信州大学
SHINSHU UNIVERSITY

新技術説明会
New Technology Presentation Meetings!

信大クリスタル発進！
モノづくり日本の再起を支える先鋭材料

信州大学　先鋭領域融合研究群
先鋭材料研究所
所長・教授　手嶋　勝弥

2019年8月6日

信大クリスタルとは，信州大学工学部が1986年から研究を開始し，2018年12月に商品化に成功した**フラックス**育成した結晶材料(およびその関連技術により作製した材料)の総称

発表内容

- **コア技術：フラックス法**
  - フラックス法の原理：特長など
  - 当研究室の取り組むテーマ
  - フラックス育成できる結晶の紹介
- **発展技術：フラックスコーティング法**
  - フラックスコーティング法の特長など
  - 作製できる結晶層・薄膜の紹介
- まとめと将来展望

研究目的

- ✓ **独自の結晶材料(信大クリスタル)**
  フラックス法の特長を活かし，高品質・高度差別化した先鋭材料・ハイブリッドデバイスを創製
- ✓ **唯一無二のフラックス結晶研究拠点**
  周期表の端から端までをキーワードに，きわめて多岐に渡る結晶・薄膜・複合体を創製

コア技術：フラックス法

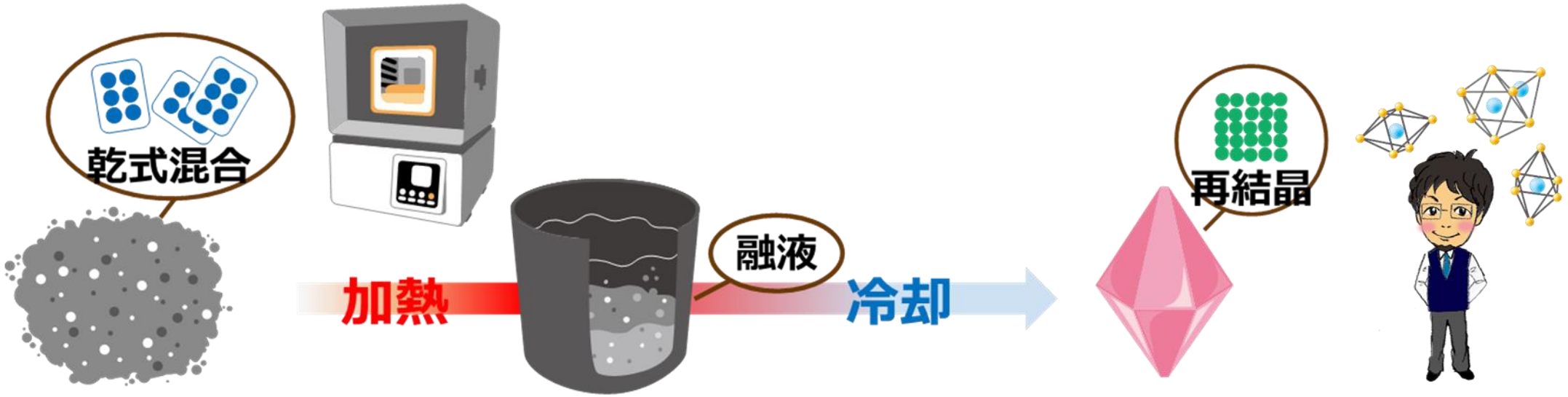
容器と加熱(エネルギー)源があればOK

非常に簡便な装置と操作

環境にやさしい結晶育成方法

(例)電気炉概観

(例)電気炉内部



コア技術：フラックス法

高温で融解しているフラックス(融剤，溶媒)に溶質を溶解させ，徐玲などによる過飽和度の増加を利用して結晶を育成する。

【過飽和条件の設定】

徐冷法

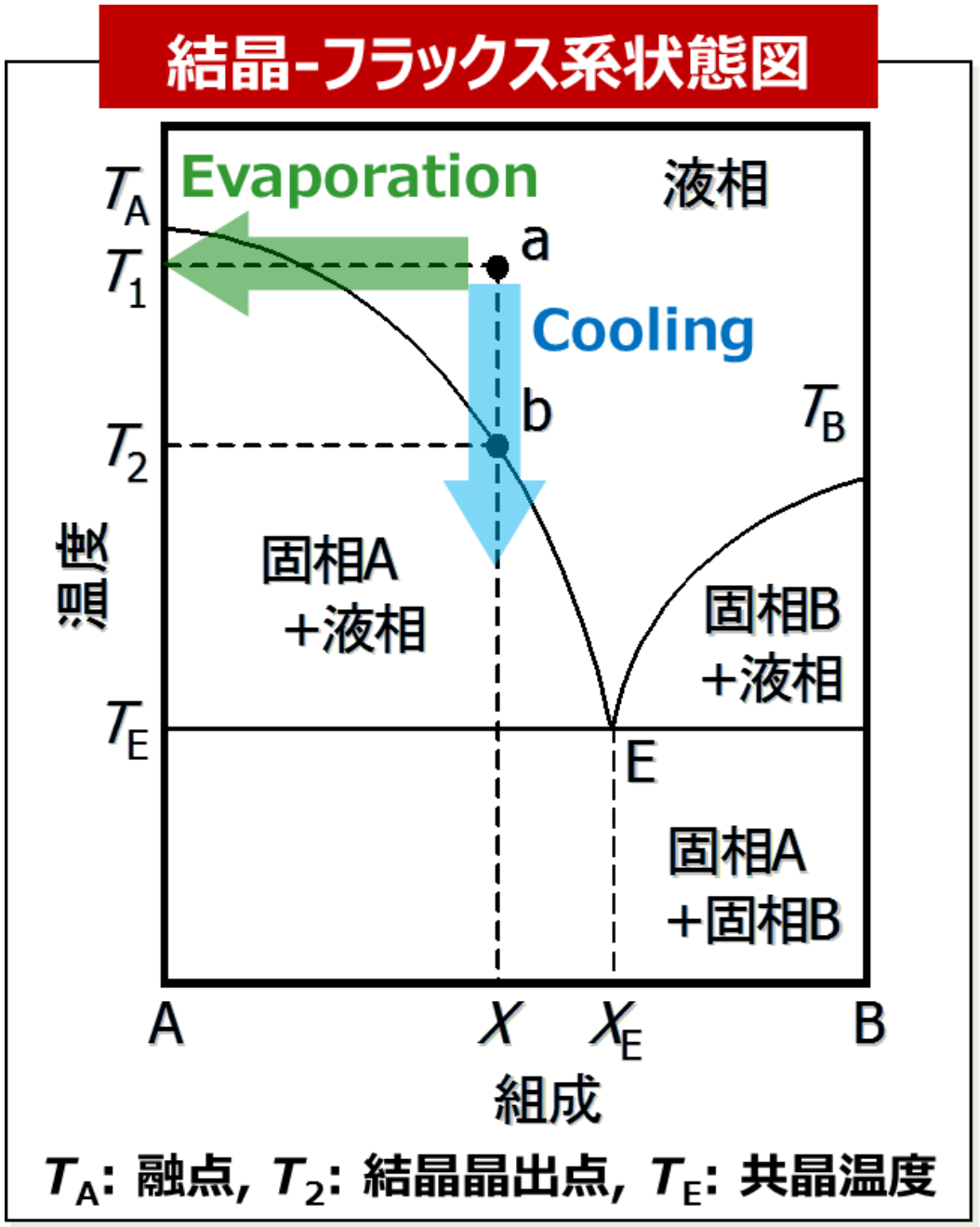
高温溶液をゆっくりと冷却

蒸発法

一定温度の高温溶液からフラックスを蒸発させ，溶液を濃縮

温度差法

高温溶液に一定の温度勾配を形成



コア技術：フラックス法

ローテクながら現代のものづくりに良く符合

フラックス法の長所

- ✓ 目的結晶の融点より十分低い温度での結晶育成
  - ・高融点物質(e.g. ThO_2)・分解溶融物質(e.g. $Y_3Fe_5O_{12}$)
  - ・多形転移物質(e.g. $BaTiO_3$)・高蒸気圧物質(e.g. ZnO)
- ✓ 自形をもつ結晶の育成($BaTiO_3$双晶など)
- ✓ 熱歪みの少ない結晶の育成
- ✓ 簡便な設備とやさしい操作による結晶の育成

フラックス法の短所

- ✓ 大型結晶を育成しにくい
- ✓ フラックスの選択が難しい
- ✓ フラックスが結晶中に混入する

信州大学 SHINSHU UNIVERSITY

新技術説明会 New Technology Presentation Meetings!

