

超先端材料超高速開発基盤技術プロジェクト(超超PJ)
最終成果報告会

AI解析による熱硬化性樹脂フィルムの 研究開発

2022年1月19日(水)



昭和電工株式会社
佐藤 孝志

熱硬化型フレキシブル透明樹脂の市場

熱硬化型フレキシブル透明樹脂により、新たなICT機器、ウェアラブルデバイスの可能性を向上させる



フレキシブルディスプレイ

フレキシブルディスプレイの世界市場予測

	2018年	2025年
フレキシブルディスプレイ	3.5兆円	4.5兆円
	2018年	2022年
車載用曲面ディスプレイ	92億円	600億円

2022年市場規模予測

	生産量(km ²)	占有率(%)
PET	33,200	77.6
COP	8,000	18.7
耐熱樹脂 (ウレタンなど)	1,600	3.7

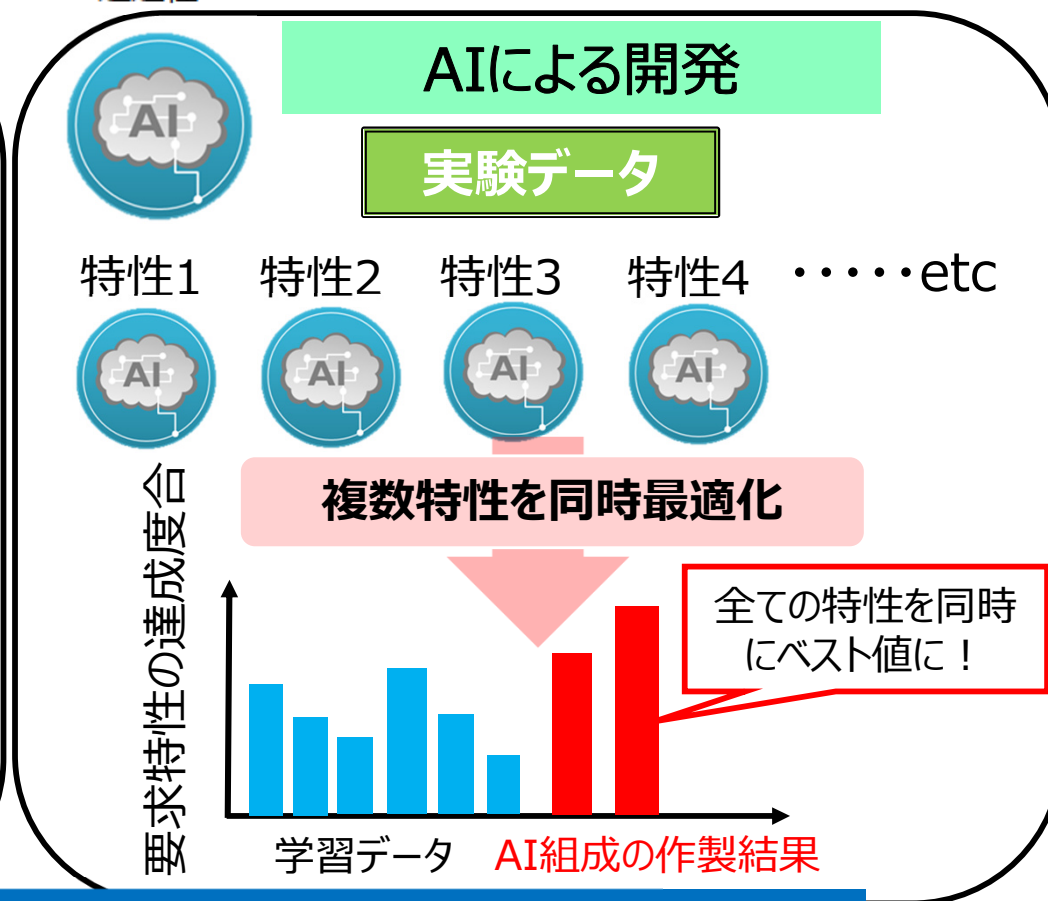
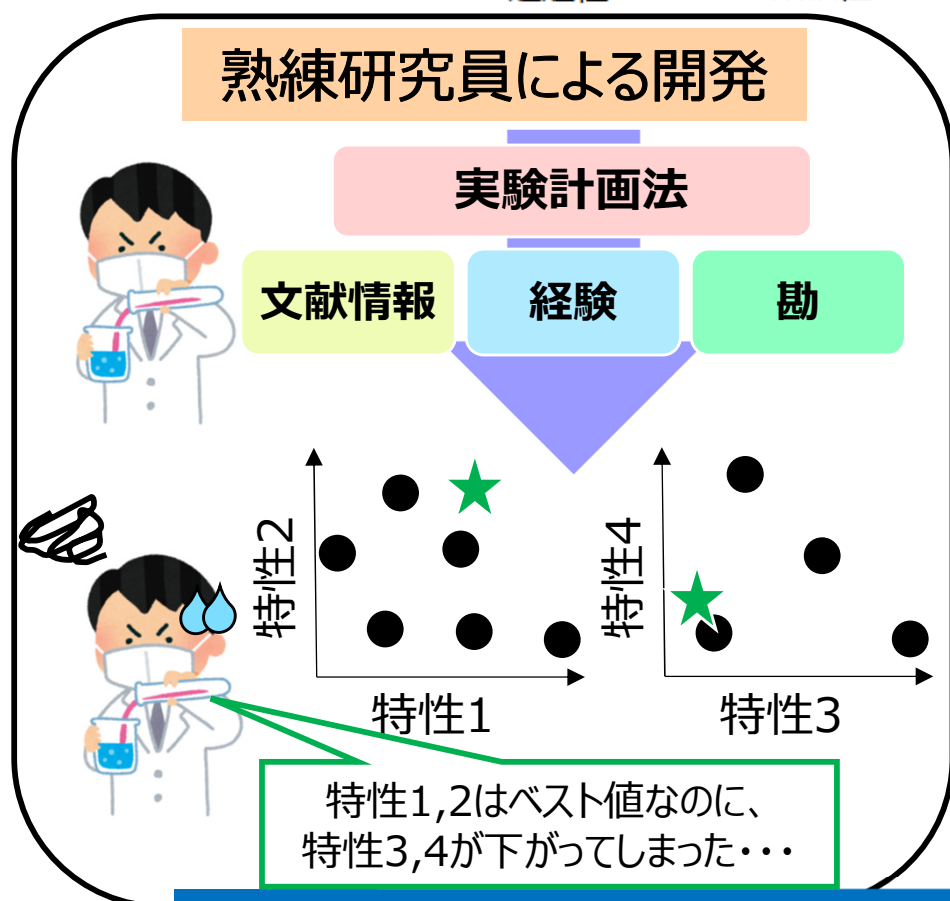
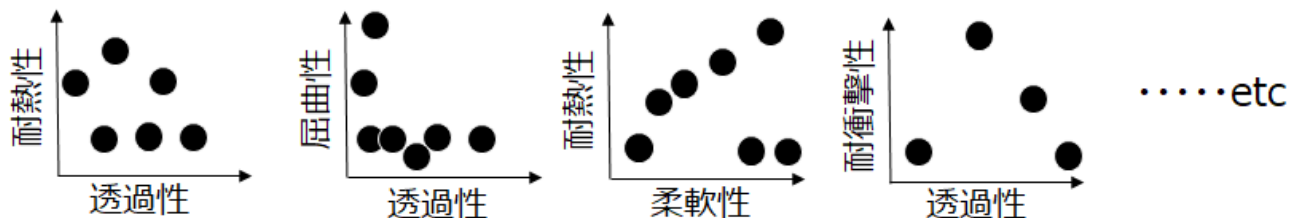
出典：富士経済（2018）, Grand View Research, Inc.(2019)

