

#### 一般財団法人 金属系材料研究開発センター

2016.8 **No.358** 

#### **TODAY**



### ご挨拶

#### 経済産業省大臣官房審議官 (製造産業局担当) 佐藤 文一

この6月より製造産業局担当の審議官となりました、佐藤と申します。鉄鋼、非鉄、素形材、化学、紙・パルプ、ガラスなど、いわゆる素材系産業を中心に担当させて頂きます。どうかよろしくお願い致します。

製造産業局関係で勤務するのは、久しぶりとなります。1989年から2年間、当時の基礎産業局製鉄課に在籍し、鉄に関する研究開発、環境問題、生産設備などを担当しました。当時、通商産業省(当時の名称)の直ぐ近くにあった、できたてホヤホヤのJRCM(金属系材料研究開発センター)には毎日のように通わせて頂き、進行中のプロジェクトや新規プロジェクト、あるいは様々な技術動向などについての議論をさせて頂き、大変お世話になりました。改めて、感謝申し上げたいと思います。

その後は海外や地方などの勤務が長く、ほぼ四半世紀ぶりに戻ってくることとなり、大変嬉しく思うとともに、多少緊張している、また、少し驚いているというのが現在の状況です。

最も驚いたことは、製造産業局の組織が大きく進化していたことです。これまでの組織改正により、20数年前は、鉄鋼業務課、製鉄課、非鉄金属課の3課体制であったものが、現在は金属課になり、化学製品課、基礎化学品課、窯業建材課、紙業・印刷業課の全部または一部が合併して、素材産業課になりました。

関係業界の皆様からは、課の数が減ってしまって 大丈夫だろうか、自分たちの業界にもちゃんと目配 りをしてもらえるのだろうか、といったようなご質 問が来ていることは承知しております。この点は心 配ご無用です。そういうご懸念を念頭におきながら、 これまで以上に、しっかりと仕事をしていきたいと 思っております。

他方、小職自身は、組織改正を前向きに捉えております。これまで、業界毎に持っていた経験や知識・情報が、今後はよりスムーズに横展開できるようになるであろうし、複数の業界に共通するような問題については、より深掘りをして取り組めるようになるのではないかと期待しているところです。

もう1つの驚きは、産業界そのものの進化です。 各業界とも省力化や環境対応、あるいは、IT 化など が急速に進んでいるとともに、製品自体も高機能化 や高付加価値化が進んでいます。

さらに、最近では、「第四次産業革命」と称して、 一層の製造プロセスの革新が進もうとしているよう です。製造プロセスの革新に留まらず、受発注方法 の改革、メンテナンスなどに係わる新しいサービス の出現、国際分業のさらなる進展などなど、中長期 的には、産業構造が大きく変化していく、その出発 点に私たちは現在立っているようにも感じています。

小職、まだまだ勉強不足ではありますが、是非、 JRCM をはじめ関係の業界の皆様、学会の皆様のご 指導を受けながら、微力ではありますが、日本の産 業の発展のために努力してまいりたいと思いますの で、どうぞ、よろしくお願い致します。

#### JRCM REPORT

# ~ 無機材料分野のハブ拠点 ファインセラミックスセンター ~ 一般財団法人ファインセラミックスセンター 研究企画部 部長 安富義幸

#### 1. はじめに 設立から今日まで

1978年の第二次オイルショックを契機として、ファインセラミックスを高温エンジン部品などへ適用する動きが活発化し、いわゆる新素材ブームが起きた。この動きの中で、通商産業省(現:経済産業省)にファインセラミックス室が1982年に設置された。そして、ファインセラミックスセンター(JFCC)は、ファインセラミックスに関す

る研究、試験、評価を行うわが国唯一の公益法人の「試験研究所」として、1985年5月に設立され、昨年30周年を迎えた。JFCCの設立には、国、地方自治体、中央財界、中部財界など多くの人々が関わったが、その中心人物の一人であり、当時中部経済連合会の会長であった田中精一氏の「私の履歴書」(日経新聞1990.4.25)によれば、21世紀の中部ビジョンのプロジェクトの一つとして名古屋に

