### 2. 研究開発の概要

資源枯渇に脅かされない元素を主原料とし、現行のNd-Fe-B系磁石と同等の性能を有する新規磁石の開発を行う。開発にあたっては、モータ用途への応用展開をにらみつつ、ナノレベルの微細構造・形成解析と磁気特性評価を通し、新たな磁性材料の成型技術の構築を図る。

#### (1) さらなる磁性材料の探索

Nd-Fe-B系焼結磁石に代わる磁性材料の新たな探索と実用化技術開発に係る磁石化技術の確立を目指し、①新規磁石材料の探索、②複合磁石の組織制御および成型技術の研究開発を実施する。

独自の経験則に基づく磁石材料探索マップの中で有望と思われる、ソフト/ハード複合材料系およびハード/ハード複合材料系を基本構成とする人工格子膜磁石、およびBi-Zn系、Bi-Mn系低融点金属バインダを用いた上記構成のメタルボンド磁石の試作を通して、これらの磁石性能、耐久性等を評価し代替磁石の可能性を見極める。

#### (2) 磁石化技術の開発

永久磁石をはじめとする磁性材料分野において、①「分散・表面修飾の基礎技術」、②「大量合成技術」、③「バルク化技術」、④「評価・解析」、の4つの研究項目を設定し、窒化鉄ナノ粒子を約10g/バッチで合成可能な技術の構築を目指す。また、特定粒径の窒化鉄ナノ粒子に対する分散・表面修飾プロセスを構築し、バッチ当たりの全試料粒子のうち体積分率で50%の粒子が単分散できた状態を目指す。

### 3. 達成目標

#### 【中間目標】平成25年度

#### (1) さらなる磁性材料の探索

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

#### (2) 磁石化技術の開発

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

#### 【最終目標】平成27年9月

#### (1) さらなる磁性材料の探索

①新規磁石材料の探索：磁石材料探索マップの中で有望と思われる、代替磁石の可能性を見極める。

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

#### (2) 磁石化技術の開発

- ①「分散・表面修飾の基礎技術」：単分散粒子 50vol%以上
- ②「大量合成技術」：約10g／バッチの合成技術確立
- ③「バルク化技術」： ナノ鉄粉末において磁性相充填率 70vol%以上のラボレベル実証
  - ・選定した新規磁性材料を磁石とするための製造技術等を確立する。
  - ・選定した新規磁性材料を用いて製造した磁石によりモータを試作し、その性能を評価する。

中間目標及び最終目標の詳細については採択者が決定した後、NEDO、テーマリーダー及び採択者との間で協議の上、当該目標の設定時期までの間において実施可能な目標を定めるものとする。

研究開発項目⑩-1 A 「排ガス浄化向けセリウム使用量低減技術及び代替材料開発、透明電極向け  
インジウムを代替するグラフェンの開発」  
(排ガス浄化向けセリウム使用量低減技術及び代替材料開発／排ガス浄化用  
触媒のセリウム量低減代替技術の開発)

1. 研究開発の必要性

セリウムは、フラットパネルディスプレイやハードディスク向けガラス、デジタルカメラ等のレンズの研磨剤、排ガス浄化用助触媒、紫外線カットガラス、蛍光体向け等の材料として用いられている。世界最大のレアアース供給国である中国からの輸出統計によれば、わが国は世界最大のセリウム消費国である（内需データが不明な中国を除く）。わが国におけるセリウム需要（平成 21 年）では、研磨材向けが約 79%、触媒向けが約 13%、紫外線カットガラス向けが約 8%になっており、その消費量は平成 21 年度現在約 9,300 t（酸化物換算）と推計されている。排ガス浄化向けには、中国やインドをはじめとした世界的な自動車需要の増加、ガソリン車やディーゼル車の排出ガス基準値の強化への対応、白金触媒の材料コスト削減のための助触媒としての使用量増、などにより引き続き使用量が増えることが想定される。セリウムは、この半年で、急激な価格上昇、供給の大幅減に直面しているが、わが国が成長を期待する産業において成長を阻害する要因として懸念され始めている。

本研究開発は、排ガス浄化向けのセリウム使用原単位を 30%以上低減するため、以下の基盤技術及び製造技術を開発する。

2. 研究開発の概要

本研究開発は、自動車等エンジン排ガス浄化触媒に使用されているセリウム助触媒を対象に、その使用量を 30%以上低減しても、現行触媒と同等レベルの酸素貯蔵能、HC/C 浄化性能および NO 浄化性能を有する高活性、高耐久性触媒の開発を目的とする。

(1) セリウム使用量を低減した微粒子触媒材の開発

微粒子合成技術の開発と、希薄高分散した複合微粒子の組織制御を行い、セリウム量を低減もしくは不触媒材による触媒材の高度化を図る。

(2) セリウム使用量を低減した酸素貯蔵能材の開発

研究項目(1)で開発した微粒子材料をもとに、ガソリン車排気処理に必須となっている酸素貯蔵能(OSC)材への応用を図り、セリウム量低減もしくは不触媒としてもOSC性能を保持しうる新規OSC材を開発する。

(3) ガソリン車排ガス浄化触媒の開発

項目(1)および(2)で得られた成果を統合し、ガソリン車で実用化するための触媒改良と触媒大量調製技術を検討し、その浄化性能評価を実車レベルで行い、実用化可能性を検討する。

3. 達成目標

排ガス浄化向けセリウム使用原単位を30%以上低減する基盤技術及び製造技術を開発することを目標とする。

最終目標：平成 23 年度

(1) セリウム低減触媒および不触媒について、基本原理を確立する。

(2) セリウム低減触媒および不触媒について、大量調製技術を確立する。

(3) セリウム使用量を 30%以上低減した、ガソリン車向け排ガス浄化触媒を製作、評価する。

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

(排ガス浄化向けセリウム使用量低減技術及び代替材料開発／高次構造制御による酸化セリウム機能向上技術および代替材料技術を活用したセリウム使用量低減技術開発)

1. 研究開発の必要性

セリウムは、フラットパネルディスプレイやハードディスク向けガラス、デジタルカメラ等のレンズの研磨剤、排ガス浄化用助触媒、紫外線カットガラス、蛍光体向け等の材料として用いられている。世界最大のレアアース供給国である中国からの輸出統計によれば、わが国は世界最大のセリウム消費国である（内需データが不明な中国を除く）。わが国におけるセリウム需要（平成21年）では、研磨材向けが約79%、触媒向けが約13%、紫外線カットガラス向けが約8%になっており、その消費量は平成21年度現在約9,300 t（酸化物換算）と推計されている。排ガス浄化向けには、中国やインドをはじめとした世界的な自動車需要の増加、ガソリン車やディーゼル車の排出ガス基準値の強化への対応、白金触媒の材料コスト削減のための助触媒としての使用量増、などにより引き続き使用量が増えることが想定される。セリウムは、この半年で、急激な価格上昇、供給の大幅減に直面しているが、わが国が成長を期待する産業において成長を阻害する要因として懸念され始めている。

本研究開発は、排ガス浄化向けのセリウム使用原単位を30%以上低減するため、以下の基盤技術及び製造技術を開発する。

2. 研究開発の概要

以下の研究開発によりセリウム使用量を30%以上削減する技術を確立する。また、触媒の設計指針および実用化指針を確立する。

(1) 材料設計

- ・ 理論シミュレーションを用いた研究開発支援、セリア高機能化の原理原則の解明に不可欠な、セリアあるいは代替酸化物粒子のキャラクタリゼーションを実施する。
- ・ 開発材料のキャラクタリゼーション、シンタリング特性、酸素吸放出特性を解析し、理論シミュレーションと開発研究の橋渡しを行う。

(2) セリウム低減のためのシーズ技術開発

- ・ 各種ナノテク手法によるセリアの高機能化やセリアと他材料の複合化による高性能化、高耐熱性のγ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の適用等の検討を実施し、その製造方法を確立するとともに、触媒として評価する。
- ・ 非セリア系新規材料として、フェライト(Fe)系材料、鉄シリカ系材料、あるいはそれらのセリアとの複合ナノ粒子材料、活性金属としてはPt、Pdよりも安価な銀を選択することで希土類を全く使用しない耐熱性燃焼触媒、種々の新規ペロブスカイト系酸化物の開発を行う。
- ・ セリアと担体間の相互作用が変化しセリアのポテンシャルをより大きく引き出すための超臨界ドライ担持法およびマイクロ波固液・超音波法を利用したプロセッシング技術の開発を行う。
- ・ 実排ガス・実機による性能評価を経て、実用性を評価する。さらに開発された新材料のコスト評価を行い、実用性に見合った大量生産技術を確立する。

(3) 実用触媒の観点に基づく評価指針と実用化の検討

- ・ 本研究開発で開発された新規セリア系あるいは非セリア系材料を触媒化し、モデルガスによる性能評価により現行量産材との性能比較や特性を把握する。
- ・ 実用触媒を使用する立場から材料開発の方向性を示す。本研究開発目標をクリアした開発材料に関しては、エンジン単体ベンチでの実排ガス試験により、実用化の観点から評価を実施する。

3. 達成目標

排ガス浄化向けセリウム使用原単位を30%以上低減する基盤技術及び製造技術を開発することを目標とする。

最終目標：平成23年度

- (1) 触媒の設計指針および実用化指針を確立する。
- (2) 触媒の量産化技術を確立する。
- (3) セリウム使用量を 30%以上低減した、ガソリン車向け排ガス浄化触媒を製作、評価する。

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

(透明電極向けインジウムを代替するグラフェンの開発／グラフェンの高品質大量合成と応用技術を活用した透明電極向けインジウム代替技術の開発)

1. 研究開発の必要性

インジウムは、液晶テレビやパソコンモニター等のフラットパネルディスプレイのガラス上の透明導電用にITO（インジウムと錫の複合酸化物）として使用されている。この用途向けの消費量は国内消費量の約90%を占めているが、その他にも高効率の太陽電池として注目されているCIGS系太陽電池や、化合物半導体、蛍光体向けなどに使われている。ここ数年、鉱山開発や、フラットパネルディスプレイ製造工程からのリサイクル化も進んでいるが、引き続き需要の拡大が見込まれている。

このような中、インジウムの使用量低減技術の開発、ZnOによる代替材料開発を本プロジェクトでは平成19年度より行っているが、インジウムの供給不安定による影響がなく、さらに新たな機能を備えた代替材料の開発も進められ成果が発表され始めている。グラフェン等のナノ炭素材料を用いた透明導電フィルムの開発は、炭素というありふれた材料を用いることから材料コスト低減や、フレキシブル用途への展開も可能であることから、我が国の産業競争力の向上が期待できる。一方でグラフェンをITO代替材料として実用化するためには、諸外国との開発競争に勝ち、透明電極開発の優位性を確保することが重要な課題となっている。

本研究開発は、ITO代替を実現するため、グラフェンによる透明電極の基盤技術及び製造技術を開発する。

2. 研究開発の概要

本研究開発では、プラズマCVDによる低温大面積グラフェン合成技術を基に、新しいナノ炭素材料であるグラフェンの高品質化、大量合成法及び透明電極利用の技術を開発することにより、透明電極材料としての優れた特性を引き出し、ITO代替材料実現に資するグラフェンの開発を目的とする。

(1) 高品質グラフェン合成技術の開発

- ・グラフェンの高品質化に適したプラズマ源およびプラズマCVDの条件探索を通してプラズマCVDの最適化を図り、グラフェンの生成メカニズムを解明する。また生成基板である銅箔の平坦性など表面特性を向上させ、グラフェンの高品質化を図る。
- ・ポリイミド樹脂フィルム基板に積層した銅の薄膜を基材としたグラフェンの合成技術を開発し、銅の使用量低減によるグラフェン合成の低コスト化を図る。高品質グラファイトフィルムや金属基板上の多層グラフェン膜を用いて、層間剥離法やエッチングレス製造方法による高品質グラフェン膜や安価な製造法の検討を行う。
- ・剥離・転写する際に酸化したグラフェンを水素等の還元性気体のプラズマにより低温還元・高純度化する技術を開発する。CVD合成中のドーピング、あるいは合成後の吸着ドーピングの他、カーボンナノチューブなどとの複合化によるグラフェンの高品質化を図る。気体や固体の炭素源を出発原料としてプラズマや熱処理法を駆使してグラフェンを合成し、それらを改質処理して多層グラフェン膜の高品質化を行う。

(2) ロール to ロール大量合成技術の開発

基板表面の前処理・グラフェン合成・グラフェン合成後の後処理を連続して行うプロセスを開発する。また各プロセスの最適化を行い、ロール to ロール生成法に適用することで、グラフェンの大量合成技術を開発する。

(3) 透明フィルムの製造技術の開発

グラフェンのパターン形成技術としてレーザーエッチング法を開発する。また銅箔上に形成させたグラフェンをレーザーにより、透明基板上に剥離・転写する方法の開発と、転写と同時にパターンニングも行う技術を開発する。ITOで一般的で低コストなケミカルエッチング法を化学的に安定なグラフェンに適用可能なパターンニング技術を探索する。また、銅箔に合成したグラフェンのPETフィルムへのロール to ロール転写法を開発する。



(4) 透明導電性フィルムの性能評価

透明導電性フィルム適用先であるタッチパネルに要求される電氣的、光学的特性、および耐環境性等信頼性の評価を行う。さらにグラフェン透明電極を利用したタッチパネルを試作する。

3. 達成目標

グラフェンによる透明電極の実用化に向け、基盤技術及び製造技術を開発することを目標とする。

最終目標：平成23年度

- (1) 幅 600mm、連続合成速度 0.6m/分以上が可能なロール to ロール装置を開発する。
- (2) 線幅 0.3mm のグラフェンパターンニング技術を開発する。
- (3) 300mm 幅のロール to ロールフィルム工程で、長さ 5m 以上の連続転写法を開発する。
- (4) 下記の特性を持つグラフェン透明導電膜をロール to ロールで製造する技術を開発する。

シート抵抗： 500Ω/sq 以下

透過率： 87%以上

b\* : 4 以下

ヘイズ： 3%以下

シート抵抗リニアリティ： ±1.5%以下

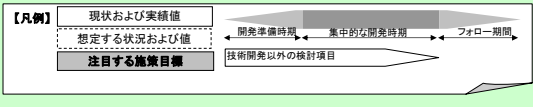


# <3R分野> (D)詳細ロードマップー金属資源3R (1/2)

テーマ	金属資源3R	【技術の概要等】 BRICs等の経済拡大などにより、各種資源の安定供給に不安が生じてきている。特にわが国の産業基盤を支える金属資源の安定供給は、ハイテクなど高付加製品の製造にも影響するため、対策としての3R技術の開発は重要である。 ここでは、金属資源の使用量を減らす技術、素材としてリユースする技術、元素レベルで抽出する技術等について、ロードマップとして取りまとめた。また、当該技術分野の促進のためには、希少金属の3Rを含めたマテリアルフロー等のデータ整備等が必要である。	【凡例】 現状および実績値 想定する状況および目標 注目する施策目標 開発準備時期 → 集中的な開発時期 → フォロー期間 技術開発以外の検討項目																																							
概要		<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th>時期</th> <th>短期</th> <th>中期</th> <th>長期</th> </tr> <tr> <td>～2006年</td> <td>2007年</td> <td>2008年</td> <td>2009年</td> </tr> <tr> <td>2010年</td> <td>2015年</td> <td>2020年</td> <td>2025年</td> </tr> <tr> <td>2030年</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </table>	時期	短期	中期	長期	～2006年	2007年	2008年	2009年	2010年	2015年	2020年	2025年	2030年																											
		時期	短期	中期	長期																																					
～2006年	2007年	2008年	2009年																																							
2010年	2015年	2020年	2025年																																							
2030年																																										
<p>資源生産性を2010年に39万円/トン(循環基本計画目標)とする。</p> <p>資源生産性を2020年に56万円/トン(2000年比2倍)とする。</p> <p>資源生産性を2030年に112万円/トン(2000年比4倍)とする。</p>		<p>・亜鉛鉱山の閉山で益々海外依存度が高まる。</p> <p>・ITの進展や技術の進歩、環境低負荷技術、高品質素材の要求など(小型、省エネ、高機能)で希少金属の利用が広範囲に広がる(国内)。</p> <p>・一部資源の価格高騰(供給量不足)</p>	<p>・中国をはじめとするBRICs諸国の台頭により、一部資源の需要量(構造材用)が増加し貴重な金属資源の確保が厳しなる。</p> <p>・リサイクル製品等から精製されたレアメタルの供給量が増える</p>																																							
		<p>・再生利用の徹底を図るための分離回収技術開発</p>	<p>・貴重な金属資源の使用量を削減する代替品開発</p>	<p>・持続的な資源利用を図るための高効率化、不純物混入防止技術開発</p>																																						
<p>レアメタル生産国/需要国の経済状況の変化等</p>		<p>GDP BRICs &lt; G7 (2004)</p>	<p>日本のGDPを超える中国 (2017)インド(2028)</p>																																							
<p>レアメタル31鉱種(希土類17鉱種を1鉱種扱い)の内、特に産業の根幹を支えるIT関連・環境関連産業等に必須な金属</p>		<p>&lt;備蓄7鉱種&gt; ・ニッケル ・クロム ・タンクステン ・コバルト ・モリブデン ・マンガ ・バナジウム</p>	<p>&lt;要注視10鉱種&gt; (カドミウムおよび資源集中度大) (IT関連需要急増および必須) ・パラジウム ・プラチナ ・ニオブ ・アンチモン ・ジルコニウム ・ストロンチウム ・希土類</p>																																							
<p>主な関連産業</p>		<p>非鉄産業</p> <p>国内鉱山減少(輸入増) リサイクル製錬への期待</p> <p>現状 厳しい経済環境</p> <p>再資源化量 国内生産比 銅 130千t 9.2% 鉛 103千t 48.6% 亜鉛 95千t 15% 金 38t 25.8% 銀 909t 39.3% ニッケル 240t 7.0% その他 13千t 総計 342千t</p> <p>輸出 日本鉱業協会再資源化部会</p>	<p>国内のインフラ存続 → 十分なレアメタルの供給可能</p>																																							
		<p>鉄鋼産業</p> <p>高機能化</p> <p>特殊鋼等にレアメタルを添加剤として利用 Cr, Ni, Mo, V, Co, Mn等</p>	<p>自動車産業</p> <p>環境対応・高機能化・省エネ化</p> <p>2005年 2015年 排ガス規制強化 自動車リサイクル率(95%目標)</p> <p>生産量 Pt Pd Rh (2004年(t/y)) 南ア 159 81 19 ロシア 27 116 3 米国 11 29 1 回収 25 21 5 その他 8 9 1 合計 230 256 28 リサイクル 11% 8% 17% 触媒 125 115 26 消費量</p> <p>輸出 中古車の輸出増加 → 輸出中古車分を含めた廃車触媒からの白金族の回収率向上のためのシステム構築</p> <p>輸出中古車の触媒対策等検討が必要</p> <p>燃料電池(水素エネルギー) ASRから貴金属回収 自動車部品 自動車用塗料 電気自動車 自動車室内</p> <p>2015 2020 燃料電池普及期 燃料電池本格普及期 電解質膜・触媒/水素吸蔵合金等(Pt, Ru, Y, La等) 白金族需要増加 廃棄量増→回収量増</p> <p>強靱性、耐蝕性などでTe(～1.0%添加)、磁石用Bi等使用、高強度・軽量化Mg等需要大 Baの塗料増量剤として利用</p> <p>リチウムイオン電池(Li)等需要増加</p> <p>居住性(皮膚へのジリジリ感解消とエアコンの軽量化)狙いでフラットパネルITOの使用見込み(フロントガラス、ハノラゲレージングなど)</p>																																							
<p>電気機械・精密産業</p>		<p>高機能化・省エネ、小型・薄型化</p> <p>TV、携帯電話等(電池、フィルタ等) 薄型ディスプレイ</p> <p>供給量494t(2003年ベース) 国内生産70t 輸入264t(中国156t) スクラップ再生160t(494tの約30%) ITO用途360t(リサイクルなし)</p> <p>電子部品 写真、複写機</p> <p>リチウム(Li)2次電池用(2000-2003年)及び携帯等への利用増加(電池製造工程からなる箔層の再利用は開かれていない(白金族のような経済性がない。))電子機器用フィルタに tantalum、ニオブ等、IC、セラミックパッケージに金、接点に銀、筐体にMg等需要大。 透明電極ITO用にIn(及び錫)を使用。中国に次ぐ2位(日本)の生産量。</p>	<p>IC、半導体、コネクタ、リードフレーム、接点等(Ga, Ta, Ni, Ti, Zr, Nb, Pt等)。希土類磁石(REE(Nd, Dy等))需要大。</p> <p>写真感光材料に銀1,365t国内需要の30%、70%リサイクル。感光ドラムにSe使用毒性あることから業者限定リサイクル率向上を目指す。</p>																																							
<p>環境関連産業</p>		<p>クリーンエネルギー</p> <p>太陽電池、LED等</p> <p>金属Ga140t(2003年) 国内産9t リサイクルスクラップ83t 輸入48t</p> <p>抗腐作用等 光触媒等</p>	<p>太陽電池や発光ダイオードなどにGa系の需要</p> <p>薄型ディスプレイの大型化と市場拡大 → ITO需要急拡大(2010年頃世界のTVが液晶、プラズマで約4割)</p> <p>光触媒にTi使用(塗料、顔料)酸化チタンは金属チタンの10倍、リサイクル対象になりにくい。ただ、エネルギー多消費金属でリサイクル重要課題)、ライフサイクル長い、市場規模小でスクラップ市場未成熟。</p>																																							
<p>施策目標等</p>		<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th colspan="2">スクラップ1t当りの含有量</th> <th rowspan="2">含有物の価値(万円)</th> </tr> <tr> <th>金</th> <th>銀</th> <th>その他</th> </tr> <tr> <td>フィルム巻スラッジ</td> <td>30-350kg</td> <td>Pt 1kg Pd 100g</td> <td>395</td> </tr> <tr> <td>自動車触媒</td> <td></td> <td></td> <td>256</td> </tr> <tr> <td>携帯電話</td> <td>320g</td> <td>1.5kg</td> <td>100g</td> <td>60</td> </tr> <tr> <td>電子基板</td> <td>100g</td> <td>2kg</td> <td>100-200g</td> <td>20</td> </tr> <tr> <td>鉛バッテリー</td> <td></td> <td></td> <td>Pb 530kg</td> <td>5</td> </tr> <tr> <td>ASR</td> <td></td> <td>44g</td> <td>Zn 11kg Pb 2kg</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>表列金山(参考)</td> <td>50-60g</td> <td></td> <td></td> <td>7</td> </tr> </table> <p>出典 政策投資銀行調査第55号</p>	スクラップ1t当りの含有量		含有物の価値(万円)	金	銀	その他	フィルム巻スラッジ	30-350kg	Pt 1kg Pd 100g	395	自動車触媒			256	携帯電話	320g	1.5kg	100g	60	電子基板	100g	2kg	100-200g	20	鉛バッテリー			Pb 530kg	5	ASR		44g	Zn 11kg Pb 2kg	1	表列金山(参考)	50-60g			7	<p>資源生産性</p> <p>2010年 2020年 2030年</p> <p>28万円/トン(2000) → 39万円/トン(2010) → 56万円/トン(2020) → 112万円/トン(2030)</p> <p>2000年比1.4倍 → 2000年比2倍 → 2000年比4倍</p> <p>国際競争力・安定供給 今後資源生産性を向上させていくためには、低濃度の製品、スクラップからの回収や、経済性の低い金属のリサイクルを進めていくことが重要となる。 また、安定供給という側面も高まっていく。 【レアメタル供給構造脆弱(資源偏在)】 今後成長期待のIT、環境産業に不可欠</p> <p>短期: 他の供給源からの調達、代替材料への転換等 中長期: 供給源の拡大・多様化、資源の探鉱・開発推進、自主開発による鉱石確保、リサイクル技術の開発推進</p>
スクラップ1t当りの含有量		含有物の価値(万円)																																								
金	銀		その他																																							
フィルム巻スラッジ	30-350kg	Pt 1kg Pd 100g	395																																							
自動車触媒			256																																							
携帯電話	320g	1.5kg	100g	60																																						
電子基板	100g	2kg	100-200g	20																																						
鉛バッテリー			Pb 530kg	5																																						
ASR		44g	Zn 11kg Pb 2kg	1																																						
表列金山(参考)	50-60g			7																																						

<3R分野> (D)詳細ロードマップー金属資源3R (2/2)

大分類	小分類	対象物等	詳細技術	短期		中期		長期		
				2006年	2007年	2009年	2010年	2015年	2020年	2025年
金属資源 (レアメタルなど)	不純物管理技術	鉄鋼	リサイクル鉄から銅等トラップエレメントを除去する技術	スクラップ発生量5千万t/y 国内スクラップ鉄鋼需給 12億t超 出典 日刊市況通信H15.11.12	スクラップ発生量6千万t/y	スクラップ発生量6千万t/y	複数回リサイクル	使用不可能濃度不純物濃度の鉄スクラップ2~4億t	出典 (社)日本鉄リサイクル工業会 (HP)	
		アルミニウム	アルミニウムの不純物無害化技術	AIの不純物	スクラップから自動車のモーター、ハーネス等の銅を分別 (当面: 易解体、光ファイバーによる使用量削減、将来: 社内無縁等銅使用量減少)	スクラップ鉄からトラップエレメントを低コストで除去する技術	出典 (独)石油天然ガス・金属鉱物資源機構「鉱物資源マテリアル・フロー2004」 A国内需要量3683千tの内約23%リサイクル (缶類82%, その他18%)			
		超微細粒鋼	超微細粒鋼製技術 (合金添加元素を含め単純成分)	レアメタル使用抑制 環境調和型超微細粒鋼製技術						
	分離・回収技術	溶融飛灰	溶融飛灰中の銅、亜鉛、鉛、カドミウム等の回収技術	飛灰中 金属回収						
		フィルム焼スラッジ	銀回収等	既存の回収技術は昇華ロス大 湿式還元法+電気分解で 高回収効率等 (新技術開発)						
		自動車触媒から白金族回収	廃自動車触媒から白金族回収	回収率50% (中古車輸出分未回収) 廃自動車触媒から 白金族回収	輸出中古車の触媒回収を進める制度必要 ただし、輸出中古車の性能はそれぞれの国情に合わせた代替触媒を充填することがPL紛争回避のため必要					
		自動車ASR	ASRなど金属品位の低いものからの金属回収	ダスト (20~25%) その内、鉄8%, アルミ5.1%, 銅 4.4%, 亜鉛1.1%, 鉛0.2%	ASR (約80万t) 管理型処分場へ	リサイクル率85% (02) →95%以上 (15年) 埋立処分場15年までに1996年の 1/5以下				
		電池、永久磁石	レアアースの回収	使用済み電池、磁石の回収できていない 製造工程のスクラップのリサイクル率95%以上、 それ以外はリサイクルされてない。	国内リサイクルコスト高>ハンパン材 中国で処理されている	低コストリサイクル技術	輸入量: 6119t 中国: 6116t その他: 3t	出典 (独)石油天然ガス・金属鉱物資源機構 「鉱物資源マテリアル・フロー2004」		
		PC、携帯等	貴金属 (金銀) の回収およびレアメタル回収 (Li等)	携帯電話自主回収5割未満: 金 (リサイクル率40%)、銀30%	貴金属回収	出典 (独)石油天然ガス・金属鉱物資源機構「鉱物資源マテリアル・フロー2004」 レアメタル (Li等) 回収技術 (低コスト: 経済性問題)				
		薄型ディスプレイのITO	パネルから透明膜ITO分離およびITOスクラップからインジウムリサイクル	スパッタリング工程で発生するスクラップはリサイクル済 液晶パネルからのITO分離 日本In需要世界1位419t (2003) 8割ITO20%増加	製品からの回収はされていない (経済的にリサイクル採算合わない) 低濃度から高濃度への濃縮工程、パネルからのインジウム回収技術 (低コスト化)			出典 (独)石油天然ガス・金属鉱物資源機構 「鉱物資源マテリアル・フロー2004」		
		廃触媒 (硫酸製造用等) からのバナジウムVの回収	廃触媒から低コスト、回収率向上技術 (リサイクル寿命が10年~20年と長いのが特徴)	世界のラインパイプ需要継続、鋼材の高抗張力化需要 世界的需要増と生産減 (南ア、豪州) 供給先確保問題	国内バナジウム原料のソースであり重要 (2003年: 798t) 廃触媒から低コスト、回収率向上技術	出典 (独)石油天然ガス・金属鉱物資源機構 「鉱物資源マテリアル・フロー2004」				
		超硬工具からのタングステン (W)、コバルト (Co)、モリブデン (Mo) 等回収	超硬工具からのタングステン (W)、コバルト (Co)、モリブデン (Mo) 等回収		超硬工具から回収技術の確立	低コスト回収技術の確立				
		埋立物	高度前処理技術 (メタル等の分離+均質混合技術)		高度前処理技術 (メタル等の分離+均質混合技術)					
		自動車部品等に含まれる添加剤レアメタル	部品のリユース	中古車500万台 (輸出約100万台): 部品としてリユース20~30%、 素材としてリサイクル50~55%合計して再資源化率75~89%	自動車部品のリユース (部品の海外輸出の抑制等)	出典 政策投資銀行「使用済み自動車リサイクルを巡る展望と課題」				
		携帯、ノートPC等の筐体、自動車部品等に使用されるMg	使用済み製品からのマグネシウム (Mg) 回収方法及びのリサイクル	主な需要量 アルミ合金添加 剤: 19014t/y ダイキャスト: 9,769t/y 射出成型品: 2,857t/y	製造工程の屑はリサイクルされている ダイキャスト製品 (自動車部品)、射出成型品 (筐体) 回収方法及びリサイクル技術開発					
		複合素材等	ボート、プリント基板、建設廃材のFRP (ガラス長、短繊維) に含まれるホウ素のリサイクル		易分解、単成分化で含有元素ホウ素リサイクル	分離が困難なものについて、適切なマテリアルフローを実現するための社会システムの構築				
		リデュース技術	各種レアメタルの使用量削減	製造工程での各種レアメタル使用量削減技術 (W, In, Nd, Dy等)	製造工程での各種レアメタル使用量削減技術 (W, In, Nd, Dy等)					
		代替素材開発	燃料電池の電解質膜、触媒等	高価で希少な白金系を代替するもの開発	白金系に変わる触媒等の開発					
			薄型ディスプレイや自動車室内のITO	透明膜ITOのインジウムInに替わるもの開発	インジウム代替物質でITO製造する技術 (酸化亜鉛等)					
		その他	共通基盤技術	識別技術	構成金属の簡易識別技術					
データ収集	統計データの収集等		レアメタル等のマテリアルフローおよびリサイクル統計データ等整備	マテリアルフロー-動定の規格化						



金属資源 (レアメタルなど)

## ① 透明電極向けインジウム使用量低減技術開発

### 知的財産権等の取得及び標準化の取り組み

#### 1. 研究発表・講演、文献、特許等の状況（共同研究、再委託研究も含む。）

表 期間を通しての成果のまとめ

成果内容		数	
特許	国内	5	件
	外国	1	件
プレス発表等	新聞発表	6	件
	取材	5	件
著書	国内	2	編
	査読付き	13	編
学術論文	査読無	0	編
		4	件
解説・総説		4	件
招待講演	国内	5	件
	国外	5	件
口頭発表		50	件
展示会等		9	件

#### シンポジウム・講演

##### 招待講演

1) Atsushi Muramatsu, Kiyoshi Kanie, “ITO Nano-ink: Synthesis Method of ITO Nanoparticles Precisely Controlled in Size and Shape”, 2nd international Symposium on Transparent Conductive Oxides, (Crete, Greece), 2008.

2) 川添良幸、水関博志、佐原亮二 “第一原理計算による省 In ITO 組成探索” 資源素材 2008, 国際センター (宮城県), (2008).

3) Kazuhito Shida “Controlling of Electroconductivity of Thin Film by Modulating the Granular Size of Materials” International Symposium on Engineering of Indium Saving for Transparent Conductive Film (Sendai)

4) M. N. Tripathi “Ab-initio Study of the Electronic and Optical Properties of the Oxidized Indium Tin Oxide” (Sendai) (2009)

- 5) Takafumi Sasaki “Development of One-step Synthesis of ITO Nanoparticles with Size and Shape Precisely Controlled and Evaluation of their Electrical Resistivity” International Symposium on Engineering of Indium Saving for Transparent Conductive Film (Sendai) (2009)
- 6) Takashi Nakamura, Atsushi Muramatutsu, And Yoshiaki Kawazoe “Development of Technologies for Reducing Indium Usage in a Transparent Conducting Electrode” Russian-Japanese workshop “State of materials research and new trends in material science” (Novosibirsk, Russia) (2009)
- 7) Madhvendra Nath Tripathi, Hiroshi Mizuseki, Yoshiyuki Kawazoe “Opto-electronic properties of Indium Tin Oxide: A First-principle study” Nanophosphor Application Centre, (Allahabad, India). (2009)
- 8) Atsushi Muramatsu, Yosuke Endo, Takafumi Sasaki, Kiyoshi Kanie, “Preparation of ITO Nanoparticles Precisely Controlled in Size and Shape”, 13<sup>th</sup> IACIS International Conference on Surface and Colloid Science and the 83<sup>rd</sup> ACS Colloid & Surface Symposium, New York, U.S.A., (2009)
- 9) 大塚 誠 「省インジウム ITO スパッタ技術の現状」、日本化学会第 90 春季年会(東大阪) (2010)
- 10) K. Shida, R. Sahara, M. N. Tripathi, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe “Controlling 3D Percolation by Modulating the Granular Size of Materials” 第20回日本 MRS シンポジウム (横浜市) (2010)

#### 一般講演

- 1) 遠藤 瑶輔, 酒井 洋, 蟹江 澄志, 村松 淳司, 佐藤 王高, ” 超濃厚液相条件における ITO 微粒子の合成と形態制御“, 第 60 回コロイドおよび界面化学討論会, 信州大学・松本・旭キャンパス (長野県), (2007)
- 2) 遠藤 瑶輔, 酒井 洋, 蟹江 澄志, 村松 淳司, 佐藤 王高, ” ゲルゾル法を用いた ITO 微粒子の合成: サイズ・形態制御における初期 pH の効果“, 日本化学会第 88 回春期年会, 立教大学・池袋キャンパス (東京都), (2008)
- 3) 佐原亮二、志田和人、水関博志、蟹江澄志、大野かおる、村松淳司、川添良幸 “パーコレーション転移にみる相転移の臨界現象” 日本学術振興会第 172 委員会状態図研究会第 15 回委員会・研究会、東京大学・本郷キャンパス (東京都) (2008)
- 4) 佐原亮二、水関博志、蟹江澄志、大野かおる、村松淳司、川添良幸” 不均質な形状の粒子を有するサイトパーコレーションの臨界現象” ナノ学会第 6 回大会 (2008)
- 5) 遠藤瑶輔, 佐々木 隆史, 蟹江 澄志, 村松 淳司, “ITO ナノ粒子の一段階合成法の開発とサイズ・形態・結晶性の制御”, 第 61 回コロイドおよび界面化学討論会, 九州大学・六本末キャンパス (福岡県), (2008)

- 6) 佐々木 隆史, 遠藤 瑤輔, 蟹江 澄志, 村松 淳司, “超濃厚水熱合成による ITO 前駆体  $\text{In}(\text{OH})_3$  粒子のサイズ・形態制御”, 第 61 回コロイドおよび界面化学討論会, 九州大学・六本末キャンパス (福岡県), (2008)
- 7) 村松 淳司, 遠藤 瑤輔, 佐々木 隆史, 蟹江 澄志, 田上 幸治, 永富 晶, 斉藤 和久, “高結晶性立方状 ITO ナノ粒子の液相直接合成”, 九州大学・六本末キャンパス (福岡県), (2008)
- 8) 佐原亮二, 水関博志, 志田和人, 蟹江澄志, 大野かおる, 村松淳司, 川添良幸 “不均質な形状の粒子を含むパーコレーションモデルの普遍性解析” 金属学会秋期大会、熊本大学 (2008)
- 9) 村松 淳司, 佐々木 隆史, 蟹江 澄志, “ITO ナノ粒子の新規合成法”, 資源素材 2008, 国際センター (宮城県), (2008)
- 10) 大塚 誠, Voisin Aravena Leandro Andres, 中村 崇, “コンビナトリアルスパッタ法による ITO 薄膜の作製”, 資源素材 2008, 国際センター (宮城県), (2008)
- 11) 遠藤 瑤輔, 佐々木 隆史, 蟹江 澄志, 村松 淳司, 永富 晶, 田上 幸治, 斉藤 和久, “ITO ナノ粒子の一段階合成法の開発とサイズ・形態・結晶性の制御”, 東北学協会, 八戸工業大学 (青森県), (2008)
- 12) 佐々木 隆史, 遠藤 瑤輔, 蟹江 澄志, 村松 淳司, 永富 晶, 田上 幸治, 斉藤 和久, “One-pot 法による高電導性立方体 ITO ナノ粒子の作製とサイズ制御”, 第 8 回多元研研究発表会, 東北大学・片平さくらホール (宮城県), (2008)
- 13) Hiroshi Mizuseki, Talgat M. Inerbaev, Ryoji Sahara, Takashi Nakamura, Yoshiyuki Kawazoe, “Reducible and Nonreducible Defect Clusters in Tin-Doped Indium Oxide”, MRS2008FallMeeting, USA, (2008)
- 14) Kazuhito Shida, Ryoji Sahara, Hiroshi Mizuseki, Yoshiyuki Kawazoe “Controlling the percolation behavior of conductor-insulator composites by changing the granular size of insulators”, ACCMS-VO, (2009)
- 15) Kazuhito Shida, Ryoji Sahara, Hiroshi Mizuseki, Yoshiyuki Kawazoe, “Controlling the percolation behavior of conductor-insulator composites by changing the granular size of insulators”, APS 2009 March (2009)
- 16) 佐々木 隆史, 遠藤 瑤輔, 蟹江 澄志, 村松 淳司, 永富 晶, 田上 幸治, 斉藤 和久, “形態制御された ITO ナノ粒子の One-pot 合成とその電気抵抗特性評価”, 日本化学会第 89 春季年会, 日本大学・船橋キャンパス (千葉県), (2009)