当研究室の中心テーマ

酸化物系全固体LIB

・正/負極活物質，カーボン
・固体電解質
・表面処理

可視光応答光触媒

・水素製造
・環境浄化
・触媒

フラックス結晶成長
表面/界面デザイン

選択的イオン交換体

・カチオン吸着
・アニオン吸着
・資源回収

機能性結晶材料

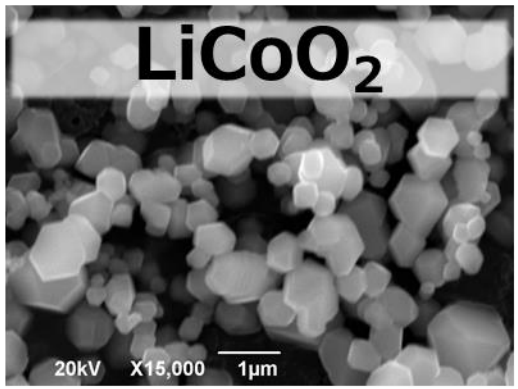
・フィラー
・バイオマテリアル
・パワーデバイス，バリア

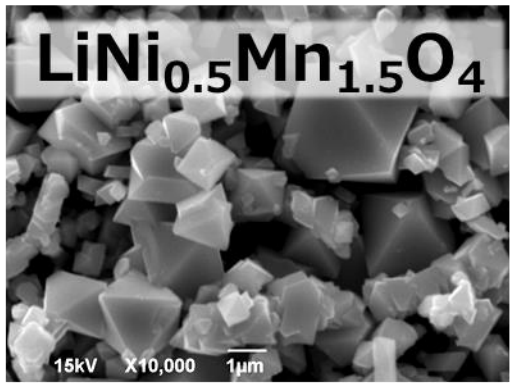
信州大学 SHINSHU UNIVERSITY

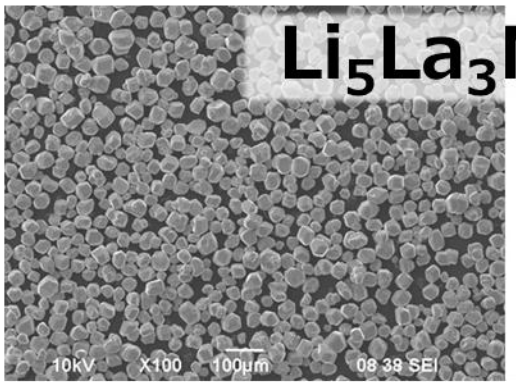
新技術説明会 New Technology Presentation Meetings!

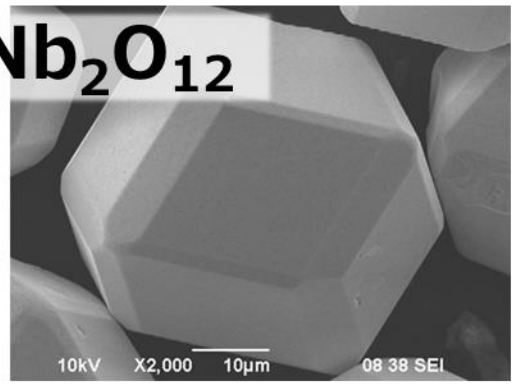
フラックス育成結晶(一例)