"ファインセラミックスの殿堂"と呼べるような研究開発の一大拠点を設け、中部地区にハイテク産業の集積を進めようというのが構想のねらいだったとある。

そして、2002 年 4 月に「試験研究所」から「材料技術研究所」に呼称を変更し、試験評価だけでなく研究開発を主体とした COE(Center of Excellence)を目指す研究機関となった。さらに、2007 年 4 月には、2 つ目の研究所として「ナノ構造研究所」を新設した。ナノ構造研究所(通称:ナノテクセンター)の設立は、中部地域の「産・官・学」のトップで構成される「中部産業振興協議会」の提言を踏まえ、JFCC と社団法人中部経済連合会が共同で設立準備を進め、政府機関、地方自治体、大学、企業各社のご指導、ご支援による。ナノ構造研究所の研究分野を、世界トップレベルの透過型電子顕微鏡(収差補正高分解能 STEM、磁場ホログラフィー TEM、電場ホログラフィー TEM 及び収差補正高分解能環境 TEM)を駆使した「微構造解析技術」と第一原理計算に基づいた「計算材料設計技術」に特化し、他との差別化を図ることとした。

JFCC 全体としては、材料技術研究所とナノ構造研究所のコラボにより、「微構造解析・評価技術」、「計算科学による材料設計技術」そして「ナノ材料を中心とする先進プロセス技術」を三位一体として実施することにより、"出口となる産業分野を念頭においた研究開発"および"基盤研究の成果を着実に実用化に結びつけるための研究開発"によって我が国の産業競争力強化に幅広く貢献することにある。

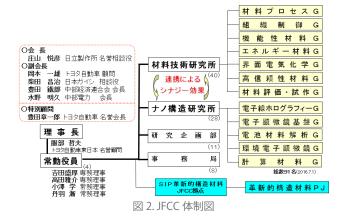
また、「機械的・熱的特性評価」「電磁気特性評価」「燃料電池特性評価」「非破壊試験」「セラミックスの作製及び精密加工」などの依頼試験・評価業務は、研究と一体となって設立以来30年の間に蓄積した技術力で「高精度・高信頼性のデータ」を提供し、産業界の研究開発に寄与している。

JFCC の建家全景を図1に 体制図を図2に示す。土地 面積17,500m<sup>2</sup>、延床面積 12,000m<sup>2</sup>を有する。組織 は、2016年7月現在、研 究者(約50名)、および技 術者(約20名) など役職



図 1. JFCC 建家全景

員総数 91 名である。研究所の重点分野を図3に示す。ナノ構造の観点からセラミックスを見直し、セラミックス系材料の新たな展開を図るとともに、セラミックスと金属材料等との融合を図り、環境、省エネ、安全等の重要課題を解決することを念頭に研究開発事業を行っている。



世界最高水準の電子顕微鏡観察技術、計算科学、プロセス技術、信報性評価解析技術の構築電子顕微鏡観察技術および計算科学の高度化とプロセス技術との連携による材料開発環境、省エネ、安全等の社会的重要課題解決への挑戦

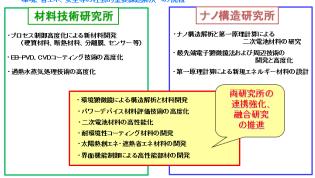


図 3.2016 年度重点研究テーマ

#### 2. 研究開発事業の紹介

以下に最近取り組んでいる研究テーマといくつかの研究 成果をご紹介する。

2.1 SIP/ 革新的構造材料 「耐環境性セラミックスコー ティングの開発」 <sup>1)</sup> ~ 高耐久性・軽量セラミックス系複 合材料の航空機エンジンへの適用 ~

航空機エンジンの燃費を改善し CO₂ 排出量を大幅に削減するためには、高圧タービン部材の "軽量化"と"耐熱性向上"が不可欠である。また、高圧タービン部材は高温の水蒸気を含む燃焼環境に曝されるため、非常に優れた耐久性が必要である。しかし、現用の Ni 基系超合金の耐用温度は約 1100℃であり、空気冷却等の措置を講じて、現在の合金技術の延長では将来的にも 1200℃の耐用温度が限界である。

