

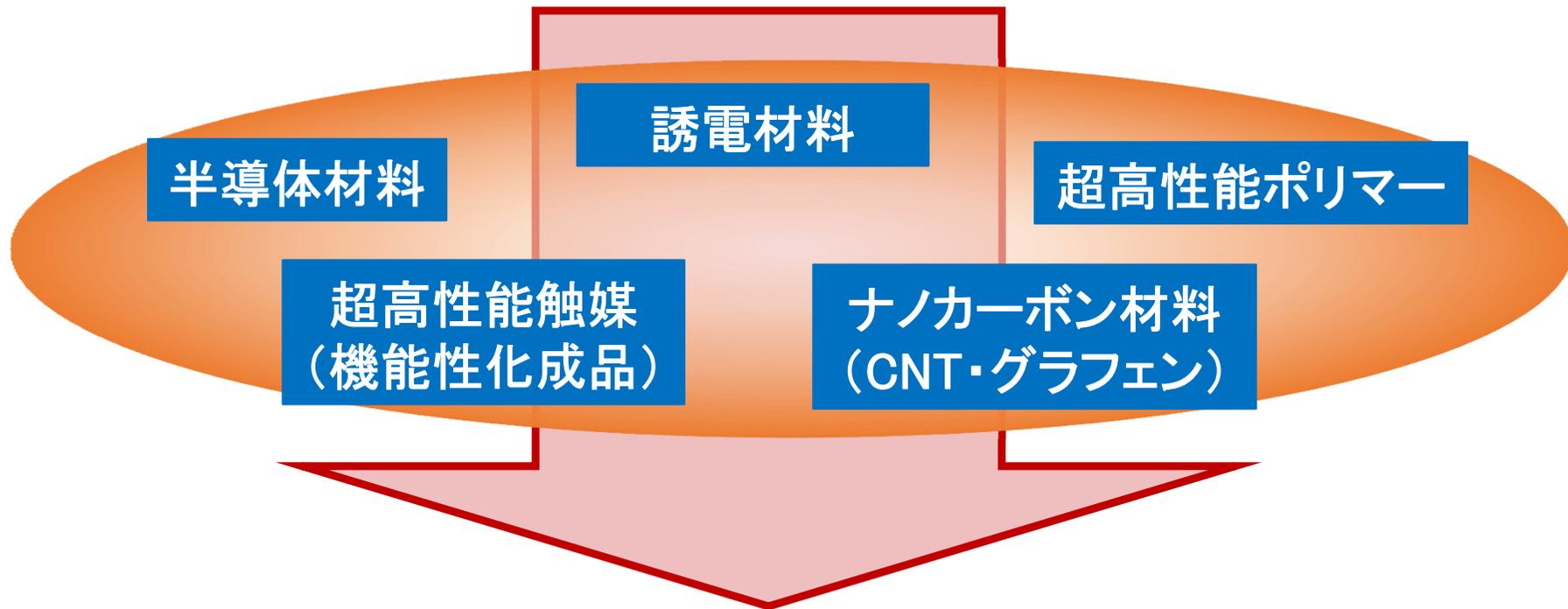
高速・革新プロセス技術開発テーマ総括

TL 藤谷忠博（産総研 触媒化学融合研究センター）

発表内容：

1. 高速・革新プロセスの方針と本PJにおける位置づけ
2. 各研究項目における成果
3. まとめ

シミュレーション結果に対応するサンプルを精密に作成
可能なプロセス手法を確立する



- ・設計(計算)、計測との連携で製造プロセスの高速化・効率化を実現
- ・開発する材料に合わせた製造プロセスの高度化・最適化・新手法

超超PJの開発テーマ：高速開発に向けた連携



計算科学

- ① キャリア輸送マルチスケール計算シミュレータ
- ② 外場応答材料と複雑組織材料の大規模計算シミュレータ
- ③ 機能性ナノ高分子材料のマルチスケール計算プロセスシミュレータ
- ④ マルチスケール反応流体シミュレータ
- ⑤ 深層学習・機械学習(AI)、離散幾何解析

プロセス

- ⑥ 自在なヘテロ接合素材の開発(ナノ粒子合成)
- ⑦ ポリマー系コンポジット材料プロセス(ブレンド・発泡)
- ⑧ 自在合成を可能にするフローリアクター(ハイスループット)
- ⑨ ナノカーボン材料プロセス

先端計測

- ⑩ 表面・界面構造計測/ナノ領域多物性評価(和周波/ナノプローブ分光)
- ⑪ 有機(無機)コンポジット材料3次元構造解析(TEM、陽電子消滅、X線CT)
- ⑫ フロープロセスの高感度 In Situ 計測(XAFS、NMR)
- ⑬ ナノカーボン材料の構造・特性評価

基盤技術の活用による機能性材料の開発

機能性材料

本PJの
ターゲット
材料群

ナノカーボン
材料

半導体
材料

高機能
誘電材料

高性能
高分子材料

機能性化成品
(超高性能触媒)