- 17) Talgat M. Inerbaev, 佐原亮二、水関博志、川添良幸、中村崇, “Reducibility of Tin-Doped Indium Oxide” “金属学会 2009 年春期講演会、東京工業大学大岡山キャンパス (東京) (2009)
- 18) M. N. Tripathi, Hiroshi Mizuseki and Yoshiyuki Kawazoe “Ab-initio Study of the electronic and Optical Properties of the Oxidized Indium tin Oxide” ナノ学会第 7 回大会 (東京) (2009)
- 19) 志田和人、佐原亮二、水関博志、川添良幸 「直径分布のある場合の繰り込みによるパーコレーション閾値の予測」 ナノ学会第 7 回大会 (東京) (2009)
- 20) M. N. Tripathi, Hiroshi Mizuseki, Yoshiyuki Kawazoe “Ab-initio Study of Manganese-doped Indium Tin Oxide” 東北大学・金属材料研究所 所内講演会 (2009)
- 21) 志田和人、佐原亮二、水関博志、川添良幸 「粒子直径に分布があるサイトパーコレーションの繰り込み論」 東北大学・金属材料研究所 所内講演会 (2009)
- 22) Atsushi Muramatsu, Yosuke Endo, Takafumi Sasaki and Kiyoshi Kanie “Preparation of ITO Nanoparticles Precisely Controlled in Size and Shape” 13th IACIS International Conference on Surface and Colloid Science and the 83rd ACS Colloid & Surface Science Symposium (2009)
- 23) Voisin Leandro, Makoto OHTSUKA, Takashi NAKAMURA “Titanium Doped ITO Thin Films Produced by Combinatorial Sputtering Method” 17th International Conference on Composites / Nano- Engineering (2009)
- 24) M. N. Tripathi, Hiroshi Mizuseki, Yoshiyuki Kawazoe “Electronic and optical properties of the oxidized indium tin oxide: A First principles study” Photonics and Opto-Electronics Meetings (POEM) Wuhan National Laboratory for Opto-Electronics (WNLO), Wuhan, China (2009)
- 25) M. N. Tripathi, Hiroshi Mizuseki, Yoshiyuki Kawazoe “Opto-electronic and magnetic properties of the Mn-doped indium tin oxide: A first-principles study” 5th Asian Consortium on Computational Materials Science (ACCMS) Hanoi University of Technology, Hanoi, Vietnam (2009)
- 26) 佐々木 隆史、土井 祐佳、蟹江 澄志、村松 淳司 「In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ナノ粒子の液相合成：アルカリ溶液への In 源添加によるサイズ・生成相制御」 第 62 回コロイドおよび界面化学討論会 (2009)
- 27) Voisin Leandro, Makoto OHTSUKA, Takashi NAKAMURA “Titanium Doped ITO Thin Films Produced by Combinatorial Sputtering Method” 日本金属学会 2009 年度秋期 (第 145 回)



大会 (2009)

28) 佐々木 隆史、土井 祐佳、蟹江 澄志、村松 淳司 「液相法による In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ナノ粒子の合成とサイズ・生成相制御」 H21 年度学協会東北大会 (2009)

29) Voisin Leandro, Makoto OHTSUKA, Takashi NAKAMURA “Sb Doped ITO Thin Films Produced by Sputtering Method” 資源・素材学会東北支部 平成 21 年度秋季大会 (2009)

30) M. N. Tripathi, Hiroshi Mizuseki, Yoshiyuki Kawazoe “The Opto-electronic Properties of Highly Doped Indium Tin Oxide” 東北大学金属材料研究所所内講演会 (2009)

31) 佐々木 隆史, 蟹江 澄志, 村松 淳司 「アミノ酸添加型水熱合成法による In(OH)<sub>3</sub> ナノ粒子の精密なサイズ・形態制御」 第 9 回東北大学多元物質科学研究所・研究発表会 (2009)

32) Kazuhito Shida, Ryoji Sahara, M. N. Tripathi, Hiroshi Mizuseki, and Yoshiyuki Kawazoe “Controlling the percolation behavior of conductor-insulator composites by changing the granular size of insulators (II)” the Fourth General Meeting of ACCMS-VO (Matsushima, Japan) (2010)

33) Madhvendra Nath Tripathi, Ryoji Sahara, Hiroshi Mizuseki, Yoshiyuki Kawazoe “Magneto-optoelectronic properties of Mn-doped Indium Tin Oxide” The Fourth General Meeting of ACCMS-VO (Matsushima, Japan) (2010)

34) Madhvendra Nath Tripathi, Ryoji Sahara, Hiroshi Mizuseki, Yoshiyuki Kawazoe “Magneto-optoelectronic properties of Mn-doped Indium Tin Oxide” Grand Challenges in Next Generation Integrated Nanoscience (2010)

35) Kazuhito Shida, Ryoji Sahara, MN Tripathi, Hiroshi Mizuseki and Yoshiyuki Kawazoe “Improved modeling of the percolation behavior of conductor-insulator composites with modulated granular size distributions” APS Meeting (USA) (2010)

36) 大塚 誠, Voisin Aravena Leandro Andres, 中村 崇 「省インジウム組成 ITO スパッタ薄膜の開発」日本金属学会 2010 年春期 (第 146 回) 大会 (つくば) (2010)

37) 大塚 誠, Svitlana Petrovska, Leandro Voisin, 中村 崇 「省インジウム組成 ITO スパッタ薄膜の低抵抗化」第 71 回応用物理学会学術講演会 (長崎) (2010)

38) 佐々木 隆史、土井 祐佳、中谷 昌史、蟹江 澄志、村松 淳司 「4 級アンモニウム塩を利用したソルボサーマル法による単分散立方体状 ITO ナノ粒子の合成」平成 22 年度化学系学協会東北大会 (岩手) (2010)

- 39) 大塚 誠, Svitlana Petrovska, Leandro Voisin, 中村 崇「Sb 添加 ITO スパッタ薄膜の光・電気特性に及ぼす酸素流量比と熱処理温度の影響」日本金属学会 2010 年秋期 (第 147 回) 大会 (札幌) (2010)
- 40) Kiyoshi Kanie, Takafumi Sasaki, Atsushi Muramatsu“Solvothelmal synthesis of Uniform ITO nanoparticles and Their TCO properties” 2010 MRS Fall Meeting (Boston) (2010)
- 41) M. N. Tripathi, K.Shida, R. Sahara, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe “Ab-initio Study of Opto-electronic Properties of Antimony-doped Indium Tin Oxide” 2010 MRS Fall Meeting (Boston) (2010)
- 42) Takafumi Sasaki, Yosuke Endo, Kiyoshi Kanie, and Atsushi Muramatsu ” Direct preparation of cubic ITO nanoparticles precisely controlled in size and shape in liquid-phase” 2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies (Hawaii) (2010)
- 43) M. N. Tripathi, K.Shida, R. Sahara, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe ” Ab-initio Study of Transition Metal doped-Indium Tin Oxide” 日本 MRS 年会 (2010)
- 44) M. N. Tripathi, K.Shida, R. Sahara, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe ” Ab Initio DFT+U Study of Opto-Electronic Properties of Manganese-Doped Indium Tin Oxide” ナノ学会第 8 回大会 (岡崎) (2010)
- 45) 志田和人, 佐原亮二, M. N. Tripathi, 水関博志, 川添良幸 「非電導粒子の直径変化によるパーコレーション閾値の制御(2)」 ナノ学会第 8 回大会 (岡崎) (2010)
- 46) M. N. Tripathi, K.Shida, R. Sahara, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe ” Suitability of Antimony and Antimony-Tin Doped Indium Oxide as Transparent Conductors” Novosibirsk-Tohoku Global COE Conference for young scientists “New processes for syntheses of multifunctional multicomponent materials”Novosibirsk, Russia (2010)
- 47) M. N. Tripathi, K.Shida, R. Sahara, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe “Ab-initio Study of Transition Metal doped -Indium Tin Oxide” 金属材料研究所第 120 回講演会(2010)
- 48) M. N. Tripathi, R. Sahara, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe “Ab-Initio Study of Opto-Electronic Properties of IAO and IATO” The Fifth General Meeting of ACCMS-VO (Asian Consortium on Computational Materials Science – Virtual Organization) Sendai, Matsushima, Japan (2010)
- 49) K. Shida, R. Sahara, M.N. Tripathi, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe “Controlling 3D Percolation

by Modulating the Granular Size of Materials “The Fifth General Meeting of ACCMS-VO (Asian Consortium on Computational Materials Science – Virtual Organization) Sendai, Matsushima, Japan (2010)

50) K. Shida, R. Sahara, M.N. Tripathi, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe,” Controlling Percolation by Modulating the Granular Size of Insulating Materials”

The Sixth General Meeting of ACCMS-VO (Asian Consortium on Computational Materials Science – Virtual Organization) Sendai, Matsushima, Japan (2012.2.10-12)

## <研究論文>

- 1) T. M. Inerbaev, R. Sahara, H. Mizuseki, Y. Kawazoe, T. Nakamura, “Interstitial Oxygen and Dopant Atoms Arrangement in Tin-Doped Indium Oxide”, *Materials Transactions*, 48, 666-669, 2007
- 2) Yosuke Endo, Takafumi Sasaki, Kiyoshi Kanie, and Atsushi Muramatsu  
“Direct Preparation and Size Control of Highly Crystalline Cubic ITO Nanoparticles in a Concentrated Solution System” *Chem. Lett.*, 2008, 37, 1278-1279
- 3) 志田和人佐原亮二水関博志川添良幸 “パーコレーションモデルを用いた電導薄膜の材料設計・インジウム使用量削減をめざして” *日本金属学会誌* 73 ,3 pp171-173, 2009
- 4) Takafumi Sasaki, Masafumi Nakaya, Kiyoshi Kanie and Atsushi Muramatsu  
“Amino Acid Assisted Hydrothermal Synthesis of In(OH)<sub>3</sub> Nanoparticles Controlled in Size and Shape” *Mater. Trans.*, 2009, 50, 2808-2812
- 5) Kazuhito Shida, Ryoji Sahara, MN Tripathi, Hiroshi Mizuseki and Yoshiyuki Kawazoe,  
“Conductivity Percolation on a Square Lattice with Two Different Sizes of Particles”  
*Materials Transactions*, 50,(12), (2009), 2848-2851
- 6) Talgat M. Inerbaev, Ryoji Sahara, Hiroshi Mizuseki, and Yoshiyuki Kawazoe, “Reducible and non-reducible defect clusters in tin-doped indium oxide”, *Solid State Communications* 150 (2010) 18-21.
- 7) Leandro Voisin, Makoto Ohtsuka and Takashi Nakamura “Titanium Doped ITO Thin Films Produced by Sputtering Method”, *Materials Transactions*, 51 (2010) 503-509
- 8) K. Shida, R. Sahara, M. N. Tripathi, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe “Conductivity Percolation on a Square Lattice with Core-Shell Particles” *Mater. Trans.*, 51 (2010) 771-774
- 9) K. Shida, R. Sahara, M. N. Tripathi, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe “Controlling the Percolation Threshold of Conductor-Insulator Composites by Changing the Granular Size of Insulators” *Mater. Trans.*, 51 (2010) 1141-1144.
- 10) Takafumi Sasaki, Yosuke Endo, Masafumi Nakaya, Kiyoshi Kanie, Akira Nagatomi, Koji Tanoue, Ryoichi Nakamura, Atsushi Muramatsu “One-step Solvothermal Synthesis of Cubic-shaped ITO Nanoparticles Precisely Controlled in Size and Shape and their Electrical Resistivity” *Journal of Materials Chemistry*, 2010, 20, 8153-8157.
- 11) K. Shida, R. Sahara, M. N. Tripathi, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe “Conductivity Percolation

on a Cubic Lattice with Two Different Sizes of Particles” Mater. Trans., 52 (2011) 108-111.

12) K. Shida, R. Sahara, H. Mizuseki, and Y. Kawazoe Controlling 3D Percolation Threshold of Conductor-Insulator Composites by Changing the Granular Size of Conductors Mater. Trans., 52 (2011) 2216-2219.

### <著 書>

1) 第一原理シミュレーション計算の概要と代替材料開発への適用

川添良幸、水関博志、佐原亮二

レアメタルの代替材料とリサイクル (2008) 監修：原田幸明、中村崇

2) 佐々木 隆史, 中谷 昌史, 蟹江 澄志, 村松 淳司, ”単分散酸化物粒子“, 金属ナノ・マイクロ粒子の形状・構造制御技術, 辻 賢司, (2008) 0307, pp. 95 ~ pp. 107

### (3) 受賞実績

期 日	受賞者名	主催者・賞名	理 由
2010.9.26	佐々木隆史、土井祐佳、中谷昌史、蟹江澄志、村松淳司	4 級アンモニウム塩を利用したソルボサーマル法による単分散立方体状 ITO ナノ粒子の合成	平成 22 年度化学系学協会東北大会 優秀ポスター賞

3. その他特記事項（当該年度分についてのみ記載）

- 1) 2009年2月18-20日 国際ナノテクノロジー総合展2009@東京ビッグサイト
- 2) 2009年1月27日 元素戦略/希少金属代替材料開発第3回シンポジウム@東大安田講堂
- 3) 2009年5月15日 日経産業新聞  
「液晶向け透明電極材 微細粒子を大量生産 東北大グループ技術開発」
- 4) 2009年5月19日 日刊工業新聞  
「ITO ナノ粒子 東北大が大量合成法 熱処理不要、スズ添加」
- 5) 2009年5月22日 日刊工業新聞  
「インジウム使用低減技術シンポ 東北大、透明電極向け」
- 6) 2010年3月15日 日本経済新聞  
「表面に塗れる液晶電極 三井金属・東北大 パネル価格安く」
- 7) 2010年2月18-20日 国際ナノテクノロジー総合展2010@東京ビッグサイト
- 8) 2010年2月1日 元素戦略/希少金属代替材料開発第3回シンポジウム 東大安田講堂
- 9) 2010年7月28日 東北大学一産総研 連携公開講演会 富士ソフトアキバプラザ
- 10) 2011年2月16-18日 第10回 国際ナノテクノロジー総合展・技術会議 nano tech 2011 京  
ビッグサイト
- 11) 2011年3月4日 元素戦略/希少金属代替材料開発 第5回合同シンポジウム  
笹川記念会館
- 12) 2012年2月15-17日 第11回 国際ナノテクノロジー総合展・技術会議 Nanotech2012  
東京ビッグサイト
- 13) 2012年2月29日 元素戦略/希少金属代替材料開発 第6回合同シンポジウム  
東京大学 本郷キャンパス大講堂（安田講堂）
- 14) 2012年3月1日 日経産業新聞「レアメタル使用40%減 電気伝導特性変わらず」
- 15) 2012年3月23日 日経産業新聞「テクノトレンド 誘起EL支える国産材料」

<特許>

申請・取得した特許は、総数 6 件である。

件名	発明者	出願者	国内申請		国外申請		
			申請日	取得日	国名	申請日	取得日
ITO 粉末およびその製造方法、透明導電材用塗料並びに透明導電膜		村松淳司、蟹江澄志、斎藤和久、佐藤王高、永富晶	2008. 3. 9				
ITO 粒子の製造方法、および、ITO 粉末、透明導電材用塗料並びに透明導電膜		村松淳司、蟹江澄志、斎藤和久、佐藤王高、永富晶	2009. 6. 23				
PROCESS FOR PRODUCING ITO PARTICLES, ITO POWDER, COATING MATERIAL FOR TRANSPARENT ELECTROCONDUCTIVE MATERIAL, AND TRANSPARENT ELECTROCONDUCTIVE FILM		村松淳司、蟹江澄志、斎藤和久、佐藤王高、永富晶			米国・ヨーロッパ	2009. 6. 30	
導電性酸化物及びその製造方法、並びにそれを用いた透明導電膜		中村崇、柴田悦郎、大塚誠	2009. 8. 11				
ITO 粉末、ITO 粒子の製造方法、透明導電材用塗料並びに透明導電膜		村松淳司、蟹江澄志、佐々木隆史、中村良一、田上幸治、永富晶	2009. 12. 18				
透明導電積層体付基板及びその製造方法		中村崇、大塚誠、レアンドロ アンドレス ボイジン	2010. 1. 28				

		アラベナ					
--	--	------	--	--	--	--	--



## ②透明電極向けインジウム代替材料開発

表 3. 1 1 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 (プレス発表 等)
	国内	外国	PCT <sup>※</sup> 出願	査読付き	その他	
H19Y	1件	0件	0件	0件	1件	8件
H20Y	0件	4件	0件	8件	8件	31件
H21Y	4件	0件	0件	4件	4件	46件
H22Y	2件	0件	0件	4件	2件	24件
H23Y	1件	0件	0件	9件	1件	38件

(※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約)

## (1)特許: 計12件

- ① 特願2008-094411号、  
「表示用基板及びその製造方法並びに表示装置及びその製造方法」  
出願日:平成21年3月31日
- ② 米国出願、③ 韓国出願、④ 台湾出願、⑤ 中国出願 (出願日:平成20年3月27日)
- ⑥ 特願2009-121469号  
「酸化亜鉛系結晶からなる透明膜のエッチング方法」  
出願日:平成21年5月19日
- ⑦ 特願2009-229875号  
「透明導電性酸化亜鉛系薄膜製造用のイオンプレーティング用ターゲット、および透明導電性酸化亜鉛系薄膜」  
出願日:平成21年10月1日
- ⑧ 特願2009-254346号  
「酸化亜鉛系結晶からなる薄膜のエッチング方法」  
出願日:平成21年11月5日
- ⑨ 特願2009-291275  
「酸化亜鉛系結晶からなる薄膜のパターンニング方法」  
出願日:平成21年12月22日
- ⑩ 特願2010-244553号  
「酸化亜鉛系結晶からなる薄膜のエッチング方法」  
出願日:平成22年10月29日
- ⑪ 特願2010-265776号  
「透明導電膜および透明導電膜付き基板」  
出願日:平成22年11月29日
- ⑫ 特願2012-11476号  
「透明導電性酸化亜鉛薄膜及び該透明導電性酸化亜鉛薄膜の製造方法」  
出願日:平成24年1月23日

## (2) 対外発表・広報:

## (1) 研究発表・講演

## ① 国際会議発表 計56件

- 1) T. Yamamoto, T. Yamada, A. Miyake, T. Morizane, T. Arimitsu, H. Makino and N. Yamamoto, 招待講演, “Transparent Conductive Ga-Doped ZnO Films Properties on Glass, PMMA and COP Substrates”, The 14th International Display Workshops, Sapporo Convention Center, Sapporo, Japan, December 5-7, 2007, December 7, Main Hall B, FMC5: Materials, FMC5-4 11:20 -11:40.

- 2) T. Yamada, A. Miyake, H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, 口頭講演, “Application of Low Resistivity Ga-Doped ZnO Films to 1-3 GHz Electromagnetic Interference Shielding”, The 35th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, Town and Country Hotel, San Diego, California, April 28- May 02, 2008, Optical Thin Films, Session C2-1, C2-1-10 10:40-11:00.
- 3) A. Miyake, H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, T. Yamada, 口頭講演, “Multiple Deposition Method of Producing Crack-Free Ga-Doped ZnO Films on Cyclo Olefin Polymer Substrates by Ion Plating”, The 35th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, Town and Country Hotel, San Diego, California, April 28- May 02, 2008, Optical Thin Films, Session C2-2, C2-2-8 3:30-3:50.
- 4) N. Yamamoto, T. Yamada, A. Miyake, H. Makino, S. Kishimoto, T. Yamamoto, ポスター発表, “Residual stress in Ga-doped ZnO films formed by reactive plasma deposition system”, The 7th International Conference on Coatings on Glass & Plastics, The NH Conference Center Koningshof, Eindhoven, Netherland, June 15-19, 2008, P5-18.
- 5) A. Miyake, T. Yamada, H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, ポスター発表, “Structural, electrical and optical properties of Ga-doped ZnO films on cyclo olefin polymer substrate”, The 7th International Conference on Coatings on Glass & Plastics, The NH Conference Center Koningshof, Eindhoven, Netherland, June 15-19, 2008, P5-21.
- 6) T. Yamada, A. Miyake, H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, ポスター発表, “Influence of thermal annealing on the properties of transparent conducting Ga-doped ZnO films prepared by ion plating”, The 7th International Conference on Coatings on Glass & Plastics, The NH Conference Center Koningshof, Eindhoven, Netherland, June 15-19, 2008, P5-22.
- 7) H. Makino, A. Miyake, T. Yamada, N. Yamamoto, T. Yamamoto, ポスター発表, “Substrate temperature dependences on growth characteristics of polycrystalline ZnO films on glass substrates by atomic layer deposition”, The 7th International Conference on Coatings on Glass & Plastics, The NH Conference Center Koningshof, Eindhoven, Netherland, June 15-19, 2008, P5-24.
- 8) T. Yamamoto, K. Kobayashi, J. J. Kim, E. Ikenaga, M. Kobata, S. Ueda, H. Makino, and T. Yao, 口頭講演, “Investigation of Electronic Structures on O- and Zn- Polar ZnO Single Crystal Surfaces by Hard X-ray Photoemission Spectroscopy and LDA+U Calculation”, International Conference on Electronic Materials 2008, Hilton Sydney, Sydney, Australia - 28th July to 1st August 2008, Symposium A: Wide Band Gap Materials including GaN, ZnO, SiC, Diamond, June 28, SESSION A1-S2: ZnO Materials and Devices, A1-S2.3, 11:45-12:00.
- 9) A. Miyake, H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, T. Yamada, 口頭講演, “Internal Stress in Transparent Conductive Ga-Doped ZnO Films on Polymer Substrates”, The 15th International Display Workshops (IDW), Toki Messe Niigata Convention Center, Niigata, Japan, December 3-5, 2008, Topical Session on Flexible Displays, Dec. 04, FLX3-1 13:20-13:40.
- 10) H. Makino, N. Yamamoto, A. Miyake, T. Yamada, Y. Hirashima, H. Iwaoka, T. Itoh, H. Hokari, H. Aoki, T. Yamamoto, 口頭講演, “Influence of thermal annealing on electrical and optical properties of Ga-doped ZnO thin films”, The 36th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, Town and Country Hotel, San Diego, California, April 27- May 01, 2009, April 29, Optical Thin Films for Active Devices and Microsystems, Session C2-2, C2-2-2 13:50-14:10.
- 11) T. Yamada, A. Miyake, H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, 口頭講演, “Investigation of Scattering Mechanisms in Transparent Conductive Ga-doped ZnO Films with Thicknesses of Less than 100 nm”, The 36th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, Town and Country Hotel, San Diego, California, April 27- May 01, 2009, May 01, Optical Thin Films, Session C3, C3-9 10:20-10:40.
- 12) H. Makino, N. Yamamoto, A. Miyake, T. Yamada, Y. Hirashima, H. Iwaoka, T. Itoh, H. Hokari, M. Yoshida, H. Morita, and T. Yamamoto, ポスター発表, “Ga-doped ZnO transparent conductive film as substitution for ITO common electrode in TFT-LCDs”, SID 2009 International Symposium, June 2 - 5, 2009, Henry B. Gonzalez Convention Center, San Antonio, Texas, USA, June 4, P.7.
- 13) T. Yamada, A. Miyake, H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, 口頭講演, “Thickness dependences of Hall mobility and optical mobility of transparent conducting Ga-doped ZnO films prepared by ion-plating deposition”, E-MRS 2009 Spring Meeting, Congress Center, Strasbourg, France, June 8-12, 2009, Symposium H, Synthesis, processing and characterization of nanoscale multi functional oxide films II, June 10, H6-4, 11:30-11:45.
- 14) H. Makino, N. Yamamoto, A. Miyake, T. Yamada, S. Shirakata, T. Yamamoto, ポスター発表,

- “Influence of thermal annealing on electrical properties of Ga-doped ZnO films studied by optical absorption and photoluminescence”, E-MRS 2009 Spring Meeting, June 8 - 12, 2009, Strasbourg, France, Symposium H, Synthesis, processing and characterization of nanoscale multi functional oxide films II, June 8, H-P1-33.
- 15) T. Yamamoto, A. Miyake, T. Yamamda, H. Makino, and N. Yamamoto, “Structural, electrical, optical and stress properties of highly transparent conductive Ga-doped ZnO films prepared on polymer substrates”, 2nd International Symposium on Flexible Organic Electronics (IS-FOE09): SESSION 4: Flexible substrates, encapsulation methods & materials, Porto Carras Hotel (Meliton), 8-10 July 2009, Halkidiki, Greece
  - 16) T. Yamamda, A. Miyake, H. Makino, and T. Yamamoto, “Thickness dependences of crystallographic orientations in transparent conducting Ga-doped ZnO films deposited on glass substrate by ion-plating technique with direct-current arc discharge”, 10th International Symposium on Sputtering & Plasma Processes 2009, July 8-10, 2009, Kanazawa International Hotel, Kanazawa, Japan
  - 17) T. Yamamoto, T. Yamada, H. Makino, N. Yamamoto, “Free-Carrier Scattering in Transparent Conducting ZnO Films: Grain Boundary Effect and Scattering in the Grain Bulk”, Symposium T-Functional Materials For Organic Electronic and Nanotechnology, 11th The International Conference on Advanced Materials (ICAM), September 20-25, 2009, Rio de Janeiro, Brazil
  - 18) H. Makino, T. Yamada, A. Miyake, N. Yamamoto and T. Yamamoto, “Optical absorption spectra of Ga-doped ZnO films affected by O<sub>2</sub> flow rate and post-deposition thermal annealing”, 11th International Conference on Advanced Materials (ICAM 2009), Symposium T - Functional Materials for Organic Electronic and Nanotechnology, September 20 - 25, 2009, Windsor Barra Convention Center, Rio de Janeiro, Brazil
  - 19) N. Yamamoto, S. Okabe, M. Matsubara, T. Maruyama, H. Makino, T. Yamada, S. Osone and T. Yamamoto, "Fine-Line Patterning of Transparent Ga-Doped ZnO Thin Films by Wet-Chemical Etching", 216th the Electrochemical Society (ECS) meeting, Oct. 4-9, 2009, Vienna, Austria.
  - 20) N. Yamamoto, S. Osone, H. Makino, T. Yamada and T. Yamamoto, “Formation of Optically Transparent, Electrically Conductive Ga-Doped ZnO fine patterns by Wet Chemical Etching Technique ”, 217th Electrochemical Society (ECS) Meeting, April 25-30, 2010, Vancouver, Canada.
  - 21) T. Yamamoto, A. Miyake, T. Yamada, H. Makino and N. Yamamoto, “Characteristics of Highly Transparent Conductive Ga-Doped ZnO on Polymer Substrates Prepared by Ion-Plating Deposition with dc-Arc Discharge”, The 37th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, Symposium C:Optical Thin Films, Session C2-2:Fundamental and Technology of Multifunction Thin Films towards Optoelectronic Device Applications, April 26- 30, 2010, Town and Country Hotel, San Diego, California, USA
  - 22) H. Makino, A. Miyake, T. Yamada, N. Yamamoto and T. Yamamoto, "Optical and Electrical Properties of Transparent Conductive Ga-Doped ZnO Thin Films", The 37th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF): Symposium C:Optical Thin Films, Session C2-2:Fundamental and Technology of Multifunction Thin Films towards Optoelectronic Device Applications, April 26- 30, 2010, San Diego, California, USA
  - 23) T. Yamamoto, T. Yamada, H. Makino and N. Yamamoto, “Carrier Mobility in Highly Transparent Conducting Ga-Doped ZnO Polycrystalline Films:grain boundary effect and scattering in the grain bulk”, E-MRS Spring Meeting, Symposium E:Frontiers of Multifunctional Oxides, June 07-11, 2010, Strasbourg, France
  - 24) H. Makino, T. Yamada, N. Yamamoto, H. Oji, T. Honma, and T. Yamamoto, "Fluorescence XAFS Analysis of Local Structures in Ga-Doped ZnO Films", European Material Research Society (E-MRS) Spring Meeting: Symposium E: Frontiers of Multifunctional Oxides, June 07-11, 2010, Strasbourg, France,
  - 25) A. Senjyu, T. Yamamoto, H. Makino, T. Yamamoto, N. Yamamoto and T. Yamamoto, “Improvement of Moisture Resistance of Highly Transparent Conducting Ga-Doped ZnO Films by Indium Corporation”, E-MRS Spring Meeting, Symposium E:Frontiers of Multifunctional Oxides, June 07-11, 2010, Strasbourg, France
  - 26) N. Yamamoto, H. Makino, S. Osone, A. Ujihara, T. Ito, Hitoshi. H, T. Maruyama, and T. Yamamoto, “Development of Ga-doped ZnO Transparent Electrodes for Liquid Crystal Display Panels ”, International Conference on Coatings on Glass and Plastics (ICCG8), June 13-17, 2010, Braunschweig, Germany.
  - 27) H. Makino, T. Yamada, N. Yamamoto and T. Yamamoto, "Electrical, Optical and Structural Properties of Ga-Doped ZnO Thin Films Affected by Post-Deposition Thermal Annealing", 8th International

- Conference on Coatings on Glass and Plastics (ICCG): Session 5: Thin Film Properties, Jun 13-17, 2010, Braunschweig, Germany.
- 28) T. Yamamoto, T. Yamada, H. Makino, N. Yamamoto, Y. Hitashima, H. Iwaoka, T. Itoh, A. Ujihara, H. Hokari and H. Morita, "Applications of ZnO-Based Transparent Electrodes to TFT-LCDs as Substitution for ITO", Invited, 5th Forum on New Materials, Symposium FI-3 Applications: IL June 13-18, 2010, Montecatini Terme, Italy
  - 29) H. Makino, T. Yamada, N. Yamamoto and T. Yamamoto, "Heat resistance of Ga-doped ZnO films deposited by ion-plating with DC-arc discharge: Impact of O<sub>2</sub> flow rate during deposition", 35th IEEE Photovoltaic Specialist Conference (PVSC35): Area2: CIGS and CdTe Thin Film Solar Cells and Related Materials: CIGS & CdTe: CIGS 1 and Transparent Conductive Oxides, June 20-25, 2010, Hawaii Convention Center, Honolulu, Hawaii, USA
  - 30) T. Yamamoto, T. Yamada, H. Makino and N. Yamamoto, "Highly Transparent Conducting ZnO Films: an Attractive Potential for Substitution for ITO, Control of Electrical and Optical Properties on Ga-Doped ZnO Films on Glass and Polymer Substrates", Invited, 17th International Workshop on Active-Matrix Flat Panel Displays and Devices(AM-FPD): Session 4:New Materials for FPDs, July 5-7, Tokyo Institute of Technology, Tokyo, Japan
  - 31) N. Yamamoto, S. Osone, H. Makino, T. Yamada and T. Yamamoto, "Influence of Alkaline Chemicals on Electrical and Optical Characteristics of Ga-doped ZnO Transparent Thin Films "218th Electrochemical Society (ECS) Meeting, Oct. 10 -15, 2010, Las Vegas, USA
  - 32) H. Makino, T. Yamada, N. Yamamoto and T. Yamamoto "Optical absorption spectra of transparent conductive Ga-doped ZnO thin films affected by Zn desorption", E-MRS 2010 Fall Meeting, Symposium B, Semiconducting oxides, September 15, 2010, Warsaw University of Technology, Warsaw, Poland
  - 33) T. Yamada, H. Makino, N. Yamamoto, and T. Yamamoto, "Spectroscopic ellipsometry study on transparent conductive Ga-doped ZnO thin films deposited by ion-plating with DC arc discharge", AVS 57th International Symposium and Exhibition, October 17-22, 2010, Albuquerque, New Mexico, USA
  - 34) A. Senjuh, N. Kuroiwa, T. Yamamoto, Y. Sato, H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, "Preparation of Ga-doped ZnO Tablets and Application to Thin Films Deposited by Ion-plating Method" (Invited), The 3rd International Congress on Ceramics (ICC3), Symposium 6: Advances in Electro Ceramics, Nov. 14-18, 2010, Osaka, Japan
  - 35) T. Yamamoto, Y. Sato, H. Makino, N. Yamamoto, "Carrier transport through grain boundaries in highly transparent conductive Ga-doped ZnO polycrystalline films", 7th International Conference and Exhibition on Ceramic Interconnect and Ceramic Microsystems Technologies (CICMT 2011), April 5-7, 2011, THE WESTGATE HOTEL, San Diego, California, USA
  - 36) N. Yamamoto, H. Makino, Y. Sato and T. Yamamoto, "Controlled Formation of ZnO Fine-pattern Transparent Electrodes by Wet-Chemical Etching", 219th Electrochemical Society Meeting, May 1-6, 2011, Montreal, Canada
  - 37) H. Makino, Y. Sato, N. Yamamoto and T. Yamamoto, "Changes in electrical and optical properties of polycrystalline Ga-doped ZnO thin films due to thermal desorption of zinc", 38th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films 2011 (ICMCTF), May 2-6, 2011, Town and Country Hotel, San Diego, USA
  - 38) Y. Sato, H. Makino, N. Yamamoto and T. Yamamoto, "Structural, electrical and moisture resistance properties of Ga-doped ZnO films", 38th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films 2011 (ICMCTF), May 2-6, 2011, Town and Country Hotel, San Diego, USA
  - 39) T. Yamamoto, Y. Sato, H. Makino and N. Yamamoto, "Carrier mobility in highly transparent conducting Ga-doped ZnO polycrystalline films: Theory and Experimental" E-MRS 2011 SPRING MEETING, Symposium D: Synthesis, processing & characterization of nanoscale multi functional oxide films III, May 9-13, 2011, Congress Center NICE - ACROPOLIS, Nice, France
  - 40) H. Makino, T. Shibata, Y. Sato, N. Yamamoto, T. Sasaki, and T. Yamamoto, "Structural and electrical properties of Ga-doped ZnO thin films deposited on nanosheet seed layer", E-MRS 2011 SPRING MEETING, Symposium D: Synthesis, processing & characterization of nanoscale multi functional oxide films III, May 9-13, 2011, Congress Center NICE - ACROPOLIS, Nice, France
  - 41) N. Yamamoto, H. Makino, Y. Sato, K. Morisawa and T. Yamamoto, "Development of Ga-doped ZnO Transparent Electrodes as Alternatives for ITO Electrodes in Liquid Crystal Displays", 2011SID (Society for Information Display) Display week, May 15-20, 2011, Los Angeles, USA
  - 42) T. Yamamoto, H.P. Song, H. Makino and N. Yamamoto, "Dominant Role Of Grain Boundary Scattering On Carrier Transport Of Highly Transparent Conductive Ga-Doped ZnO Films", 19th Annual

- International Conference on Composites or Nano Engineering (ICCE-19), July 24-30, 2011, Shanghai, China
- 43) T. Yamamoto, H. P. Song, H. Makino and N. Yamamoto, "Carrier transport through grain boundaries in highly transparent conductive Ga-doped ZnO films for use in LCD-TV", IUMRS International Conference in Asia 2011, Symposium E1.Oxide /nitride for electronic applications, September 19-22, 2011, Taipei World Trade Center Nangang Exhibition Hall, Taipei, Taiwan
  - 44) H. Makino, T. Shibata, Y. Sato, N. Yamamoto, T. Sasaki, and T. Yamamoto, "Impact of seed layer of unilamellar nanosheets on moisture resistance of transparent conductive Ga-doped ZnO films deposited on glass substrates", IUMRS International Conference in Asia 2011, Symposium E1.Oxide /nitride for electronic applications, September 19-22, 2011, Taipei World Trade Center Nangang Exhibition Hall, Taipei, Taiwan
  - 45) T. Yamamoto, H. P. Song, H. Makino and N. Yamamoto, "Carrier transport through grain boundaries in highly transparent conductive ZnO films", Nanotechnology for advanced Materials Symposium, September 23-24, 2011, Promotion Center for Global Materials Research, National Cheng Kung University, Tainan, Taiwan
  - 46) H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, T. Shibata, T. Sasaki, "Structural and electrical properties of Ga-doped ZnO thin films deposited on nanosheet seed layer", Nanotechnology for advanced Materials Symposium, September 23-24, 2011, Promotion Center for Global Materials Research, National Cheng Kung University, Tainan, Taiwan
  - 47) H. Makino, N. Yamamoto, and T. Yamamoto, "What are the Pros and Cons of Zinc Oxide-based transparent conductive films?: Key ingredient in the recipe for success", 2011 International Conference on Transparent Conductive Film, October 5, 2011, Taipei World Trade Center, Taipei, Taiwan
  - 48) N. Yamamoto, K. Morisawa, H. Makino and T. Yamamoto, "ZnO-based Transparent Electrodes for LCDs", 220th Electrochemical Society Meeting, Oct. 9 -14, 2011, Boston, USA.
  - 49) T. Yamamoto, "What is a Key Ingredient in the Recipe for Nano-Technology Success?: Application of ZnO films as an Alternative of ITO Electrodes in TFT-LCD Panels and Wide Application", the 1st Annual World Congress of Nano Science&Technology, Track 2: Quantum Nano- Electronics & Semiconductors, Oct. 21-27, 2011, Dalian, China
  - 50) H. Makino, T. Shibata, N. Yamamoto, T. Sasaki, and T. Yamamoto, "Enhancement of c-axis orientation of Ga-doped ZnO films deposited on unintentionally heated glass substrates using nanosheet seed layer", AVS 58th International Symposium, Transparent Conductors and Printable Electronics, November 3, 2011, Nashville Convention Center, Nashville, USA
  - 51) T. Yamamoto, H. P. Song, H. Makino and N. Yamamoto, "Carrier mobility in highly transparent conducting Ga-doped ZnO polycrystalline films: Theory and Experiment", The 21st MRS-Japan Academic Symposium, Session D "Syntheses, Characterizations and Applications of Oxide Nanocomposites Materials", Dec 19-20, 2011, Yokohama, Japan
  - 52) H. Makino, H. Song, N. Yamamoto and T. Yamamoto, "Degradation of Transparent Conductive Ga-doped ZnO Films by Post-deposition Thermal Annealing: Influence of Annealing Environment", The 21st MRS-Japan Academic Symposium, Session D "Syntheses, Characterizations and Applications of Oxide Nanocomposites Materials", Dec 19-20, 2011, Yokohama, Japan
  - 53) H. Song, H. Makino, N. Yamamoto and T. Yamamoto, "Control of stability performance for Ga-doped ZnO films by Indium co-doping", The 21st MRS-Japan Academic Symposium, Session D "Syntheses, Characterizations and Applications of Oxide Nanocomposites Materials", Dec 19-20, 2011, Yokohama, Japan
  - 54) T. Yamamoto, H. P. Song, H. Makino, N. Yamamoto, "Dominant Roles of Grain Boundaries on Carrier Transport of Highly Transparent Conductive Ga-doped ZnO Polycrystalline Films", Invited, 2012 MRS Spring Meeting & Exhibit, Symposium HH: Nanocomposites, Nanostructures, and Heterostructures of Correlated Oxide Systems, HH7: ZnO, Transparent Conducting Oxides, April 9-13, 2012, Moscone West Convention Center, Marriott Marquis, San Francisco, California, USA
  - 55) H. P. Song, H. Makino, N. Yamamoto and T. Yamamoto, "Enhanced stability performance for Ga-doped ZnO films by indium co-doping", The 39th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF): Symposium C: Optical Thin Films, Session C4-1: Transparent Conductive Films, April 23-27, 2012, San Diego, California, USA
  - 56) H. Makino, T. Shibata, H. Song, N. Yamamoto, T. Sasaki, and T. Yamamoto "Temperature dependence of electrical properties in polycrystalline Ga-doped ZnO films deposited on oxide nanosheet seed layer", The 39th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF): Symposium C:

