

## 革新的省エネセラミックス製造技術開発

### 評価用資料

平成26年12月 9日

経済産業省製造産業局

ファインセラミックス・ナノテクノロジー・材料戦略室

## 目 次

|                                  |     |
|----------------------------------|-----|
| 1. 事業の目的及び政策的位置付け.....           | 1   |
| 1－1 目的.....                      | 1   |
| 1－2 政策的位置付け.....                 | 1   |
| 1－3 国の関与の必要性.....                | 5   |
| 1－4 他の制度との関連.....                | 5   |
| 2. 技術開発の目標.....                  | 5   |
| 2－1 目標・指標.....                   | 5   |
| 3. 技術開発の成果、目標の達成度 .....          | 9   |
| 3－1 成果.....                      | 9   |
| 3－1－1 全体と個別要素技術の成果               |     |
| 3－1－2 特許出願状況等                    |     |
| 3－2 目標の達成度.....                  | 3 3 |
| 4. 研究成果の事業化、波及効果等その他成果.....      | 4 0 |
| 4－1 事業化等成果 .....                 | 4 0 |
| 4－2 波及効果.....                    | 4 1 |
| 5. 技術開発のマネジメント・体制・資金・費用対効果等..... | 4 1 |
| 5－1 制度のスキーム.....                 | 4 3 |
| 5－2 制度の体制・運営.....                | 4 4 |
| 5－3 資金配分.....                    | 5 2 |
| 5－4 費用対効果.....                   | 5 2 |
| 5－5 変化への対応.....                  | 5 3 |

## 1. 事業の目的及び政策的位置付け

### 1-1 目的

#### ○背景と必要性

耐熱・耐食性に優れたセラミックスをエンジン鋳造ラインの大型の配管や槽・容器に適用することで、熱の損失を小さくすると同時に、最終製品への不純物を低減することができる。また現状、高温で使用される生産用部材は希少元素を添加した耐熱合金が多用されているが、軽元素を主成分とするセラミックスの適用は元素戦略上においても意義がある。液晶・半導体製造ラインでは、軽量で剛性の高いセラミックスを大型の精密生産用部材として活用することで、製品のスループットの更なる向上や微細加工化が可能となる。今後の各種製造における品質と生産性の飛躍的な向上に向けて、セラミックス部材も大型化だけでなく、より軽量で高い剛性、あるいは難濡れ性や断熱性の向上といった高機能化が求められている。こうした要求に応えていくには形状付与の自由度を高める必要があるが、従来の一体型のセラミックス成形技術では対応が困難であり、その解決を図るため、高機能化された小さな精密ブロックを作製し、立体的に組み上げ、高効率で接合・一体化して所望とする大型(巨大)化・精密複雑化・精密性を鼎立した部材を得ることのできる革新的なプロセス技術の開発が必要である。

#### ○目的

環境と経済の両立に向けて、優れた機能や付加価値を持つ製品を高効率で製造できる技術開発が急務である。ここで自動車部品や液晶といった最終製品と製造機器用の生産部材はセットであり、最終製品の品質を左右することになる。軽量で耐熱性に優れたセラミックス生産部材を有効に使用することで高品質の製品を高効率で製造することができる。本プロジェクトでは従来ファイナセラミックス材料では作製が困難であった複雑形状付与や大型化を容易にし、製造プラントの省エネ化と製品の品質向上に貢献しうる革新的省エネセラミックスの製造技術を開発することを目的とする。

#### ○現在の動向

国内では 3.11 震災以降のエネルギー供給に対する危機意識が高まっている。とりわけエネルギー消費の多い産業部門においては、製品競争力を維持しつつ、更なる省エネ化にむけた取り組みが急務となっている。

国外動向をみると、米国では鋳造へのセラミック適用のロードマップが作られている。また韓国や中国では液晶半導体や鋳造用の大型セラミック生産部材開発が国レベルで推進され日本をキャッチアップ、凌駕するための動きが活発化している。こうした動きの中で日本は、環境と経済の両立に向けて新しいプロセスによる高機能(難濡れ、軽量、熱制御性)を、大型セラミック部材を開発することが必要である。

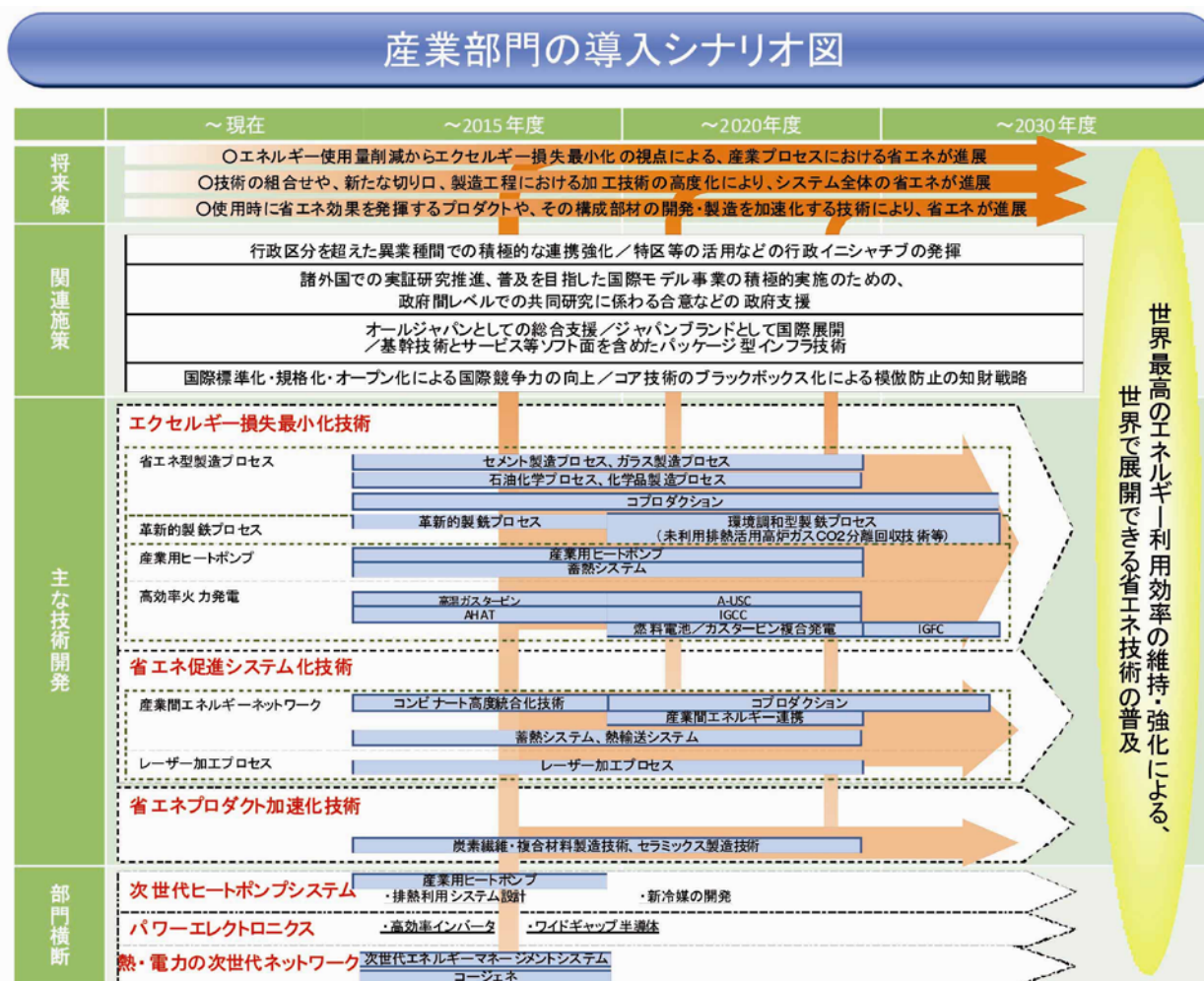
### 1-2 政策的位置付け

省エネルギー技術の研究開発と普及を効果的に推進するため、経済産業省と NEDO により策定された「省エネルギー技術戦略 2011」において、製造プロセスで省エネを推進する「エクセルギー損失最小化技術」、技術の組み合わせや新たな切り口によりシステム全体の省エネを推進する「省エネ促進システム化技術」、使用時に省エネ効果を発揮する製品やその部材の開発・製造を

加速させる「省エネプロダクト加速化技術」が重要かつ基軸となる技術として選定された。

これらの内容と本事業は密接に関連しており、その位置づけは明確である。「省エネプロダクト加速化技術」においてセラミック製造技術が具体例として示され、本事業の内容が引用されている。また「熱・電力の次世代ネットワーク」関連で熱輸送が選定されている他、「エクセルギー損失最小化技術」に向けて本事業ではセラミックスの製造、使用に関わるエクセルギー解析を実施している。

1) 産業部門の導入シナリオ(セラミックス製造技術、エクセルギー損失最小化技術、省エネ製造プロセス、など本事業と深く関係している項目が明示)



出所：省エネルギー技術戦略 2011

## 2) 重要技術シート(セラミックス製造技術の重要性が明示。本事業が事例とされている)

### 省エネプロダクト加速化技術サブシート(セラミックス製造技術)

#### 技術概要

自動車部品や液晶・半導体等の製品を製造する際に使用される生産用部材は、製品の機能と生産性の向上の観点から、部材の大型化と機能向上が強く求められている。例えば、耐熱・耐食性にすぐれたセラミックスの開発によりエンジン鋳造ラインの大型配管や槽・容器等での熱損失を小さくすると共に、製品への不純物を軽減することができることが考えられるなど、今後の各種製造における製品の品質と生産性の向上には生産部材が鍵を握る。そのため、セラミックス部材も大型化以外に、軽量、高剛性など高い機能化が求められている。しかし、このような要望は従来の一体型のセラミックス成形技術では対応が困難であり、大型・複雑・精密性を兼ね備えた部材を作ることができる革新的なプロセス技術の開発が必要である。そこで、従来ファイナセラミックス材料では作製が困難であった複雑形状付与や大型化を容易にし、製造プラントの省エネ化と製品の品質向上に貢献する革新的省エネセラミックスの製造技術の開発を行う。

#### 技術開発の進め方

- 2010年～
  - ・産学連携ネットワークの構築を国が支援(ステレオファブリック技術研究組合の設立)
  - ・基盤技術と限界のある従来製造プロセスではない新規製造プロセスを同時に開発
- 2013年～
  - ・国の支援により大学・研究機関の技術を民間に移転。
  - ・開発成果の性能・経済性に関する優位性の実証を確認
  - ・実証研究などは民間主導の開発に移行

#### 技術開発動向

独立行政法人(産総研)と民間企業が共同で参加できることとなった技術研究組合(ステレオファブリック技術研究組合)を通じて、基盤技術と革新的な新規製造プロセスの同時開発を行い、構造用セラミックスの課題解決を行う。このためには、下記の技術開発を実施する。

- ① ニアネット成形・接合技術の開発
- ② ユニットの高性能化技術の開発
- ③ 革新的省エネセラミックスの部材化技術開発

対象とする分野は多岐に渡り、非鉄鋳造分野では断熱軽量槽(溶湯搬送、濾過槽)、工業炉の分野では異形ラジアンチューブなど、鉄鋼分野では搬送ロールなど、半導体液晶分野では大型ステージ、ステージなどが上げられる。

#### 波及効果

熱化学、液晶、半導体製造等の生産部材にセラミックスを応用することで、軽量化、熱を逃がさない、製品への不純物混入減少など製造効率の向上が期待される。具体的には非鉄鋳造、工業炉、液晶、半導体プロセス、化学プラント、鉄鋼など幅広い産業において、従来実現できなかった大型・複雑な部材の製作等が可能になり製造プラントの省エネ化と製造効率向上に貢献できる。また、セラミックス自身の製造工程においても成形・焼成設備が小型化すると共に接合設備も簡素化されることが期待される。

出所: 省エネルギー技術戦略 2011

### 省エネプロダクト加速化技術 技術シート

#### 技術概要

その製造プロセス自体では大きな省エネルギー効果は期待できないものの、使用される際に大きな省エネルギー効果を発揮するプロダクトやそれ構成する部材の、開発や製造を加速化する手法の開発。具体的には、産業部門に幅広い応用が期待されている基盤技術としてセラミックス製造技術や炭素繊維・複合材料製造技術が挙げられる。

ここでは、主な応用先が産業部門と想定されているものや、部門横断的に広範囲にわたるもののうち他の部門に取り上げられていないもの、又は、現在基礎研究段階であって応用先が未確定だが、特定の製造プロセスとして記述できるものを取り上げている。また、最終的に家庭・業務又は運輸部門の重要技術として、直接あるいは含まれて記載されている種々の機能性化学品や中間素材等については、産業部門では省略している。

#### 技術開発の進め方

- セラミックス製造技術、炭素繊維・複合材料製造技術
- 応用品が使用され省エネルギー効果を生む際の、素材としての貢献度の定量化(エネルギー版のLCAともいえる)は現状では一般化される形で整備されていないため、省エネ効果を容易に判定するための調査研究が待たれる。

#### 技術開発動向

現在、非鉄鋳造、工業炉、鉄鋼、半導体などの産業プロセス応用を意図し、大型、軽量、高剛性、複雑形状などの特長を有するセラミック材料の開発は官民共同で行われている。

また、軽くて強いという特性を有する炭素繊維複合材料(CFRP)やそれを構成する機能性材料である炭素繊維は、航空機等で燃費向上のため既に用いられており、今後、自動車の車体に用いられることにより自動車の軽量化による燃費効率向上が期待できることから、近い将来、自動車分野等において大量需要が見込まれるが、製造エネルギーの大幅削減と生産性の大幅向上を図る必要があり、従来と全く異なる炭素繊維・複合材料製造技術の開発が民間を主体として行われている。

#### 波及効果

基盤技術として、各種製造プロセスに広範な適用が期待される。

熱化学、液晶、半導体製造等の生産部材にセラミックスを応用することで、軽量化、熱を逃がさない、製品への不純物混入減少など製造効率の向上が期待される。具体的には非鉄鋳造、工業炉、液晶、半導体プロセス、化学プラント、鉄鋼など幅広い産業において、従来実現できなかった大型・複雑な部材の製作等が可能になり製造プラントの省エネ化と製造効率向上に貢献できる。また、セラミックス自身の製造工程においても成形・焼成設備が小型化すると共に接合設備も簡素化されることが期待される。

エネルギー消費量の高い耐炎化工程を不要とする製造プロセスの確立によって、炭素繊維製造エネルギーの半減及び生産性の大幅向上(約10倍の生産量)が可能となり、CFRTP技術の確立と相まって自動車分野への大量供給が可能となり、自動車分野での省エネ化が図られる。

出所: 省エネルギー技術戦略 2011



3)重要技術シート(「熱輸送を用いた熱利用の柔軟化」の重要性が示されている。本事業の軽量・断熱アルミ搬送容器は熱輸送手段のひとつであり、将来的には高温蓄熱体輸送容器としての転用も考えられる)

## 省エネ促進システム化技術 技術シート

### 技術概要

技術の組み合わせや新たな切り口による仕組み等(蓄熱や熱輸送を用いた熱利用の柔軟化等)により、大きな省エネを促進すると想定される技術や製造工程における加工技術の高度化によりプロセス全体の手順削減や高歩留まり化を図ることで全体の省エネルギーを実現する技術。従来は部分的な製造プロセス改善により、効を奏してきたものの、更なる改善には限界があるため、さらにシステム全体としての省エネルギーと捉えることで、更なる改善を期待するものである。

具体的には、コンビナート内での産業間連携(高度統合化)を蓄熱や熱輸送を用いて行うことでエネルギーの有効利用や物質とエネルギーの併産(コプロダクション)等の技術や、後加工工程の省略が可能となるレーザー加工技術の高度化などがある。

### 技術開発の進め方

技術開発を推進すべきエネルギー技術としては、産業間エネルギーネットワーク、レーザー加工プロセスがある。個別技術との対応関係は以下の通り。

- 産業間エネルギーネットワーク
  - ・コプロダクション、産業間エネルギー連携、コンビナート高度統合化技術
  - 熱輸送システム、蓄熱システム
- レーザー加工プロセス
  - ・レーザー加工プロセス

### 技術開発動向

産業間エネルギーネットワークを構成する構成要素としての電力制御、蓄熱、熱輸送システム、蓄熱システム、コプロダクションなどについては、従来から技術開発が実施されているが、エネルギーネットワークとして進めるには技術は、各技術を統合する制御技術を含んだ技術の集合体となる。これら蓄熱、熱輸送システムなどの熱融通、および物質融通を組み合わせたシステム化技術については、実証研究などが国により進められている。また、民間企業も技術開発に参画している。

レーザー加工技術としては、国内の大学・研究所は世界トップレベルの技術開発を行っているが、産業応用については、成熟大規模市場では国内メーカーが健闘しているものの、成長が見込まれる小規模市場で独米が先行している。光源開発と共に加工技術開発を並行して進めることが重要である。

### 波及効果

エネルギーネットワークは多くの技術により構成され、幅広い国内産業活性化に貢献できる他、特に熱需要の大きい寒冷地での将来の海外展開も期待される。

コンビナートの構成はもともエネルギーや物質の融通を念頭においたものであった。廃棄物処理等の熱供給可能施設との連携も含め、さらなる連携を図ることにより、広い国内産業の活性化に貢献できる。日本で培われたコンビナートにおける産業間エネルギーネットワークは、パッケージ型インフラ輸出につながる可能性がある。