要請される
機能

電導性

スイッチング特性

損失・耐圧

強度・熱特性

効率・選択性

先端計測

⑩表面・界面構造計測
ナノ領域多物性評価

⑪マルチスケール
3次元構造解析

⑫フロー型XAFS
DNP-NMR

⑬ナノカーボン評価

プロセス

⑨ CNT紡糸
グラフェン合成
ナノ分散プロセス

⑥ヘテロ接合
プロセス

⑦ブレンド・発泡
プロセス

⑧フロープロセス

必要な
基盤技術

計算科学

マルチスケールシミュレーション

①キャリア輸送計算

②外場応答
計算

③機能性高分子
プロセス計算

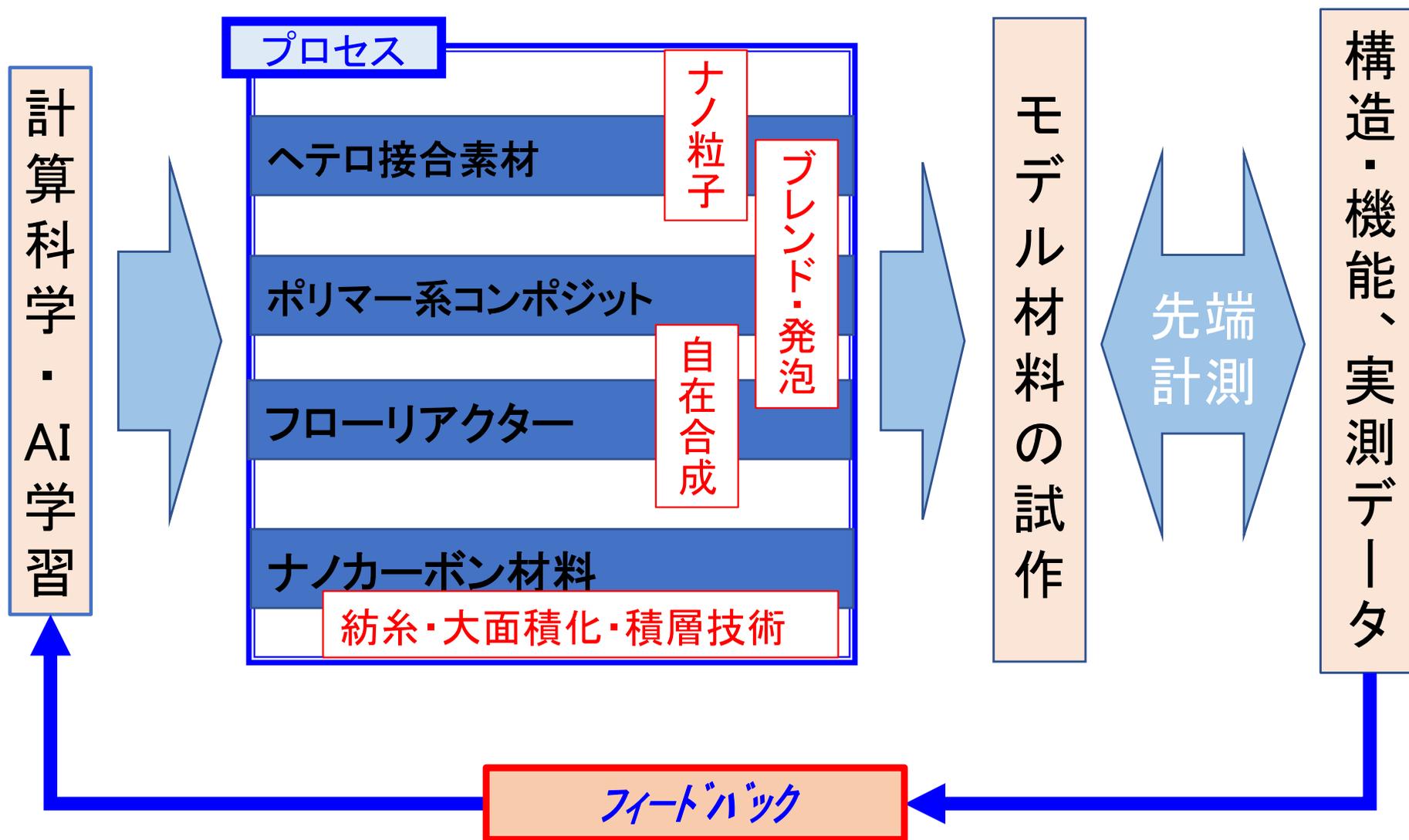
④化学反応・
流体計算

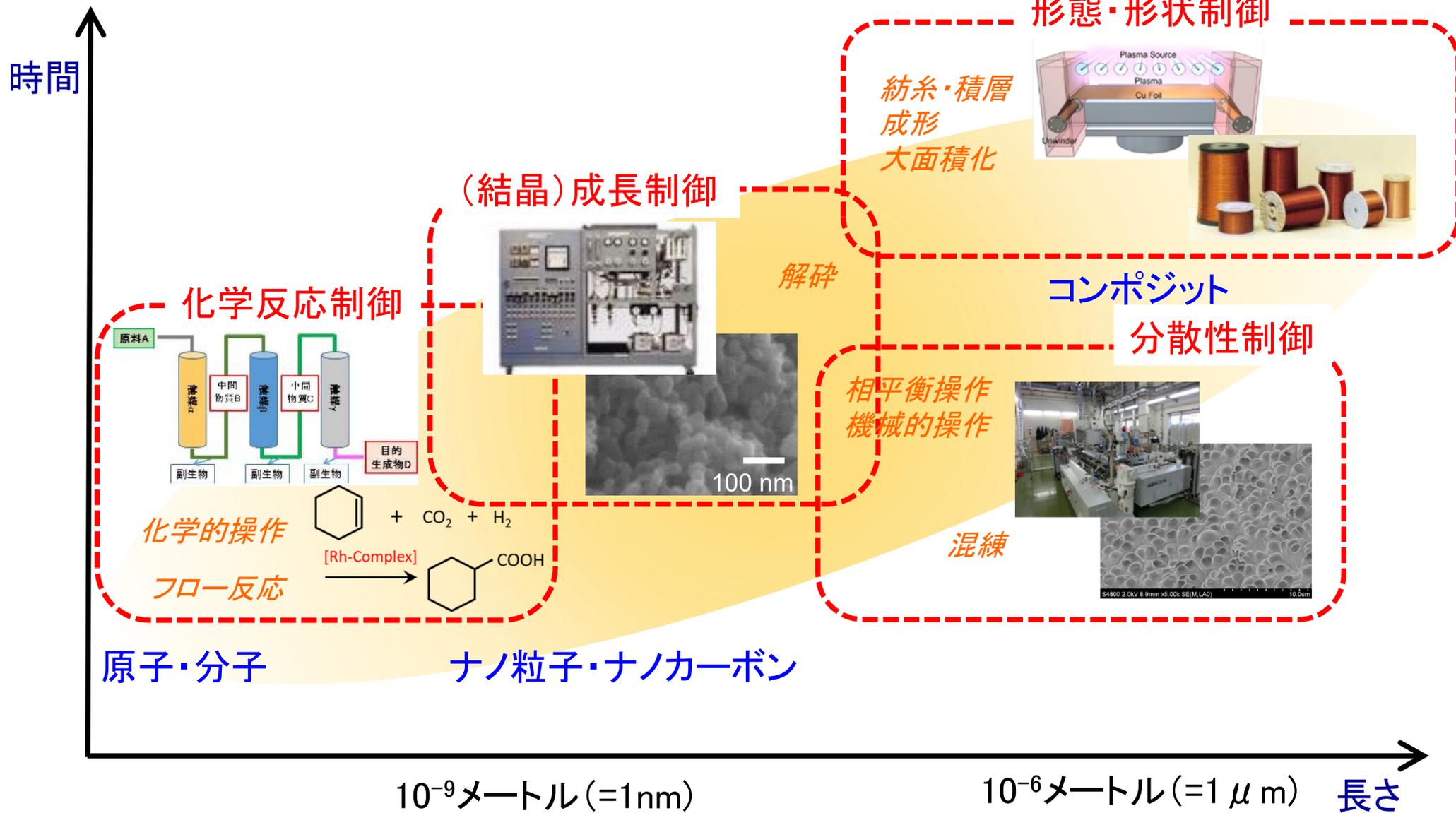
⑤深層学習・機械学習(AI)、離散幾何解析

第一原理計算・分子動力学計算

フィード
バック

プロセス技術と機能性材料の開発





- ⑥ ナノ粒子の構造制御から界面・高次構造制御までの一貫したナノ粒子プロセスによって、ナノ粒子分散フィルムの試作速度を高速化
- ⑦ 開発した制御性に優れた小型装置を用い、軽量・高強度・高耐熱のスーパーエンブラ系ナノコンポジット材料や光透過性・高断熱のナノ発泡断熱材料等についてそれぞれ実用化に必要な機能、性能が実現可能であることを実証
- ⑧ 連続かつ高選択的なフローリアクターおよび触媒を設計し、機能性化学分子を自在合成
- ⑨-1. シミュレーションや計測による予測に基づいたCNT構造及びドーパントを用いたCNT線材を作製することが可能なプロセス技術を確立する。
- ⑨-2. 高スループットのロールツーロールグラフェンプラズマCVD成膜技術、大面積h-BN CVD合成技術、およびグラフェンとh-BNの高品質積層技術の開発を開発
- ⑨-3. 機械学習等で予測される物理・構造特性を有するCNT膜・複合材の組成・製造が可能となるプロセス技術を確立

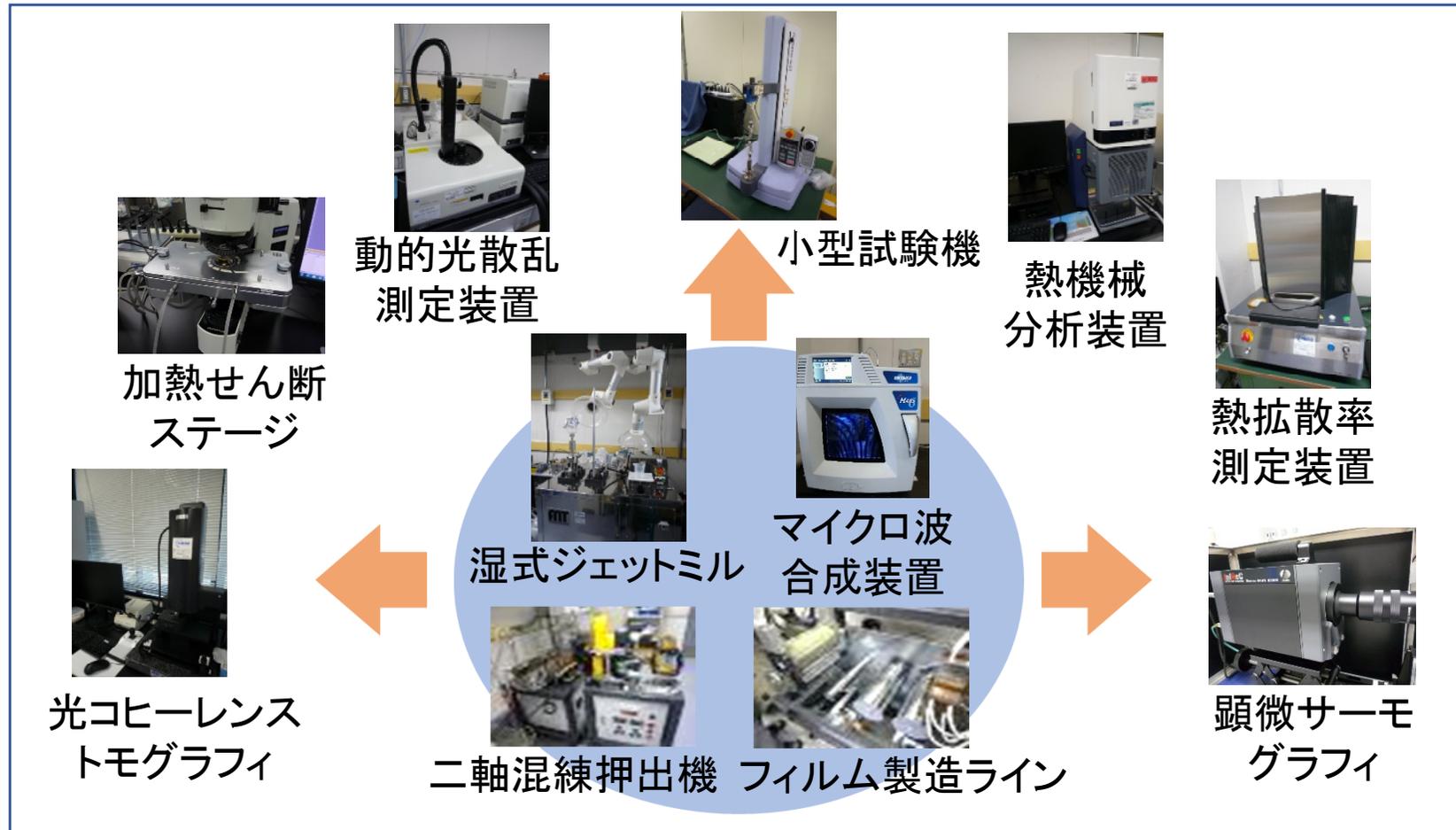
⑥ 様々な界面制御技術による自在なヘテロ接合素材の開発

開発する基盤技術

	モデル素材：機能性ナノ粒子分散ポリマー材料	
ターゲット	高透明度サーモクロミックフィルム	高付加価値放熱材料 (透明性など)
課題	無機ナノ粒子の構造制御から ポリマー中での界面・高次構造制御まで扱う必要があり 試作速度、物性データ取得の高速化が困難。	
アプローチ	機能性ナノ粒子の構造と特性を精密に制御する高速プロセス技術を開発	ポリマー中でのナノ粒子の分散構造・界面構造・高次構造の制御可能な技術を開発