Optical Thin Films, Session C4-1: Transparent Conductive Films, April 23-27, 2012, San Diego, California, USA

② 国内学会発表 計 36 件

- 1) 山田 高寛, 有光 徹紘, 森實 敏之, 三宅 亜紀, 牧野 久雄, 山本 直樹, 山本 哲也, 「イオンプレーティング法により成膜した透明導電性 Ga 添加酸化亜鉛薄膜の熱処理効果」、第 25 回プラズマプロセス研究会(SPP-25)、2008 年 1 月 23-25 日, 山口県教育会館
- 2) 山田 高寛, 有光 徹紘, 森實 敏之, 三宅 亜紀, 牧野 久雄, 山本 直樹, 山本 哲也, 「イオンプレーティング法によりガラス基板上に成膜した透明導電性 Ga 添加酸化亜鉛薄膜の a 軸及び c 軸配向性」、第 25 回プラズマプロセス研究会(SPP-25)、2008 年 1 月 23-25 日, 山口県教育会館
- 3) 三宅亜紀, 山田高寛, 牧野久雄, 山本直樹, 山本哲也, 「反応性プラズマ蒸着法による Ga 添加 ZnO 多層成膜の下地層の影響」、2008 年春季第 55 回応用物理学関係連合講演会, 2008 年 3 月 27-30 日, 日本大学理工学部 船橋キャンパス
- 4) 山田高寛, 三宅亜紀, 牧野久雄, 山本直樹, 山本哲也, 「Ga 添加 ZnO 透明導電膜の熱処理による粒界での Ga 偏析」、2008 年春季第 55 回応用物理学関係連合講演会, 2008 年 3 月 23-25 日, 日本大学理工学部 船橋キャンパス
- 5) 山本哲也, 山田高寛, 三宅亜紀, 牧野久雄, 山本直樹, 2008 年春季第 55 回応用物理学関係連合講演会, 2008 年 3 月 27-30 日, 日本大学理工学部 船橋キャンパス, 第 42 回応用物理学会スクール, ZnO 系半導体の結晶成長、デバイスの基礎 15:50 ~ 16:40, 「透明導電膜と薄膜トランジスタ応用」
- 6) 山本直樹, 牧野久雄, 山田高寛, 三宅亜紀, 平島義典, 岩岡啓明, 保莉一志, 青木久, 山本哲也, 「反応性プラズマ蒸着法およびスパッタ法で製膜した Ga 添加 ZnO 薄膜の熱安定性 (1)」, 2008 年秋季 第 69 回応用物理学会学術講演会, 2008 年 9 月 05 日, 中部大学
- 7) 牧野久雄, 山本直樹, 三宅亜紀, 山田高寛, 平島義典, 岩岡啓明, 保莉一志, 青木久, 山本哲也, 「反応性プラズマ蒸着法およびスパッタ法で製膜した Ga 添加 ZnO 薄膜の熱安定性 (2)」, 2008 年秋季 第 69 回応用物理学会学術講演会, 2008 年 9 月 05 日, 中部大学
- 8) 三宅亜紀, 山本直樹, 山田高寛, 牧野久雄, 山本哲也, 「反応性プラズマ蒸着法により作製した樹脂基板上 Ga 添加 ZnO 薄膜中の熱応力」、2008 年秋季 第 69 回応用物理学会学術講演会, 2008 年 9 月 05 日, 中部大学
- 9) 山田 高寛, 有光 徹紘, 森實 敏之, 三宅 亜紀, 牧野 久雄, 山本 直樹, 山本 哲也, 「反応性プラズマ蒸着法により成膜した Ga 添加 ZnO 薄膜の可視光学スペクトルの評価」、2008 年秋季 第 69 回応用物理学会学術講演会, 2008 年 9 月 05 日, 中部大学
- 10) 山本哲也, 山田高寛, 三宅亜紀, 牧野久雄, 山本直樹, 基調講演「酸化亜鉛透明導電膜におけるマイクロ構造と電気・光学特性：どこまで制御可能か」, 日本金属学会 2008 年秋期大会, 平成 20 年 9 月 23 日, シンポジウム S5 情報・電子材料の新展開：構造の制御と機能の発現
- 11) 山本哲也, 山田高寛, 三宅亜紀, 牧野久雄, 山本直樹, 「ZnO 透明導電膜：成膜法と構造、機能、および制御」、応用物理学会シンポジウム「ワイドギャップ酸化半導体の進展と今後の展望」2009 年春季 第 56 回応用物理学関係連合講演会, 2009 年 3 月 30 日, 筑波大学
- 12) 牧野久雄, 三宅亜紀, 山田高寛, 山本直樹, 白方祥, 山本哲也, 「RPD 法によって製膜した Ga 添加 ZnO 膜の光吸収および発光特性に与える熱処理の影響」、2009 年春季 第 56 回応用物理学関係連合講演会, 2009 年 4 月 01 日, 筑波大学
- 13) 山田高寛, 三宅亜紀, 牧野久雄, 山本直樹, 山本哲也, 「反応性プラズマ蒸着法により成膜した GZO 膜の膜厚に対する電子散乱機構の変化」2009 年春季 第 56 回応用物理学関係連合講演会, 2009 年 4 月 01 日, 筑波大学
- 14) 山本直樹, 岡部哲, 松原将英, 丸山岳人, 大曾根聡, 岩岡啓明, 保莉一志, 牧野久雄, 山田高寛, 三宅亜紀, 山本哲也, 「化学エッチング液を用いた Ga 添加 ZnO 透明導電膜における微細配線加工技術の開発」, 2009 年春季 第 56 回応用物理学関係連合講演会, 2009 年 4 月 01 日, 筑波大学
- 15) 三宅亜紀, 山本直樹, 山田高寛, 牧野久雄, 山本哲也, 「シクロオレフィンポリマー (COP) 基板上 Ga 添加 ZnO 薄膜の残留応力と電気特性」、2009 年春季 第 56 回応用物理学関係連合講演会

- 演会，筑波大学
- 16) 山田高寛，牧野久雄，山本直樹，山本哲也、「RPD 法により成膜した GZO 薄膜の膜特性に関する基板位置とプラズマ状態との関係」2009 年秋季 第 70 回応用物理学会学術講演会、2009 年 9 月 10 日、富山大学
  - 17) 牧野久雄，山田高寛，山本直樹，山本哲也、「反応性プラズマ蒸着法により製膜した Ga ドープ ZnO 薄膜の光吸収スペクトル」2009 年秋季 第 70 回応用物理学会学術講演会、2009 年 9 月 10 日、富山大学
  - 18) 山本直樹，大曾根聡，牧野久雄，山田高寛，山本哲也、「湿式化学エッチング技術による ZnO 透明導電薄膜の微細配線加工」2009 年秋季 第 70 回応用物理学会学術講演会、2009 年 9 月 10 日、富山大学
  - 19) 牧野久雄，三宅亜紀，山田高寛，山本直樹，陰地 宏，本間徹生，山本哲也、「蛍光 XAFS 法による Ga ドープ ZnO 透明導電膜の局所構造解析」、2010 年春季第 57 回応用物理学関係連合講演会、2010 年 3 月 18 日、東海大学
  - 20) 山田高寛，牧野久雄，山本直樹，山本哲也、「反応性プラズマ蒸着法により成膜した Ga 添加 ZnO 薄膜における真性欠陥の制御」、2010 年春季第 57 回応用物理学関係連合講演会、2010 年 3 月 18 日、東海大学
  - 21) 千住晶，黒岩信幸，山本泰生，山田高寛，牧野久雄，山本直樹，山本哲也、「GZO 透明導電膜における In 微量添加による耐湿性の向上」、2010 年春季第 57 回応用物理学関係連合講演会、2010 年 3 月 18 日、東海大学
  - 22) 山本直樹，大曾根聡，牧野久雄，山田高寛，山本哲也、「アルカリ性化学薬液の Ga 添加 ZnO 透明導電薄膜の電気特性および光学特性への影響」、2010 年春季第 57 回応用物理学関係連合講演会、2010 年 3 月 18 日、東海大学
  - 23) 山本直樹，牧野久雄，佐藤泰史，山本哲也、「ウェットエッチング法による酸化亜鉛透明電極形成技術」，2010 年秋季 第 71 回応用物理学会学術講演会、2010 年 9 月 15 日、長崎大学
  - 24) 佐藤泰史，山田高寛，牧野久雄，山本直樹，山本哲也、「反応性プラズマ蒸着法により作製した Ga ドープ ZnO 薄膜の耐湿熱性に対する成膜時の酸素流量依存性」、2010 年秋季 第 71 回応用物理学会学術講演会、2010 年 9 月 15 日、長崎大学
  - 25) 山本哲也，山田高寛，佐藤泰史，牧野久雄，山本直樹、「Ga 高添加 ZnO 透明導電膜における構造・電気特性の膜厚依存性」2010 年秋季 第 71 回応用物理学会学術講演会、2010 年 9 月 15 日、長崎大学
  - 26) 山本哲也，佐藤泰史，牧野久雄，山本直樹、「Ga 添加酸化亜鉛透明導電膜におけるキャリア輸送現象の制御因子」、2011 年春季 第 58 回応用物理学関係連合講演会「薄膜・表面分科内招待講演」、2011 年 3 月 24-27 日、神奈川工科大
  - 27) 牧野久雄，柴田竜雄，佐藤泰史，山本直樹，佐々木高義，山本哲也、「無機ナノシート上に成膜した Ga 添加 ZnO 薄膜の構造および電気特性」、2011 年春季 第 58 回応用物理学関係連合講演会、2011 年 3 月 24-27 日、神奈川工科大
  - 28) 佐藤泰史，牧野久雄，山本直樹，山本哲也、「反応性プラズマ蒸着法により作製した Ga ドープ ZnO (GZO) 薄膜の耐湿熱特性」、2011 年春季 第 58 回応用物理学関係連合講演会、2011 年 3 月 24-27 日、神奈川工科大
  - 29) 山本哲也，宋華平，牧野久雄，山本直樹「多結晶ガリウム添加酸化亜鉛透明導電膜での粒界におけるキャリア輸送」、2011 年秋季 第 72 回応用物理学会学術講演会「薄膜・表面分科内招待講演」、2011 年 8 月 29 日～9 月 2 日、山形大学
  - 30) 牧野久雄，柴田竜雄，山本直樹，佐々木高義，山本哲也、「無加熱ガラス基板上の GZO 膜に対するナノシートシード層の効果」、2011 年秋季 第 72 回応用物理学会学術講演会、2011 年 8 月 29 日～9 月 2 日、山形大学
  - 31) 山本直樹，森澤 桐彦，牧野久雄，山本哲也、「ウェットエッチング法による 2 μm 幅 ZnO 透明電極の形成」，2011 年秋季 第 72 回応用物理学会学術講演会、2011 年 9 月 2 日、山形大学
  - 32) 山本哲也，宋華平，牧野久雄、「酸化亜鉛における価電子状態制御：局在状態と非局在状態」、2012 年春季 第 59 回応用物理学関係連合講演会、シンポジウム「不純物機能活性型材料の機能制御とデバイス応用：機能核モデル」、2012 年春季 第 59 回応用物理学関係連合講演会、2012 年 3 月 15-18 日、早稲田大学

- 33) Hisao Makino, Huaping Song, Naoki Yamamoto, Tatsuo Shibata, Takayoshi Sasaki, Tetsuya Yamamoto、「Control of microstructure and its influences on moisture resistance property in polycrystalline Ga-doped ZnO films」、2012 年春季 第 59 回応用物理学関係連合講演会、2012 年 3 月 15-18 日、早稲田大学
  - 34) 牧野久雄, 宋 華平, 山本直樹, 山本哲也、「Ga ドープ ZnO 透明導電膜における亜鉛の熱脱離と耐湿熱特性」、2012 年春季 第 59 回応用物理学関係連合講演会、2012 年 3 月 15-18 日、早稲田大学
  - 35) 宋 華平, 牧野久雄, 山本直樹, 山本哲也、「Control of humidity resistance properties of 100-nm-thick Ga-doped ZnO films by indium co-doping」2012 年春季 第 59 回応用物理学関係連合講演会、2012 年 3 月 15-18 日、早稲田大学
  - 36) 山本哲也, Huaping Song, 牧野久雄, 山本直樹、「酸化亜鉛透明導電膜：液晶ディスプレイテレビ用 ITO 代替と更なる応用へ」、2012 年電子情報通信学会総合大会、2012 年 3 月 20~23 日、岡山大学
- ③ その他（技術セミナー、研究会、講演会） 計 25 件
- 1) 山本哲也、「酸化亜鉛透明導電膜の物性制御」～ガラス基板上製膜から樹脂基板上製膜へ～、財団法人ファインセラミックスセンター 先端技術基礎セミナー、2007.12.20、財団法人ファインセラミックスセンター 2F 研修室
  - 2) 山本哲也、「岐路に立つ酸化亜鉛透明導電膜」、情報機構セミナー、2008 年 2 月 22 日 12:30-16:30、きゅりあん 5 階第 1 講習室
  - 3) 山本 哲也、「酸化亜鉛ベースの透明電極材料の開発」、電子ジャーナル第 186 回テクニカルセミナー 透明電極材料の最前線、2008 年 5 月 21 日、総評会館
  - 4) 山本 哲也、「第 5 講 レアメタル代替材料としての酸化亜鉛の可能性」、株式会社エヌ・ティー・エス 希少金属（レアメタル）の埋蔵量分析と今後の展望、2008 年 6 月 10 日 15:35-16:35、エヌ・ティー・エス セミナールーム
  - 5) 山本哲也、「ガラス基板および樹脂基板上に製膜された酸化亜鉛透明導電膜の特性—インジウム使用量 7.5%削減液晶パネル製造技術の確立を目指して」、高分子同友会招待講演、2008 年 8 月 25 日（火）
  - 6) 山本哲也、山田高寛、三宅亜紀、牧野久雄、山本直樹、「酸化亜鉛透明導電膜の特徴と実用化への課題」、第 26 回『ナノテク部会』研究会、平成 20 年 9 月 12 日（金）、幕張メッセ国際会議場 303 会議室
  - 7) 山本哲也、山田高寛、牧野久雄、山本直樹、「酸化亜鉛透明導電膜：構造と制御、および特性」、日本学術振興会透明酸化物光・電子材料第 166 委員会 研究会、2008 年 11 月 21 日、アイビーホール青学会館グローリー館 3 階
  - 8) 山本哲也「酸化亜鉛ベースの透明電極材料の開発」、電子ジャーナル 第 401 回 Technical Seminar 透明電極材料の最前線★徹底検証、2009 年 5 月 18 日（月）、総評会館
  - 9) 山本哲也、「透明酸化物における耐環境性向上と環境変化センシング技術とにおける トレードオフ特性を利用した産業創出」、日本学術振興会戦略的イノベーション創出推進事業のためのワークショップ、2009 年 6 月 19 日、JST 三番町 1 階会議室
  - 10) 山本哲也、山田高寛、牧野久雄、山本直樹、「非インジウム系透明導電膜の動向」、映像情報メディア学会 アントレプレナー・エンジニアリング研究会、2009 年 6 月 26 日、機械振興会館 地下 3 階 1 号会議室
  - 11) 山本哲也、「酸化亜鉛透明導電膜：応用から基礎へ、差別化への課題」、技術情報協会セミナー 《ITO 代替に向けた》透明導電膜の材料設計と製膜技術、2009 年 8 月 26 日、北とぴあ
  - 12) 山本哲也、「酸化 Zn 系透明電極材料の開発と最新動向」、Electronic Journal 第 417 回 Technical Seminar 透明導電膜・材料の最前線★徹底検証、2009 年 11 月 17 日、総評会館
  - 13) 山本哲也、「酸化亜鉛”摺り合わせ材料”における発明とイノベーション戦略」、H21 年度都市エリア in 島根、2009 年 11 月 19 日、くにびきメッセ
  - 14) 山本哲也「酸化亜鉛透明導電膜—透明性と導電性、いかなる制御で両立となるか—」、第 8 回太陽光発電プロジェクト講演会、2010 年 1 月 18 日、宮崎大学



- 15) 山本哲也、「酸化亜鉛透明電極：研究開発成果と今後の研究開発戦略」、第5回酸化亜鉛フォーラム、2010年1月28日、秋葉原アキバホール
- 16) 山本哲也、「酸化亜鉛透明導電膜：学術上の課題と解決策、応用上の課題と解決の見通し」、透明酸化物光・電子材料第166委員会第47回研究会「脱インジウム透明導電膜の研究開発最前線」、平成22年1月29日（金）、青山学院大学 アイビーホール青学会館グローリー館
- 17) 山本哲也、「透明電極向けインジウム代替材料開発」、元素戦略／希少金属代替材料開発＜第4回合同シンポジウム＞、平成22年02月1日、東京大学 安田講堂
- 18) 山本哲也「酸化亜鉛透明導電膜とその応用」、島根産業技術センター主催一般講演会、23010年2月5日、島根産業技術センター
- 19) 山本哲也「酸化亜鉛系透明電極の開発と最新動向」、情報機構セミナー、2010年2月12日、総評会館
- 20) 山本哲也「ナノスケールからのボトムアップ志向：酸化亜鉛透明導電膜の設計的制御」、nano tech 2010、2010年2月18～19日、東京ビッグサイト
- 21) 山本哲也「酸化亜鉛透明導電膜の現状と応用」、Electronic Journal 第507回 Technical Seminar、2010年5月26日、総評会館
- 22) 山本哲也「酸化亜鉛透明導電膜の現状と今後の展開」、シンポジウム：レアメタル資源の現状と将来動向ならびに代替材料の開発に関するシンポジウム、(独)日本学術振興会・光電相互変換第125委員会、2011年11月18日、明治大学紫紺館（駿河台キャンパス）
- 23) 山本哲也、～グラフェン、CNT、ZnO～各種アプローチから見るITO代替戦線、2011年12月12日10:30～16:15、東京・品川区大井町 きゅりあん 5F 第3講習室
- 24) 山本 哲也、「透明電極向けインジウム代替材料開発」、元素戦略／希少金属代替材料開発第6回シンポジウム、2012年2月29日、東京大学 安田講堂
- 25) 山本哲也、「ポリマー基板上酸化亜鉛透明導電膜の特性と課題」、日経BP社 Tech-On セミナー「ITO代替に向けた透明導電フィルムの開発最前線」、2012年04月16日（月）、JA共済ビル カンファレンスホール

(2) 文献

① 学術論文 計25件

- 1) T. Yamamoto, T. Yamada, A. Miyake, H. Makino, and N. Yamamoto, "Ga-doped zinc oxide: An attractive potential substitute for ITO, large-area coating, and control of electrical and optical properties on glass and polymer substrates", Journal of the Society for Information Display - July 2008 - Volume 16, Issue 7, pp. 713-719
- 2) T. Yamamoto, T. Yamada, A. Miyake, T. Morizane, T. Arimitsu, H. Makino, and N. Yamamoto, "Properties of Transparent Conductive Ga-Doped ZnO Films on Glass, PMMA and COP Substrates", IEICE TRANSACTIONS on Electronics, E91-C, No.10, pp.1547-1553, Oct.01. 2008.
- 3) T. Yamada, T. Morizane, T. Arimitsu, A. Miyake, H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, "Application of low resistivity Ga-doped ZnO films to transparent electromagnetic interference shielding material", Thin Solid Films, Volume 517, Issue 3, 1 December 2008, Pages 1027-1031
- 4) A. Miyake, T. Yamada, H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, "Effect of substrate temperature on structural, electrical and optical properties of Ga-doped ZnO films on cycro olefin polymer substrate by ion plating deposition", Thin Solid Films, Volume 517, Issue 3, 1 December 2008, Pages 1037-1041
- 5) Naoki Yamamoto, Takahiro Yamada, Aki Miyake, Hisao Makino, and Tetsuya Yamamoto, "Relationship between residual stress and crystallographic structure in Ga-doped ZnO film", Journal of The Electrochemical Society, 155, (9), J225-J20, 2008.
- 6) A. Miyake, T. Yamada, H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, "Structural, electrical and optical properties of Ga-doped ZnO films on cyclo-olefin polymer substrates", Thin Solid Films, Volume 517, Issue 10, 31 March 2009, Pages 3130-3133
- 7) T. Yamada, A. Miyake, H. Makino, N. Yamamoto, T. Yamamoto, "Effect of thermal annealing on electrical properties of transparent conductive Ga-doped ZnO films prepared by ion-plating using direct-current arc discharge", Thin Solid Films, Volume 517, Issue 10, 31 March 2009, Pages 3134-3137
- 8) H. Makino, A. Miyake, T. Yamada, N. Yamamoto, T. Yamamoto, "Influence of substrate temperature and Zn-precursors on atomic layer deposition of polycrystalline ZnO films on glass", Thin Solid Films, Volume 517, Issue 10, 31 March 2009, Pages 3138-3142

- 9) Naoki Yamamoto, Satoshi Okabe, Masahide Matsubara, Taketo Maruyama, Hisao Makino, Takahiro Yamada, Satoshi Osone, and Tetsuya Yamamoto, "Fine-line patterning of transparent Ga-doped ZnO thin films by wet-etching", ECS Transactions 25 (27), 25-34, 2009.
- 10) A. Miyake, T. Yamada, H. Makino, N. Yamamoto and T. Yamamoto, "Properties of Highly Transparent Conductive Ga-Doped ZnO Films prepared on Polymer Substrates by Reactive Plasma Deposition with DC Arc Discharge", J. Photopolym. Sci. Technol. 22, No.4 (2009) pp. 497-502.
- 11) H. Makino, N. Yamamoto, A. Miyake, T. Yamada, T. Yamamoto, H. Iwaoka, T. Itoh, Y. Hirashima, H. Hokari, M. Yoshida, and H. Morita, "Ga-doped ZnO transparent conductive film as substitution for ITO common electrode in TFT-LCDs", SID International Symposium Digest of Technical Papers, Volume 40, Issue 1, pp. 1103-1106 (2009 June)
- 12) H. Makino, N. Yamamoto, A. Miyake, T. Yamada, Y. Hirashima, H. Iwaoka, T. Itoh, H. Hokari, H. Aoki, and T. Yamamoto, "Influence of thermal annealing on electrical and optical properties of Ga-doped ZnO thin films", Thin Solid Films, Volume 518, Issue 5, 31 December 2009, Pages 1386-1389
- 13) T. Yamada, H. Makino, N. Yamamoto and T. Yamamoto, "Ingrain and grain boundary scattering effects on electron mobility of transparent conducting polycrystalline Ga-doped ZnO films", J. Appl. Phys., Vol. 107, p. 123534 (2010).
- 14) H. Makino, T. Yamada, N. Yamamoto, and T. Yamamoto, "Heat Resistance of Ga-doped ZnO Films Deposited by Ion-plating with DC-arc Discharge: Impact of O<sub>2</sub> Flow Rate during Deposition", Photovoltaic Specialists Conference (PVSC), 2010 35th IEEE (2010) Page(s): 002459 - 002462
- 15) N. Yamamoto, H. Makino, T. Yamada, A. Miyake, Y. Hirashima, H. Iwaoka, T. Ito, H. Hokari, H. Morita and T. Yamamoto, "Heat Resistance of Ga-Doped ZnO Thin Films for Application as Transparent Electrodes in Liquid Crystal Displays", J. Electrochem. Soc. 157, J13-J20, 2010.
- 16) H. Makino, T. Yamada, N. Yamamoto, and T. Yamamoto, "Effects of the O<sub>2</sub> flow rate and post-deposition thermal annealing on the optical absorption spectra of Ga-doped ZnO films", Thin Solid Films, Volume 519, Issue 5, 30 December 2010, Pages 1521-1524
- 17) Naoki Yamamoto, Satoshi Osone, Hisao Makino and Tetsuya Yamamoto, "Influence of Alkaline Chemicals on Electrical and Optical Characteristics of Ga-doped ZnO Transparent Thin Films", ECS Transactions 33 (31), 29-36, 2011.
- 18) Naoki Yamamoto, Hisao Makino, Yasushi Sato and Tetsuya Yamamoto, "Development of Ga-doped ZnO Transparent Electrodes as Alternatives for ITO Electrodes in Liquid Crystal Displays", SID 2011 digest of technical papers, pp. 1375-1378, 2011, ISSN: 0097-966X.
- 19) Tetsuya Yamamoto, Huaping Song, Hisao Makino and Naoki Yamamoto, "Dominant role of grain boundary scattering on carrier transport of highly transparent conductive Ga-doped ZnO Films", World Journal of Engineering, 8, Issue Supplement (Sept. 01) (2011) pp. 1251-1252.
- 20) Naoki Yamamoto, Hisao Makino, Yasushi Sato and Tetsuya Yamamoto, "Controlled Formation of ZnO Fine-pattern Transparent Electrodes by Wet-Chemical Etching", ECS Transactions, Volume 35 (8), "Processes at the Semiconductor Solution Interface 4", 167-172, 2011.
- 21) Naoki Yamamoto, Hisao Makino and Tetsuya Yamamoto, "Young's Modulus and Coefficient of Linear Thermal Expansion of ZnO Conductive and Transparent Ultra-Thin Films", Advances in Materials Science and Engineering, Volume 2011, Article ID 136127, 10 pages, 2011. doi:10.1155/2011/136127, Hindawi Publishing Corporation, ISSN: 1687-8434.
- 22) Yasushi Sato, Hisao Makino, Naoki Yamamoto, Tetsuya Yamamoto, "Structural, electrical and moisture resistance properties of Ga-doped ZnO films", Thin Solid Films, Volume 520, Issue 5, 30 December 2011, Pages 1395-1399
- 23) Hisao Makino, Yasushi Sato, Naoki Yamamoto, Tetsuya Yamamoto, "Changes in electrical and optical properties of polycrystalline Ga-doped ZnO thin films due to thermal desorption of zinc", Thin Solid Films, Volume 520, Issue 5, 30 December 2011, Pages 1407-1410
- 24) Naoki Yamamoto, Hisao Makino, Satoshi Osone, Akira Ujihara, Takahiro Ito, Hitoshi Hokari, Taketo Maruyama and Tetsuya Yamamoto, "Development of Ga-doped ZnO Transparent Electrodes for Liquid Crystal Display Panels", Thin Solid Films, 520, 4131-4138, 2012.
- 25) Tetsuya Yamamoto, Huaping Song, Hisao Makino and N. Yamamoto, "Carrier Transport through Grain Boundaries in Highly Transparent Conductive Ga-doped ZnO Films", to be published in ECS Transactions.

② 解説、書籍等 計 15 件

- 1) 山本哲也、山本直樹、牧野久雄、山田高寛、三宅亜紀、「酸化亜鉛」、工業材料、第 56 巻 1 号、

- (2008) pp.48-49.
- 2) 山本哲也、山田高寛、三宅亜紀、牧野久雄、山本直樹、「酸化亜鉛透明導電膜の光学特性制御」、O plus E Vol.30, No.8 (2008) pp.850-854.
  - 3) 山本哲也、三宅亜紀、山田高寛、牧野久雄、山本直樹、「酸化亜鉛透明導電膜付プラスチック基板：最新技術の動向と研究開発状況」、株式会社矢野経済研究所 2008年5月16日、光学フィルム特集号, pp.91-104.
  - 4) 山本哲也：特集 可能性広がる酸化亜鉛 —実用化に向けた開発動向を探る—、解説「酸化亜鉛研究開発の動向と今後の展開」、工業材料、Vol.56 No.10 (2008) pp.18-23.
  - 5) 山本哲也、山田高寛、三宅亜紀、牧野久雄、山本直樹、特集 可能性広がる酸化亜鉛 —実用化に向けた開発動向を探る—、事例・トピックス「酸化亜鉛の透明導電膜実用化に向けた技術開発」、工業材料、Vol.56 No.10 (2008) pp.45-48.
  - 6) 山本哲也、「透明電極向け ITO 代替材料開発」、工業レアメタル、No.124 (2008) pp.18-20.
  - 7) 山本哲也、山田高寛、三宅亜紀、牧野久雄、山本直樹、「反応性プラズマ蒸着法による ZnO 薄膜の特性と応用」、マテリアルインテグレーション、Vol.21, No.10 (2008) pp.7-12.
  - 8) 山本哲也、山田高寛、三宅亜紀、牧野久雄、山本直樹、「ZnO 薄膜の可能性を徹底検証 共通電極素材として LCD へ応用、RPD 法成膜で実用化に向けた透明導電膜」、Semiconductor FPD World, Technology Plus, Vol. 28, No.1 (2009) pp.64-66.
  - 9) 山本哲也、「透明導電膜」、FPD ガイドブック、社団法人 電子情報技術産業協会 (JEITA)、2009年3月発行, pp. 44-45.
  - 10) 山本哲也、山田高寛、三宅亜紀、牧野久雄、山本直樹、「ITO 代替材料としての ZnO 実用化研究開発の現状と課題」、セラミックス、Vol. 44, No.5 (2009) pp. 365-370.
  - 11) 山本哲也、山田高寛、三宅亜紀、牧野久雄、山本直樹、「ZnO ベースの透明電極材料の開発」、月刊ディスプレイ、Vol. 15, No. 5 (2009) pp.26-31.
  - 12) 山本哲也、山田高寛、三宅亜紀、牧野久雄、山本直樹、第6章「ZnO ベースの透明電極材料の開発」、月刊ディスプレイ、2009年7月号別冊 (2009) pp.207-212.
  - 13) 山本哲也、山田高寛、牧野久雄、山本直樹、「レアメタル代替材料としての酸化亜鉛透明導電膜の可能性」、自動車技術、2009年11月号、Vol.63, No.11 (2009) pp.85-89.
  - 14) 山本哲也、シーエムシー出版「酸化亜鉛の最先端技術と将来」 第7章 電気・光・スピンの制御と未来への展開、1 ドーピング制御とその展開 pp.213-233、2011年1月31日
  - 15) 山本哲也、牧野久雄、山本直樹、シーエムシー出版「酸化亜鉛の最先端技術と将来」 第4章 透明導電膜、1 液晶ディスプレイ用透明導電膜 pp.108-125、2011年1月31日
  - 16) 山本哲也、佐藤泰史、牧野久雄、山本直樹、「薄膜太陽電池用 ZnO 系透明導電膜」、シーエムシー出版「超高効率太陽電池・関連材料の最前線」、2011年8月31日
- (3) その他の公表 (プレス発表等)
- ① 展示会 計7件
    - 1) 平成20年9月30～10月4日 CEATEC JAPAN 2008 (幕張メッセ)
    - 2) 平成21年2月18～20日 nanotech 2009 (東京ビッグサイト)
    - 3) 平成21年10月8～10日 CEATEC JAPAN 2009 (幕張メッセ)
    - 4) 平成22年2月17～19日 nano tech 2010 (東京ビッグサイト)
    - 5) 平成23年2月16～18日 nano tech 2011 (東京ビッグサイト)
    - 6) 平成23年10月2～6日 CEATEC JAPAN 2011 (幕張メッセ)
    - 7) 平成24年2月15～17日 nano tech 2011 (東京ビッグサイト)
  - ② プレス発表 計2件
    - 1) 平成22年2月10日 プレス発表 (高知県庁プレス室)  
「酸化亜鉛透明電極実装 20 インチ液晶テレビを試作」
    - 2) 平成23年9月30日 プレスリリース (NEDOホームページ)  
「インジウム代替・酸化亜鉛で鮮明画像を実現」
  - ③ 新聞記事掲載 計16件

## 記載要領

- 1) 平成 20 年 4 月 24 日 日経産業新聞第 1 面掲載、「インジウム使用 75%減」
  - 2) 平成 20 年 11 月 23 日 読売新聞第 1 4 面掲載、「脱レアメタル身近な元素で代替」
  - 3) 平成 21 年 3 月 09 日 日経産業新聞第 1 面掲載「液晶パネル酸化亜鉛で薄膜 インジウム不要」
  - 4) 平成 21 年 10 月 8 日 日経産業新聞第 1 面「液晶の「透明導電膜」酸化亜鉛型に耐湿性」
  - 5) 平成 21 年 10 月 9 日 日本経済新聞 四国版 第 33 面「液晶ディスプレイパネルの「導電膜」代替材で耐湿性向上」
  - 6) 平成 22 年 1 月 26 日 日経産業新聞 第 1 1 面 「2030 年への挑戦次世代産業技術」希少金属の代替、酸化亜鉛を基板に成膜
  - 7) 平成 22 年 2 月 4 日 化学工業日報 第 5 面「酸化亜鉛電極を高性能化 ITO 系並み特性確保 インジウム 75%減」
  - 8) 平成 22 年 2 月 11 日 日本経済新聞 第 27 面 四国経済「安価な酸化亜鉛 原料に 液晶テレビ用の透明電極 高知工科大など開発 インジウムを代替」
  - 9) 平成 22 年 2 月 11 日 朝日新聞 第 10 面 高知版「酸化亜鉛で希少金属を節約 高知工大 液晶テレビを試作」
  - 10) 平成 22 年 2 月 11 日 日刊工業新聞 第 14 面「酸化亜鉛透明電極技術 20 インチ液晶テレビを試作 高知工大が完成」
  - 11) 平成 22 年 2 月 11 日 読売新聞 「希少金属節約 液晶TV 酸化亜鉛代用、20 インチ型 高知工大・山本教授ら試作」
  - 12) 平成 22 年 2 月 11 日 高知新聞 第 7 面「ZnO 膜で液晶テレビ 試作成功 実用化にめど」
  - 13) 平成 22 年 2 月 12 日 日経産業新聞 第 11 面「液晶TV透明電極 インジウム40%削減 高知工科大学 酸化亜鉛で代替」
  - 14) 平成 22 年 2 月 21 日 日本経済新聞 第 6 面「レアメタルなくたって 日本、調達不安が技術を生む 鉄や亜鉛で代替」
  - 15) 平成 22 年 3 月 31 日 日本経済新聞 第二部 「挑む！ レアメタル代替にとどまらない」
  - 16) 平成 24 年 2 月 14 日 日本経済新聞 (夕刊) 第 3 面「液晶、レアメタル不要に 高輝度で省エネ性向上」
- ④ テレビ放映 計 5 件
- 1) 平成 20 年 10 月 1 日 23:40~24:00 NHK 経済最前線
  - 2) 平成 20 年 10 月 2 日 6:30~7:00 NHK おはよう日本
  - 3) 平成 20 年 11 月 16 日 NHK WHAT'S ON JAPAN「レアメタルを超える日本の工業新素材」
  - 4) 平成 22 年 2 月 10 日 NHK 高知 20:45~21:00 ニュース内にて
  - 5) 平成 22 年 4 月 8 日 テレビ東京 ワールドビジネスサテライト 脱レアメタル ~素材・新時代を拓け~

### ③希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発

#### V. 成果資料

#### 平成19年度 成果発表リスト

##### 1. 特許関連 0件

番号	出願者	出願番号	国内外 PCT	出願日	状態	名称	発明者
	なし						

##### 2. 著書、論文

###### (1) 著書 6件

番号	発表者	所属	タイトル	書籍名、ページ番号	発表年
1-2-1	佐川真人(代表編集者、分担執筆)	インターメタリックス(株)	I-1 「永久磁石の発展」	『永久磁石 —材料科学と応用—』((株)アグネ技術センター)、pp.3 ~ 18.	2007
1-3-1 2-1-1	杉本諭、加藤宏朗(分担執筆)	東北大	II-3 「永久磁石の基礎物性」	『永久磁石 —材料科学と応用—』((株)アグネ技術センター)、pp.51~136.	2007
1-3-2	杉本諭(分担執筆)	東北大	III-5 「アルニコ磁石および Fe-Cr-Co 系磁石」	『永久磁石 —材料科学と応用—』((株)アグネ技術センター)、pp.163~182.	2007
1-2-2	杉本諭(分担執筆)	東北大	V-B 「磁気の単位」	『永久磁石 —材料科学と応用—』((株)アグネ技術センター)、pp.411~418.	2007
3-3-1	小林久理眞	静岡理工科大	第2章「電気を通す材料と通さない材料」、第3章「シリコン半導体とトランジスター」)	『現代無機材料科学』(化学同人)(2007/01/30 出版)、pp. 9 ~36.	2007
3-3-2	小林久理眞	静岡理工科大	II-4 「永久磁石の保磁力」	『永久磁石 —材料科学と応用—』((株)アグネ技術センター)、pp.137~160.	2007