フレキシブル透明フィルムの市場は拡大傾向にある

人工知能(AI)による開発の加速化

要求特性：透過性、耐熱性、屈曲性、柔軟性、耐衝撃性……etc

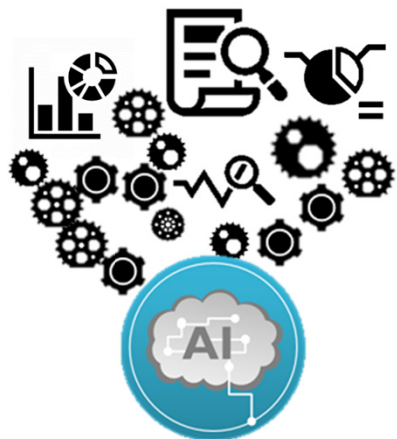
制御できるファクター：原料A、原料B、原料C … プロセス条件、触媒…etc



AIによる開発期間の大幅な短縮が可能である

AIとプロセスの連携 & 熱硬化型フレキシブル透明樹脂の目標

計算



- ・複数の要求特性に影響する因子の抽出
- ・要求特性を満たす原料配合比の提案

連携

プロセス



- ・高い精度で制御された樹脂ハイスループット合成 (フローリアクタ)
- ・組成、物性測定結果等のデータセット提供

【モデル素材】

ウレタン樹脂

【要求特性】

透過率 $\geq 85\%$

Haze 5%

引張伸び率 $\geq 50\%$

熱安定性 $\Delta T\% \leq 5\%$

(100°C、85°C-85%)

【用途先】

ウェアブルディスプレイ

車載ディスプレイ

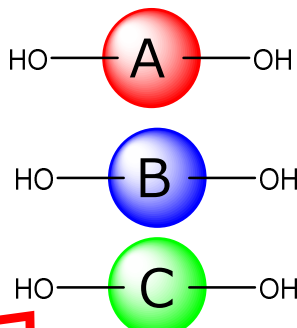


計算・プロセスの連携によりプロジェクト目標「開発期間1/20」を目指す

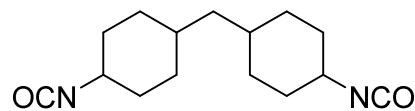
機械学習データ蓄積 種々のウレタンポリマの合成と物性測定



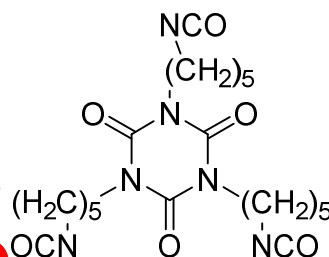
ジオールモノマー



ジイソシアネート



トリイソシアネート



1種類のみを使用

いくつかの組み合わせが存在

	Gr.1	Gr.2	Gr.3	...	Gr.X
diOLA	○	○			○
diOLB		○	○		
diOLC	○		○		
⋮					
⋮					
⋮					
diOLZ					○

