

ANNUAL REPORT
OF
THE
INDUSTRIAL
RESEARCH
CENTER
OF
SHIGA
PREFECTURE

平成29年度

業務報告

滋賀県工業技術総合センター

目次

I 運営概要

1. 設置の目的	1
2. 沿革	2
3. 敷地および建物	4
4. 組織および業務内容	
(1) 機能と事業	6
(2) 機構および業務内容	7
(3) 職員	8
5. 決算	
(1) 事業別決算	9
(2) 科目別決算	10
(3) 年度別決算	11
6. 工業技術総合センター運営懇話会結果概要	13
7. 設備・機器	17

II 業務概要

1. 技術相談支援	
(1) リサーチサポート制度の利用	18
(2) モノづくり技術人材育成事業	19
(3) 海外展開技術支援事業（①国際規格、②「信楽坪庭」）	20
(4) 主な技術相談事例	25
2. 試験・分析	
(1) 開放試験機器の提供	32
(2) 依頼試験分析	35
(3) 生産品受払	37
3. 研究開発・産学官連携	
(1) 研究概要	39
(2) ①共同研究、②外部資金参加状況	40
(3) 研究発表等	43
(4) 重点研究の評価委員会	47
(5) 研究会活動の推進	49
(6) 産業財産権	55
(7) 職員の研修	57
(8) 審査会等への出席	58
4. 人材育成	
(1) 窯業技術者養成事業	60
(2) 学外実習生の受け入れ	61
(3) 信楽窯業技術試験場研修生OB会	62
5. 情報提供等	
(1) 刊行物の発行	63

(2) 研究成果報告会	64
(3) 全国陶磁器試験研究機関作品展「陶&くらしのデザイン展2015」	66
(4) ホームページによる情報提供	67
(5) 産業支援情報メール配送サービス	67
(6) 工業技術情報資料等の収集・提供	67
(7) センター一般公開の開催	67
(8) 見学者等の対応	68
(9) 報道関係機関の掲載等	69
6. その他	
(1) 技術開発室の管理運営	72
(2) 企業・大学等訪問事業	73
(3) 信楽焼生産実態調査結果	74

III 研究報告

平成29年度研究報告一覧	76
・流体解析によるキャビテーション低減バルブ設計手法の開発(第2報)	78
・CAEを用いたゆるみ止めナットのワッシャ形状最適化に関する研究(第1報)	81
-解析によるゆるみ止め効果の評価方法の構築-	
・微細金型加工技術の高度化に関する研究	85
-左ねじれ工具のすくい角が切りくず排出性に及ぼす影響-	
・EMC試験における基準信号発生器の開発	89
・和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究(第4報)	92
・非酸化物セラミックスの合成とその応用に関する研究(第2報)	95
-還元法による非酸化物セラミックスの合成-	
・液相合成法による機能性無機顔料の研究(第3報)	98
-錯体重合法によるPr-ZrSiO ₄ 顔料粉末の合成-	
・電極の密着強度評価方法の確立	102
-新規リチウムイオン二次電池用バインダーの開発-	
・超高感度蛍光検出法の応用技術開発(第2報)	105
-食品分析などに活用するためのFCS測定法の応用技術開発-	
・清酒製造における酒母(しゅぼ)の安定製造法の開発	108
-乳酸菌を用いた酒母製造試験の検討-	
・水生植物からのセルロースナノファイバー創製と複合材料化に関する研究(第1報)	110
・フロー式反応装置の作製とそれを用いた合成に関する研究(第1報)	116
-マイクロミキシングバイアル型フローリアクタの試作と評価-	
・信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発(第3報)	120
・薪窯の窯変に関する研究(第2報)	123
-Soda Firing試験-	
・炭素材料の高純度化に関する研究(第3報)	125
・海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発(第2報)	130
-海外産粘土鉱物の評価と新陶土の試作-	
・スメクタイト系粘土を利用した陶土の開発	136
・温度制御可能なマイクロ波発熱材に関する研究	139

I 運営概要

1. 設置の目的

本県の工業は、昭和30年代後半から新規工場立地の進展に伴い大きく発展し、従来は繊維工業が中心でしたが、一般機器、輸送用機器、電気機器等の加工組立型産業が中心を占めるようになり、産業構造は大きく変化してきました。こうした状況の中にあつて、本県進出企業と在来中小企業間では技術水準の格差が大きく、また、企業間の連携・協力体制が十分でないこともあり、中小企業の技術力向上がますます重要な課題となってきました。

このように、本県産業の主要な部分が高度で先端・先進的な技術を必要とする電子、機械、精密加工等に転換してきたことや、これら業種や複合技術に関連する協力企業群の技術水準の向上が不可欠となってきたことから、中小企業を中心とした技術力向上を支援する体制を充実することが求められてきました。また、企業相互、産学官の連携により、各分野に蓄積されてきた技術ポテンシャルを結集することの重要性も増してきました。

これまで、本県には繊維や窯業など地場産業の発展を支える機関はありましたが、県内工業の基盤的な分野に深くかかわり、先導的な役割を果たす機関は未整備でした。

こうした時代背景の中で、産業界からの強い要請もあり、工業技術振興の様々な課題に応えるため、電子、機械、化学、食品、材料、デザインなど、広範な分野を対象とする総合的な試験研究指導機関として、また本県工業技術振興の拠点として、昭和60年4月に「滋賀県工業技術センター」が栗東町（現：栗東市）に設置されました。

また、急速な技術革新に対応し、今後、技術立県としての地位を確立するため、「滋賀県工業技術センター」の整備に合わせて、人材育成、技術・人的交流、情報の収集・提供といったソフト部門を受け持つ「(財)滋賀県工業技術振興協会」（現：「(公財)滋賀県産業支援プラザ」）が昭和60年3月に設立されました。

他方、信楽町（現：甲賀市信楽町）には古く明治36年創設の「信楽陶器同業組合」の模範工場を前身とする「滋賀県立信楽窯業試験場」が昭和2年に創設されて以来、信楽焼をはじめとする県内窯業の拠点として研究開発や技術支援等を行ってきました。