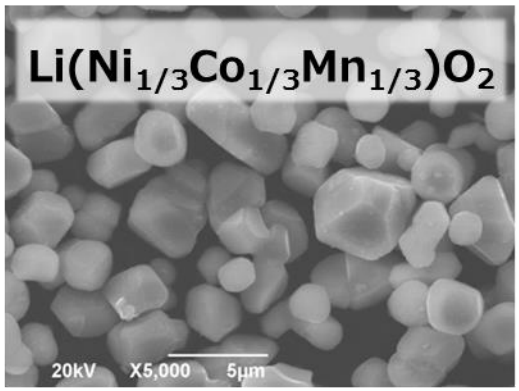
LIB用活物質／固体電解質結晶粒子

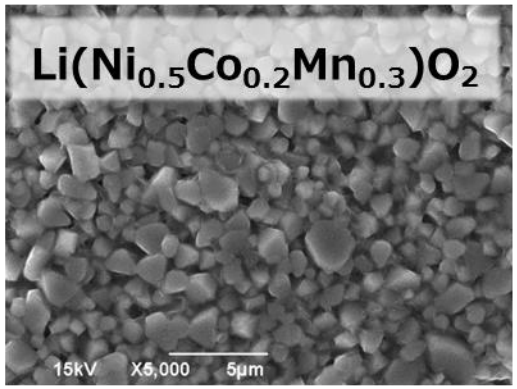


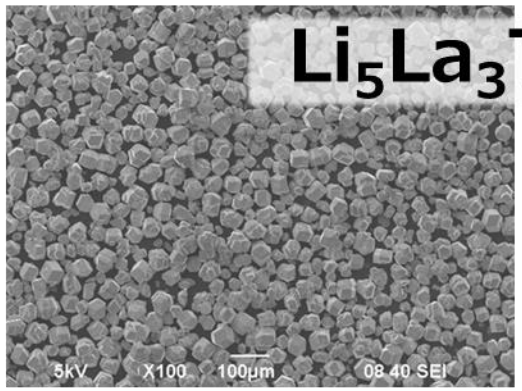


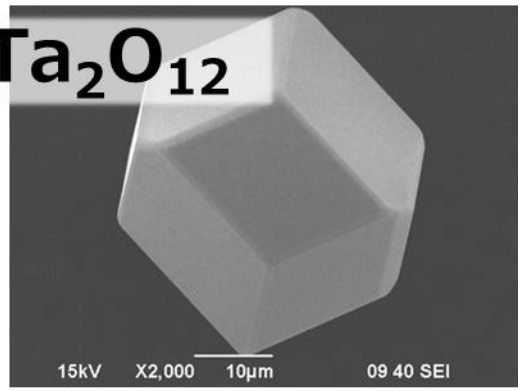


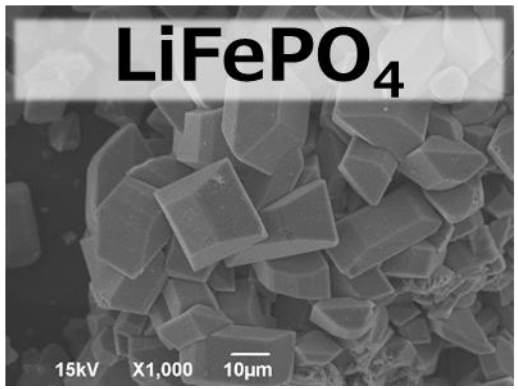


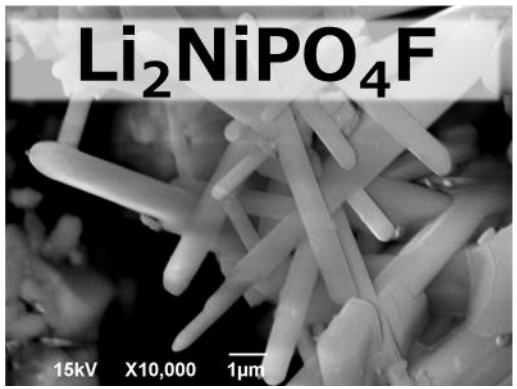


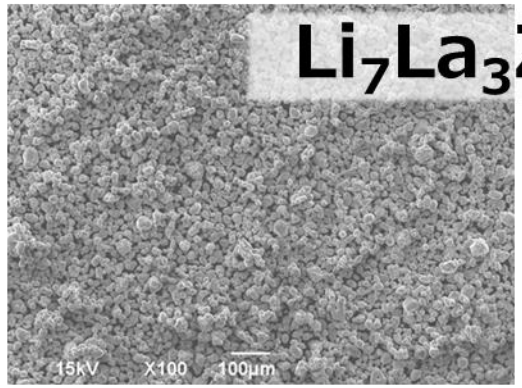


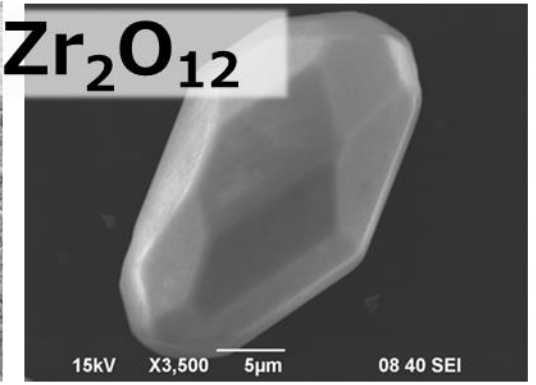