アプローチ

界面・構造制御したナノ粒子分散材料の試作プラットフォームの構築



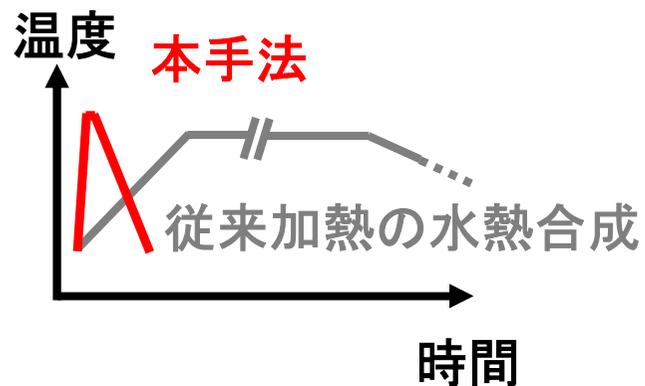
計測との連携：粒径評価、構造・組成分析、光学評価、粒子界面特性評価

ナノ粒子分散構造・光熱物性データのハイスループット取得に貢献

⑥ 様々な界面制御技術による自在なヘテロ接合素材の開発

主な成果：機能的酸化物ナノ粒子の高速合成法を開発

- 急速昇温が可能なマイクロ波加熱、連続式水熱合成によりVO₂ナノ粒子を合成
- 温度によって調光するサーモクロミックフィルムの研究開発の高速化に貢献



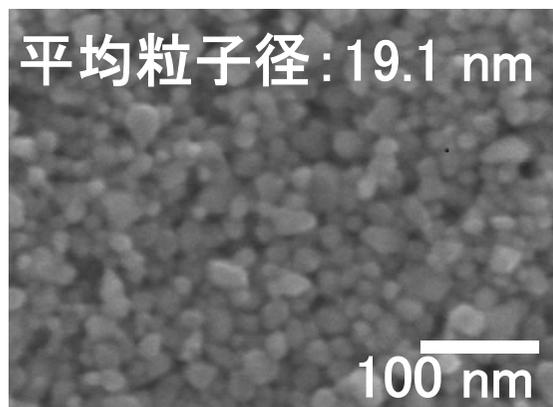
マイクロ波加熱装置



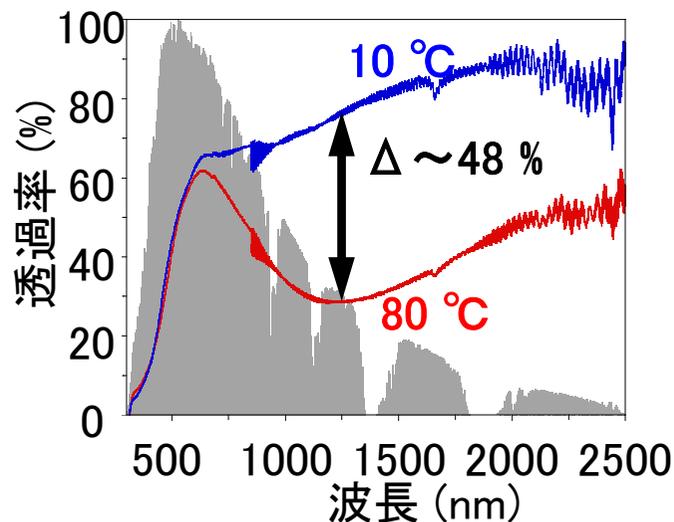
連続式水熱合成装置



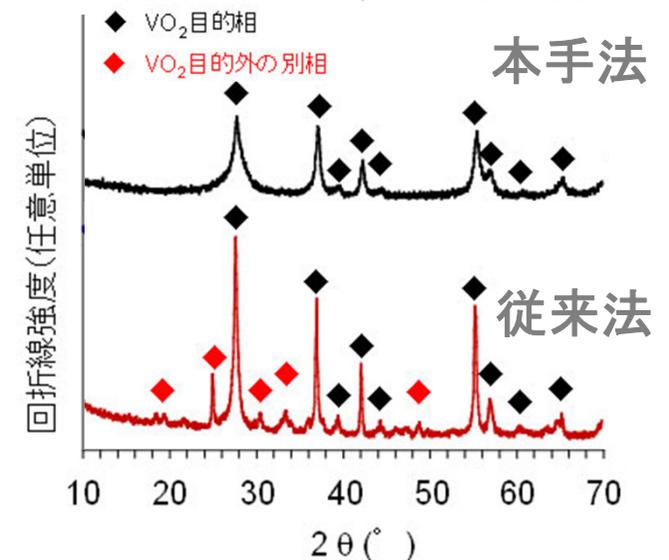
モデル素材VO₂ナノ粒子



分散フィルムの調光機能



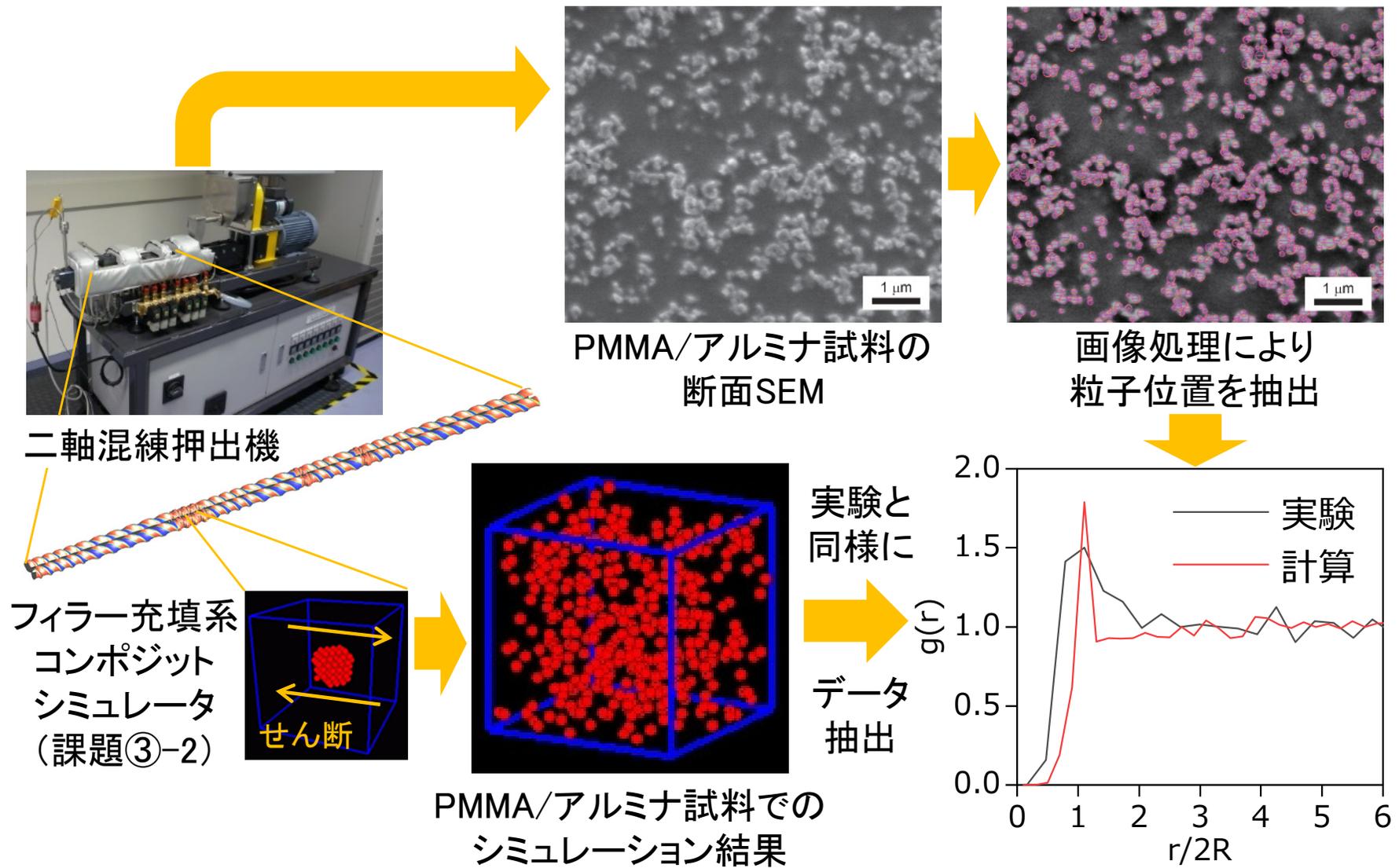
所望元素の添加合成



⑥ 様々な界面制御技術による自在なヘテロ接合素材の開発

主な成果：フィラー分散に関する溶融混練シミュレータとの比較検証

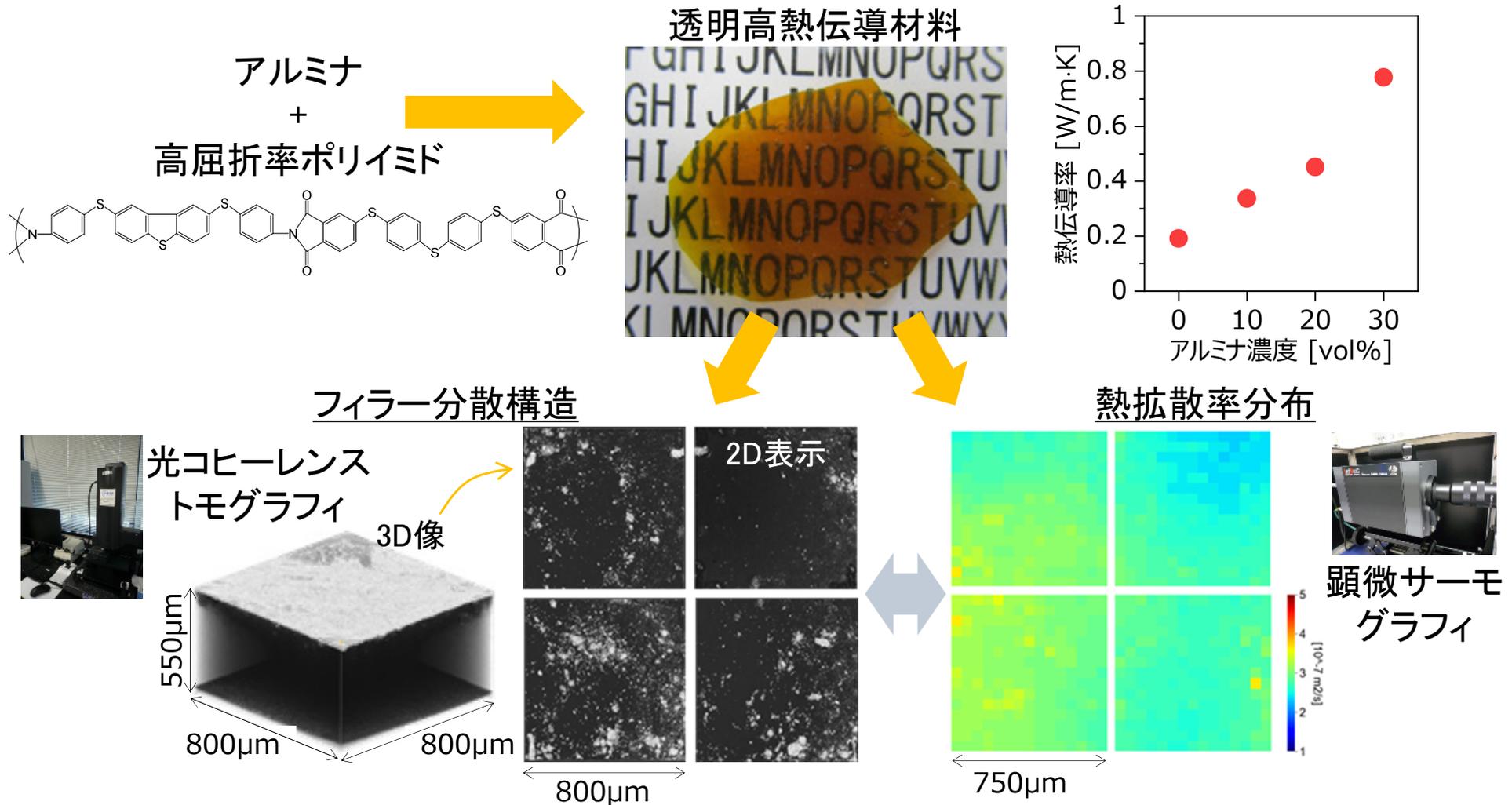
■ ③-2で開発されたシミュレータによりフィラー分散構造の予測を検証



⑥ 様々な界面制御技術による自在なヘテロ接合素材の開発

主な成果: フィラー分散状態－熱伝導特性相関データ取得基盤の構築

- 高い透明性と高熱伝導性を兼ね備える材料を開発
- 微視的なフィラー分散構造と熱伝導特性の分布情報を得ることのできる高付加価値熱伝導材料の開発基盤を構築

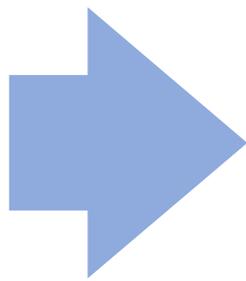
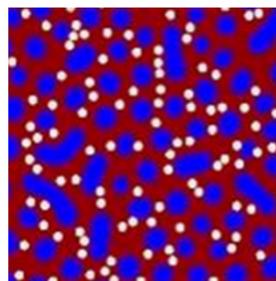


開発する基盤技術

	スーパーエンブラ系ナノコンポジット	発泡ポリマー
ターゲット	<ul style="list-style-type: none"> 軽量、高強度、高耐熱材料 自動車部品の金属代替など 	<ul style="list-style-type: none"> 光透過性、高断熱の微細発泡体 住宅等の高断熱化など 
課題	<ul style="list-style-type: none"> ポリマープロセッシング装置の温度制御性、応答性(厚いブロック、スクリュウ) → プロセスパラメータの制御に難。試作に時間がかかる。 	
