

# KISTEC NEWS

Vol.18

〈特集〉

## 巨大負熱膨張材料の 産業化と、樹脂複合化による 熱膨張制御技術の確立と普及

### CONTENTS

P.2 **特集**：巨大負熱膨張材料の産業化と、樹脂複合化による熱膨張制御技術の確立と普及

P.4 **研究紹介**：実環境下の内部構造変化の観察が導く材料の高機能化と高信頼性化

P.6 **KISTEC 設備ナビ**：万能材料試験機

P.7 **情報・生産技術部**：機械学習を利用して、ものづくりに関する現象解明に取り組んでいます

P.8 **研修・教育講座のご案内**／テクニカルショウヨコハマ 2022 出展のお知らせ  
土屋明久主任研究員、国際電気標準会議(IEC)の「IEC1906賞」を受賞！／メディアで話題の「ゼオライト軽石」に関する研究成果について



# 巨大負熱膨張材料の産業化と、樹脂複合化による熱膨張制御技術の確立と普及

有望シーズ展開事業 「次世代機能性酸化物材料プロジェクト」  
プロジェクトリーダー 東 正樹

ナノテクノロジーの発展に伴い、熱膨張にともなう様々な問題が顕在化しています。半導体製造や光通信などの精密な位置決めが必要とされる場面では、熱膨張抑制のための高度空調に膨大なエネルギーが浪費されていますし、金属・セラミックス・樹脂などの熱膨張係数の違いは、異種接合界面の剥離や断線といった深刻な障害につながります。本研究では、金属間電荷移動による巨大な負の熱膨張を示す材料を用い、こうした熱膨張を抑制する技術の確立と普及に取り組んでいます。

## KISTECの研究テーマはどのようなものですか？

KISTECでは、既に材料として確立している $\text{BiNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  (BNFO)の合成手法改善に取り組んでいます。この材料は、低温ではBiが3+と5+、Niが2+という電荷分布を持ちますが、昇温すると $\text{Bi}^{5+}$ と $\text{Ni}^{2+}$ の間で電荷の移動がおり、 $\text{Bi}^{3+}$ 、 $\text{Ni}^{3+}$ の組み合わせになります。Niの酸化数が増えることでNi-Oの結合が収縮するために、約3%の体積収縮が起こります。環境負荷を低減した合成法を開発し、製造を担う日本材料技研株式会社へ技術移転しています。また、更なる新負熱膨張<sup>※1</sup>物質の開発も行っています。

こうした環境調和機能性材料の開発を進め、神奈川県内の企業をはじめ

め、地域産業の発展を目指します。

## 研究の進捗状況、現段階での成果について教えてください。

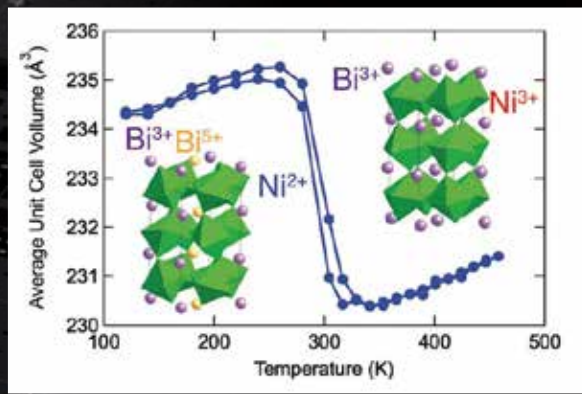
BNFOは、当初は原料を硝酸塩に溶解した後に蒸発乾固することで前駆体を作っていました。この方法では硝煙の発生が激しくて工業化できないため、硝酸を用いないプロセスを開発しました。また、温度履歴がなく、BNFOよりも優れた負熱膨張特性を持つ $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x\text{NiO}_3$ や、7.9%もの体積収縮を示す $\text{Pb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{VO}_3$ などの新負熱膨張物質も発表しています。最近では、145K～345Kの広い温度範囲にわたって6.7%の体積収縮を示す $\text{Ca}_2\text{RuO}_4$ の負熱膨張メカニズムを解明して、プレスリリースを行いました。