###### (2) 論文 8件(内査読有 3件)

番号	発表者	所属	タイトル	発表誌名、ページ番号	査読	発表年
2-1-1	H. Kato, T. Akiya, M. Sagawa, K. Koyama, and T. Miyazaki	東北大 (インターメタリックス)	Effect of high magnetic field on the coercivity in sintered Nd-Fe-B magnets	J. Magn. Magn. Mater. 310, 2596-2598.	有	2007
3-3-1	Kurima Kobayashi,	静岡理工科大	Measurements of Domain Structure Reformation	J. Magn. Magn. Mater., 301, pp.e878-e880.	有	2007

	Takayuki Kohno, Kazuo Hayakawa, and Masato Sagawa	(インターメタリックス)	Temperatures in Sintered Dy-free Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B Magnets			
3-3-2	Kurima Kobayashi, K. Itoh, D. Shimizu, K. Hayakawa and M. Sagawa	静岡理工科大 (インターメタリックス)	Indirect Observation of Inner Domain Structure in Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B Sintered Magnets	Journal of the Magnetics Society of Japan, vol. 31, No. 5, pp.393-397.	有	2007
3-3-3	小林久理眞、高野隆之、坂元敏志、松下、早川一生、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	Nd-Fe-B 系焼結磁石の反転核生成と保磁力	マグネティックス研究会 ((社) 電気学会) MAG-07-15 (2007/3) pp.51-58.	無	2007
3-3-4	落合佑紀、早川一生、小林久理眞、増田宏、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	調製条件の異なる Dy フリーNd-Fe-B 焼結磁石における磁壁運動と保磁力の相関	マグネティックス研究会 ((社) 電気学会) MAG-07-124 (2007/12) pp.31-36.	無	2007
3-3-5	坂元敏志、松下亨、早川一生、小林久理眞、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	磁区構造観察による Dy フリーNd-Fe-B 系焼結磁石の磁化及び減磁過程の解析	マグネティックス研究会 ((社) 電気学会) MAG-07-125 (2007/12) pp.37-42.	無	2007
3-3-6	小林久理眞、松下亨、早川一生、高野隆之、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	Dy フリーNd-Fe-B 系焼結磁石の磁化及び減磁過程の解析	マグネティックス研究会 ((社) 電気学会) MAG-07-126 (2007/12) pp.43-48.	無	2007
3-3-7	小林久理眞	静岡理工科大	Nd-Fe-B 系高配向焼結磁石の磁化及び減磁過程の拡張イジングモデルによる理論的解析	マグネティックス研究会 ((社) 電気学会) MAG-07-128 (2007/12) pp.55-61.	無	2007

### 3. 招待講演、口頭発表等

#### (1) 招待講演等 3件

番号	発表者	所属	タイトル	発表学会名称等	国外国内	発表年月日
2-1-1	加藤宏朗	東北大	Nd-Fe-B 磁石の Dy 省使用技術開発 (招待講演)	第26回エレクトロセラミックスセミナー	国内	2007年11月30日
3-1-1	T. Ohkubo, W. F. Li, K. Hono, T. Hanada, T. Akiya, H. Kato	NIMS (東北大)	SEM-FIB/TEM/3DAP multiscale structure analysis of sintered Nd-Fe-B magnet	Int. Symp. "Future Prospects of Scanning Electron/He+ Ion Microscope for Nano-surface Analysis"	国内	2007年11月26日-29日
3-1-2	大久保忠勝、W.F. Li、宝野和博	NIMS	SEM-FIB/TEM/3DAP によるマルチスケール組織解析	日本顕微鏡学会第33回関東支部講演会、東京	国内	2008年3月7日

## (2) 口頭発表 23件

番号	発表者	所属	タイトル	発表学会名称等	形式	発表年月日
1-3-1	M. Matsuura, S. Funaoi, R. Goto, N Tezuka, and S. Sugimoto	東北大	Crystalline Orientation and Magnetic Properties of Nd-Fe-B films	International Workshop on Nano-structured Materials & Magnetism	国外、ポスター	2008年2月11日
1-3-2	松浦昌志、佐藤岳、加藤元、嶋敏之、手束展規、杉本諭	東北大、トヨタ、東北学院大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/Nd 薄膜における結晶配向と磁気特性	平成19年度若手希土類研究者発表会	国内、ポスター	2007年10月11日
1-3-3	服部高史、西尾翔太、松浦昌志、手束展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 系合金におけるNd-rich 相の濡れ性と組織	平成19年度若手希土類研究者発表会	国内、ポスター	2007年10月11日
2-1-1 (2-2-1)	T. Akiya, H. Kato, M. Takeda, J. Suzuki, D. Yamaguchi, S. Koizumi, and K. Koyama	東北大 (JAEA)	Effect of magnetic field applied during annealing on the coercivity in sintered Nd-Fe-B magnets	International Conference on Magneto-Science (ICMS2007)	国外	2007年11月14日
2-1-2	秋屋貴博、加藤宏朗、小山佳一	東北大	Nd(Dy)-Fe-B 系焼結磁石の熱処理時に印加した磁場と保磁力の関係	日本金属学会 2008年春期(第142回)大会	国内、口頭	2008年3月27日
3-1-1	大久保忠勝、Wanfeng Li、宝野和博、佐川真人	NIMS (インターメタリックス)	微細粒 Nd-Fe-B 焼結磁石のマルチスケール組織解析	第31回日本応用磁気学会学術講演会	国内、口頭	2007年9月11日-14日
3-1-2	大久保忠勝、Wanfeng Li、宝野和博、秋屋貴博、加藤宏朗	NIMS (東北大)	Nd-Fe-B 系焼結磁石におけるCu添加の影響	日本金属学会 2007年秋期(第141回)大会	国内、口頭	2007年9月19日-21日
3-1-3	W. F. Li, T. Ohkubo, and K. Hono, M. Sagawa	NIMS (インターメタリックス)	Microstructure study on sintered NdFeB magnet with small grain size	日本金属学会 2007年秋期(第141回)大会	国内、口頭	2007年9月19日-21日
3-3-1	小林久理眞、坂元敏志、松下亨、早川一生、佐川真人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	Nd-Fe-B 系焼結磁石における磁化反転時の磁区構造変化の観察	日本金属学会 2007年春期(第140回)大会、シンポジウム S7「ナノ構造磁性体研究の最近の進展」、S7-23	国内、口頭	2008年3月28日
3-3-2	榎智仁、広沢哲、小林久理眞	静岡理工科大	サブミクロン結晶 Nd-Fe-B	粉体粉末冶金協会 春期(第99回)大会	国内、口頭	2007年6月6日

			系磁石の磁化過程及び磁区構造変化	会、1-13A		
3-3-3	坂元敏志、清水大輔、小林久理眞、早川一生、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	着磁によるNd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B系焼結磁石の磁区構造変化の異なる感度によるMFM観察結果	日本応用磁気学会 学術講演会(第31回)、14aG-9	国内、口頭	2007年9月14日
3-3-4	小林久理眞、高野隆之、松下亨、早川一生、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	調製法の異なるDyフリーNd-Fe-B系焼結磁石粒子着磁挙動の分類	日本金属学会秋期大会(第141回)、シンポジウムS5希少金属代替希土類磁石の開発を目指して、S5-2	国内、口頭	2007年9月19日
3-3-5	落合佑紀、早川一生、小林久理眞	静岡理工科大	熱処理条件の異なるSm <sub>2</sub> Fe <sub>17</sub> N <sub>3</sub> /Zn焼結体の磁壁運動の直流磁化率測定による解析	文部科学省科学研究費補助金「希土類系物質のパノスコピック形態制御と高次機能設計」、若手研究発表会、P22	国内、ポスター	2007年10月11~12日
3-3-6	坂元敏志、松下亨、早川一生、小林久理眞、板倉賢、町田憲一	静岡理工科大	Tb熱拡散法により調製したNd-Fe-B系焼結磁石の磁区構造	文部科学省科学研究費補助金「希土類系物質のパノスコピック形態制御と高次機能設計」、若手研究発表会、P23	国内、ポスター	2007年10月11~12日
3-3-7	松下亨、早川一生、小林久理眞、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	微細結晶粒子径(<3μm)のNd-Fe-B系焼結磁石における磁化過程の解析	文部科学省科学研究費補助金「希土類系物質のパノスコピック形態制御と高次機能設計」、若手研究発表会、P24	国内、ポスター	2007年10月11~12日
3-3-8	小林久理眞、松下亨、坂元敏志、早川一生、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	微細結晶粒子径(<3μm)のNd-Fe-B系焼結磁石における磁化および減磁過程の解析	粉体粉末冶金協会 秋期(第100回)大会、3-26A	国内、口頭	2007年11月20日
3-3-9	小林久理眞、落合佑紀、早川一生、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	直流磁化率測定を用いた結晶粒径の異なるNdFeB系焼結磁石における磁化過程の解析	粉体粉末冶金協会 秋期(第100回)大会、3-27A、京都工芸繊維大学	国内、口頭	2007年11月20日
3-3-10	落合佑紀、早川	静岡理工	調製条件の異	マグネティックス	国内、口	2007年12月



	一生、小林久理眞、増田宏、佐川眞人	科大 (インターメタリックス)	なる Dy フリー Nd-Fe-B 焼結磁石における磁壁運動と保磁力の相関	研究会 ((社) 電気学会) MAG-07-124	頭	6 日
3-3-11	坂元敏志、松下亨、早川一生、小林久理眞、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	磁区構造観察による Dy フリー Nd-Fe-B 系焼結磁石の磁化及び減磁過程の解析	マグネティックス研究会 ((社) 電気学会) MAG-07-125	国内、口頭	2007 年 12 月 6 日
3-3-12	小林久理眞、松下亨、早川一生、高野隆之、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	Dy フリー Nd-Fe-B 系焼結磁石の磁化及び減磁過程の解析	マグネティックス研究会 ((社) 電気学会) MAG-07-126	国内、口頭	2007 年 12 月 6 日
3-3-13	小林久理眞	静岡理工科大	Nd-Fe-B 系高配向焼結磁石の磁化及び減磁過程の拡張イジングモデルによる理論的解析	マグネティックス研究会 ((社) 電気学会) MAG-07-128	国内、口頭	2007 年 12 月 6 日
3-1-14	松下亨、坂元敏志、早川一生、小林久理眞、板倉賢、町田憲一	静岡理工科大	Tb 熱拡散法で調製した NdFeB 系焼結磁石の磁区構造と磁化過程	日本金属学会 2008 年春期大会、175	国内、口頭	2008 年 3 月 27 日
3-1-15	落合佑紀、早川一生、小林久理眞、増田宏、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	調整条件の異なる Dy フリー Nd-Fe-B 焼結磁石における磁壁運動と保磁力	日本金属学会 2008 年春期大会、176	国内、口頭	2008 年 3 月 27 日

#### 4. その他 (イベント出展、プレス発表等) 4 件

番号	発表者	所属	タイトル	発表媒体	形式	発表年月日
1-2-1	佐川眞人	インターメタリックス	元素戦略/希少金属代替材料開発 第2回シンポジウム	代表的な研究紹介	口頭	2008 年 1 月 23 日
1-3-1	杉本諭	東北大	レアメタル代替材料の開発動向と展望 V.希土類代替材料の開発と展望		口頭	2007 年 11 月 26 日
1-3-2	杉本諭	東北大	元素戦略/希少金属代替材料開発 第2回シンポジウム	シンポジウム (パネルディスカッション パネラー)	口頭	2008 年 1 月 23 日
1-3-3	杉本諭	東北大	NHK 教育テレビ「サイエンス ZERO」 世界最強!日本の磁	テレビ (専門家ゲスト)	口頭	2008 年 1 月 26 日

			石研究 最前線			日
--	--	--	---------	--	--	---

平成20年度 成果発表リスト

1. 特許関連 1件

番号	出願者	出願番号	国内 外国 PCT	出願日	状態	名称	発明者
1-2-1	インターメタ リック ス(株)、岩谷 瓦斯(株)	特願 2009-081034	国内	2009年 3月30 日	出願中 (審査 中)	希土類焼結磁 石製造方法	宇根康裕、佐川 真人、樋内新助、 岩田健次、長谷 川公司

2. 著書、論文

(1) 著書 1件

番号	発表者	所属	タイトル	書籍名、ページ番号	発表年
1-3-1 2-1-1 2-2-1	加藤宏朗、 杉本論(分 担執筆)	山形大 東北大	第3章第1節「希土類磁石 Sm-Co, Nd-Fe-B」	足立吟也 監修「希土類の材 料技術ハンドブック」pp. 141 ～pp. 156.	2008

(2) 論文15件(内査読有 7件)

番号	発表者	所属	タイトル	発表誌名、ページ番号	査 読	発表年
1-2-1	M. Sagawa and Y. Ue	インタ ーメタ リック ス(株)	A new process for producing Nd-Fe-B sintered magnets with small grain size	Proceedings of 20th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnet and Their Applications, Edited by D. Niarchos, p.103～105.	無	2008
1-3-1	西尾翔太、後 藤龍太、松浦 昌志、手束展 規、杉本論	東北大	Nd-Fe-B 系合金における Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B 相と Nd-Rich 相 間の濡れ性	日本金属学会誌、72、 1010～1014.	有	2008
1-3-2	R. Goto, S. Nishio, M. Matsuura, N. Tezuka, and S. Sugimoto	東北大	Wettability and Interfacial Microstructure between Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B and Nd-rich Phases in Nd-Fe-B Alloys	IEEE Trans. Magn., 44、 4232～4234.	有	2008
1-3-3	T. Hattori, N. Fukamachi, R. Goto, N. Tezuka and S. Sugimoto	東北大	Microstructural evaluation of Nd-Fe-B strip cast alloys	Mater. Trans., 50、479 ～482.	有	2009
1-3-4	S. Sugimoto	東北大	Towards high coercivity Dy-free Nd-Fe-B sintered magnets	Proceedings of 20th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnet and Their Applications, Edited by D. Niarchos, 106～110.	無	2008
1-3-5	R. Goto, S. Nishio, M. Matsuura, S. Sugimoto, and N. Tezuka	東北大	Influence of Dy addition on wettability between Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B and Nd-rich phases in Nd-Fe-B alloys	Proceedings of 20th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnet and Their Applications, Edited by	無	2008

				D. Niarchos, 118~121.		
1-3-6	S. Nishio, S. Sugimoto, R. Goto, M. Matsuura, and N. Tezuka	東北大	Effect of Cu addition on the phase equilibria in Nd-Fe-B sintered magnets	Mater. Trans., 50, 723 ~726.	有	2009
2-1-1	Hiroaki Kato, Takahiro Akiya, Kunihiro Koike, Keiichi Koyama, and Masato Sagawa	東北大 (山形大、インターメタリックス)	Coercivity enhancement induced by high-magnetic-field annealing in sintered Nd-Fe-B magnets	Proceedings of 20th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnet and Their Applications, Edited by D. Niarchos, p. 111- 113.	無	2008
2-1-2	Takahiro Akiya, Hiroaki Kato, Masato Sagawa and Keiichi Koyama	東北大 (インターメタリックス)	Enhancement of coercivity in Al and Cu added Nd-Fe-B sintered magnets by high field annealing	IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 1, 012034.	有	2009
3-3-1	K. Kobayashi, Y. Ochiai, K. Hayakawa, and M. Sagawa	静岡理工科大 (インターメタリックス)	Relation between domain wall motion and coercivity in Nd-Fe-B sintered magnets prepared in various conditions	IOP Conf. Series: Material Science and Engineering, vol. 1 No.012035 (8 pages).	有	2009
3-3-2	K. Kobayashi, S. Sakamoto, T. Matsushita, K. Hayakawa, M. Sagawa	静岡理工科大 (インターメタリックス)	Magnetic reversal in groups of crystal grains in sintered Nd-Fe-B magnets	Proceedings of 20th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnet and Their Applications, Edited by D. Niarchos, pp.138-143.	無	2008
3-3-3	松下亨、早川一生、小林久理眞、佐川眞人	静岡理工科大 (インターメタリックス)	磁区構造観察による Dy フリーNd-Fe-B 系焼結磁石の磁化及び減磁過程の解析(2)	マグネティックス研究会 ((社) 電気学会) MAG-08-151 pp. 39-42.	無	2008
3-3-4	小林久理眞、松下亨	静岡理工科大	Nd-Fe-B 系焼結磁石内の粒子集団における協同現象的減磁挙動の準定量的解析方法について	マグネティックス研究会 ((社) 電気学会) MAG-08-152 pp.43-47.	無	2008
3-4-1	H. Moriya, H. Tsuchiura, and A. Sakuma	東北大	First-Principles Calculation of the Crystal Field Parameter near the Surfaces and Interfaces of Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	Journal of Applied Physics, 105, 07A740-1 ~07A740-3.	有	2009
3-4-2	土浦宏紀、梅裕太、守谷浩志、佐久間昭正	東北大	第一原理計算ソフトウェア WIEN2K による磁気特性研究の手引き	まぐね (日本磁気学会誌), 3 巻, pp.586 ~ pp.593.	無	2008

### 3. 招待講演、口頭発表等

## (1) 招待講演等 11件

番号	発表者	所属	タイトル	発表学会名称等	国外 国内	発表年月 日
1-2-1	M. Sagawa	インター メタ リック ス (株)	A new process for producing Nd-Fe-B sintered magnets with small grain size (招待講演)	20th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnet and Their Applications (REPM'08)	国外	2008年9 月6日
1-3-1	S. Sugimoto	東北大	Towards high coercivity Dy-free Nd-Fe-B sintered magnets (招待講演)	20th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnet and Their Applications (REPM'08)	国外	2008年9 月9日
1-3-2	杉本諭	東北大	「希少金属代替材料開発プロジェクト」希土類磁石向けディスプレイ用材料低減技術開発 (基調講演)	日本金属学会2009年春期(第144回)大会(東工大)	国内	2009年3 月29日
2-1-1	Hiroaki Kato, Takahiro Akiya, Keiichi Koyama	東北大	Coercivity Enhancement Induced by Magnetic Annealing in Sintered Nd-Fe-B Magnets (招待講演)	3rd International Workshop on Materials Analysis and Processing in Magnetic Fields (MAP3)	国外	2008年5 月16日
2-1-2	Hiroaki Kato, Takahiro Akiya, Kunihiro Koike, Keiichi Koyama, and Masato Sagawa	東北大	Coercivity enhancement induced by high-magnetic-field annealing in sintered Nd-Fe-B magnets (招待講演)	20th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnet and Their Applications (REPM'08)	国外	2008年9 月9日
2-1-3	加藤宏朗	東北大	中性子小角散乱による永久磁石材料のナノ構造解析と保磁力機構	日本磁気学会第160回研究会	国内	2008年5 月16日
2-1-4	加藤宏朗	東北大	日本磁気学会における永久磁石材料研究	第3回日本磁気科学会年次大会	国内	2008年10 月2日
2-1-5	加藤宏朗	東北大	希土類永久磁石開発の現状と応用	応用物理学会シンポジウム「磁場発生技術の現状と応用 - 永久磁石から超強磁場まで -」	国内	2009年3 月31日
2-2-1 (2-1-6)	加藤宏朗	山形大 (東北大)	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B 永久磁石の開発動向	2008年みちのく磁性談話会	国内	2008年7 月12日
3-1-1	K. Hono, W.F. Li, T. Ohkubo	NIMS	Revisit to the microstructure of Nd-Fe-B sintered magnets at atomic resolution	20th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnet and Their Applications	国外	2008年9 月8-10日

3-1-2	大久保忠勝, W.F. Li, 宝野和博	NIMS	Nd-Fe-B 磁石の保磁力とナノ組織(基調講演)	日本金属学会 2008年春期(第144回)大会, 東京	国内	2009年3月28-30日
-------	----------------------	------	---------------------------	-----------------------------	----	---------------

(2) 口頭発表 41件

番号	発表者	所属	タイトル	発表学会名称等	形式	発表年月日
1-2-1	佐川真人	インターメタリックス(株)	NdFeB系焼結磁石の新製法	2008 BM 国際シンポジウム	国内、口頭	2008年12月5日
1-3-1	R. Goto, S. Nishio, M. Matsuura, N. Tezuka, and S. Sugimoto	東北大	Wettability and interfacial microstructure between Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B and Nd-rich phases in Nd-Fe-B alloys	IEEE International Magnetics Conference (INTERMAG2008)	国外、口頭	2008年5月8日
1-3-2	R. Goto, S. Nishio, M. Matsuura, S. Sugimoto, and N. Tezuka	東北大	Influence of Dy addition on wettability between Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B and Nd-rich phases in Nd-Fe-B alloys	20th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnet and Their Applications (REPM'08)	国外、口頭	2008年9月8日
1-3-3	松浦昌志、後藤龍太、手束展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B/Nd薄膜における界面状態と磁気特性	第32回 日本磁気学会 学術講演	国内、口頭	2008年9月15日
1-3-4	服部高史、手束展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B系ストリップキャスト材の組織とHD処理後の粒度分布	第143回 日本金属学会	国内、口頭	2008年9月25日
1-3-5	西尾翔太、後藤龍太、松浦昌志、杉本諭、手束展規	東北大	Nd-Fe-B系合金におけるNd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B相とNd-rich相間の濡れ性(第3報)	第143回 日本金属学会、	国内、口頭	2008年9月25日
1-3-6	松浦昌志、後藤龍太、手束展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B/Nd薄膜の酸化と保磁力	日本金属学会 2009年春期(第144回)大会	国内、口頭	2009年3月29日
1-3-7	服部高史、石原大輝、後藤龍太、手束展規、杉本諭、宇根康裕、佐川真人	東北大、(インターメタリックス)	Nd-Fe-B系ジェットミル粉末の組織	日本金属学会 2009年春期(第144回)大会	国内、口頭	2009年3月29日
2-1-1	Hiroaki Kato, Takahiro Akiya, and Keiichi Koyama	東北大	Field-induced coercivity enhancement phenomena in sintered Nd-Fe-B magnets	IEEE International Magnetics Conference (INTERMAG 08)	国外、口頭	2008年5月6日
2-1-2	Takahiro Akiya, Hiroaki Kato, Masayasu	東北大 (JAEA、インターメタリックス)	Small angle neutron scattering study of interface nanostructure in	IEEE International Magnetics Conference (INTERMAG 08)	国外、ポスター	2008年5月6日

	Takeda, Jun'ichi Suzuki, Daisuke Yamaguchi, Masato Sagawa and Keiichi Koyama		sintered Nd-Fe-B magnets			
2-1-3	Takahiro Akiya, Hiroaki Kato, Masayasu Takeda, Jun'ichi Suzuki, Daisuke Yamaguchi, Satoshi Koizumi, Masato Sagawa, and Keiichi Koyama	東北大 (JAEA、 インターメタリッ クス)	Small Angle Neutron Scattering Study of Interface Nanostructure in Sintered Nd-Fe-B Magnets	20th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnet and Their Applications (REPM'08)	国外、 ポスタ ー	2008年 9月9 日
2-1-4	秋屋貴博、加 藤宏朗、武田 全康、鈴木淳 市、山口大輔、 小泉 智	東北大 (JAEA)	中性子小角散乱で 見た Nd-Fe-B 系焼 結磁石の微細構造 と保磁力	日本金属学会 2008 年秋 季大会	国内、 口頭	2008年 9月25 日
2-1-5	秋屋貴博、佐 藤文隆、小山 佳一、佐川眞 人、加藤宏朗	東北大 (インターメタ リックス)	Nd-Fe-B 系焼結磁石 の強磁場中熱処理 の研究	第3回日本磁気科学会 年次大会	国内、 口頭	2008年 10月1 日
2-1-6	Takahiro Akiya, Hiroaki Kato, Keiichi Koyama	東北大	Field-Induced Coercivity Enhancement Phenomena in Sintered Nd-Dy-Fe-B Magnets	The IUMRS International Conference in Asia 2008(IUMRS-ICA 2008)	国内、 口頭	2008年 12月 12日
2-1-7	秋屋貴博、佐 藤文隆、加藤 宏朗、宇根康 裕、佐川眞人、 小山佳一	東北大 (インターメタ リックス)	結晶粒径を微細化 した Nd-Fe-B 系焼 結磁石における強 磁場中熱処理と保 磁力	日本金属学会 2009 年春 季大会	国内、 口頭	2009年 3月29 日
2-2-1	五十嵐 進、 小池邦博、秋 屋貴博、小川 大介、加藤宏 朗	山形大	Rietveld 法によっ て評価した Nd-Fe-B 系スパッ タ薄膜の結晶粒配 向と磁気特性	日本金属学会 2008 年秋 季大会	国内、 口頭	2008年 9月25 日
2-2-2	五十嵐 進、 小池邦博、秋 屋貴博、小川 大介、加藤宏 朗	山形大	Nd-Fe-B/Ta スパッ タ薄膜の結晶粒配 向と磁気特性	第63回応用物理学会東 北支部学術講演会	国内、 口頭	2008年 12月5 日

2-2-3	小池邦博、五十嵐 進、秋屋貴博、小川大介、加藤宏朗	山形大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B スパッタ薄膜の結晶粒配向と磁気特性	日本金属学会 2009 年春季大会	国内、口頭	2009 年 3 月 29 日
2-3-1	日高徹也、石坂力、堀徹男	TDK (株)	Nd-Fe-B 系焼結磁石に及ぼす Dy 含有微細合金粉添加の影響	日本金属学会 2009 春期大会	国内、口頭	2009 年 3 月 28 日
3-1-1 (2-1-8)	T. Ohkubo, W.F. Li, T. Akiya, H. Kato, K. Hono	NIMS (東北大)	The role of Cu addition in the coercivity enhancement of sintered Nd-Fe-B magnets	IEEE International Magnetism Conference (INTERMAG 08)	国外、口頭	2008 年 5 月 4-8 日
3-1-2	W.F. Li, T. Ohkubo, K. Hono	NIMS	Effect of heat treatment on the magnetic property and microstructure of sintered Nd-Fe-B magnets	IEEE International Magnetism Conference (INTERMAG 08)	国外、口頭	2008 年 5 月 4-8 日
3-1-3	W.F. Li, T. Ohkubo, K. Hono	NIMS	The effect of magnetic field annealing on the microstructure and coercivity of a (Nd,Dy)-Fe-B sintered magnet	第 32 回日本磁気学会学術講演会	国内、口頭	2008 年 9 月 12-15 日
3-1-4	W.F. Li, T. Ohkubo, K. Hono	NIMS	The origin of the coercivity decrease of fine grained Nd-Fe-B sintered magnets	日本金属学会 2008 年秋期(第 143 回)大会	国内、口頭	2008 年 9 月 23-25 日
3-1-5	K. Hono, W.F. Li, T. Ohkubo	NIMS	Microstructure and coercivity of Nd-Fe-B based permanent magnets	日本磁気学会第 163 回研究会「ハード・ソフト磁性材料における高性能化とナノ組織制御技術」	国内、口頭	2008 年 12 月 4 日
3-1-6	W.F. Li、大久保忠勝、長谷直基、宝野和博	NIMS	(Nd,Dy)-Fe-B 焼結磁石中の Dy の分布	日本金属学会 2008 年秋期(第 144 回)大会	国内、口頭	2008 年 3 月 28-30 日
3-2-1 (2-1-9)	武田全康、鈴木淳市、山口大輔、秋屋貴弘、加藤宏朗、佐川真人、小山圭一	JAEA (東北大、インターメタリクス)	Polarized Small-Angle Neutron Scattering Measurements of Averaged Internal Structures in Nd-Fe- <sup>11</sup> B Sintered Magnets	International Workshop on Polarized Neutrons in Condensed Matter Investigations 2008.	国内、口頭	2008 年 9 月 5 日
3-2-2	武田全康	JAEA	中性子小角散乱法で見る Nd-Fe-B 焼結磁石の平均内部構造	材料構造解析研究会「小角散乱法によるハードマターの微細組織解析」分科会 公開研究会	国内、口頭	2008 年 10 月 7 日



3-2-3	武田全康、鈴木淳市、山口大輔、秋屋貴博、加藤宏朗、佐川真人	JAEA (東北大、 インターメタリックス)	中性子小角散乱法で見た Nd-Fe-B 焼結磁石の内部平均構造と保磁力の相関	日本金属学会 2009 年度春期大会	国内、 口頭	2009 年 3 月 29 日
3-3-1	K. Kobayashi, S. Sakamoto, T. Matsushita, K. Hayakawa, M. Sagawa	静岡理工 科大 (インターメタリックス)	Magnetic reversal in groups of crystal grains in sintered Nd-Fe-B magnets	20th International Workshop on Rare Earth Permanent Magnet and Their Applications (REPM'08)	国外、 口頭	2008 年 9 月 9 日
3-3-2	K. Kobayashi, T. Matsushita, S. Sakamoto, K. Hayakawa, M. Sagawa	静岡理工 科大 (インターメタリックス)	Domain wall motion in incompletely magnetized and partially demagnetized regions in the Dy-free Nd-Fe-B sintered magnets	FM01, Joint European Magnetic Symposia, Dublin	国外、 口頭	2008 年 9 月 16 日
3-3-3	K. Kobayashi, Y. Ochiai, K. Hayakawa, M. Sagawa	静岡理工 科大 (インターメタリックス)	Relation between domain wall motion and coercivity in Nd-Fe-B sintered magnets prepared in various conditions	The IUMRS International Conference in Asia 2008 (IUMRS-ICA 2008)	国内、 口頭	2008 年 12 月 4 日
3-3-4	松下亨、早川一生、小林久理眞、佐川真人	静岡理工 科大 (インターメタリックス)	磁区構造観察による Dy フリー Nd-Fe-B 系焼結磁石の磁化及び減磁過程の解析 (2)	マグネティックス研究会 ((社) 電気学会) MAG-08-151	国内、 口頭	2008 年 12 月 4 日
3-3-5	小林久理眞、松下亨	静岡理工 科大	Nd-Fe-B 系焼結磁石内の粒子集団における協同現象的減磁挙動の準定量的解析方法について	マグネティックス研究会 ((社) 電気学会) MAG-08-152	国内、 口頭	2008 年 12 月 4 日
3-3-6	小林久理眞、松下亨	静岡理工 科大	Nd-Fe-B 系焼結磁石における結晶粒子集団の協同現象的磁化反転機構の解析	日本金属学会第 144 回 (春期) 大会、シンポジウム S 3 「Dy 低減高保磁力 Nd-Fe-B 系磁石を目指して」、S3-10	国内、 口頭	2009 年 3 月 29 日
3-3-7	松下亨、早川一生、小林久理眞、佐川真人	静岡理工 科大 (インターメタリックス)	磁区構造観察による Nd-Fe-B 系焼結磁石の保磁力発現機構の解析	日本金属学会第 144 回 (春期) 大会、238	国内、 口頭	2009 年 3 月 30 日
3-3-8	伊奈照高、早川一生、小林久理眞	静岡理工 科大	微小な Nd-Fe-B 系焼結磁石粒子の磁化測定	日本金属学会第 144 回 (春期) 大会、239	国内、 口頭	2009 年 3 月 30 日
3-4-1	榎裕太、土浦宏紀、佐久間昭正	東北大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/ $\alpha$ -Fe 交換スプリング磁石の界面近傍における磁気特性の第一原理計算	第 32 回日本磁気学会学術講演会	国内、 口頭	2008 年 9 月 15 日
3-4-2	H. Moriya, H. Tsuchiura and	東北大	First-Principles Calculation of the	MMM 53rd Magnetism and Magnetic Materials	国外、 口頭	2008 年 11 月

	A. Sakuma		Crystal Field Parameter near the Surfaces and Interfaces of Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	Conference, Austin, USA		12 日
3-4-3	守谷浩志、土浦宏紀、佐久間昭正	東北大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B における結晶場パラメータの第一原理的評価	応用物理学会東北支部第 63 回学術講演会	国内、口頭	2008 年 12 月 5 日
3-4-4	H. Moriya, H. Tsuchiura, and A. Sakuma	東北大	First-principles calculation of crystal field parameters of Nd ions around the surface/interface of Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	文部科学省スーパーコンピュータプロジェクト「次世代ナノ情報・材料グループ」成果報告会	国内、口頭	2008 年 12 月 11 日
3-4-5	土浦宏紀、梅裕太、守谷浩志、佐久間昭正	東北大	NdFeB 磁石の界面における結晶場の第一原理的評価	日本金属学会学 2009 年春季大会	国内、口頭	2009 年 3 月 29 日

#### 4. その他（イベント出展、プレス発表等） 4 件

番号	発表者	所属	タイトル	発表媒体	形式	発表年月日
PJ-all	PJ all members	All	希土類磁石向けディスプレイ用希土類使用量低減技術開発	NanoTECH2009	ポスター	2009 年 2 月 18-20 日
1-3-1	杉本諭、後藤龍太	東北大		環境・エネルギー材料研究展 ポスターセッション	ポスター	2008 年 5 月 30 日
1-3-2	杉本諭	東北大	元素戦略／希少金属代替材料開発プロジェクト成果報告	元素戦略／希少金属代替材料開発 第 3 回シンポジウム	口頭	2009 年 1 月 27 日
3-3-1	小林久理眞	静岡理工科大	レアメタル争奪戦	静岡新聞	プレス発表	2008 年 6 月 1 日—29 日、毎日曜日連載

平成21年度 成果発表リスト

1. 特許関連 1件

番号	出願者	出願番号	国内外 PCT	出願日	状態	名称	発明者
2-3-1	TDK 株式会社	特願 2010-52204 (公開番号： 特開 2011-187734)	なし	2010年3 月9日	公開 (未審 査請 求)	希土類焼結磁石及 び希土類焼結磁石 の製造方法	日高徹也、 小野裕之

2. 著書、論文

(1) 著書 2件

番号	発表者	所属	タイトル	書籍名、ページ番号	発表年
1-3-1	杉本諭 (共著)	東北大	EMC 電磁環境学ハンドブック	科学技術出版株式会社 6-3.磁性体材料の物性	2009年
1-3-2	杉本諭 (共著)	東北大	第8回スピントロニクス入門セミナー・若手研究会講義資料集 スピントロニクスの基礎から 応用	永久磁石の基礎と研究開発 動向 (社) 応用物理学会 スピ ントロニクス研究会	2009年

(2) 論文 10件 (内査読有8件)

番号	発表者	所属	タイトル	発表誌名、ページ番号	査読	発表年
1-3-1	M. Matsuura, S. Sugimoto, R. Goto and N. Tezuka	東北大	Interfacial state and magnetic properties of Nd-Fe-B / Nd thin films	J. Appl. Phys., 105, 07A741.	有	2009
1-3-2	M. Matsuura, T. Fukada, R. Goto, N. Tezuka and S. Sugimoto	東北大	Influences of Oxidation State of Nd-Rich Phase on the Coercivity of Nd-Fe-B/Nd Thin Films	Mater. Trans., 50, 2139-2142.	有	2009
1-3-3	M. Matsuura, S. Sugimoto, T. Fukada, R. Goto and N. Tezuka	東北大	Effect of Cu Addition on Coercivity and Interfacial State of Nd-Fe-B/Nd-rich Thin Films	J. Phys.; Conf. Ser., 200, 082019	有	2010
1-3-4	松浦昌志 深田東吾、後 藤龍太、手束 展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B/Nd 薄膜における 酸化状態と保磁力(参考論 文)	マグネティックス研究 会 ((社) 電気学会) MAG-09-71 pp.50-63.	無	2009
1-3-5	松浦昌志 深田東吾、後 藤龍太、手束 展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 薄膜の保磁力に 及ぼす酸化状態と Cu 添 加の影響 (参考論文)	マグネティックス研究 会 ((社) 電気学会) MAG-09-184, pp.77-81.	無	2009
2-2-1	K. Koike, S. Igarashi, K. Yamaguchi, T. Kusano, T. Miyazaki, D.	山形大	Effect of Rare-Earth Overlay on the Coercivity in Sputter-Deposited Nd-Fe-B Films	J. Phys.; Conf. Ser., 200, 082015(1-4).	有	2010

	Ogawa, T. Akiya, Y. Adachi, and H. Kato					
3-1-1	W. F. Li, T. Ohkubo, T. Akiya, H. Kato and K. Hono	NIMS (東北 大)	The role of Cu addition in the coercivity enhancement of sintered Nd-Fe-B permanent magnets	J. Mater. Res., 24, 413-420.	有	2009
3-1-2	W. F. Li, T. Ohkubo, K. Hono and M. Sagawa	NIMS (インターメ タリックス)	The origin of coercivity decrease in fine grained Nd - Fe - B sintered magnets	J. Mag. Mag. Mater., 321, 1100-1105.	有	2009
3-1-3	W. F. Li, T. Ohkubo and K. Hono	NIMS	Effect of post-sinter annealing on the coercivity and microstructure of Nd-Fe-B permanent magnets	Acta Mater., 57, 1337-1346.	有	2009
3-4-1	土浦宏紀、梅 裕太、守谷浩 志、佐久間昭 正	東北大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B 永久磁石の磁気 異方性	固体物理 44, pp.39~50	有	2009年

### 3. 招待講演、口頭発表等

#### (1) 招待講演等 4件

番号	発表者	所属	タイトル	発表学会名称等	国外 国内	発表年 月日
1-3-1	杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 系焼結磁石における 省 Dy 技術の研究動向(招待講演)	平成21年度秋季大会 (社)粉体粉末冶金 協会	国 内、 口頭	2009年 10月28 日
1-3-2	杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 系磁石における Dy 使用 量低減技術開発(招待講演)	2009BM 国際シンポ ジウム(日本ボン ド磁性材料協会)	国 内、 口頭	2009年 12月4 日
2-2-1	加藤宏朗、秋 屋貴博、小池 邦博	山形 大 (東北 大)	ネオジム磁石の界面構造制御 と保磁力(招待講演)	スピニクス特別研究 会	国 内、 口頭	2009年 10月 22-23日
3-3-1	K. Hono, T. Ohkubo and W.F. Li	NIMS	Toward Higher Performance Permanent Magnets for Automotive Applications	Inter. Sympo. Emerging Challenges for Metals and Materials - Engineering and Technology	国 外、 口頭	2009年 11月15 日