平成9年4月には、近年の時代の要請や本県の特性を踏まえた行政課題に即応した試験研究を進め、県内大学や他の試験研究機関、地場産業を含む産業界との連携・交流を推進し、その成果を県内産業に移転・普及することを目的として、「滋賀県工業技術センター」と「滋賀県立信楽窯業試験場」を統合し、「滋賀県工業技術総合センター」として業務を開始しました。

今後とも、効率的で質の高い組織運営を心がけ本県産業支援の中核機関としての役割を果たしていきます。

2. 沿革

平成 9年 4月	工業技術センターと信楽窯業試験場を統合し、工業技術総合センターと改称
平成 9年 6月	知的所有権センターを併設（～平成19年3月）
平成10年 3月	ISO14001規格審査登録取得（栗東地区）（～平成22年3月）
平成10年 3月	信楽窯業技術試験場 福祉環境整備工事により身障者用施設整備
平成11年 2月	「企業化支援棟」竣工
平成11年 4月	企業化支援棟技術開発室の入居開始
平成11年 4月	研究評価制度導入
平成11年 4月	(財)滋賀県工業技術振興協会を(財)滋賀県中小企業振興公社等と統合し、(財)滋賀県産業支援プラザ設立
平成12年 4月	グループ制導入
平成12年 4月	(財)日本発酵機構余呉研究所の解散にともない、食品部門を強化
平成12年 8月	産業支援情報メール配送サービス開始
平成13年 3月	ISO14001規格審査登録取得（信楽地区）（～平成22年3月）
平成18年 7月	工業標準化法による登録試験事業者として認定（～平成26年12月）
平成30年 3月	「日本酒醸造試験施設」を別館（旧：工業技術振興会館）に設置

付記

* 工業技術センター

昭和55年 9月	草津商工会議所会頭から「県立工業技術センターの設置について」の要望書の提出
昭和57年 2月	県立工業技術センター設計・調査予算計上
昭和57年 5月	滋賀県工業技術センター基本計画検討部内ワーキンググループの設置
昭和57年 5月	「滋賀県工業技術センター基本計画検討会議」の設置および第1回検討会議開催
昭和57年 6月	第2回検討会議
昭和57年 7月	第3回検討会議
昭和57年 8月	第4回検討会議
昭和58年 2月	工業技術センターの施設、規模、用地面積等の方針および予算を内定
昭和58年 3月	「滋賀県工業技術試験研究所施設整備基金条例」制定
昭和59年 1月	栗東町「県立工業技術センター建設用地の造成工事」起工
昭和59年 4月	「工業技術センター開設準備室」設置(室長以下6名)
昭和59年 7月	栗東町「県立工業技術センター建設用地の造成工事」完工
昭和59年 7月	「県立工業技術センター建物建設工事」着工
昭和60年 3月	(財)滋賀県工業技術振興協会設立
昭和60年 3月	「滋賀県工業技術振興基金条例」制定

昭和60年 3月 「県立工業技術センター建物建設工事」完工
 昭和60年 4月 工業技術センターおよび（財）滋賀県工業技術振興協会業務開始
 平成 2年 1月 融合化開放試験室設置
 平成 2年 1月 融合化センター設置
 平成 4年11月 別館「工業技術振興会館」竣工、(財)滋賀県工業技術振興協会および(社)発明協会滋賀県支部が入居
 平成 6年 1月 インターネット(SINET)接続
 平成 6年 8月 ホームページ開設

＊信楽窯業試験場

大正15年 県議会において滋賀県窯業試験場 甲賀郡信楽町設置の件決議され、昭和2年度予算に経常費 13,022円 臨時建設費 51,223円を計上
 昭和 2年 4月 商工大臣により設置の件認可
 昭和 2年 5月 滋賀県告示175号をもって信楽町長野に位置を決定
 昭和 3年 5月 新築竣工
 昭和21年10月 信楽窯業工補導所を併設
 昭和22年12月 信楽窯業工補導所を滋賀県信楽窯業工公共職業補導所と改称
 昭和25年 4月 滋賀県窯業試験場を滋賀県立信楽窯業試験場と改称
 昭和33年 7月 滋賀県信楽窯業工公共職業補導所を滋賀県信楽職業訓練所と改称
 昭和37年 3月 固形鑄込成形室新築
 昭和38年 3月 併設の滋賀県信楽職業訓練所廃止
 昭和39年 9月 乾燥試験室新築
 昭和42年 2月 本館改築（総工費18,360,000円 RC造2階建）
 昭和46年 3月 開放試験室ならびに試作成形室新築（総工費28,562,000円 RC造2階建）
 昭和48年 4月 滋賀県窯業技術者養成制度制定（昭和48年告示第129号）
 昭和50年 3月 調土棟、物品倉庫および車庫新築（総工費69,430,000円）
 昭和54年 3月 第1・第2焼成開放試験棟新築
 昭和55年 9月 第1焼成開放試験棟2階増築（総工費2,950,000円）
 平成 7年12月 調土棟、物品1・2階改修（総工費 8,137,000円）
 平成 9年 1月 本館相談室改修（総工費 8,858,000円）
 平成 9年 3月 渡廊下新築（総工費 4,635,000円）