種々のジオールモノマー種、組成比率のポリマー合成

屈折率

破断応力

伸び



熱硬化フィルムの作製



引張試験による機械強度データ取得

ジオールモノマーの組み合わせを操作して、物性値の最適化を進める

要求特性を満たす熱硬化性樹脂フィルム の開発期間を1/20にするために

AIを用いた開発の方向性

- ・予測精度の高いAIモデルの構築
- ・複数物性を同時に最適化する技術の開発
- ・勘と経験によるフィルムを上回るフィルム配合比の提案



原料配合比を最適化し、試行回数を低減する

例)

	透過率	破断応力	伸び
目標	98	50	150
フィルムA	99	20	100
フィルムB	97	60	120

フィルムAもBも要求特性の1つは達成しているが、どちらが良い？



プロセス面での開発の方向性

- ・機械学習データの取得・提供
- ・AIにより提案された組成を基に樹脂を合成、物性測定
- ・プロセスに適した固定化触媒の開発
- ・精密ポンプによる原料組成を自在制御したフローリアクタの構築



新しい材料開発スキームの実証をおこなう

試行回数の低減、新しい材料開発スキームによりプロジェクト目標達成を目指した

要求特性を満たす熱硬化性樹脂フィルム の開発期間を1/20にするために

計算

⑤ 深層学習・機械学習、離散幾何解析を用いた材料データの解析技術の開発

- 熱可塑性ポリマー物性予測方法を確立
- 熱可塑性ポリマー設計の効率化を検証
- 複数物性の同時最適化手法を確立
- 熱硬化性ポリマー設計の効率化を実証

設計方針

学習データ

プロセス

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開発

- カラム式フローリアクタによるウレタンプレポリマー取得を確認
- 物性評価技術の構築、データセット提供
- 評価データの拡充
- 逆問題解析による樹脂設計指針に基づいた樹脂合成へのアプローチ

計算・プロセス共に目標に向かって多くの取り組みを行った

$$T_p / T_t = 1 / 27$$

従来型開発 T_t

プロジェクト型開発 T_p

繰り返し
25回

文献調査・初期実験
勘と経験による配合比決定

1/25

計算による材料選定の効率化
AIによる材料選定

55
万件

サンプル試作
勘と経験による試作

1/1.1

プロセスによる試作の効率化
フローリアクタによる反応時間短縮

計測評価
勘と経験による評価

1/27

1401時間

51時間

プロジェクト目標「開発期間1/20」を達成した

対外成果： ■ 特許8件、■ 論文(書籍含む)11件、■ 発表21件、■ プレスリリース2件

日付	発表先	日付	発表先
2018/3/9	特許登録(特許第06633820号)	2020/4/13	プレスリリース
2018/4/3	2018MRS Spring Meeting(発表)	2020/6/4	2019MRS Fall Meeting(論文)
2018/5/21	2018MRS Spring Meeting(論文)	2020/6/10	JACI&GSCシンポジウム
2018/10/27	第41回 ケモインフォマティクス討論会	2020/6/10	特許出願(特願2020-101108)
2018/11/2	CTC Forum 2018	2020/7/14	京都工芸繊維大学内の講演会
2018/11/2	特許出願(特開2020-71827)	2020/9/25	JACI講演会
2018/11/25	2018MRS Fall Meeting(発表)	2020/10/21	CSJフェスタにて口頭発表
2018/11/28	プレスリリース	2020/11/1	工学院大学の講義
2019/1/24	2018MRS Fall Meeting(論文)	2020/11/27	2020MRS Fall Meeting(発表)
2019/1/21	工学院大学の講義	2021/2/2	自動車技術学会誌にて掲載
2019/3/20	高分子学会関東支部ワークショップ	2021/2/22	2020MRS Fall Meeting(論文)
2019/10/16	第9回CSJ化学フェスタ2019	2021/2/27	プラスチックにて掲載
2019/10/25	KRIクライアントコンファレンス&ワークショップ'19	2021/2/28	科学と工業にて掲載
2019/12/4	2019MRS Fall Meeting(発表)	2021/7/30	昭和電工統合報告書にて掲載
2020/2/17	(株)技術情報協会が主催する講習会	2021/7/30	技術情報協会にて掲載
2020/2/7	第4回元素ブロック研究会	2021/8/17	JFCAのセミナー
2020/2/2	東北大学大規模 公開オンライン講座(MOOC)	2021/11/12	京都工芸繊維大学の講義
2020/3/16	(株)シーエムシー・リサーチの書籍	2021/12/19	Pacificchem 2020
		2022/3/31	技術情報協会にて掲載(予定)