#### (2) 口頭発表 48件

番号	発表者	所属	タイトル	発表学会名称等	形式	発表 年月 日
1-3-1	M. Matsuura,	東北大	Effect of Cu addition	The International	国外、	2009

	S. Sugimoto, T. Fukada, R. Goto and N. Tezuka		on Coercivity and Interfacial State of Nd-Fe-B/Nd-rich Thin Films	Conference on Magnetism - ICM 2009, in Karlsruhe, Germany	ポスター	年7月26日-31日
1-3-2	松浦昌志、深田東吾、後藤龍太、手束展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B/Nd 薄膜における酸化状態と保磁力	マグネティックス研究会 ((社)電気学会)	国内、口頭	2009年8月5日-6日
1-3-3	後藤龍太、津田雅史、杉本諭、手束展規、横山昌樹、入江年雄、山本和彦、宇根康裕、佐川真人	東北大、(三徳、インターメタリクス)	(Nd, Dy)-Fe-B 系アトマイズ粉末における水素破砕挙動の評価	日本金属学会 2007 年秋期(第 145 回)大会	国内、口頭	2009年9月16日
1-3-4	松浦昌志、深田東吾、後藤龍太、手束展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 薄膜の保磁力に及ぼす酸化状態と Cu 添加の影響	マグネティックス研究会 ((社)電気学会) MAG-09-184	国内、口頭	2009年12月1日-2日
1-3-5	M. Matsuura R. Goto, N. Tezuka, and S. Sugimoto	東北大	Effect of Cu Addition on Coercivity and Interfacial State of Nd-Fe-B/Nd-rich Thin Films	KINNKEN WAKATE, Sendai, Japan	国際、ポスター	2009年12月3日
1-3-6	松浦昌志、深田東吾、後藤龍太、手束展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 薄膜の保磁力に及ぼす酸化状態と Cu 層の影響	電気学会全国大会	国内、口頭	2010年3月17日-19日
1-3-7	松浦昌志、後藤龍太、手束展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 薄膜における Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/Nd 酸化物相界面組織と保磁力	日本金属学会春期 (第 146 回) 講演大会	国内、口頭	2010年3月28日-30日
2-1-1	T. Akiya, M. Oogane, D. Ogawa, and H. Kato	東北大、インターメタリクス	Structure and Magnetic Properties of Highly-Oriented Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/Nd Bilayer Films	International Conference on Magnetism (ICM09)	国外、ポスター	2009年7月27日
2-1-2	H. Kato, T. Akiya, and K. Koike	東北大、山大	Coercivity Enhancement and Existence of Liquid Phase during Annealing in Sintered Nd-Fe-B-type Magnets	International Conference on Magnetism (ICM09)	国外、ポスター	2009年7月27日
2-1-3	秋屋貴博、佐藤文隆、小山佳一、加藤宏朗	東北大	ハード磁性体のための強磁場中熱分析装置の設計・試作	第 33 回日本磁気学会学術講演会	国内、口頭	2009年9月12日
2-1-4	秋屋貴博、佐藤文隆、宇根康裕、佐川真人、加藤宏朗	東北大、インターメタリクス	Nd-Fe-B 系焼結磁石の強磁場熱処理における Single Successive Annealing 法の検討	第 33 回日本磁気学会学術講演会	国内、口頭	2009年9月12日

2-1-5	秋屋貴博、加藤宏朗、武田全康、鈴木淳一、山口大輔、佐川真人	東北大、インターメタリックス	磁場中中性子小角散乱による Nd-Fe-B 系焼結磁石の磁化過程の解析	日本金属学会 2009 年秋期(第 145 回)大会	国内、口頭	2009 年 9 月 17 日
2-1-6	秋屋貴博、加藤宏朗、小山佳一、佐川真人	東北大、インターメタリックス	Nd-Fe-B 系焼結磁石の強磁場中 DTA 測定	第 4 回日本磁気科学学会年会	国内、口頭	2009 年 11 月 14 日
2-1-7	秋屋貴博、佐藤文隆、宇根康裕、佐川真人、加藤宏朗	東北大、インターメタリックス	SSA 法による Nd-Fe-B 系焼結磁石の保磁力の熱処理温度依存性	日本金属学会 2010 年春期(第 146 回)大会	国内、口頭	2010 年 3 月 30 日
2-1-8	秋屋貴博、佐藤文隆、宇根康裕、佐川真人、加藤宏朗、小山佳一	東北大、インターメタリックス	強磁場熱処理した Nd-Fe-B 系焼結磁石の SSA 法による NFD の変化	日本金属学会 2010 年春期(第 146 回)大会	国内、口頭	2010 年 3 月 30 日
2-2-1	K. Koike, S. Igarashi, K. Yamaguchi, T. Kusano, T. Miyazaki, D. Ogawa, T. Akiya, Y. Adachi, and H. Kato	山形大	Effect of Rare-Earth Overlayer on the Coercivity in Sputter-Deposited Nd-Fe-B Films	International Conference on Magnetism 2009 (ICM2009)	国際、ポスター	2009 年 7 月 26-31 日
2-2-2	小池邦博、五十嵐進、草野貴尚、山口清、小川大介、秋屋貴博、安達義也、加藤宏朗	山形大	Nd-Fe-B 薄膜の保磁力に与える RE overlayer 効果	第 20 回みちのく磁性談話会	国内、口頭	2009 年 7 月 11 日
2-2-3	五十嵐進、小池邦博、草野貴尚、山口清、宮崎孝道、小川大介、秋屋貴博、安達義也、加藤宏朗	山形大	SiO <sub>2</sub> /TaNd-Fe-B/Nd/Ta 膜の磁気特性に与える Nd overlayer の基板温度の影響	日本磁気学会 2009 年学術講演会	国内、口頭	2009 年 9 月 12-15 日
2-2-4	小池邦博、五十嵐進、草野貴尚、山口清、宮崎孝道、小川大介、秋屋貴博、安達義也、加藤宏朗	山形大	サファイア基板上に成膜した Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B 薄膜の磁気特性に及ぼす Nd 被覆層の影響	日本磁気学会 2009 年学術講演会	国内、口頭	2009 年 9 月 15-17 日
2-2-5	草野貴尚、小	山形大	Nd 被覆された	第 145 回日本金属学会秋	国内、	2009 年 9

	池邦博、五十嵐 進、山口清、小川大介、秋屋貴博、安達義也、加藤宏朗		Ta/Nd-Fe-B 薄膜の磁気特性	期講演大会	口頭	月 15-17 日
2-2-6	小池邦博、五十嵐 進、草野貴尚、山口清、小川大介、秋屋貴博、安達義也、加藤宏朗	山形大	Mo(110)/Nd-Fe-B 薄膜の磁気特性に与える Nd 被覆層効果	第 145 回日本金属学会秋季講演大会	国内、口頭	2009 年 9 月 15-17 日
2-2-7	小川大介、小池邦博、秋屋貴博、宮崎孝道、大兼幹彦、安藤康夫、加藤宏朗	山形大	Fe(100)上にエピタキシャル成長したNd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B 薄膜の構造と磁気特性	第 145 回日本金属学会秋季講演大会	国内、口頭	2009 年 9 月 15-17 日
2-2-8	五十嵐 進、小池邦博、草野貴尚、山口清、宮崎孝道、小川大介、秋屋貴博、安達義也、加藤宏朗	山形大	SiO <sub>2</sub> /Ta/Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B 膜の磁気特性に与える Nd 被覆層の成膜温度の影響	スピニクス特別研究会	国内、口頭	2009 年 10 月 22-23 日
2-2-9	草野貴尚、小池邦博、五十嵐 進、山口清、小川大介、秋屋貴博、安達義也、加藤宏朗	山形大	Glass/Nd/Ta/Nd-Fe-B 薄膜の磁気特性に与える Nd 被覆層の影響	スピニクス特別研究会	国内、口頭	2009 年 10 月 22-23 日
2-2-10	五十嵐 進、小池邦博、草野貴尚、山口清、宮崎孝道、小川大介、秋屋貴博、安達義也、加藤宏朗	山形大	SiO <sub>2</sub> /Ta/Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B 膜の磁気特性に与える Nd 被覆層の成膜温度の影響	応用物理学会東北支部学術講演会	国内、口頭	2009 年 12 月 3-4 日
2-2-11	山口 清、小池邦博、草野貴尚、五十嵐 進、小川大介、秋屋貴博、安達義也、加藤宏朗	山形大	ガラス基板を用いて作製されたNd-Fe-B/Nd 薄膜の磁気特性	応用物理学会東北支部学術講演会	国内、口頭	2009 年 12 月 3-4 日
2-2-12	小川大介、小	山形大	Fe(100)上に成長し	第 145 回日本金属学会秋	国内、	2009 年 9

	池邦博、秋屋貴博、宮崎孝道、大兼幹彦、安藤康夫、加藤宏朗		た Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B 薄膜の構造と交換結合	期講演大会	口頭	月15-17日
2-2-13	小川大介、小池邦博、秋屋貴博、宮崎孝道、大兼幹彦、安藤康夫、加藤宏朗	山形大	Fe(100)上に成長したNd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B薄膜の構造と交換結合	応用物理学会東北支部学術講演会, 日本大学工学部, 福島県	国内、XX	2009年12月3日
2-2-14	小池邦博、五十嵐進、草野貴尚、山口清、水野善幸、宮崎孝道、小川大介、秋屋貴博、安達義也、加藤宏朗	山形大	Nd被覆されたNd-Fe-Bスパッタ膜の構造と磁気特性	日本金属学会 2010年春期(第146回)大会, 筑波大学筑波キャンパス, 茨城県	国内、口頭	2010年3月30日
2-2-15	小川大介、小池邦博、秋屋貴博、大兼幹彦、安藤康夫、加藤宏朗	山形大	α-Fe/Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B薄膜の構造と交換結合	日本金属学会 2010年春期(第146回)大会, 筑波大学筑波キャンパス, 茨城県	国内、口頭	2010年3月30日
2-3-1	日高 徹也	TDK	TDK におけるNd-Fe-B 焼結磁石の開発動向	日本ボンド磁性材料協会「BM シンポジウム2009」	国内、口頭	2009年12月4日
3-1-1	H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, and K. Hono	NIMS	Effect of Ga in coercivity enhancement of Nd-Fe-B sintered magnets	EUROMAT 2009	国外、ポスター	2009年9月9日
3-1-2	H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, K. Hono, T. Minowa	NIMS	The effect of Ga on the grain boundary structure/chemistry of Nd-Fe-B sintered magnets	第33回日本磁気学会学術講演会	国内、口頭	2009年9月12日
3-1-3	T. Ohkubo, W. F. Li, H. Sepehri-Amin, K. Hono	NIMS	Multi-scale characterization of Nd-Fe-B permanent magnets	2009 MRS Fall Meeting	国外、口頭	2009年11月30日
3-2-1	武田 全康、鈴木 淳市、山口 大輔、秋屋 貴博、加藤 宏朗、宇根康裕、佐川 真人	JAEA (東北大、インターナショナル)	Small-Angle Neutron Scattering Measurements of Neodymium-Iron-Boron(Nd-Fe-B)Sintered Magnets	XIV International Conference on Small-Angle Scattering (SAS 2009)	国外、ポスター	2009年9月16日
3-2-2	武田 全康、鈴木 淳市、	JAEA (東北)	中性子小角散乱法で見た Nd-Fe-B 焼結	日本金属学 2009年度秋期大会	国内、口頭	2009年9月



	山口 大輔、 秋屋 貴博、 加藤 宏朗、 宇根康裕、佐 川 真人	大、インター マトリックス)	磁石の内部平均構 造と保磁力の相関 2			17 日
3-2-3	武田 全康、 鈴木 淳市、 山口 大輔、 秋屋 貴博、 加藤 宏朗、 宇根康裕、佐 川 真人	JAEA (東北 大、インター マトリックス)	中性子小角散乱法 による Nd-Fe-B 焼結 磁石の内部平均構 造と保磁力の相関 に関する研究	日本物理学会 2009 年秋期大会	国内、 口頭	2009 年 9 月 29 日
3-2-4	武田 全康、 鈴木 淳市、 山口 大輔、 秋屋 貴博、 加藤 宏朗、 宇根康裕、佐 川 真人	JAEA (東北 大、インター マトリックス)	Nd-Fe-B 焼結磁石の 中性子小角散乱パ ターンシミュレー ション	日本物理学会 2010 年年次大会	国内、 口頭	2010 年 3 月 23 日
3-3-1	松下亨、坂元 敏志、早川一 生、小林久理 眞、町田憲一	静岡理工 科大	Tb を熱拡散させた Nd-Fe-B 系焼結磁石 の保磁力についての 解析	(社)電気学会、基礎・ 材料共通部門大会	国内、 口頭	2009 年 9 月 11 日
3-3-2	富田雄二郎、 渡邊奈月、板 倉賢、西田稔、 小林久理眞	静岡理工 科大	Nd-Fe-B 系焼結磁石 の粒界構造に及ぼ す重希土類元素の 影響	日本金属学会 2009 年秋 期大会	国内、 口頭	2009 年 9 月 16 日
3-3-3	小林久理眞、 松下亨	静岡理工 科大	Nd-Fe-B 系焼結磁石 の磁化反転機構の Landau 理論による 解析	日本金属学会 2009 年秋 期大会	国内、 口頭	2009 年 9 月 17 日
3-3-4	中村通秀、早 川一生、小林 久理眞、増田 宏	静岡理工 科大	試料共振型高感度 磁力計 (RSM) によ る微小な Nd-Fe-B 系焼結磁石 のヒステリシス曲 線の測定	日本金属学会 2009 年秋 期大会	国内、 口頭	2009 年 9 月 17 日
3-3-5	松下亨、早川 一生、小林久 理眞、佐川真 人	静岡理工 科大 インターマトリ ックス	Nd-Fe-B 系焼結磁石 の着減磁過程にお ける磁壁運動性の MFM 画像からの解 析	日本金属学会 2009 年秋 期大会	国内、 口頭	2009 年 9 月 17 日
3-3-6	中村通秀、早 川一生、小林 久理眞、増田 宏	静岡理工 科大	高感度磁力計 (RSM) を用いた Nd-Fe-B 系焼結磁石 粒子の磁化反転機 構の解析	マグネティックス研究会 (社)電気学会)	国内、 口頭	2009 年 12 月 3 日
3-3-7	二村悠太、 小林久理眞	静岡理工 科大	Nd-Fe-B 系焼結磁石 の磁壁運動と保磁 力の相関関係の解	マグネティックス研究会 (社)電気学会)	国内、 口頭	2009 年 12 月 3 日

			析			
3-3-8	小林久理眞、 松下亨	静岡理工 科大	Nd-Fe-B 系焼結磁石 の研磨表面層の反 磁場係数について	マグネティックス研究会 ((社)電気学会)	国内、 口頭	2009 年 12 月 3 日
3-4-1	Y. Toga, H. Tsuchiura and A. Sakuma	東北大	Influence of the interface in Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/ $\alpha$ -Fe exchange spring magnet on the crystalline magnetic anisotropy	ICM 2009, Karlsruhe, German	国際、 ポスタ ー	2009 年 7 月 27 日
3-4-2	梶裕太、 土浦宏紀、 佐久間昭正	東北大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/ $\alpha$ -Fe 交換 スプリング磁石の 界面が磁気特性に 与える影響	第 33 回日本磁気学会学 術講演会	国内、 口頭	2009 年 9 月 12 日

#### 4. その他（イベント出展、プレス発表等） 6 件

番号	発表者	所属	タイトル	発表媒体	形式	発表年月日
PJ-all	PJ all members	All	希土類磁石のディスプロ シウム使用量削減にむけて ～希土類磁石向けディス プロシウム使用量低 減技術開発～	第 9 回国際ナノテクノ ロジー総合展・技術会議 (nano tech 2010)	ポスタ ー	2010 年 2 月 17 日 -19 日
1-3-1	松浦昌志 (後 藤 龍 太、手束展 規、杉本諭)	東 北 大	Nd-Fe-B 薄膜の保磁力に 及ぼす酸化状態と Cu 層 の影響	(社)電気学会 マグネティックス研究 奨励賞	受賞	2010 年 3 月 17 日
1-3-2	杉本諭	東 北 大	希土類磁石向けディスプロ シウム使用量低減技術 開発	元素戦略／希少金属代 替材料開発 第 4 回シ ンポジウム	口頭	2010 年 2 月 1 日
2-2-1	加藤宏朗、 安達義也、 小池邦博	山 形 大	希土類磁石向けディスプロ シウム使用量低減技術 開発	山形大学工学部創立 100 周年プレ記念事業	国内、ポ スター	2009 年 9 月 4 日
2-2-2	加藤宏朗、 安達義也、 小池邦博	山 形 大	高性能永久磁石のレアメ タル使用量を削減する界 面制御技術の開発～界面 ナノ構造制御による保磁 力向上技術の開発～	イノベーション JAPAN2009	国内、ポ スター	2009 年 9 月 16-18 日
3-1-1	宝野和博	NIMS	「金属材料のナノ組織と 特性に関する研究」	(財)本多記念会・第 6 回本多フロンティア賞	受賞	2009 年 5 月 8 日

平成 22 年度 成果発表リスト

1. 特許関連 0件

番号	出願者	出願番号	国内 外国 PCT	出願日	状態	名称	発明者
	なし						

2. 著書、論文

(1) 著書 3件

番号	発表者	所属	タイトル	書籍名、ページ番号	発表年
1-3-1	杉本諭 (単著)	東北大	MSJ サマースクール 3 4 「応用磁気の基礎」 テキスト	(社) 日本磁気学会 磁気工学の基礎(物性-材料 特性-応用)	2010 年
1-3-2	杉本諭 (共著)	東北大	ナノ構造磁性体 ー物性・機能・設計ー 4.3 節 ナノコンポジットバルク磁石	共立出版(株) pp.230-pp.246	2010 年
3-4-1	佐久間昭正	東北大	磁性の電子論	共立出版、1-343	2010

(2) 論文 28件 (内査読有 11件)

番号	発表者	所属	タイトル	発表誌名、ページ番号	査読	発表年
1-3-1	S. Sugimoto	東北大	Current status and recent topics of rare-earth permanent magnets	J. Phys. D: Appl. Phys.,44, 064001	有	2010
1-3-2	M. Matsuura, R. Goto, N. Tezuka and S. Sugimoto	東北大	Influence of Nd Oxide Phase on the Coercivity of Nd-Fe-B Thin Films	Mater. Trans. 51 (10), 1901-1904.	有	2010
1-3-3	M. Matsuura, R. Goto, N. Tezuka and S. Sugimoto	東北大	Influence of microstructural change of the interface between Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B and Nd-O phases on coercivity of Nd-Fe-B films by oxidation and subsequent low-temperature annealing	J. Phys.; Conf. Ser., 266, 012039	有	2010
1-3-4	R. Goto, S. Sugimoto, M. Matsuura, N. Tezuka, Y. Une and M. Sagawa	東北大 (インター マトリックス)	Nd-Fe-B sintered magnets fabrication by using atomized powders	J. Phys.; Conf. Ser., 266, 012029	有	2010
1-3-5	S. Sugimoto	東北大	An Overview of the Dy-saving Project in Japan (参考論文)	Proceedings of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August – 2	無	2010

				September 2010 pp.135-pp.136		
1-3-6	R. Goto, S. Sugimoto, M. Matsuura, N. Tezuka, Y. Une and M. Sagawa	東北大 (インター メタリッ ス)	Microstructure During the Fabrication Process of Nd-Fe-B Sintered Magnets Using Atomized Powders	Proceedings of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August – 2 September 2010 pp.193-pp.196	無	2010
1-3-7	M. Matsuura, R. Goto, S. Sugimoto and N. Tezuka	東北大	Influence of Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/Nd(-O) Interfacial Microstructure on Coercivity in Nd-Fe-B Thin Films	Proceeding of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their applications (REPM' 10), Bled, Slovenia, 29 August -2 September 2010 pp.317-pp.319	無	2010
2-1-1	秋屋貴博、佐 藤文隆、宇根 康裕、佐川眞 人、加藤宏朗	東北 大、イン ターメタリッ クス	Nd-Fe-B 系焼結磁石におけ る低温熱処理パターンと 減磁曲線	日本磁気学会誌 34 号 No.3 242-247	有	2010
2-1-2	T. Akiya, F. Sato, Y. Une, M. Sagawa, H. Kato	東北 大、イン ターメタリッ クス	Effect of low-temperature annealing and high magnetic fields on the coercivity in sintered Nd-Fe-B magnets	Proceedings of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August – 2 September 2010, pp.197-pp.200	無	2010
2-2-1	K. Koike, S. Igarashi, K. Yamaguchi, T. Kusano, T. Miyazaki, D. Ogawa, T. Akiya, Y. Adachi, and H. Kato	山形大	Effect of Rare-Earth Overlayer on the Coercivity in Sputter-Deposited Nd-Fe-B Films	J. Phys.; Conf. Ser., 200, 082015(1-4).	有	2010
2-2-2	H. Kato, T. Akiya, K. Koike, and D. Ogawa	山形大	Modification of the Interface Nanostructure and Coercivity in Nd-Fe-B Magnets	Proceedings of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August – 2 September 2010, pp. 36-pp.39.	無	2010
2-2-3	K. Koike, T. Kusano, D. Ogawa, T. Miyazaki, T. Akiya, Y.	山形大	Giant Coercivity Enhancement by Nd Sputter Coating in Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B Thin Films,	Proceedings of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled,	無	2010

	Adachi, and H. Kato			Slovenia, 29 August – 2 September 2010, pp.106-pp.108.		
3-1-1	H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, K. Hono	NIMS	Grain boundary structure and chemistry of Dy-diffusion processed Nd-Fe-B sintered magnets	J. Appl. Phys., 107, 09A745(3pp)	有	2010
3-2-1	M. Takeda, J. Suzuki, D. Yamaguchi, T. Akiya, H. Kato, Y. Une, and M. Sagawa	JAEA (東北大学、インターメタリックス)	Correlation between the Averaged Internal Structure and the Coercive Force of Neodymium-Iron-Boron (Nd-Fe-B) Sintered Magnets Investigated by Small-Angle Neutron Scattering	Proceedings of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications, Vol. 53, pp161-164.	無	2010
3-2-2	加倉井和久、武田全康	JAEA	中性子散乱による磁性材料の研究	Journal of the Vacuum Society of Japan, Vol. 53, pp720-724.	有	2010
3-3-1	K. Kobayashi	静岡理工科大	Analysis of the coercivity mechanism in sintered Nd-Fe-B magnets using Landau theory	Proceedings of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August – 2 September 2010, pp.149-152.	無	2010
3-3-2	K. Kobayashi, M. Nakamura, K. Hayakawa and H. Masuda	静岡理工科大 (インターメタリックス)	Measurements of the hysteresis curves of isolated Nd-Fe-B magnet fine particles (20-100 $\mu$ m) using highly sensitive, resonating-sample magnetometer (RSM)	Proceedings of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August – 2 September 2010, pp.177-179.	無	2010
3-3-3	小林久理眞、漆畑貴美子、松下亨、坂本敏志	静岡理工科大	試料表面から Tb を拡散した Nd-Fe-B 系焼結磁石の磁気特性と磁区構造	MAG-10-177、マグネテイクス研究会資料 ((社) 電気学会)、pp.11-16	無	2010
3-3-4	中村通秀、早川一生、小林久理眞、増田宏	静岡理工科大 (インターメタリックス)	3 次元的に微細化した Nd-Fe-B 系焼結磁石粒子 (20 $\mu$ m – 5.5mm) の磁気特性	MAG-10-181、マグネテイクス研究会資料 ((社) 電気学会)、pp.31-36	無	2010
3-3-5	小林久理眞	静岡理工科大	Nd-Fe-B 系焼結磁石の磁化反転機構の Landau 理論を用いた解析	MAG-10-182、マグネテイクス研究会資料 ((社) 電気学会)、pp.37-42	無	2010
3-3-6	小林久理眞	静岡理工科大	永久磁石の高性能化研究の最新動向 – 総論 –	電気学会シンポジウム予稿集 (2010/3/19) (第 2 分冊) S5 (1-4 ページ)	無	2010
3-3-7	小林久理眞、小山佳一	静岡理工科大 (インターメタリックス)	Nd-Fe-B 系焼結磁石の磁気異方性と保磁力の研究	東北大学金属材料研究所強磁場超伝導材料研究センター、平成 21 年度 年次報告	無	2010

		ス)		(2010)、 pp.98-101		
3-3-8	小林久理眞	静岡理工科大	調査研究委員会レポート(永久磁石の高性能化研究と応用調査専門委員会、2007/4 - 2010/3 年度設置)	電気学会論文誌 A、vol.130、No.6、(2010) p.609.	無	2010
3-3-9	小林久理眞	静岡理工科大	一地磁気から電気自動車の駆動モータまでー 永久磁石の研究	SRI ((財) 静岡総合研究機構)、No.100、(2010.6) pp.44-45.	無	2010
3-4-1	H. Moriya, H. Tsuchiura, A. Sakuma	東北大	First-Principles Calculation of the Magnetic Moment and Crystal Field Parameter Near the Surfaces of Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	Proceedings of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August - 2 September 2010, pp.153-156	無	2010
3-4-2	S. Tanaka, H. Moriya, H. Tsuchiura, A. Sakuma, M. Diviš and P. Novák	東北大	First-principles calculation of crystal field parameters of Dy ions substituted for Nd in Nd-Fe-B magnets	J. Phys.: Conf. Ser, 266, pp.012045-1 - 012045-4	有	2011
3-4-3	Y.Toga, H. Moriya, H. Tsuchiura and A. Sakuma	東北大	First principles study on interfacial electronic structures in exchange-spring magnets	J. Phys.: Conf. Ser, 266, pp.012046-1 - 012046-4	有	2011
3-4-4	S. Tanaka, H. Moriya, H. Tsuchiura, A. Sakuma, M. Divis and P. Novak	東北大	First principles study on the local magnetic anisotropy near surfaces of Dy <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B and Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B magnets	J. Appl. Phys. <b>109</b> , pp.07A702-1-07A702-3	有	2011

### 3. 招待講演、口頭発表等

#### (1) 招待講演等 10 件

番号	発表者	所属	タイトル	発表学会名称等	国外 国内	発表年 月日
1-3-1	S. Sugimoto	東北大	Current status and recent topics of rare-earth permanent magnets	ISAMMA 2010 The 2nd International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications, July 12-16, 2010, Sendai, Japan	国内	2010年 7月12日 -16日
1-3-2	S. Sugimoto	東北大	Application of Permanent Magnets for Microwave Absorbers in GHz Range	CIMTEC 2010 - 12th International Conference on Modern Materials and Technologies, Montecatini Terme, Tuscany, Italy, June 13-18, 2010	国外	2010年 6月13日 -18日
2-1-1	加藤宏朗、秋屋貴博、小池邦博	東北大、山形大	省レアメタル永久磁石の開発	シンポジウム「定常強磁場科学における日本の展望」	国内	2010年 11月 29日
2-1-2	H. Kato, T.	東北大、	Coercivity	TMS2011(Annual	国外	2011年

	Akiya, K. Koike	山形大	enhancement in sintered Nd-Fe-B magnets annealed under high magnetic fields	Meeting of Minerals, Metals and Materials Society 2011)		3月2日
3-1-1	K. Hono, T. Ohkubo	NIMS	Advances in laser assisted atom probe and its applications to the interface characterizations of permanent magnets	13th Inter. Conf. Intergranular Interphase Boundaries in Material	国内	2010年6月30日
3-1-2	T. Ohkubo, H. Sepehri-Amin, W. F. Li, K. Hono	NIMS	Grain boundary structure and chemistry of Dy-containing and Dy-diffused Nd-Fe-B sintered magnets	Proceedings of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August – 2 September 2010	国外	2010年8月31日
3-1-3	K. Hono, H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo	NIMS	Microstructure and coercivity relationships in permanent magnets for energy-efficient devices	55th Annual Conference on Magnetism and Magnetic Materials	国外	2010年11月15日
4-1-1	近田 滋	トヨタ	環境に対応して進化する自動車と塑性加工技術	第284回塑性加工シンポジウム	国内	2010年9月16日
4-1-2	近田 滋	トヨタ	Materials for Motors of Hybrid Automobiles	2011 TMS Annual Meeting, San Diego, USA	国外	2011年3月1日
4-1-3	近田 滋	トヨタ	Copper requirements in 'green' application	2011 International Wrought Copper Council, Malaysia	国外	2011年3月8日

(2) 口頭発表 61件

番号	発表者	所属	タイトル	発表学会名称等	形式	発表年月日
1-2-1	宇根 康裕	インターメタリックス	Enhancement of coercivity of the NdFeB sintered magnets by decreasing the grain size	21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August-2 September 2010	国内、口頭	2010年8月30日
1-3-1	松浦昌志、後藤龍太、手束展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 薄膜におけるNd-O相の組織	粉体粉末冶金協会平成22年度春季大会	国内、口頭	2010年5月25日-27日
1-3-2	R. Goto, S. Sugimoto, M. Matsuura, N. Tezuka, Y. Une, and M. Sagawa	東北大 (インターメタリックス)	Nd-Fe-B sintered magnets fabrication by using atomized powders	The 2nd International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications (ISAMMA2010)	国内、ポスター	2010年7月12-16日
1-3-3	M. Matsuura, R. Goto, N.	東北大	Phase change of Nd Oxide Phase in Nd	The 2nd International Symposium on Advanced	国内、ポスター	2010年7月12

	Tezuka, S. Sugimoto		Thin Films	Magnetic Materials and Applications (ISAMMA2010)	ター	日-16日
1-3-4	R. Goto, S. Sugimoto, M. Matsuura, N. Tezuka, Y. Une and M. Sagawa	東北大 (インターメタリックス)	Microstructure During the Fabrication Process of Nd-Fe-B Sintered Magnets Using Atomized Powders	21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August - 2 September 2010	国外、口頭	2010年8月29日-9月2日
1-3-5	M. Matsuura, S. Sugimoto, R. Goto, N. Tezuka	東北大	Influence of Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/Nd(-O) Interfacial Microstructure on Coercivity in Nd-Fe-B Thin Films	21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August - 2 September 2010	国外、ポスター	2010年8月29日-9月2日
1-3-6	S. Sugimoto	東北大	An Overview of the Dy-saving Project in Japan	21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August - 2 September 2010	国外、口頭	2010年8月29日-9月2日
1-3-7	M. Matsuura, R. Goto, N. Tezuka and S. Sugimoto	東北大	Influence of Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/Nd(-O) Interfacial Microstructure on Coercivity in Nd-Fe-B Thin Films	KINNKEN WAKATE	国内、ポスター	2010年12月2日-3日
2-1-1	T. Akiya, F. Sato, Y. Une, M. Sagawa, H. Kato	Tohoku Univ. Intermetallics Co Ltd.,	Effect of low-temperature annealing and high magnetic fields on the coercivity in sintered Nd-Fe-B magnets	21st Workshop in Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications	国外、口頭	2010年9月2日
2-1-2	秋屋貴博、佐藤文隆、宇根康裕、佐川真人、加藤宏朗	東北大、(インターメタリックス)	Nd-Fe-B系焼結磁石における熱処理温度と反転核発生磁場分布	第34回日本磁気学会学術講演会	国内、口頭	2010年9月5日
2-1-3	秋屋貴博、佐藤文隆、宇根康裕、佐川真人、高橋弘紀、加藤宏朗	東北大、インターメタリックス	三元共晶温度以上で強磁場熱処理したNd-Fe-B系焼結磁石の低温熱処理と減磁曲線	金属学会 2010年秋期(第147回)大会	国内、口頭	2010年9月26日
2-1-4	秋屋貴博、佐藤文隆、高橋弘紀、加藤宏朗	東北大	Nd-Fe-B系焼結磁石における強磁場プロセスの検討	日本磁気科学会 第5回年会	国内、口頭	2010年10月22日
2-1-5	秋屋貴博、加藤宏朗、武田全康、鈴木淳市、山口大輔	東北大、JAEA	Nd-Fe-B系焼結磁石における初期磁化過程の中性子小角散乱による解析	金属学会 2011年春期(第148回)大会	国内、口頭	2011年3月26日
2-1-6	秋屋貴博、佐藤文隆、加藤宏朗	東北大	材料電磁プロセスとNd-Fe-B系焼結磁石の粒界構造	金属学会 2011年春期(第148回)大会	国内、口頭	2011年3月26日



2-1-7	加藤宏朗、秋屋貴博、小池邦博	山形大 (東北大)	シンポジウム「定常強磁場科学における日本の展望」	省レアメタル永久磁石の開発	国内、口頭	2010年 11月29日
2-1-8	H. Kato, T. Akiya, and K. Koike	山形大 (東北大)	Coercivity Enhancement in Sintered Nd-Fe-B Magnets Annealed under High Magnetic Fields	Annual Meeting of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS2011)	国外、口頭	2011年 3月2日
2-2-1	H. Kato, T. Akiya, K. Koike, and D. Ogawa	山形大 (東北大)	Interface Nanostructure and Coercivity in Nd-Fe-B Magnets	The 2nd International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications (ISAMMA2010)	国内、口頭	2010年 7月12日
2-2-2	D. Ogawa, K. Koike, T. Miyazaki, S. Mizukami, M. Oogane, Y. Ando and H. Kato	山形大 (東北大)	Ferromagnetic-Resonance Study of Exchange Coupling in $\alpha$ -Fe/Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B Interfaces	The 2nd International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications (ISAMMA2010)	国内、ポスター	2010年 7月12日
2-2-3	K. Koike, D. Ogawa, T. Kusano, T. Miyazaki, T. Akiya, Y. Adachi and H. Kato	山形大	Enhanced coercivity in Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (a-plane)/Mo/Nd-Fe-B/Nd/Mo thin films	The 2nd International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications (ISAMMA2010)	国内、ポスター	2010年 7月12日
2-2-4	S. Igarashi, K. Koike, T. Miyazaki, Y. Mizuno, D. Ogawa, T. Akiya, H. Kimura, Y. Adachi and H. Kato	山形大	Effect of Substrate Temperature during Deposition of Nd overlayer on the Coercivity in Nd-Fe-B Thick Films	The 2nd International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications (ISAMMA2010), Sendai	国内、ポスター	2010年 7月12日
2-2-5	H. Kato, T. Akiya, K. Koike, and D. Ogawa	山形大	Modification of the Interface Nanostructure and Coercivity in Nd-Fe-B Magnets	21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10)	国外、口頭	2010年 8月30日
2-2-6	D. Ogawa, K. Koike, T. Miyazaki, S. Mizukami, T. Akiya, M. Oogane, Y. Ando and H. Kato	山形大 (東北大)	Ferromagnetic Resonance Investigation of Exchange Coupling in Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/ $\alpha$ -Fe Interfaces	21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10)	国外、口頭	2010年 8月30日
2-2-7	K. Koike, T. Kusano, D. Ogawa, T. Miyazaki, T. Akiya, Y. Adachi and H. Kato	山形大	Giant Coercivity Enhancement by Nd Sputter Coating in Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B Thin Films	Proceedings of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August – 2 September 2010	国外、口頭	2010年 8月30日

2-2-8	草野貴尚、小池邦博、小川大介、秋屋貴博、安達義也、加藤宏朗	山形大	Nd-Fe-B/Nd 膜の保磁力に及ぼす Nd-Fe-B 層厚の影響	日本磁気学会 2010 年学術講演会	国内、口頭	2010 年 9 月 6 日
2-2-9	小川大介、小池邦博、水上成美、大兼幹彦、安藤康夫、宮崎孝道、加藤宏朗	山形大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/ $\alpha$ -Fe 界面の結晶面方位と交換結合	日本磁気学会 2010 年学術講演会	国内、口頭	2010 年 9 月 6 日
2-2-10	草野貴尚、小池邦博、小川大介、秋屋貴博、安達義也、加藤宏朗	山形大	MgO(100)基板上に形成した Nd-Fe-B 薄膜の保磁力に与える Nd 被覆の影響	2010 年日本金属学会秋季講演大会(第 147 回)	国内、口頭	2010 年 9 月 26 日
2-2-11	小川大介、小池邦博、水上成美、大兼幹彦、安藤康夫、宮崎孝道、加藤宏朗	山形大 (東北大)	R <sub>2</sub> M <sub>14</sub> B/ $\alpha$ -Fe 界面(R = Nd, Pr; M = Fe, Co)の結晶方位と交換結合	2010 年日本金属学会秋季講演大会(第 147 回)	国内、口頭	2010 年 9 月 26 日
2-2-12	草野貴尚、小池邦博、小川大介、安達義也、加藤宏朗	山形大	SiO <sub>2</sub> /Ta/Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B 膜の磁気特性に与える Nd 被覆層の成膜温度の影響	第 65 回応用物理東北支部学術講演会	国内、口頭	2010 年 11 月 25 日
2-2-13	梅澤 仁、坂井美樹、草野貴尚、小池邦博、稲葉信幸、加藤宏朗	山形大	Nd-Fe-B/Dy 薄膜の界面状態と保磁力	第 65 回応用物理東北支部学術講演会	国内、口頭	2010 年 11 月 25 日
2-2-14	K. Koike, Y. Sakai, T. Kusano, N. Inaba, and H. Kato	山形大	Interface Structure and Coercivity in Nd-Fe-B/Dy Films	International Conference of Asian Union of Magnetism Societies (ICAUMS2010)	国外、ポスター	2010 年 12 月 5 日
2-2-15	K. Koike, S. Igarashi, T. Miyazaki, D. Ogawa, H. Kimura, and H. Kato	山形大	Coercivity enhancement in Nd-Fe-B/Nd thick films	International Conference of Asian Union of Magnetism Societies (ICAUMS2010)	国外、口頭	2010 年 12 月 5 日
2-2-16	小川大介、小池邦博、水上成美、大兼幹彦、安藤康夫、宮崎孝道、加藤宏朗	山形大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B(100)/ $\alpha$ -Fe(110)界面における交換結合の評価	2011 年日本金属学会春季講演大会(第 148 回)	国内、口頭	2010 年 3 月 26 日
2-2-17	小池邦博、草野貴尚、梅澤仁、小川大介、加藤宏朗	山形大	孤立した Nd-Fe-B 微粒子の構造と磁気特性に与える Nd 被覆の影響	2011 年日本金属学会春季講演大会(第 148 回)	国内、口頭	2010 年 3 月 26 日

