

研究事業評価調書(平成19年度)

作成年月日	平成19年11月13日
主管の機関・科名	長崎県窯業技術センター 研究開発科

研究区分	経常研究(事後評価)
研究テーマ名	傾斜機能材料技術を用いた光触媒製品の開発

研究の県長期構想等研究との位置づけ

長期構想名	構想の中の番号・該当項目等
ながさき夢・元気づくりプラン(長崎県長期総合計画 後期5か年計画)	重点目標: 競争力のあるたくましい産業の育成 重点プロジェクト: 5 明日を拓く産業育成プロジェクト 主要事業: 産業の多様化・高度化の推進
長崎県新産業創造構想	4つの集中プロジェクト(1.新エネルギー・環境産業の振興)

1: 県全体の構想・分野関連の構想の順に書く。

研究の概要

1. 研究開発の概要

高純度シリカ粉末(高純度シリカ工業副産物、粒径10~300nm、平均粒径100nm)の表面に酸化チタンを被覆させると、高温まで焼成しても光触媒機能の高い結晶相(アナターゼ相)を維持することが分かった。

このシリカ-チタニア粉末(以下、光触媒)は、現在は1200℃で焼成しても単一のアナターゼ相を保持している(市販の酸化チタン粉末では、光触媒機能の低いルチル相に変態する)。

更に急速加熱すると比表面積が高く、単一のアナターゼ相になり、光触媒活性が飛躍的に増加することも分かった。

この光触媒粉末を用いて異種材料との傾斜構造を構築し、焼結体にして水溶液中で酸化チタンの剥離を抑えた光触媒成形体を作製し、長期安定した光触媒製品を開発する。

本研究では、金属やセラミックス等の材料と光触媒を用いてスラリー状態にし、遠心分離機や石膏型で遠心成形して傾斜構造(中空パイプ・板状)を構築する。

SPS(放電プラズマ焼結)法や常圧焼結法を用いて、短時間かつ低温で焼結体(光触媒傾斜材料)とする。SPS焼結法による実証試験において、有効性(高温下でもアナターゼ相が残り、触媒活性が高いこと)を確認している。SPS焼結法は大型(max 200mm)の試料作製も可能である。

種々の材料と傾斜構造にすることで光触媒の応用範囲を広げることができる。光触媒層の密着性評価法は、曲げ強度試験機を用いて測定を行う。傾斜分布測定については、EPMAを用いて確認する。焼結体の評価としては耐久性試験を行いながら色素分解能力や油分解能力(=光触媒活性)を確認する。

研究の必要性

1. 背景・目的

【社会的、経済的情勢から見た必要度】

酸化チタン（光触媒）は、光（特に紫外線）があれば抗菌・防汚・大気浄化・水質浄化能を持つ材料である。

光触媒産業は今後も発展を見込める素材型産業であり、環境省の試算では、2020年には3兆9千億円の市場規模に拡大すると予想されている。

光触媒は粉末や担体等に表面被覆して製品化されている。しかし、一般的に光触媒は高温焼成すると触媒活性が低下したり、液相中で使用した場合は、担体への結合強度が次第に低下して剥離して、長期安定した製品が得られないという問題がある。

光触媒の製品化を進める上で、応用範囲を広げる為には担体との結合強度の向上が重要になってきている。

平成15～16年度経常研究「機能性超微粒子材料の開発と応用に関する研究」では、県内より廃棄されている高純度シリカ（年間1300 t以上）にチタニア被覆した粉末を高温まで加熱すると標準試料（P-25：デグサ社）よりも色素分解能力が高いことが分かっている（単一Anatase相：要素技術）。