既知データでの検証

2018年11月：プレスリリース

「人工知能(AI)を用いてポリマー設計・検証サイクルの試行回数を大幅低減」

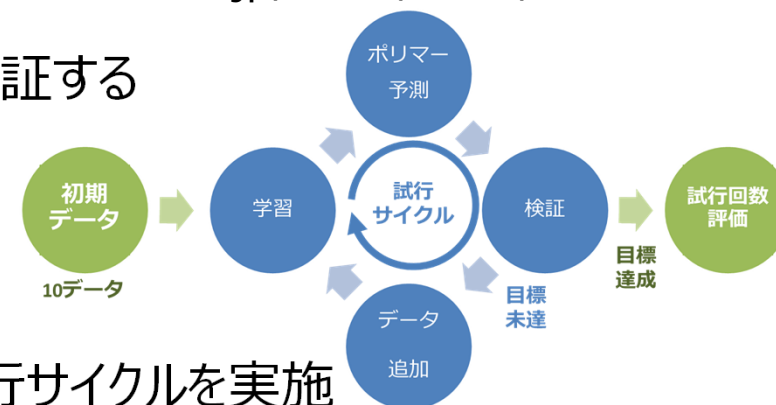
<https://www.sdk.co.jp/news/2018/27183.html>

目的

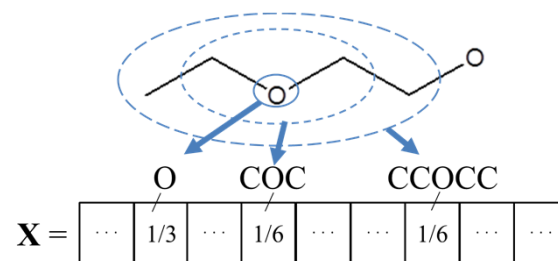
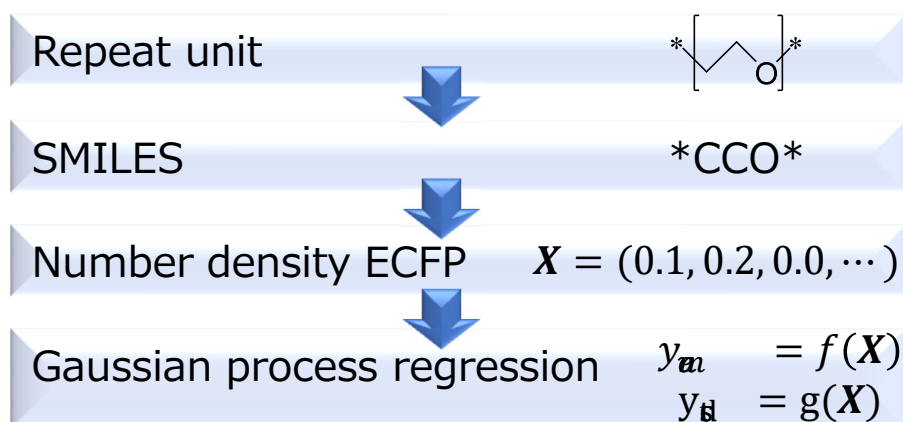
熱可塑性ポリマー設計の試行回数をAIで低減できる事を検証する

評価方法(ガラス転移温度が最大となるポリマーの探索)

- ① データベース(DB)を構築(417件)
- ② ランダムにポリマーデータを取得(10件)
- ③ 学習、最適ポリマー予測、結果検証、データ追加、の試行サイクルを実施
⇒ポリマーユニットを記述する新しい技術【数密度ECFP】を開発
- ④ ターゲットポリマーを見つけた段階で、サイクルを終了し、試行回数を評価