また、レーザー発振器の高効率化、既存装置の高効率レーザーへの置き換えで製造工程の省エネ効果が得られる。特に溶接工程への高効率レーザーの導入による効果は大きい。

出所:省エネルギー技術戦略 2011

### 1-3 国の関与の必要性

- ・当該事業は科学技術基本計画に記された、目標(環境と経済の両立、ものづくりナンバーワン国家の実現)、ならびに経済産業省が推進している技術戦略マップ(省エネルギー技術戦略 2011(前述))に沿っている。
- ・省エネや CO<sub>2</sub> 削減に国を挙げて取り組まねばならない事態において、経済産業省がリーダーシップをとることができる。
- ・大型部材化技術はリスクが大きく企業のみでの研究では限界である。個別研究では直近の課題解決に向けた開発に取り組むこととなり、長期的に見たセラミックスの競争力を維持することは困難である。
- ・競争力の基盤構築に向け、産官学の連携の基に、基礎から設計そして形状付与技術を融合させながら効率的に開発するためには国による関与が必要である。
- ・当該事業には接合や、ニアネットシェイプ技術などのセラミックス部材化の基盤となる技術が柱であり将来の我が国のセラミックス産業への波及効果も大きい。特に、局所加熱で大型部材ができれば巨大なセラミック部材を製造することが可能となりエネルギー機器をはじめとするイノベーションの創出に繋がる。

### 1-4 他の制度との関連

- ・当該事業に関する省内や他省庁、民間企業とその他の事業の重複はない。

## 2. 技術開発の目標

### 2-1 目標・指標

表2-1. 全体の目標

| 目標・指標<br>(事後評価時点)                                          | 目標・指標<br>(中間評価時点)                                                                     | 設定理由・根拠等                                                                                                |
|------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 研究開発項目① ニアネット成形・接合技術の開発                                    |                                                                                       |                                                                                                         |
|                                                            | 接合部材設計技術を開発し、同設計に指定された精度、形状を得るための成形方法、及び焼成条件を確立する。                                    |                                                                                                         |
| 断面積が 2500mm <sup>2</sup> の試料を用い、接合強度が 150MPa 以上の接合部材を開発する。 | 部分加熱や固体反応利用などの接合機構を明らかにするとともに、断面積が 12mm <sup>2</sup> の試料を用いて接合強度 200MPa 以上の接合部材を開発する。 | たとえば燃焼合成の可能性を明らかにするレベルとしては妥当と考えた。<br>体積効果を考慮すると、前項に定めた目標値に対して、1/2 倍の値となる(計算に当たってはワイブル係数を 8 程度との仮定をおいた)。 |

|                                                                                                                                                       |                                                                                                                          |                                                                                                                                                                                                                                              |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p>省エネ型接合法により、セラミックスを同種系統の材料で接合した系において断面積が <math>12\text{mm}^2</math> の試料を用いて接合強度 300MPa 以上の接合部材を開発する。</p> <p>長さ 500mm 以上の接合部材を対象とした非破壊検査手法を確立する。</p> | <p>固相反応や自己伝播する発熱反応などを用いた高強度接合を実現するため、反応剤・接合剤の厚み、組成、処理温度、自己伝播速度、断熱燃焼温度などのプロセス因子が接合強度に及ぼす影響を検討し、本プロセスによる接合構造の最適化を確立する。</p> | <p>製品化されている現状品（一体型）の強度（アルミナを想定）が 300MPa 程度であり、接合体においても同等の強度を設定することが妥当と考えた。</p> <p>例えば、超音波探傷により全体を把握してから、X線透過法により局所分析を行う。特に、X線透過法においては、広面積検出技術と差分画像処理技術等を融合することにより、従来では困難であった大型構造物の高速且つ高識別度検査を実現する必要がある。以上を実施する上での対象として500mm程度が妥当との判断である。</p> |
| 研究開発項目② ユニットの高性能化技術                                                                                                                                   |                                                                                                                          |                                                                                                                                                                                                                                              |
|                                                                                                                                                       | <p>高温場における溶融アルミニウムに対する濡れの機構を解明する。</p>                                                                                    |                                                                                                                                                                                                                                              |
| <p>接合部を有する部材を用いて、アルミ溶湯中に 100 時間浸漬した後に実質的に反応が認められない接合部材を開発する。</p>                                                                                      | <p>アルミ溶湯中に 100 時間浸漬した後に実質的に反応が認められない素材を開発する。</p>                                                                         | <p>反応や移着のない製品が必要とされている。従来品の現場での使用実績において反応は初期に進むが、100 時間とすれば、反応は大凡安定するため、100 時間後浸漬後の変化を観察対象とした。</p>                                                                                                                                           |
| <p>接合部を有する部材を用いて、900℃にて、鋼板相当の鉄と転がり摺動させたときに、鉄に含まれていた成分と実質的に反応しない接合部材を開発する。</p>                                                                         | <p>900℃にて、鋼板相当の鉄と転がり摺動させたときに、鉄に含まれていた成分と実質的に反応しない素材を開発する。</p>                                                            | <p>反応や移着のない製品が必要とされている。例えば、鋼板中に含まれるマンガン等が酸化されロール表面に付着、鋼板表面が凹凸になるため、薄板化する際のネックになっている。</p>                                                                                                                                                     |



|                                                                        |                                                                       |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |
|------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 接合部を有する部材を用いて、700℃以上の温度域の反射率が 80%以上の接合部材を開発する。                         | 700℃以上の温度域の反射率が 80%以上の素材を開発する。                                        | 現状品 (Si 基系セラミックス) の反射率は 10～20%程度であり、80%以上とすることができれば、部材の低熱伝導率化と中空構造と組み合わせることで断熱性を 2 倍にできる。                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |
| 研究開発項目③ 革新的省エネセラミックスの部材化技術開発                                           |                                                                       |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |
| a) 高耐性部材                                                               |                                                                       |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |
| 900℃の環境下に曝した後において、接合面に剥離、クラックが生じない長さ 500mm 以上、直径 100mm 以上の管状接合部材を試作する。 | 900℃の環境下に曝した後において、接合面に剥離、クラックが生じない長さ 250mm 以上、直径 50mm 程度の管状接合部材を試作する。 | <p>最終的に、鋼板用搬送ロールやラジアントチューブ等の大型管状部材に適用できる技術開発を目指す必要がある。</p> <p>1.温度について:搬送ロールを例にすると、実際の使用温度は600～1200℃の範囲であるが、代表値として900℃を設定し、同温度での接合体の耐性を満たすことが必要である。</p> <p>2.部材サイズについて:同じく、実際の部材のサイズは600～2500Lと幅があるが、</p> <p>接合部を設けた新しい構造体の基本耐性を評価し、またスケールアップに伴う課題抽出を行う目的で、中間目標あるいは最終に掲げた250mm→500mmで十分と考えられる。</p> <p>実用化においては、一部の企業はメートルクラスの大型部材の設備ならびに製造ノウハウを有しており、接合に関連する課題が助成事業を通じて解決されれば、その後企業単独での展開が可能と考えられる。</p> |
| b) 高温断熱部材                                                              |                                                                       |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |

|                                                                                                     |                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 700℃以上のアルミ溶湯を内部に入れた状態で湯漏れがなく、同等の搬送容積をもつ従来部材に比べて、断熱性が2倍、空状態とした部材単体の重量は1/2以下である、直径が500mm程度の槽状部材を試作する。 | 700℃以上のアルミ溶湯を内部に入れた状態で湯漏れがなく、同等の搬送容積をもつ従来部材に比べて、断熱性が2倍、空状態とした部材単体の重量は1/2以下である、直径が250mm程度の槽状部材を試作する。 | 最終的に中空のセラミックユニットを接着・一体化した新しい構造により、大型(メートルクラス)の、搬送容器及び断熱濾過槽を開発することが必要である。<br>目標の設定にあたっては、まず、搬送容器とろ過槽の最も基本的な機能である、「湯モレがないこと」を新しい構造体で実証する。次に開発の意義ともいえる「軽量化・断熱性」についてはハードルの高い技術であるが、これらを目標とすべきである。スケールアップについては、課題抽出ができるサイズを段階的に作製すべきである。 |
| 本件を代表事例として、製造、使用、廃棄過程を含めた省資源・省エネ効果を定量化する。                                                           |                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                     |
| c) 高比剛性部材                                                                                           |                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                     |
| 長さ(奥行き)が400mmで、従来相当の部材に比べて、撓み量が70%以下である盤状部材を試作する。                                                   | 長さ(奥行き)が200mmで、従来相当の部材に比べて、撓み量が70%以下である盤状部材を試作する。                                                   | アルミナ系材料では達成できないたわみ量低減を目指す必要がある(両端支持の最大たわみ $=5WL^4/384EI=k/\text{比剛性}$ 。<br>最大たわみ量は比剛性に反比例する。たわみ量の比較(従来素材アルミナ AC270を100として) SiC:53, B <sub>4</sub> C:39 という計算結果)                                                                     |

### 3. 技術開発の成果、目標の達成度

#### 3-1 成果

##### 3-1-1 全体と個別要素技術の成果

##### 3-1-1-1 全体の成果

セラミックス部材の大型化、複雑形状化を両立させるには、高機能化された小さな精密ブロックを作製し、立体的に組み上げ、高効率で接合・一体化して所望とする大型(巨大)化・精密複雑化・精密性を鼎立した部材を得ることのできる革新的なプロセス技術の開発(ステレオファブリック造形技術)が必要である。図3-1にステレオファブリック造形概念図を示す。同技術を確立するための課題は大別すると、①ニアネット成形・接合技術の開発、②ユニットの高機能化技術の開発、といった基盤・要素研究に加えて、それらを部材として実証する③革新的省エネセラミックスの部材化技術開発、である。

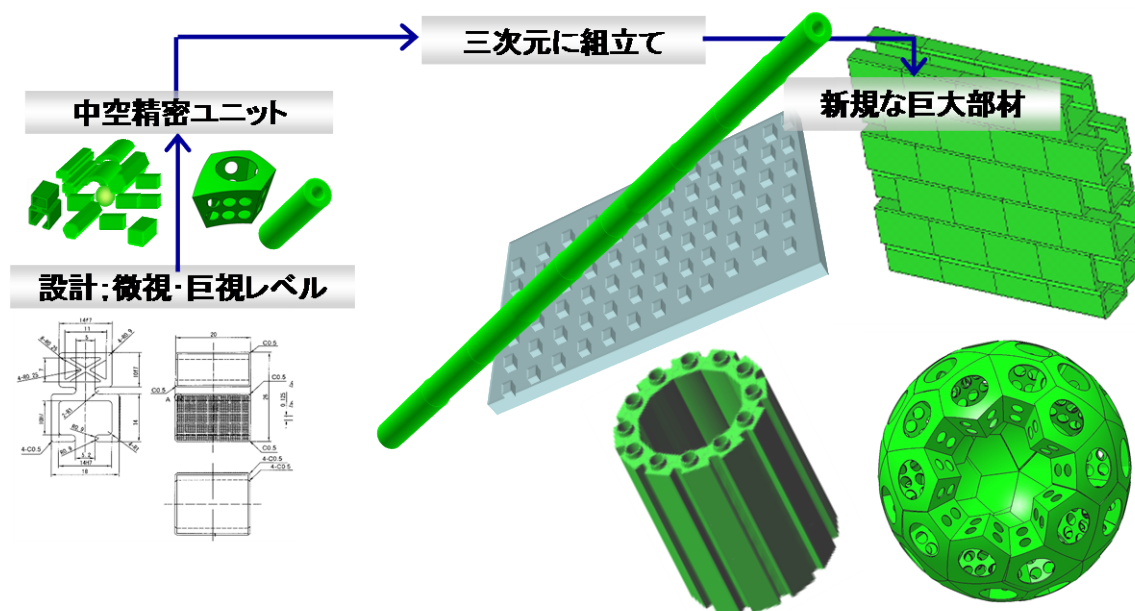


図3-1 ステレオファブリック造形概念図

これらの課題のうち共通基盤となる課題①②については委託事業、そして課題③は補助事業として取り組んだ。また課題③は出口製品に対する、要求性能の共通性から、1)高温断熱部材、2)高比剛性部材、3)高耐性部材に分類した。さらに、これら部材も使用用途により最適な材質が異なるなど本事業で対象としている出口、材質、そして手法の関係はわかりづらい。そこで表3-1には前記課題①②と③あるいは最適と考えた材質の関連を整理することにした。

表3-1 出口、使用条件、要求性能、材質について

◎: 求められる性能や条件

| 本事業での分類   | 出口製品と分野                                            | 使用温度   | 軽量性 | 剛性 | 断熱性 | 非濡れ性 | 省エネ強接合 | 焼成面ニアネット | 要求性能・条件を考慮し、選定、或いは開発した材料               |
|-----------|----------------------------------------------------|--------|-----|----|-----|------|--------|----------|----------------------------------------|
| 1) 高温断熱部材 | ・アルミ溶湯搬送容器<br>・蓄熱体可搬容器<br>(非鉄鑄造、エネルギー、化学)          | 7~800℃ | ◎   |    | ◎   | ◎    |        | ◎        | 低熱伝導・反応焼結窒化ケイ素(RBSN)                   |
|           |                                                    |        |     |    |     |      |        |          | SiN/SiC複合セラ                            |
|           |                                                    |        |     |    |     |      |        |          | チタン酸アルミ(AT)                            |
| 2) 高比剛性部材 | ・露光装置ステージ<br>(液晶・半導体製造)                            | <200℃  | ◎   | ◎  |     |      | ◎      |          | 炭化ホウ素(B <sub>4</sub> C)                |
|           |                                                    |        |     |    |     |      |        |          | SiC系複合セラ                               |
| 3) 高耐性部材  | ・LiB正極材製造レトルト<br>・CALロール<br>・ラジアントチューブ<br>(鉄鋼、工業炉) | >1000℃ | ◎   |    |     | ◎    | ◎      |          | アルミナ(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )  |
|           |                                                    |        |     |    |     |      |        |          | 窒化ケイ素(Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ) |
|           |                                                    |        |     |    |     |      |        |          | 炭化ケイ素(SiC)                             |

表3-1 に示すように使用する材質は出口製品や使用条件により多岐にわたり、従って要求される性能も異なる。本事業において個々の材料を対象として課題解決に取り組み、所定の目標を達成するとともに、開発過程で新たに自主設定した接合部の疲労特性や使用条件を考慮した腐食試験に対する耐性も確認し、概ね、課題③革新的省エネセラミックスの部材化への移行を果たすことができた。そして課題③(補助事業)において、大型部材化とその評価を実施し、当初に設定した目標値は達成することができた。以下に詳細について述べる。

### 3-1-1-2 個別要素技術の成果

#### 研究開発項目① ニアネット成形・接合技術の開発

##### ①-1 設計・造形基盤技術

高温断熱部材に求められる軽量、断熱性、強度を両立するための容器形状の設計と個々を構成する中空ユニットの最適構造に関する検討を行なった。全体形状としては、幾何学的に同一体積では最小表面積となる球体が理想的と考えた。立体幾何学より球体を分割する方法は多く知られているが、その中で、最終的なユニットのサイズ、成形のしやすさ、を考え、正準五角形を選択しさらに、熱流体解析および熱応力解析に基づき、側壁や背面に開口部を有し、内部空間に断熱層や蓄熱層を有する各種中空ユニットの設計および試作を行なった。図3-2には設計に基づくユニットと容器の形状を示す。容器はユニット 60個で構成される。

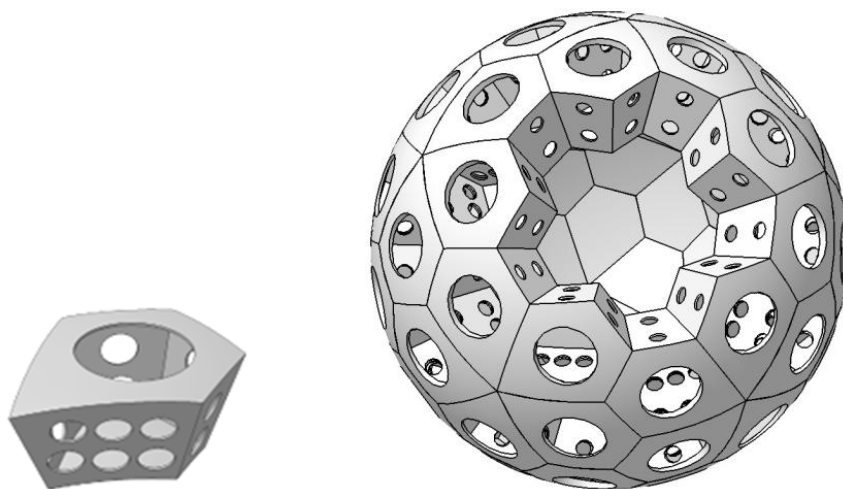


図 3－2 中空ユニット、及び容器の形状

設計検討の結果を踏まえ、中空ユニットのニアネット成形と接合に取り組んだ。中空ユニットのニアネット成形に関する目標値は、材質の熱膨張や接着部の厚さを考慮し、寸法誤差 1.5%以下とした。ケイ素粉末からなる水系スラリーを用いて、石膏型を用いた鑄込み成形および窒素中における反応焼結により窒化ケイ素（RBSN）からなる中空ユニットを作製した。従来、ケイ素粉末の水和反応によるスラリー特性の低下により、鑄込み成形、特に肉厚制御は困難であった。そこで、スラリーの粒度、成分の調整によりケイ素粉末の水和抑制を行なった結果、着肉時間による肉厚制御が可能となった。作製した中空ユニットについて面単位で寸法測定を行なった結果、寸法誤差は 1%以下であった。また、局所的な焼結変形挙動を把握した。このように、鑄込み製法における変形挙動を三次元的に把握し、設計に反映することにより、高精度な焼結体を得る手法を確立した。同手法により作製した  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$ （収縮率 6%）からなる中空ユニットの寸法誤差は 1.5%以下であり、目標を達成した。得られた中空ユニットを、無機接着材を用いて組み立てることにより直径 240mm の球状の容器部材を作製した（図 3－3）。接着部を模したテストピースを用いてアルミ溶湯浸漬試験を行なった結果、初期使用における溶湯シール性が確認された。





