

# マテリアル・プロセスイノベーション(MPI)プラットフォーム セラミックス・合金拠点(産総研中部センター)での取り組み



産業技術総合研究所

松原 一郎

## 1 はじめに

内閣府の統合イノベーション戦略会議では我が国のマテリアル革新力の強化が謳われ<sup>1)</sup>、産学官の強固な連携と、大企業から中小企業までが一体となって世界に先駆けた新しいマテリアル開発基盤を構築することが重要視されている。これらを実現するために、経済産業省は製造プロセス技術の更なる高度化を目指した研究開発力強化のため、2020年度補正予算においてオープンイノベーション拠点整備事業を立ち上げた。産業技術総合研究所(以下「産総研」)の材料・化学領域では、この補正事業において最先端研究装置群を核としたマテリアル・プロセスイノベーション(MPI)プラットフォームを構築し<sup>2)</sup>、先端プロセス技術の開発、データ駆動型材料研究開発、さらにはマテリアル開発人材の育成などに取り組んでいる。本プラットフォームでは、製造プロセスデータを収集し、活用するための基盤(設備やネットワーク)を拠点に整備し、企業や国プロなどとの共同研究で蓄積されたデータを活用することで製造プロセスを効率的に最適化するプロセス・インフォマティクス(PI)に関わる基盤技術を創出する。具体的には、「先進触媒(つくばセンター)」、「セラミックス・合金(中部センター)」、「有機・バイオ材料(中国センター)」の3分野において、産総研が持つ製造プロセスのポテンシャルを活かしたMPIプラットフォーム拠点が構築さ

れた。本稿では、この中で中部センターに構築された「セラミックス・合金拠点」の概要や特徴を紹介する。

## 2 マテリアル革新力強化戦略

我が国の国際的な産業競争力が低下している中においても、強みとして維持しているのが材料・素材分野である。強みをさらに強化するという観点で、2020年4月に「マテリアル革新力強化のための戦略策定に向けた準備会合」が内閣府に設置され、経済産業省と文部科学省が連携して、統合イノベーション戦略2020および第6期科学技術基本計画への提案を視野に入れた検討が行われた。2020年6月にはマテリアル革新力強化のための政府全体の戦略策定に向けた基本的な考え方、および今後の取組の方向性などが提示され、この内容を含む統合イノベーション戦略2020が2020年7月に閣議決定された。この中で、我が国が戦略的に取り組むべき基盤技術として、新たに「マテリアル」が、「AI技術」、「バイオテクノロジー」、「量子技術」と同列に位置づけられた。この「マテリアル」の中には、データを基軸としたマテリアルDX(デジタル・トランスフォーメーション)プラットフォームの実現に向けた研究開発を産学官の協力で進めることが目標として明記されている。2021年4月に決定された「マテリアル革新力強化戦略」では、「プロセス・インフォマティ

Ichirou MATSUBARA (産業技術総合研究所 中部センター 所長)

〒463-8560 愛知県名古屋守山区桜坂4丁目205番地

E-mail : matsubara-i@aist.go.jp

\* 令和4年11月26日から、上記の新たな町名となりました

クス(PI)の基盤技術確立とプロセスイノベーションプラットフォームの構築」がアクションプランと目標の一つとされており、その重要業績評価指数(Key Performance Index:KPI)として「① 2021年度までに、産業技術総合研究所地域センターをコアとしたプロセス・イノベーション・プラットフォームを全国3か所以上で整備、② 2024年度までにプロセスイノベーションプラットフォームの産学利用件数が40件以上」、が明記されている<sup>3)</sup>。

PIの基盤技術としては、2026年度を目途に、最先端計測・解析技術を活用・高度化し、一貫通貫の製造プロセス設備と連携させることで製造プロセスをデータ化し、AIモデル・プロセスシミュレーションを活用した、プロセスの普遍化・高度化のためのPIの基盤技術を構築することが目標となっている。併せて中小・ベンチャー企業を中心とした産業界に対して、MPIプラットフォームを活用したデータ駆動型研究開発・人材支援を実施し、開発技術の迅速な社会実装を促進することも目標となっている。