【数密度ECFP】技術の確立



- ある原子を中心に円を描く
- 円の中の部分構造の種類と割合を特定
- 1024次元のベクトルを構築

図は2020年の超超PJ成果報告会の資料より引用

既知データでの検証

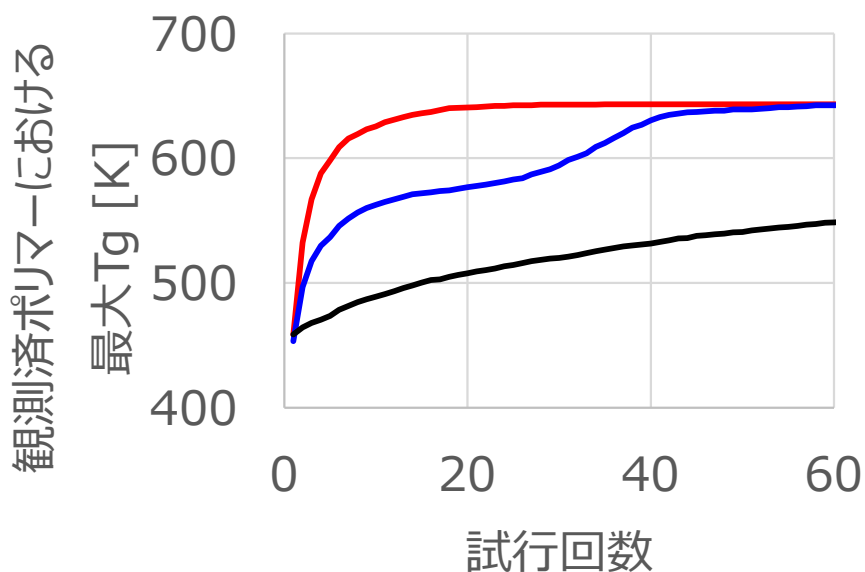
2018年11月：プレスリリース

「人工知能(AI)を用いてポリマー設計・検証サイクルの試行回数を大幅低減」

<https://www.sdk.co.jp/news/2018/27183.html>

検証結果

ベイズ最適化は、目標のガラス転移点を持つポリマーを速やかに発見した



試行回数の比較

	Number of trials
ベイズ最適化	4.6
通常の前測	24
ランダム選出	192

試行回数を1/42に
大幅低減

対外成果：特許2件、論文3件

- ・新規構造記述子「数密度ECFP」を発明し、特許出願(特許第06633820号,特開2020-71827)
- ・論文「T. Minami et al., *MRS Advances*, 2018, 3, 49, 2975-2980」 DOI: <https://doi.org/10.1557/adv.2018.454>
- ・論文「T. Minami et al., *MRS Advances*, 2019, 4, 19, 1125-1130」 DOI: <https://doi.org/10.1557/adv.2019.57>
- ・論文「K. Nakajin et al., *MRS Advances*, 2020, 5, 29-30, 1567-1575」 DOI: <https://doi.org/10.1557/adv.2020.266>