図 3-3 中空ユニット、及びアセンブリーの外観（RBSN 製、1/4 スケールモデル）

また、高温断熱部材以外の用途、例えば半導体製造装置用高比剛性部材を想定し、高比剛性材料 炭化ケイ素の接合技術開発を行っている。高比剛性部材を接合で実現するにあたり、接合部分が高比剛性部材の剛性つまり変形にどの程度寄与するか構造解析シミュレーターで解析を行った。その結果、接合部はほとんど影響せず一体型部材と同等レベルの変形であることが分かった。これにより、性能劣化（剛性劣化）のデメリットなく、接合の利点である①製造工程の省エネ化、②低コスト化、および③構造自由度向上を享受できることが分かった。

#### ①-2 接合技術

##### 1) 各材質の接合における基礎試験結果について

##### 1-1) $B_4C$ セラミックスの接合

炭化ホウ素 ( $B_4C$ ) セラミックスは、高硬度、高弾性率、低密度という優れた特性を有しているが、難焼結・難加工という欠点のため、大型・複雑形状の  $B_4C$  セラミックスを一体物で作製するためには、製造コストの増大が懸念される。そこで、本プロジェクトでは  $B_4C$  の低温接合技術開発を実施した。その結果、卑金属(アルミニウム)を接合材として用いることによって、700℃程度の低温でも母材相当の高い接合強度が得られた。接合部の微構造観察より、ナノレベルの亀裂先端まで接合材は浸透し、強固な結合を形成し、緻密な組織を呈していた。また、TEM 観察より、接合材であるアルミニウム側には転位や歪みが観察され、接合を阻害する要因である残留応力を接合材が緩和している現象が見られた。更に、 $B_4C$  接合体を室温から 200℃ まで 1000 回繰返した熱疲労特性を測定したところ、試験片 (5 本) 全てが母材から破断し、接合部の強度の劣化は観察されなかった。また、20-200MPa の応力を周波数 5Hz、36 万回繰返した機械疲労特性では、試験片 (5 本) は全て破断しなかった。これらのことから、 $B_4C$  接合体の熱・機械的疲労特性も良好であり、信頼性が高い接合技術であることがわかった。

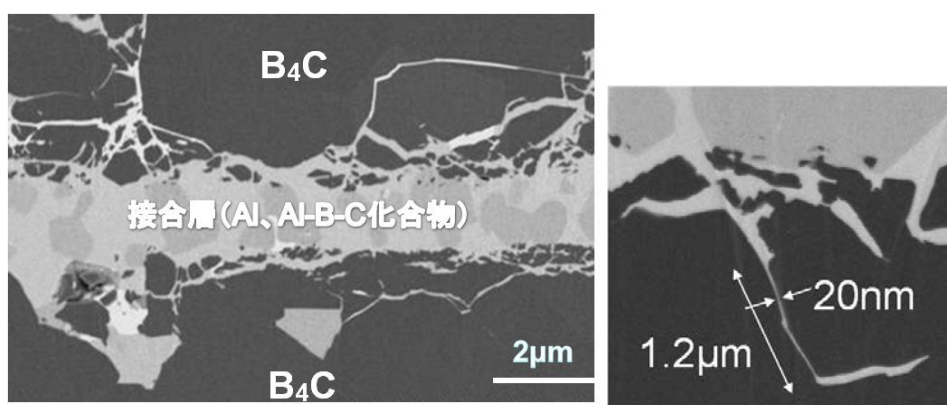


図 3-4 Al の  $B_4C$  亀裂内への浸透性状況、それを利用した接合界面

#### 1-2) SiC 系複合セラミックスの接合

開発した SiC 系複合材料の接合に関して、反応焼結技術を利用した接合方法で検討を開始し、炭素を接合部位に配置させることで、素材中に含まれる遊離シリコンが接合部位へ移動し、接合する現象を見出した。このシリコン移動現象を利用することで、外部からのシリコンアシストなしで接合体の作製が可能であることから、接合方向、接合厚みなどのシリコンの含浸由来の制限を排除することができ、余剰シリコン除去の後加工が不要になり、大型接合技術に適した方法であると判断し、開発を進めてきた。本接合に関して、接合厚みと強度の関係を調査した結果、接合厚み  $15\mu m$  未満とすることで接合強度  $200MPa$ （接合面積  $12mm^2$ ）を達成する技術であることを見出した。接合加熱（ $1400^\circ C$ ）における被接合素材の変化を調査した結果、開発素材は加熱前後で強度変化はないという結果が得られた。一方一般的な反応焼結 SiC 素材では、加熱前後で  $3/5$  程度の強度劣化が発生した。一般的な Si-SiC は比較的大きな欠陥の形成が見られるのに対し、開発素材は加熱後、大きな欠陥、空孔を形成しない様子を確認した。スケールアップ化に対する対応と安定化を図るため、接合材の厚さ、カーボン源種、炭素粒径等の強度への影響を調査した。加工業者へのヒアリングより、メートルサイズでは  $15\mu m$  以上の加工誤差が発生することが明らかとなり、これまで検討してきた接合厚みでは大型化の対応は困難と判断し、 $50\sim 100\mu m$  程度で高強度を発現する接合を見出す検討をした。SiC 粒子を複合化した接合材を利用することで接合厚み  $126\mu m$ 、接合強度  $204.6MPa$ （接合面積  $12mm^2$ ）が得られ、接合厚みの増加と高強度化を達成できる可能性が示された。この接合材を用いて  $200mm$  程度のサイズのモデル部材の試作を実施したところ、接合材をシート状とすることでハンドリング性が良く、組み合わせが容易となることで、接合加熱後に隙間のない接合体の作製が可能であることが明らかとなった。実用化に向けて、接合面積・形状、接合個数、位置決め方法等の最適化が必要であるが、本方法が大型部材の接合方法に有効であることが示唆された。

高比剛性を有する Si-SiC- $B_4C$  系セラミックス（開発部材）同士の接合の基本プロセスとしては、i) セラミックス同士をカーボンシートを介して接触させてから加熱し、ii) 高温において、接触界面に染み出た Si 融液とカーボンとを反応させて SiC を in-situ 形成して接合

させる。従来部材（Si-SiC 系セラミックス）同士を上記方法で接合した場合は、接合界面近傍において Si 融液の染み出しに伴い形成した空隙の合体・成長が進行し、その結果として、この空隙が破壊起点となり接合体の著しい強度低下をもたらすことが知られている。一方、開発部材からなる接合体の場合は、空隙が粗大化し難いため、接合体の強度は開発目標値（200MPa 以上）を達成した。本項では、開発部材の接合界面近傍の微細組織が従来部材と大きく異なる原因を明らかにするために、接合界面の組織形成に及ぼす Si 融液中に固溶する元素の効果について、原子・ナノレベルの観点から解析した。

骨材の 6H-SiC とカーボン粒子の間に Si 融液が存在する場合、カーボンの一部が Si 融液中に溶解・拡散し、Si/6H-SiC 界面において 3C-SiC として析出することが知られている。そこで、カーボン容器内に、6H-SiC 単結晶基板上に Si ウェハあるいは B 添加 Si ウェハ（厚さ 1mm）を設置した後、1500℃・1h で Si を溶融させてモデル接合体を作製した。接合体界面を透過型電子顕微鏡にて観察した結果、無添加 Si の場合は、従来報告と同様に 6H-SiC 基板上に 3C-SiC 層が一様に形成していた。この場合のカーボン源は、容器から揮発したカーボンである。一方、B 添加 Si の場合は、6H-SiC 基板上に Si が直接接合した領域と 3C-SiC 粒子が形成した領域が混在しており、B 添加により明らかに 3C-SiC の形成が抑制されることが確認された。B が Si 融液中の物質移動を抑制したために、3C-SiC の形成が抑制されたものと推察された。そこで、3C-SiC 結晶で挟まれた非晶質 Si 中の物質移動に及ぼす B 添加効果について、分子動力学計算により解析した。その結果、非晶質 Si 中に B を添加することで、非晶質 Si 中の Si の移動が大きく抑制されることがわかった。したがって、実在の Si-SiC-B<sub>4</sub>C 系の方が Si-SiC 系よりも内部の空隙が小さいのは、Si 融液中の B により Si の外方向への移動が抑制されたため、その結果として、空隙の合体・成長も抑えられたからであると推察される。また、Si/6H-SiC モデル接合体において、Si 中に B を添加すると 3C-SiC の生成が抑制されたことから、接合界面における Si の再配列（SiC の析出過程）も抑制された可能性がある。

### 1-3) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> セラミックスの接合

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> セラミックスに関して、主にアルミ金属の溶融を利用した接合方法や、固相拡散を用いる接合方法、更に、数種類の酸化物セラミックス原料を混合した液相焼結を用いる接合方法を検討した。具体的には、アルミ金属の酸化から生成する反応焼結アルミナ（RBAO）を主成分として、これによる高活性状態から生じる固相拡散と、ここに数種類の金属酸化物原料を焼結助剤として添加した液相焼結の、2つの駆動力を併用した接合方法を検討した。まず、接合面積 30×20mm<sup>2</sup>の小型ブロックによる予察試験から実施し、その後、φ28mm や φ90mm の小径管状部材でのサンプル試作及び評価を経て、大径管状部材でのサンプル試作へと移行していった。反応焼結アルミナを主成分とする酸化物セラミックスを接合材料として用いることで、ホットプレス等の特殊設備を用いない低加圧（0.05MPa 以下）条件下での 1500℃以上の焼成プロセスを経る接合条件を確立することができた。また、導入した大気雰囲気局所加熱接合装置を用いて、φ160mm×1000mm 長さの大径アルミナパイプ 2本を接合し、長さ 2000mm の大型管状接合部材を作製した。部材全体の長さは 2000mm

と大きい、実際に加熱するのは接合部を中心とする 800mm の部分のみであり、投入エネルギーの小さい省エネプロセス条件を確立することができた。

高純度化が求められる生産用途用の大型セラミックス構造部材を接合法により作製するために、不純物となる焼結助剤を一切使用せずに、高純度なアルミナスラリーを接合中間層に用いて緻密質アルミナを接合する手法を開発した。従来の接合では、接合層をできる限り緻密にすることが高い接合強度を発現するために必要であるとされてきたが、本研究では、図 3-5 に示すように接合中間層が粗大気孔を有する多孔質であっても、適切な微細組織制御により強度劣化を招く鋭いき裂状粗大欠陥を排除することで、280MPa の高い接合強度を実現できることを明らかにした。さらに、ガラスなどを用いた酸化物溶剤法では得ることが一般に困難である 1200℃における高温強度についても、中間接合層が高純度アルミナであることから、160MPa と高い強度を示した。

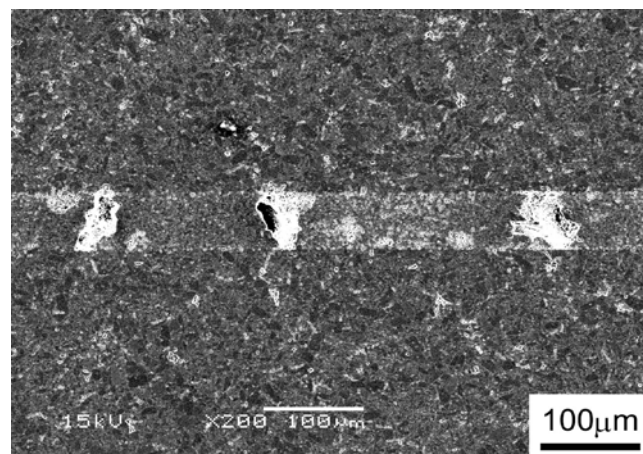


図 3-5. 粗大気孔と多孔質領域と緻密質領域からなる多孔質な接合中間層の断面の電子顕微鏡 (SEM) 写真

この接合体の作製手法は、相対密度が 99%以上の市販高純度アルミナ焼結体を被接合材として、その間に、アルミナ含有量が 74.5 wt%のアルミナスラリーを挟み込み、厚みが 40 ~100 μm となるようにして一晩乾燥させ、この仮接合体を大気中、1650℃で 2 時間焼成するという、ごくシンプルな方法である。焼成中に加圧を一切必要としないことから、特殊な加圧装置が不要で大型部材への適用も容易であるという利点を有している。また、接合中間層の厚みが、40 μm ~400 μm に変化しても、安定して 250MPa 以上の曲げ強度を維持しており、接合厚みの変動に対する許容量が大きいことも特徴である。これらが大型部材の接合体作製を低コストかつ容易にすることは明らかであり、実用化が大いに期待される。

また得られた技術を使って接合試験片を作製し、実際の使用環境相当の腐食試験で長時間の耐久試験を進めているところである。

#### 1-4) $\text{Si}_3\text{N}_4$ セラミックスの接合

窒化ケイ素の管状部材は各種製造分野で幅広いニーズがあるが、いずれも高温、腐食等

の環境下で使用され、また粉・流体に対するシール性が要求され、さらに最長で 10m を超える長尺であることなど、製造上のハードルが高いのが現状である。これらの課題に対して、接合部において被接合材と同等の組成や組織からなる接合層を形成し（セミシームレス接合）、かつ接合部近傍のみの局所加熱で接合する（局所加熱接合）ことをコンセプトして大型管状部材の開発を行った。これまで、まず局所加熱型の新規な接合炉を開発した。この接合炉は、接合する管状部材の片側をチャックし、接合部を抵抗加熱炉に挿入して加熱することで管状部材同士を接合するものである。管状部材の接合部を加圧することが可能であり、また加熱接合時における管状部材の回転機構を有している。この局所加熱接合炉を用いて、外径 $\phi$ 28×内径 $\phi$ 18×長さ 1000mm の窒化ケイ素管状部材を 3 本接合することで、接合面に隙間やクラックが無い、全長 3000mm の窒化ケイ素長尺管状接合部材の試作に成功した。この窒化ケイ素長尺管状接合部材の室温での接合強度は、長尺管状接合部材から切り出した 4mm×3mm×40mm 試験片において被接合材相当の 677MPa を達成した。高温での接合強度は、強度試験温度 800℃において 540MPa の高い値を示した。また、断面積 2500mm<sup>2</sup> の窒化ケイ素角状部材を用いて、接合強度が 622MPa の接合部材を開発した。

以上、局所加熱接合の開発と材料・プロセス技術を融合した省エネ型接合技術によって、窒化ケイ素長尺管状部材のセミシームレス接合に目処がたった。現在、上記技術で得た接合体の耐久性評価試験を進めているところである。

またアプリケーションとして熱交換器用途を想定し炭化ケイ素の高耐性接合技術開発も行っている。モチーフとして考えている製品形状は長尺チューブ形状であり、それを省エネルギーかつ低コスト技術である局所加熱で実現する。中間目標は接合技術確立であり目標接合強度 200MPa を全体加熱により達成した。現在、その高強度化と強度のバラつき低減、および局所加熱による接合を行っている。今後、局所加熱による長尺チューブを作製しその耐久試験まで行う。

## 2) 短時間局所加熱型接合技術

### 2-1) アークを利用した接合技術

炭化物セラミックスを母相として、局所加熱による短時間接合を試みた。ケイ素と炭素との反応焼結を利用した炭化ケイ素セラミックス同士の接合では、界面でのケイ素と炭素の反応によって、接合部の厚さが数ミクロンの接合体を得ることができた。本接合手法の接合部は炭化ケイ素とケイ素によって構成されており、炭素は確認されなかった。また、本接合技術は、加熱に必要な時間が 10 分と短時間ながら、接合部の平均 4 点曲げ強度は 196MPa と比較的高い接合強度が得られることが確認された。さらに、炭化ホウ素セラミックスの短時間局所加熱接合では、雰囲気制御を必要とせずに局所加熱接合可能な技術を開発した。

### 2-2) 燃焼合成を利用した接合技術

短時間での大きな発熱とミクロ領域での液相の発生を特徴とする燃焼合成法を応用し、環境負荷の少ない高度接合技術の達成と大面積かつ複雑形状体の均一接合技術の確立を目

指す。本研究実施細目は、(1)反応系組成の調整、(2)予加熱と反応温度及び伝播速度と転換率の関係把握、(3)生成物密度（気孔率）の制御、(4)液相や気相の移動と空隙率（隙間間隔・形状）の関係把握、(5)生成物の膨張・収縮による特徴的な残留応力と歪みの応用、(6)曲率の変化に伴う物質・熱移動の状態把握の6項目である。

燃焼合成技術を高精密な接合技術の一つと位置付ける上で重要な「反応伝播過程の制御」の確立は、実施細目(1)及び(2)の取り組みにおいて、原料粉末の新しい混合法と新しい接合助剤の添加を駆使し達成した。燃焼合成の反応伝播過程には、(1)一端着火で反応伝播を誘導する局所加熱反応伝播モードと、(2)電気炉等で全体的に加熱して全体的な発熱反応を誘導する全体加熱反応誘導モードがある。それぞれのモードに、基材をSiC及びアルミナ系酸化物として反応伝播過程の設計と反応系の的確な選択の下でコーティングあるいは接合を指向した実験を実施した。さらに、基材との共存性を議論するために、実施細目(3) - (5)に主たる焦点を当て、熱衝撃性や熱伝導性、熱膨張性などを検討するとともに、界面近傍の微細構造を精査した。

優先伝播モードでは、他の外部エネルギーを加える必要がなく短時間で完了するが、接合面の温度の均一性が保証できない。一方、全体反応モードでは、全体が着火温度まで加熱されるので温度分布の均一性は確保できるが、所望の着火温度までの時間と消費エネルギーのロスが大きい。燃焼合成適用におけるこれらの問題点を系統的に調べ、コーティング面及び接合面の性状を詳細に調べ、接合機構とコーティング機構を明確にして最適条件を抽出した結果、Al粒子径が40 $\mu\text{m}$ 以下のTiO<sub>2</sub>-Al系にガラス質成分（Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-(B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>)系）を添加し、全体加熱反応誘導モードで昇温速度10度/分で燃焼合成を実施することにより、850 $^{\circ}\text{C}$ 以下での反応誘導温度で約200 $\mu\text{m}$ の接合層を有する均一接合を達成することができた。独自の原料粉末混合、反応助剤添加、反応誘導システムにより、本研究で対象とする接合部材を炭化物系のみならず酸化物系にまで拡張することができ、さらに実施細目(6)において接合面の事前加工による均一反応性及び結合性の向上を達成することで、「断面積が2500mm<sup>2</sup>の試料を用い、接合強度が150MPa以上の接合部材を開発する」とした最終目標に到達できた。