この壁を打ち破るための新しい材料として期待されているのが、世界最高性能の炭化ケイ素繊維(耐用温度は約 1400°、我が国において製造)の複合材料である「SiC 繊維強化 SiC マトリックス複合材料(以後、SiC<sub>t</sub>/SiC<sub>m</sub> と称す)」。SiC<sub>t</sub>/SiC<sub>m</sub> は超合金よりはるかに軽量で耐熱性に優れるが、約 1100°C以上の水蒸気環境下では酸化・減肉による部材の劣化が問題である。これを高圧タービン部品に適用するためには、部材の表面を守り、部材の長期使用を可能にする耐環境性コーティング(EBC: Environmental Barrier Coating)が不可欠である。従って、EBC の耐用温度を上げることができれば、より高温の過酷環境下において SiC<sub>t</sub>/SiC<sub>m</sub> を使用することが可能となる。

この様な背景の下、JFCCを中心とする研究グループは、 $SiC_t/SiC_m$ の高温耐久性を飛躍的に向上させるために、繊維性能を最大限に引き出すべく、繊維耐用温度 1400  $^{\circ}$  で利用できる世界最高性能の耐環境性コーティング(EBC)の開発を目指している。

EBCには、高温の水蒸気に対して耐減肉性に優れることはもちろんのこと、酸素や水蒸気に対する環境遮蔽性や、熱機械的耐久性に優れることが要求される。そこで、本研究では、図 4 に示す多層構造にして、 $SiC_f/SiC_m$  基板上に、結合層を介して、酸素遮蔽層、その上に、水蒸気による減肉防止・水蒸気遮蔽層、熱衝撃緩和層を付与する。コーティングシステム全体として優れたパフォーマンスを発現させることを目指している。

本研究開発は、材料自体の変革期にある今こそ、国策として早急かつ強力に進めるべき最重要課題である。また、 我が国産業が高圧タービン分野に国際的に参入するため に、欧米では到達できない優れた性能を有する部材を具現化し国際的競争力を付与する。本研究は、国立研究開発法人科学技術振興機構(JST)からの委託業務として実施している。

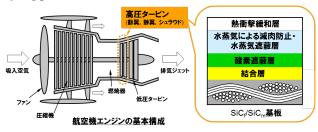


図 4. 開発するコーティング技術の概念図

2.2 SIP/エネルギーキャリア 「太陽熱を利用した水素 製造に関する基幹部材開発」<sup>2)</sup> ~水素製造にも適用可能な 高効率太陽熱利用システムのための集熱管を開発~

エネルギーの大半を海外からの化石燃料に頼っている日本にとって、その依存度を低減してエネルギーセキュリティを高めるとともに、 $CO_2$  削減により地球温暖化防止に貢献できる社会の構築が重要である。「SIP / エネルギーキャリア」は、海外において太陽光等の再生可能エネルギーを起源として水素等を効率的に製造し、アンモニア( $NH_3$ )等の可搬性に優れた「エネルギーキャリア」として日本へ輸入して発電システムや水素ステーション等へ供給する、といった一貫した「クリーンエネルギーシステムの確立」を目指している。

本研究開発は、その一部として高効率太陽熱利用システムを開発する。太陽熱利用システムそのものは、世界的にすでに約400℃以下の太陽熱発電プラントなどが稼働しているが、本研究開発で目指す水素製造には、トラフ(雨どい)型ミラーなどによる太陽熱プラント(図5参照)にて650℃以上という高温下での高い変換効率が必要である。さらに、アンモニア製造プラントの規模を想定すると、長さ4mの集熱管が数十万本も必要となり、経済性に優れた大量生産プロセスの開発が課題である。





図 5. 太陽熱利用システムのイメージ図

本研究開発の目的は、水から水素を取り出す化学プロセスに用いるための熱エネルギーを太陽光から作り出す集熱管(レシーバ)の開発にある。この集熱管をトラフ型ミラー等と組み合わせ、太陽光を集熱管に集光させることで高温に加熱し、その管に熱媒体を流して熱エネルギーを回収する。集熱管は、金属管の円周面上に「セラミックス複合膜」を形成させ、熱の逃げを抑えるためにガラス管で囲んだ真空断熱構造である。JFCCは、セラミックス光学薄膜の合成技術および評価技術を基盤として、高温高効率の太陽光吸収膜の高速成膜プロセス開発や集熱管を構成する各要素材料の評価解析を担当し、太陽光を熱に80%以上の高効率で変換できるセラミックス複合膜を用いた集熱管の製造プロセス開発を目指す(図6)。

本研究は、国立研究開発法人科学技術振興機構 (JST)