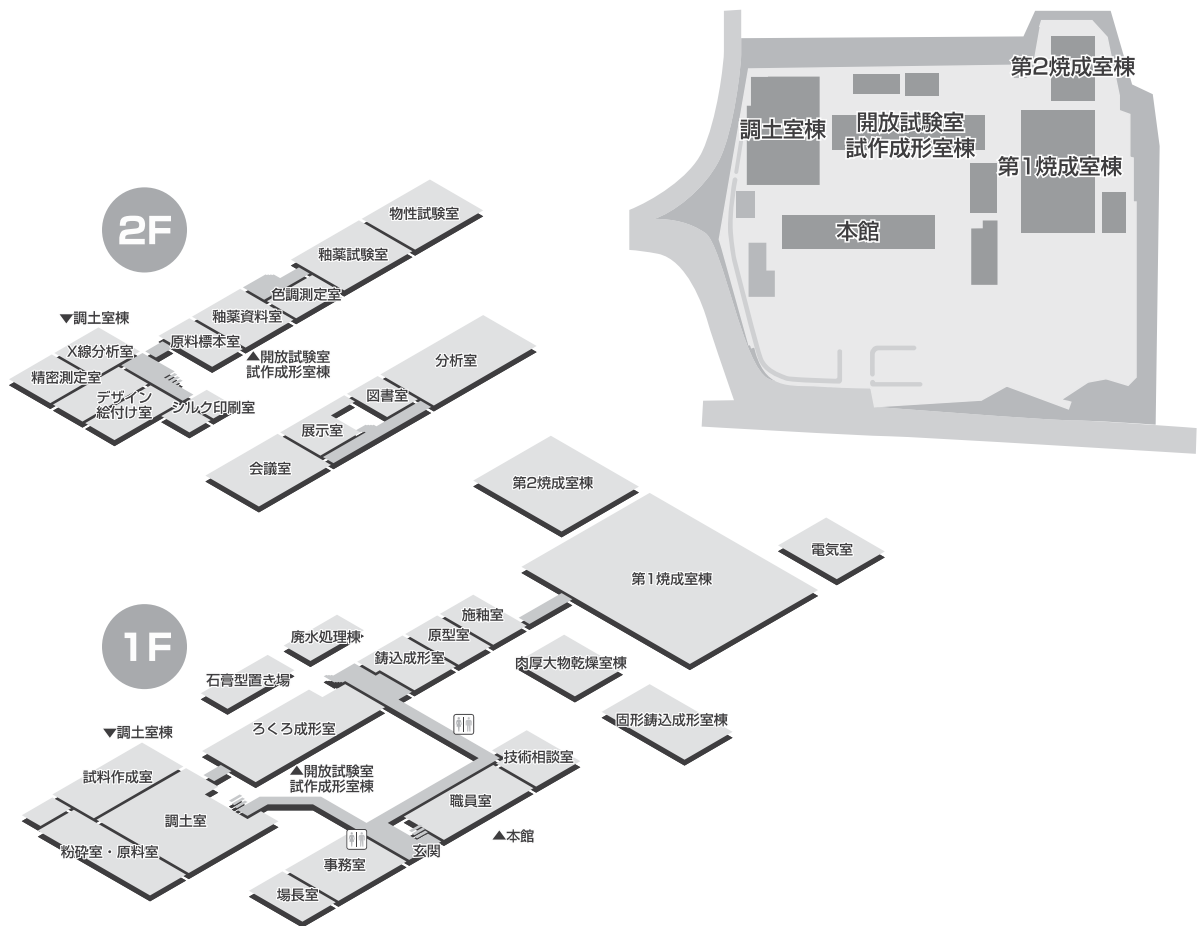
・信楽窯業技術試験場

所在地 〒 529-1851 滋賀県甲賀市信楽町長野 4 9 8 番地

土地 7,561.23m²

建物 3,244m²

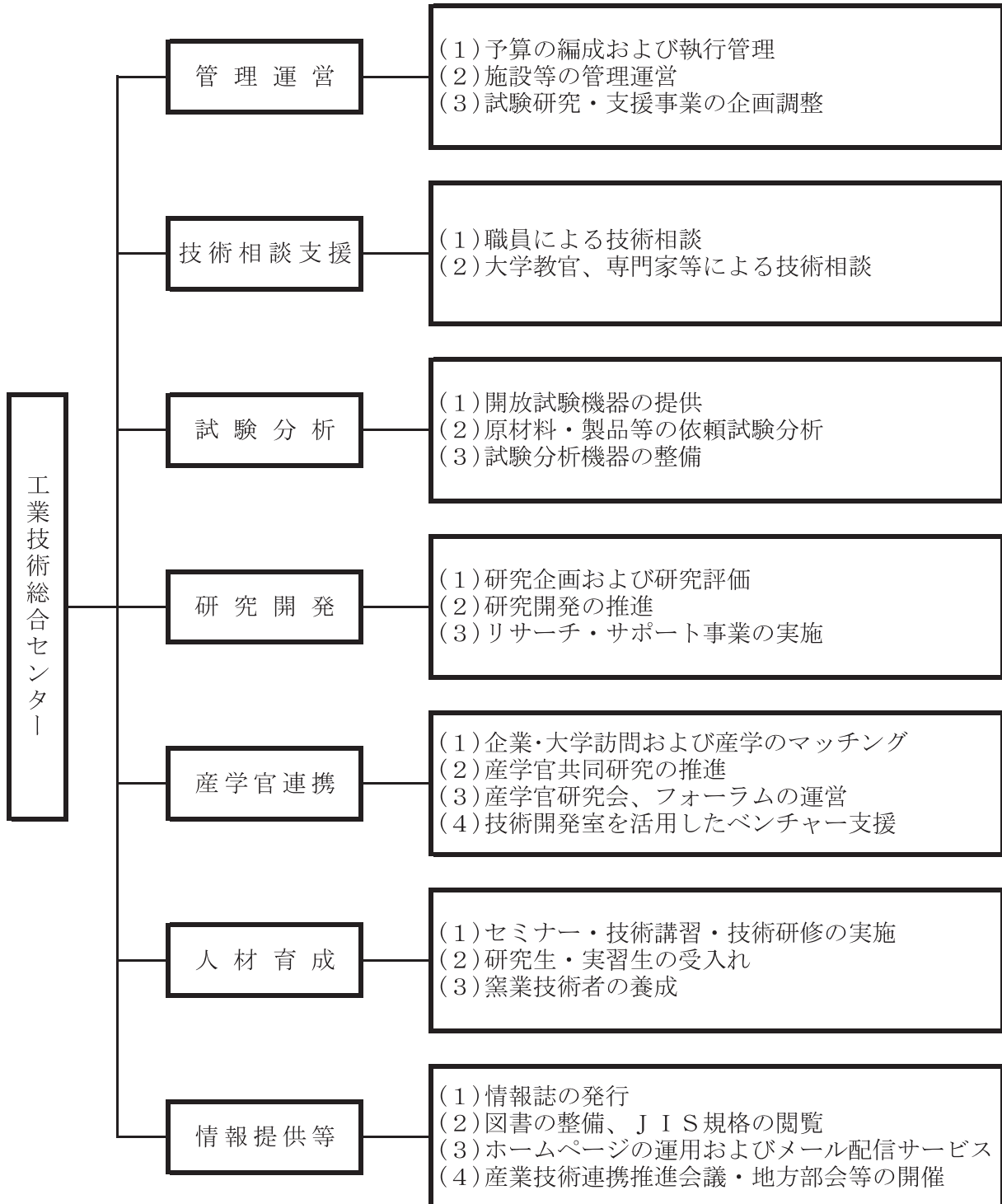
本館	(鉄筋コンクリート 2 階建)	608m ²
開放試験室・試作成形室棟	(鉄筋コンクリート 2 階建)	576m ²
固形鑄込成形室棟	(鉄筋コンクリート平屋建)	91m ²
肉厚大物乾燥室棟	(鉄骨スレート平屋建)	63m ²
調土室棟	(鉄筋コンクリート 2 階建)	698m ²
第 1 焼成室棟	(鉄骨スレート平屋建：国庫補助)	612m ²
第 2 焼成室棟	(鉄骨スレート平屋建：国庫補助)	201m ²
その他	(車庫、電気室等)	395m ²