### 2-3) レーザーを利用した接合技術

セラミックスの中でも炭化ケイ素を凌ぐ高い比剛性を示す炭化ホウ素(B<sub>4</sub>C)は超高温耐性(融点2400 $^{\circ}\text{C}$ )でもあり、優れた特長を持つ。それ故、焼結や熔融接着が難しく、製造はホットプレスなどエネルギーを大量に消費する加圧焼結法が用いられるため高コストとなり実用化を妨げている。優れた材料である炭化ホウ素を広範囲に適用するためには省エネ性の高い焼結法や接合技術の開発が必要である。本研究ではレーザーの局所加熱性能を用いてB<sub>4</sub>Cの接合部分のみを必要な温度に加熱することにより接着を可能とし、かつ省エネ性も確保することを目的とする。

厚さを変えたB<sub>4</sub>Cサンプルをアルミニウムを接合剤として、熱破壊を起こさず接合が可能となるレーザー照射条件(照射パワーと照射時間)を実験的に検討した結果、B<sub>4</sub>Cは赤外線領域の光を十分に吸収し、接合に必要なエネルギー注入と温度制御が可能であり、レーザーによりアルミニウムを接合助剤としたB<sub>4</sub>Cの接合の可能性を見出すことができた。



### 3) 非破壊検査技術

接合部を起点とする破壊に影響を及ぼす欠陥の探傷手法を明らかにするには、性状の明らかな人工欠陥を導入した比較試料を作製し、基準となる超音波探傷データを取得することが最も重要である。試料の作製において、セラミックス部材の接合では一般に接合材を使用するため部材と材質が異なると音響インピーダンスに差が生じ、超音波が一部反射して内部欠陥の探傷に影響を及ぼす。これまでセラミックス部材の接合では、音響インピーダンスの差が超音波探傷に及ぼす影響は明らかになっていない。そこで、部材と接合材との音響インピーダンスの差が超音波探傷に及ぼす影響を検討した。部材の形状は実使用を考慮して管状とした。超音波探傷法は、超音波の入射と受信方法、解析する波の種類によって様々な手法が提案されており、従来法である水浸線形超音波法では難しいとされる密着亀裂の探傷や、水浸しないことによる検査時間の短縮化が期待されている。本プロジェクトでは線形超音波法以外に、入射周波数の整数倍周波数を持つ高調波を利用した非線形超音波法と、水浸をしないレーザー超音波可視化法も適用した。

現状の超音波探傷能力を把握するため、ボイド状人工欠陥が埋没している窒化ケイ素製板状試験片を使用し、各超音波探傷法で探傷できる最小欠陥サイズを求めたところ、線形超音波法と非線形超音波法では、 $40\mu\text{m}$  以上の欠陥を、レーザー超音波可視化法では  $90\mu\text{m}$  以上の欠陥を検出できることが明らかになった。さらに、接合材が超音波探傷に及ぼす影響を検討するため、比較対象試料として人工欠陥を導入した後に接合材無しの拡散接合を行った管状試験体を作製した。レーザー超音波可視化法で実際の製品検査と同様に外周面を探傷したところ、欠陥起源の反射波が可視化され、それ以外の反射波は認められなかった。接合体断面を非線形超音波法で垂直探傷したところ、欠陥形状が明瞭な画像が得られた。いずれの方法でも導入した欠陥以外に欠陥は認められなかったことから、導入欠陥以外に欠陥の無い比較試料をまず接合材無しで作製できることが明らかになった。

### 研究開発項目② ユニットの高機能化技術

#### ②-1 難濡れ、耐酸化耐食性向上

##### ②-1-1 : アルミ溶湯用

ユニット基板候補材に  $\text{Si}_3\text{N}_4$  結合  $\text{SiC}$  セラミックス (SINSIC) を用いて、 $\text{Al}$  合金溶湯中の安定性を評価するとともに、腐食・濡れ機構を解析した。その結果、SINSIC を構成する  $\text{SiC}$  は合金溶湯中の  $\text{Si}$  濃度が高い場合には安定であり溶湯と反応しないが、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  は  $\text{Si}$  濃度に依存せず反応することを熱力学的に明らかにした。したがって、SINSIC の場合は、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  領域において優先的に反応し、その結果として、溶湯に対して濡れやすくなるものと考えられた。次に、SINSIC 基材への多層コーティングにより、SINSIC に  $\text{Al}$  合金溶湯に対する耐食性と難濡れ性を付与する技術を開発した。このコーティングは、SINSIC 基材/結合層/拡散防止層/難濡れ層からなり、i) 最表面の難濡れ層には、 $\text{Al}$  合金溶湯中で熱力学的平衡相の一つとして存在する  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  を選定した。ii) また、この層を介した物質移動を抑制するために、その下層に拡散防止層として  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  を配置した。iii) さらに、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SINSIC 間の密着性を向上させるため、結合層として非晶質  $\text{SiO}_2$  を配置した。なお、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  からなる中間

層を付与するにあたり、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  前駆体溶液への遷移金属成分の添加により高温安定相 ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) への相転移を低温で促進させるとともに、高酸素分圧下における SINSIC の予備酸化処理 (成形助剤成分の表面濃化抑制) により  $\text{SiO}_2$  の結晶化を抑制した。この様に、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  と  $\text{SiO}_2$  の相転移を同時制御することで、コーティング層全体の基板に対する密着性を向上させた。

多層コーティング材について Al 合金溶湯浸漬試験を実施した結果、Al 合金溶湯中に 100 時間浸漬しても、コーティング層の破壊を伴うことなくコーティング最表面から合金が容易に剥離し、実質的に反応が認められないことを確認した。

#### ②-1-2：高温鉄用

鉄とセラミックスの相互作用に関する研究を実施する。主に化学反応を考慮した無負荷条件下、および、圧縮・せん断応力条件下における鉄成分の  $\text{Si}_3\text{N}_4$  系セラミックスへの付着メカニズムの解明を行うことを目的とした。さらに、メカニズムの解明の結果と、焼結助剤や粉体プロセスをパラメーターとした微構造制御技術に基づいて、鉄あるいはマンガン等の含有成分の付着を抑制できる  $\text{Si}_3\text{N}_4$  系セラミックスの開発を行った。まず、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  系セラミックスの構成要素である  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 、 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 、 $\beta\text{-SiAlON}$ 、および YAG と、代表的な鉄として高張力鋼、および鉄の主要な構成要素である  $\text{MnO}$  の間の相反応を解析した。その結果、 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (YAG) と  $\beta\text{-SiAlON}$  が鉄鋼含有成分に対する化学的耐性が高いことが明らかとなった。そこで、YAG/ $\beta\text{-SiAlON}$  複合体を作製し、その機械的特性を評価した。 $\beta\text{-SiAlON}$  の組成式  $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_z\text{N}_{8-z}$  における  $z=2, 3$  でガス圧焼結温度が  $1800^\circ\text{C}$  で YAG 量が 50wt% の試料を除く全ての試料で緻密な焼結体が得られた。これは、 $1800^\circ\text{C}$  が YAG の融点以上であること、及び、大量の液相が存在していたことに起因している。ガス圧焼結後にはほとんどの試料で YAG が生成していなかったが、 $1600^\circ\text{C}$  でのアニールにより YAG の生成が確認された。また、アニール後の破壊靱性は YAG 量の増加と共に減少した。これらのセラミックスを用い、高張力鋼板と接触下での高温反応実験を行った。ただし、転がり摺動は圧縮とすべり成分で構成されることから、高温下での圧縮およびせん断応力条件下での実験を対象とした。実験に用いた YAG/ $\beta\text{-SiAlON}$  複合体は、YAG 量が 5 および 50wt% とし、 $\beta\text{-SiAlON}$  には  $\text{Si}_5\text{AlON}_7$  とした。これを  $900^\circ\text{C}$  にて圧縮応力場およびせん断応力場での接触試験を行った。特に、YAG 量が 5wt% の YAG/ $\beta\text{-SiAlON}$  複合体の摩耗率は  $4.2 \times 10^{-10} \text{ mm}^2/\text{N}$  と極めて低い値を示すことも見いだされた。SEM 観察および XRD による構成相の同定の結果、いずれの接触面において特に反応相は確認されなかった。

#### ②-2 高温熱反射

異相界面における輻射熱エネルギーの反射により、部材に高い熱反射率を発現させる方法を検討した。候補材料には、i) Al 合金溶湯に対して優れた難濡れ性を有すること、ii) 屈折率差が大きく異なる物質の組み合わせであること、iii) これらの物質が高温において反応せず光学的に安定な異相界面を維持すること、が要求される。上記条件を満たす材料として、低屈折率材料に  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  を、高屈折率材料に複合酸化物 A を選定した。 $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  と複合酸化物 A の組合せからなる粒子分散型複合材料について、全反射率の波長依存性を評価

した結果、複合材料の全反射率は、700℃の輻射熱エネルギーが最大となる波長 3 $\mu$ m において 80%であることを確認した。

### 研究開発項目③ 革新的省エネセラミックスの部材化技術開発

#### ③-a) 高耐性部材

$\phi$ 35mm の窒化ケイ素管を複数箇所、局所加熱接合した長さ 2000mm の長尺管を作製した。得られた接合体の接合部強度は母材とほぼ同等であることが確認された。また  $\phi$ 160mm $\times$ 1000mm のサイズのアルミナ管を局所加熱接合にて接合を行った。本アルミナ管のヒートサイクル試験を実施したところ、接合部を観察したが、外観上、剥離・クラック等は無く、安定な接合体であることが確認できた。

#### ③-b) 高温断熱部材

ステレオファブリックにより、 $\phi$ 250 mm の円筒容器を作製し、アルミ溶湯の漏れがないことを確認した。スケールアップのため  $\phi$ 600mm の容器を作製し、従来相当容器に比べて重量：35%減、温度低下：30%向上を確認した。また大型化に伴い、出湯口部付近湯漏れが若干認められた。接合部の改良を行った結果、漏れが無く従来相当容器に比べて重量減：38% 温度低下：37%向上することを確認した。

また、熱通過率を断熱性の指標とし、中空ユニットの評価を行なった結果、開発した高機能中空ユニット（RBSN）は従来キャストブルに比べ、熱通過率が 40%、重量が 65%低減した。容器の球状化による放熱面積および部材体積の低減効果を考慮すると、容器部材の放熱量が 51%、重量が 71%低減する可能性を見出した。高機能中空ユニットで構成された直径 240mm の球状の容器部材（RBSN）は、同等の容積をもつ従来キャストブルで構成された円筒状の容器部材に比べ、断熱材および鉄皮を取り付けた場合の重量が 62%低減した。容器の鉄皮表面における熱流束を指標とし、容器の断熱性を評価した結果、開発した球状容器は従来容器に比べ熱流束が 47%低減した。容器の球状化による放熱面積の低減効果を考慮すると、容器の放熱量が 57%低減する可能性を見出した。このように、セラミックスからなる小型の高機能中空ユニットを接着し、立体的に組み立てることにより直径 240mm の球状部材の作製および評価を行ない、開発した球状の容器部材は同等の容積をもつ従来部材に比べて、断熱性が 2 倍、空状態とした部材単体の重量が 1/2 以下となることを明らかにした。

#### ③-c) 高比剛性部材

開発素材（SiC 系複合材）の鋳込み成形性の改良により 400mm 型リブ構造部材のニアネット成形体を試作した。さらに、接合部材の応力変形シミュレーション解析により、1000N の一定加重負荷での撓み量は、アルミナ 1.42  $\mu$ m 対して SiC 開発素材 0.87  $\mu$ m＝撓み量 61%となり 70%以下を達成できることを確認した。また集中研で得た成果を使って B<sub>4</sub>C による 500mm $\times$ 500mm 程度の複雑形状モデル部材の試作を行った。断面積 350mm<sup>2</sup> の試料 6 枚(接合 5 箇所)で、接合強度 180MPa 以上を達成した。

### 3-1-2 特許出願状況等

表3-2. 特許・論文等件数

| 研究開発<br>項目                           | 論文数 | 論文の被<br>引用度数 | 特許等件<br>数(出願を<br>含む) | 特許権の<br>実施件数 | ライセンス<br>供与数 | 取得ライセ<br>ンス料 | 国際標準<br>への寄与 |
|--------------------------------------|-----|--------------|----------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| ニアネット<br>成形・接合<br>技術の開発              |     |              |                      |              |              |              |              |
| ユニットの<br>高機能化<br>技術                  |     |              |                      |              |              |              |              |
| 革新的省<br>エネセラミ<br>ックスの部<br>材化技術<br>開発 |     |              |                      |              |              |              |              |
| 計                                    | 35  |              | 20                   |              |              |              |              |

注:特許権の実施件数、ライセンス件数、国際標準への寄与件数は、プロジェクトが発足して日が浅いため、上記の実績に留まっている。

論文に関しては、平成23年度に入って、基礎研究の見通しがついたことにより、積極的に投稿を実施することとなった。

また、特許に関しては、平成23年度は知財プロデューサーが集中研に常駐していること、週毎の研究員との会議にも出席していることにより、特許の発掘、研究員からの特許の提案が増えつつある。

表3-3 研究発表リスト

| 発表年月     | 発表媒体                                                                                   | 発表タイトル                                                   | 発表者        |
|----------|----------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|------------|
| 平成21年12月 | Proceedings of The 11th International Symposium on Eco-materials Processing and Design | Materials Process Design on the Basis of Exergy Analysis | 北、日向、長岡、近藤 |
| 平成22年1月  | JFCCニュースNo.97                                                                          | 新規国プロジェクト紹介「革新的省エネセラミックス製造技術開                            | -          |

|           |                                                                                  |                                                                                |                                |
|-----------|----------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------|
|           |                                                                                  | 発」                                                                             |                                |
| 平成22年1月   | 11th International Symposium on Eco-materials Processing and Design              | Materials Process design on the basis of Exergy Analysis                       | (産総研)北英紀、日向秀樹、近藤直樹             |
| 平成22年1月   | The 34th International Conference & Exposition on Advanced Ceramics & Composites | Joining of Silicon Nitride with Glass or Powder under Mechanical Pressure      | (産総研)近藤直樹、日向秀樹、長岡孝明、北英紀        |
| 平成22年3月   | 日本セラミックス協会2010年年会                                                                | Al合金溶湯中におけるSi <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 結合SiCセラミックスの腐食機構                     | (JFCC)和田匡史、柏木一美、横江大作、北岡諭       |
| 平成22年3月   | 日本セラミックス協会2010年年会                                                                | 炭化ケイ素セラミックスのマイクロ波発熱特性                                                          | (SFRA)関根圭人、(産総研)日向秀樹、平尾喜代司、北英紀 |
| 平成22年3月   | 日本セラミックス協会2010年年会                                                                | ガラスや窒化ケイ素粉末を用いた窒化ケイ素の接合                                                        | (産総研)近藤直樹、日向秀樹、長岡孝明、北英紀        |
| 平成22年3月   | 日本セラミックス協会2010年年会                                                                | 窒化ケイ素接合体のX線CT法による非破壊検査                                                         | (産総研)近藤直樹、西村良弘、鈴木隆之、北英紀        |
| 平成22年3月   | 日本セラミックス協会2010年年会                                                                | Reaction joining of SiC ceramics by using TiB <sub>2</sub> -based composites   | (産総研)田無辺、北英紀、日向秀樹、近藤直樹、長岡孝明    |
| 平成22年6月4日 | 3rd International Symposium on SiAlONs and Non-Oxides (招待講演)                     | Exergy Consumption Analysis on Production and Usage Process of Silicon Nitride | 北、日向、長岡、近藤                     |
| 平成22年6月   | 2010年産総研中部センター研究発表会(ポスター)                                                        | セラミックスの大型部材化プロセス (ポスター)                                                        | 北、日向、近藤、長岡、堀田、北憲一郎             |
| 平成22年6月   | 2010年産総研中部センター研究発表会(ポスター)                                                        | 窒化ケイ素の接合に関する基礎検討 (ポスター)                                                        | 近藤 直樹,日向 秀樹,北英紀,平尾 喜代司         |
| 平成22年6月   | 2010年産総研中部センター研究発表会(口頭)                                                          | 窒化ケイ素の接合に関する基礎検討 (口頭)                                                          | 北、日向、近藤、長岡、堀田、北憲一郎             |
| 平成22年7月   | 日本保全学会(ポスター)                                                                     | セラミックス材料の非破壊評価                                                                 | 西村、近藤、北、鈴木                     |