本県においても既に数社がこの分野で共同研究しており、その技術的支援が求められている。

【研究開発成果の想定利用者】

- (1)化学工業
- (2)電子部品・デバイス製造業
- (3)高純度シリカ製造業

【どのような場所で使われることをも想定しているか】

工業循環水の浄化・恒温装置・養液栽培を行っている農家・養殖海水の殺菌が必要な水産業。

【どのような目的で使われることを想定しているか】

水処理分野の水質浄化目的で使用する。

【緊急性・独自性】

光触媒製品の水質浄化分野の市場性は、今後、拡大してくると予想されている。その分野に乗り遅れないようにする為、複合型光触媒の高活性化が急務と考える。

2. ニーズについて

【今利用されている技術・商品には、何が足りないのか】

光触媒は、環境浄化材料として注目を浴びており、現状では、ガス浄化分野の開発が進んでいる。

今後は液相中で光触媒を利用する製品が開発されてくると予想されている。

これは、水中での光触媒は、ガス分解反応速度よりも極めて遅く、かつ早い水流に対して剥離が起こり、長期安定した製品が得られないからである。

【想定利用者は、現在どのようなニーズを抱えているか】

半導体メーカーの製造プロセスでフォトリソ処理工程があり、ここが一番恒温液体を必要とする所である。

その理由は液温を一定に保てないと熱効率が変化し、蒸発量の違いから現像液濃度を一定にすることができないので膜厚を一定に保てず不合格品となるからである。

現在、半導体の高集積化に伴い膜の溝間隔の規格値は数nm程度のシビアな領域で制御されている。

通常恒温液体中には殺菌剤を入れているが、時間が経つとその殺菌剤に抵抗力を持った細菌が増殖し、水が濁り、流量計が真っ黒になる。

出来る限りメンテナンスコストを下げて、かつ水質浄化の機能性を付与した製品化というニーズがある。

そこで、水の中でも浄化能力の高い光触媒を製品化すると、メンテナンスコストを下げ、製品の歩留まり向上を可能にし、機能性を付与した製品として提供することができる。

高耐熱性の光触媒及びその担体が製造できるので、本県陶磁器業界においても製品への新たな機能性付与技術として利用できる。

すし屋等にある生簀の海水がアンモニアや亜硝酸により水質劣化し魚を長期間飼育できない。光触媒と紫外線を用いて水質改善を行いたいというニーズがある。

紫外線を用いることで殺菌も同時に出来るメリットがある。

2. 県の研究機関で実施する理由

光触媒粉末を製造する企業、その粉末を利用して成形体を作製する企業、その粉末と成形体の機能性を評価する企業とそれぞれ共同研究しており、長期安定した光触媒製品が求められている為。

効率性

1. 研究手法の合理性・妥当性について

主要な研究段階と期間、各段階での目標値（定性的、定量的目標値）とその意義

研究項目	活動指標名	期間(年度 ~年度)	目標値	実績値	目標値の意義
傾斜構造の構築	各種原料と複合型光触媒の傾斜構造の構築	H17年度	アルミ合金等との傾斜	ポリイミドソーダ硝子SUS304と複合型光触媒の系で傾斜構造（グリーン体）を構築した。	耐腐食性を有した光触媒製品を開発すること。
焼結プロセスの最適化と機能性評価	大型試料の作製（50～100mm角）	H18年度	100mm角板状	50mm角と100mm角板状焼結体（ソーダ硝子と複合型光触媒の系で亀裂の無い焼結体を作製した。）	光触媒製品を小型装置へ組み込む場合、ある程度の大きさが必要になる為。

2. 従来技術・競合技術との比較について

本研究の対象である高純度シリカは、現在、あまり付加価値の高い用途が見出されていない。しかし、高温で焼成しても光触媒活性を維持できるので、高耐熱性光触媒及び担体として新規性がある。

こうした光触媒を担持した耐熱性粒子は各種のセラミックスや金属等に用いることができ、板状、ブロック状、中空パイプ状の製品に応用できる。

また SPS 焼結法によって、低融点材料と高融点材料を同時に焼結することが出来るので新規な機能性（光触媒機能以外に軽量化・耐腐食性・耐酸性・耐熱性等）を付与することが出来る。

特にアルミ合金を使用した場合、金属のリサイクルという点で他の金属と比べると酸化しにくく、融点が低いため、使用後のアルミ製品を溶かして再生することができる。

原料の比重差を利用した成形法なので光触媒と各種金属の調製によって、光触媒を内層または外層に傾斜させることが出来る。

【研究の実施上、想定される主要なリスクとその対策】

光触媒粉末（シリカ-チタニア粉末）を利用しているので、焼結しても緻密化しないことが予想される。その場合、適当な融剤の添加によって緻密化できると考えている。

3. 研究実施体制について

シリカ製造企業から原料を入手して各種材料との傾斜構造の構築と焼結プロセスの最適化や機能性評価を当センターにて実施する。電子部品デバイス製造業でも淡水中での機能性評価を行う。

合成プロセスの基礎的メカニズムの解明について九州大学と連携する。

構成機関と主たる役割

- (1)シリカ製造企業：原料（高純度シリカ・シリカ-チタニア粉末）の供給
- (2)電子部品デバイス製造業：淡水中での機能性評価
- (3)窯業技術センター：光触媒粉末の合成と焼結体作製及び機能性評価
- (4)長崎県水産試験場：養殖海水の提供
- (5)九州大学大学院：基礎化学に基づく合成プロセスの検討

4. 予算

研究予算 (千円)	計	研究費		財源			
		人件費	研究費	国庫	県債	その他	一財
全体予算	33,230	10,241	22,989				22,989
17年度	19,663	3,663	16,000				16,000
18年度	13,567	6,578	6,989				6,989