4. 組織および業務内容

(1) 機能と事業

(平成30年3月31日現在)

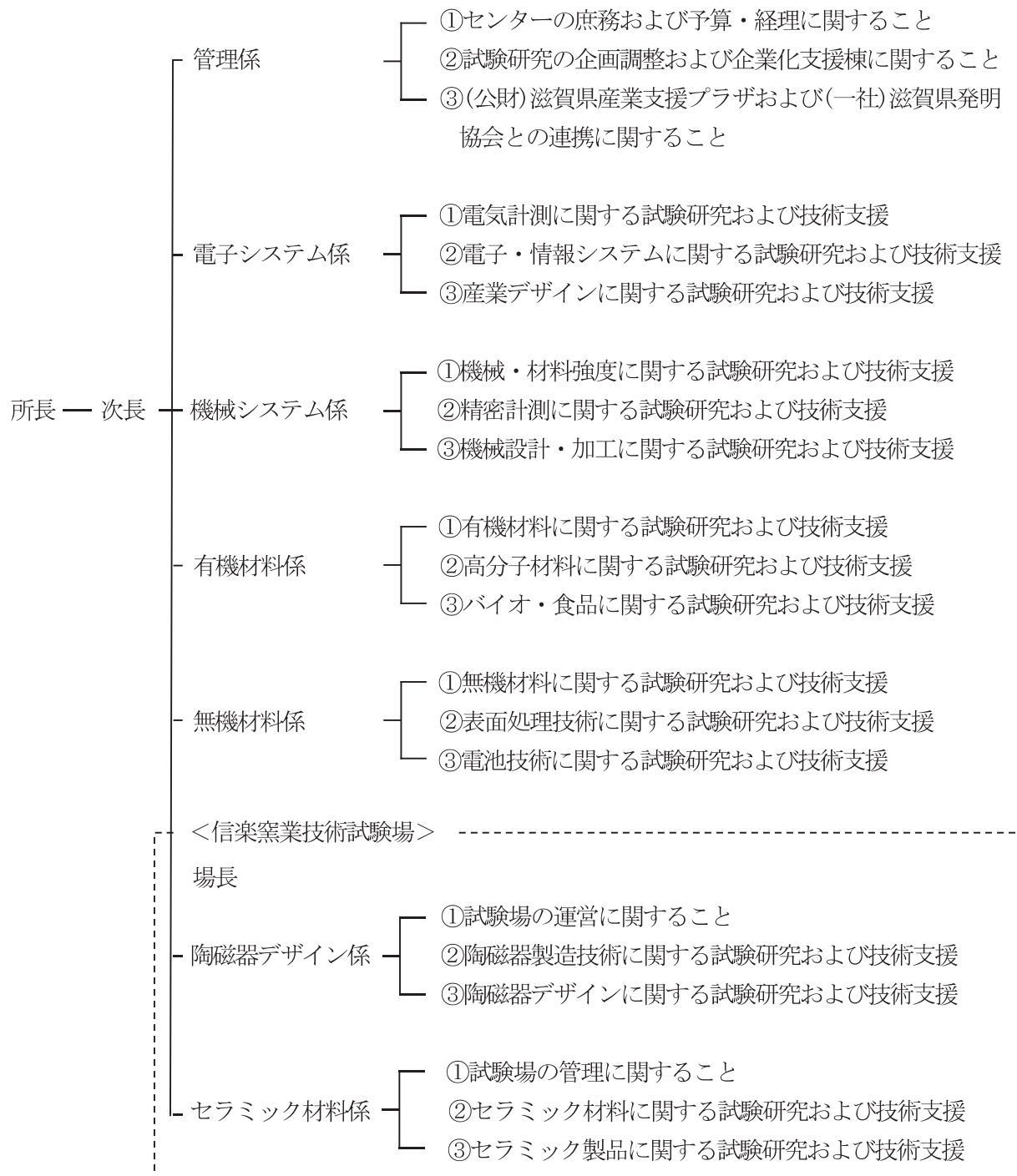


(2) 機構および業務内容

工業技術総合センターは、総合的な試験研究、技術支援・指導、技術研修等を実施するため、管理係、電子システム係、機械システム係、有機材料係、無機材料係、陶磁器デザイン係およびセラミック材料係を設けています。