|          |                                                   |                                                                                                         |                                           |
|----------|---------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|
| 平成22年7月  | 日本保全学会 第7回学術講演会                                   | セラミックス材料の非破壊評価                                                                                          | 西村他                                       |
| 平成22年7月  | 第26回日本セラミックス協会関東支部研究発表会                           | Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> およびYAG とMnO およびFe の高温相反応                                                 | (横浜国大院)伊藤彰浩, 多々見純一, 脇原徹, 米屋勝利, 目黒竹司       |
| 平成22年8月  | PRICM7                                            | Environmental Impact Evaluation and Rationalization of Ceramics Process on the Basis of Exergy Analysis | 北、日向、近藤、長岡                                |
| 平成22年11月 | 平成22年度産総研本格研究ワークショップ                              | 製造装置・システム用大型セラミックス部材の開発                                                                                 | 北 英紀                                      |
| 平成22年11月 | ICC3サテライト会議(第1回セラミックスエンジニアリングワークショップ)             | 窒化ケイ素長尺管状部材の接合技術開発                                                                                      | 堀田 幹則, 近藤 直樹, 日向 秀樹, 北 英紀                 |
| 平成22年11月 | The 3rd International Congress on Ceramics (ICC3) | Microwave Local Heating of Silicon Nitride for Joining                                                  | 近藤 直樹, 日向 秀樹, 北 英紀, 平尾 喜代司                |
| 平成22年11月 | The 3rd International Congress on Ceramics (ICC3) | Stereo Fabric Modeling Technology in Manufacturing of Ceramics                                          | 北 英紀, 日向 秀樹, 長岡 孝明, 近藤 直樹                 |
| 平成22年11月 | The 3rd International Congress on Ceramics (ICC3) | Development of Joining Technique of Alumina Ceramics Using Reaction Bonding Aluminum Oxide Materials    | 井筒靖久、他                                    |
| 平成22年11月 | The 3rd International Congress on Ceramics (ICC3) | Joining of Silicon Carbide Ceramics by Using Tape Cast Interlayer                                       | 田 無辺、他                                    |
| 平成22年11月 | The 3rd International Congress on Ceramics (ICC3) | Joining of SiC Based Ceramics by a Reaction Sintering Technique                                         | T. Ide, H. Hyuga, H. Kita                 |
| 平成22年11月 | The 3rd International Congress on Ceramics (ICC3) | Low Temperature Joining Process for Carbide Ceramics                                                    | K. Sekine, T. Kumazawa, H. Hyuga, H. Kita |



|          |                                                                                      |                                                                                                                     |                                   |
|----------|--------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|
| 平成22年11月 | The 3rd International Congress on Ceramics (ICC3)                                    | Development of Insulated and Lightened Furnace Equipments for Molten Aluminum by Stereo Fabric Modelling Technology | I. Himoto, T. Nagaoka, H. Kita    |
| 平成22年11月 | The 3rd International Congress on Ceramics (ICC3)                                    | Stereo Fabric Modeling Technology for Semiconductor Production Equipment                                            | N. Shino                          |
| 平成23年1月  | The 35th International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites | Joining of Silicon Nitride Long Pipe by Local Heating                                                               | 堀田 幹則, 近藤 直樹, 日向 秀樹, 北 英紀         |
| 平成23年1月  | The 35th International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites | Ceramic Joining by Microwave Local Heating                                                                          | 近藤 直樹, 日向 秀樹, 堀田 幹則, 北 英紀, 平尾 喜代司 |
| 平成23年2月  | ミニマル研究会講演                                                                            | 大型・超精密・複雑形状を小さなモノでつくるミニマルマニファクチャリングと製造効率の指標化                                                                        | 北 英紀                              |
| 平成23年2月  | 日本セラミックス協会東海支部講演                                                                     | 製造装置用高度セラミック部材の開発及びその資源消費に対する有効性の評価ーエクセルギー概念の適用ー                                                                    | 北 英紀                              |
| 平成23年2月  | nanotech2011、NEDOブース発表                                                               | 半導体製造装置用途のセラミックス部材の開発                                                                                               | 安藤正美、熊澤猛                          |
| 平成23年2月  | nanotech2011、NEDOブース発表                                                               | 高温断熱容器用途のセラミックス部材の開発                                                                                                | 樋本伊織                              |
| 平成23年3月  | 日本セラミック協会年会                                                                          | 局所ヒーター加熱による窒化ケイ素長尺パイプ接合体の作製                                                                                         | 堀田 幹則、他                           |
| 平成23年3月  | 日本セラミック協会年会                                                                          | エクセルギー概念の部材開発への適用(事例研究:熱輸送用大型容器の開発)                                                                                 | 北 英紀、他                            |
| 平成23年3月  | 日本セラミック協会年会                                                                          | 多孔質な接合中間層を有する高純度・高強度アルミナ接合体の開発                                                                                      | 宮崎 広行、他                           |

|             |                                                                        |                                                                                           |                                                  |
|-------------|------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|
| 平成23年3月     | 日本セラミック協会年会                                                            | 炭化ホウ素セラミックスの低温接合                                                                          | 関根圭人、熊澤猛、日向秀樹、北英紀                                |
| 平成23年3月     | 日本セラミック協会年会                                                            | 炭化ホウ素-酸化物セラミックスの低温接合                                                                      | 牧裕司、田中洋介、熊澤猛、関根圭人、日向秀樹、北英紀                       |
| 平成23年3月     | 日本セラミック協会年会                                                            | Reaction-infiltrated TiB <sub>2</sub> -SiC-Si composites                                  | Wubian Tian・Hideki Kita・Hideki Hyuga・Naoki Kondo |
| 平成23年3月     | 日本セラミック協会年会                                                            | Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 結合SiCセラミックスの酸化に及ぼす酸素分圧の影響                                  | 和田匡史、柏木一美、北岡諭、樋本伊織、木下寿治                          |
| 平成 23 年 3 月 | 日本金属学会 2011 年春期大会                                                      | 局所加熱接合による窒化ケイ素長尺管状部材の開発                                                                   | 堀田 幹則、他                                          |
| 平成 23 年 3 月 | 日本機械学会 北信越支部第 48 期講演会                                                  | 開口合成法による内部欠陥の可視化シミュレーション                                                                  | 福田勝己、西村 良弘、他                                     |
| 平成 23 年 3 月 | 日本機械学会 関東支部第 17 期総会講演会                                                 | 波動逆解析による内部欠陥の可視化システムの構築                                                                   | 福田勝己、西村 良弘、他                                     |
| 平成 23 年 4 月 | 溶接学会平成 23 年度春季全国大会                                                     | 大型セラミックス部材の開発に向けた窒化ケイ素パイプの局所加熱接合                                                          | 堀田 幹則、他                                          |
| 平成23年6月     | 2011年産総研中部センター 研究発表会・オープンラボ                                            | ステレオファブリック造形技術～レゴブロックに似た新しいセラミックスの製造技術～                                                   | 堀田幹則、長岡孝明、北英紀                                    |
| 平成 23 年 9 月 | 15th International Symposium on Applied Electromagnetics and Mechanics | Study of Defect Inspection in Ceramic Materials Using UT and X-Ray Methods                | 西村 良弘、他                                          |
| 平成 23 年 9 月 | 15th International Symposium on Applied Electromagnetics and Mechanics | Construction of System for Visualizing Internal Defects by Wave Motion Inversion Analysis | 西村 良弘、他                                          |
| 平成23年9月     | 第24回秋季シンポジウム                                                           | 有機ケイ素系ポリマーとアルミニウムを用いたアルミナの接合方法                                                            | 北憲一郎、近藤直樹、井筒靖久、北英紀                               |

|          |                             |                                                                         |                                                           |
|----------|-----------------------------|-------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| 平成23年9月  | 日本セラミックス協会<br>第24回秋季シンポジウム  | 局所加熱接合により作製した窒<br>化ケイ素長尺管状部材の強度<br>特性                                   | (産総研)堀田幹則・近藤<br>直樹・北英紀・(ステレオフ<br>アブリック技術研究組合)<br>井筒靖久     |
| 平成23年9月  | 第24回秋季シンポジウム                | Joining of SiC by Al infiltrated<br>TiC tape interlayer                 | Wubian Tian, Hideki Kita,<br>Hideki Hyuga, Naoki<br>Kondo |
| 平成23年9月  | 日本セラミックス協会 秋季シンポジ<br>ウム     | ステレオフアブリック造形による<br>省エクセルギー型熱輸送容器の<br>開発                                 | 北英紀、樋本伊織                                                  |
| 平成23年9月  | 日本セラミックス協会 第24回秋期シ<br>ンポジウム | コーティングによるSi <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 結合<br>SiCのAl合金溶湯に対する耐付<br>着性の改善 | 和田匡史、柏木一美、北<br>岡諭                                         |
| 平成23年9月  | 日本セラミックス協会 第24回秋期シ<br>ンポジウム | アルミナスラリーを用いたアルミ<br>ナ接合体の作製とその評価                                         | 宮崎広行、堀田幹則、北<br>英紀、井筒靖久                                    |
| 平成23年9月  | 日本セラミックス協会 第24回秋期シ<br>ンポジウム | 炭化ホウ素セラミックス接合体<br>の抗折強度に及ぼす接合時間<br>の影響                                  | 関根 圭人・熊澤 猛・日向<br>秀樹・北 英紀                                  |
| 平成23年11月 | 第2回構造材料国際クラスターシ<br>ンポジウム    | 製造を支える大型・複雑形状セ<br>ラミックス部材の開発                                            | 堀田幹則、北英紀                                                  |
| 平成23年11月 | 中部地域公設研テクノフェア2011           | 金属融液、蓄熱体搬送用コンテ<br>ナー                                                    | 北英紀、堀田幹則、近藤<br>直樹、樋本伊織                                    |
| 平成23年11月 | 日本金属学会 2011年秋期講演大<br>会      | 窒化ケイ素のボロシリケートガラ<br>スを用いた接合                                              | 近藤 直樹                                                     |
| 平成23年8月  | 日本エネルギー学会 年次大会              | エクセルギー概念の部材開発へ<br>の適用                                                   | 北英紀、日向秀樹、近藤<br>直樹、樋本伊織                                    |
| 平成23年    | 日本セラミックス協会東海支部講演            | 製造装置用高度セラミック部材<br>の開発及びその資源消費に対<br>する有効性の評価ーエクセルギ<br>ー概念の適用ー            | 北英紀                                                       |

|       |                                                                                                       |                                                                                                                        |             |
|-------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|
| 平成23年 | 粉末冶金学会                                                                                                | セラミック省エネプロセスとその<br>エクセルギー概念に基づく評価                                                                                      | 北英紀         |
| 平成23年 | The Fifth International Conference on<br>the Science and Technology for<br>Advanced Ceramics (STAC-5) | Overview of the National<br>Project" Innovative Development<br>of Ceramics Production<br>Technology for Energy Saving" | Hideki Kita |
| 平成24年 | 東海トライボロジー研究会                                                                                          | 熱学視座で考えるセラミックスと<br>ものづくり                                                                                               | 北英紀         |
| 平成25年 | 名古屋大学協力会講演                                                                                            | 総合工学としてのセラミックスと<br>モノづくり ,                                                                                             | 北英紀         |
| 平成25年 | MBTセンターシンポジウム                                                                                         | エクセルギーで考える無駄とセ<br>ラミックス                                                                                                | 北英紀         |
| 平成26年 | 第46回エンジニアリングセラミックス<br>セミナー                                                                            | B4C接合体界面におけるナノア<br>ンカー構造の生成と特性の評価                                                                                      | 北英紀         |

表3-4 研究論文リスト

| 発表年月日    | 発表媒体                                          | 発表タイトル                                                                                       | 発表者                       |
|----------|-----------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------|
| 平成21年9月  | セラミックス                                        | 「革新的省エネセラミックス製造技術開<br>発」開始                                                                   | 北 英紀                      |
| 平成21年12月 | Proceedings of EcoDesign2009                  | Evaluation of Manufacturing Process on<br>the Basis of Exergy Analysis                       | 北 英紀,日向 秀樹,長岡<br>孝明,近藤 直樹 |
| 平成22年1月  | JOURNAL OF THE<br>CERAMIC SOCIETY OF<br>JAPAN | Joining of Silicon Nitride with silicon<br>slurry via reaction bonding and post<br>sintering | 近藤 直樹,日向 秀樹,北<br>英紀       |
| 平成22年4月  | 素形材                                           | アルミ溶解工程へのセラミックス応用と<br>エクセルギー評価                                                               | 北 英紀                      |

|          |                                                                                 |                                                                                                                    |                                                   |
|----------|---------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------|
| 平成22年7月  | Materials Science Forum                                                         | Environmental Impact Evaluation and Rationalization of Ceramics Process on the Basis of Exergy Analysis            | 北 英紀,日向 秀樹,長岡 孝明,近藤 直樹                            |
| 平成22年7月  | 日本保全学会 第七回学術講演会要旨集                                                              | セラミックス材料の非破壊評価                                                                                                     | 西村 良弘、他                                           |
| 平成22年9月  | Journal of the Ceramic Society of Japan                                         | Effect of composition and joining parameters on microstructure and mechanical properties of silicon carbide joints | 田 無辺、他                                            |
| 平成22年8月  | JOURNAL OF THE EUROPEAN CERAMIC SOCIETY                                         | Reaction joining of SiC ceramics by using TiB <sub>2</sub> -based composites                                       | 田 無辺、他                                            |
| 平成22年10月 | JOURNAL OF THE CERAMIC SOCIETY OF JAPAN                                         | Joining of silicon nitride by microwave local heating                                                              | 近藤 直樹,日向 秀樹,北 英紀,平尾 喜代司                           |
| 平成22年12月 | JOURNAL OF THE CERAMIC SOCIETY OF JAPAN                                         | Evaluation of Joined Silicon Nitride by X-Ray Computed Tomography (X-ray CT)                                       | 近藤 直樹、他                                           |
| 平成23年2月  | JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS                                                 | Synthesis, microstructure and mechanical properties of reaction-infiltrated TiB <sub>2</sub> -SiC-Si composites    | 田 無辺、他                                            |
| 平成23年2月  | JSAEM STUDIES in APPLIED ELECTROMAGNETICS AND MECHANICS. 14                     | Study of Defect Inspection in Ceramic Materials Using UT and X-Ray                                                 | 西村良弘                                              |
| 平成23年2月  | JSAEM STUDIES in APPLIED ELECTROMAGNETICS AND MECHANICS                         | Construction of System for Visualizing Internal defects by Wave Motion Inversion Analysis                          | 西村良弘                                              |
| 平成23年5月  | Ceramics International                                                          | Joining of alumina with porous alumina interlayer                                                                  | 宮崎 広行、堀田 幹則、北 英紀、井筒靖久                             |
| 平成23年7月  | Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis, Vol. 20(2), 94-99(2011) | Volume Combustion Synthesis of NiAl as Applied to Ceramics Joining                                                 | W.W. Wu, A.V. Gubarevich, H. Wada, and O. Odawara |

|          |                                                     |                                                                                                                                                     |                                                                          |
|----------|-----------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------|
| 平成23年9月  | Journal of the Ceramic Society of Japan             | Semi-homogeneous joining of silicon nitride by using oxynitride glass insert and post heat treatment                                                | 近藤直樹、堀田幹則、日向秀樹、北英紀                                                       |
| 平成23年10月 | 耐火物誌                                                | セラミックス中空ユニットで構成されたアルミニウム溶湯搬送用断熱容器の開発 ー第2報: ユニットの側壁構造に関する検討ー                                                                                         | 樋本伊織、北英紀                                                                 |
| 平成24年    | Materials Science and Engineering                   | Joining of B4C by Al-Si infiltrated TiC tape: Effect of Si content on joint microstructure and corrosion resistance                                 | Wu-Bian Tian, Hideki Kita, Hideki Hyuga, Naoki Kondo, Kiyoto Sekine      |
| 平成24年    | International Journal of Applied Ceramic Technology | Development of a Large-size Heat Transfer Container Based on Ceramic Integration                                                                    | Hideki Kita, Iori Himoto                                                 |
| 平成24年    | Journal of Technical Associations of Refractories   | Development of Insulated Containers Constructed with Ceramic Hollow Units for Transferring Molten Aluminum(Ⅱ): Study on Design of Sidewall of Units | Hideki Kita, Iori Himoto                                                 |
| 平成24年    | 化学と工業                                               | 省エネルギー型大型セラミックス製造技術開発                                                                                                                               | 北英紀                                                                      |
| 平成24年    | Journal of the Ceramic Society of Japan             | Influence of joining time and temperature on the flexural strength of joined boron carbide ceramics                                                 | Kiyoto SEKINE, Takeshi KUMAZAWA, Wu-Bian TIAN, Hideki HYUGA, Hideki KITA |
| 平成24年    | Journal of the Ceramic Society of Japan             | Low-temperature joining of boron carbide ceramics                                                                                                   | Kiyoto SEKINE, Takeshi KUMAZAWA, Wu-Bian TIAN, Hideki HYUGA, Hideki KITA |
| 平成24年    | Journal of the Ceramic Society of Japan             | Semi-homogeneous joining of silicon nitride using oxynitride glass insert containing silicon nitride powder and post-heat treatment                 | Naoki KONDO, Mikinori HOTTA, Hideki HYUGA and Hideki KITA                |
| 平成24年    | Materials Letters                                   | Investigation of the properties of SiC membrane on alumina by using polycarbosilane                                                                 | K. Kita, N. Kondo, Y. Izutsu, H. Kita                                    |

|       |                                                   |                                                                                                                                                              |                                                 |
|-------|---------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|
| 平成24年 | Journal of the Ceramic Society of Japan           | Microwave Joining of Alumina with Alumina/Zirconia Insert under Low Pressure and High Temperature                                                            | N. Kondo, M. Hotta, H. Hyuga, K. Hirao, H. Kita |
| 平成24年 | Journal of the Ceramic Society of Japan           | Joining of alumina by using polycarbosilane and aluminum foil                                                                                                | K. Kita, N. Kondo, Y. Izutsu, H. Kita           |
| 平成24年 | 粉体技術                                              | セラミックスのミニマルマニファクチャリング                                                                                                                                        | 北英紀                                             |
| 平成24年 | 耐火物                                               | セラミックス中空ユニットで構成されたアルミニウム溶湯搬送用断熱容器の開発－第3報：ユニットの内部空間における伝熱の抑制－                                                                                                 | 樋本伊織、北英紀                                        |
| 平成24年 | 化学と工業                                             | 省エネルギー型大型セラミックス製造技術開発                                                                                                                                        | 北英紀                                             |
| 平成25年 | Journal of Technical Associations of Refractories | Development of Insulated Containers Constructed with Ceramic Hollow Units for Transferring Molten Aluminum(Ⅰ): Designing and Evaluation of Units             | Hideki Kita, Iori Himoto                        |
| 平成25年 | Materials Letters                                 | Silicon carbide coating of the aluminum joined boron carbide                                                                                                 | K. Kita, N.Kondo, K.Sekine, H.Kita              |
| 平成25年 | セラミックス                                            | 総合工学としての大型セラミックス                                                                                                                                             | 北英紀                                             |
| 平成26年 | セラミックス                                            | 幾何学的側面からの熱制御容器の設計                                                                                                                                            | 北英紀、樋本伊織、山下誠司                                   |
| 平成26年 | Journal of Technical Associations of Refractories | ・Development of Insulated Containers Constructed with Ceramic Hollow Units for Transferring Molten Aluminum(Ⅲ): Suppression of Heat Transmission inside Unit | Hideki Kita, Iori Himoto                        |