	<ul style="list-style-type: none"> 高せん断、高分散とポリマーの熱劣化抑制の両立 軽量、高強度材料への設計指針 	<ul style="list-style-type: none"> 高空隙率と微細発泡(100nm以下)両立 連続製造プロセス(温度制御性、高圧化)
アプローチ	<p>ポリマープロセッシング装置の“マイクロ化”</p> <ul style="list-style-type: none"> 温度制御の正確性、迅速性を確保。試作プロセスの大幅な短縮を図る。 できる限り既存装置よりも高圧、高せん断、高温に対応した仕様を確保。 	
	<ul style="list-style-type: none"> 高強度化に有効な分散性制御の方法論確立 	<p>微細化に有効な発泡核材の方法論確立</p>

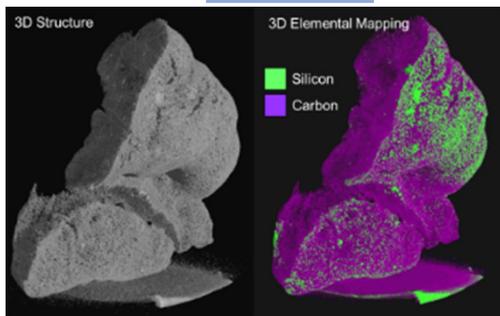
アプローチ

製造・評価プラットフォームを構築し、モデル材料の試作

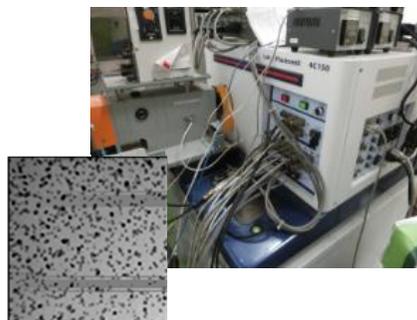


計算科学によるシミュレーション

- ・組成(化学種)
- ・操作変数(温度、圧力、混練シェア…)

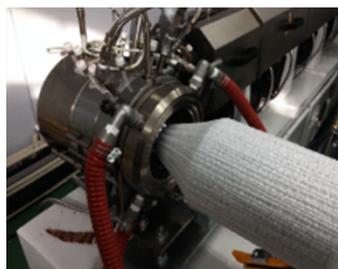


構造・組成等迅速評価技術
(X線CT、3D計測、各種マイクロ
スコープなど)



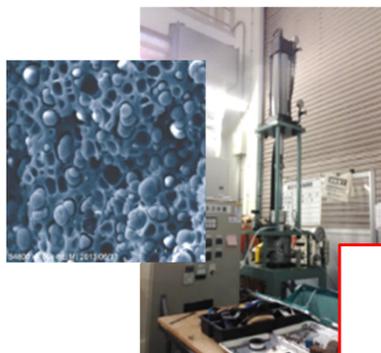
溶融混練技術

開発要素:
小型化、高せん断力、超高トルク化、
気密化、温度制御
+超小型化、制御計測一体のDX化



押出成形技術

開発要素:
マイクロ化による温度制御性改善、
各種パラメータ制御の自動化
+オンライン/オンサイト計測による
試作高速化



バッチ発泡技術

開発要素:
超高圧化

ポリマー系コンポジット材料の製造・評価
プラットフォーム
(押出成形・バッチ発泡・溶融混練)

主な成果：試作プラットフォームの開発

■ 試作高速化に適した押出装置の開発

- 超高压発泡装置、超高せん断混練装置
- 制御性向上、DX化のための超小型装置

■ オンライン/オンサイト計測技術の開発

- ポリマー内の μm の分散構造を非破壊で広域的かつ迅速に評価する光散乱分析手法を開発
- スtrandの動きを追尾して色調をデータ化→プロセス条件と分散構造の相関
- スtrand吐出時の音を収録してデータ化
→発泡状況との相関を検討