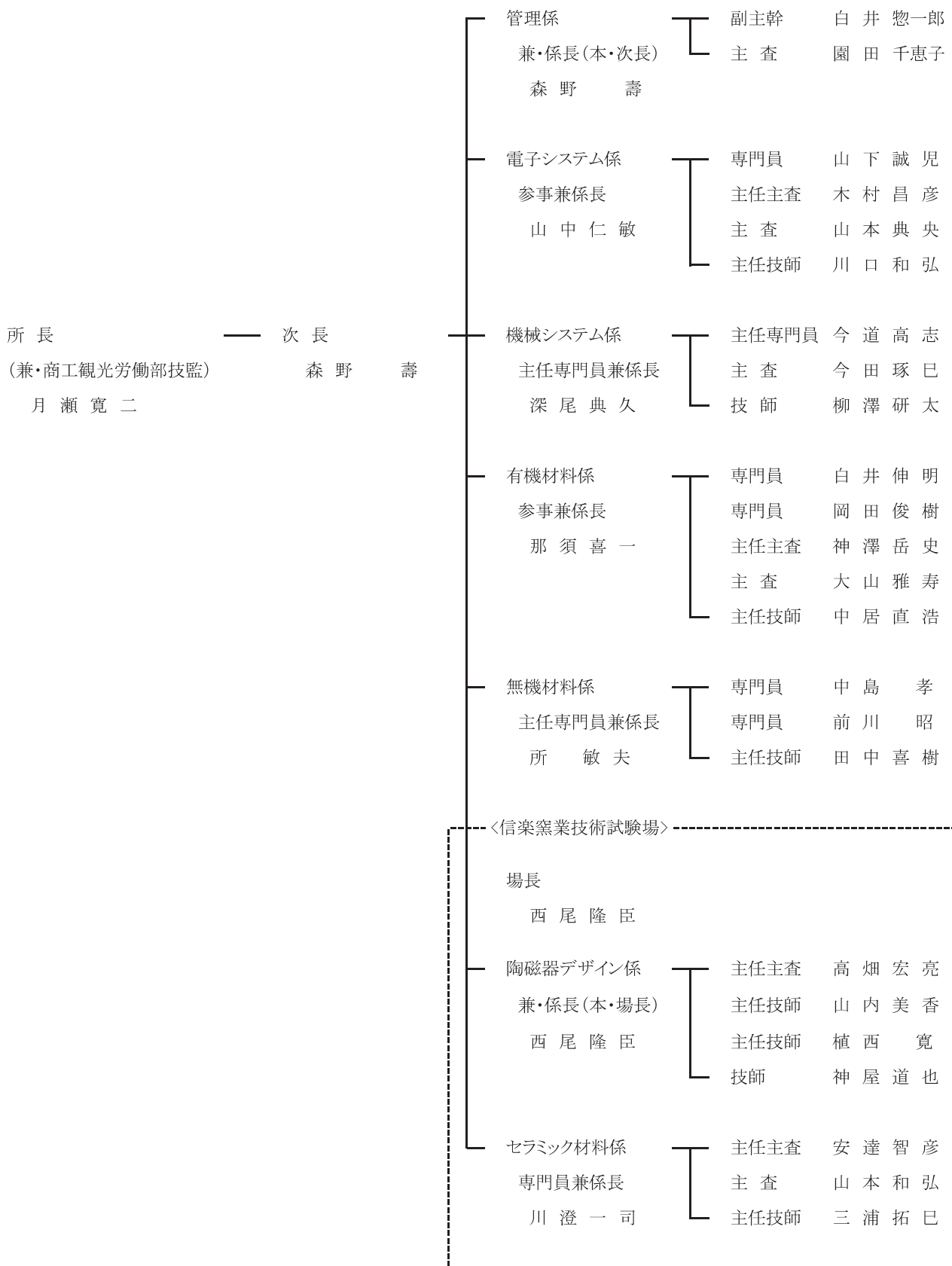
そして、(公財)滋賀県産業支援プラザ、(一社)滋賀県発明協会、各経済団体などと連携を図りながら、効果的な活動を推進しています。

(平成30年3月31日現在)



(3) 職員

(平成30年3月31日現在)



職員数 32名
 事務 3名
 技術 29名

5. 決算（平成29年度）

（1）事業別決算

（単位：円）

概		要	決 算 額	
工業技術総合センター費	職員費		269,315,382	
	費 運 営	企業化支援棟推進費	6,164,000	
		庁舎整備事業費	8,305,000	
		無体財産(特許権)維持管理費	1,722,000	
		庁舎管理費	49,788,528	
			小 計	65,979,528
	試 験	「近江の地酒」醸造技術強化推進事業	87,885,000	
		ものづくり支援開放機器整備推進事業	18,061,000	
		技術相談指導事業費	3,069,000	
		共同研究プロジェクト事業費（研究連携推進法）	343,000	
		（新規リチウムイオン二次電池用バインダーの開発）	141,000	
		（CAEを用いたゆるみ止めナットのワッシャ形状最適化に関する研究）	182,000	
		（水生植物からのセルロースナノファイバー創製と複合材料化に関する研究）	2,643,000	
		窯業技術研究開発事業（信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発）	1,252,000	
		（海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発）	1,468,000	
		地域連携型モノづくり人材育成事業	472,000	
	研 究	外部競争的資金導入型研究開発事業（経済産業省戦略的基盤技術高度化支援事業） （厚板小物高精度絞り部品の製造を可能とする工程独立式可変押し込み複動機構を用いた押し込み絞りプレス加工技術の確立）	6,349,257	
		（革新的巻線技術による在宅用人工呼吸器向けマイクロモーターの開発）	466,830	
		（ナノカーボンファイバーを用いた電気自動車キャパシタ電極の開発）	702,000	
		（水素混合焚き小型高性能ボイラの開発）	399,817	
		（メディカルマイクロニードルパッチ製造のための微細精密加工の研究開発）	5,600,000	
		（IMO規制に適用する船舶用尿素SCRシステムの高効率浄化反応器の開発）	522,220	
		（睡眠時無呼吸症候群治療用 持続的気道陽圧ユニットの清音・長寿命・高追従性を表現するブロー・システムの開発）	1,257,490	
		NEDO 橋渡し （マクロモノマー法を用いたリチウムイオン二次電池用バインダーの開発）	777,078	
		（バイオマスからの電気二重層キャパシタ用活性炭の開発）	950,400	
		モノづくり技術人材育成事業	2,271,675	
	指 導	イノベーション推進設備整備事業	23,195,160	
		海外展開技術支援事業	2,773,000	
		技術情報サービス事業費	3,719,000	
		開放機器維持管理事業	34,032,803	
		学会連携事業費	423,000	
		一般研究事業費	3,102,000	
		地域産業育成指導事業費	4,909,000	
		小 計	206,966,730	
工業技術総合センター費合計			542,261,640	
その他経費	中小企業技術指導員研修事業等	248,154		
	中小企業技術支援情報ネットワーク推進事業	852,120		
	省エネルギーイノベーション創出に向けた革新的軽量化部材の研究開発	568,892		
		小 計	1,669,166	
合 計			543,930,806	