ベイズ最適化は材料設計の試行回数低減に有用であることが判明した

実証

2020年4月：プレスリリース

「人工知能(AI)の活用によりフレキシブル透明フィルム開発の迅速化を実証」

<https://www.sdk.co.jp/news/2020/37927.html>

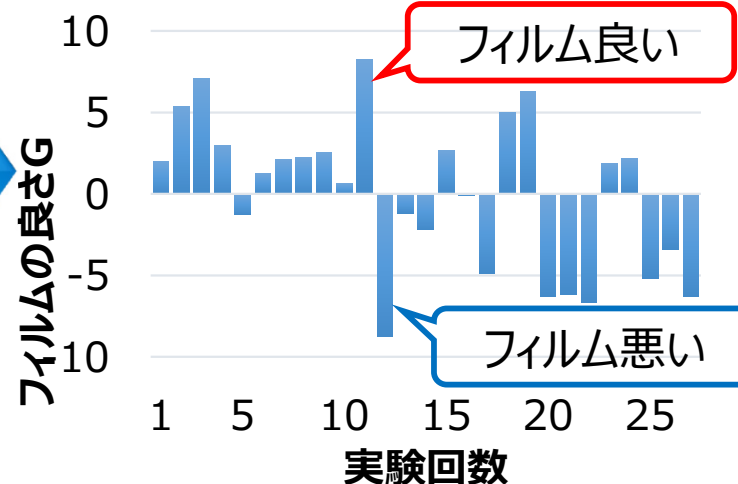
目的

要求特性を満たす(透過率、破断応力、伸びが最大)、
熱硬化性ポリマー設計の試行回数をAIで低減できる事を実証する

【複数物性の統合】技術の確立



$$G_i = \frac{1}{N} \sum_x \frac{x_i - \bar{x}}{\sigma_x}$$



評価方法



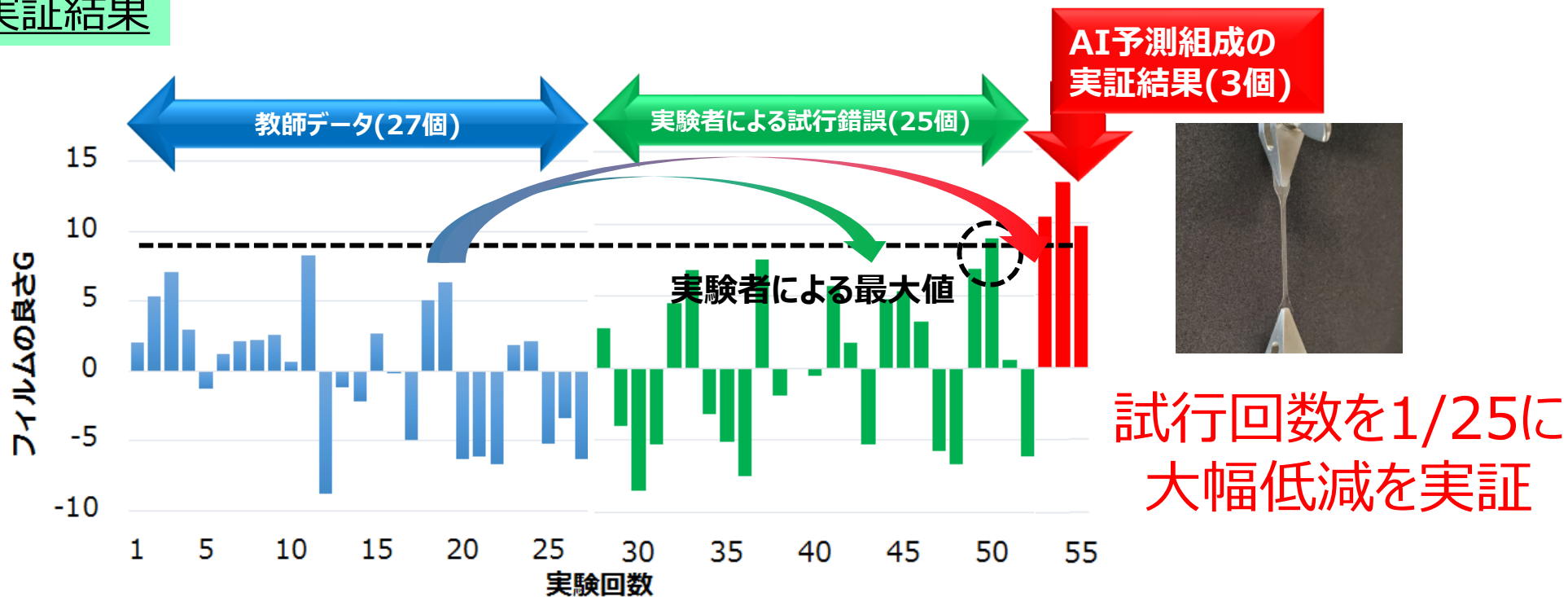
実証

2020年4月：プレスリリース

「人工知能(AI)の活用によりフレキシブル透明フィルム開発の迅速化を実証」

<https://www.sdk.co.jp/news/2020/37927.html>

実証結果



対外成果：特許1件、論文1件

- 偏差値概念を用いた評価関数を発明し、特許出願(特願2020-101108)
- 論文「K. Nakajin et al., *MRS Advances*, 2021, 6, 37-42」 DOI: <https://doi.org/10.1557/s43580-021-00029-w>

AIを活用することで試行回数を1/25に削減することに成功した

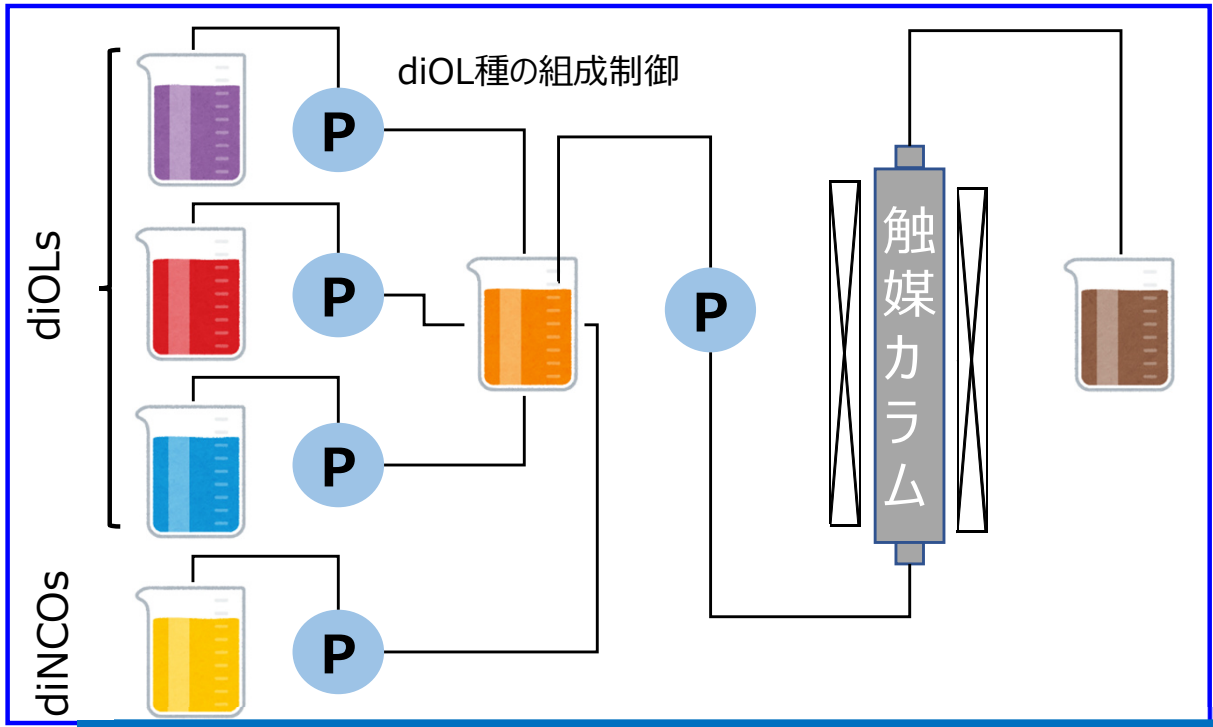
データ作成

評価スキーム構築により多量データセットを⑤AI解析に提供

[モノマー組成比]	[OH] _{DiOL-1~3} , [NCO]
[プレポリマー物性値]	Mw, Mw/Mn, 水酸基価
[光学、機械物性値]	nd(20), haze, 破断応力, 伸び
[モノマー構造]	DiOL-1~3, DiNCO, 硬化剤