■ ポリマー押出プロセスデータのDPF格納

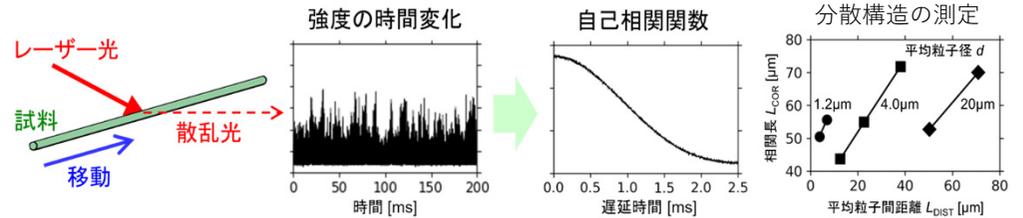
- プロセス条件、オンライン画像、音



超小型混練装置



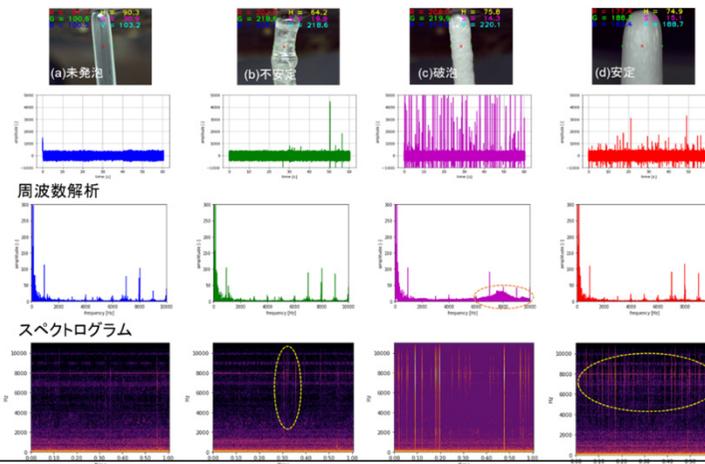
超小型発泡装置



散乱光強度の時間変化を利用した分散構造の測定



ストランド追尾 & 色分析によるナノ粒子分散ポリマーのプロセス-構造相関検討例



ポリマー発泡時の画像、音データの相関検討例

⑦ ポリマー系コンジット材料プロセスに関する基盤技術

主な成果：発泡ポリマーの基盤技術開発

■ 計算科学を活用したナノ発泡核材の設計と効果実証

■ 積水化成品工業様より報告、サブテーマ③⑪との連携

■ 超高压(100MPa)、超急減圧(1GPa/sec)可能なバッチ発泡装置による光透過性ポリマーの実証

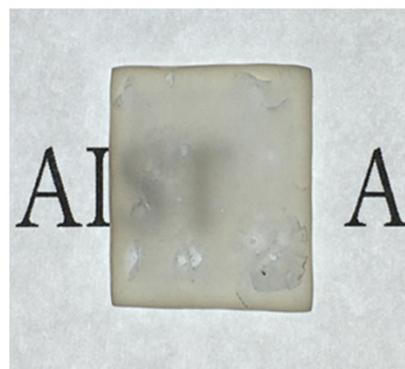
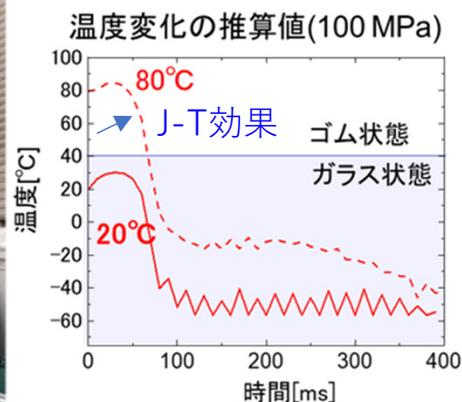
■ 急減圧時のジュールトムソン(J-T)効果による温度変化を推算し、微細化に有利な低温二段発泡プロセスを検討

■ 新規発泡ガス(ハイドロフルオロオレフィン、HFO)との混合系の検討

■ 実用サイズで問題となる発泡の不均一性を大きく改善

■ サブテーマ⑪との連携

超高压バッチ発泡装置と急減圧時の温度変化推算値および作成した光透過性ポリマー



CO₂にHFOを混合したガスにより発泡させたポリマーの発泡構造

CO₂ + HFO-1234ze(E)混合系

	0 mol % (Pure CO ₂)	2.1 mol %	16.2 mol %
外観			
SEM			

主な成果: スーパーエンブラ系ナノコンポジットの基盤技術開発

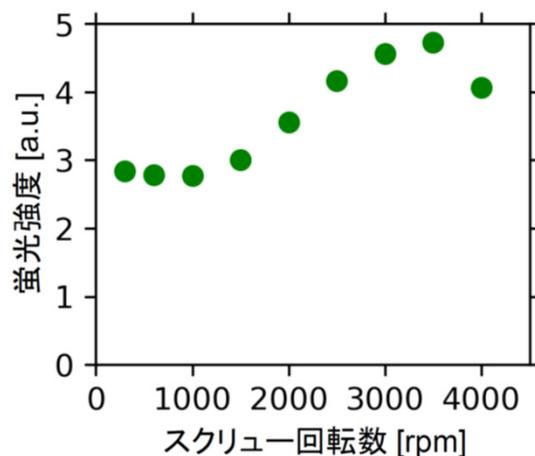
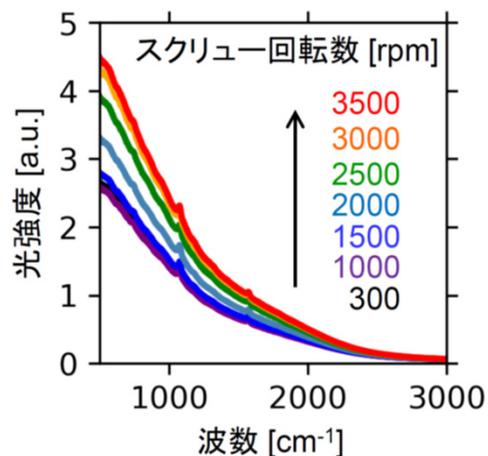
■ 機械学習を活用した高強度コンポジットの開発実証

■ DIC様より報告、サブテーマ③⑪との連携

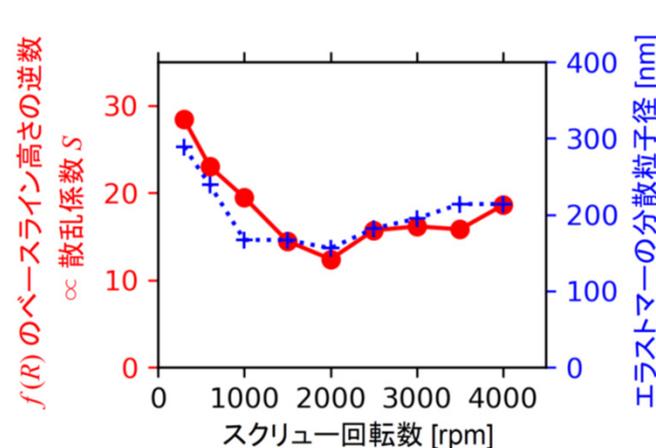
■ ポリフェニレンサルファイド(PPS)押出時の熱劣化、結晶性変化をラマン散乱スペクトルから非破壊で推定する手法を開発

■ PPSに分散したエラストマーの分散径を近赤外拡散反射を用いて非破壊で評価する手法を開発

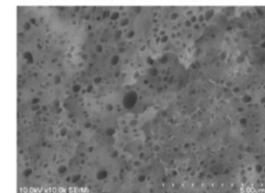
PPSコンポジット押出時のスクリー回転数と光強度の相関



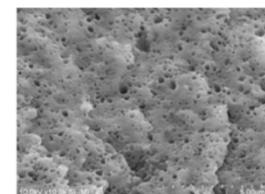
PPSコンポジット押出時のスクリー回転数と散乱係数との相関



粒子径大 → 散乱大



SEM画像



粒子径小 → 散乱小

開発する基盤技術

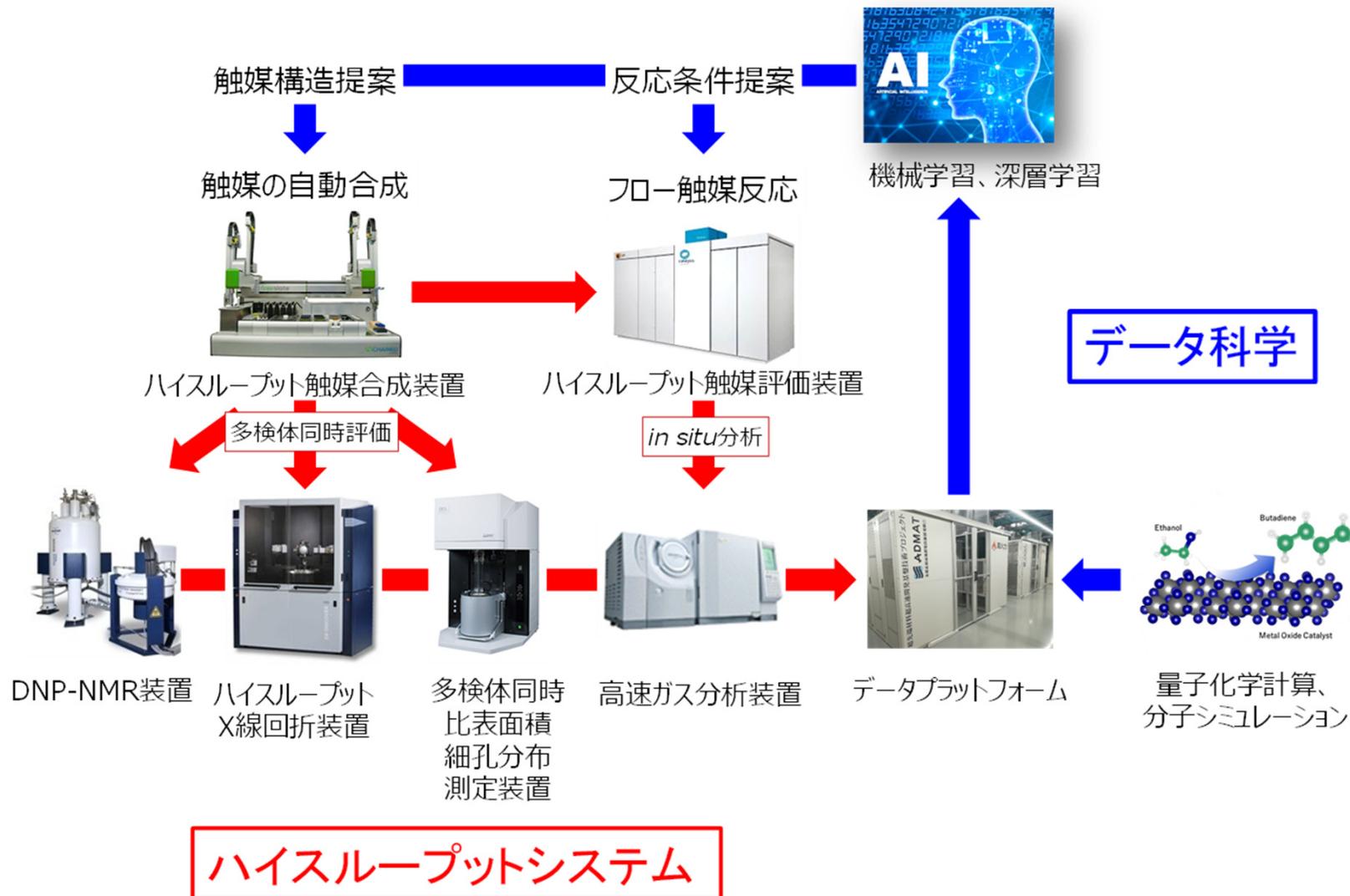
	モデル素材：機能性化学品		
ターゲット	CO ₂ 利用 機能性化学品	金属ナノ粒子 コア・シェル触媒	天然資源利用 ゴム材料
課題	高選択率、高効率の製造プロセスを実現 フローリアクター・触媒自動探索		
	CO ₂ 原料化 固定化触媒	高度制御技術 貴金属使用削減	原料多様化 新プロセス開発
アプローチ	<ul style="list-style-type: none"> 反応路自動探索による高選択的な反応過程設計 第一原理計算等による高性能触媒な設計 プロセスシミュレータによる最適反応器設計とエネルギー最小化 ハイスループット法による開発時間短縮とAI用統合DBの構築 		