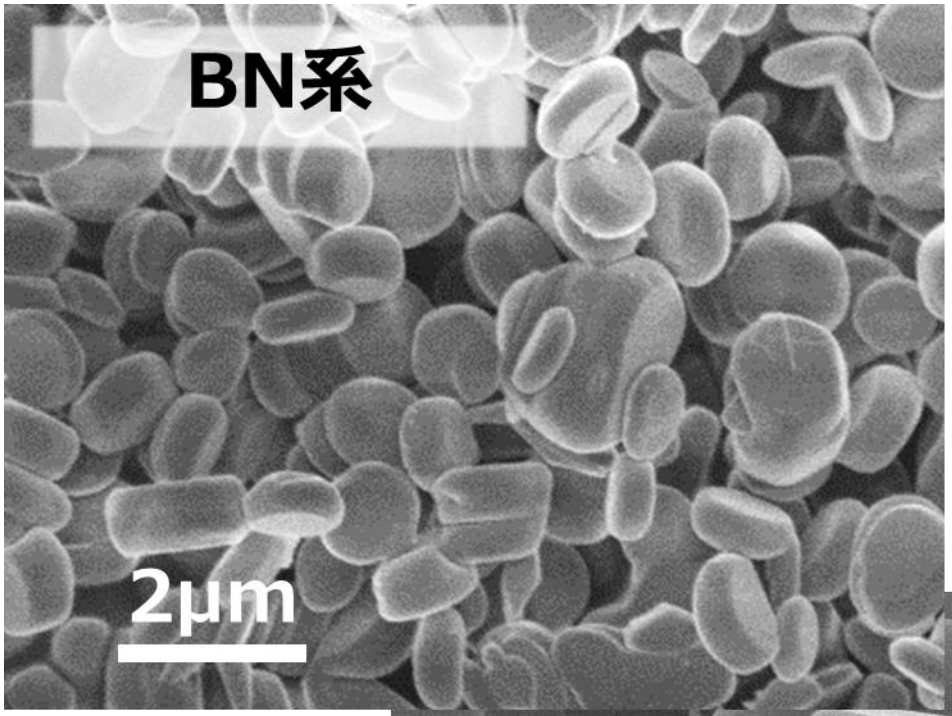


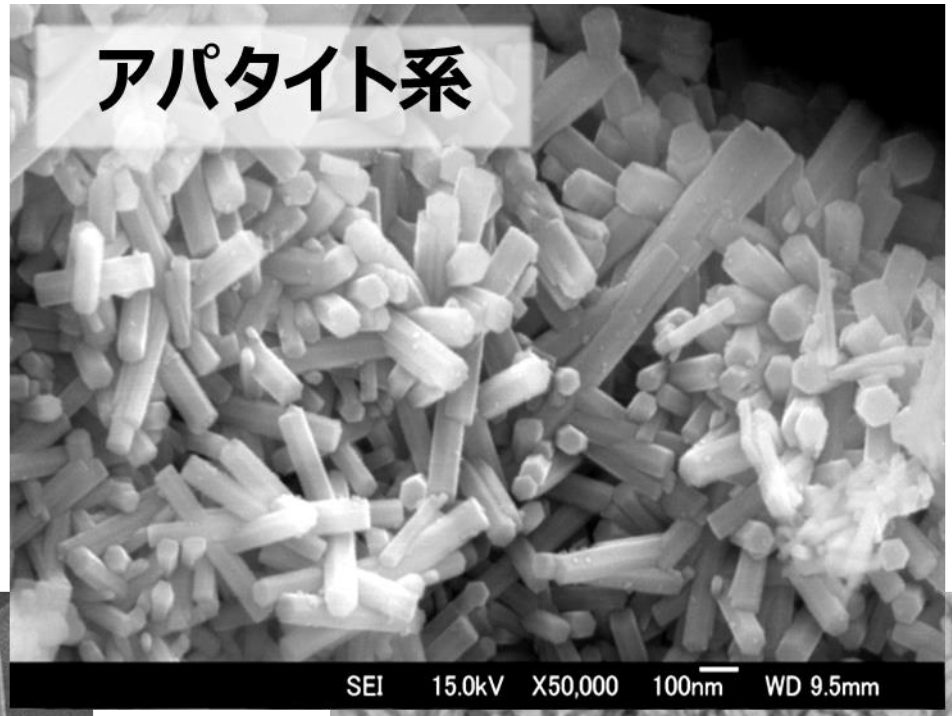


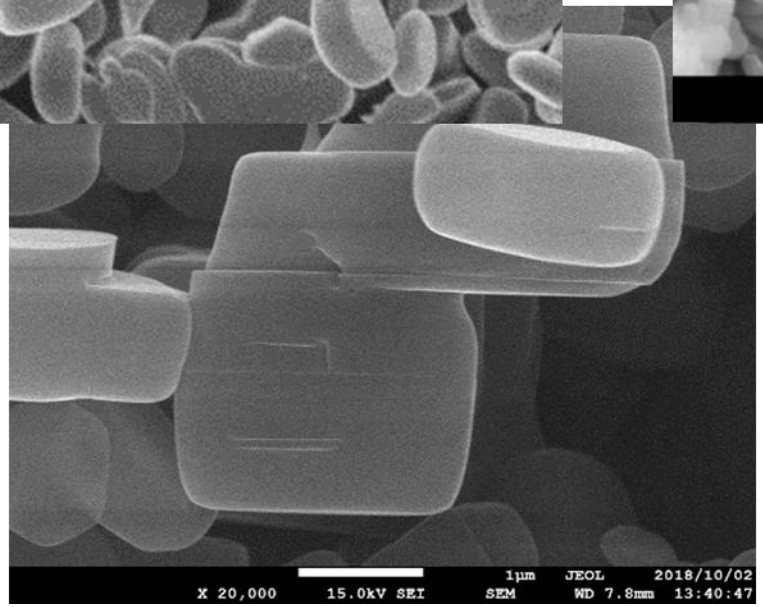


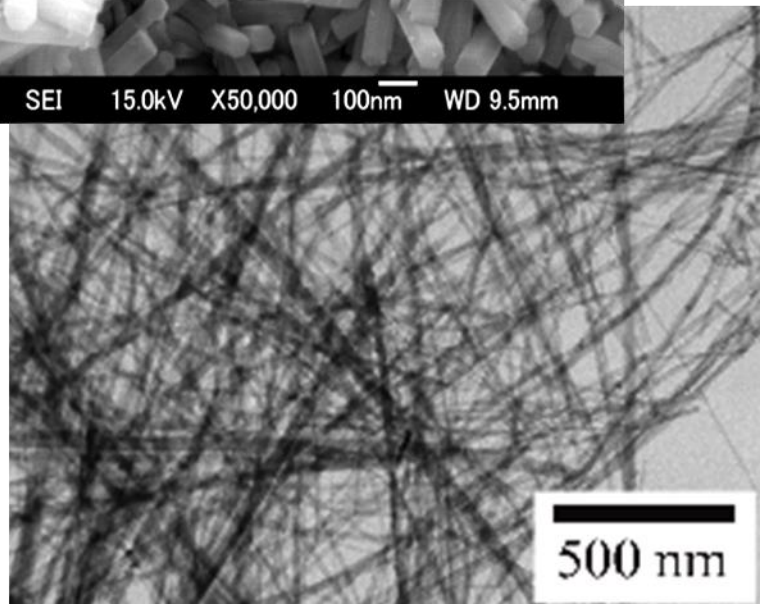
フラックス育成結晶(一例)

機能性結晶：熱電フィラー，バイオマテリアル等







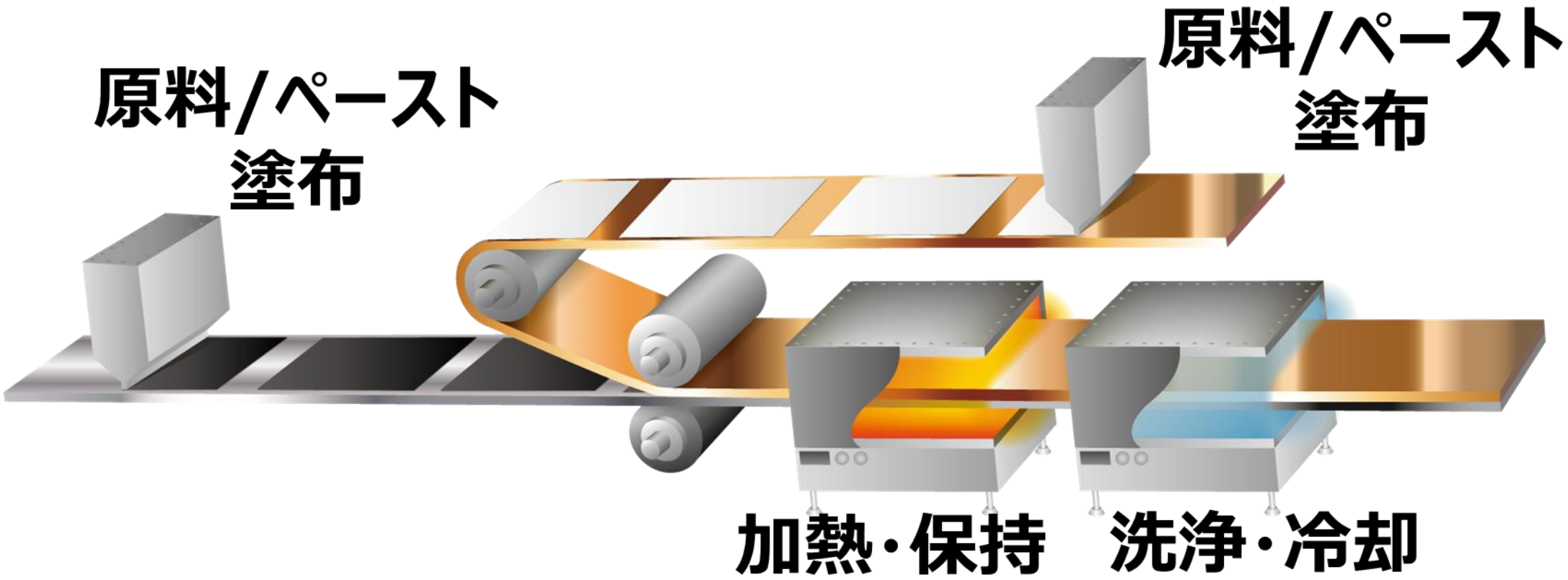


信州大学 SHINSHU UNIVERSITY

新技術説明会 New Technology Presentation Meetings!