### 3 セラミックス・合金拠点

#### 3.1 概要

上記の「マテリアル革新力強化戦略」の目標に沿って、2020年度補正予算事業としてMPIプラットフォーム拠点が産総研のつくばセンター「先進触媒」、中部センター「セラミックス・合金」、中国センター「有機・バイオ材料」に整備され、2022年4月に開所を迎えた。この中で、本稿は中部センターに設置された「セラミックス・合金拠点」の内容を中心に紹介する。

中部センターに整備したセラミックス・合金拠点は、高い世界シェアを持っている日本のセラミックス・金属材料を活用する製品素材産業への貢献のために新たな素材開発や部品技術の試作開発支援を可能とする機能を備えている。本拠点を活用し、新たな製品開発に必要な素材試作や、それらの社会実装を加

速するなどの開発支援、部素材開発に必要なデータを取得可能な研究開発基盤創出などを整備しており、セラミックス・合金開発が必要な産業界に広く活用いただくために設立した。

高度なデジタル社会に必要な次世代電子部品分野や、電動化が進む自動車や航空宇宙機器などのモビリティ分野や脱炭素化・環境・エネルギー分野などに利用されるセラミックス・合金などについて、原料となる粉体の合成から部素材の作製に至るまでの合成・成形・加工、焼結、成膜などのプロセスや部素材の評価を一か所で実施することが可能な試作装置群と分析評価装置群を備えた拠点として整備した。例えば、新たな機能特性や構造特性の向上を目指し、電磁波を用いた新規粉体合成、3D積層造形技術を用いたセラミックス複雑形状部材開発、セラミックス低温焼結技術を用いたデバイス開発、電子部品・ヘルスケア・構造材料などのセラミックス部材の信頼性や健全性の評価、磁性材料などを中心としたPIを活用する開発に対応可能な各種データ収集型の装置を整備し、セラミックスおよび合金などの機能系や構造系材料への展開を図り、開発期間の短縮を目指した支援を実施する。

ファインセラミックスや合金などの原料・成形・焼成から物性評価まで一貫通貫(図1)で用意した装置群を利用し、製造プロセスと物性情報をシームレスに結びつけ、原料・成形・焼成と製品に必要な部材試作・開発にいたる一連のプロセスを実際に試し、企業ニーズに沿った評価へ幅広く対応することが可能です。さらに、製造プロセス解析や材料評価を熟知した研究者が様々なアドバイスをを行うことで、企業単独では対応できない実験や信頼性向上のためのデータ計測結果を取得し、企業へ持ち帰り、各社での製造プロセスの改良にフィードバックさせることも可能となる。製造プロセスのファーストトライなど企業での困りごとへの様々なニーズに対応する。

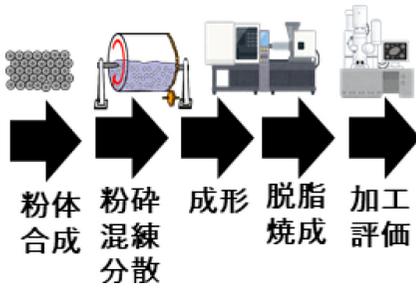


図1 原料合成から焼成・評価に至るまでのプロセス全体を一気通貫で開発

### 3.2 施設・主要装置

#### 3.2.1 施設

産総研中部センターにトータル約1200平米の実験スペースを「セラミックス・合金拠点」のための拠点として整備した。メインスペースとして、実験棟1階の約1000平米のスペースに合成、成形、焼成、評価の各装置群を順番に配置した(図2)。「セラミックス・合金拠点」では新規に購入した装置28台に加え、中部センターがすでに保有している既存装置60台を当該拠点の装置として登録する共に、拠点スペースに再配置することで、一連のプロセス・評価装置群を整備した。なお、「セラミックス・合金拠点」では当該事業での新規導入装置の選定にあたり、中部地域の中小・中堅企業および公設試の皆様からご意見を伺い、これを反映した。

さらに、通常の実験スペースだけでなく、水素などの可燃性ガスやアンモニアなどの毒性ガスを用いたプロセス装置を導入するために、中部センターの既存の大型実験棟(工場棟)内に約100平米の広さのパネルルームを新たに設置し、各種センサを設置することで、これらの実験を安全に実施できる施設も設置した。上記の各種ガスを使用する、粒子合成装置、薄膜製造装置、燃料電子セル評価装置を当該施設内に設置して利用している。