アプローチ

統合DBの構築
(プロセス、計算、計測)

AIへの学習用
データの提供

触媒(反応)の
自動探索



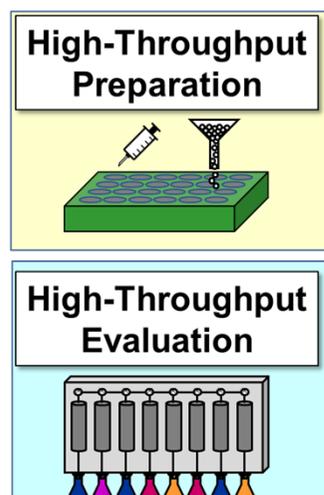
⑧ 自在合成を可能にするフローリアクターに関する基盤技術

主な成果: バイオマスからのブタジエン(ゴム原料)製造

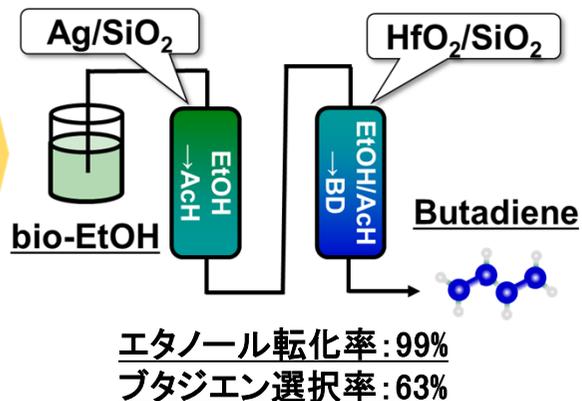
- ・ ハイスループット手法とデータ科学を活用した迅速触媒開発基盤技術を開拓
- ・ 反応システムのスケールアップによりブタジエンを大量製造
- ・ バイオエタノールから自動車用タイヤ製作までの一連のプロセスを実証

高効率触媒反応システムの開発

ハイスループット装置



迅速な高性能触媒の探索



反応器のスケールアップと ブタジエンの大量製造



エタノール: 1 L/hで反応
→ 20 kgのブタジエンを捕集
→ 精製 → 重合 → タイヤ

バイオエタノールより合成した ブタジエンからのタイヤ試作



触媒プロセスの実証に成功

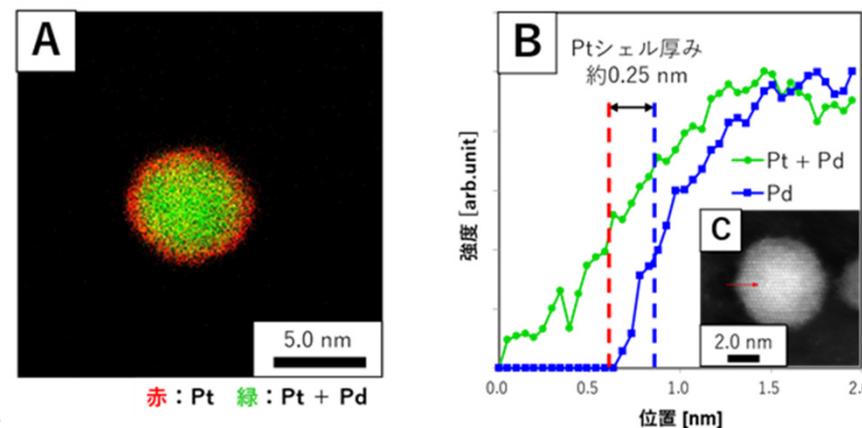
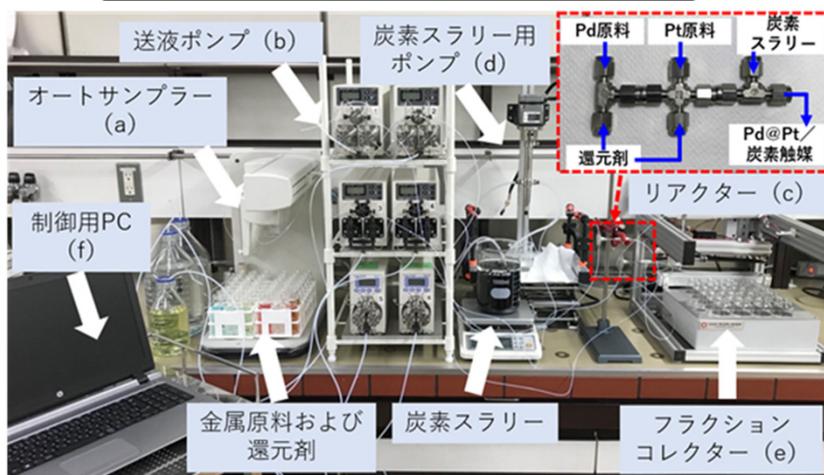
⑧ 自在合成を可能にするフローリアクターに関する基盤技術

主な成果: コアシェルナノ粒子触媒の精密フロー合成システムの開発

- 1日当たり数十種類のコアシェル型触媒の連続自動合成が可能なハイスループットフロー合成装置を開発
- 従来のバッチ法と比較して、Pd@Pt/Cコアシェル触媒を10倍以上高い生産性で作製可能なフロー合成プロセスを構築

最適条件下で合成されたPd@Ptコアシェルナノ粒子

ハイスループットフロー合成装置



触媒性能の比較

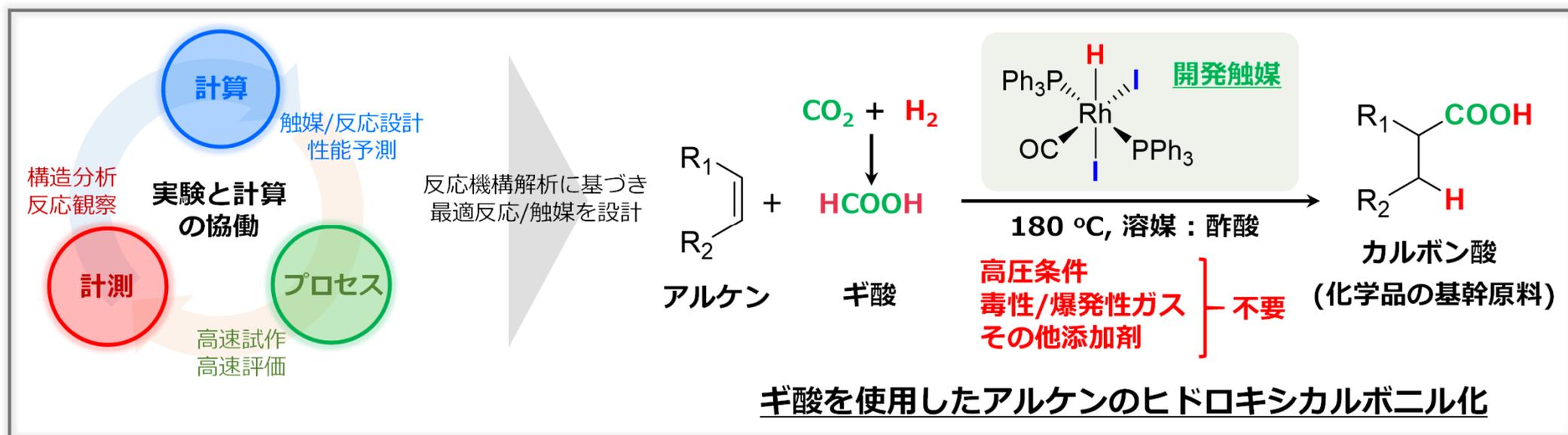
触媒	ORR活性 (A/g-Pt)
Pt/C	180
Pd@Pt/C (バッチ法)	570
Pd@Pt/C (フロー法)	522

⑧ 自在合成を可能にするフローリアクターに関する基盤技術

主な成果: CO₂を利用する有用化学品合成技術の研究開発

- 高圧条件や有毒で爆発性の高い一酸化炭素(CO)ガスが不要
- 従来技術で使われる環境負荷の高いCH₃IやPPh₃等の添加剤が一切不要(添加剤フリー)

最適な反応と触媒を設計することで「安全で環境に優しい カルボン酸合成」を実現



開発する基盤技術

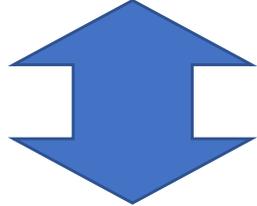
	CNT線材	グラフェン	CNT複合材
ターゲット	軽量且つ高性能な車載用電線	フレキシブルディスプレイ・照明	キャパシタなどの電池用途、導電性ゴム、耐熱性樹脂、放熱材料
課題	CNT単体では銅を上回る抵抗率を有するが、線材にすると抵抗率が上がる	キャリア輸送特性が不純物 結晶粒界 非平滑性(段差やうねり)に影響される	複合材料物性は、CNT種、表面状態、ネットワーク構造によって大きく変化
アプローチ	導電障害要因の解析に向けたモデル構造体の試作と、高導電化に向けたドーピングプロセス開発	グラフェンのRoll to Roll合成技術、大面積h-BNのCVD合成技術、プラズマCVDグラフェン/h-BNの大面積積層技術を開発	最適な物性を発現するCNTネットワーク構造を創製するためのCNT分散および表面状態制御技術を開発