## 研究開発成果はどのように活用されますか？

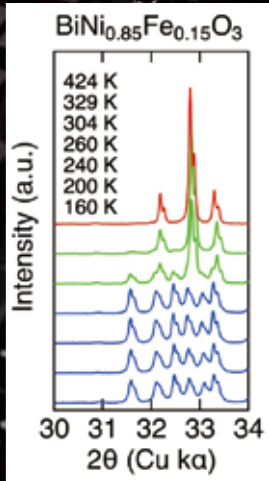
負熱膨張材料は、樹脂と複合化したゼロ熱膨張構造材料として、高精細半導体製造装置をはじめとする光学機器や工作機械に使う事が想定されています。半導体のパッケージでは熱膨張の小さい $\text{SiO}_2$ を樹脂と混合することで熱膨張を抑制していますが、この方法ではゼロ熱膨張は実現できません。負熱膨張材料を用いる事で、任意の値に熱膨張率を調整可能です。また、BNFOは負熱膨張を起こすと同時に絶縁体から金属に転移するため、圧力変化を検知するセンサーなどへの応用も考えられます。

### ※1 負熱膨張

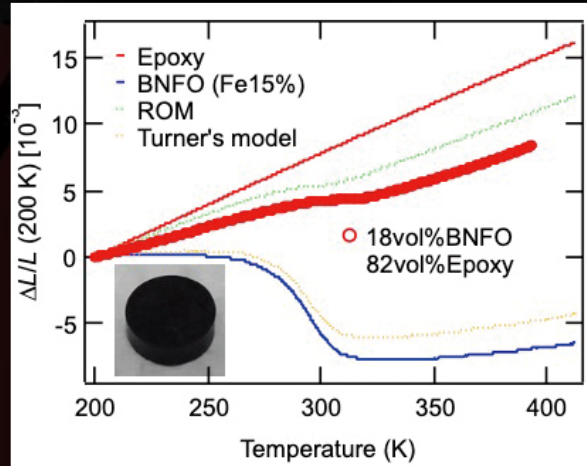
通常の物質は温めると体積や長さが増大する、正の熱膨張を示す。しかし、一部の物質は温めることで可逆的に収縮する。こうした性質を負熱膨張と呼び、ゼロ熱膨張材料を開発する上で重要である。