→⑤AI解析
n>300

精密ポンプを用いたモノマー組成自在制御フローリアクタ装置を構築

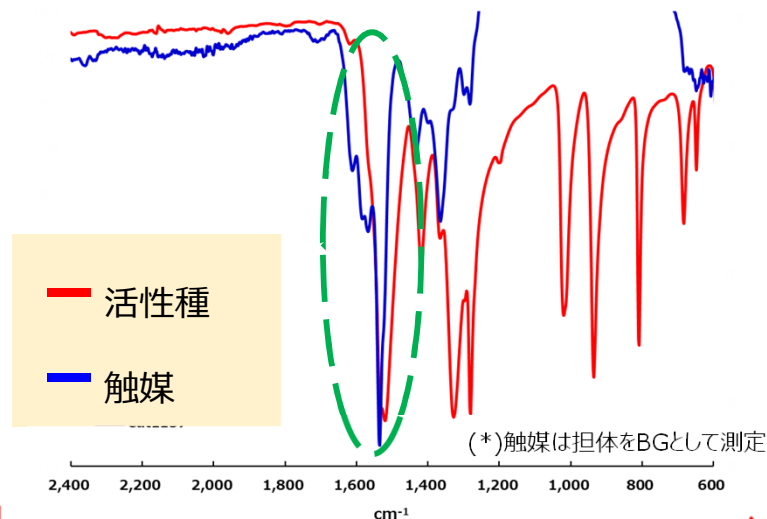
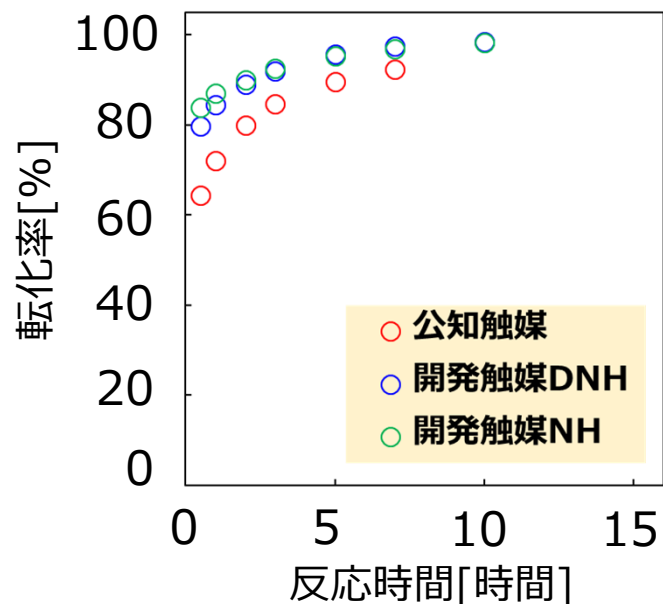