フラックスコーティング法

フラックス法の原理を応用したコーティング技術

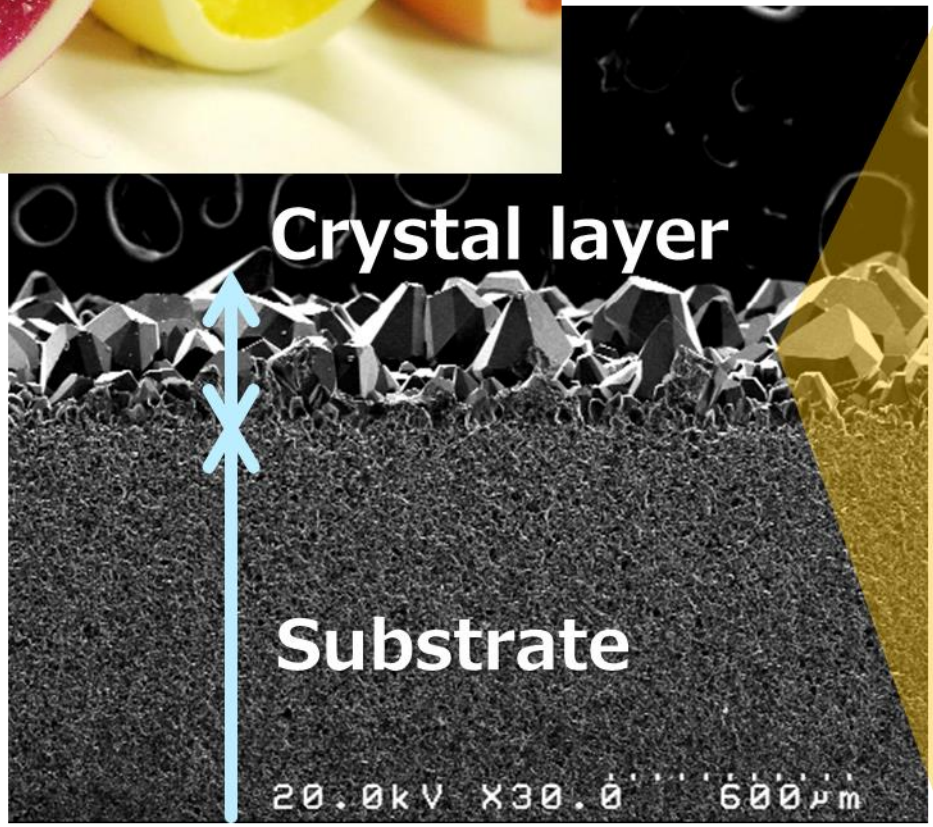


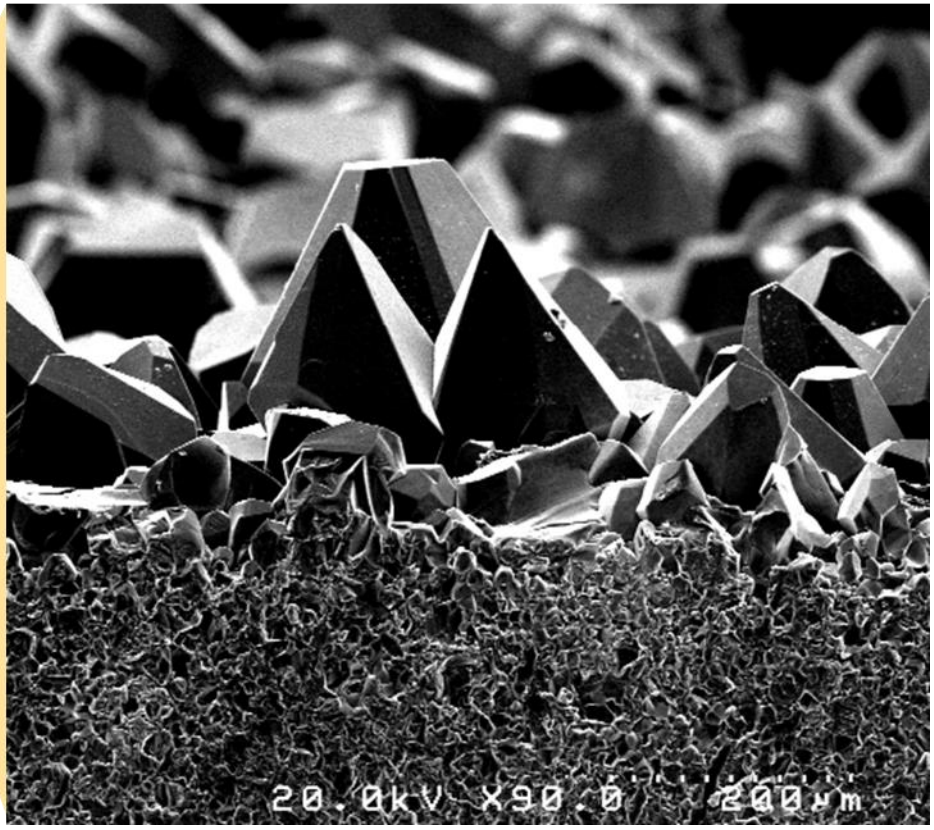
- ✓ 様々な基材表面に結晶層(薄膜)を創製
- ✓ 結晶層同士を積層可能

フラックス薄膜(一例)