表3－5 出願特許リスト



| 出願日         | 出願番号           | 出願に関わる特許等の標題                      | 出願人                                        |
|-------------|----------------|-----------------------------------|--------------------------------------------|
| 平成22年2月16日  | 特願2010-031296  | 筒状構造体、成形型、および筒状構造体を製造する方法         | (産総研)北英紀、近藤直樹、日向秀樹                         |
| 平成22年6月17日  | 特願2010-138653  | 容器                                | (NGKアドレック)樋本伊織、木下寿治、山川治、(産総研)北英紀、近藤直樹、長岡孝明 |
| 平成22年6月24日  | 特願2010-143427  | 電磁波照射を用いた材料の接合方法及び接合装置            | (産総研)平尾喜代司、近藤直樹、日向秀樹、北英紀                   |
| 平成22年6月30日  | 特願 2010-148550 | 搬送用部材および搬送装置                      | 京セラ                                        |
| 平成22年7月27日  | 特願2010-167662  | セラミックス接合体の製造方法                    | (三井金属鉱業)井筒靖久、(産総研)北英紀、宮崎広行、近藤直樹            |
| 平成22年8月31日  | 特願2010-193784  | 炭化ホウ素含有セラミックス接合体及び該接合体の製造方法       | (美濃窯業)関根圭人、熊澤猛、(産総研)北英紀、日向秀樹               |
| 平成22年9月16日  | 特願2010-208121  | 2つのセラミック製部材を相互に接合する方法、およびセラミック製部材 | (産総研)近藤直樹、平尾喜代司、北英紀、日向秀樹、堀田幹則              |
| 平成22年10月8日  | 特願2010-228650  | 複数のセラミックス部材を相互に接合する方法             | (産総研)北英紀、宮崎広行、堀田幹則、北憲一郎、(三井金属鉱業)井筒靖久       |
| 平成22年11月11日 | 特願2010-253236  | 炭化ホウ素含有セラミックス接合体及び該接合体の製造方法       | (美濃窯業)関根圭人、熊澤猛、(産総研)北英紀、日向秀樹               |
| 平成22年11月24日 | 特願2010-261101  | 蓄熱体及び蓄熱方法                         | (産総研)北英紀、堀田幹則                              |
| 平成23年2月18日  | 特願2011-032863  | アルミナ接合体及びアルミナ焼結体の接合方法             | (産総研)宮崎広行、北英紀、堀田幹則、(三井金属鉱業)井筒靖久            |
| 平成23年4月20日  | 特願2011-093881  | セラミックス接合体及びその製造方法                 | (三井金属鉱業)、(産総研)                             |
| 平成23年4月20日  | 特願2011-143496  | 積層体及びその製造方法                       | (ファインセラミックスセンター)                           |
| 平成23年8月30日  | 特願2011-188018  | 炭化ホウ素含有セラミックス接合体及びその製造方法          | 美濃窯業、産総研                                   |

|            |                   |                                       |                |
|------------|-------------------|---------------------------------------|----------------|
| 平成23年8月30日 | PCT/JP2011/069670 | 炭化ホウ素含有セラミックス接合体及びその製造方法              | 美濃窯業、産総研       |
| 平成23年9月10日 | 特願2011-192800     | 炭化ホウ素含有セラミックス－酸化物セラミックス接合体及び該接合体の製造方法 | 美濃窯業、産総研       |
| 平成23年9月15日 | 特願2011-201514     | セラミックス接合体及びその製造方法                     | (三井金属鉱業)、(産総研) |
| 平成23年9月21日 | 特願 2011-206244    | 流路部材およびこれを備える熱交換器                     | 京セラ            |

表3-6 プレスリリース等リスト

| 発表年月日       | 発表媒体                 | 発表タイトル                                    |
|-------------|----------------------|-------------------------------------------|
| 平成22年2月15日  | 日刊工業新聞 26面掲載         | 「技術で社会を先導 産総研のR&D<15> 革新的な省エネセラミックスの製造技術」 |
| 平成22年11月12日 | 化学工業日報 3面掲載          | 「炭化ホウ素 低温接合で高抗折強度 省エネ製法開発 大型・複雑形状が可能」     |
| 平成22年11月30日 | 中部知財フォーラム2010 in 名古屋 | 特許庁長官 講演<br>「最近の知的財産行政の動向」                |

### 受賞

- 1)日本セラミックス協会優秀論文賞，日本セラミックス協会，2013 年 6 月
- 2)若林論文賞，耐火物技術協会，2013 年 2 月

### 書籍発行

- 1)太陽エネルギー社会を築く材料テクノロジー，コロナ社，共著，2013 年
- 2)Handbook of Advanced Ceramics, Second Edition, Elsevier, 共著，2012 年
- 3)ステレオフィブリック造形技術：国家プロジェクト「革新的省エネセラミックス製造技術開発」の成果とマネジメント，(非売品)，ステレオフィブリック技術研究組合・編，2012 年

### 3-2 目標の達成度

表3-7. 中間目標に対する成果・達成度の一覧表

| 目標・指標                                                                              | 成果                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | 達成度 |
|------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 研究開発項目① ニアネット成形・接合技術の開発                                                            |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |     |
| 接合部材設計技術を開発し、同設計に指定された精度、形状を得るための成形方法、及び焼成条件を確立する。                                 | 焼結収縮挙動を三次元的に把握、収縮挙動を石膏型の設計に反映、得られた焼成体を三次元的に測定し、作製したAT中空ユニットは平均値で誤差1.5%以下達成。鑄込み製法における焼結収縮挙動の把握・反映技術を確立した。                                                                                                                                                                                                                                   | 達成  |
| 部分加熱や固体反応利用などの接合機構を明らかにするとともに、断面積が12mm <sup>2</sup> の試料を用いて接合強度200MPa以上の接合部材を開発する。 | 用途に応じた各種セラミックスについてほぼ母材強度相当の接合強度を得た。<br>①SN:接合温度1600℃において、接合体曲げ強度677MPaの最大値を示した。<br>②B <sub>4</sub> C:加工傷を卑金属の超浸透現象と反応で治癒し、母材と同等の接合強度(250MPa)を実現。<br>③SiC系複合材外部からのSiアシストをせず、含有する遊離Siを利用して接合する技術を検討し、412MPaの強度を得た。<br>④その他材料の接合強度<br>SiC:215 MPa、Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :214MPa<br>⑤断面積が1250mm <sup>2</sup> の試料を用い、接合強度が200MPa以上を得た。 | 達成  |

|                                                                                                                   |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 固相反応や自己伝播する発熱反応などを用いた高強度接合を実現するため、反応剤・接合剤の厚み、組成、処理温度、自己伝播速度、断熱燃焼温度などのプロセス因子が接合強度に及ぼす影響を検討し、本プロセスによる接合構造の最適化を確立する。 | <ul style="list-style-type: none"> <li>・ <math>B_4C/Al</math> 間の固相反応、浸透機構と接合温度との関係を検討し、接合層厚みや接合温度の最適化を行った。</li> <li>・ <math>Si-SiC</math> 焼結体の接合において、含有する遊離 <math>Si</math> を利用する技術を検討。分子動力学法によるシミュレーションより、ホウ素存在下で <math>Si</math> の移動が抑制される現象を確認。接合 厚みの増加に伴い接合強度は減少し、炭素のみでの接合では接合厚みを <math>15\mu m</math> 以下とする必要がある。温度、雰囲気についても最適条件を見出した。</li> <li>・ <math>Al_2O_3</math> 同士を燃焼合成で接合する場合、<math>Al</math> 粒子径が <math>40\mu m</math> 以下の <math>TiO_2-Al</math> 系にガラス質成分を添加し、全体加熱反応誘導モードで昇温速度 <math>10^\circ C/分</math> で燃焼合成を実施することにより、<math>850^\circ C</math> 以下での反応誘導温度で約 <math>200\mu m</math> の接合層を有する均一接合を達成した。</li> </ul> | 達成 |
| 研究開発項目② ユニットの高性能化技術                                                                                               |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |    |
| $Al$ 合金溶湯に対する濡れの機構を解明する。                                                                                          | $Si_3N_4$ 結合 $SiC$ セラミックス (SINSIC) において、 $Si_3N_4$ の方が $SiC$ よりも優先的に反応する機構を熱力学的に解明し、SINSIC を適用する際の課題を明らかにした。また、 $Al$ 合金溶湯と接触する面は、少なくとも熱力学的安定相にすべきであることを確認した。                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 達成 |
| $Al$ 合金溶湯中に 100 時間浸漬した後に実質的に反応が認められない素材を開発す                                                                       | 多層コーティング ( $MgAl_2O_4/Al_2O_3/非晶質 SiO_2/SINSIC$ 基材) により、 $Al$ 合金溶湯中に 100                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | 達成 |

|                                                        |                                                                                                                                                                                                                                              |    |
|--------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| る。                                                     | 時間浸漬後もコーティング最表面と合金が容易に剥離し、実質的に反応が認められないことを確認した。なお、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ ／非晶質 $\text{SiO}_2$ からなる中間層を付与する際に、これら物質の相転移を同時に制御することで、コーティング層全体の基板に対する密着性を向上させた。                                                                                |    |
| 900℃にて、鋼板相当の鉄と転がり摺動させたときに、鉄に含まれていた成分と実質的に反応しない素材を開発する。 | 高温相反応実験を行い、YAG と $\beta$ -SiAlON が鉄に含まれている成分と反応しないことを確認した。そこで、YAG と $\beta$ -SiAlON からなる複合体の作製を試みた。冷却時に 1600℃でアニールすることで YAG／ $\beta$ -SiAlON 複合体の作製に成功した。これと高張力鋼板を 900℃で接触させながら焼成した結果、両者に反応相の生成は認められなかった。                                    | 達成 |
| 700℃以上の温度域の反射率が 80%以上の素材を開発する。                         | $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ と複合酸化物 A の組み合わせは、異相界面における輻射熱エネルギーの反射により、700℃の輻射熱エネルギーが最大となる波長 $3\mu\text{m}$ において全反射率が 80%であることを確認した。<br>複合参加物 A 前駆体溶液に含浸した $\text{Al}_2\text{O}_3$ 基多孔質シートを焼成して複合化を図ると共に、この製造工程を介してシートが SINSIC 基材に接着可能であることを確認した。 | 達成 |
| 研究開発項目③ 革新的省エネセラミックスの部材化技術開発                           |                                                                                                                                                                                                                                              |    |
| a) 高耐性部材                                               |                                                                                                                                                                                                                                              |    |

|                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                  |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 900℃の環境下に曝した後において、接合面に剥離、クラックが生じない長さ250mm以上、直径50mm程度の管状接合部材を試作する。                                   | 250mmL x φ58mmの窒化珪素管での接合試作を実施した所、接合面に剥離及びクラックは生じないと共に900℃のサイクルテストでも十分接合強度を有する事も確認された。                                                                                                                                            | 達成 |
| b) 高温断熱部材                                                                                           |                                                                                                                                                                                                                                  |    |
| 700℃以上のアルミ溶湯を内部に入れた状態で湯漏れがなく、同等の搬送容積をもつ従来部材に比べて、断熱性が2倍、空状態とした部材単体の重量は1/2以下である、直径が250mm程度の槽状部材を試作する。 | φ250mm相当の円筒容器を作製し、アルミ溶湯の漏れがないことを確認した。また、φ250mmの球体容器を試作し、熱流束、重量とも従来容器の1/2以下であることを確認した。<br>直径φ600mmの容器を試作した。性能は以下の通り。<br>重量：35%減<br>保温性：30%上<br>湯漏れ：若干あり（出湯口部付近）<br>搬送容器の製造、使用、廃棄に関してエクセルギー解析を実施し、省資源・省エネ効果において優位性を付与できる条件を明らかにした。 | 達成 |
| c) 高比剛性部材                                                                                           |                                                                                                                                                                                                                                  |    |
| 長さ（奥行き）が200mmで、従来相当の部材に比べて、撓み量が70%以下である盤状部材を試作する。                                                   | 高比剛性で鋳込み成形可能な反応焼結SiC-B <sub>4</sub> C素材を開発し、さらに、集中研で開発した反応焼結接合を用いて200mmの盤状接合体を試作した。開発素材の鋳込み成形性の改良により400mmの大型リブ構造部材のニアネット成形体を試作した。さらに、接合部材の応力変形シミュレーション解析より撓み量60%を達成できることを確認した。                                                   | 達成 |

表3-8. 最終目標に対する成果・達成度の一覧表

| 目標・指標                                                                                      | 成果                                                                                                                                                                                                                      | 達成度 |
|--------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 研究開発項目① ニアネット成形・接合技術の開発                                                                    |                                                                                                                                                                                                                         |     |
| 断面積が 2500mm <sup>2</sup> の試料を用い、接合強度が 150MPa 以上の接合部材を開発する。                                 | ①B <sub>4</sub> C接合において断面積が 2500mm <sup>2</sup> の大型試料を用い、接合強度が200MPa以上を得た。<br>②断面積2500mm <sup>2</sup> 、高さ20mmの窒化ケイ素ブロックを用いて、接合強度が622MPaの窒化ケイ素接合部材を開発した。得られた接合強度は窒化ケイ素母材の強度とほぼ同等で、またワイブル係数は14.1となり、窒化ケイ素母材とほぼ同等の高い値を示した。 | 達成  |
| 省エネ型接合法により、セラミックスを同種系統の材料で接合した系において断面積が 12mm <sup>2</sup> の試料を用いて接合強度 300MPa 以上の接合部材を開発する。 | 接合部近傍のみを加熱する省エネ型接合法により、窒化ケイ素母材とほぼ同等の組成からなる接合材を用いて外径 28mm、内径 18mm、長さ 1000mm 窒化ケイ素パイプ同士を接合することにより、窒化ケイ素母材相当の接合強度 680MPa を有する窒化ケイ素接合部材を開発した。                                                                               | 達成  |
| 長さ 500mm 以上の接合部材を対象とした非破壊検査手法を確立する。                                                        | 窒化ケイ素バルク内に人工的に欠陥を導入させた試験片を用いて、非破壊検査手法における欠陥検出能力を検討した。水中超音波画像化法によって、サイズ 100 μ m の欠陥が検出可能であることを明らかとし、この非破壊検査手法を長さ 500mm 以上の接合部材に適用できることを確認した。                                                                             | 達成  |
| 研究開発項目② ユニットの高機能化技術                                                                        |                                                                                                                                                                                                                         |     |
| 接合部を有する部材を用いて、アルミ溶湯中に 100 時間                                                               | 接合部材の作製については、反応焼結 Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 結合 SiC ブロック同                                                                                                                                                           | 達成  |

|                                                                               |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |              |
|-------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------|
| <p>浸漬した後に実質的に反応が認められない接合部材を開発する。</p>                                          | <p>士を <math>Y_2Ti_2O_7</math> 前駆体水溶液を含浸させた <math>Al_2O_3</math> 繊維シート介して接合した。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ 上記接合部材上に <math>MgAl_2O_4/\alpha-Al_2O_3</math>／非晶質 <math>SiO_2</math> からなる多層コーティングを実施した結果、Al 合金溶湯中に 100 時間浸漬させた場合も、接合材は合金から容易に剥離し、実質的に反応していないことを確認した。</li> </ul>                                                          |              |
| <p>接合部を有する部材を用いて、900℃にて、鋼板相当の鉄と転がり摺動させたときに、鉄に含まれていた成分と実質的に反応しない接合部材を開発する。</p> | <p>高温相反応実験を行い、YAG と <math>\beta-SiAlON</math> が鉄に含まれている成分と反応しないことを確認した。そこで、YAG と <math>\beta-SiAlON</math> からなる複合体の作製を試みた。冷却時に 1600℃でアニールすることで YAG／<math>\beta-SiAlON</math> 複合体の作製に成功した。これと高張力鋼板を 900℃で接触させながら焼成した結果、両者に反応相の生成は認められなかった。</p>                                                                                                        | <p>達成見込み</p> |
| <p>接合部を有する部材を用いて、700℃以上の温度域の反射率が 80%以上の接合部材を開発する。</p>                         | <ul style="list-style-type: none"> <li>・ <math>Y_2Ti_2O_7/MgAl_2O_4</math> 複合材料単体については、700℃の輻射熱エネルギーが最大となる波長 <math>3\mu m</math> において、反射率が 80%以上となり、本材料系が高いポテンシャルを有することを明らかにした。</li> <li>・ 接合部を有する部材上に上記複合材をゾルゲル法にて成膜したが、ポーラスかつ微細結晶からなる均一混合層であったため、波長 <math>3\mu m</math> において大きな反射率を得ることはできなかった。この知見を参考に、現在、緻密質膜の形成が可能なエアロゾルデポジション法を用いて、</li> </ul> | <p>達成見込み</p> |



|                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |  |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--|
|                                                                                                     | 周期積層構造を有する膜を形成し、高温において優れた環境遮蔽性と輻射熱反射性を同時に発現するコーティング技術を開発中である。                                                                                                                                                                                                                                        |  |
| 研究開発項目③ 革新的省エネセラミックスの部材化技術開発                                                                        |                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |  |
| a) 高耐性部材                                                                                            |                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |  |
| 900℃の環境下に曝した後において、接合面に剥離、クラックが生じない長さ500mm以上、直径100mm以上の管状接合部材を試作する。                                  | 長さ1000mm L、直径160mmのアルミナ管状接合部材を試作し、接合面に剥離及びクラックは生じていないことを確認した。<br>900℃のサイクルテストでも剥離及びクラックが生じていないことを確認した。                                                                                                                                                                                               |  |
| b) 高温断熱部材                                                                                           |                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |  |
| 700℃以上のアルミ溶湯を内部に入れた状態で湯漏れがなく、同等の搬送容積をもつ従来部材に比べて、断熱性が2倍、空状態とした部材単体の重量は1/2以下である、直径が500mm程度の槽状部材を試作する。 | <ul style="list-style-type: none"> <li>・ 1 / 4 球状容器にて中空部材で構成された耐火物は<br/>現行キャストブルより重量65%減、断熱性51%減を確認した。</li> <li>・ 実スケールは未実施</li> <li>・ 実用的な従来型円筒容器にて・缶体鉄皮の肉薄化で軽量化かつ、リブ構造化で強度維持し落下時の湯漏れ解消</li> <li>・ 内壁耐火物をS I N S I C中空部材化で38%軽量化</li> <li>・ S I N S I C中空部材化および解放部形状、中空部内の熱伝達制御で断熱性37%改善</li> </ul> |  |

|                                                   |                                                                                                                                                                                                                                         |    |
|---------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 本件を代表事例として、製造、使用、廃棄過程を含めた省資源・省エネ効果を定量化する。         | 搬送容器の製造、使用、廃棄に関してエクセルギー解析を実施し、省資源・省エネ効果において優位性を付与できる条件を明らかにした。                                                                                                                                                                          | 達成 |
| c) 高比剛性部材                                         |                                                                                                                                                                                                                                         |    |
| 長さ（奥行き）が400mmで、従来相当の部材に比べて、撓み量が70%以下である盤状部材を試作する。 | <ul style="list-style-type: none"> <li>・接合ペースト組成の改良により母材と同等レベルの接合強度（300MPa）を達成し、500mmの盤状部材を試作した。</li> <li>・接合部材の応力変形シミュレーション解析より撓み量は69%となり、70%以下を達成できることを確認した。</li> <li>・長さ500mmのB<sub>4</sub>C盤状部材の試作に成功した。その撓み量が60%以下となった。</li> </ul> | 達成 |