各種プロセスデータ収集のために、新しいシステムを導入した。ネットワークに接続した装置からデータを収集することができる。

収集したデータは一旦中部センターのサーバーに保存した後、産総研つくばセンターのサーバーに送信し、ここで保存されることになる。また、本システムは装置稼働状況などが確認できる「あんどん」システムも有している(図3)。

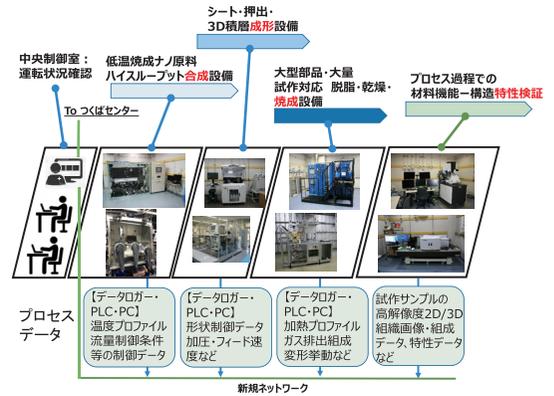


図2 プロセス装置・評価装置およびデータ収集ネットワーク



図3 プロセスデータ収集システム

#### 3.2.2 装置紹介

「セラミックス・合金拠点」で新たに導入したいくつかの装置の用途、仕様などを下記に紹介する。

##### 噴霧凍結造粒装置(写真1)

【機能】原料液を超低温環境下で瞬間的に凍結させて凍結造粒体を作製し、これを凍結乾燥(昇華)させることにより、球形で流動性に優れた顆粒を製造するな粉体造粒装置。易解

砕型(易混練・分散型)のセラミックス・合金顆粒体などの作製および検討が可能。セラミックスや金属以外に、有機物や繊維形状粉体などの顆粒体の作製および検討が可能。この顆粒を用いることにより、欠陥の少ない成形体や焼成体の作製が可能。

【主な仕様】スラリーを2流体ノズルで噴霧し、気流により液滴を冷却して凍結させた凍結顆粒を作製可能。冷却温度は $-20^{\circ}\text{C}$ 以下。1バッチあたり2Lの凍結顆粒を作製可能。



写真1 噴霧凍結造粒装置

#### 部品試作用三次元粉末積層造形装置(写真2)

【機能】バインダージェット方式により複雑形状からなる部品の試作などが可能。金属やセラミック、複合材料、鋳造用砂など幅広い材料を用いての造形が可能。金属やセラミックスなどの材料における三次元積層造形体の試作および検討が可能。



写真2 部品試作用三次元粉末積層造形装置

#### 【主な仕様】

- ・バインダージェット式の粉末積層造形装置
- ・造形ボックス：160 mm×65 mm×65 mm
- ・バインダー噴射量：10～80 pLの範囲内で可変
- ・積層ピッチ：50～200  $\mu\text{m}$ の範囲内で可変
- ・リコート後粉体層表面の粗さをその場計測可能

#### 異種材料複合化装置(写真3)

【機能】異種無機材料を積層および複合化することが可能。理想的な異種材料界面を簡便に形成可能であり、新規材料のデバイス適用可能性を迅速に検討することが可能。酸化物や窒化物のような高融点セラミックス材料の製膜が簡単に実施可能であり、原料組成と薄膜組成のずれが少なく、真空中でアブレーションさせるので、コンタミネーションが少ないのが特徴。

【主な仕様】50 mm四方の面積に1時間で10  $\mu\text{m}$ を超える蒸着可能



写真3 異種材料複合化装置

#### マルチスケール気相成長装置(写真4)

【機能】セラミックスや金属などの多様な形態の部材表面に無機薄膜・厚膜を合成可能。原子層堆積(ALD)方式と化学気相成長(CVD)方式でのマルチスケールな成膜が最大2インチサイズの基材に対して可能。光エネルギーの援用によりプロセスの低温化も期待できる。各種の有機金属原料、水素・アンモニア・メ