ルビー結晶層

- ✓ 基板表面から直接成長
- ✓ フラックス結晶の特長

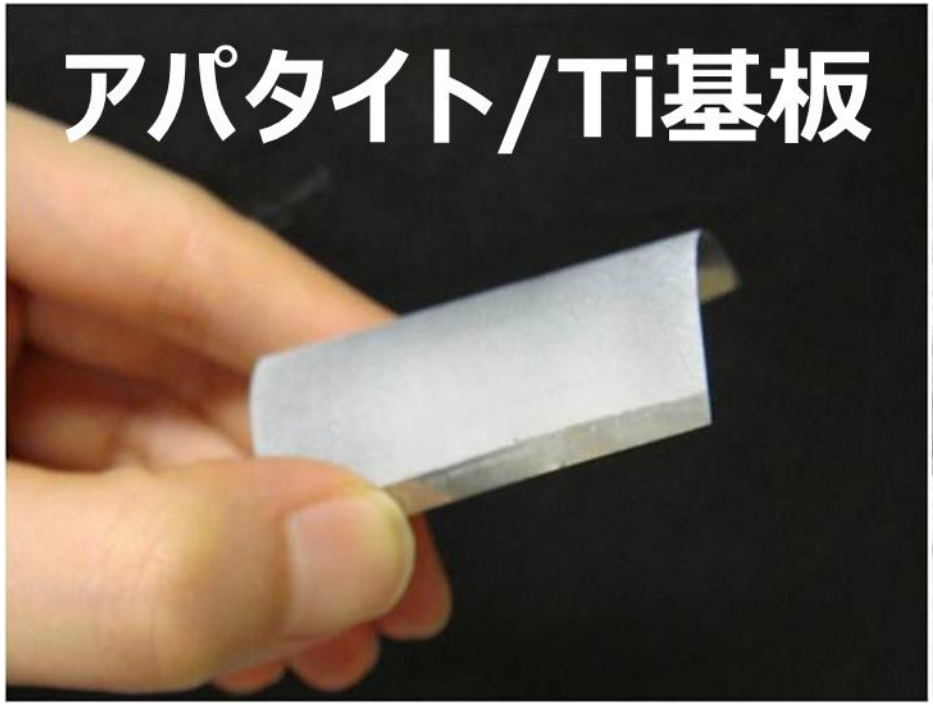


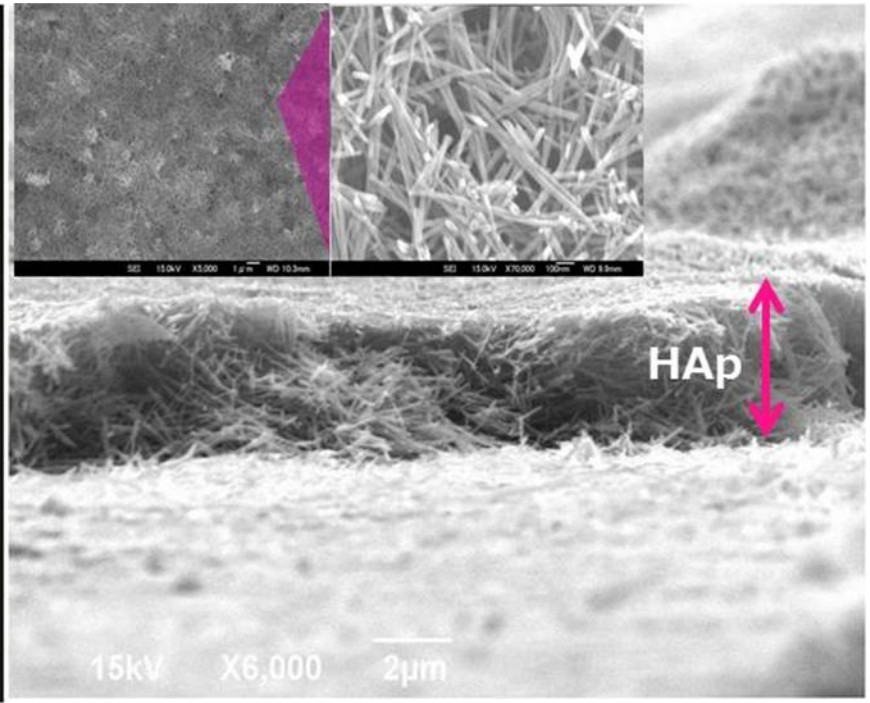


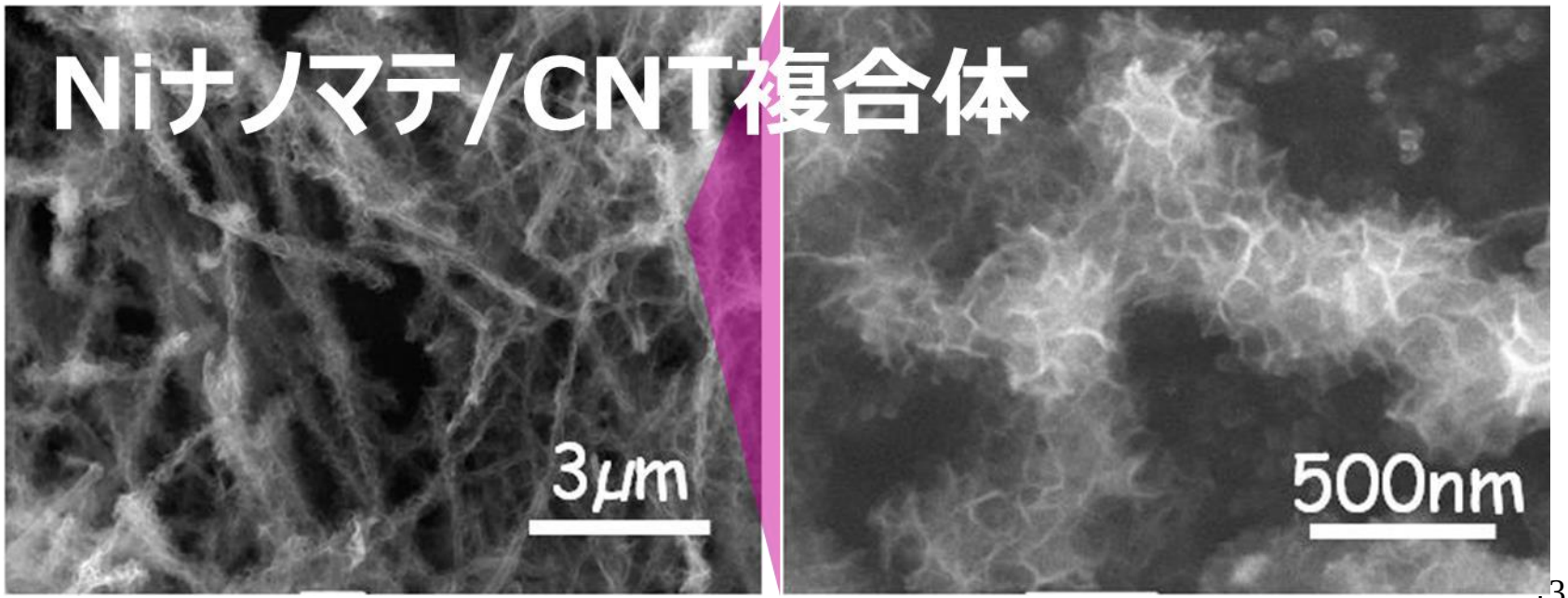
信州大学
SHINSHU UNIVERSITY

新技術説明会
New Technology Presentation Meetings!

フラックス薄膜・複合体(一例)





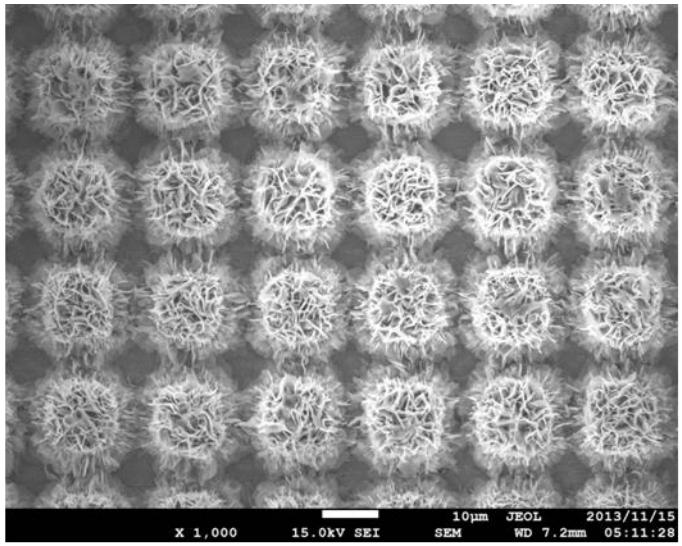


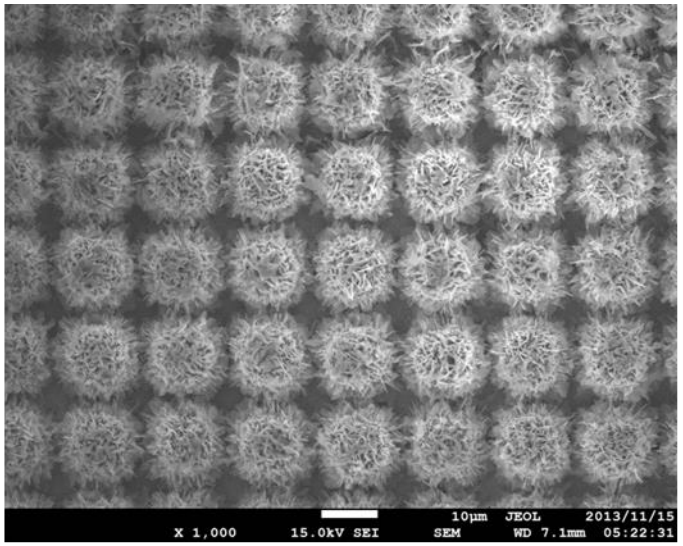
信州大学
SHINSHU UNIVERSITY

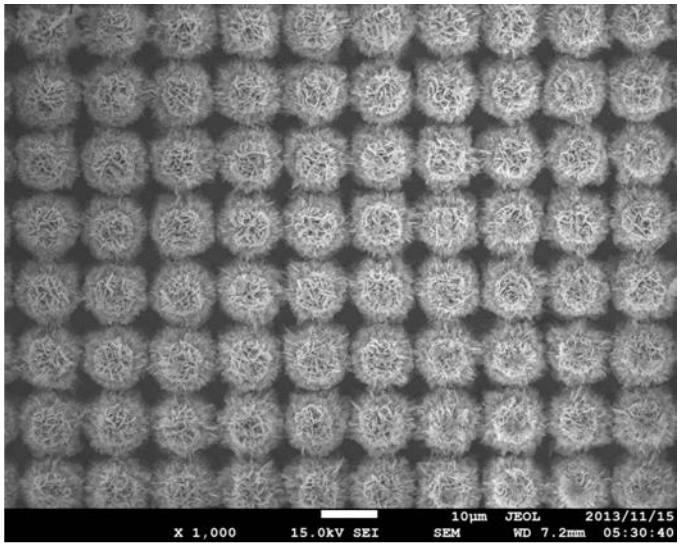
新技術説明会
New Technology Presentation Meetings!