#### 4. 研究成果の事業化、波及効果等その他成果

##### 4-1 事業化等成果

###### 1) 技術成果概要

集中研で得られた接合やニアネット成形に関する成果を元に、補助事業においてモデル部材化に関わる技術開発を行い、また一部の成果についてはユーザー企業との連携を進めている。

###### 2) 成果の利用主体（活用、事業化の想定者）の例示

本事業で得られた成果について、効率的に実用化を進めるとの方針にもとづき、ユーザーとの連携、情報交換は重視してきた。具体的には成果の早期部材化、ユーザーへの紹介と説明の実施、またサンプル提供と基本耐久性等の評価を積極的に進めてきた。また補助事業においてもユーザーメーカー各社と設計、仕様に関する情報交換を行いながら開発を実施している。

###### 3) 事業化に至る期間

高比剛性部材、高温断熱部材、高耐性部材それぞれについて、今後実証評価、実用化顧客評価を実施し、平成26年度を目処に順次製品に技術導入あるいは本技術を使用した製品を販売していく予定である。

#### 4-2 波及効果

##### 1) 異業種の連携などを契機とした新規分野への事業展開

本事業では、製品対象(出口)を製造装置・システム用の大型セラミック部材として、セラミックスの大型化と形状自由度の拡大に必要な、省エネ型接合やニアネット成形、軽量断熱技術、ならびに実部材化に関わる研究開発を実施している。本事業で得られた成果(大型セラミック部材や接合、断熱等の技術)の適用範囲は、上記製造装置・システム用部材に限定されず汎用的である。特に、今後重要性が増すと思われる再生利用可能エネルギーシステム、具体的には太陽熱発電システムに不可欠な SiC 配管や集熱部、高反射・耐摩耗性を活かした集光部、或いは地熱発電用の耐食性が必要な大型配管類への展開が期待される。

##### 2) 継続的な研究ネットワークの構築等による技術レベルの向上や、成果の他産業での応用

その他、軽量で剛性が高く、衝撃吸収性に優れた  $B_4C$  の接合体は保護部材、ロボットアームとしての展開を計画中であり、安定性の高い接合体の電子部品への展開についても調査を進めている。

#### 5. 技術開発のマネジメント・体制・資金・費用対効果等

本事業では、あまりこれまで扱われることのなかった大型セラミックス部材をターゲットとして接合技術をはじめとする技術開発に取り組んできた。大型部材を実際に製造する場合、経済性等を考えると、小型セラミックを製造する場合に比べて安定した温度制御が困難であることや、接合面の平面度平滑度を粗くせざるを得ないなど、製造条件に制約も大きい。従って小さな試験片で実現した特性が得られないことになる。そこで本開発においては、単に高い強度を得ることを目的とせず、大型化プロセスにおける制約も考慮し、大型化に対応できるプロセス(低温化、局所加熱など)かどうか、また接合面表面の粗さなど悪条件でも安定した製品が得られるプロセス(ロバスト)を目指すこととした。そして早期にモデル部材試作等を実施し、スケールアップ化に潜む課題の抽出と対応に取り組んだ。

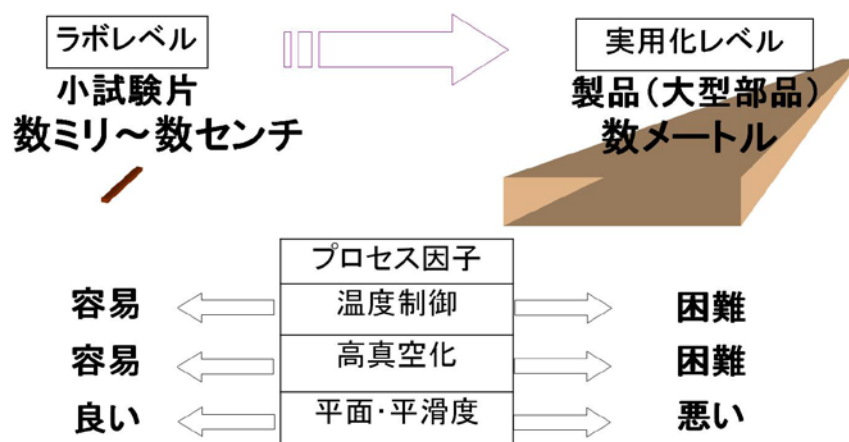


図5-1 小試験片と大型部材を対象とした場合のプロセスに関する考え方

表5-1には、本事業における課題、すなわち①ニアネット成形・接合技術の開発、②ユニット

の高機能化技術の開発、③革新的省エネセラミックスの部材化技術開発の全体計画を示す。特に①②といった基盤研究の成果を、③に如何に円滑に繋げていくかが、鍵と考え、当初設定の項目に加えて、新たに「大型部材化へのブリッジング」という項目を加えて、大型部材化に向けたプロセス条件の最適化、シミュレーションあるいは実際にモデル部材を作製し、課題の抽出と対策を講じるプログラムを設けた。また表5－2には特に重要な接合に関して、年度別の取り組みを纏めた結果を示す。

表5－1 全体の開発計画

| 年度                |                                       | H21                                        | H22 | H23    | H24 | H25  |
|-------------------|---------------------------------------|--------------------------------------------|-----|--------|-----|------|
| 体制と項目             |                                       |                                            |     | 中間評価 ▽ |     | 最終 ▽ |
| 集中研<br>(委託)       | 研究開発項目①<br>ニアネット成形・<br>接合技術           | 材料・プロセス                                    |     |        |     |      |
|                   |                                       | ・接合材料、プロセス<br>・高精度成形                       |     |        |     |      |
|                   | 研究開発項目②<br>ユニットの高機<br>能化技術            | 材料・プロセス                                    |     |        |     |      |
|                   |                                       | ・高温断熱、熱反射<br>・非濡れ、非反応                      |     |        |     |      |
| 実用化<br>補助<br>(助成) | 研究開発項目③<br>革新的省エネセ<br>ラミックスの部材<br>化技術 | 大型部材化へのブリッジング                              |     |        |     |      |
|                   |                                       | ・プロセス選択と適正化、シミュレーション<br>・モノ、形で実証＞基本設計、モデル化 |     |        |     |      |
|                   |                                       | 部材化・実用化                                    |     |        |     |      |

表5－2 接合技術開発における年度別取り組み

| 年度            | H21                                                                                                                                              | H22                                                                                                                                        | H23                                                                                                                                           |
|---------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 課題            | 可能性検証 → 絞込み → スケールアップと局所加熱化・纏め                                                                                                                   |                                                                                                                                            |                                                                                                                                               |
| ①接合材料、改質、プロセス | <ul style="list-style-type: none"> <li>・Si含浸反応系</li> <li>・低温ガラス</li> <li>・メタル浸透</li> <li>・セラミックスラリー・ペースト</li> <li>・ポリマー</li> <li>・水和物</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>・Si染出・反応</li> <li>・Al系・反応</li> <li>・SiAlON ガラス</li> </ul> <p>材料・形状により使い分け</p>                       | <ul style="list-style-type: none"> <li>・下記目的に合うよう成分を最適化</li> </ul> <p>★目的・目標</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・省エネ、低コスト化</li> </ul> |
| ②局所加熱、低コスト化   | <p>← 全体加熱 →</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・レーザー</li> <li>・燃焼合成</li> </ul>                                                           | <ul style="list-style-type: none"> <li>・アーク</li> <li>・マイクロウェーブ</li> <li>・局所ヒーター加熱</li> </ul>                                               | <p>(低温、無加重)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・異形状対応</li> <li>・ばらつき安定化</li> <li>・耐使用条件適合</li> </ul>                                  |
| ③スケールアップ      | <ul style="list-style-type: none"> <li>・3×4mm</li> </ul>                                                                                         | <ul style="list-style-type: none"> <li>・高耐性A: φ28×400mm</li> <li>・高耐性B: φ30×1600mm</li> <li>・高比剛性: 60□×30</li> <li>・高温断熱: φ250球</li> </ul> | <p>★モノで実証</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・φ200×2000mm</li> <li>・φ30×3000mm</li> <li>・200□×50</li> <li>・φ500球</li> </ul>           |

また上記の進捗を把握するため、各研究項目すべてに月単位での詳細計画を策定するとともに、進捗管理表を設定した。進捗管理表においては、研究課題の細目、手法、評価方法、試験片形状やサイズ、評価の基準を記載した。月例会議において、状況を把握するとともに、課題が生じた場合の対応を協議し対策を決定するなど効率的に開発を進めることに努めた。

## 5-1 制度のスキーム

表5-3 革新的省エネセラミックス製造技術開発スキーム

| 項目     | 概要                                                                  |
|--------|---------------------------------------------------------------------|
| 補助対象事業 | セラミックス部材の大型化、複雑形状化要求のための製造技術開発を行い、省エネでの製造技術を実施又は製品化することを目的として行う研究開発 |
| 事業内容   | エネルギー対策研究開発を行う際の経費の一部補助                                             |
| 補助対象者  | ステレオファブリック技術研究組合、エヌジーケー・アドレック株式会社、TOTO 株式会社、三井金属鉱業株式会社、美濃窯業株式会社     |
| 補助率    | 委託事業:100%、補助事業:1/2以内                                                |
| 事業実施期間 | 交付決定日からその年度の年度末                                                     |

## 5-2 制度の体制・運営

研究開発実施者の実施体制・運営は、プロジェクトリーダーの元、参画機関での推進会議及びNEDO、経済産業省、再委託先を交えた推進委員会(集中討議)を適宜開催し、事業実施での問題や課題を調整し、適切かつ妥当な運営を進めている。

実施体制に関しては、参画機関は実施テーマに関する研究開発能力を有し、柔軟な連携により開発目標を達成に向け、適切な研究開発チーム構成となっている。

全体を統括するプロジェクトリーダーが選任され、プロジェクト運営を把握し、十分に活躍できる環境が整備されている。

目標達成及び効率的実施のために必要な、実施者間の連携/競争が十分に行われる体制となっている。

成果の利用主体に対して、成果を普及し関与を求める取り組みを積極的に実施している。

本研究開発は、公募による選定審査手続きを経て、ステレオファブリック技術研究組合が委託研究を、エヌジーケー・アドレック株式会社、TOTO株式会社、三井金属鉱業株式会社、美濃窯業株式会社が補助事業を受けて実施した。また、再委託先として、東京工業大学、横浜国立大学、財団法人ファインセラミックスセンターが参加した。

また、研究開発の実施にあたっては、研究開発を統括するためのプロジェクトリーダー(北英紀産業技術研究所 先進製造プロセス グループ長)を設置するとともに、外部有識者からの指導及びプロジェクト実施における協力のため、6名からなる採択審査委員会を設置した。

参画企業に関しては、下記の通り、研究開発、事業化を推進できる資質を備えていると考える。

表5-4 参画企業、法人の資質

| 組合員名             | 技術的能力                                                                                                                      |
|------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 独立行政法人産業技術総合研究所  | 本研究開発の中核となる中部センターでは、セラミックスに関する優れた実績、人材、最新の研究設備及び高度な技術を有しており、多くの民間企業との共同研究を実施してきている。                                        |
| エヌジーケー・アドレック株式会社 | アルミ溶湯用セラミックス部材の製造・販売実績があり、酸化物系から非酸化物系の定形耐火物、不定形耐火物の豊富な品揃えと鋳込み、プレス成形をはじめとする各種の成形技術、大型から小型の雰囲気制御ができる焼成炉を所有し、高い分析力と技術力を有している。 |
| 京セラ株式会社          | 幅広い産業分野にセラミックス材料を展開している中で、特に半導体・液晶製造装置用部材への展開も他社に先駆けて開始しており、現在でも世界トップクラスのシェアを有している。                                        |
| TOTO 株式会社        | 創業以来長年に亘って衛生陶器の製造で培ってきて鋳込み成形技術をベースにして、半導体や液晶パネルの製造装置に用いられる複雑形状の大型セラミックス部材を開発し、製造、販売してきている。                                 |

|                    |                                                                                                                                                       |
|--------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 財団法人ファインセラミックスセンター | アルミ溶湯に対する非濡れ材料の研究や、接合技術に不可欠な界面微構造解析、シミュレーションに関して知見、ノウハウ、機器が揃っており、またこれらの開発評価に関する高い実績を有している。                                                            |
| 三井金属鉱業株式会社         | アルミ溶湯用セラミックス部材の製造経験が豊富で、特に大型部材の製造設備、加工設備及び製造ノウハウを有している。また、金属製品の製造工程を熟知しており、部材に求められる特性が何であるか、という実際の視点で考えることができる。                                       |
| 美濃窯業株式会社           | 長年、熔融物(金属・無機物)に対する耐火物の開発・製造・販売を生業とし、蓄積された技術やノウハウを有している。また、セラミックス、粉末冶金等の製造装置(特に、焼成・熱処理設備)の開発・製造・販売を通して、技術やノウハウの蓄積とともに、ユーザーのニーズの合致した製品開発を行い、高い実績を有している。 |

【

## 5-2-1 実施体制

### (1) 実施体制

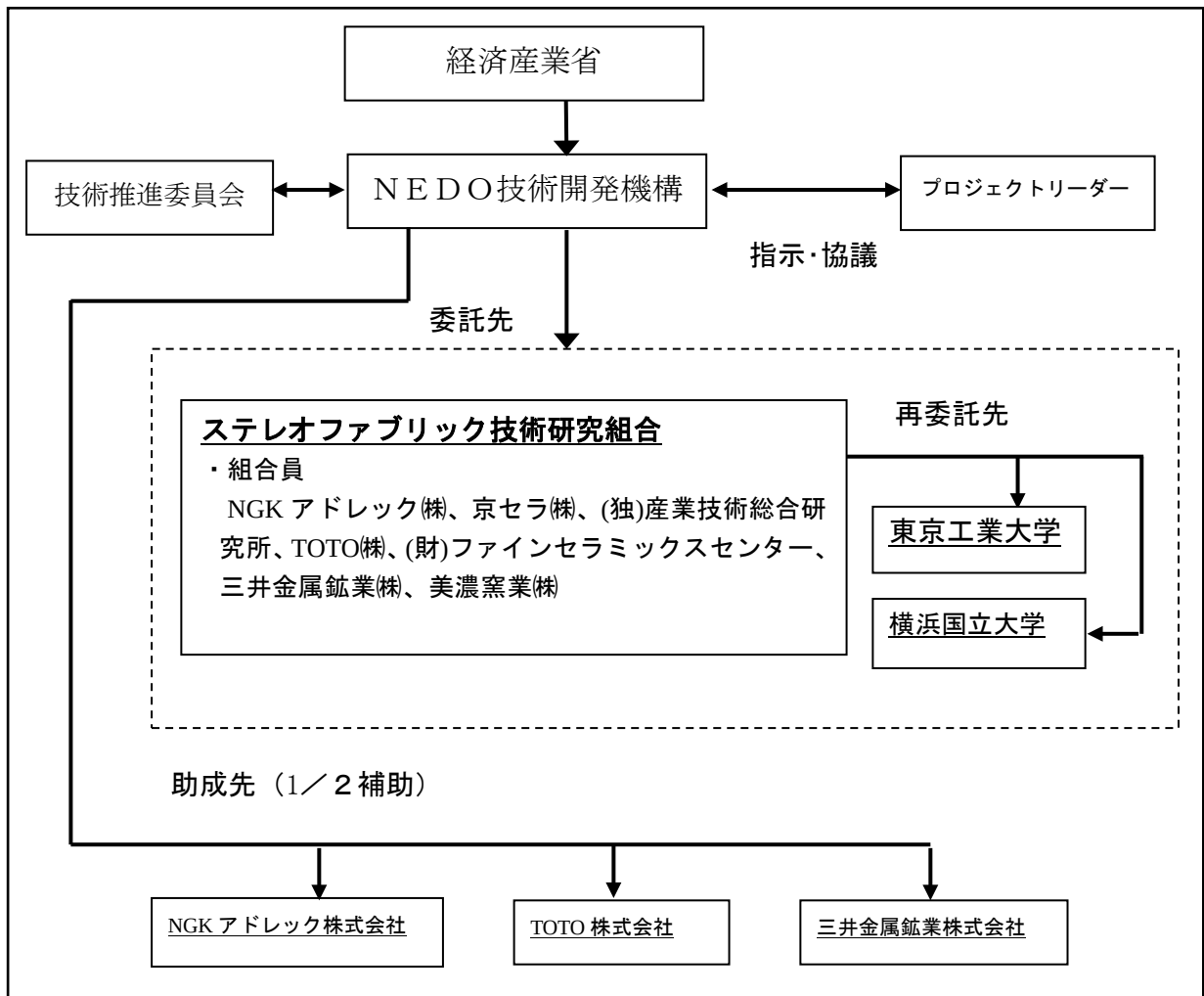


図5-2 革新的省エネセラミックス製造技術開発 研究実施体制図  
(平成21年度、22年度)