BNFOの負熱膨張。BiとNiの間の電荷移動でNiの価数が2+から3+に増えることでNi-Oの結合が収縮し、結晶構造全体の体積が減少する。



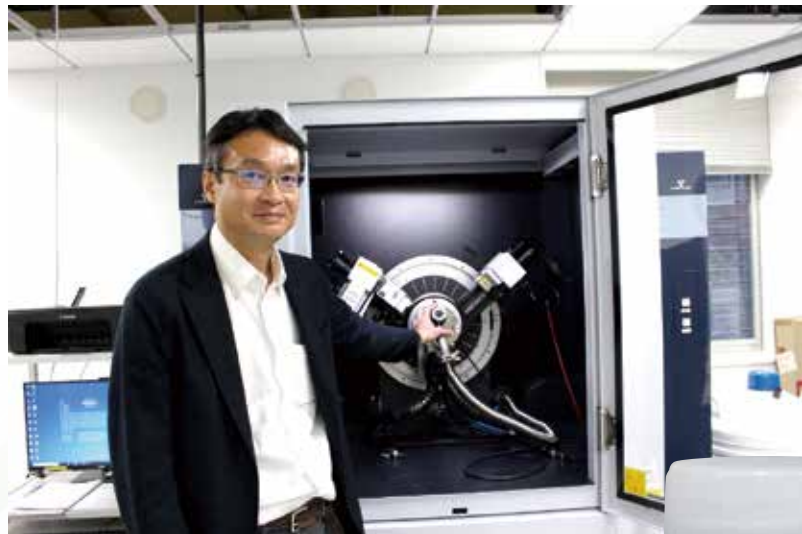
BNFOの粉末X線回折データ



エポキシ樹脂-BNFO複合材料の熱膨張。室温近傍でゼロ熱膨張が実現している。

## 今後の展開などがあれば教えてください。

現在は、日本材料技研株式会社によるBNFOの外販が始まったところで、徐々に販路を拡大しています。一方で樹脂との複合化にもノウハウが必要で、負熱膨張特性を最大限活用するための技術はまだ未成熟です。負熱膨張フィラーと樹脂の界面の接合の改善や、複合材料の熱膨張率を予測する理論の構築など、課題は山積みです。これからは、販売先の顧客企業とも共同研究を行い、巨大負熱膨張材料を用いた熱膨張抑制技術を確立し、その普及に努めたいと思います。新しい負熱膨張物質の発見という学術的な成果と、産業化のための応用研究の両面で成果を上げていきます。



東京工業大学すずかけ台キャンパスのKISTEC ラボに設置された温度可変粉末X線回折装置



日本材料技研株式会社が販売するBNFO

# 実環境下の内部構造変化の観察が導く 材料の高機能化と高信頼性化

機械・材料技術部 材料物性グループ 研究員 たかはし たくま 高橋 拓実

粉体を原料とする製造プロセスでは、高温下や応力場など様々な外場の作用だけでなく、複雑に関連するプロセス因子の影響によって多様な内部構造変化を伴います。しかし、その実態はブラックボックスでした。本研究では、波長掃引型光コヒーレンストモグラフィー(SS-OCT)を基軸とした独自の評価システムを構築し、実環境下の内部構造変化過程の実態解明に挑み、材料開発の効率化や品質管理の高度化に貢献することを目指しています。

## 研究内容・成果

図1はOCTプローブの外観です。医療分野で発展したSS-OCTは、身近には眼底検査装置として普及しています。物質透過性の高い近赤外レーザー光源、輻射など周囲の散乱光の影響を受けない光干渉による信号検出、高い時空間分解能 ( $ms + \mu m$ ) での観察、さらにはケーブル長の範囲で自由に取り回しができるプローブの可動性、PCラックに積載して移動できる装置の可搬性という優れた特長から、加熱炉や材料試験機などの異種装置と融合して多様な評価システムを構築できます。

図2、3に成果の一例を示します。錠剤の崩壊性は、的確な原薬吸収や水分摂取制限下での服用のしやすさに直結する重要な特性です。しかし、これま

で毛細管力による吸水/導水、膨潤、崩壊の過程が内部構造とどのように関連するのかが未解明でした。そこで、動的観察と重量測定を同時に行うシステム(図2)を構築しました。さらに、ランダム模様を含む基準画像と変化後の画像を比較して、相関性の高いサブセット(画素の集合)を検索して面内の移動量を計算するデジタル画像相関法で内部構造変化を定量化しました(図3)。

図3から、接触前と接触直後は構造変化が殆どないものの、0.01秒後には錠剤の内部でカラースケールの範囲よりも変化が大きい破線内の領域が出現しました。さらに接触後1秒間で周辺に構造変化が大きい領域を増やしながら広がることがわかりました。他方、錠剤形状や寸法の変化はなく、重量が一定に増加することから、図3の期間

は膨潤や崩壊なしに毛細管力による吸水/導水が進行したと考えられます。以上から、錠剤の表面近傍と内部とでは、水の動きやすさに関わる構造の違いがあると考えられます。一般的に、錠剤は粉体を一方向に圧縮成形して製造されますが、この過程で粉体層に圧力分布が生じ、粒子の詰まり方が表面近傍と内部とで異なることが知られています。すなわち図4の結果は、圧力が伝達しにくい内部で水の経路となる空隙がより多く存在したことを反映しており、吸水/導水が不均一に進行したことを示唆しています。詳細については、今後論文で報告する予定です。