フラックス結晶層(一例)

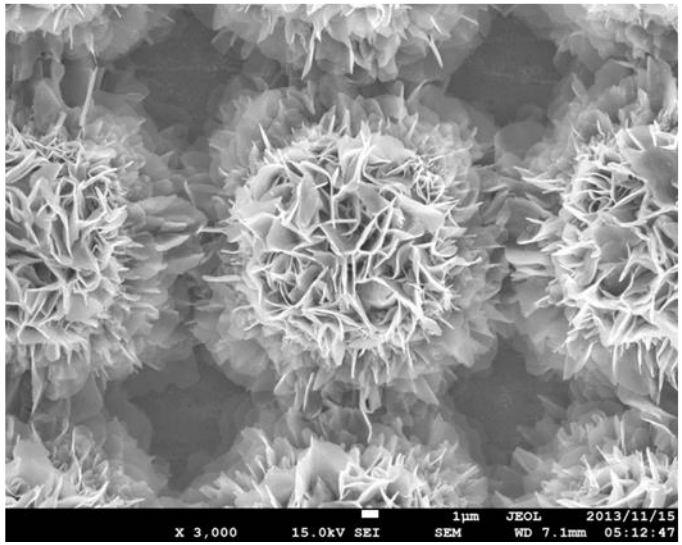
めっき技術併用によるパターン化LCO結晶層

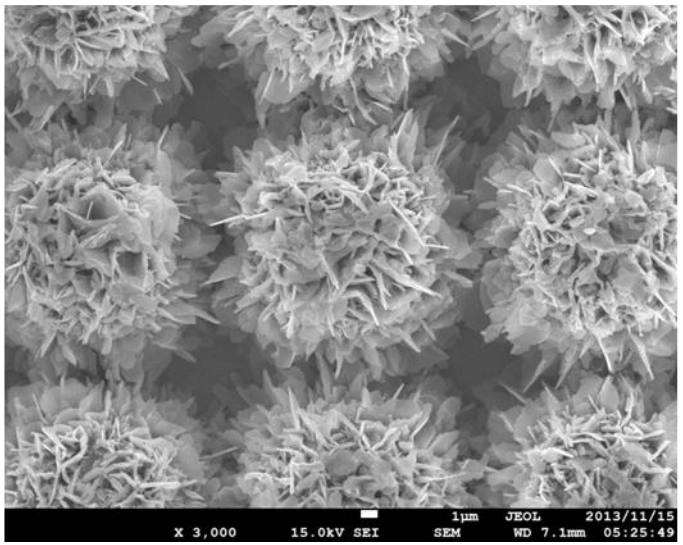


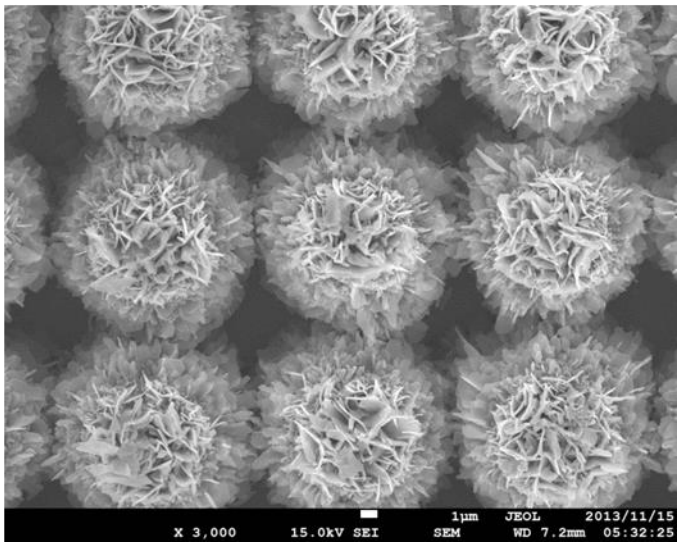




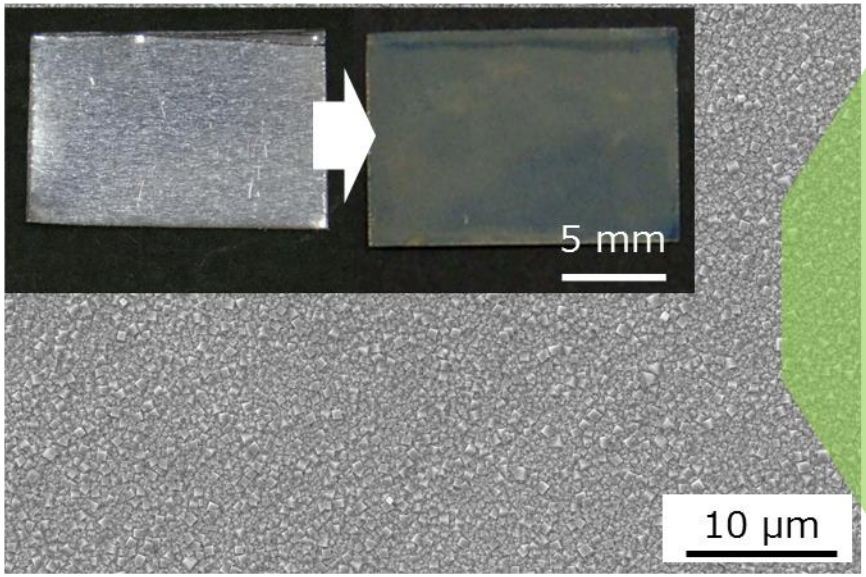
大 ← LCOドットパターン → 小

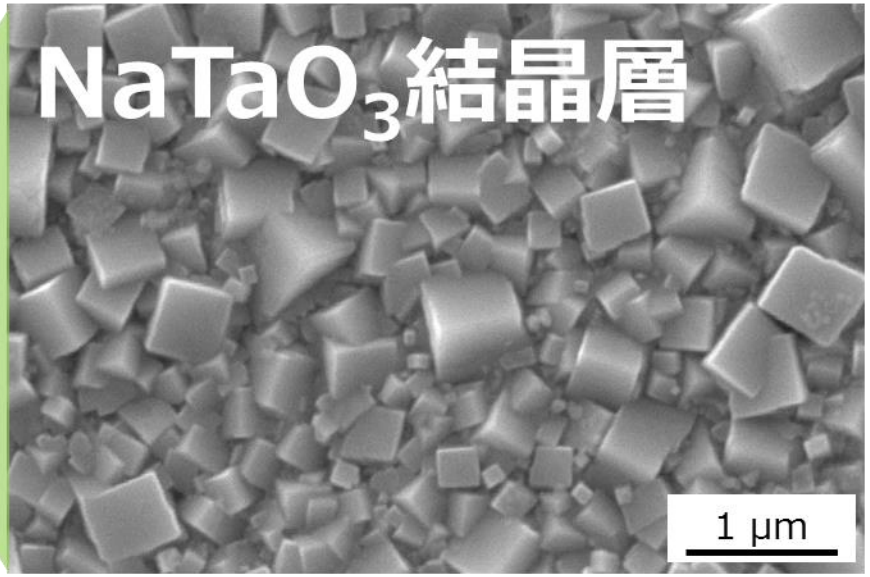




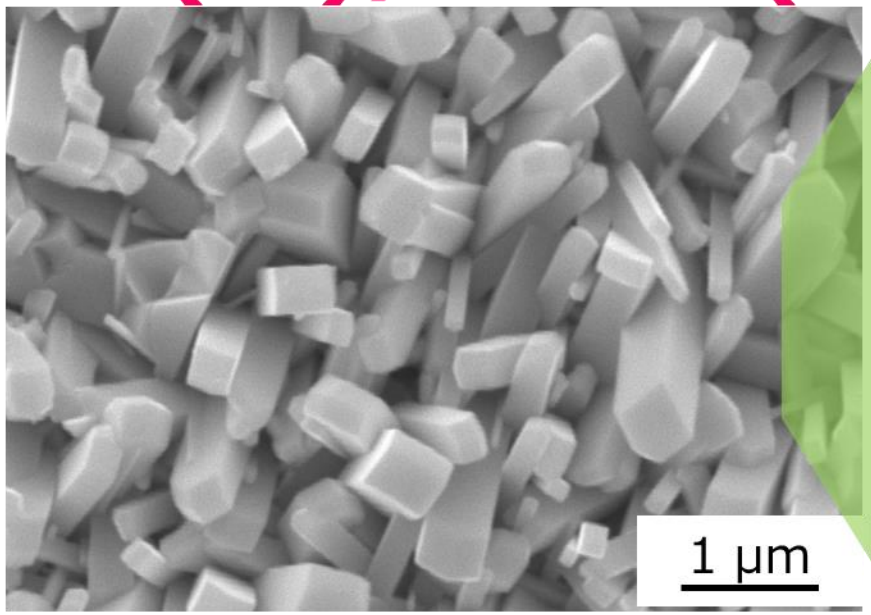


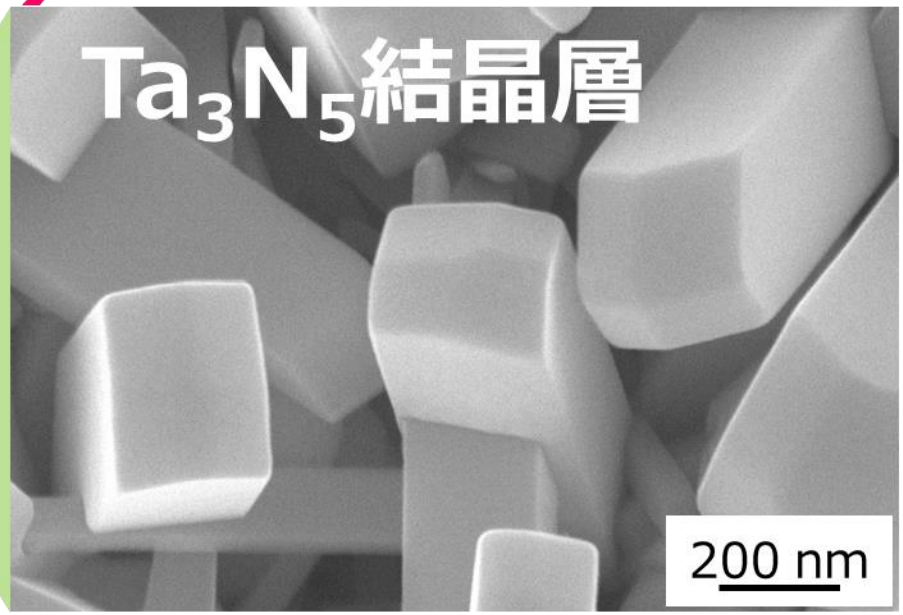
フラックス薄膜(一例)





紫外光(上)/可視光(下)応答型光触媒結晶層





従来技術とその問題点

従来技術：一般的な結晶育成技術

- ✓ 高品質な結晶を得るには高温や雰囲気制御を要する。
- ✓ 結晶育成にきわめて長時間を要する。
- ✓ 条件がシビアで歩留まりが悪く，熟練の技術を要する。
- ✓ 高額・専用の設備を要し，安全面の配慮も重要になる。
- ✓ ナノ結晶合成など，特殊な試薬や精密な条件を要すため，量産化に不向きなことが多い。
- ✓ 本提案のように，晶癖・晶相を制御し，積層や複合化を容易に実現できる技術はきわめて稀である。
  (Only One技術のため，従来技術と比較しづらい)

注：上述はあくまでも一般技術であり，もちろんこれらを可能性する結晶育成技術もある。

新技術の特徴・従来との比較

材料をターゲットにした開発を新展開できる

従来技術

- ✓ 大型の機能性結晶の作製に注力し，特殊な装置や精密な育成条件を要する。
- ✓ 任意に晶癖・晶相・サイズ制御した機能性結晶を安価に製造することが難しい。

当研究室提案の新技術(フラックス結晶育成アプローチ)

- ✓ フラックス法およびその関連技術の特長を活かし，比較的低温・常圧下で任意制御の機能性結晶・薄膜・複合体を創製できる。
- ✓ 簡便な技術で，安全・安価に様々な機能性結晶材料を創製できる。

新技術の特徴・従来との比較