タン・酸素・水蒸気などのプロセスガスを使用可能。原子層レベルの高品質薄膜から100ミクロン以上の厚膜の合成が可能であり、表面/界面構造のオンデマンド設計が可能。

#### 【主な仕様】

- ・基板サイズ：最大φ2インチ
- ・基板加熱機構温度：室温～800℃
- ・到達圧力  $1 \times 10^{-4}$  Pa以下(非加熱時)
- ・プロセスガス：不活性ガス、水素、酸素、アンモニア、メタン、水蒸気
- ・原料：各種有機金属原料



写真4 マルチスケール気相成長装置

#### 低温焼結プロセス装置(写真5)

【機能】低湿度、低CO<sub>2</sub>など雰囲気制御した環境で、セラミックスシートを低温で製造する装置。化学反応を伴う低温セラミックス製造プロセス(化学焼結やコールドシンタリングプロセス)に対応。原料の調整から成形、熱処理までを一貫した雰囲気中で処理可能。



写真5 低温焼結プロセス装置

#### 【主な仕様】

- ・結合剤添加フリーのセラミックシート成形プロセスに適用可能
- ・100 mm角サイズの自動熱プレスをさまざまな雰囲気中で処理可能

#### 次世代電子材料向け絶縁高伝熱セラミックス基板製造等の特殊焼結炉(写真6)

【機能】非酸化物セラミック部品の試作が可能。常用2400℃、最高使用温度2500℃の高温仕様で流量・圧力はデジタル制御。ホットプレスも可能。

#### 【主な仕様】

- ・プレス総圧力  $9.8 \times 10^4$  N(10 ton)
- ・試料ケース内径寸法(mm) φ140×100 H
- ・ダイス寸法(mm) φ150×φ80×120 H
- ・窒素中加熱温度 最高2300℃(常用2200℃)
- ・アルゴン中加熱温度 最高2500℃(常用2400℃)
- ・均熱 ±10℃(at 2200℃)、昇温時間 90 min.(常温～2200℃)試料ケースのみ
- ・温度調節 PIDデジタルプログラム調整器
- ・真空度  $6.65 \times 10^{-3}$  Pa、雰囲気ガス N<sub>2</sub>、Ar、雰囲気圧力 0.92 MPa



写真6 次世代電子材料向け絶縁高伝熱セラミックス基板製造等の特殊焼結炉

#### AFM-ラマン分光分析装置(写真7)

【機能】セラミックス材料の原料から最終製品における組成、結晶構造、応力歪などの構造情報をナノ～サブミクロンスケールの空間

分解能で取得して解析。AFMとラマン分光が同時測定可能。高空間分解能(>数nm)かつ高感度で試料表面の分光分析およびイメージングが可能。無機・有機を問わず、様々な構造・化学情報の取得が可能。

#### 【主な仕様】

- ・紫外～可視領域における高いスペクトル分解能
- ・ナノ～サブミクロンスケールの空間分解能



写真7 AFM-ラマン分光分析装置

## 4 PIの研究事例

機械学習を用いたPIの研究事例は今後「セラミックス・合金拠点」を活用して積み重ねていくことになるが、先行している事例を紹介する。一つは磁性材料の開発に機械学習を適用するケースである。例えばSm-Fe-N系の磁性材開発における窒化プロセスでのプロセス条件と生成した材料の特性との相関予測するモデルをニューラルネットワークで構築した<sup>4)</sup>。当該モデルでの予測値は実測値と良い相関を示している。また、ボールミリングプロセスにおける処理時間と添加物量の最適化には、ベイズ最適化を適用して10回程度の実験で、ほぼ最適な条件を見出すことにも成功している。

窒化ケイ素セラミックスの壊れにくさを高精度で予測するAI技術を使って、求める特性をもつ窒化ケイ素セラミックス組織のモデル画像を生成することに成功している<sup>5)</sup>。窒化ケイ素セラミックスは電力の変換と制御の高効率化を可能とすることから次世代電気自動車などのパワーモジュール基板への普及が期待されている。我々は、窒化ケイ素セラミ