**研究・開発で  
苦勞している(苦勞した)点**

## 論文および国際学会発表実績(受賞歴も含む)

### 【論文】

1. T. Takahashi, F. Sakamoto, J. Tatami, M. Iijima, In-situ observation of evolution of internal structure of alumina during sintering by swept-source OCT, Int. J. Appl. Ceram. Technol., accepted (2021).
2. 高橋拓実, 多々見純一, 波長掃引型光コヒーレンストモグラフィーによるセラミックス内部構造の非破壊評価技術, CERAMICS JAPAN, 56(1), 7-10(2021).
3. F. Sakamoto, T. Takahashi, J. Tatami, M. Iijima, Prediction of strength based on defect analysis in  $Al_2O_3$  ceramics via non-destructive and three-dimensional observation using optical coherence tomography, J. Ceram. Soc. Japan, 127(7), 462-468(2019).



図 1：  
OCT プロブの  
外観

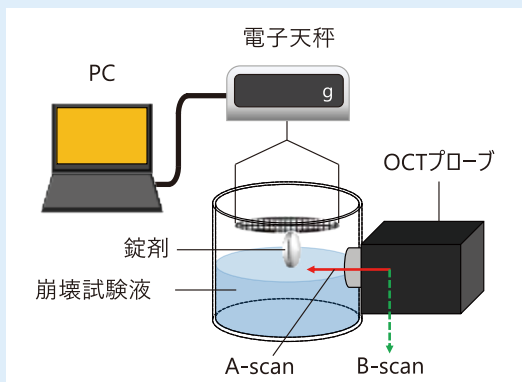


図 2：  
吸水を起点とし  
た崩壊に伴う錠  
剤の内部構造変  
化の観察システ  
ム

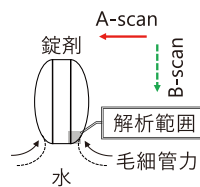
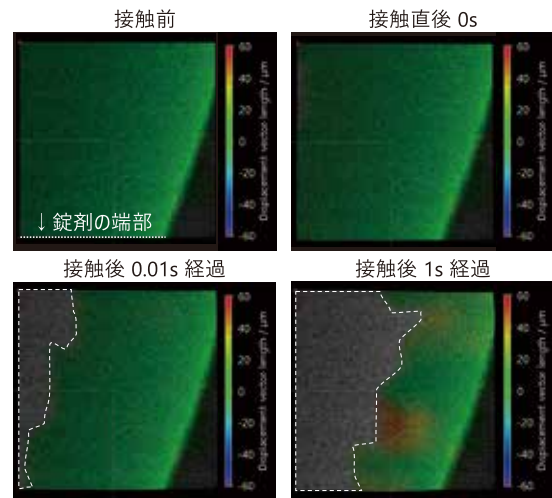


図 3：  
デジタル画像相関法  
による錠剤の内部構造変  
化の定量可視化

研究の醍醐味ではありませんが、観察に適した環境の構築は実際にシステムを動かさないと見えない課題も多く、何度も改良します。また、ビッグデータの画像処理や解析の効率化のために、保存や運用が円滑に行える環境を整備することは重要な課題です。さらに、得られた結果の整理（表現）と発信の方法は、選択肢が多いからこそその悩みです。成果を少しでも多くの人に還元できるように、チャレンジを積み重ねていきます。

## 研究・開発の成果がどのような分野で役立つ可能性があるか(今後の展開などがあれば教えてください)

本稿で紹介した評価システムは、錠

剤の定量的な設計や製造プロセスの効率的な改良、品質管理の高度化を実現するための基盤情報を取得できる点で有用だと考えています。今後、製剤の専門家とも連携して、さらに研究を発展させる予定です。また、一軸加圧下の粉体層中の空隙形態の変化や、非破壊検査によるセラミックスの強度予測、高温焼成中の成形体の内部構造変化その場観察なども行っており、セラミックス製造プロセスの高度化への応用が期待されています。その他、インクや化粧品などへの応用が期待される液滴の乾燥過程を評価する研究も進めています。これについても興味深い結果が得られておりますので、今後、学会や論文などで報告していく予定です。