当研究室はフラックスサイエンスに係る唯一無二の研究拠点であり，**オンリーワン&ナンバーワンの結晶育成技術**をもつ。他の方法で作製した材料に対して，様々なアドバンテージを備える。

従来材料の**性能を大幅に向上**できる，あるいは**新規性能を獲得**できる可能性を大いに秘める。

注：本発表では用途を限定しないため，コスト試算や対費用効果・省エネ効果を記載しない。ただし，既にイオン交換体については，企業に技術導出し，量産化と製造・販売を実施している。

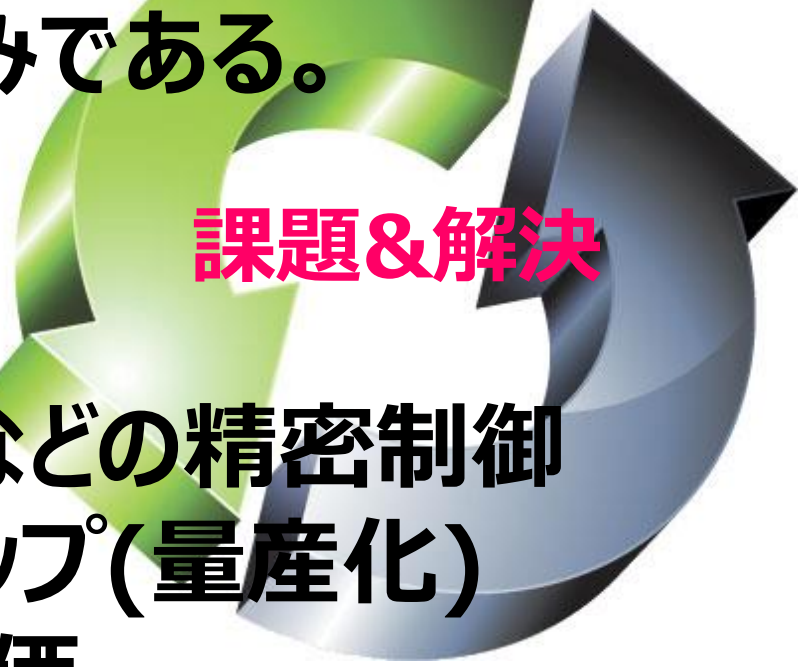
想定される用途・業界

フラックス育成結晶・薄膜が拓くミライ

川上から川下まですべての企業に対応

実用化に向けた課題

フラックス結晶自体の育成から評価までは当研究室が得意である。サンプル提供できるレベル(g～kgオーダー)の結晶育成も実現済みである。



課題&解決

用途に応じた最適化

- ✓ 結晶の晶相・晶癖・サイズなどの精密制御
- ✓ 上述を実現するスケールアップ(量産化)
- ✓ 特殊物性(用途依存)の評価

すべてを研究室の結晶育成にフィードバックし，産業化レベルのレシピを提案する。

企業への期待

最近の言葉で表現すると“マテリアライズ”がきわめて重要である。結晶材料や薄膜を作製するだけではダメで，それをどのように最終形に仕上げるかがカギである。

協働企業への期待

- ✓ システム全体を俯瞰するビジョン(商品化など)
- ✓ モジュール化･デバイス化などのモノづくり技術
- ✓ 独自の材料加工技術･量産化技術
- ✓ シーズとニーズの出会い：セレンディピティー

当研究室はオリジナル材料を提案するため，それを本気で使いこなす技術(や情熱)に期待する。

本技術に関する知的財産権

- 発明の名称
  【積層体及びその製造方法】 など
- 登録番号
  【特許第5213186号】 他
- 出願人
  【信州大学】
- 発明者
  【手嶋勝弥】

信州大学
SHINSHU UNIVERSITY

新技術説明会
New Technology Presentation Meetings!

お問い合わせ先

株式会社信州TLO

ＴＥＬ　0268－25－5181
ＦＡＸ　0268－25－5188
e-mail　info@shinshu-tlo.co.jp