(2) 科目別決算

歳 入			(単位 ; 円)		
款	項	目	収入額	摘 要	
使用料および手数料	使用料	商工観光労働使用料	60,810,291	試験分析機器等設備使用料(栗東) 試験分析機器等設備使用料(信楽) 技術開発室使用料 技術開発室電気料金 別館共益費 自動販売機使用料 自動販売機電気料金 ケーブルテレビ線用コンクリート柱使用料	51,417,030 5,052,570 3,556,650 510,988 199,388 26,221 45,944 1,500
	手数料	商工観光労働手数料	3,187,230	試験等手数料(栗東) 試験等手数料(信楽)	2,986,310 200,920
国庫支出金	国庫補助金	商工観光労働費国庫支出金	13,416,000	戦略産業雇用創造プロジェクト補助金 地方創生拠点整備交付金 地方創生推進交付金	1,819,000 43,942,000 11,597,000
財産収入	財産運用収入	財産貸付収入	2,268	無体財産許諾料	2,268
		生産物売払収入	262,320	生産物売払収入(栗東) 生産物売払収入(信楽)	95,140 167,180
		物品売払収入	3,000	物品売払収入	3,000
繰入金	基金繰入金	産業廃棄物発生抑制等推進基金	17,067,000	製品部材等リサイクル推進支援事業(産廃税充当事業)	2,696,000
		工業技術振興基金繰入金		高度モノづくりイノベーション推進設備整備事業	11,598,000
		中小企業活性化推進基金		海外展開技術支援事業	2,773,000
諸収入	受託事業収入	商工観光労働受託事業収入	1,727,478	試験研究事業費受託事業	1,727,478
	雑入	雑入	28,060,055	JKA機械工業振興事業費交付金 自動販売機納付金 借受機器使用料(栗東) 試験研究事業費補助金 広告掲載料 雑入	9,324,000 178,999 3,218,730 15,297,614 40,000 712
県債	県債	商工観光労働債	44,900,000	工業技術総合センター整備事業債	44,900,000
合 計			169,435,642		

歳 出				
款	項	目	節	支出額
商工観光労働費	中小企業費	工業技術総合センター費	報酬	13,457,522
			給料	134,444,689
			職員手当	86,578,448
			共済費	50,671,998
			賃金	3,126,600
			報償費	957,600
			旅費	2,644,640
			需用費	70,509,875
			役務費	4,614,570
			委託料	27,880,676
			使用料および賃借料	399,524
			工事請負費	70,227,000
			原材料費	1,258,743
			備品購入費	74,927,185
	負担金補助および交付金	521,970		
	公課費	40,600		
	(中小企業費) 小 計			542,261,640
	商工業費	工業振興費	旅費	293,994
			需用費	357,120
			役務費	852,120
備品購入費			94,932	
負担金補助および交付金			71,000	
(商工業費) 小 計			1,669,166	
(商工観光労働費) 小 計			543,930,806	
合 計				543,930,806

(3) 年度別決算

年度別歳入一覧表

(単位 ; 円)

年度	歳			入			計
	使用料および手数料	国庫支出金	財産収入	繰入金	諸収入	一般財源	
59	-	13,897,000	-	350,189,350	58,585,000	2,120,427,000	2,543,098,350
60	1,397,100	12,950,000	-	241,353,330	40,845,000	196,987,904	493,533,334
61	6,818,350	-	16,012,633	261,292,980	33,165,000	218,562,326	535,851,289
62	6,919,850	-	16,656,532	99,886,246	-	226,806,293	350,268,921
63	10,325,100	5,709,000	17,884,599	97,444,000	20,597,000	249,350,601	401,310,300
元	12,599,050	27,319,000	47,035,361	112,937,776	14,910	*1 563,805,758	763,711,855
2	15,298,300	7,750,000	87,251,224	106,709,703	33,267,995	262,587,852	512,865,074
3	13,941,100	10,400,000	72,563,529	109,026,776	55,874	*2 553,087,119	759,074,398
4	15,552,050	20,125,000	39,589,382	81,776,284	28,183,260	*3 760,733,237	945,959,213
5	17,323,050	-	23,470,114	65,932,463	55,940	*4 349,292,414	456,073,981
6	20,293,650	13,283,000	18,502,868	50,815,200	17,878,270	*5 362,601,330	483,374,318
7	16,278,950	13,448,000	8,273,082	9,986,507	14,567,266	*6 546,326,863	608,880,668
8	18,200,650	21,485,000	6,843,746	-	-	620,168,916	666,698,312
9	25,480,780	*7 301,144,950	161,581	-	30,694,760	*7 859,608,099	*9 1,217,090,170
10	25,144,960	28,336,300	273,705	-	211,498,523	546,685,087	811,938,575
11	35,901,920	48,791,750	178,999	*8 3,000,000	18,290,240	552,321,896	658,484,805
12	39,157,390	47,688,890	196,125	*8 8,033,000	36,668,871	547,965,238	679,709,514
13	39,420,710	23,662,971	114,195	*8 8,008,000	23,215,419	539,138,192	633,559,487
14	41,706,710	14,017,500	144,470	*8 12,660,000	21,420,209	476,393,052	566,341,941
15	40,934,500	5,076,750	101,805	*8 5,653,000	21,187,218	475,868,519	548,821,792
16	46,616,980	-	189,415	*8 10,455,177	23,602,663	511,442,888	592,307,123
17	46,339,430	-	251,595	*10 5,555,000	25,602,430	481,076,549	558,825,004
18	53,789,503	-	179,075	*10 4,408,000	31,828,710	452,483,532	542,688,820
19	51,722,530	-	340,680	*10 4,030,000	30,723,646	438,840,873	525,657,729
20	50,072,697	-	393,805	-	62,816,839	446,733,965	560,017,306
21	56,906,267	*11 29,624,000	249,150	*12 1,711,000	45,967,174	368,235,401	502,692,992
22	62,276,469	14,000,000	239,799	*12 10,478,859	18,745,441	351,525,702	457,266,270
23	61,354,027		268,489	*12 12,537,628	20,159,797	360,510,990	454,830,931
24	*13 65,104,105		291,090		18,001,317	326,338,985	409,735,497
25	74,592,190	21,319,450	312,015	*12 6,621,401	19,702,391	319,033,309	441,580,756
26	78,984,757		262,687		39,617,227	330,394,040	449,258,711
27	76,885,869	*14 1,942,000	249,054	*15 28,107,800	27,543,480	343,376,881	478,105,084
28	71,516,708	*14 13,506,000	238,700	*15 16,000,000	28,983,071	*16 337,346,237	467,590,716
29	63,997,521	*14 13,416,000	267,588	*15 17,067,000	29,787,533	*17 419,395,164	543,930,806