### 研究員紹介

機械・材料技術部 材料物性グループ  
研究員 高橋 拓実

#### ●これまでの経歴

学生時代は磁場を利用したセラミックスの高機能化の研究を行っていました。2013年より、旧KASTのプロジェクト研究事業で窒化物セラミックスの高機能化と高信頼性化の研究に従事し、2019年に機械・材料技術部の研究員になりました。

#### ●なぜ今の分野の研究をしているのですか？

セラミックスとは高専時代からの縁です。当初は粉体プロセスの重要性もわからず、よいものづくりができなかったことが心残りで、それを解消するためにプロセス研究に興味を持ったのが始まりでした。大学院進学後から今に至るまで、特に人の縁に恵まれたことは大きな財産になったと思います。

#### ●座右の銘

恩師の言葉ですが、「未知との会話を楽しむ」「未知=ゼロをゼロでなくすることは素晴らしい前進」です。

#### ●好きなこと、休日にしていること

ショッピング・娯楽全般・創ること

4. 高橋拓実, 多々見純一, 光コヒーレンストモグラフィーによる  $Al_2O_3$  顆粒の一軸加圧下における粉体層中の空隙の形態変化過程のその場観察, 粉体および粉末冶金, 67(11), 615-620 (2020).
5. 高橋拓実, 多々見純一, 坂本文香, 伊東秀高, 飯島志行, 光コヒーレンストモグラフィーによるセラミックス焼結体とスラリーの内部構造観察, 粉体および粉末冶金, 65(10), 659-663 (2018).

### 【受賞】

6. 高橋拓実, 多々見純一, 光コヒーレンストモグラフィーによる  $Al_2O_3$  顆粒の一軸加圧下における粉体層中の空隙の形態変化過程のその場観察, 第 22 回粉体粉末冶金協会論文賞 (2021).
7. 高橋拓実, セラミックスの高機能化のための粒子集合構造制御と新規評価法, 日本セラミックス協会進歩賞 (2019).

## 万能材料試験機

情報・生産技術部 試作加工グループ 上席研究員 なかしま たけひこ 中島 岳彦

製造物等の安全性に対しては、常に厳しい目が向けられています。製品を安全に使用してもらうためには、設計段階から荷重に対する安全性を考慮する必要があります。

製品の使用中に、破損などの万が一の事故を防止

する観点から、破壊までの荷重を測定して製品の安全性を評価しておくことが重要です。

KISTECでは木質関連のJISに関する物性試験のほか、日常生活用品の荷重試験も行っています。

### 性能・特長

ロードセルは1kN、5kN、10kN、50kNを用意しています。測定範囲に応じて変えることができます。

荷重速度は0.05~1000mm/min、18速に対応しています。

試験体サイズは試験機の間口550mmまで対応できます。

JIS Z 2101に準拠した曲げ(3点曲げ)、圧縮、引張、せん断、割裂試験などに対応した治具をご用意しています。

試験に必要な治具等(木質)を製作することができます。(別途料金)



テンシロン万能材料試験機

### こんな分野におすすめ!

家具、木製品、その他素材、日常生活品など身近なものから、試験機に収まるものであればお気軽にご相談ください。

### こんなお悩みを解決!

- 製品の荷重に対する安全性を高めたい
- 破壊荷重を調べたい
- 木質材料等の物性値を調べたい(曲げ、圧縮、引張、せん断等)

#### 基本データ

機器名称	テンシロン万能材料試験機
型 式	UTA-5T
メーカー	株式会社エー・アンド・デイ
導入年度	平成7年度(平成31年度に制御部をリニューアル)