からの委託業務として実施しており、JFCCは、本プロジェクトの研究代表機関となる(株)豊田自動織機と共同で研究開発を進めている。

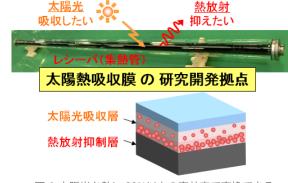


図 6. 太陽光を熱に 80%以上の高効率で変換できる セラミックス複合膜を用いた集熱管の開発

### 2.3 電子線ホログラフィーによる Li イオンの動的観察 <sup>3)</sup> ~電池反応メカニズム解明による高性能電池開発への貢献~

リチウムイオン電池は、正極一負極間に可燃性の電解液が含まれているが、電力貯蔵用機器や電気自動車に使用するためには、寿命や安全性の問題を解決しなければならない。可燃性の液体電解質の代わりに、不燃性の固体セラミックス電解質を用いた全固体型リチウムイオン電池は、その問題を解決する次世代の電池として期待されている。

JFCCでは、透過型電子顕微鏡(TEM)内で全固体型リチウム電池を動作させ、電極一固体電解質界面近傍で形成されるLiイオンによる電位分布を、電子線ホログラフィーによりその場観察に成功している。

図 7(a) は、正極 LiCoO<sub>2</sub> と固体電解質 LiAlTiSi(PO<sub>3</sub>)<sub>4</sub> の 界面付近の TEM 像である。この電池を TEM 内で充放電させ、各印加電圧時に観察した電位分布像とプロファイルを図 7(b)-(f) に示す。電位分布は界面近傍 3  $\mu$  m に形成されていることがわかる。また、界面にはシャープな電位ドロップがあり、電気二重層を観察しているものと考えられる。

TEM 内で電池が動作している様子を観察する技術が確立されたことで、電池反応メカニズムが明らかになった。今後、電池作製プロセスにフィードバックすることより、より高性能な電池の開発に貢献すると考えられる。

本研究は、中部電力(株)からの委託研究として実施したものである。

## 正極/固体電解質界面におけるLi<sup>+</sup>の電位分布

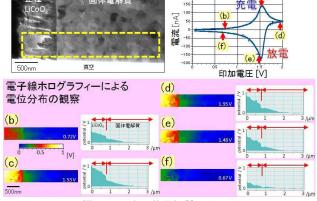


図 7. 正極 LiCoO<sub>2</sub> と固体電解質 LiAlTiSi(PO<sub>3</sub>)<sub>4</sub> の 界面付近の電位分布の観察

(a)

2.4 静電噴霧を用いた低コストコーティングプロセス の開発 4)~ ナノサイズの "霧" からセラミックスコーティングをつくる新技術 ~

セラミックスコーティングは、セラミックス材料の持つ 優れた機能や特性を、金属や樹脂に付与する表面改質技術 である。これまで、スパッタリングなどの物理蒸着(PVD)、 プラズマ CVD などの化学気相析出 (CVD) など、種々のセ ラミックスコーティング製造プロセスが開発され、すで に、様々な構造材料・機能性材料へと広範に適用されている。

CVD は、基材との密着性に優れた高結晶性のセラミックスコーティングを作製できる手法であり、切削工具用の高硬度アルミナコーティングなどに用いられている。CVD原料として用いられる化合物は、分解することなく気化させられる"特殊な"化合物のみであり、一般的な $\beta$ ジケトン錯体等の有機金属錯体は、1 グラムあたり数千円と高価である。

一方、開発した静電噴霧 CVD は、高価な原料を用いる必要はなく、また、減圧も必要としない。数キロボルトの高電圧の印加で液体を分裂させ、微小液滴を作製する。液滴の初期サイズは数ミクロン程度と考えられているが、液滴の表面から蒸発が起こると液滴は微細化し、さらにレイリー分裂と呼ばれる再分裂を繰り返すことで、最終的にはナノサイズの液滴を得ることができる。本研究開発では、金属成分を含む溶液を静電噴霧によってナノミスト化し、CVD 原料として用いることを目指している。この方法では、原料化合物の蒸気圧とは無関係に、静電気によってナノサイズの原料化合物を供給できる。