2-3-1	T. Hidaka, C. Ishizaka, and M. Hosako	TDK	The Effect of Dy Source Size on the Magnetic Properties and Microstructure of Nd-Fe-B Sintered Magnets in the H-HAL (Homogeneous-High Anisotropy Field Layer) Process	The 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August – 2 September 2010	国外、口頭	2010年
3-1-1	H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, K. Hono	NIMS	Microstructure and coercivity of Dy diffusion processed Nd-Fe-B sintered magnets	The 2nd International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications (ISAMMA2010)	国内、口頭	2010年7月13日
3-1-2	H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, K. Hono	NIMS	Atom probe study on the grain boundary chemistry of Nd-Fe-B sintered magnets	Proceedings of the 21st Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August – 2 September 2010	国外、ポスター	2010年8月31日
3-1-3	大久保忠勝、 H. Sepehri-Amin 、宝野和博	NIMS	Dy 拡散処理した Nd-Fe-B 焼結磁石のマルチスケール組織解析	第34回日本磁気学会学術講演会	国内、口頭	2010年9月6日
3-2-1	M. Takeda, J. Suzuki, D. Yamaguchi, T. Akiya, H. Kato, Y. Une, and M. Sagawa	JAEA (東北 大、インター ナショナル リサーチ)	Correlation between the Averaged Internal Structure and the Coercive Force of Neodymium-Iron-Boron (Nd-Fe-B) Sintered Magnets Investigated by Small-Angle Neutron Scattering	Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications	国外、口頭	2010年9月1日
3-2-2	武田全康、鈴木淳市、山口大輔、秋屋貴博、加藤宏朗、宇根康裕、佐川真人	JAEA (東北 大、インター ナショナル リサーチ)	Nd-Fe-B 焼結磁石の中性子小角散乱パターンスミュレーション II	日本物理学会 2010 年秋期大会	国内、口頭	2010年9月24日
3-2-3	武田全康、鈴木淳市	JAEA	iMATERIA における小角・低角散乱データ取得の試みとデータ検討	茨城県中性子利用促進研究会 材料構造解析研究会 合同研究会	国内、口頭	2010年9月30日
3-2-4	J.Suzuki	JAEA	Development of the Smaller-Angle Neutron Scattering Instrument TAIKAN of J-PARC,	20th MRS-Japan Academic Symposium	国内、口頭	2010年12月21日

			"Small-angle scattering for characterizing hetero-structure in eco-innovative materials"			
3-2-5	武田全康、鈴木淳市、山口大輔、秋屋貴博、加藤宏朗、宇根康裕、佐川真人	JAEA	中性子小角散乱法によるNd-Fe-B焼結磁石の内部平均構造の研究	第2回小角散乱解析法研究会	国内、口頭	2011年2月23日
3-2-6	鈴木淳市	JAEA	動きだす“TAIKAN”	第2回小角散乱解析法研究会	国内、口頭	2011年2月23日
3-3-1	小林久理眞	静岡理工科大	Nd-Fe-B系焼結磁石の保磁力発現機構のLandau理論を用いた解釈	粉体粉末冶金協会平成22年度春期大会(第105回講演大会)	国内、口頭	2010年5月26日
3-3-2	小林久理眞、漆畑貴美子、松下亨、小山佳一	静岡理工科大	Dy添加Nd-Fe-B系焼結磁石の磁化過程における特異なピンニング挙動について	粉体粉末冶金協会平成22年度春期大会(第105回講演大会)	国内、口頭	2010年5月26日
3-3-3	小林久理眞	静岡理工科大	Nd-Fe-B系焼結磁石の保磁力発現機構のLandau理論による解析	日本金属学会秋期大会、第147回大会	国内、口頭	2010年9月26日
3-3-4	小林久理眞、松下亨	静岡理工科大	Nd-Fe-B系焼結磁石の減磁過程における磁壁運動と保磁力の相関性	日本金属学会秋期大会、第147回大会	国内、口頭	2010年9月26日
3-3-5	中村通秀、早川一生、小林久理眞	静岡理工科大(イタマトリックス)	三次元的に微細化したNd-Fe-B系焼結磁石粒子(20 $\mu$ m-3mm)の磁気特性	日本金属学会秋期大会、第147回大会	国内、口頭	2010年9月26日
3-3-6	小林久理眞、漆畑貴美子、廣岡瞳、秋屋貴博、小山佳一	静岡理工科大	Dy添加(0-100%)Nd-Fe-B系焼結磁石の磁気特性と磁区構造	日本金属学会秋期大会、第147回大会	国内、口頭	2010年9月25日
3-3-7	K. Kobayashi, M. Nakamura, K. Hayakawa, and H. Masuda	静岡理工科大	Measurements of the hysteresis curves of isolated Nd-Fe-B magnet fine particles (20-100 $\mu$ m) using a highly sensitive, resonating-sample magnetometer (RSM)	21 <sup>st</sup> Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications (REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August - 2 September 2010	国外、口頭	2010年8月31日
3-3-8	K. Kobayashi	静岡理工科大	Analysis of the coercivity mechanism in sintered Nd-Fe-B	21 <sup>st</sup> Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their	国外、口頭	2010年9月1日

			magnets using Landau theory	Applications(REPM'10), Bled, Slovenia, 29 August - 2 September 2010		
3-3-9	小林久理眞、漆畑貴美子、松下亨、坂本敏志	静岡理工科大	試料表面からTbを拡散したNd-Fe-B系焼結磁石の磁気特性と磁区構造	電気学会、マグネティックス研究会	国内、口頭	2010年12月2日
3-3-10	中村通秀、早川一生、小林久理眞、増田宏	静岡理工科大	3次元的に微細化したNd-Fe-B系焼結磁石粒子(20 $\mu$ m - 5.5mm)の磁気特性	電気学会、マグネティックス研究会	国内、口頭	2010年12月2日
3-3-11	小林久理眞	静岡理工科大	Nd-Fe-B系焼結磁石の磁化反転機構のLandau理論を用いた解析	電気学会、マグネティックス研究会	国内、口頭	2010年12月2日
3-4-1	S Tanaka, H Moriya, H Tsuchiura, A Sakuma, M Diviš and P Novák	東北大	First-principles calculation of crystal field parameters of Dy ions substituted for Nd in Nd-Fe-B magnets	The 2nd International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications, Sendai, Japan, (2010)	国内、口頭	2010年7月12日
3-4-2	Y. Toga, H. Moriya, H. Tsuchiura and A. Sakuma	東北大	First principles study on interfacial electronic structures in exchange-spring magnets	The 2nd International Symposium on Advanced Magnetic Materials and Applications, Sendai, Japan, (2010)	国内、ポスター	2010年7月12日
3-4-3	Moriya, H. Tsuchiura and A. Sakuma	東北大	First-principles calculation of the magnetic moment and crystal field parameter near the surface of Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	21th Workshop on Rare-Earth Permanent Magnets and their Applications, August, Bled, Slovenia.	国内、口頭	2010年9月1日
3-4-4	田中進、土浦宏紀、守谷浩志、佐久間昭正	東北大	NdFeB 磁石における Dy 添加の影響に関する第一原理的評価	2010 年秋季日本金属学会学術講演会, Q-504, 北海道大学	国内、口頭	2010年9月26日
3-4-5	S. Tanaka, H. Moriya, H. Tsuchiura, A. Sakuma, M. Diviš and P. Novák	東北大	First principles study on the local magnetic anisotropy near surfaces of Dy <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B and Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B magnets	55th Annual Conference on Magnetism and Magnetic Materials, HF-04, Atlanta, America	国外、口頭	2010年1月18日
3-4-6	C. Mitsumata, H. Tsuchiura, Y. Toga, and A. Sakuma	東北大	Model Calculation of Magnetization Reversal Process of Hard Magnet in Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B System	International Conference of Asian Union of Magnetic Societies 2010 (ICAUMS2010), Korea	国外、口頭	2010年12月5日
3-4-7	三俣千春、土浦宏紀、佐久間昭正	東北大	希土類磁石の磁化反転機構のモデル解析	2011 年春期 (第 148 回) 日本金属学会講演大会 (東京)	国内、口頭	2011 年 3 月 28 日

#### 4. その他 (イベント出展、プレス発表等) 14 件

番号	発表者	所属	タイトル	発表媒体	形式	発表年月日
PJ-all	PJ all members	All	モータ用磁石 Dy メカニズムを解明し必要などころに必要なだけ	日経ものづくり (pp.52-59)	取材、雑誌	2011年1月
PJ-all	PJ all members	All	ネオジム磁石 脱中国を目指し Dy レスの研究加速 リサイクルはコストがかぎに	日経エレクトロニクス (pp.46-49)	取材、雑誌	2011年1月
PJ-all	PJ-all Members	All	希土類磁石のジスプロシウム使用量削減にむけて～希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発～	第10回国際ナノテクノロジー総合展・技術会議 (nano tech 2011)	ポスター	2011年2月16日-18日
1-3-1	杉本諭	東北大	永久磁石の高性能化と応用に関する研究	(社)日本磁気学会優秀研究賞	受賞	2010年9月5日
1-3-2	杉本諭 (分担執筆)	東北大	ジスプロシウムの使用量を4割削減で成長産業の根幹を守る	focus NEDO No.40 pg.10-11	雑誌	2011年2月
1-3-3	杉本諭	東北大	東北モータ磁石イノベーション戦略会議 希土類使用 削減探る	自動車産業 産学官ナビ、河北新報	プレス発表	2011年2月15日
1-3-4	佐川真人、宇根康裕、杉本諭、後藤龍太	インターメタリックス、東北大	ネオジム磁石 ジスプロシウム4割減 インターメタリックスなど 保磁力は維持	日刊工業新聞 (14P)	プレス発表	2010年12月28日
1-3-5	佐川真人、宇根康裕、杉本諭、後藤龍太	インターメタリックス、東北大	ネオジム磁石 ジスプロシウム4割減 インターメタリックスなど 保磁力は維持	日本経済新聞 (3面)	資料提供	2010年12月27日
1-3-6	佐川真人、宇根康裕、杉本諭、後藤龍太	インターメタリックス、東北大	ネオジム磁石 ジスプロシウム4割減 インターメタリックスなど 保磁力は維持	日刊自動車新聞 (8面)	資料提供	2010年12月28日
1-3-7	佐川真人、宇根康裕、杉本諭、後藤龍太	インターメタリックス、東北大	ネオジム磁石 ジスプロシウム4割減 インターメタリックスなど 保磁力は維持	河北新報 (3面)	資料提供	2010年12月27日
1-3-8	佐川真人、宇根康裕、杉本諭、後藤龍太	インターメタリックス、東北大	ネオジム磁石 ジスプロシウム4割減 インターメタリックスなど 保磁力は維持	鉄鋼新聞 (4面)	資料提供	2010年12月27日
1-3-9	杉本諭	東北大	希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発	元素戦略/希少金属代替材料開発 第5回シンポジウム	口頭	2011年3月4日
2-2-1	秋屋貴博	東北大	Nd-Fe-B系焼結磁石における低温熱処理パターンと減磁曲線	日本磁気学会 学術奨励賞 (内山賞) J. Magn. Soc. Japan -Vol. 34 (2010), No. 3	受賞	

				pp.242-247		
3-1-1	宝野和博	NIMS		TMS Fellows Award	受賞	

## 平成23年度 成果発表リスト

### 1. 特許関連 1 件

番号	出願者	出願番号	国内外 外国 PCT	出願日	状態	名称	発明者
1-1-1	(株) 三徳	特願 2011-149548		2011年6 月16日	出願 中 (審 査 中)	金属又は合金の製 造装置	鬼村拓也、 入江年雄、 田畑進也

### 2. 著書、論文

#### (1) 著書 5 件

番号	発表者	所属	タイトル	書籍名、ページ番号	発表年
1-1-1	佐川眞人 (代表執 筆、分担執 筆)	インターマ リックス (株)	11 章 ネオジム磁石発明者の 述懐	佐川眞人監修「ネオジム磁石 のすべて-レアアースで地球 を守ろう-」((株)アグネ技術 センター)、pp.191-198	2011 年
1-3-1	杉本諭 (分担執 筆)	東北大	8 章 省・脱ジスプロシウム研 究の取り組み	佐川眞人監修「ネオジム磁石 のすべて-レアアースで地球 を守ろう-」((株)アグネ技術 センター)、pp.121-136	2011 年
3-1-1	宝野和博 (分担執 筆)	NIMS	7 章 ネオジム磁石の微細構造 と保磁力	佐川眞人監修「ネオジム磁石 のすべて-レアアースで地球 を守ろう-」((株)アグネ技術 センター)、pp.101-120	2011 年
3-3-1	小林久理 眞 (分担執 筆)	静岡理 工科大	2 章 ネオジム磁石はなぜ強い か、やさしい物理	佐川眞人監修「ネオジム磁石 のすべて-レアアースで地球 を守ろう-」((株)アグネ技術 センター)、pp. 15-40	2011 年
4-1-1	近田 滋 (分担執 筆)	トヨタ	6 章 ハイブリッド自動車、電 気自動車用ネオジム磁石の進 歩	佐川眞人監修「ネオジム磁石 のすべて-レアアースで地球 を守ろう-」((株)アグネ技術 センター)、pp. 92-100	2011 年

#### (2) 論文 23 件 (内査読有 18 件)

番号	発表者	所属	タイトル	発表誌名、ページ番号	査 読	発表年
1-2-1	宇根康裕、佐 川眞人	インターマ リックス	結晶粒微細化による Nd-Fe-B 焼結磁石の高保磁 力化	日本金属学会誌, 76, 12-16.	有	2012
1-3-1	R. Goto, M. Matsuura, S. Sugimoto, N. Tezuka, Y. Une and M.	東北 大、イン ターマリッ クス	Microstructure evaluation for Dy-free Nd-Fe-B sintered magnets with high coercivity	J. Appl. Phys., 111, 07A739	有	2012



	Sagawa					
1-3-2	M. Matsuura, R. Goto, N. Tezuka and S. Sugimoto	東北大	Transmission Electron Microscopy Study on Nd-rich Phase at The Surface of Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B Phase in Nd-Fe-B Films	IEEE Trans. Magn. 47, 3273-3275.	有	2011
1-3-3	杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 系磁石における Dy 使用量低減技術開発の現状 [解説]	まぐね, 6(2), 1901-1904.	無	2011
1-3-4	松浦昌志、後藤龍太、手束展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 薄膜における Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/Nd-Rich 界面組織と保磁力 [解説]	日本金属学会誌, 76, pp.65-71.	有	2012
2-1-1	秋屋貴博、佐藤文隆、宇根康裕、佐川真人、高橋弘紀、加藤宏朗	東北大、インターメタリックス	三元共晶温度以上で強磁場熱処理した Nd-Fe-B 系焼結磁石の低温熱処理と減磁曲線	日本金属学会誌, 75(4), 193-197	有	2011
2-1-2	秋屋貴博、加藤宏朗、宇根康裕、佐川真人	東北大、インターメタリックス	Nd-Fe-B 系焼結磁石の熱処理と保磁力, 日本金属学会誌	日本金属学会誌, 76(1), 36-42	有	2012
2-1-3	加藤宏朗、秋屋貴博、高橋弘紀	東北大	Nd-Fe-B 系焼結磁石の強磁場熱処理と保磁力	日本金属学会誌, 76(1), 72-80	有	2012
2-2-1	D. Ogawa, K. Koike, T. Miyazaki, S. Mizukami, M. Oogane, Y. Ando, H. Kato	山形大	Evaluation of Exchange Coupling in $\alpha$ -Fe(100)/Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B(001) Interface	J. Mag. Soc. Jpn., 36, 15-12.	有	2012
3-1-1	W. F. Li, H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, N. Hase, K. Hono	NIMS	Distribution of Dy in high coercivity (Nd,Dy)-Fe-B sintered magnets	Acta Mater., 59, 3061-3069	有	2011
3-1-2	H. Sepehri-Amin, Y. Une, T. Ohkubo, K. Hono, M. Sagawa	NIMS (インターメタリックス)	Microstructure of fine-grained Nd-Fe-B sintered magnets with high coercivity	Scripta Mater., 65, 396-399	有	2011
3-1-3	H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, T. Shima, K. Hono	NIMS	Grain boundary and interface chemistry of a Nd-Fe-B sintered magnet	Acta Mater., 60, 819-830	有	2012
3-1-4	宝野和博、大久保忠勝、H. Sepehri-Amin	NIMS	Nd-Fe-B 磁石の高保磁力化をめざした微細組織制御	日本金属学会誌, 76, 2-11	有	2012
3-2-1	武田全康、鈴木淳市、秋屋貴博、加藤宏朗	JAEA, (東北大、インターメタリックス)	解説論文 中性子小角散乱で見るネオジム系焼結磁石の平均内部構造	日本金属学会誌 第76巻, pp. 165-176.	有	2012

		ス)				
3-3-1	小林久理眞、 漆畑貴美子、 宇根康弘、佐 川眞人	静岡理 工科大	Nd-Fe-B 系焼結磁石の保磁 力発現機構に及ぼす結晶磁 気異方性、結晶粒子径、磁区 サイズの影響	日本金属学会誌, 76 (1), pp.27-35.	有	2012
3-3-2	K. Kobayashi, K. Urushibata, T. Matsushita, and T. Akiya	静岡理 工科大 (インター マトリッ ク)	The origin of unique initial magnetization curves in Dy-substituted (Nd <sub>1-x</sub> , Dy <sub>x</sub> ) <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B (x = 0-1) sintered magnets	J. Appl. Phys., 111, 023907 (2012) 5-pages, doi: 10.1063/1.3676209.	有	2012
3-3-3	中村通秀、早 川一生、小林 久理眞、増田 宏	静岡理 工科大 (インター マトリッ ク)	微小な Nd-Fe-B 系焼結磁石 における磁化反転機構の解 析 — 研磨面方位および調 製雰囲気による磁気特性へ の影響—	日本金属学会誌, 75 (4), 248-253.	有	2011
3-3-4	K. Kobayashi, T. Matsushita, K. Hayakawa and M. Sagawa	静岡理 工科大 (インター マトリッ ク)	Analysis of magnetization and demagnetization processes in Nd-Fe-B sintered magnets using the step method	J. Mag. Soc. Jpn., 35(3), 185 - 193.	有	2011
3-3-5	西川明江、漆 畑貴美子、早 川一生、小林 久理眞	静岡理 工科大	Nd-Fe-B 系焼結磁石におけ る大気中の表面酸化による 磁壁運動変化	MAG-11-142, マグネテ ィックス研究会資料 ( (社) 電気学会, pp.13-18	無	2011
3-3-6	中村通秀、早 川一生、小林 久理眞	静岡理 工科大 (インター マトリッ ク)	酸素分圧制御下において 3 次元的に微細化した Nd-Fe-B 系焼結磁石の磁化 反転機構	MAG-11-143, マグネテ ィックス研究会資料 ( (社) 電気学会) pp.19-24	無	2011
3-3-7	小林久理眞、 漆畑貴美子	静岡理 工科大	Nd-Fe-B 系焼結磁石試料の 研磨表面層の磁氣的性質	MAG-11-144, マグネテ ィックス研究会資料 ( (社) 電気学会) pp.25-30	無	2011
3-4-1	C. Mitsumata, H. Tsuchiura, and A. Sakuma	東北大	Model Calculation of Magnetization Reversal Process of Hard Magnet in Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B System	Appl. Phys. Express, 4, 113002-1-113002-3	有	2011
3-4-2	土浦宏紀、三 俣千春、佐久 間昭正	東北大	Nd-Dy-Fe-B 永久磁石の保磁 力機構: 第一原理計算とマイ クロ磁気学によるアプロー チ	まてりあ 50, pp.383~ 388	無	2011

### 3. 招待講演、口頭発表等

#### (1) 招待講演等 7件

番号	発表者	所属	タイトル	発表学会名称等	国外 国内	発表年月 日
1-3-1	杉本諭	東北大	ネオジム磁石による Dy 使 用量低減技術	2011 磁気応用技術シ ンポジウム	国内	2011 年 7 月 20 日
1-3-2	杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 系磁石の保磁力	「中性子粉末回析デ	国内	2011 年 8

			と界面構造	「一タの磁気構造解析」研究会		月9日
1-3-3	杉本諭	東北大	Development of technology for reducing dysprosium usage in Nd-Fe-B magnets	(社)日本磁気学会 第35回学術講演会	国内	2011年9月27日-30日
1-3-4	杉本諭	東北大	磁石のレアアース低減技術について ～Nd-Fe-B系焼結磁石におけるDy量低減技術の開発動向～	日本塑性加工学会 東京・南関東支部第2回フォーラム レアメタル代替・低減技術への挑戦	国内	2011年11月22日
3-1-1	H. Sepehri-Amin, Y. Une, T. Ohkubo, K. Hono, M. Sagawa	NIMS (インターマトリックス)	Microstructure of fine grained high coercivity Nd-Fe-B sintered magnet	InterMag 2011	国外	2011年4月26日
3-1-2	T. Ohkubo, H. Sepehri-Amin, K. Hono	NIMS	Study of the coercivity enhance mechanism of Nd-Fe-B type permanent magnets using multiscale structural Analysis	第35回日本磁気学会学術講演会	国内	2011年9月27日
3-4-1	佐久間昭正、梅裕太、守谷浩志、田中進、三俣千春、土浦宏紀	東北大	電子論から見た永久磁石の磁気特性	2012年春季(第150回)日本金属学会学術講演会、基調講演、(横浜国立大学)	国内	2012.3.28

## (2) 口頭発表 42件

番号	発表者	所属	タイトル	発表学会名称等	形式	発表年月日
1-2-1	宇根康裕、久保博一、佐川真人	インターマトリックス	結晶粒微細化によるNd-Fe-B焼結磁石の高保磁力化	日本金属学会 2012年春期大会	国内、口頭	2012年3月28日
1-3-1	M. Matsuura, R. Goto, N. Tezuka, S. Sugimoto	東北大	Influence of oxidation and annealing on the microstructure and coercivity of Nd-Fe-B films	2011 International Magnetism Conference, April 25-29, 2011, Taipei, Taiwan	国外、ポスター	2011年4月25日-29日
1-3-2	松浦昌志、後藤龍太、手束展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 薄膜の酸化に伴う保磁力変化と組織の変化	第35回日本磁気学会学術講演会	国内、口頭	2011年9月27日-30日
1-3-3	R. Goto, M. Matsuura, S. Sugimoto, N. Tezuka, Y. Une and M. Sagawa	東北大、(インターマトリックス)	Microstructural evaluation for Dy-free Nd-Fe-B sintered magnets with high coercivity	56th Annual Conference on Magnetism and Magnetic Materials, October 30-November 3, 2011, Scottsdale, Arizona, U.S.A.	国外、ポスター	2011年10月31日-11月3日
1-3-4	松浦昌志、後	東北大	Nd-Fe-B 薄膜におけ	電気学会調査専門委員	国内、	2012年2月

	藤龍太、手束展規、杉本諭		る組織と保磁力	会/スピニクス研究会	口頭	23日
1-3-5	松浦昌志、後藤龍太、手束展規、杉本諭	東北大	Nd-Fe-B 薄膜における酸化と熱処理に伴う組織変化	日本金属学会 2012 春期大会	国内、口頭	2012年3月28日-30日
1-3-6	深田東吾、松浦昌志、後藤龍太、手束展規、杉本諭、宇根康裕、佐川真人	東北大 (インターメタリックス)	高保磁力Nd-Fe-B系焼結磁石の組織と保磁力	日本金属学会 2012年春期 (150回) 大会	国内、口頭	2012年3月28日-30日
2-1-1	秋屋貴博、加藤宏朗、宇根康裕、佐川真人、高橋弘紀	東北大、インターメタリックス	強磁場プロセスを用いたNd-Fe-B系焼結磁石の粒界構造制御	第6回日本磁気科学学会年会	国内、口頭	2011年9月26日
2-1-2	秋屋貴博、佐藤文隆、加藤宏朗	東北大	Nd-Fe-B系焼結磁石のための電磁プロセス装置の開発	第35回日本磁気学会学術講演会	国内、口頭	2011年9月28日
2-1-3	秋屋貴博、加藤宏朗、宇根康裕、佐川真人	東北大、(インターメタリックス)	Nd-Fe-B系焼結磁石の熱処理温度と保磁力	日本金属学会 2011年秋期(第149回)大会	国内、口頭	2011年11月7日
2-2-1	K. Koike, T. Kusano, D. Ogawa, Y. Adachi, H. Kato	山形大	Effects of Nd-Fe-B grain size and Nd coating on the coercivity in Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B thin films	IEEE International Magnetism Conference	国外、口頭	2011年4月25日-4月29日
2-2-2	K. Koike, K. Takanao, O. Daisuke, U. Jin, M. Takamichi, M. Yoshiyuki, K. Hiroaki	山形大	Effect of grain size and intergranular state on the coercivity in Nd-coated Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B films	European Congress on Advanced Materials and Processes	国外、口頭	2011年9月12-15日
2-2-3	D. Ogawa, K. Koike, T. Miyazaki, S. Mizukami, M. Oogane, Y. Ando, H. Kato	山形大	Evaluation of Exchange Coupling in $\alpha$ -Fe/Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B Interfaces	European Congress on Advanced Materials and Processes	国外、口頭	2011年9月12-15日
2-2-4	小池邦博、草野貴尚、梅澤仁、宮崎孝道、水野善幸、小川大介、加藤宏朗	山形大	微細なNd-Fe-B粒子をもつNd-Fe-B/Nd薄膜の保磁力	2011年度・日本磁気学会第35回学術講演会	国内、口頭	2011年9月27日-30日
2-2-5	梅澤仁、小池邦博、小川大介、水野善幸、稲葉信	山形大	Nd-Fe-B/Dy 薄膜の界面状態と磁気特性	2011年度・日本磁気学会第35回学術講演会	国内、口頭	2011年9月27日-30日

	幸、加藤宏朗					
2-2-6	齋藤龍真、小川大介、水野善幸、小池邦博、加藤宏朗	山形大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B 系バルク単結晶の表面状態と磁化反転	2011 年度・日本磁気学会 第 35 回学術講演会	国内、口頭	2011 年 9 月 27 日—30 日
2-2-7	小川大介、小池邦博、水上成美、大兼幹彦、安藤康夫、宮崎孝道、加藤宏朗	山形大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B(100)/α-Fe(110)界面における交換結合の評価	2011 年度・日本磁気学会 第 35 回学術講演会	国内、口頭	2011 年 9 月 27 日—30 日
2-2-8	小池邦博、草野貴尚、梅澤仁、小川大介、加藤宏朗	山形大	Nd-Fe-B 微粒子膜の保磁力に与える Nd 被覆の影響	日本金属学会 2011 年秋期講演 (第 149 回) 大会	国内、口頭	2011 年 11 月 7 日—9 日
2-2-9	小川大介、小池邦博、水上成美、大兼幹彦、安藤康夫、宮崎孝道、加藤宏朗	山形大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/α-Fe 界面の結晶面方位と交換結合	日本金属学会 2011 年秋期講演 (第 149 回) 大会	国内、口頭	2011 年 11 月 7 日—9 日
2-2-10	齋藤龍真、小川大介、水野善幸、小池邦博、加藤宏朗	山形大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B 系バルク単結晶の表面状態と磁化反転	第 66 回応用物理学会 東北支部学術講演会	国内、口頭	2011 年 12 月 1 日—3 日
2-2-11	梅澤仁、小池邦博、小川大介、水野善幸、加藤宏朗	山形大	Nd-Fe-B/Dy スパッタ薄膜の磁気特性	第 66 回応用物理学会 東北支部学術講演会	国内、口頭	2011 年 12 月 1 日—3 日
2-2-12	加藤宏朗、小池邦博、小川大介	山形大	Nd-Fe-B 磁石の界面状態と保磁力	日本金属学会 2012 年春期(第 150 回)大会	国内、口頭	2012 年 3 月 28 日—30 日
2-2-13	小池邦博、草野貴尚、梅澤仁、小川大介、加藤宏朗	山形大	薄膜プロセスによる Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B の界面修飾と保磁力	日本金属学会 2012 年春期(第 150 回)大会	国内、口頭	2012 年 3 月 28 日—30 日
2-2-14	小川大介、小池邦博、水上成美、大兼幹彦、安藤康夫、宮崎孝道、加藤宏朗	山形大	Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B/α-Fe 界面における交換結合の結晶方位依存性	日本金属学会 2012 年春期(第 150 回)大会	国内、口頭	2012 年 3 月 28 日—30 日
2-3-1	日高徹也、岩崎信、石坂力、寶迫元彰	TDK(株)	H-HAL 法による NdFeB 系焼結磁石の省 Dy 化の検討	日本金属学会 2012 年春期大会	国内、口頭	2012 年 3 月 28 日
3-1-1	大久保忠勝、	NIMS	Nd-Fe-B 磁石におけ	日本顕微鏡学会 第 67	国内、	2011 年

	H. Xiu, H. Sepehri-Amin、西内武司、広沢哲、宝野和博		る焼結後熱処理による磁気特性と組織変化	回学術講演会	口頭	5月18日
3-1-2	H. Sepehri-Amin, Y. Une, T. Ohkubo, K. Hono, M. Sagawa	NIMS (インターメタリックス)	Microstructure of fine grained high coercivity Nd-Fe-B sintered magnet	第35回日本磁気学会学術講演会	国内、口頭	2011年9月28日
3-1-3	H. Sepehri-Amin, T. Ohkubo, T. Shima, K. Hono	NIMS	Grain boundary and interface chemistry of a Dy-free Nd-Fe-B sintered magnet	第35回日本磁気学会学術講演会	国内、口頭	2011年9月28日
3-1-4	H. Sepehri-Amin, Y. Une, T. Ohkubo, K. Hono, M. Sagawa	NIMS (インターメタリックス)	Microstructure and magnetic properties of fine grained high coercivity Nd-Fe-B sintered magnets	日本金属学会 2011 年秋季大会	国内、口頭	2011年11月7日
3-1-5	大久保忠勝、H. Sepehri-Amin、宝野和博、T. Schrefl	NIMS	マイクロマグネティクス計算による微細粒 NdFeB 磁石の磁化過程解析	日本金属学会 2011 年秋季大会	国内、口頭	2011年11月7日
3-1-6	大久保忠勝、H. Sepehri-Amin、宝野和博、T. Schrefl	NIMS	マイクロマグネティクス計算による Nd-Fe-B 磁石中の交換結合の検討	日本金属学会 2012 年春季大会	国内、口頭	2012年3月28日
3-1-7	佐々木泰祐、大久保忠勝、宝野和博、宇根康裕、佐川真人	NIMS (インターメタリックス)	超微細粒 Nd-Fe-B 焼結磁石の SEM・TEM によるマルチスケール組織解析	日本金属学会 2012 年春季大会	国内、口頭	2012年3月28日
3-2-1	M. Takeda, and J. Suzuki	JAEA	Small-Angle Neutron Scattering Studies of Neodymium-Iron-Boron (Nd-Fe-B) Sintered Magnets	5th European Conference on Neutron Scattering	国外ポスター	2011年7月20日
3-2-2	武田全康、鈴木淳市、秋屋貴博、加藤宏朗、宇根康裕、佐川真人	JAEA, 東北大、山形大、インターメタリックス	Nd-Fe-B 焼結磁石で得られる中性子小角散乱パターンと実空間イメージ	日本物理学会 2012 年秋期大会	国内、口頭	2011年9月22日
3-2-3	武田全康、鈴木淳市	JAEA	Nd-Fe-B 焼結磁石の保磁力と内部平均界面構造	第3回 MLF シンポジウム	国内、ポスター	2012年1月19日
3-2-4	武田全康、鈴木淳市、秋屋貴博、加藤宏朗、宇根康裕、佐川真人	JAEA, 東北大、山形大、インターメタリックス	中性子小角散乱法で見る Nd-Fe-B 焼結磁石の平均内部構造	日本金属学会 2012 年春季大会	国内、口頭	2012年3月28日

	佐川真人					
3-3-1	K. Kobayashi, K. Urushibata, T. Matsushita, and T. Akiya	静岡理工科大	Magnetization and demagnetization mechanism in Dy-doped (Nd <sub>x</sub> , Dy <sub>1-x</sub> ) <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B (x=0~1.0) sintered magnets	Intermag 2011, Taipei, Taiwan	国外、口頭	2011年4月26日
3-3-2	K. Kobayashi, T. Hara, K. Urushibata, O. Yamada, S. Ohya, and F. Yamashita	静岡理工科大	Interaction between HDDR Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B magnet powder Sm <sub>2</sub> Fe <sub>17</sub> N <sub>3</sub> powders having different coercivities in hybrid-bonded magnets	Intermag 2011, Taipei, Taiwan	国外、口頭	2011年4月25日
3-3-3	K. Kobayashi, K. Urushibata, and M. Sagawa	静岡理工科大 (インターメタリックス)	Magnetization and demagnetization mechanisms in high coercivity (Hc = 1.6MA/m) Dy-free Nd-Fe-B sintered magnets	Euromat 2011, Montpellier, France	国外、口頭	2011年9月
3-3-4	小林久理眞、漆畑貴美子	静岡理工科大	Nd-Fe-B系焼結磁石における高保磁力発現機構の解析	日本金属学会秋期大会、講演 83、沖縄	国内、口頭	2011年9月
3-3-5	小林久理眞、漆畑貴美子	静岡理工科大	Nd-Fe-B系焼結磁石のc研磨面の反磁場係数(N)と、同面の着減磁機構の解析	日本金属学会秋期大会、講演 132、沖縄	国内、口頭	2011年9月
3-4-1	佐久間昭正	東北大	電子論から見た永久磁石の磁気特性	2012年春季(第150回)日本金属学会学術講演会、基調講演、(横浜国立大学)	国内、口頭	2012年3月

#### 4. その他(イベント出展、プレス発表等) 7件

番号	発表者	所属	タイトル	発表媒体	形式	発表年月日
PJ-all	PJ all members	All	ネオジム磁石のジスプロシウム3割以上削減～希土類磁石向けジスプロシウム使用量低減技術開発～	第11回国際ナノテクノロジー総合展・技術会議(Nano tech 2012)	ポスター	2012年2月15日-2月17日
PJ-all	PJ all members	All	Rarer Earths Fear of shortages drives efforts to find replacements for versatile metals	Science News p21	雑誌	2011年8月27日
1-2-1	佐川真人	インターメタリックス株式会社	世界最高性能 Nd-Fe-B系永久磁石の開発と省エネルギーへの貢献	2012年国際賞受賞	受賞	2012年
1-3-1	杉本諭	東北	希土類磁石向けディスプレイ	元素戦略/希少金属代	口頭	2012年

		大	ロシウム使用量低減技術開発	替材料開発 第 6 回シンポジウム		2月29日
1-3-2	杉本諭	東北大	希土類磁石向けディスプレイロシウム使用量低減技術開発	東北大学イノベーションフェア 2012	ポスター	2012年 3月15日
3-3-1	小林久理眞	静岡理工科大	永久磁石の研究開発の最前線	電気学会論文誌 A (基礎材料共通部門誌)、Vol.132、No.1、(2012) pp.29-32.	雑誌	2012年
3-3-2	小林久理眞、高橋弘紀	静岡理工科大	微細結晶粒子径 Nd-Fe-B 系焼結磁石の磁気異方性と保磁力の研究	東北大学金属材料研究所強磁場超伝導材料研究センター、平成 22 年度年次報告 (2011/8)、pp.77-79.	冊子	2011年



## ④超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発

## ● 特許論文リスト

【特許】: 公開分

番号	出願者	出願番号	国内 外国 PCT	出願日	状態	名 称	発明者
1	(独)産総研/ 住友電気工業(株)	特願 2008- 093418	国内	2008/3/31	出願	接合体	尾崎公洋, 小林慶三, 森口秀樹, 池ヶ谷明彦, 石田友幸
2	住友電気工業(株)	特願 2009-188576	国内	2009/8/17	出願	複合焼結体	石田友幸, 森口秀樹, 池ヶ谷明彦
3	(独)産総研/ 住友電気工業(株)	特願 2009-171388	国内	2009/7/22	出願	接合体	尾崎公洋, 小林慶三, 森口秀樹, 池ヶ谷明彦, 石田友幸
4	(独)産総研/ 住友電気工業(株)	特願 2009-243473	国内	2009/10/22	出願	複合構造の硬質材料およびその作製方法	小林慶三, 尾崎公洋, 西尾敏幸, 森口秀樹, 石田友幸, 池ヶ谷明彦
5	(独)産総研	特願 2010-136644	国内	2010/6/15	出願	軽量で耐酸化性に優れる高熱伝導性硬質材料及びその作製方法	中山博行, 小林慶三, 多田周二, 三上祐史, 尾崎公洋

(※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約)

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 (プレス発表等)
	国内	外国	PCT*出願	査読付き	その他	
H19FY	1件	0件	0件	0件	0件	1件
H20FY	0件	0件	0件	0件	2件	10件
H21FY	3件	0件	0件	2件	0件	13件
H22FY	1件	0件	0件	5件	0件	10件
H23FY	4件	0件	0件	4件	0件	14件