アプローチ手法

- ・二次元材料、CNT線材、CNT複合材料の製造プロセス技術の開発
- ・ナノカーボン材料プロセスにかかわる技術的蓄積の実現

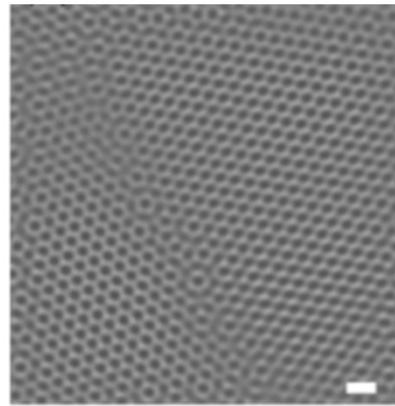
計算科学シミュレーション

- ・ドーパント、不純物と導電特性の相関
- ・AIを利用したCNT材料物性予測



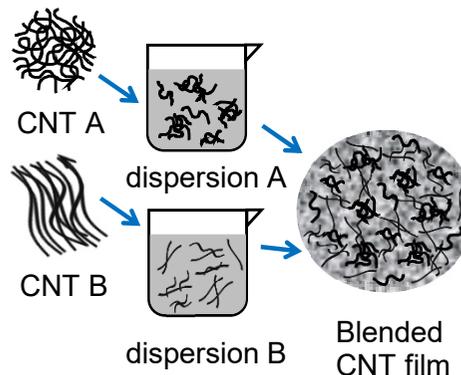
表面状態計測、電気特性計測

- ・マイクロ波プローブ顕微鏡による計測
- ・EDSやXPSによる表面分析
- ・STEMによる断面観察



二次原材料CVD成膜技術

- 開発要素:
- 二次元材料の種類に応じた原料選択
 - 基板温度制御、ドーピング技術
 - 高品質化

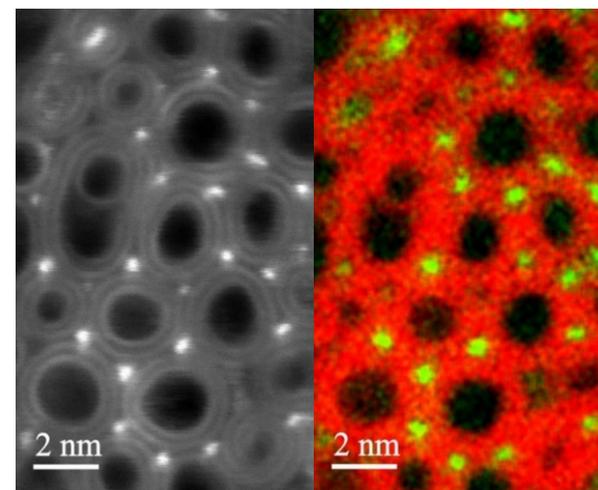
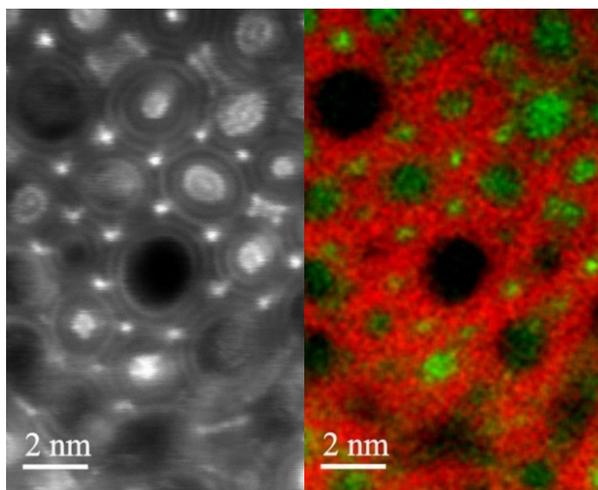
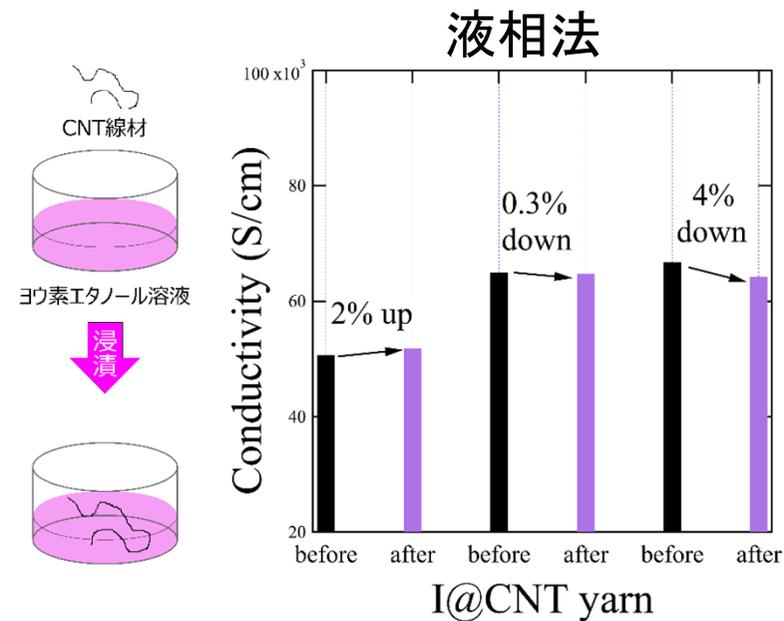
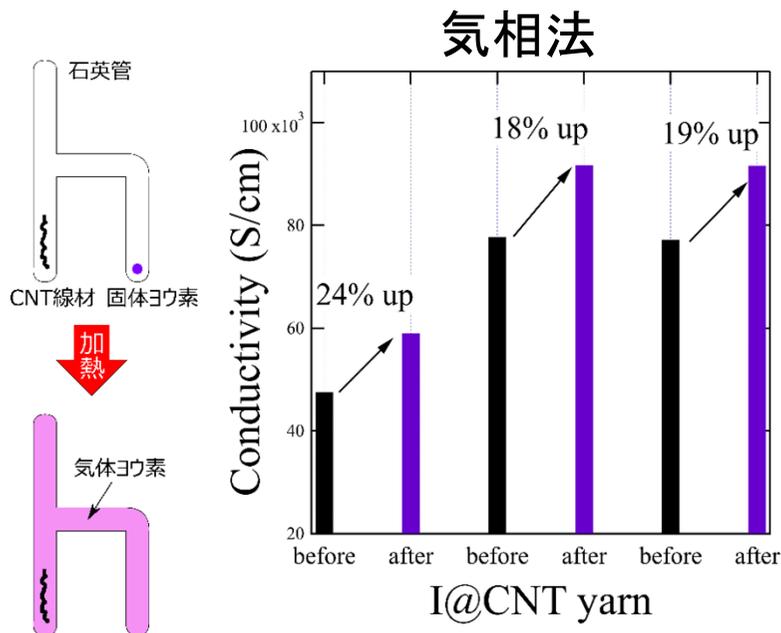