ックスの微細な組織画像と破壊靱性に関する実験データをニューラルネットワークで学習させることで破壊靱性を高い精度で予測すると共に、窒化ケイ素セラミックス組織のモデル画像を生成する技術を開発した。

その他、ランダムフォレストを全固体燃料電池の作製プロセス最適化へ適用した事例や、ガスセンサの製造プロセスとセンサ特性との関連をニューラルネットワークでモデル化した例などセラミックスや合金のPIに関する研究を進めている。

## 5 データの取り扱い

MPIプラットフォームの根幹をなすものは、設置された製造装置および先端計測装置から得られたデータになる。これらから得られたデータをもとに、機械学習を活用し、プロセスの普遍化・高度化のためのPI基盤技術を構築することになる。この基盤技術を産業界で広く利用いただくために、産総研ではMPIプラットフォームを活用することによって集積されたデータに基づき、機械学習を用いたモデル化を行い、製造プロセスの高度化に結び付けるデータ駆動型材料設計を行える場を提供する。そのためにはMPI事業で導入された装置を用いてデータを収集することが不可欠になる。

しかしながら、製造時における各種プロセスデータは研究機関においても生命線である。本事業では他のネットワークにつなげることなく独立したサーバーを設置し、データの外部流出を防ぐとともに、同一サーバー内においても各研究対象のデータ領域を設定することにより、他研究機関からのアクセスはできないようにしている(図4)。また、各研究機関から提供可能なデータを頂くことにより、元のデータとは紐付けを行わずにモデルを構築するための素材として用いて、基盤PIモデルを構築する。このモデルに関してはデータを提供していただいた研究機関にも公開して活用を図る。また、この基盤PIモデルに各研

究機関独自のデータを上乗せすることにより研究機関毎に改良されたPIモデルを提供することも可能である。

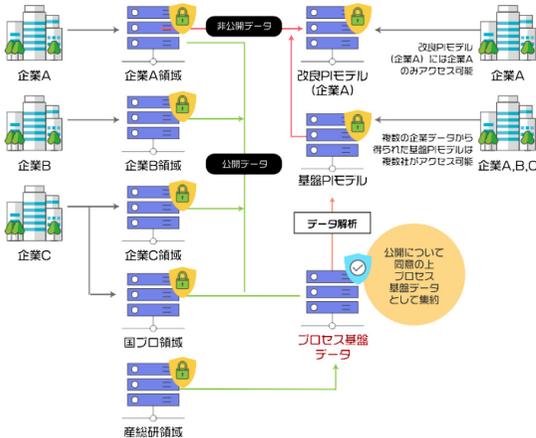


図4 MPIプラットフォーム事業におけるデータ管理

## 6 おわりに

MPIプラットフォームの利用においては、産総研との共同研究契約あるいは技術コンサルティング契約が必要となる。前者は通常のコラボレーションのための契約であり、後者は知的財産が発生しないことを前提に、公開情報のみに基づいてコンサルティングを行うことで、

より簡便に契約ができるように約款方式となっている。何れにしてもMPIプラットフォームの窓口にご相談いただきたい<sup>6)</sup>。

## 参考文献

- 1) 内閣府, “統合イノベーション戦略2020”, <<https://www8.cao.go.jp/cstp/tougosenryaku/2020.html>>, (2020年7月17日閣議決定).
- 2) 産業技術総合研究所 材料・化学領域, “MPIプラットフォーム”, <<https://unit.aist.go.jp/dmc/platform/MPI/index.html>>, (2022年10月31日確認).
- 3) 内閣府, “マテリアル革新力強化戦略”, <<https://www8.cao.go.jp/cstp/material/material.html>>, (2021年4月決定).
- 4) 細川裕之, “機械学習によるSm-Fe-N系磁石材料特性予測モデル”, 金属, **90**, 36 (2020).
- 5) R. Furushima, Y. Maruyama, Y. Nakashima, M. C. Ngo, T. Ohji, M. Fukushima, *J. Am. Ceram. Soc.*, (2022).
- 6) 産業技術総合研究所 材料・化学領域, “MPIプラットフォーム：お問い合わせ”, <<https://unit.aist.go.jp/dmc/platform/MPI/contact/>>, (2022年10月31日確認).