#### 利用料金等

E4210 圧縮試験 1試料につき 2,640円

E4220 引張試験 1試料につき 2,970円

E4241 曲げ試験(曲げ強さ、曲げヤング係数等の算出) 1試料につき 3,410円

その他に機器利用でもご利用いただけます。料金表にない項目につきましてはお問い合わせください。



### メール技術相談フォーム

☎ 情報・生産技術部 試作加工グループ ☎ 046-236-1510

🌐 [https://www.kistec.jp/e\\_mail\\_consul/](https://www.kistec.jp/e_mail_consul/)



# 機械学習を利用して、 ものづくりに関する現象解明に 取り組んでいます

情報・生産技術部 システム技術グループ 主任研究員 なかむら のりお  
中村 紀夫

近年、ものづくりに対して機械学習(AI)を適用する事例が多くなっています。ここでは金属積層技術の一つであるレーザー粉体肉盛溶接(LMD: Laser Metal Deposition)での適用事例についてご紹介します。LMDはレーザーを基材に照射し、形成される溶融池に金属粉末を投入することで肉盛溶接を行う加工技術です(図1)。この加工では投入する金属粉末が非常に高価であり、さらに品質確保のため再利用が出来ません。そのため、投入粉末の歩留りが加工コストに直結します。ところが出力、走査速度、粉末供給量などの複雑で様々な加工条件の組合せと歩留りの関係が明らかではありません。そこで機械学習の中のアンサンブル学習の1つであるランダムフォレストを用いて加工条件や加工時の観測値から歩留りの予測を行いました。予測と実際の結果を相関図に表すと予測と実際の値が等しい45度線上に集まっており、精度良く予測出来ていることがわかります(図2)。また、予測精度の指標である平均絶

対誤差(MAE)の値は0.025であり、2.5%程度の誤差で予測できることがわかります。また、学習に使用した説明変数の重要度から溶融池温度と出力との比が最も重要であることがわかります(図3)。機械学習で予測精度を向上させるためには加工条件だけでなく、観測値や計算から求められる複合説明変数について考える必要があります。このように観測値等のデジタルデータの取得方法や機械学習に関してご興味ございましたら、お気軽にご相談ください。



図1: LMD装置と加工時の様子

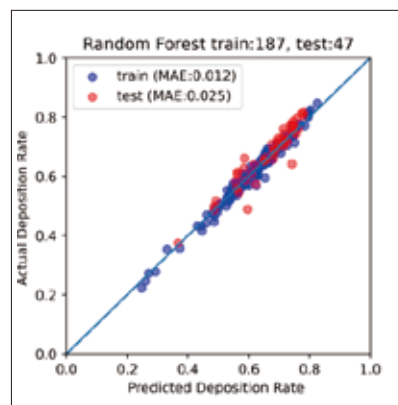


図2: 予測と実際の結果の相関図

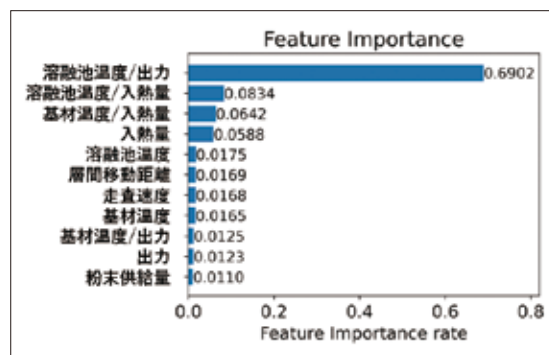


図3: 各説明変数の重要度

## KISTEC研修・教育講座のご案内

企業の研究者・技術者等を対象とし、学習効果をも高める工夫をこらしたオンライン講座や少人数での対面講座を開催しています。

①	電子技術科「半導体コース」 ～IoT/5Gへ向けた半導体の基礎と応用～	オンライン
	1月12日(水)～2月2日(水)	全4日間
②	電子技術科「情報通信コース」 ～コンピュータとネットワークの基礎～	オンライン
	1月26日(水)～2月10日(木)	全5日間
③	第2回DX推進フォーラム ～データサイエンス・AI人材の育成～	オンライン
	1月26日(水)	全1日間
④	RoHS/REACHに対応する 自律的マネジメントシステムの構築 (実践編)	録画配信 対面講座
	1月28日(金)～2月2日(水)	録画200分 +1日間
⑤	研究開発人材のための 読解力向上・説明力開発	オンライン
	2月9日(水)、10日(木)	全2日間
⑥	進化する高分子材料、表面・界面制御 Advanced	オンライン 対面講座
	2月14日(月)～24日(木)	全4日間