CNT分散、表面改質およびドーピング技術

- 開発要素:
- CNT種に応じた分散制御
 - 表面修飾に応じた原料選択
 - 線材へのドーピング技術

ナノカーボン材料プロセス・プラットフォーム

主な成果:ヨウ素のドーピングプロセスを構築 気相法で導電性向上を確認

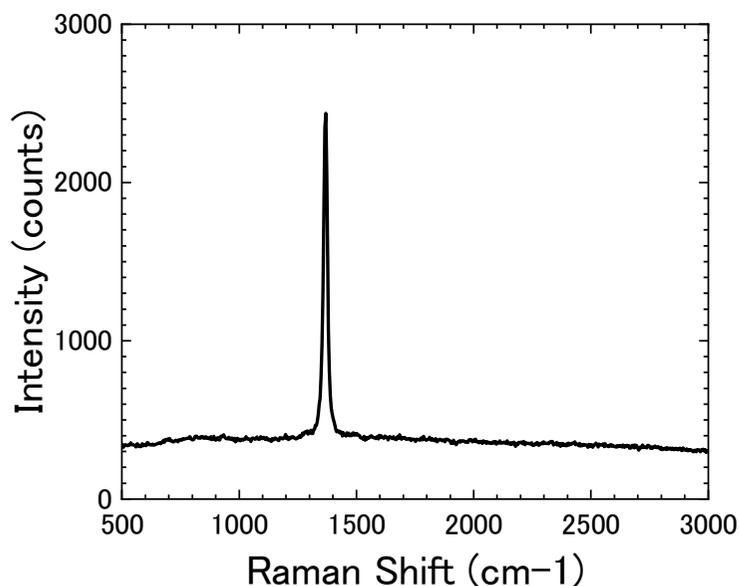


■ :Carbon
■ :Iodine

20%程度導電性が向上した気相法では、CNT間空隙がヨウ素で埋まる構造を確認

主な成果: グラフェンのRoll to Roll の高速化
 h-BNの結晶品質の向上と大面積合成
 h-BN/グラフェン積層技術とグラフェンの高移動度実現

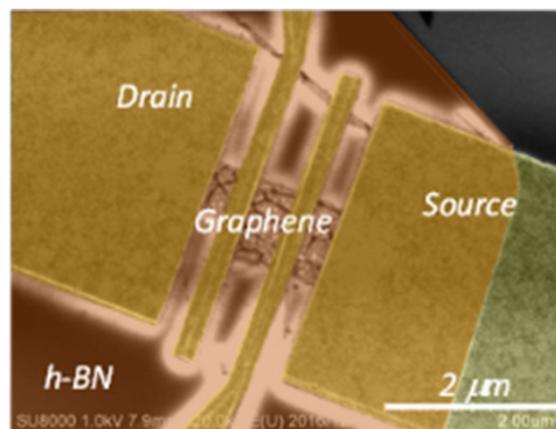
大面積・高結晶性h-BNの
 CVD合成技術を開発



大面積hBN(5cm角)のラマンスペクトル

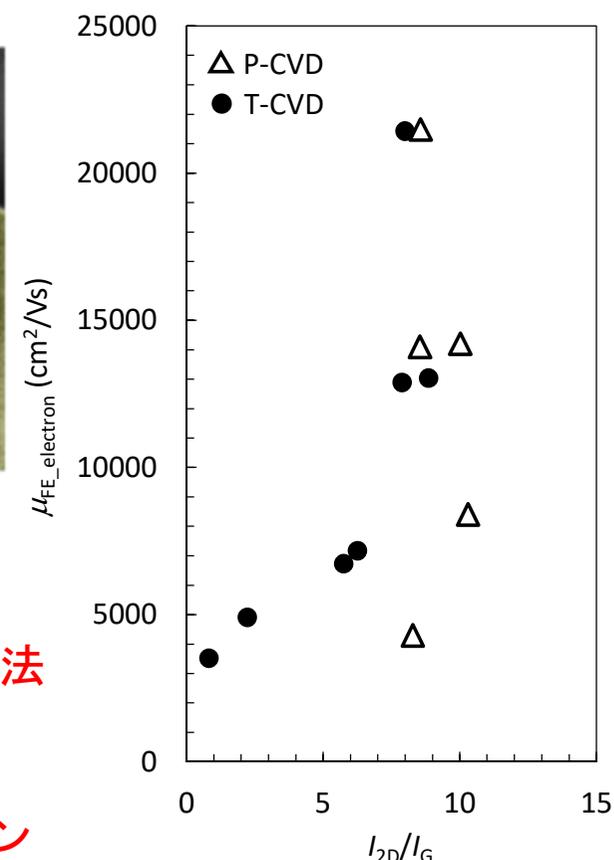
- ・原料ガスおよびチャンバー内アウトガス制御による結晶品質向上
- ・大面積成膜手法開発(5cm角)

グラフェン/h-BNの大面積積層技術開発と
 グラフェンの高移動度実現



グラフェン/h-BN積層デバイス

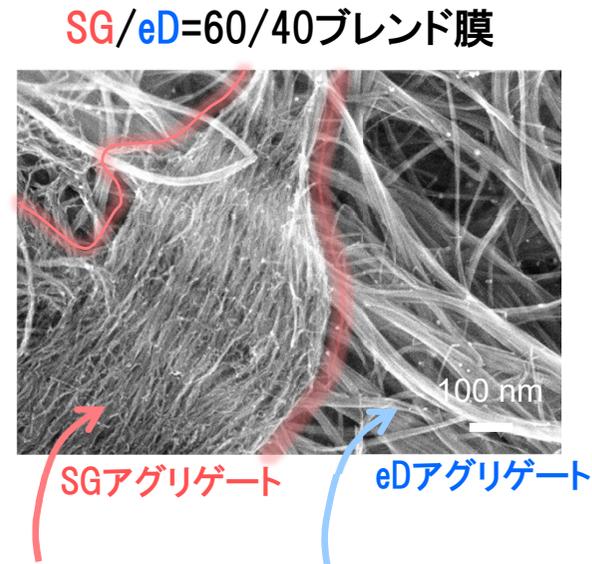
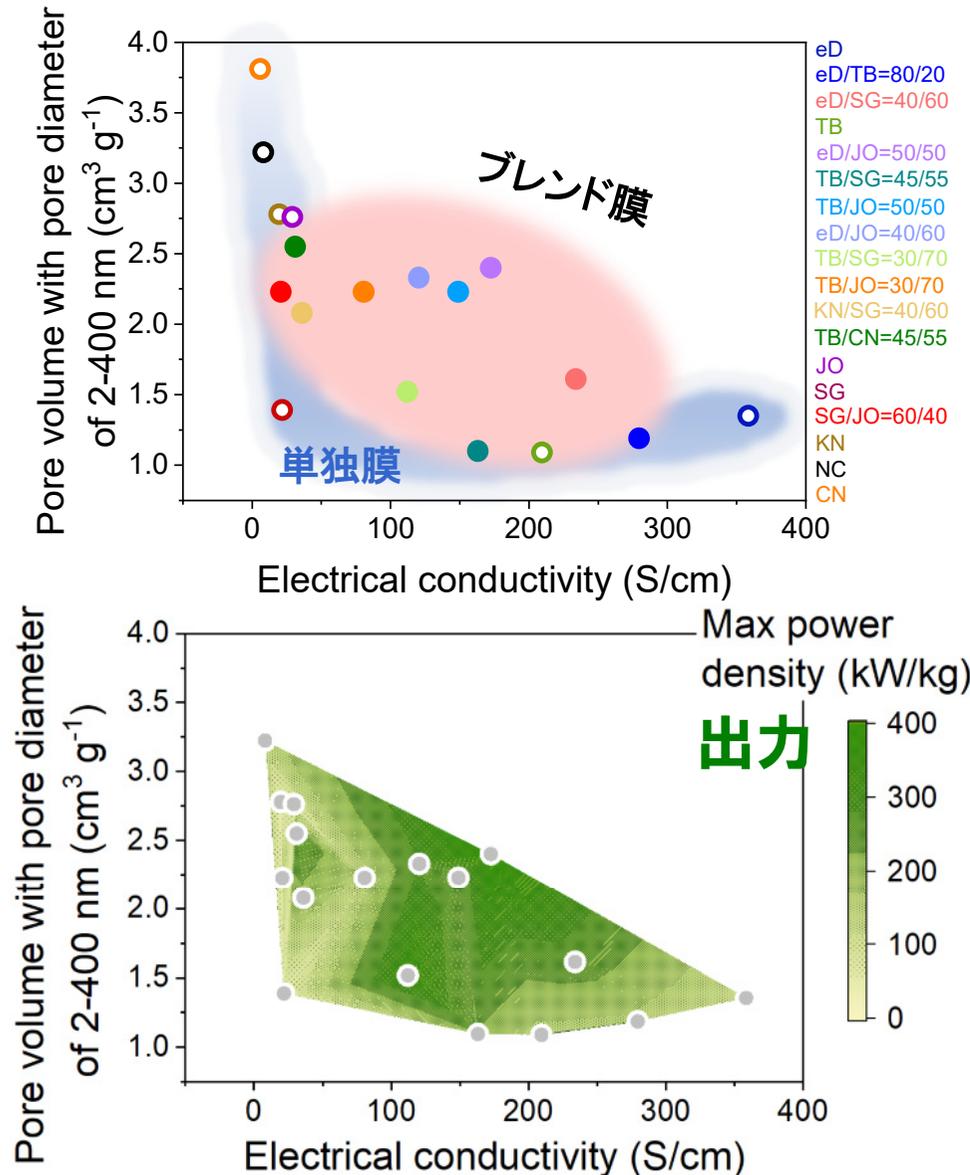
- ・h-BN上へのグラフェン積層法を開発
- ・局所電気特性法の開発
- ・h-BN上へ積層したグラフェンにより高移動度を実現 (>20,000cm²/Vs)



電子の電界効果移動度とラマンピーク強度比(I_{2D}/I_G)

主な成果: キャパシタ充放電速度を制御できるCNT膜を開発

穏和な分散プロセスを用いてCNT膜の導電率、細孔構造を制御



穏和な分散プロセス(ビーズミル)で作製したCNTアグリゲート2種のネットワーク構造

⇒高導電率と高細孔容積を兼ね備え高い出力を示すCNT膜 (パワー密度)

CNT膜 (厚さ ~120 μm)
電解液 1M H_2SO_4

ACS Appl. Energy Mater., 2021, 4, 9712–9720.

⑥ ナノ粒子合成

- ・ナノ粒子の構造・特性を精密に制御するプロセス技術の構築
- ・ナノ粒子分散ポリマー材料の開発に幅広く活用可能な基盤技術を開発

⑦ 混練・発泡

- ・製造プロセスでの装置小型化、DX化、オンライン／オンサイト計測技術の開発
- ・機械学習の適用などにより、試作サイクルを大幅短縮化
- ・計算シミュレーションや計測と連携し、高速試作のプラットフォームを確立
- ・スーパーエンブラ系ナノコンポジット、発泡ポリマーの開発における有用性を実証

⑧ フロープロセス

- ・選択性と効率性を両立したハイスループット触媒プロセスシステムの構築
- ・機能性化学分子の自在合成可能な連続かつ高選択的な触媒およびフローリアクター設計に関わるプロセス技術の開発

⑨ ナノカーボン材料：

- ・プロセスパラメーターと試作したナノカーボン材料の計測データセットを蓄積
+ AIによる計算データとの検証

⑨-1. 導電阻害要因解析のためのモデル構造体を作製、ドーピングで導電性が約20%向上

⑨-2. グラフェンRoll to Roll合成の高速化とhBN/グラフェン積層による高移動度実現

⑨-3. CNT複合材料の精密・高次構造制御試作プロセスの高度化・高速化を実現

以上