構築したフローリアクタ

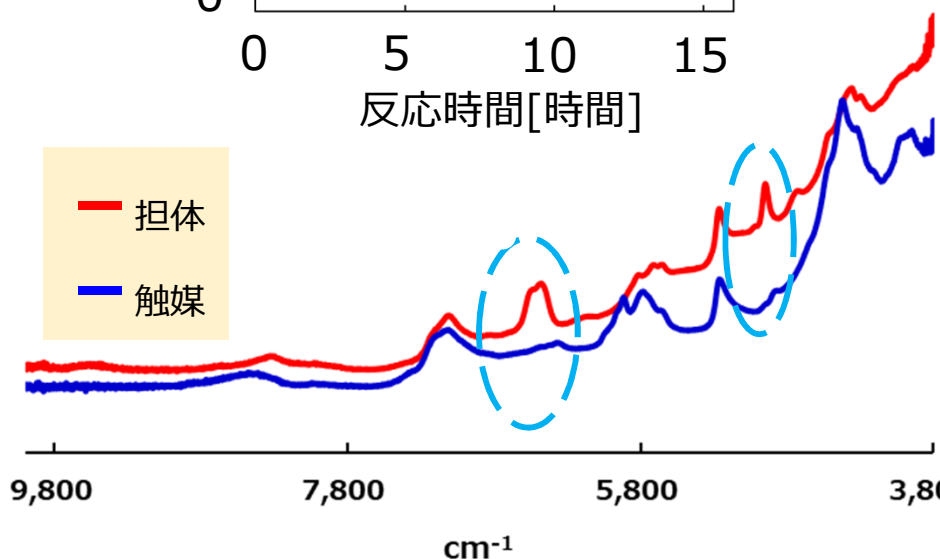
フローリアクタ装置の構築により実験データ生成の高速化を実現した

触媒開発

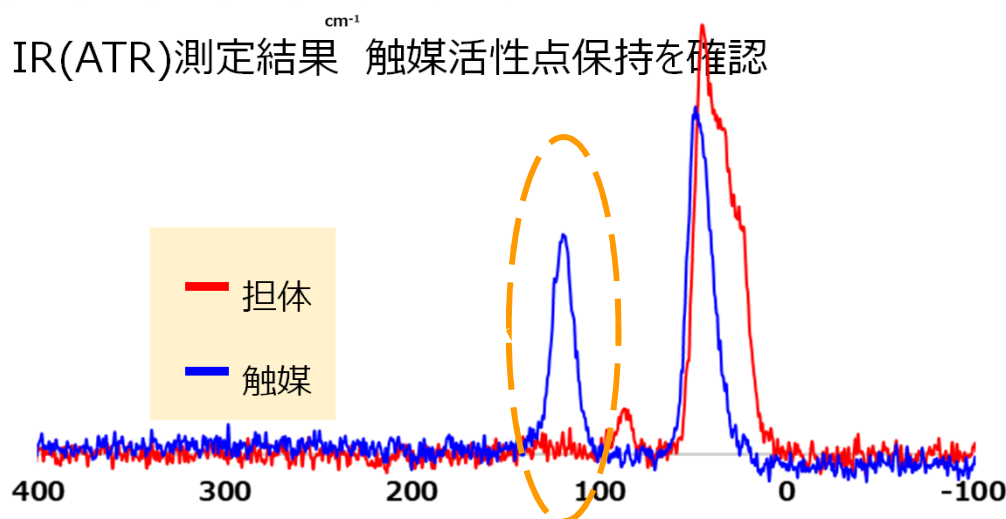
公知の触媒と比較して、高い転化率を示す固定化触媒を開発



IR(ATR)測定結果 触媒活性点保持を確認



NIR(反射)測定結果 担体表面の官能基消失を確認



DNP-NMR ¹⁵N CPMAS測定結果
活性種と担体表面との相互作用確認

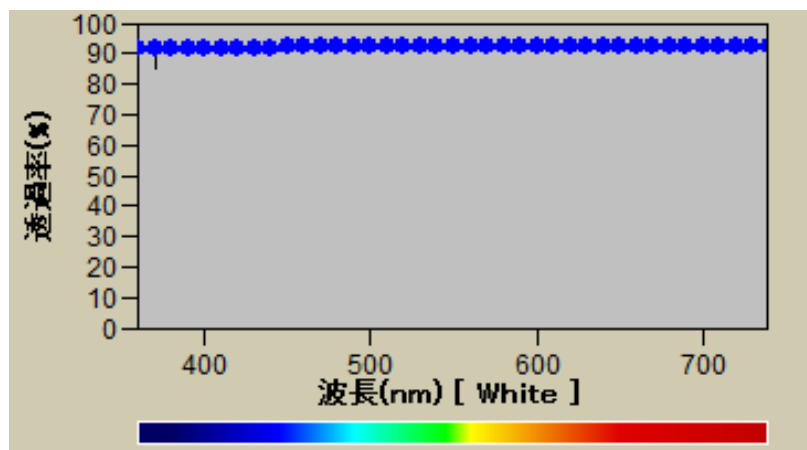
従来の触媒より高転化率の固定化触媒を開発した

フィルム作製

AIにより実験例のないモノマーの組み合わせで要求特性を満たす組成を提案し、検証実験を実施

	伸び [%GL]	透過率 [%]	Haze[%]
数値目標	$50 \leq$	$85 \leq$	≤ 5
実験結果	56.45	$90 <$	0.31

作製したフィルム



L*a*b*色空間	
L*	96.8
a*	0.01
b*	0.15



逆問題にアプローチし、要求特性を満たすフィルムを得ることに成功した

本プロジェクト成果の展開

開発した技術の活用可能性

- **数密度ECFP, Class ECFP** (特許第06633820号,特開2020-71827)
⇒任意の数の混合原料の最適化、データセットの少ない系の物性予測に活用可能
任意の数の混合原料の実例) **アリルエステル樹脂**(K. Nakajin et al., *MRS Advances*, 2020, 5, 29-30, 1567-1575)
データセットの少ない系での実例) **10件の学習データ ⇒ 4.6回の予測で最大値を達成**
(T. Minami et al., *MRS Advances*, 2019, 4, 19, 1125-1130, T. Minami et al., *MRS Advances*, 2018, 3, 49, 2975-2980)
- **偏差値概念を用いた複数物性の最適化技術** (特願2020-101108)
⇒要求特性が複数ある場合の最適化に活用可能
実例) **3つの目的変数**(透過率、破断応力、伸び) ⇒ 理論的に上限なし
(K. Nakajin et al., *MRS Advances*, 2021, 6, 37-42)
- **機械学習を研究開発に展開**
⇒各種材料・部材開発、生産安定性、品質安定性への活用

〈産総研〉

川田 正晃

〈昭和電工株式会社〉

奥野 好成、大森 和弘、室伏 克己、内田 博

中陳 巧勤、藤田 俊雄、南 拓也 (ADMAT研究員)

以上