アルミナや酸化亜鉛など、いくつかの酸化物セラミックスを、大気開放系で、静電噴霧 CVD によってコーティン

グできることを明らかにして 原料ノズル おり、原料コストの低い、簡便なコーティングプロセスとして確立しつつある。減圧を必要としないことから、成膜容器は不要であり、大型基材へのコーティングや、これまでバッチ式が一般的だった CVD プロセスを連続プロセスへと変貌させる可能性を秘めている。

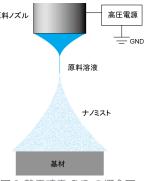


図 8. 静電噴霧 CVD の概念図

2.5 エッチピット法による GaN 結晶の欠陥検出と分類 技術の開発 5)~簡易・安価な欠陥評価で、GaN 結晶と省 エネ GaN パワー素子の高品質化を加速~

低炭素社会の実現に向けて、限られたエネルギー(特に電力)の高効率利用が必要不可欠である。次世代パワーデバイス用半導体材料として期待を集める窒化ガリウム(GaN)は、従来のSiに比べて、優れた性質を持つため、消費電力が小さいだけでなく、小型化、高電圧、高温下で

動作する上、高速で動作し、今までパワーデバイスを使えなかった場所で使用することができる。しかし、GaN 結晶に高密度に欠陥が残っていると、不良率が上がり、寿命が短くなる等の問題が起こる。欠陥の種類・密度・分布を簡単に把握できる技術は、結晶品質の向上や、デバイス性能の向上に極めて重要である。

本研究では、GaNに残っている欠陥の種類・密度・分布を低コストで簡単に、短時間で評価可能なエッチピット法を確立した。エッチャント(腐食液)に GaN をつけると弱いところ(欠陥)の腐食が速く進み、ピット(穴)があき、形や大きさのそろった穴をきれいにあけることのできるエッチャントを開発した。この技術は、光学顕微鏡でピットを観察し(図8)、容易に刃状、らせん及び混合転位のある場所や密度を見分けることができ、大口径 GaN結晶(直径6~8インチ)にも対応可能であるため、高品質結晶の開発やデバイスの性能を大きく低下させる有害な転位種の特定に役立てることができる。

本研究は、国立研究開発法人科学技術振興機構 (JST) スーパークラスタープログラム「GaN 結晶評価技術の開発」の委託研究で実施したものである。

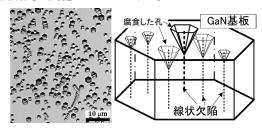


図 9. 過酸化ナトリウム (Na<sub>2</sub>O2) を添加した水酸化カリウム (KOH) 溶融液で 6 分間処理した GaN の表面エッチピット像 エッチピットの形状・大きさは転位の種類を反映。 (光学顕微鏡観察)

#### 3. 将来に向けて

無機材料および金属材料は、高度な産業社会や市民生活を支える優れた素材として、その可能性が大いに期待されている。今後、科学的知見(ナノ構造解析、計算材料設計、高度物性解析・評価等)を駆使した物質創製・構造制御技術と偶然的な未知の現象発見(セレンディプティー)の体系化による高度な科学コンセプトにより発展させる必要がある。JFCCが世界に誇れる研究機関を目指すためにも、出口をしっかり見据えた基礎研究、応用研究に積極的に取り組み、日本の新産業創出と産業高度化に貢献していきたい。

#### 参考文献

- 1) http://www.jst.go.jp/sip/k03.html, http://www.jst.go.jp/sip/dl/k03/jst\_pamphlet\_Japan.pdf
- 2) http://www.jst.go.jp/sip/k04.html
- 3) K. Yamamoto et al., Angewandte Chemie International Edition, 49, 4414 (2010).
- 4) T. Kimura, J. Wuhan Univ. Tech. Mater. Sci. Ed., 31, 11-14(2016)
- 5) Y. Yao, Y. Ishikawa, et al., Superlattices and Microstructures (2016) accepted

The Japan Research and Development Center for Metals JRCM NEWS /第 358 号

内容に関するご意見、ご質問は JRCM 総務企画部までお寄せください。 本書の内容を無断で複写・複製・転載することを禁じます。 発 行 2016年8月1日

発行人 小紫正樹

発行所 一般財団法人 金属系材料研究開発センター

〒 105-0003 東京都港区西新橋一丁目 5番11号第11東洋海事ビル6階

T E L (03)3592-1282 (代) / FAX (03)3592-1285

ホームページ URL http://www.jrcm.or.jp/

E-mail jrcm@oak.ocn.ne.jp