- ☎ ①・② 人材育成部 産業人材研修グループ  
☎ 046-236-1500  
☎ ③～⑥ 人材育成部 教育研修グループ  
☎ 044-819-2033

※対面講座は社会状況によりオンライン講座に変更して開催、または中止とする場合があります。詳細はHPをご覧ください。



## テクニカルショウヨコハマ2022に出展します

- リアル展示  
会期：2022年2月2日(水)～2月4日(金)  
場所：パシフィコ横浜展示ホールA・B・C
- オンライン展示(公式ホームページ)  
会期：2022年2月2日(水)～2月10日(木)

※出展内容等の詳細につきましては、「テクニカルショウヨコハマ2022」の公式ホームページをご覧ください。

🌐 <https://www.tech-yokohama.jp/>

## 土屋明久主任研究員、国際電気標準会議(IEC)の『IEC1906賞』を受賞!

この度、弊所 電子技術部 電磁環境グループの土屋明久主任研究員が、国際電気標準会議(IEC)より送られるIEC1906賞を受賞しました。

この賞は、電気・電子技術に関連した国際的な活動機関であるIECより標準化活動に大きく貢献した方に送られる表彰で、優れた成果として認められるものです。

本研究員はIEC TC51「磁性部品、フェライトおよび圧粉磁性材料」の委員会のメンバーとして活動し、IEC TR 63307「ノイズ抑制シートの複素誘電率及び複素透磁率の測定方法」の発行に大きく貢献したことが評価されました。

今回の受賞に伴いまして、10月20日に、経済産業省において、産業標準化推進活動に優れた功績を有する方を表彰する「令和3年度産業標準化事業表彰」が開催され、その中で、国際電気標準会議(IEC)のIECトーマス・エジソン賞及びIEC1906賞の日本の関係者の受賞式も併せて執り行われました。

なお、本賞は、今年、全世界で220名、日本からは36名が表彰されました。

🌐 <https://www.iec.ch/awards>



## メディアで話題の「ゼオライト軽石」に関する研究成果について

KISTECと鹿児島県工業技術センターは、鹿児島県産シラス軽石の孔構造を部分的に残したまま表面をゼオライト化することに成功し、軽石状のゼオライト複合体を開発しました。本研究成果は、天然資源であるシラスの有効利用及び水環境浄化の観点において、持続可能な社会の実現に貢献すると期待されます。

本成果は令和3年10月16日付でElsevier社のMicroporous and Mesoporous Materials誌にオンライン掲載されました。現在、漂着軽石への水平展開に取り組んでおり、各種メディアの注目を集めております。

🌐 [https://www.kistec.jp/wp/wp-content/uploads/2021/10/26\\_press-release.pdf](https://www.kistec.jp/wp/wp-content/uploads/2021/10/26_press-release.pdf)

KISTECの最新情報はメールマガジンでチェック!月2回程度配信しています。ぜひご登録ください。

🌐 [https://www.kistec.jp/mailmag\\_add/](https://www.kistec.jp/mailmag_add/)



ものづくりに関するご相談・ご依頼はこちらメール技術相談(無料)をご利用ください

🌐 [https://www.kistec.jp/e\\_mail\\_consul/](https://www.kistec.jp/e_mail_consul/)



県内4拠点  
海老名本部、溝の口支所、殿町支所、横浜相談窓口(よこはまランチ)

🌐 <https://www.kistec.jp/access/>