注 1. 財産収入・・・工業技術振興基金運用収入他
3. 諸収入・・・公益財団法人JKA補助金、外部競争的資金他

2. 繰入金・・・工業技術センター施設整備基金取崩 他

*1 寄付金 5,100,000円を含む

*3 寄付金 9,000,000円、県債 270,000,000円を含む

*5 寄付金 360,000円を含む

*7 平成9年度分には平成9年度繰越分を含む

*9 平成9年度以降は信楽産業技術試験場との合計額

*11 地域活性化・経済危機対策臨時交付金

*13 関西広域連合に係る減免の適用開始

*15 工業技術振興基金、県産業廃棄物発生抑制等推進基金
中小企業活性化基金 (H28、H29)

*16 県債 11,300,000円を含む

*2 寄付金 700,000円を含む

*4 寄付金 5,100,000円を含む

*6 寄付金 360,000円、県債 90,000,000円を含む

*8 緊急雇用特別対策基金繰入金

*10 県産業廃棄物発生抑制等推進基金

*12 緊急雇用創出事業臨時特例基金繰入金

*14 戦略産業雇用創造プロジェクト補助金

地方創生推進交付金 (H28、H29)

地方創生拠点整備交付金 (H29)

*17 県債 44,900,000円を含む

年度別歳出一覧表

(単位：円)

年度	歳 出							計
	建設費	施設整備費	普及指導費	研究開発費	振興協会助成	運営費	職員費	
59	2,188,909,000	350,189,350	-	-	4,000,000	-	-	2,543,098,350
60	-	295,149,000	22,757,930	4,086,000	29,581,481	49,491,557	92,468,366	493,534,334
61	-	301,307,984	34,221,520	9,020,000	30,770,881	50,503,872	110,027,032	535,851,289
62	-	109,987,607	30,549,100	9,192,500	28,807,124	54,414,818	117,317,772	350,268,921
63	-	123,231,000	45,049,000	11,734,000	29,366,778	54,756,318	137,173,204	401,310,300
元	-	109,991,759	73,718,000	11,780,000	30,812,163	390,510,761	146,899,172	763,711,855
2	2,953,440	110,473,684	84,235,516	14,423,000	30,128,061	108,521,510	162,129,863	512,865,074
3	292,064,790	82,728,956	76,017,591	13,231,000	31,524,168	91,674,784	171,833,109	759,074,398
4	448,900,754	96,191,391	83,229,609	12,441,000	36,760,705	81,326,940	187,108,814	945,959,213
5	-	36,520,813	87,319,210	13,155,000	37,205,434	85,540,268	196,333,256	456,073,981
6	-	64,452,632	81,478,987	15,005,000	37,797,950	85,589,872	199,049,877	483,374,318
7	123,502,270	45,212,721	69,313,996	38,249,726	38,282,681	83,255,664	211,063,610	608,880,668
8	-	131,527,781	129,260,652	53,954,499	47,225,504	83,429,093	221,300,783	666,698,312
9	451,360,350	242,841,391	63,188,639	38,000,533	*1 -	93,946,369	328,752,888	*2 1,218,090,170
10	-	290,327,728	52,822,893	45,611,212	-	90,433,773	332,742,969	811,938,575
11	-	142,975,492	54,514,531	25,366,277	-	91,243,661	344,384,844	658,484,805
12	-	145,175,564	58,272,588	31,453,835	-	98,023,064	346,784,463	679,709,514
13	-	91,676,504	53,246,218	38,102,625	-	96,987,690	353,546,450	633,559,487
14	-	64,299,000	62,421,948	21,975,202	-	89,736,095	327,909,696	566,341,941
15	-	45,251,750	57,032,250	26,285,512	-	89,850,371	330,401,909	548,821,792
16	-	81,500,972	66,058,831	30,577,446	-	78,556,520	336,162,694	592,856,463
17	-	62,837,486	55,783,378	32,582,531	-	77,095,205	330,526,404	558,825,004
18	-	73,300,315	54,990,906	27,187,301	-	71,958,271	315,252,027	542,688,820
19	-	54,774,450	56,713,475	27,150,556	-	66,571,449	320,447,799	525,657,729
20	-	102,768,614	48,120,204	21,882,574	-	71,914,719	315,331,195	560,017,306
21	-	69,618,841	51,071,307	20,730,002	-	56,860,112	298,717,089	496,997,351
22	-	36,696,464	55,452,808	10,468,804	-	53,621,382	296,810,128	453,049,586
23	-	24,699,790	55,643,694	10,406,612	-	52,163,112	302,901,905	445,815,113
24	-	41,583,149	36,927,996	12,301,568	-	56,800,908	262,121,876	409,735,497
25	-	56,193,033	47,266,926	9,591,919	-	57,357,355	271,171,523	441,580,756
26	-	58,765,074	41,722,146	10,560,107	-	57,063,083	281,148,301	449,258,711
27	-	69,283,547	53,268,777	11,371,630	-	59,630,981	284,550,149	478,105,084
28	-	50,996,000	49,943,417	24,069,775	-	69,721,781	272,859,743	467,590,716
29	87,885,000	41,256,160	51,669,478	26,156,092	-	65,979,528	269,315,382	542,261,640