## 【論文】

番号	発表者	所属	タイトル	発表誌名、ページ番号	査読	発表年
1	小林慶三	産総研	タングステン低減プロジェクト	工業レアメタル No.124, 16-17(2008)	無	2008
2	小林慶三	産総研	超硬工具におけるタングステン使用量低減技術開発	表面科学, Vol.29, No.601-606(2008)	無	2008
3	K. Ogura, S. Kotake, Y. Suzuki	三重大学	Evaluation of Quench Hardening in Steel from Three-Dimensional Magnetic Flux Vectors	Trans. Mater. Res. Soc. Jap, 34-1, 73-76 (2009)	有	2009
4	小林慶三, 尾崎公洋, 多田周二, 中山博行	産総研	MA-PCS 法による WC-TiC 系硬質材料の作製	粉体および粉末冶金, Vol.56, No.8(2009)	有	2009
5	石田友幸	住友電工	Fabrication of composite structural material of cemented carbides and cermets	PM2010, Proceedings volume3, p.677	有	2010
6	小林慶三, 尾崎公洋, 中山博行	産総研	メカニカルミリングした Ti(C,N)-30mass%Mo <sub>2</sub> C-20mass%Co 合金の特性	粉体および粉末冶金, vol.57(2010),560-564.	有	2010
7	中山博行, 小林慶三, 尾崎公洋, 多田周二	産総研	通電焼結法で作製した TiB <sub>2</sub> -(Fe-Al)サーメットの組織におよぼす Fe の混合状態	粉体および粉末冶金, vol.57(2010),570-573.	有	2010
8	H.Nakayama, S.Tada, M.Mikami, K. Ozaki K. Kobayashi	産総研	Properties of New TiC/TiB <sub>2</sub> /Fe-Al Cermet Alloy	Materials Science Forum, Vol. 638-642 (2010), pp 2138-2141	有	2010
9	小倉佳大, 小竹茂夫, 鈴木泰之	三重大学	多段階消磁を用いた保磁力分布と切削工程における超硬工具の損傷との関係	日本機械学会論文集C編, 76(771) pp.3103-3111(2010)	有	2010
10	中山博行, 尾崎公洋, 森下翔, 小林慶三	産総研	Ti(C,N)基サーメットと超硬合金の同時焼結	粉体および粉末冶金, Vol.58 No.7(2011) pp.442-446.	有	2011
11	中山博行, 尾崎公洋, 小林慶三	産総研	パルス通電焼結法を用いた TiB <sub>2</sub> -(Fe-Al)サーメットの短時間焼結	粉体および粉末冶金 第 58 巻 8 号 (2011) pp.483-486	有	2011
12	H.Nakayama, S.Tada, K. Ozaki, K.		Fabrication of TiB <sub>2</sub> -FeAl Cermet by Mechanical Milling and Subsequent Pulsed Current Sintering	Materials Transactions, Vol. 52 (2011) pp. 1457-1461	有	2011

記載要領

	Kobayashi					
13	石田友幸	住友電工	Fabrication of composite structural material of cemented	EURO PM2011, Proceedings volume 1, p177	有	2011

【外部発表(プレス)】

番号	発表者	所属	タイトル	発表誌名、ページ番号	発表年
1	小林慶三	産総研	産総研の新研究戦略レアメタル	日刊工業新聞, 2008, 10.6	2008
2	森口秀樹 小林慶三	住友電工 / 産総研	脱・レアメタル依存症	日経ものづくり1月号 p65	2011
3	小林慶三	産総研	「自動車に関わるレアメタルの資源・リサイクル・材料開発の最前線」	金属 2月号 Vol.81, 2011	2011
4	石田友幸	住友電工	レアメタル使用量を低減した超硬工具の開発	SEI テクニカルレビュー 第179号	2011

【外部発表(学会・口頭)】

番号	発表者	所属	タイトル	発表誌名、ページ番号	発表年
1	小林慶三, 尾崎公洋, 森口秀樹, 池ヶ谷明彦	産総研 / 住友電工	超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発	元素戦略 / 希少金属代替材料開発第2回シンポジウム	2008
2	小林慶三, 尾崎公洋, 多田周二, 中山博行	産総研	MA-PCS法で作製したWC-TiC硬質材料の特性	粉体粉末冶金協会 平成20年度 秋季講演大会	2008
3	中山博行, 小林慶三, 三上祐史, 多田周二, 尾崎公洋	産総研	TiC-Fe-Al サーメット合金の熱伝導率におよぼす TiB <sub>2</sub> 添加の影響	粉体粉末冶金協会 平成20年度 秋季講演大会	2008
4	友澤方成, 尾崎公洋, 小林慶三	産総研	パルス通電焼結法による Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 添加 B <sub>4</sub> C の固化成形	粉体粉末冶金協会 平成20年度 秋季講演大会	2008
5	小林慶三	産総研	タングステンの需給と代替材料技術の動向	第72回 CSTC フォーラム	2008
6	K. Ogura, S. Kotake, Y. Suzuki	三重大学	Evaluation of Quench Hardening in Steel from Three-Dimensional Magnetic Flux Vectors	IUMRS International Conference in Asia 2008	2008
7	岡本壮平, 小竹茂夫,	三重大学	超硬工具加工面の3次元残留磁化測定	日本機械学会 2008年度年次大会	2008

	鈴木泰之				
8	桑鶴貞雄, 塚原修一, 東浄沢間, 小竹茂夫, 鈴木泰之	三重大学	3次元残留磁化によるプロセストライボロジー特性の評価	日本機械学会 2008年度年次大会	2008
9	小竹茂夫, 関澤克哉, 長谷浩一, 鈴木泰之	三重大学	残留磁化ベクトルから見た静的・動的破壊現象	日本機会学会 M&M2008 材料力学カンファレンス	2008
10	小林慶三, 尾崎公洋, 森口秀樹, 池ヶ谷明彦	産総研 / 住友電工	超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発	元素戦略 / 希少金属代替材料開発第3回シンポジウム	2009
11	小林慶三, 尾崎公洋, 三上祐史, 森口秀樹, 池ヶ谷明彦	産総研 / 住友電工	超硬工具向けタングステン使用量低減技術開発	Nano tech 2009	2009
12	多田周二, 尾崎公洋, 中山博行, 小林慶三	産総研	TiB <sub>2</sub> -FeAl サーメット合金の機械的性質に及ぼす FeAl 量の影響	日本金属学会 2009年春期大会	2009
13	岡本壮平, 中西栄徳, 小竹茂夫, 鈴木泰之, 牧清二郎	三重大学	残留磁化測定による超硬工具表面の切削応力分布の評価	日本機械学会 東海支部 第58期講演会	2009
14	桑鶴貞雄, 小竹茂夫, 鈴木泰之	三重大学	回転交流消磁後の残留磁化による塑性変形後の残留応力分布測定	日本機械学会 東海支部 第58期講演会	2009
15	尾崎公洋	産総研	超硬工具におけるタングステンおよびコバルトの省使用化技術	第21回最新科学機器展 代替材料フォーラム	2009
16	小林慶三	産総研	超硬工具用省タングステン材料プロセス技術	学振 先進セラミックス 第124委員会	2009
17	中山博行, 小林慶三, 尾崎公洋, 多田周二, 三上祐史	産総研	パルス通電焼結で作製した TiB <sub>2</sub> 添加 TiC / Fe-Al サーメットの特性	粉体粉末冶金協会 平成21年度春季大会	2009
18	森口秀樹	住友電工	超硬工具用タングステン使用量低減技術の開発	学振 先進セラミックス 第124委員会	2009
19	宮永美紀, 田林大二, 瀬戸山誠, 森口秀樹	住友電工	硬質材料の効率的組成探索手法の検討	粉体粉末冶金協会 平成21年度春季大会	2009
20	石田友幸,	住友電	超硬合金とサーメットの材料特	粉体粉末冶金協会 平	2009

	広瀬和弘、森口秀樹、池ヶ谷明彦	工	性の基礎検討	成 21 年度春季大会	
21	小竹茂夫、桑鶴貞雄、鈴木泰之	三重大学	強磁性金属の塑性変形による自発磁化	日本塑性加工学会 2009 年度春期講演会	2009
22	石田友幸、森口秀樹、池ヶ谷明彦	住友電工	超硬合金とサーメットの複合化に向けた検討 第 1 報	粉体粉末冶金協会 平成 21 年度 秋季講演大会	2009
23	石田友幸、森口秀樹、池ヶ谷明彦	住友電工	超硬合金とサーメットの複合化に向けた検討 第 2 報	粉体粉末冶金協会 平成 22 年度 春季講演大会	2010
24	小林慶三、中山博行、尾崎公洋、三上祐史、多田周二、西尾敏幸	産総研	Ti-C-Ni 混合粉末のメカニカルアロイング	粉体粉末冶金協会平成 22 年度春季大会	2010
25	石田友幸、森口秀樹、池ヶ谷明彦	住友電工	超硬合金とサーメットの複合化に向けた検討 第 3 報	粉体粉末冶金協会 平成 22 年度 秋季講演大会	2010
26	中山博行、尾崎公洋、小林慶三、森下翔	産総研	パルス通電焼結法を用いた TiB <sub>2</sub> -(Fe-Al)サーメットの短時間焼結	粉体粉末冶金協会平成 22 年度秋季大会	2010
27	小林慶三、中山博行、尾崎公洋、三上祐史、森下翔、西尾敏幸	産総研	サーメットと超硬合金の同時焼結	粉体粉末冶金協会平成 22 年度秋季大会	2010
28	石田友幸、森口秀樹、池ヶ谷明彦	住友電工	Fabrication of composite structural material of cemented carbides and cermets	PM2010	2010
29	森口秀樹、石田友幸、池ヶ谷明彦	住友電工	省Wを目的とした複合構造硬質材料の開発	粉体粉末冶金協会硬質材料分科会	2010
30	中山博行	産総研	通電焼結法による TiB <sub>2</sub> -FeAl 系サーメットの作製	第 38 回硬質材料分科会硬質材料研究会	2010
31	小竹茂夫	三重大学	磁気物性に現れる付加残留応力と総残留応力	日本機械学会 2010 年度年次大会講演会	2010
32	野崎飛郎、岡本真成、小倉佳大、小竹茂夫、鈴木泰之	三重大学	多段階消磁による保磁力分布を利用した超硬材料の焼結応力の評価	日本機械学会 2010 年度年次大会講演会	2010
33	石田友幸、	住友電	超硬合金とサーメットを複合構	粉体粉末冶金協会 平	2011

記載要領

	森口秀樹、池ヶ谷明彦	工	造化した省 W 工具の切削性能	成 23 年度 春季講演大会	
34	宮崎博香、石田友幸、森口秀樹、池ヶ谷明彦	住友電工	省タングステン積層構造切削工具の切削性能	砥粒加工学会 ABTEC2011	2011
35	森口秀樹、石田友幸、池ヶ谷明彦	住友電工	省Wを目指した複合構造工具開発	日本鉄鋼協会 秋季大会	2011
36	尾崎公洋、小林慶三、森口秀樹、石田友幸	産総研 / 住友電工	超硬母材付き cBN とサーメットの短時間接合	粉体粉末冶金協会秋季講演大会	2011
37	中山博行、尾崎公洋、小林慶三	産総研	TiB <sub>2</sub> -(Fe-Al)サーメットの構成相および組織に与える AI の影響	2011 年粉体粉末冶金協会秋季講演大会	2011
38	石田友幸、森口秀樹、池ヶ谷明彦	住友電工	超硬合金とサーメットの複合構造化による切削性能への影響	粉体粉末冶金協会 平成 23 年度 秋季講演大会	2011
39	中山博行、尾崎公洋、小林慶三	産総研	乾式ミリングを用いた TiN サーメットの作製	2011 年日本金属学会 秋季講演大会	2011
40	S.Kotake, H.Nozaki, T.Kawamura Y. Suzuki	三重大学	Evaluation of Bearing Ball from Demagnetization Field and Magnetic Coercivity	International Tribology Conference, Hiroshima 2011	2011
41	H.Nozaki, T.Kawamura, S.Kotake Y. Suzuki	三重大学	Evaluation of Cutting Stress Distribution of WC-Co Cemented Carbide Tool from There Dimensional Residual Magnetization Measurement	International Symposium for Sustainability by Engineering at MIU	2011
42	小竹 茂夫	三重大学	2 軸回転下での磁性測定による鋼球の異方性および疲労度の評価	第 55 回日本学術会議 材料工学連合講演会	2011
43	石田友幸、森口秀樹、池ヶ谷明彦	住友電工	Fabrication of composite structural material of cemented carbides and cermets	EURO PM2011	2011

【受賞等】

粉体粉末冶金協会 平成 21 年度第 11 回論文賞

論文名: 硬質材料の効率的組成探索手法の検討

受賞者: 宮永美紀, 田林大二, 瀬戸山誠, 森口秀樹, 池ヶ谷明彦

## ⑤超硬工具向けタングステン代替材料開発

(特許、論文等リスト)

## 1. 特許：9件

番号	出願日	出願番号	出願人
1	平成20年	出願済み	富士ダイス(株)
2	平成20年	出願済み	(財)ファインセラミックスセンター、(株)タンガロイ
3	平成21年	出願済み	(株)タンガロイ、産業技術総合研究所
4	平成21年	出願済み	株式会社タンガロイ
5	平成21年	出願済み	(財)ファインセラミックスセンター、株式会社タンガロイ
6	平成21年	出願済み	株式会社タンガロイ
7	平成22年	出願済み	株式会社タンガロイ
8	平成22年	出願済み	株式会社タンガロイ
9	平成23年	出願済み	(独)産業技術総合研究所

## 2. 論文：件

番号	発表年月日	発表媒体	発表タイトル	発表者
1	平成19年10月	表面, Vol. 45, Pages 26(372)-36(382)	熱遮蔽コーティングのための高速 CVD プロセスの開発	後藤 孝
2	平成19年12月	粉体および粉末冶金, Vol. 54, Pages 863-872	CVD 法による高機能セラミックス材料の開発	後藤 孝
3	平成19年12月	Materials Science Forum, Vol. 561-565, Pages 599-602	Spark plasma sintering of $\beta$ -SiAlON-cBN composite	M. Hotta, T. Goto
4	平成20年3月	Journal of the Ceramic Society of Japan, Vol. 116, Pages 431-435	Preparation of ZrB <sub>2</sub> -SiC composites by arc melting and their properties	R. Tu, H. Hirayama, T. Goto
5	平成20年5月	粉体および粉末冶金, Vol. 55, Pages 373-377	放電プラズマ焼結法による Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -cBN 傾斜材料の作製	堀田幹則、後藤 孝
6	平成20年6月	Journal of the Ceramic Society of Japan, Vol. 116, Pages 744-748	Densification and microstructure of Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -cBN composites prepared by spark plasma sintering	M. Hotta, T. Goto
7	平成21年1月	Materials Transactions, Vol.50, p.117-122	Microstructural Evolution of Ti-Mo-Ni-C Powder by Mechanical Alloying	Hiroyuki Hosokawa, Kiyotaka Kato, Koji Shimojima, Akihiro Matsumoto

8	平成21年3月	セラミックス（日本セラミックス協会）	超硬工具向けタングステン代替材料のためのサーメット・コーティング技術の開発	松原秀彰
9	平成21年5月	17th Plansee Seminar 2009 Proceedings (Plansee Group)	Microstructure and Properties of Cermets Prepared from (Ti,W or Mo,Nb)(C,N) Carbonitride Solid Solution Powders	K.Tamura, K.Kitamura, Y.Taniguchi, H.Nomura, H.Matsubara and K.Hayashi
10	平成21年8月	Journal of the American Ceramic Society, Vol. 92, Pages 4684-1690	Densification and phase transformation of $\beta$ -SiAlON-cubic boron nitride composites by spark plasma sintering	M. Hotta, T. Goto
11	平成21年8月	Journal of Alloys and Compounds, Volume 485, Pages 451-455	Effect of NH <sub>3</sub> on the preparation of TiN <sub>x</sub> films by laser CVD using tetrakis-diethylamido-titanium	Yansheng Gong, Rong Tu, Takashi Goto
12	平成21年8月	Journal of European Ceramic Society, Vol. 29, Pages 2379-2385	Microstructure and densification of ZrB <sub>2</sub> -SiC composites prepared by spark plasma sintering	I. Akin, M. Hotta, F. C. Sahin, O. Yucel, G. Gollor, T. Goto
13	平成21年8月	Mater. Trans., Vol. 50, Pages 2028-2034	Microstructure and preferred orientation of titanium nitride films prepared by laser CVD	Y.S. Gong, R. Tu, T. Goto
14	平成21年12月	Key Engineering Materials, Vol. 403, Pages 217-220	Passive oxidation behavior of ZrB <sub>2</sub> -SiC eutectic composite prepared by arc melting	R. Tu, H. Hirayama, T. Goto
15	平成21年12月	Key Engineering Materials, Vol. 403, Pages 241-242	Preparation of $\beta$ -SiAlON-cBN composites by spark plasma sintering	M. Hotta, T. Goto
16	平成21年12月	金属	希少金属代替材料開発プロジェクト、超硬工具向けタングステン代替材料のためのサーメット・コーティング技術の開発	松原秀彰、松田哲志
17	平成22年1月	Materials Letters, Vol. 64, Pages 102-104	High-speed preparation of c-axis-oriented YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-<math>\delta</math></sub> film by laser chemical vapor deposition	P. Zhao, A. Ito, R. Tu, T. Goto
18	平成22年1月	Journal of Alloys and Compounds, Volume 489, Pages 469-474	Texture and orientation characteristics of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> films prepared by laser chemical vapor deposition using Nd:YAG laser	Akihiko Ito, Hokuto Kadokura, Teiichi Kimura, Takashi Goto
19	平成22年2月	Journal of the Ceramic Society of Japan, Vol. 118, Pages 157-160	Densification, phase transformation and hardness of mullite-cubic BN composites prepared by spark plasma sintering	Mikinori Hotta, Takashi Goto
20	平成22年2月	Materials Science and Engineering: B, Volume 166, Pages	High-speed deposition of dense, dendritic and porous SiO <sub>2</sub> films by Nd:YAG laser chemical vapor deposition	Jun Endo, Akihiko. Ito, Teiichi Kimura, Takashi Goto



		225-229		
21	平成22年2月	Journal of the Ceramic Society of Japan, Vol. 118, Pages 137-140	Spark plasma sintering of TiN-cubic BN composites	Mikinori Hotta, Takashi Goto
22	平成22年4月	Surface and Coatings Technology 204, Pages 2170-2174	Amorphous-like nanocrystalline $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> films prepared by MOCVD	Akihiko Ito, Rong Tu, Takashi Goto
23	平成22年4月	Journal of Inorganic Materials, Volume 25, Pages 391-395	High-speed Deposition of Oriented TiN <sub>x</sub> Films by Laser Metal-organic Chemical Vapor Deposition	Yansheng Gong, Rong Tu, Takashi Goto
24	平成22年4月	Surface and Coatings Technology, Volume 204, Pages 2111-2117	Laser chemical vapor deposition of titanium nitride films with tetrakis (diethylamido) titanium and ammonia system	Yansheng Gong, Rong Tu, Takashi Goto
25	平成22年4月	Applied Surface Science, Volume 256, Pages 3906-3911	Low temperature deposition of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> films by laser chemical vapor deposition using a diode laser	You Yu, Akihiko Ito, Rong Tu, Takashi Goto
26	平成22年4月	Surface and Coatings Technology Volume 204, Pages 2302-2306	Moderate temperature and high-speed synthesis of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> films by laser chemical vapor deposition using Nd:YAG laser	Hokuto Kadokura, Akihiko Ito, Teiichi Kimura, Takashi Goto
27	平成22年5月	Journal of the Ceramic Society of Japan, Volume 118, Pages 366-369	Orientation control of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> films prepared by laser chemical vapor deposition using a diode laser	Y. Yu, A. Ito, R. Tu, T. Goto
28	平成22年5月	Journal of Alloys and Compounds, Volume 502, Pages 371-375	Preparation of Ni-precipitated hBN powder by rotary chemical vapor deposition and its consolidation by spark plasma sintering	Jianfeng Zhang, Rong Tu, Takashi Goto
29	平成22年6月	化学経済	超硬工具向けタングステン代替材料の開発	松原秀彰、松田哲志
30	平成22年7月	Journal of Alloys and Compounds, Volume 502, Pages 238-242	Laser chemical vapor deposition of SiC films with CO <sub>2</sub> laser	Kengo Fujie, Akihiko Ito, Rong Tu, Takashi Goto
31	平成22年7月	Journal of Alloys and Compounds, Vol. 502, Pages 371-375	Preparation of Ni-precipitated hBN powder by rotary chemical vapor deposition and its consolidation by spark plasma sintering	J.F. Zhang, R. Tu, T. Goto
32	平成22年8月	Surface and Coatings Technology, Volume 204, Pages 3846-3850	High-speed deposition of Y-Si-O films by laser chemical vapor deposition using Nd:YAG laser	Akihiko Ito, Jun Endo, Teiichi Kimura, Takashi Goto
33	平成22年8月	Applied Surface Science, Vol. 256,	Influence of laser power on the orientation and microstructure of CeO <sub>2</sub> films deposited on	P. Zhao, A. Ito, R. Tu, T. Goto

		Pages 6395-6398	Hastelloy C276 tapes by laser chemical vapor deposition	
34	平成22年8月	Surface and Coatings Technology, Vol. 204, Pages 3619-3622	Preparation of highly (100)-oriented CeO <sub>2</sub> films on polycrystalline Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> substrates by laser chemical vapor deposition	P. Zhao, A. Ito, R. Tu, T. Goto
35	平成22年8月	Materials Transactions, Vol.51, p.1428-1432	Microstructures and Mechanical Properties of (Ti <sub>0.8</sub> Mo <sub>0.2</sub> )C - 30 wt.% Ni without Core- Rim Structure	Hiroyuki Hosokawa, Kiyotaka Kato, Koji Shimojima, Akihiro Matsumoto
36	平成22年8月	粉体および粉末冶金	Ti(C,N)基サーメットの焼結割れの原因解明と防止法開発	庄司隆行、小椋勉、佐々木章、寺田修、林宏爾
37	平成22年9月	Thin Solid Films, Vol. 518, Pages 6927-6932	Preparation of Magneli phases of Ti <sub>27</sub> O <sub>52</sub> and Ti <sub>6</sub> O <sub>11</sub> films by laser chemical vapor deposition	R. Tu, G.S. Huo, T. Kimura, T. Goto
38	平成22年10月	Materials Letters, Volume 64, Pages 2151-2154	SiC-SiO <sub>2</sub> nanocomposite films prepared by laser CVD using tetraethyl orthosilicate and acetylene as precursors	Shu Yu, Akihiko Ito, Rong Tu, Takashi Goto
39	平成22年12月	Thin Solid Films, Vol. 519, Pages 1-4	Highly (100)-oriented CeO <sub>2</sub> films prepared on amorphous substrates by laser chemical vapor deposition	J.R. Vargas-Garcia, L. Romero, R. Tu, T. Goto
40	平成22年12月	Superconductor Science and Technology, Vol. 23, Pages 125010-	High-speed growth of YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-δ</sub> film with high critical temperature on MgO single crystal substrate by laser chemical vapor deposition	P. Zhao, A. Ito, R. Tu, T. Goto
41	平成23年1月	Surface and Coatings Technology, Volume 204, Pages 2818-2822	Dome-like and dense SiC-SiO <sub>2</sub> nanocomposite films synthesized by laser chemical vapor deposition using CO <sub>2</sub> laser	Shu Yu, Akihiko Ito, Rong Tu, Takashi Goto
42	平成23年1月	Materials Chemistry and Physics, Volume 125, Pages 242-246	Eggshell- and fur-like microstructures of yttrium silicate film prepared by laser chemical vapor deposition	Akihiko Ito, Jun Endo, Teiichi Kimura, Takashi Goto
43	平成23年1月	Materials Letters, Volume 65, Pages 367-370	Preparation of carbon nanotube by rotary CVD on Ni nano-particle precipitated cBN using nickelocene as a precursor	Jianfeng Zhang, Rong Tu, Takashi Goto
44	平成23年2月	Applied Surface Science, Vol. 257, Pages 4317-4320	Fast epitaxial growth of a-axis- and c-axis-oriented YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-δ</sub> films on (100) LaAlO <sub>3</sub> substrate by laser chemical vapor deposition	P. Zhao, A. Ito, R. Tu, T. Goto
45	平成23年3月	Ceramics International, Vol. 37, Pages 521-524	Effect of time on microstructure and hardness of beta SiAlON-cubic boron nitride composites	M. Hotta, T. Goto

			during spark plasma sintering	
46	平成23年3月	Proceedings of TMS 2011 Annual Meeting	Preparation of (Ti <sub>0.8</sub> Mo <sub>0.2</sub> )C-Ni Cermet by Mechanical Alloying	Hiroyuki Hosokawa, Koji Shimojima, Kiyotaka Kato, Akihiro Matsumoto
47	平成23年3月	Proceedings of TMS 2011 Annual Meeting	Wettability Testing for Ni/Ti(CN) System in High Temperature	Hiroyuki Hosokawa, Koji Shimojima, Akihiro Matsumoto, Kiyotaka Kato
48	平成23年4月	Journal of the Ceramics Society of Japan, 119, 310-313	Laser chemical vapor deposition of TiN film on Ti(C, N)-based cermet substrate using Ti(OiPr) <sub>2</sub> (dpm) <sub>2</sub> -NH <sub>3</sub> system	Y. Yu, A. Ito, R. Tu, T. Goto
49	平成23年5月	Surface and Coatings Technology, Vol. 205, Pages 4079-4082	High-speed epitaxial growth of (100)-oriented CeO <sub>2</sub> film on r-cut sapphire by laser chemical vapor deposition	P. Zhao, A. Ito, R. Tu, T. Goto
50	平成23年6月	Ceramics International, Vol. 37, Pages 1453-1457	Effects of cubic BN addition and phase transformation on hardness of Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -cubic BN composites	M. Hotta, T. Goto
51	平成23年7月	Journal of the Ceramics Society of Japan, Vol. 119, Pages 570-572	Deposition of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> films on Ti(C, N)-based cermet substrate by laser chemical vapor deposition using a diode laser	Y. You, A. Ito, R. Tu, T. Goto
52	平成23年7月	Key Engineering Materials, Vol. 484, Pages 172-176	Effect of NH <sub>3</sub> Atmosphere on Preparation of Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -AlN Composite Film by Laser CVD	Y. You, A. Ito, R. Tu, T. Goto
53	平成23年7月	Key Engineering Materials, 484, 188-191	Preparation of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiN Multilayer Coating on Ti(C,N)-Based Cermet by Laser CVD	Y. Yu, A. Ito, R. Tu, T. Goto
54	平成23年7月	Key Engineering Materials, Vol. 484, Pages 183-187	Ternary Phase Relation on Preparation of YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-<math>\delta</math></sub> Films by Laser CVD	P. Zhao, A. Ito, R. Tu, T. Goto
55	平成23年8月	Materials Science and Engineering B, 176, 984-989	(006)-oriented $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> films prepared in CO <sub>2</sub> -H <sub>2</sub> by laser chemical vapor deposition using a diode laser	Y. Yu, A. Ito, R. Tu, T. Goto
56	平成23年9月	Advanced Materials, Advanced Materials Research, Trans Tech Publications,	Preparation of stoichiometric TiN <sub>x</sub> films by laser CVD with metalorganic precursor	Yansheng Gong, Wei Zhou, Rong Tu, Takashi Goto

		Switzerland), Vol. 239, Pages 318-321		
57	平成23年10月	Ceramics International	Densification, microstructure and mechanical properties of SiO <sub>2</sub> -cBN composites by spark plasma sintering	J.F. Zhang, R. Tu, T. Goto
58	平成23年10月	Proceedings of EuroPM 2011	Microstructure and Fracture Toughness of Cermets Produced by Mechanical Alloyed Powders	H. Hosokawa, K. Kato, K. Shimojima, A. Matsumoto
59	平成23年10月	科学と工業	超硬合金代替材料としてのサーメット	細川裕之、加藤清隆、 下島康嗣、松本章宏
60	平成24年1月	Journal of European Ceramics Society, 31, 2083-2087	Spark plasma sintering of Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -cBN composites facilitated by Ni nanoparticle precipitation on cBN powder by rotary chemical vapor deposition	J.F. Zhang, R. Tu, T. Goto
61	平成24年1月	Thin Solid Films, Vol. 520, Pages 1851-1855	Highly (100)-oriented Ce <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>2-δ</sub> solid solution films prepared by laser chemical vapor deposition	J.R. Vargas-Garcia, R. Tu, T. Goto
62	平成24年2月	Journal of Materials Science, Vol. 47, Pages 1559-1561	Dielectric properties of Ba <sub>4</sub> Ti <sub>13</sub> O <sub>30</sub> film prepared by laser chemical vapor deposition	D.Y. Guo, A. Ito, T. Goto, R. Tu, C.B. Wang, Q. Shen, L. Zhang
63	平成24年2月	Surface and Coatings Technology, Vol. 206, Pages 3006-3010	Rh-nanoparticle-dispersed ZrO <sub>2</sub> films prepared by laser chemical vapor deposition	A. Honda, T. Kimura, A. Ito, T. Goto
64	平成24年3月	Key Engineering Materials, Vol. 508, Pages 199-202	Ba <sub>2</sub> TiO <sub>4</sub> and Ba <sub>4</sub> Ti <sub>13</sub> O <sub>30</sub> Thick Films Prepared by Laser Chemical Vapor Deposition and Their Microstructure	D.Y. Guo, A. Ito, R. Tu, T. Goto
65	平成24年3月	Key Engineering Materials, Vol. 508, Pages 38-41	Densification and Microstructure of Monolithic TiN and TiB <sub>2</sub> Fabricated by Spark Plasma Sintering	M. Kitiwan, A. Ito, T. Goto
66	平成24年3月	Key Engineering Materials, Vol. 508, Pages 3-6	Effect of Precursor Supply on (100) and (001) Orientations of α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Film Prepared by Laser CVD	K. Hokuto, A. Ito, T. Kimura, T. Goto
67	平成24年3月	Key Engineering Materials, Vol. 508, Pages 185-188	Growth of b-axis-oriented BaTi <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Nanopillars by Laser Chemical Vapor Deposition	D.Y. Guo, A. Ito, R. Tu, T. Goto
68	平成24年3月	Materials Letters, Vol. 70, Pages 135-137	High-speed growth of (103)-oriented Ba <sub>2</sub> TiO <sub>4</sub> film by laser chemical vapor deposition	Dongyun Guo, Takashi Goto, Chuanbin Wang, Qiang Shen, Lianmeng Zhang

69	平成24年3月	Key Engineering Materials, Vol. 508, Pages 287-290	Microcolumnar and Granular Structures of TiO <sub>2</sub> Films Prepared by Laser CVD using Nd:YAG Laser	M. Gao, A. Ito, R. Tu, T. Goto
70	平成24年3月	Key Engineering Materials, Vol. 508, Pages 52-55	Phase Transformation and Densification of hBN-TiN Composites Fabrication by Spark Plasma Sintering	M. Kitiwan, A. Ito, T. Goto
71	平成24年3月	Materials Chemistry and Physics, Vol. 133, Pages 398-404	Preparation of Ba-Ti-O films by Laser Chemical Vapor Deposition	A. Ito, D.Y. Guo, R. Tu, T. Goto
72	平成24年3月	Key Engineering Materials, Vol. 508, Pages 207-210	Preparation of c-axis-oriented Y <sub>2</sub> Ba <sub>4</sub> Cu <sub>7</sub> O <sub>15-δ</sub> Films by Laser CVD with Ultrasonically Nebulized Precursor	A. Ito, M. Sato, T. Goto
73	平成24年3月	Key Engineering Materials, Vol. 508, Pages 17-20	Preparation of SiAlON-cBN composites using Ni nanoparticle precipitated cBN powders	Jianfeng Zhang, Rong Tu, Takashi Goto
74	平成24年3月	Key Engineering Materials, Vol. 508, Pages 279-282	Preparation of Titania Solid Films by Laser CVD using CO <sub>2</sub> Laser	M. Gao, A. Ito, R. Tu, T. Goto
75	平成24年3月	Key Engineering Materials, Vol. 508, Pages 65-68	Silicon Carbide Coating on Diamond Powder by Rotary Chemical Vapor Deposition	Hirokazu Katsui, Zhenhua He, Takashi Goto
76	平成24年7月	Thin Solid Films, Vol. 520, Pages 5851-5855	Microstructure and hardness of SiC-TiC nanocomposite thin films prepared by radiofrequency magnetron sputtering	G. Osugi, A. Ito, M. Hotta, T. Goto
77	平成24年7月	Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, Vol. 59, accepted	Preparation of Ti(O,N) Films by Laser Chemical Vapor Deposition for Functionally Gradient Coating on Ti(C,N)-based Cermet	T. Yonesaki, A. Ito, T. Goto
78	平成24年8月	Journal of the European Ceramic Society, Vol. 32, Pages 2459-2467	Preparation of (020)-oriented BaTi <sub>2</sub> O <sub>5</sub> thick films and their dielectric responses	A. Ito, D.Y. Guo, R. Tu, T. Goto
79	平成24年	Journal of the European Ceramic Society, Vol. accepted	B deficiency in TiB <sub>2</sub> and B solid solution in TiN in TiN-TiB <sub>2</sub> composites prepared by spark plasma sintering	Mettaya Kitiwan, Akihiko Ito, Takashi Goto
80	平成24年	Journal of Materials Science: Materials in Electronics, Vol. accepted	Effect of laser power on microstructure and dielectric properties of BaTi <sub>5</sub> O <sub>11</sub> films prepared by laser chemical vapor deposition method	D.Y. Guo, A. Ito, T. Goto, R. Tu, C.B. Wang, Q. Shen, L. Zhang

81	平成24年	Applied Surface Science, Vol. accepted	High-speed Epitaxial Growth of BaTi2O5 Thick Films and Their In-plane Orientations	D.Y. Guo, A. Ito, R. Tu, T. Goto
82	平成24年	International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, 33 (2012) 1.	Wettability of Ni/(TixMe1-x)(CuNv) System (Me = Mo, W)	Hiroyuki Hosokawa, Koji Shimojima, Akihiro Matsumoto, Kiyotaka Kato and Hideaki Matsubara
83	平成 24 年	粉体および粉末冶金 (平成 24 年 6 月投稿)	サーメット作製に使用するワックス系成形助剤	加藤清隆、松本章宏、下島康嗣、細川裕之

### 3. 研究発表・講演（口頭発表も含む）： 件

番号	発表年月日	発表媒体	発表タイトル	発表者
1	平成19年5月29日	アジア拠点記念講演会	Tohoku University Past and Future Materials Science Strategy (Invited)	T. Goto
2	平成19年6月5日	(社)粉体粉末冶金協会平成19年度春季大会(第99回講演大会)	気相法による高機能セラミックス材料の開発 (Invited)	T. Goto
3	平成19年9月4日	6th International Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites (HTCMC-6)	Preparation of cubic BN dispersed ceramic composites by spark plasma sintering (Invited)	T. Goto, M. Hotta, R. Tu
4	平成19年9月10日	International Workshop on Nanostructured High Temperature High Performance Materials (WNHPM-07)	Nanostructured thick oxide coating by laser CVD (Invited)	T. Goto
5	平成19年9月16日	Materials Science & Technology 2007 Conference and Exhibiton (MS&T'07)	High-speed preparation of titania-films by laser chemical vapor deposition (Invited)	T. Goto, T. Kimura
6	平成19年11月11日	7th Pacific Rim Conference on Ceramic and Glass Technology (PacRim7)	Preparation, microstructure and high temperature oxidation of Zr-B2-SiC eutectic composite (Invited)	T. Goto, R. Tu, H. Hirayama
7	平成19年12月2日	2nd International Symposium on SiAlONs and Non-Oxides	High temperature active and passive oxidation of SiC and SiC-ZrB2 composite (Invited)	T. Goto, R. Tu
8	平成19年12月5日	Northeastern Asia Symposium on Advanced Materials 2007	High-speed thermal barrier coating by laser CVD (Invited)	T. Goto
9	平成19年12月12日	2nd International Symposium on Nano and Amorphous Materials	Microstructure and high temperature oxidation of ZrB2-SiC eutectic composite (Invited)	T. Goto

10	平成20年1月29日	The First Global Center of Excellence (COE) Symposium - Citizens and Science for a Sustainable Future -	Our research for a sustainable future on ceramics (Invited)	T. Goto
11	平成20年5月13日	Tech Horizons UCR 2008 - Engineering a Sustainable Future -	Materials Integration, Tohoku University Global COE (Invited)	T. Goto
12	平成20年5月27日	社団法人粉体粉末冶金協会 平成20年度春季大会	サーメットの焼結および組織発展のMCシミュレーション	野村 浩
13	平成20年5月30日	Joint Conferences of The 2nd International Conference on Science and Technology for Advanced Ceramics (STAC)	Effect of Foreign Element Substitution on Dielectric Properties of BaTiO <sub>5</sub> (Invited)	T. Goto, Xin Yan Yue, Rong Tu
14	平成20年6月6日	2nd PNU-IMR Joint Workshop on Advanced and Bio Materials	Chemical vapor deposition for bio-ceramic coating (Invited)	T. Goto, M. Satoh, R. Tu
15	平成20年6月8日	International Symposium on New Frontier of Advanced Si-Based Ceramics and Composites (ISASC2008)	SiC-based eutectic composite by melt-solidification process (Invited)	T. Goto, R. Tu
16	平成20年8月21日	第47回CVD研究会(第19回夏季セミナー)	レーザーCVD法によるエンジニアリングセラミックスの高速成膜	T. Goto
17	平成20年9月17日	日本セラミックス協会第21回秋季シンポジウム	空間制御材料テクノクス (Invited)	T. Goto
18	平成20年9月17日	日本セラミックス協会第21回秋季シンポジウム	Microstructure and preferred orientation of TiN <sub>x</sub> films by laser chemical vapor deposition	Yansheng Gong, Rong Tu and Takashi Goto
19	平成20年9月17日	日本セラミックス協会第21回秋季シンポジウム	半導体レーザーを用いたCVD法による $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の低温合成	尤玉、塗 溶、後藤 孝
20	平成20年10月5日	Materials Science & Technology 2008 Conference & Exhibition (MS&T '08)	Low Temperature $\alpha$ -Alumina Coating by Laser Chemical Vapor Deposition (Invited)	T. Goto, T. Kimura, H. Kadokura
21	平成20年10月12日	International Conference on Advanced Materials, Development and Performance 2008 (AMDP 2008) Conference	Laser Chemical Vapor Deposition of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> for Cutting Tools (Invited)	T. Goto
22	平成20年10月16日	14th International Metallurgy & Materials Congress (IMMC 2008)	High-Speed and Low Temperature Synthesis of Alpha-Alumina by Laser Chemical Vapor Deposition for Cutting Tools (Invited)	T. Goto
23	平成20年11月5日	粉体粉末冶金協会平成20年度秋季大会(第102回講演大会)	Preferred orientation and composition of TiN <sub>x</sub> films prepared by laser CVD	Yansheng Gong, Rong Tu and Takashi Goto
24	平成20年11月6日	社団法人粉体粉末冶金協会 平成20	(Ti,W,Nb)および(Ti,Mo,Nb)炭窒化	田村 圭太郎、北