過去の年度は実績、当該年度は現計予算、次年度以降は案

有効性

1. 期待される成果の得られる見通しについて

- (1) 年間 1000t 程度のシリカを排出している事業所では、そのシリカへ光触媒を担持することで付加価値を上げた製品化が可能になると考えられる。
- (2) 高付加価値化できれば、年間 1000t 程度の産業廃棄物の有効利用が可能になると考えられる。

2. 成果の普及、又は実用化の見通しについて

- (1) 高純度シリカ製造業への製造技術の導入
- (2) 成形体製造メーカーへの製造技術の導入と高付加価値製品の提案
- (3) 電子部品・デバイス製造業への高付加価値製品の提案

【将来の経済的・社会的効果】

今後、企業に於ける環境への取組みは、ますます重要視されると予想される。環境分野での光触媒市場は環境省の試算で、2020年に3兆9千億円の市場規模に拡大すると予想されている。

長崎県では光触媒粉末を製造する企業がなく、事業化できれば、農業や水産業への普及も見込めると考えられる。

成果項目	成果指標名	期間(年度～年度)	目標数値	実績値	目標値の意義
製造技術の導入 (1)	傾斜機能材料技術	H17～18年度	傾斜構造を有した試料作製	3種類(SUS304, ソーダ硝子, ポリイミド)作製	今後は特に、水質浄化用の光触媒が求められる為、剥離強度を上げる為には傾斜構造とすることが望ましい。
製造技術の導入 (2)	焼結体作製技術	H17～18年度	50～100mm角の焼結体作製	ソーダ硝子と複合型光触媒の傾斜構造をした100mm角の板状焼結体(亀裂無し)を作製	中型・大型水質浄化及び大気浄化製品へ対応できる為。
				国内優先権主張出願(1件)済み	

【研究開発の途中で見直した内容】

【平成17年度】

研究期間を2年間に短縮： 光触媒の市場は、殆どが大気浄化用として製品化されており飽和状態である、次の市場は水質浄化が中心になると予想されている。そこで次の市場参入に間に合うようにする為、開発スピードを上げて期間を短縮して進めることにした。

研究に従事する職員を2名に増員： 研究期間を短縮したこと、また光触媒を水の中で使用するためには、緻密な焼結体を作製する技術が必要である。そこでSPS焼結法に熟知した研究員の協力を得て進めることにした。

研究評価の概要

種類	自己評価	研究評価委員会
事前	(年度) 評価結果 (評価段階： 数値で) ・ 必要性 ・ 効率性 ・ 有効性 ・ 総合評価	(年度) 評価結果 (評価段階： 数値で) ・ 必要性 ・ 効率性 ・ 有効性 ・ 総合評価
	対応	対応
途中	(17 年度) 評価結果 (評価段階：)	(17 年度) 評価結果 (評価段階： 4) 達成状況について ・ 最終目標に対して 20%の進捗度は遅れているのでは？ ・ 変更後の計画について明確にして欲しい。 ・ 光触媒単体としての応用物は？ 今後の対応について ・ 光触媒単体としての応用実績を作った方がいいのでは？ ・ 製品データを詳細に示して欲しい。 ・ 特許による技術の防衛をお願いしたい。 総合意見 ・ 研究成果の検証と応用性について推進する必要があるのでは？ ・ 光触媒製品のコスト面での検討は？
	対応	達成状況についての委員コメントへの対応 ・ 18年度から2人体制で取組み、それぞれ焼結体の作製と評価（殺藻効果・油分解効果・剥離強度試験・養殖海水の殺菌効果）に取組みます、また企業のニーズの高い組成（SUS/光触媒と硝子/光触媒の2種類）に絞って開発に取組みます。 ・ これまで色素分解能力（脱色）と高温域（1200 よりも高い温度）で触媒活性の高いアナターゼ相を維持できる粉末の開発を検討していました。他に、多孔質の光触媒中空パイプを試作しております。