平成21年10月に、ステレオファブリック技術研究組合がNEDOから受託し、再委託先として、東京工業大学、横浜国立大学へ研究を再委託した。



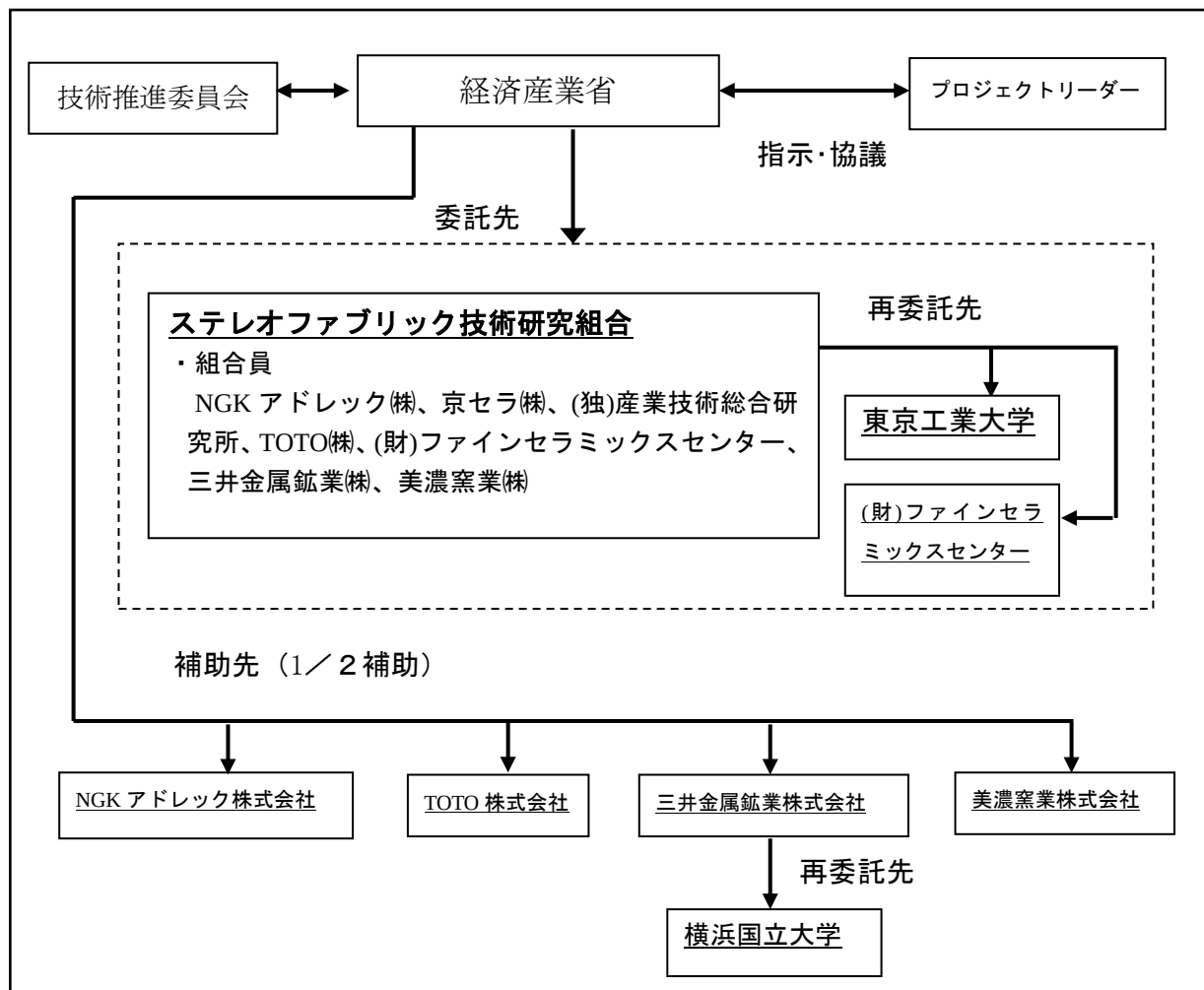


図5-3 革新的省エネセラミックス製造技術開発 研究実施体制図  
(平成23年度)

平成23年度に、経済産業省からの直執行となるとともに、研究体制を見直し、横浜国立大学を補助事業先である三井金属からの再委託とし、新たに技術研究組合からはファインセラミックスセンターを再委託先とすることとした。

また、基礎研究で培った基盤技術を基にして、美濃窯業を補助事業先とすることとした。

これらは、研究が進展している中で、より実用化、事業化に向けた芽が出てきたことと、研究を絞り込むという過程で、より理想的な研究実施体制に近づいてきたものとする。

## 5-2-2 制度の運営

### (1) 採択審査

#### ・審査方法

外部の有識者からなる事前審査委員会と機構内に設置される契約・助成審査委員会の二段階で審査を実施。

契約・助成審査委員会では、事前審査の結果を踏まえ、機構が定める基準等により審査を実施。

#### ・審査基準等

研究開発項目毎に審査を行い、採択審査委員会審査基準に基づき、評価し、5段階による採点を付けたものを、採点結果とした。総合評価点4.0点以上の提案を採択。

(事前審査の基準)

##### <委託事業>

- (1) 提案内容が基本計画の目的、目標に合致しているか。(不足、不必要な部分はないか。)
  - (2) 提案された方法に新規性があり、技術的に優れているか。
  - (3) 共同提案の場合、各社の提案が相互補完的であるか。
  - (4) 提案内容・研究計画は実現可能か。(技術的可能性、計画、最終目標の妥当性等。)
  - (5) 提案者は本研究開発を遂行するための高い能力を有するか。(関連分野の開発等の実績、再委託予定先・共同研究相手先等を含めた実施体制、優秀な研究者等の参加等。)また、国外の研究機関等との平行支援等の自国費用自国負担による国際連携として提案された場合は、その国際連携の内容が、国内研究機関等のみの連携よりもメリットがあることが明確であるか(プロジェクトが生み出す成果の質が向上する、実用化・事業化までの期間の短縮が期待される等)。特に相手国研究機関等がNEDOの指定する相手国の公的支援機関(NEDOホームページ上に別掲)の支援を受けようとしている(または既に受けている)ものである場合には、その妥当性が確認できるか等。)
- ※「平行支援(コ・ファンディング)制度」:国際共同研究における各参加機関への費用支援は、それぞれの国の研究支援機関等により自国参加機関分について個別に判断して行うもの。
- (6) 提案者が当該研究開発を行うことにより国民生活や経済社会への波及効果が期待できるか。(企業の場合、成果の実用化が見込まれるか。)
  - (7) 助成事業との関係が明確になっているか。(例としては、助成事業に参加するか、若しくは助成事業(実用化技術)を行っている事業者との連携を有するか、または連携をとる体制が準備されているか等)
  - (8) 総合評価

(委託予定先に関する選考基準)

委託予定先は、次の基準により選考するものとする。

- (1) 委託業務に関する提案書の内容が次の各号に適合していること。
  - 1) 開発等の目標がNEDO 技術開発機構の意図と合致していること。
  - 2) 開発等の方法、内容等が優れていること。
  - 3) 開発等の経済性が優れていること。

(2) 当該開発等における委託予定先の遂行能力が次の各号に適合していること。

1) 関連分野の開発等に関する実績を有すること。

2) 当該開発等を行う体制が整っていること。

(再委託予定先、共同研究相手先等を含む。国際共同研究体制をとる場合、そのメリットが明確であること。また、特にNEDOの指定する相手国の公的資金支援機関の支援を受けようとしている(または既に受けている)場合はその妥当性が確認できること。)

3) 当該開発等に必要な設備を有していること。

4) 経営基盤が確立していること。

5) 当該開発等に必要な研究者等を有していること。

6) 委託業務管理上NEDO 技術開発機構の必要とする措置を適切に遂行できる体制を有していること。

(3) 委託予定先の選考にあたって考慮すべき事項

1) 優れた部分提案者の開発等体制への組み込みに関すること。

2) 各開発等の開発等分担及び委託金額の適正化に関すること。

3) 競争的な開発等体制の整備に関すること。

4) 公益法人、技術研究組合等を活用する場合における役割の明確化に関すること。

6) 助成事業(実用化技術)との関係に関すること。

5) その他主管部長が重要と判断すること。

## <助成事業>

(事前審査の基準)

助成事業者の採択に際しては、次の視点から審査するものとする。

(1) 事業者評価

事業者の技術、財務、事務管理、その他事業遂行に必要な能力があるか。

(2) 事業化評価

当該事業の新規性、市場創出効果、社会的目標への有効性、企業化計画の妥当性はあるか。

(3) 技術評価

申請された技術開発項目について、基本計画との整合性及び技術開発のレベル、助成事業計画の妥当性、産業界への波及効果はあるか。

(4) 実施体制評価

委託事業(共通基盤技術)との関係が明確になっているか。(例としては、委託事業に参加するか、若しくは委託事業(共通基盤技術)を行っている事業者との連携を有するか、または連携をとる体制が準備されているか等を審査する。)また、国外の研究機関等とのパラレル支援等の自国費用自国負担による国際連携として提案された場合は、その国際連携の内容が、国内研究機関等のみの連携よりもメリットがあることが明確であるかを審査する(プロジェクトが生み出す成果の質が向上する、実用化・事業化までの期間の短縮が期待される等)。また、特に相手国研究機関等がNEDOの指定する相手国の公的支援機関(NEDOホームページ上に別掲)の支援を受けようとしている(または既に受けている)ものである場合には、その妥当性についても審査する。

※「パラレル支援(コ・ファンディング)制度」:国際共同研究における各参加機関への費用支援は、それぞれの国の研究支援機関等により自国参加機関分ついて個別に判断して行うもの。

(助成金の交付先に関する選考基準)

助成金の交付先は、次の基準により選考するものとする。

(1)助成金交付申請書の内容が次の各号に適合していること。

- 1)助成事業の目標が機構の意図と合致していること。
- 2)助成事業の方法、内容等が優れていること。
- 3)助成事業の経済性が優れていること。

(2)助成事業における助成事業者の遂行能力が次の各号に適合していること。

- 1)関連分野における事業の実績を有していること。
- 2)助成事業を行う人員、体制が整っていること。
- 3)助成事業の実施に必要な設備を有していること。
- 4)経営基盤が確立していること。
- 5)助成事業の実施に関して機構の必要とする措置を適切に遂行できる体制を有していること。

・採択実績等

応募、採択実績

| 年度     | H15  |
|--------|------|
| 公募日    | 3/18 |
| 計画提出期限 | 4/27 |
| 交付決定日  | 6/9  |
| 応募件数   | 4    |
| 採択件数   | 4    |
| 倍率     | 1.0  |

## (2)事業の進捗管理

事業の進捗管理に関しては、プロジェクト全体に関してプロジェクトリーダーが実施し、委託事業に関しては、ステレオファブリック技術研究組合が実施してきた。

具体的には、下記の管理体制、会議体によって、進捗管理を実施した。

表5-5 事業の進捗管理

| 会議の名称 | 主旨 | 頻度 | 出席対象者 |
|-------|----|----|-------|
|-------|----|----|-------|

|                   |                                        |        |                                             |
|-------------------|----------------------------------------|--------|---------------------------------------------|
| 集中討議<br>(技術推進委員会) | 研究の進め方、進捗を確認して、情報を共有すること               | 3ヶ月に1回 | NEDO 関係者、経済産業省関係者。出向研究員、産総研研究員、組合員企業、大学関係者等 |
| 推進会議              | 集中討議での結果を踏まえて、研究の方向性を軌道修正すること、月次での進捗管理 | 月1回    | 出向研究員、産総研研究員、JFCC 研究員                       |
| 個別会議              | 研究の過程で、個別で発生する案件の検討、進捗管理を実施            | 週1回    | 出向研究員                                       |
| 発明審査委員会           | 発明案件の審議、発明の発掘、持分等を決定                   | 都度実施   | 出向研究員                                       |

PL、組合技術部長、組合参与(知財担当)は、すべての会議に出席

### 5-3 資金配分

○資金配分は、事業を円滑に推進するための研究設備や人件費、資材費等、概ね妥当であった。

- ・資金の過不足はなかったか。
- ・研究計画に基づき、効果的かつ有効的に資金配分を重点的に行い、それによる効果も得られており、資金の内部配分は他動であった。

表5-6 プロジェクト全期間における予算配分

単位:千円

| 年度、平成        | 21 年度   | 22 年度   | 23 年度   | 24 年度  | 25 年度  | 合計      |
|--------------|---------|---------|---------|--------|--------|---------|
| NEDO 管理費     | 12,358  | 8,400   | 0       | 0      | 0      | 20,758  |
| 委託事業         | 214,690 | 139,413 | 228,109 | 0      | 0      | 582,212 |
| 助成事業(補助事業)   | 53,485  | 89,788  | 81,891  | 84,201 | 84,465 | 393,830 |
| エヌジーケー・アドレック | 28,437  | 18,300  | 18,300  | 11,005 | 8,318  | 84,360  |
| TOTO         | 20,598  | 64,752  | 8,000   | 17,325 | 13,455 | 124,130 |
| 三井金属鉱業       | 4,450   | 6,736   | 19,991  | 22,820 | 33,579 | 87,576  |
| 美濃窯業         | 0       | 0       | 35,600  | 33,051 | 29,113 | 97,764  |
| 総額           | 280,533 | 237,601 | 310,000 | 84,201 | 84,465 | 996,800 |

### 5-4 費用対効果

#### 1) セラミックス製造時の省エネ効果

大型・複雑形状のセラミックス構造部材を小型セラミックスブロックの組み合わせで製造することにより、製造時のエネルギー消費量の削減が可能である。6,484億円×普及率20%=1,297億円、したがって、セラミックス製造時の省エネルギー効果は16,766L/億円×1,297億円=2.17万kL(2030年)、1.4万KL(2020年・普及率13%)が見込まれる。

#### 2) 省エネセラミックスを他産業に使用した際の省エネ効果

大型・複雑形状のセラミックス構造部材を溶融アルミニウムの搬送容器、熱化学プラント、リチウムイオン電池(LIB)正極材製造用炉心管に適用した場合には、省エネ化が進み、2020年、2030年それぞれに対して原油換算で19.9万KL、32.7万KL、CO<sub>2</sub>換算では同様に52.1万ton、85.7万tonの削減効果が期待できる。

ここでは、製造部材用途を想定しているが、本事業で得られる成果は、太陽熱発電や地熱発電

に求められる大型セラミックス配管、断熱容器等への波及展開も期待できる。以上より本プロジェクトの予算規模(H21-H25) 10億円に比べて十分な効果が得られるものと考えられる。

#### 5-5 変化への対応

##### 1) 状況・進捗に対応した体制の見直し

・H21、22 年度に実施された集中研成果である「卑金属の亀裂内への超浸透利用 B<sub>4</sub>C 接合」の実用化を加速するために、実施先企業として美濃窯業(株)が最適と判断し、同社を担当とする実用化補助事業を H23 年度より開始した。

・同じく H21、22 年度において組合からの再委託先であった横浜国大を、H23 年度より補助事業担当の三井金属鉱業からの再委託に切替え、大学と企業の連携を密接にすることで基礎研究成果の実用化に向けた開発の効率化をはかることとした。

##### 2) 加速財源の獲得

・H21、22 年度、実用化を推進するために加速財源の獲得を行った。

##### 3) 総額予算減額に伴う予算配分見直し

・H22 年度予算は予定 2.5 億円に対して、決定が 1.7 億円と大幅減額となった。この状況に対して、本事業では実用化に近い研究を優先するとの方針を明確にし、補助事業を優先した予算配分の見直し、また集中研内部の計画も優先度を付け内容を絞り、無駄を徹底的に省くことを徹底した。

##### 4) プロジェクトの計画前倒し

・プロジェクトの進捗、目標達成状況、技術移転の可能性を慎重に検討し、基礎研究を担当する集中研については、当初の 5 年計画を 2 年前倒しで 3 年目で収束させ、後段の 2 年間は補助事業に集中することを決定した。

##### 5) 社会情勢変化への対応

・再生エネルギーへの転換の動きが加速する社会情勢に対応すべく、本事業で得られた成果(大型セラミックス接合部材、蓄断熱技術等)の太陽熱、地熱発電等の再生可能エネルギーシステムへの適用可能性に関する市場調査を実施中である。

以上