		年度秋季大会	物固溶体粉を用いたサーメットの組織と性質	村 幸三、谷口泰朗、松本 峰明、松原 秀彰、林宏爾
25	平成20年11月6日	社団法人粉体粉末冶金協会 平成20年度秋季大会	サーメットの焼結割れに及ぼす諸因子の影響	庄司隆行、小椋勉、佐々木章、寺田修、林宏爾
26	平成20年11月6日	社団法人粉体粉末冶金協会 平成20年度秋季大会	液相存在下の焼結・粒成長における組織形成過程のシミュレーション解析	野村浩、松原秀彰
27	平成20年11月6日	社団法人粉体粉末冶金協会 平成20年度秋季大会	炭窒化物固溶体粉末を用いたサーメットの組織と性質	松原 秀彰
28	平成20年11月6日	粉末粉末冶金協会平成20年度秋季大会九州大学	複合固溶体炭窒化チタン基サーメットの透過電子顕微鏡観察	趙星彪、加藤清隆、下島康嗣、松本章宏
29	平成20年11月10日	The 9th International Symposium on Ceramic Materials and Components for Energy and Environmental Applications (2008 CMCEE)	High-speed engineering ceramic coating by laser chemical vapor deposition (Invited)	T. Goto
30	平成20年11月14日	The 1st International Symposium on Advanced Synthesis and Processing Technology for Materials (ASPT08)	microstructure of titanium nitride films prepared by laser CVD	Yansheng Gong, Rong Tu and Takashi Goto
31	平成20年11月16日	Proceeding of 14th International Metallurgy & Materials Congress, PP. 921-928, Istanbul, Turkey	High-speed and low temperature synthesis of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> films by laser chemical vapor deposition for cutting tools	Takashi Goto, Hokuto Kadokura and Teiichi Kimura
32	平成20年12月5日	第34回 粉体粉末冶金協会 硬質材料分科会	サーメットの焼結割れに及ぼす諸因子の影響	庄司隆行、小椋勉、佐々木章、寺田修、林宏爾
33	平成21年1月8日	第47回セラミックス基礎科学討論会	High-speed deposition and orientation control of TiN <sub>x</sub> films by laser CVD	Yansheng Gong, Rong Tu and Takashi Goto
34	平成21年1月8日	第47回セラミックス基礎科学討論会	Microstructure and preferred orientation of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> films fabricated by a semiconductor laser enhanced chemical vapour deposition	Yu You, Rong Tu and Takashi Goto
35	平成21年1月18日	33rd International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites	High-Speed Thick Coatings by Laser CVD for Engineering Applications (Invited)	T. Goto



36	平成21年3月6日	第2回 超硬工具協会 省エネ・資源事例発表会	省資源への取り組み事例紹介～窒素添加サーメットの歩留まり向上への挑戦～	庄司隆行、小椋勉、佐々木章、寺田修、林宏爾
37	平成21年3月16日	日本セラミックス協会21年年会、東京理科大学	Preparation of titanium carbide films by laser chemical vapor deposition	Yansheng Gong, Rong Tu, Takashi Goto
38	平成21年3月16日	日本セラミックス協会21年年会、東京理科大学、口頭発表	レーザーCVD法による $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> の高速合成	尤玉、塗溶、後藤孝
39	平成21年4月28日	先進セラミックス第124委員会 第131回、東北大学、口頭発表	(Ti,W,Nb)および(Ti,Mo,Nb)炭窒化物固溶体粉を用いたサーメットの組織と性質	田村圭太郎
40	平成21年4月28日	先進セラミックス第124委員会 第131回、東北大学、口頭発表	Ti(C,N)基サーメットの焼結割れの原因解明と防止対策	佐々木章、庄司隆行、小椋勉、寺田修、林宏爾
41	平成21年4月28日	先進セラミックス第124委員会 第131回、東北大学、口頭発表	レーザーCVD法による $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> コーティングの低温合成	後藤孝
42	平成21年4月28日	先進セラミックス第124委員会 第131回、東北大学、口頭発表	超硬工具用タンゲステン代替材料の設計	松原秀彰
43	平成21年4月28日	先進セラミックス第124委員会 第131回、東北大学、口頭発表	複合固溶体炭窒化チタン基サーメットの透過電子顕微鏡観察	松本章宏
44	平成21年5月27日	17th PLANSEE seminar 2009	Microstructure and Properties of Cermet Prepared from (Ti,W or Mo, Nb)(C,N) Carbonitride Solid Solution Powders	Keitaro Tamura, Kozo Kitamura, Yasuro Taniguchi, Hiroshi Nomura, Hideaki Matsubara, Koji Hayashi
45	平成21年5月31日	8th Pacific Rim Conference on Ceramic and Glass Technology (PACRIM8)	Low Temperature Coating of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Films on Cutting Tools by Laser CVD for W Substitution (Invited)	T. Goto, H.Kado kura, T.Kimura
46	平成21年6月1日	粉体粉末冶金協会 平成21年度春季大会	サーメットにおける焼結過程のシミュレーション	野村浩、松田哲志、松原秀彰、清水正義
47	平成21年6月1日	粉体粉末冶金協会 平成21年度春季大会	粉末射出成型法によるサーメットの作製	加藤清隆、松本章宏、下島康嗣、細川裕之
48	平成21年6月1日	粉体粉末冶金協会春季大会	レーザーCVD法による $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の低温合成および結晶配向制御	You Yu, Rong Tu, Takashi Goto
49	平成21年6月16日	3rd International Conference on Science	Chemical Vapor Deposition of Bio-	T. Goto, M. Sato

		ce and Technology for Advanced Ceramics (STAC3)	Ceramic Coating (Invited)	, R. Tu
50	平成21年7月3日	粉体粉末冶金協会 硬質材料分科会	(Ti,W,Nb)および(Ti,Mo,Nb)炭窒化物固溶体粉を用いたサーメットの組	田村圭太郎
51	平成21年8月3日	Russian-Japanese workshop (review conference) “State of materials research and new trends in material science”	Hard coating of alpha-Alumina and TiN films for cutting tools by laser CVD (Invited)	T. Goto
52	平成21年8月16日	The Sixth China International Conference on High-Performance Ceramics (CICC-6)	High-speed coating of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> and TiN films for cutting tools by laser CVD (Invited)	Takashi Goto
53	平成21年9月1日	Japan-Korea Asian Core Program General Meeting	Effect of laser power on orientation of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> film prepared by Laser CVD	You Yu, AKihiko Ito, Rong Tu, Takashi Goto;
54	平成21年9月1日	日本セラミックス協会秋季シンポジウム	MOCVD法により合成した非晶質類似 $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の微細構造	伊藤暁彦、塗溶、後藤孝
55	平成21年9月1日	日本セラミックス協会秋季シンポジウム	レーザーCVD法により合成した $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の結晶配向	You Yu, AKihiko Ito, Rong Tu, Takashi Goto;
56	平成21年10月22日	セラミックス総合研究会	レーザーCVD方による $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の低温合成および結晶配向制御 (Invited)	T. Goto, 尤玉、伊藤暁彦、塗溶
57	平成21年10月27日	Materials Science & Technology 2009 Conference & Exhibition (MS&T'09)、Pittsburgh, USA、招待講演	Synthesis of Novel Ceramic Materials by CVD Routes (Invited)	Takashi Goto
58	平成21年10月28日	粉体粉末冶金協会平成21年度秋季大会	Ti(C <sub>x</sub> N <sub>1-x</sub> )-Ni系の高温濡れ性評価	下島康嗣、松本章宏、加藤清隆、細川裕之
59	平成21年10月28日	粉体粉末冶金協会平成21年度秋季大会	サーメットのプレス成形に使用する成形助剤の選択	加藤清隆、松本章宏、下島康嗣、細川裕之
60	平成21年10月28日	粉体粉末冶金協会平成21年度秋季大会	(Ti,Mo)(C,N)-Niサーメットの組織と特性	松田哲志、野村浩、松原秀彰
61	平成21年10月28日	粉体粉末冶金協会平成21年度秋季大会	Ti(C,N)-WC-Co合金の熱伝導性に及ぼすWCとN量の影響	竹澤大輔
62	平成21年10月28日	粉体粉末冶金協会平成21年度秋季大会	硬質材料の破壊靱性に及ぼす結合相量の影響	小椋勉、庄司隆行、佐々木章、寺田修、林宏爾
63	平成21年10月28日	粉体粉末冶金協会平成21年度秋季大会	炭窒化チタン基サーメットの組織定量化とシミュレーション解析	野村浩、松田哲志、松原秀彰

64	平成21年10月29日	粉体粉末冶金協会平成21年度秋季大会、名古屋国際会議場、口頭発表	Nd:YAGレーザーを用いたレーザーCVD法による配向性 $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の合成	伊藤暁彦、門倉歩久斗、木村禎一、後藤孝
65	平成21年10月29日	粉体粉末冶金協会平成21年度秋季大会、名古屋国際会議場、口頭発表	ダイオードレーザーを用いたレーザーCVD法による $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の配向および微細構造制御	尤玉、伊藤暁彦、塗溶、後藤孝
66	平成21年10月29日	粉体粉末冶金協会平成21年度秋季大会、名古屋国際会議場、口頭発表	マイクロ波プラズマCVD法により合成したAl <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の微細組織	船生智史、塗溶、後藤孝
67	平成21年10月29日	平成21年度日本セラミックス協会 東北北海道支部研究発表会、北海道大学、口頭発表	マイクロ波プラズマCVD法により合成した $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の微細組織	船生智史、塗溶、後藤孝
68	平成21年10月29日	平成21年度日本セラミックス協会 東北北海道支部研究発表会、北海道大学、口頭発表	レーザーCVD法による $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の高速合成および配向制御	尤玉、伊藤暁彦、塗溶、後藤孝
69	平成21年11月26日	第118回東北大学金属材料研究所講演会	レーザーCVD法による $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の高速成膜	尤玉、伊藤暁彦、塗溶、後藤孝
70	平成21年12月14日	Processing and Fabrication of Advanced Materials (PFAM XVIII)、仙台、招待講演	High-speed Coating by Laser Chemical Vapor Deposition for Engineering Applications (Invited)	Takashi Goto
71	平成21年12月15日	平成21年度 先端加工技術講演会「高速コーティング技術の最前線」、日本工業大学、招待講演	レーザーCVD法による高速成膜 (Invited)	後藤 孝
72	平成22年1月25日	34th International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites (ICACC-10)、Daytona Beach、招待講演	Alumina Coating on Ti(C, N)-based Cermet by Laser Chemical Vapor Deposition for Rare Metal Substitute Materials (Invited)	T. Goto, A. Ito
73	平成22年3月24日	日本セラミックス協会年会 22年年会、東京農工大学、口頭発表	Carbon nanotubes formation by rotary CVD on nickel nanoparticle precipitated cBN powder	Jianfeng Zhang, Rong Tu, Takashi Goto
74	平成22年3月24日	日本セラミックス協会年会 22年年会、東京農工大学、口頭発表	Preparation of SiC-SiO <sub>2</sub> nano-composite film by laser CVD using tetraethoxysilane and acetylene	Akihiko Ito, Shu Yu, Rong Tu, Takashi Goto
75	平成22年3月24日	日本セラミックス協会年会 22年年会、東京農工大学、口頭発表	レーザーCVD法によるTi(O, N)膜の合成	周 恵淑、米崎達也、伊藤暁彦、後藤孝
76	平成22年4月14日	International Workshop on High Temperature Ceramics and Ceramic Matrix Composites	Microstructure and High Temperature Characteristics of Non-Oxide Based Eutectic Composites (Invited)	T. Goto
77	平成22年5月25日	粉体粉末冶金協会平成22年度春季大会	(Ti,Mo)(C,N)焼結体の材料特性	松田哲志、野村

		会		浩、松原秀彰、谷口泰朗
78	平成22年5月25日	粉体粉末冶金協会平成22年度春季大会	WC相を残存させた(Ti,X)(C,N)-WC-Coサーメットの組織と性質	田村圭太郎、高橋俊行、谷口泰朗、松田哲志、松原秀彰、林宏爾
79	平成22年5月25日	粉体粉末冶金協会平成22年度春季大会	炭窒化チタン基サーメットの焼結・粒成長シミュレーション	野村浩、松田哲志、松原秀彰
80	平成22年5月26日	粉体粉末冶金協会平成22年度春季大会	コア-リム構造のない(Ti0.8Mo0.2)C-30 wt.% Niサーメットの機械的特性に及ぼす焼結保持時間の影響	細川裕之、加藤清隆、下島康嗣、松本章宏
81	平成22年5月27日	第119回東北大学金属材料研究所講演会、東北大学、ポスター発表	Deposition of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> films on ceramic substrate under CO <sub>2</sub> -H <sub>2</sub> atmosphere by laser CVD	Yu You, Akihiko Ito, Rong Tu, Takashi Goto
82	平成22年6月1日	3rd International Symposium on SiAlONs and Non-Oxides	Spark Plasma Sintering cBN-based composite (Invited)	T. Goto, M. Hotta
83	平成22年6月7日	12th International Ceramic Congress (CMCC2010)、イタリア、招待講演	A New High Speed and Low Temperature Coating by Laser Chemical Vapor Deposition (Invited)	Takashi Goto
84	平成22年7月2日	第37回 粉体粉末冶金協会 硬質材料分科会	硬質材料の破壊靱性に及ぼす結合相量の影響	小椋勉、庄司隆行、佐々木章、寺田修、林宏爾
85	平成22年9月2日	22年度セラミックス総合研究会	CVDにより表面修飾した立方晶BNのSPS焼結 (Invited)	T. Goto
86	平成22年10月1日	韓国セラミックス協会22年年会	Chemical Vapor Deposition for Engineering Ceramic Applications (Invited)	T. Goto
87	平成22年10月5日	International Symposium on High Performance Ceramics and Composites、仙台、招待講演	SPS-RCVD Process to Consolidate c-BN Based Composite	Takashi Goto
88	平成22年10月28日	平成22年度日本セラミックス協会東北北海道支部研究発表会、東北大学、ポスター	Preparation of AlN film by laser CVD using Al(acac) <sub>3</sub> and NH <sub>3</sub> Precursors	Yu You, Akihiko Ito, Rong Tu, Takashi Goto
89	平成22年10月28日	平成22年度日本セラミックス協会東北北海道支部研究発表会、東北大学、口頭発表	レーザーCVD法により合成したTi(O,N)膜の組成と微細構造に及ぼすレーザー出力の	米崎達也、伊藤暁彦、後藤孝
90	平成22年10月28日	平成22年度日本セラミックス協会東北北海道支部研究発表会、東北大学、口頭発表	回転式CVD法によりNiナノ粒子を被覆したTiN粉末のSPS焼	羽根川博、塗溶、後藤孝

91	平成22年11月8日	International Symposium on High-temperature Oxidation and Corrosion 2010 (ISHOC-10)	High Temperature Active Oxidation of CVD SiC (Invited)	T. Goto
92	平成22年11月9日	粉体粉末冶金協会平成22年度秋季大会、京都大学、口頭発表	Effect of deposition temperature on the microstructure of AlN films prepared by laser CVD using a diode laser	Yu You, Akihiko Ito, Rong Tu, Takashi Goto
93	平成22年11月9日	粉体粉末冶金協会平成22年度秋季大会、京都大学、口頭発表	SPS of Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -cBN composite using CVD Ni precipitate cBN powder	Jianfeng Zhang, Rong Tu, Takashi Goto
94	平成22年11月9日	粉体粉末冶金協会平成22年度秋季大会、京都大学、口頭発表	レーザーCVD法により合成したTiO <sub>2</sub> N膜の微細構造に与える合成条件の影響	伊藤暁彦、周恵淑、後藤孝
95	平成22年11月10日	粉体粉末冶金協会平成22年度秋季大会	(Ti <sub>x</sub> Mo <sub>1-x</sub> )(C <sub>0.7</sub> N <sub>0.3</sub> )-Ni系の高温濡れ性評価	下島康嗣、松本章宏、加藤清隆、細川裕之
96	平成22年11月10日	粉体粉末冶金協会平成22年度秋季大会	Ti-Mo-Ni-C MA粉により作製されたサーメットの組織と機械的特性	細川裕之、加藤清隆、下島康嗣、松本章宏
97	平成22年11月10日	粉体粉末冶金協会平成22年度秋季大会	WC相を残存させた(Ti <sub>1-α</sub> Nb <sub>α</sub> )および(Ti <sub>1-α</sub> Ta <sub>α</sub> )(C,N)-WC-Coサーメットの組織と性質	田村圭太郎、原宏樹、高橋俊行、木下聡、松田哲志、松原秀彰、林宏爾
98	平成22年11月10日	粉体粉末冶金協会平成22年度秋季大会	WC相残存サーメットの脱β層形成に及ぼすWC添加量および焼結雰囲気の影響	竹澤大輔、原宏樹、高橋俊行、木下聡、林宏爾
99	平成22年11月10日	粉体粉末冶金協会平成22年度秋季大会	固溶体粉末を用いた炭窒化チタン基サーメットの組織定量的解析	野村浩、松田哲志、松原秀彰
100	平成22年11月10日	粉体粉末冶金協会平成22年度秋季大会	炭窒化チタン基固溶体粉末の合成およびサーメットの組織	松田哲志、野村浩、松原秀彰
101	平成22年11月14日	第一回セラミックスエンジニアリングワークショップ、大阪国際会議場、口頭発表	レーザーCVD法によるSiC-SiO <sub>2</sub> ナノコンポジット膜の合成	伊藤暁彦、于澍、塗溶、後藤孝
102	平成22年11月15日	3rd International Congress on Ceramics (ICC3)、大阪国際会議場、招待講演	Synthesis of Ceramics and Composite Materials by Novel CVD Routes (Invited)	Takashi Goto
103	平成22年11月15日	The 4th International Symposium on Advanced Ceramics (ISAC-4), Osaka	Effect of Laser Power on Preparation of Ti(O,N) Films by LaserChemical Vapor Deposition	Tatsuya Yonesaki, Akihiko Ito, Takashi Goto

		International Convention Center, Poster	mical Vapor Deposition Using a Diode Laser	ashi Goto
104	平成22年11月15日	The 4th International Symposium on Advanced Ceramics (ISAC-4), Osaka International Convention Center, Poster	Laser Chemical Vapor Deposition of AlN Film by Using Al(acac) <sub>3</sub> and NH <sub>3</sub> Precursors	Yu You, Akihiko Ito, Rong Tu, Takashi Goto
105	平成22年11月18日	The 4th International Symposium on Advanced Ceramics (ISAC-4), Osaka International Convention Center, Invited	Laser Chemical Vapor Deposition of Oriented Alpha-alumina Coatings (Invited)	Akihiko Ito, Teiichi Kimura, Takashi Goto
106	平成22年11月24日	第120回東北大学金属材料研究所講演会、東北大学、ポスター発表	Microstructure and mechanical properties of SiO <sub>2</sub> -cBN composites sintered by SPS	Jianfeng Zhang, Rong Tu, Takashi Goto
107	平成22年12月2日	第7回金研若手学校2010、仙台、ポスター発表	Preparation of Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -AlN composite films using Al(acac) <sub>3</sub> -NH <sub>3</sub> by laser chemical vapor deposition	Yu You, Akihiko Ito, Rong Tu, Takashi Goto
108	平成22年12月6日	International Workshop on Advanced Materials and Technologies for Global Energy and Environmental Challenges	High-Speed Growth of YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-δ</sub> Film by Laser Chemical Vapor Deposition (Invited)	T. Goto, P. Zhao, A. Ito
109	平成23年1月11日	平成23年度 第49回セラミックス基礎科学討論会、岡山コンベンションセンター、口頭発表	レーザーCVD法によりサーマット基板上に合成した α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の微細構造	伊藤 暁彦、尤玉、塗 溶、後藤 孝
110	平成23年1月11日	平成23年度 第49回セラミックス基礎科学討論会、岡山コンベンションセンター、口頭発表	レーザーCVD法により合成したTi(O,N)膜の配向と微細構造に及ぼす成膜温度の影響	米崎達也、伊藤 暁彦、後藤 孝
111	平成23年1月23日	35th International Cocoa Beach Conference & Exposition on Advanced Ceramics & Composites (ICACC11)	Nano-Coating for High-Efficiency Energy Use and Rare-Metal Substitution (Invited)	T. Goto
112	平成23年1月25日	35th International Cocoa Beach Conference & Exposition on Advanced Ceramics & Composites (ICACC11) 、Daytona Beach、招待講演	Nano-Coating for High-Efficiency Energy Use and Rare-Metal Substitution (Invited)	Takashi Goto
113	平成23年3月1日	2011 TMS Annual Meeting & Exhibition	Preparation of (Ti <sub>0.8</sub> Mo <sub>0.2</sub> )C-Ni Cement by Mechanical Alloying	Hiroyuki Hosokawa, Koji Shimojima, Kiyotaka Kato, Akihiro Matsumoto
114	平成23年3月1日	2011 TMS Annual Meeting & Exhibition	Wettability Testing for Ni/Ti(CN) S	Hiroyuki Hosokawa

		tion	ystem in High Temperature	wa, Koji Shimoji ma, Akihiro Mats umoto, Kiyotaka Kato
115	平成23年3月18日	日本セラミックス協会 23年年会	(Ti,Mo)(C,N)粉末の炭素熱還元合成	松田哲志、野村 浩、松原秀彰
116	平成23年4月29日	ICMCTF 2011	High-Speed Coating of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Film by Laser Chemical Vapor Deposition on Cutting Tools	Takashi Goto
117	平成23年5月2日	38th International Conference on Metallurgical Coatings & Thin Films (ICMCTF 2011)	High-Speed Coating of $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Film by Laser Chemical Vapor Deposition on Cutting Tools (Invited)	T. Goto
118	平成23年5月8日	Engineering Ceramics 2011	$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> coating on cutting tools by laser chemical vapor deposition (Invited)	T. Goto
119	平成23年5月24日	第121回東北大学金属材料研究所所内講演会	Densification behavior of hBN-TiB <sub>2</sub> composites by spark plasma sintering:	Mettaya Kitiwan, Akihiko Ito, Tak ashi Goto
120	平成23年5月24日	粉体粉末冶金協会平成23年度春季大会	Effect of cBN content on the densification, microstructure and mechanical properties of SiO <sub>2</sub>	Jianfeng Zhang, Rong Tu, Takashi Goto
121	平成23年5月31日	粉体粉末冶金協会平成23年度春季大会	レーザーCVD法によるチタン系硬質コーティングの作製	木村禎一、松田 哲志、松原秀彰
122	平成23年5月31日	粉体粉末冶金協会平成23年度春季大会	レーザーを用いたサーメット材料の耐熱衝撃性評価方法	松田哲志、木村 禎一、松原秀彰
123	平成23年5月31日	粉体粉末冶金協会平成23年度春季大会	固溶体粉末を用いた炭窒化チタン基サーメットの組織定量的解析と機械的特性	松田哲志、野村 浩、永納保男、松 原秀彰
124	平成23年5月31日	粉体粉末冶金協会平成23年度春季大会	大型サーメットのプレス成形に使用するパラフィン系成形助剤	加藤清隆、松本 章宏、下島康嗣、 細川裕之
125	平成23年6月19日	ECerS XII, Sweden	High-speed deposition of ceramic coatings by laser CVD (Invited)	Takashi Goto
126	平成23年6月19日	ECerS XII, Sweden	Spark Plasma Sintering of TiN-TiB <sub>2</sub> Composites	Mettaya Kitiwan, Akihiko Ito, Tak ashi Goto
127	平成23年6月19日	Baltic Boat Conference (BBC)	Densification of TiN-TiB <sub>2</sub> composites by spark plasma sintering	Mettaya Kitiwan, Akihiko Ito, Tak

				ashi Goto
128	平成23年8月2日	The 4th International Symposium on Functional Materials (ISFM2011)	Densification and Mechanical Properties of TiN-TiB <sub>2</sub> prepared by Spark Plasma Sintering	Mettaya Kitiwan, Akihiko Ito, Takashi Goto
129	平成23年6月23日	STAC-5, メルパルク横浜	High-Speed Coating of Structural Ceramics by Laser Chemical Vapor Deposition (Invited)	Akihiko Ito, Takashi Goto
130	平成23年7月1日	粉体粉末冶金協会 硬質材料分科会	WC相を残存させた(Ti,X)(C,N)-WC-Coサーメットの組織と性質	高橋俊行
131	平成23年7月10日	The 9th International Meeting of Pacific Rim Ceramic Societies (PAC RIM 9)	High speed deposition of highly oriented YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-8</sub> /CeO <sub>2</sub> films by laser chemical vapor deposition (Invited)	T. Goto
132	平成23年7月10日	The 9th International Meeting of Pacific Rim Ceramic Societies (PAC RIM 9)	High-Temperature Active Oxidation of SiC and SiC-ZrB <sub>2</sub> composite (Invited)	T. Goto
133	平成23年7月10日	The 9th International Meeting of Pacific Rim Ceramic Societies (PAC RIM 9)	SPS sintering of CBN-based composites combined with rotary chemical vapor deposition (Invited)	T. Goto
134	平成23年8月25日	The XX International Conference on Ion-Surface Interactions (ISI-2011)	Laser induced plasma chemical vapor deposition for high speed coating (Invited)	T. Goto
135	平成23年8月25日	The XX International conference on ION – surface interactions (ISI-2011),	Laser induced plasma chemical vapor deposition for high speed coating (Invited)	Takashi Goto
136	平成23年8月28日	International Conference on Sintering 2011 (Sintering 2011)	Spark Plasma Sintering of cBNBased Composites Combined with Rotary Chemical Vapor Deposition (Invited)	T. Goto, Jianfeng Zhang, Rong Tu
137	平成23年9月7日	日本セラミックス協会秋季シンポジウム	(Ti,Me)(C,N)[Me=Mo,W]焼結体の材料特性	松田哲志、野村浩、永納保男、松原秀彰
138	平成23年9月7日	日本セラミックス協会第24回秋季シンポジウム	Mechanical properties of Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -cBN/SiO <sub>2</sub> composites prepared using SiO <sub>2</sub> nanolayer coated cBN by RCVD	Jianfeng Zhang, Rong Tu, Takashi Goto
139	平成23年9月7日	日本セラミックス協会第24回秋季シンポジウム	RCVD 法により Ni ナノ粒子被覆した TiCN 粉体の SPS 焼結とその機械的性質	羽根川博, 塗溶, 後藤孝



140	平成23年9月7日	日本セラミックス協会第24回秋季シンポジウム	レーザー CVD によるアルミナ硬質コーティングの配向成長と微細構造	伊藤暁彦, 後藤孝
141	平成23年9月7日	日本セラミックス協会第24回秋季シンポジウム	Microstructure of TiN-TiB <sub>2</sub> Composites Prepared by Spark Plasma Sintering and Arc Melting	Mettaya Kitiwan, Akihiko Ito, Takashi Goto
142	平成23年9月7日	日本セラミックス協会第24回秋季シンポジウム	Preparation of highly oriented $\beta$ -SiC films by laser chemical vapor deposition	Song Zhang, Rong Tu, Takashi Goto
143	平成23年9月8日	日本セラミックス協会秋季シンポジウム	レーザーCVD法によるチタン系サーメットへの硬質コーティング	木村禎一, 松田哲志, 野村浩, 永納保男, 松原秀彰
144	平成23年10月9日	Euro PM 2011	Microstructure and Fracture Toughness of Cermets Produced by Mechanical Alloyed Powders	H. Hosokawa, K. Kato, K. Shimojima, A. Matsumoto
145	平成23年10月27日	日本セラミックス協会東北北海道支部研究発表会	レーザーCVD 法による Al-Ti-O系膜の合成	西垣祥太郎・伊藤暁彦・後藤孝
146	平成23年10月28日	粉体粉末冶金協会平成23年度秋季大会	WC相を残存させた(Ti, Nb)(C, N)-WC-Coサーメットの組織と切削性能	梅村崇, 高橋俊行, 木下聡, 松田哲志, 松原秀彰, 林宏爾
147	平成23年10月28日	粉体粉末冶金協会平成23年度秋季大会	ニッケルと固溶体チタン炭窒化物の高温濡れ特性	細川裕之、加藤清隆、下島康嗣、松本章宏
148	平成23年10月28日	粉体粉末冶金協会平成23年度秋季大会	レーザーCVD法によるTi(C, N)-Ni系サーメットへのTiNコーティング	木村禎一, 松田哲志, 野村浩, 永納保男, 松原秀彰
149	平成23年10月28日	粉体粉末冶金協会平成23年度秋季大会	ワックスエマルジョンを成形助剤に使用したサーメットの特性	加藤清隆、松本章宏、下島康嗣、細川裕之
150	平成23年10月28日	粉体粉末冶金協会平成23年度秋季大会	新規固溶体粉末を用いた炭窒化チタン基サーメットの機械的特性と組織との関係	野村浩, 永納保男, 松田哲志, 木村禎一, 松原秀彰
151	平成23年10月28日	粉体粉末冶金協会平成23年度秋季大会	新規固溶体粉末を用いた炭窒化チタン基サーメットの耐熱衝撃性と組織	松田哲志, 木村禎一, 野村浩, 永

			織との関係	納保男, 松原秀彰
152	平成23年10月28日	粉体粉末冶金協会平成23年度秋季大会	炭窒化チタン基サーメットの液相焼結シミュレーション—マイクロ・マクロ解析—	野村浩, 松田哲志, 松原秀彰
153	平成23年10月28日	粉体粉末冶金協会平成23年度秋季大会	レーザーCVD法によるTi(O, N)膜の合成と組成の傾斜機能制御	伊藤暁彦, 後藤孝
154	平成23年10月30日	3rd International Symposium on Advanced Ceramics and Technology for Sustainable Energy Applications (ACTS EA2011)	High-Speed Deposition of Highly Oriented CeO <sub>2</sub> and YBCO Films by Laser Chemical Vapor Deposition for Superconducting Tape (Invited)	T. Goto
155	平成23年11月3日	Functional Materials Workshop at CUG	Laser Chemical Vapor Deposition for highly Functional Films (Invited)	T. Goto
156	平成23年11月5日	The Seventh China International Conference on High-Performance Ceramics (CICC-7)	Densification of cBN-based composites by spark plasma sintering and rotary chemical vapor deposition (Invited)	T. Goto
157	平成23年11月17日	セラミックス総合研究会	レーザーCVDにより合成した $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の優先配向成長	伊藤暁彦, 後藤孝
158	平成23年11月24日	第122回東北大学金属材料研究所講演会	Densification behavior of TiN-TiB <sub>2</sub> Composites by Spark Plasma Sintering	Mettaya Kitiwan, Akihiko Ito, Takashi Goto
159	平成23年12月1日	International Symposium of GCOE: Materials Integration In conjunction with The 2nd International Symposium on Advanced Synthesis and Processing Technology for Materials (ASPT2011)	Synthesis of novel ceramic materials by CVD routes (Invited)	T. Goto
160	平成23年12月12日	IMR-KU Joint Seminar	Microstructure and Mechanical properties of TiN-TiB <sub>2</sub> Composite Prepared by Spark Plasma Sintering	Mettaya Kitiwan, Akihiko Ito, Takashi Goto
161	平成23年12月19日	International Conference on Energy Efficient Materials (IC2E4MCI-11)	Thermal barrier coating by a new CVD route (Invited)	T. Goto
162	平成24年1月12日	日本セラミックス協会第50回基礎科学討論会	レーザーCVD法により合成したAl-Ti-O系膜の微細構造	西垣祥太郎, 伊藤暁彦, 後藤孝
163	平成24年1月12日	日本セラミックス協会第50回基礎科学討論会	レーザーCVD法による配向性 $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 膜の合成と微細構造観察	伊藤暁彦, 尤玉, 塗溶, 後藤孝

164	平成24年1月12日	日本セラミックス協会第50回基礎科学 討論会	High-speed epitaxial growth of $\beta$ -SiC film on Si single crystal by laser chemical vapor deposition	Song Zhang, Ron g Tu, Takashi Goto
165	平成24年2月3日	The 1st International GIGAKU Conference in Nagaoka (1st IGCN)	Chemical Vapor Deposition for Industrial Applications (Invited)	T. Goto
166	平成24年3月19日	日本セラミックス協会2012年年会	高強度レーザー反応場を利用した強配向結晶の高速気相析出 (Invited)	伊藤暁彦
167	平成24年3月25日	International Symposium on New Frontier of Advanced Si-Based Ceramics and Composites (ISASC 2012)	High-speed Deposition of beta-SiC film by laser CVD (Invited)	T. Goto
168	平成24年5月22日	粉体粉末冶金協会平成24年度春季大会	WC相を残存させた(Ti, Nb, Mo)(C, N)-WC-Coサーメットの組織と切削性能	梅村崇, 高橋俊行, 木下聡, 林宏爾
169	平成24年5月22日	粉体粉末冶金協会平成24年度春季大会	メカニカルアロイング法により作製された(Ti <sub>0.9</sub> Mo <sub>0.1</sub> )C-Niサーメットにおける組織と機械的特性に及ぼすNi量の影響	細川裕之, 加藤清隆, 下島康嗣, 松本章宏
170	平成24年5月22日	粉体粉末冶金協会平成24年度春季大会	Ti(C,N)-Ni系大型・肉厚サーメット焼結体の作製	加藤清隆, 松本章宏, 下島康嗣, 細川裕之
171	平成24年7月1日	第39回硬質材料分科会	WC相を残存させた(Ti,X)(C,N)-WC-Coサーメットの組織と性質	高橋俊行, 木下聡

#### 4. 新聞・雑誌等への掲載：4件

- ・ FocusNEDO spring 2009 31 Vol. 8 No. 3  
「希少金属に頼らない新しい切削工具を求めて」
- ・ Tech-On 2010. 8. 10  
「東北大など、レーザーCVD法でアルミナ被覆層を低温・高速で成膜」
- ・ Tech-On 2012. 5. 25  
「超電導工学研究所、超電導テープ製造用の大型レーザーCVD装置を実用化」
- ・ 科学技術振興機構(JST)ホームページ テクノフロント  
「省タングステンを目指した切削工具用サーメット」

## 5. 展示会への出展：9件

番号	出展年月日	媒体	場所
1	平成20年1月23日(水)	元素戦略／希少金属代替材料開発・第2回シンポジウム)	東京大学 武田先端知ビル5階 武田ホール
2	平成21年1月27日	元素戦略／希少金属代替材料開発・第3回シンポジウム	東京大学 安田講堂
3	平成21年2月18～20日	nano tech 2009	東京ビッグサイト
4	平成22年2月1日	元素戦略／希少金属代替材料開発・第4回シンポジウム	東京大学 安田講堂
5	平成22年2月17～19日	nano tech 2010	東京ビッグサイト
6	平成23年2月16～18日	nano tech 2011	東京ビッグサイト
7	平成23年3月4日	元素戦略／希少金属代替材料開発・第5回シンポジウム	笹川記念会館 国際ホール
8	平成24年2月15～17日	nano tech 2012	東京ビッグサイト
9	平成24年2月29日	元素戦略／希少金属代替材料開発・第6回シンポジウム	東京大学 安田講堂

## 受賞

- ・H21 年度、佐々木章、庄司隆行、小椋勉、超硬工具協会賞、サーメットの縦割れに及ぼす諸因子把握と割れ防止対策、富士ダイス
- ・H22 年度、前場宣、他、超硬工具協会賞、窒素添加サーメット研削用ダイヤモンド砥石の開発、富士ダイス
- ・後藤孝、粉体粉末冶金協会 第45回研究功績賞 (2007)
- ・後藤孝、日本金属学会 学術功労賞 (2007)
- ・後藤孝、World Academy of Ceramics 13th Election (2009)
- ・後藤孝、Society fellow, The American Ceramics Society (2011)
- ・塗溶、財団法人本多記念会 第48回原田研究奨励賞 (2008)
- ・塗溶、日中セラミックス科学・技術交流奨励賞 (2010)
- ・趙培、伊藤暁彦、塗溶、後藤孝、Global COE Program "Materials Integration" 優秀ポスター賞 (2011)
- ・趙培、伊藤暁彦、塗溶、後藤孝、Global COE Program "Materials Integration" Best Poster Award (2011)
- ・趙培、伊藤暁彦、塗溶、後藤孝、IFCAM, Global COE Program "Materials Integration" Poster Award (2011)
- ・趙培、伊藤暁彦、塗溶、後藤孝、Global COE Program "Materials Integration" 優秀賞 (2011)
- ・尤玉、伊藤暁彦、塗溶、後藤孝、ASPT2011 Outstanding Oral Presentaiton For Young Scientists (2011)
- ・伊藤暁彦、第21回トーキン科学技術振興財団研究奨励賞貢献賞 (2011)
- ・伊藤暁彦、第66回日本セラミックス協会賞 進歩賞 (2012)