		<p>今後の対応についての委員コメントへの対応</p> <ul style="list-style-type: none"> 光触媒単体で利用できる製品開発を企業と一緒に共同で進めております。 企業と共同研究契約を取り交わしているため、開示の了解を得てデータを示します。 現在、H18.3.17に、先願した特許を補強して国内優先権出願を行う予定です。 <p>総合意見についての委員コメントへの対応</p> <ul style="list-style-type: none"> 現在、企業と共同研究を行い、藻類の殺藻効果について検証しております。 長期間（1年以上）使用できる光触媒製品を開発することで、これまで必要だった管理費や農薬等の薬品を使用しなくてすむため、コスト面と環境面での優位性を出すことが可能です。
事後	<p>（19年度） 評価結果 （総合評価段階： A ）</p> <ul style="list-style-type: none"> 必要性： 光触媒の水処理分野における利活用は全国的にもあまり進んでおらず、今後、市場の拡大が予想される。 効率性： 放電プラズマ焼結法は、焼成時間を短縮し、光触媒活性保持に効果的である。製品の付加価値向上と併せて、製造コストを下げることが実用化につながると考える。 有効性： ソーダ硝子/光触媒系で亀裂の無い傾斜構造を持った焼結体を作製したが、その他の系では無欠陥の構造体を得ることが出来なかった。しかし、産業廃棄物であるシリカの有効利用技術になると考える。 総合評価： 各種製品への光触媒機能を付与する上で、製品表面に傾斜構造を作ることは有効な方法の一つである。様々な形状の製品に対して適用できる技術に発展させる必要がある。 	<p>（19年度） 評価結果 （総合評価段階： A ）</p> <ul style="list-style-type: none"> 必要性： 光触媒の水処理分野における利活用は全国的にもあまり進んでおらず、今後、市場の拡大が予想される。 効率性： 放電プラズマ焼結法は、焼成時間を短縮し、光触媒活性保持に効果的である。製品の付加価値向上と併せて、製造コストを下げることが実用化につながると考える。 有効性： ソーダ硝子/光触媒系で亀裂の無い傾斜構造を持った焼結体を作製したが、その他の系では無欠陥の構造体を得ることが出来なかった。しかし、産業廃棄物であるシリカの有効利用技術になると考える。 総合評価： 各種製品への光触媒機能を付与する上で、製品表面に傾斜構造を作ることは有効な方法の一つである。様々な形状の製品に対して適用できる技術に発展させる必要がある。
	<p>対応</p> <p>今後、光触媒製品のニーズや市場調査レポート等を考慮しながら研究を進めていく。 また、企業と共同研究を進めていきながら、企業ニーズに対応できる製品を開発していく。 様々な形状に適応させる為に、板状の光触媒製品だけでなく、フィルム上への光触媒機能性付与や、円筒形の基材への光触媒機能性</p>	<p>対応</p> <p>今後、光触媒製品のニーズや市場調査レポート等を考慮しながら研究を進めていく。 また、企業と共同研究を進めていきながら、企業ニーズに対応できる製品を開発していく。 様々な形状に適応させる為に、板状の光触媒製品だけでなく、フィルム上への光触媒機能性付与や、円筒形の基材への光触媒機能性付与を行い、インテリア製品や工業製品への展開を図る。</p>

付与を行い、インテリア製品や工業製品への展開を図る。	
----------------------------	--

総合評価の段階

平成19年度以降

(事前評価)

- S = 着実に実施すべき研究
- A = 問題点を解決し、効果的、効率的な実施が求められる研究
- B = 研究内容、計画、推進体制等の見直しが求められる研究
- C = 不相当であり採択すべきでない

(途中評価)

- S = 計画を上回る実績を上げており、今後も着実な推進が適当である
- A = 計画達成に向け積極的な推進が必要である
- B = 研究計画等の大幅な見直しが必要である
- C = 研究費の減額又は停止が適当である

(事後評価)

- S = 計画以上の研究の進展があった
- A = 計画どおり研究が進展した
- B = 計画どおりではなかったが一応の進展があった
- C = 十分な進展があったとは言い難い

平成18年度

(事前評価)

- 1 : 不相当であり採択すべきでない。
- 2 : 大幅な見直しが必要である。
- 3 : 一部見直しが必要である。
- 4 : 概ね適当であり採択してよい。
- 5 : 適当であり是非採択すべきである。

(途中評価)

- 1 : 全体的な進捗の遅れ、または今後の成果の可能性も無く、中止すべき。
- 2 : 一部を除き、進捗遅れや問題点が多く、大幅な見直しが必要である。
- 3 : 一部の進捗遅れ、または問題点があり、一部見直しが必要である。
- 4 : 概ね計画どおりであり、このまま推進。
- 5 : 計画以上の進捗状況であり、このまま推進。

(事後評価)

- 1 : 計画時の成果が達成できておらず、今後の発展性も見込めない。
- 2 : 計画時の成果が一部を除き達成できておらず、発展的な課題の検討にあたっては熟慮が必要である。
- 3 : 計画時の成果が一部達成できておらず、発展的な課題の検討については注意が必要である。
- 4 : 概ね計画時の成果が得られており、必要であれば発展的な課題の検討も可。
- 5 : 計画時以上の成果が得られており、必要により発展的な課題の推進も可。