注 1. 建設費・・・調査等事務費を含む

2. 施設整備費・・・庁舎整備を含む

*1 平成9年度以降は、新産業振興課執行

*2 平成9年度以降は、信楽産業技術試験場との合計額

6. 工業技術総合センター運営懇話会結果概要

当センターの効率的・効果的な運営を行うため、平成 29 年度に開催しました運営懇話会の概要は次のとおりです。

【開催日時】 平成 30 年 3 月 20 日(火) 10:00～12:00

【開催会場】 工業技術総合センター別館産学官交流室

【委 員】

座長

中谷吉彦 立命館大学 産学官連携戦略本部副本部長・教授

委員

和田隆博 龍谷大学 理工学部教授

尾松 啓 神港精機株式会社 滋賀守山工場長

北村嘉英 草津電機株式会社 代表取締役社長

大原耕造 信楽陶器工業協同組合 理事長

古島竜也 近畿経済産業局 課長補佐（産学官連携推進担当）

中村吉紀 公益財団法人滋賀県産業支援プラザ 常務理事

【次 第 等】

- (1) 開会
- (2) センターの運営・業務説明
 - ①センターの概要
 - ②業務別の説明
 - ・電子システム係、機械システム係の業務
 - ・有機材料係、無機材料係の業務
 - ・信楽窯業技術試験場の業務
- (3) 前回評価に対する対応状況
- (4) 委員からの評価、意見、提言等 [質疑応答]
- (5) 座長総括
- (6) 日本酒醸造試験室の見学
- (7) 閉会

【委員からの意見・提言に対する対応状況報告】

1 開放機器の整備について

	意見・提言	対応状況
①	平成24年度から28年度までの国補正予算において、県内企業でモノづくり補助金が約60億円分採択され、一般企業で買える機器はどんどん導入されている。これからは、一般企業では買えない、センターならではの機器を整備いただきたい。	平成29年度の国補正予算により、「高度モノづくり試作開発センター」を設置し、最先端機器を導入する。 引き続き、国費や外部競争的資金を積極的に活用し、企業ニーズに対応した最先端機器を整備することで、県内製造業の競争力強化を図っていききたい。
②	センターの稼働率が高い機器を使わせてもらおうとすると順番待ちになる。企業は時間と戦っており、開発の関係で早くやりたいものもある。稼働率の高い機器を増やしてもらうことを検討いただきたい。	容量等に合わせて同種の機器を2～3台置くことはあるが、全く同じ機器を複数台置くことは困難である。 稼働率の高い機器は、東北部工業技術センターや関西広域連合参画府県の公設試にも備えている場合が多いので、お問い合わせいただきたい。
③	配布資料の「機器の経過年数別利用件数」を見ると、20年前に購入した機器がかなりよく使われている。これだけ頻繁に使われている古い機器を、次の世代の機器に買い換えるべきではないか。	20年前に購入し、現在も使用している機器は、ほとんどがコンピュータ部分を途中で更新するなどして、リニューアルしている。 今後とも、機器購入予算を確保することにより、古くなった機器は順次、最新の機器に更新していききたい。

2 外部競争的資金について

④	滋賀県では、産業支援プラザのコーディネータとセンターが緊密に連携されていることもあり、サポインの件数が全国でもトップクラスである。さらに連携を強化することで、今後もサポインの採択に活かしていただきたい。	引き続き産業支援プラザと緊密な連携を図るとともに、研究テーマの発掘や共同で取り組む大学、研究機関、企業等と積極的に情報交換を図り、サポインの採択につなげていききたい。
---	---	---

3 人材育成について

	意見・提言	対応状況
⑤	<p>例えば、中小企業の方がAIやIoTについて相談に来られた時に、今の人材で対応ができるか不安である。月50万円くらいはかかると思うが、センターの職員を大学や民間に研修派遣し、最低限の知識を習得してもらうようにしてはどうか。ハード整備に比べればずっと安くあがると思う。</p>	<p>現在、中堅職員や若手職員を、大学や中小企業大学校に研修派遣し、専門的知識を習得させるとともに、産業技術総合研究所等の研究機関や民間企業が実施する研修にも参加させ、先端技術の習得に努めている。</p> <p>今後もこれらの研修派遣等を通じてセンター職員の人材育成に取り組んでいきたい。</p>
⑥	<p>信楽地域の企業を訪問させていただいたが、行くところ、行くところで、若い方々から窯業技術試験場を活用させていただいていると聞いた。また、試験場には、県外出身の若い方々を主体的に養成されることで、陶器産業を支えてもらっている。来年度から受講が有料になると聞いたが、レベルの高い人材を育成できるよう頑張っていたきたい。</p>	<p>窯業技術者養成研修を有料化することで、研修内容を一層充実させ、研修生のレベルアップを図っていきたい。</p> <p>また、研修終了後には、後継者として信楽産地に送り込み、地元業界関係者等と連携を図りながら、本県陶器産業の将来を担う人材の育成に努めていきたい。</p>
⑦	<p>センターの設備や機器を県内大学の学生にも利用してもらってはどうか。学生をインターンとして受け入れてもらうことで、センターとさらなる連携が図っていけないか。</p>	<p>県内の大学関係者の方には、共同研究を実施する中でセンターの設備や機器を積極的に活用いただいている。</p> <p>また、現在、龍谷大学の学生さんを実習生として受入れ、試験や評価に従事してもらっているが、センターにとっても若手職員が指導や訓練を行うよい機会ととらえており、双方にとって大きなメリットがあると考えている。</p>

4 センターのPRについて

	意見・提言	対応状況
⑧	<p>企業がセンターを利用する上で、いいことがいっぱいあると思う。我々も、いろいろなところで話をしているが、敷居が高いと思っている企業や、自分で機器を扱うことを不安に思っている企業もあるようだ。センターからもっと利用してもらえようPRをすべきである。</p>	<p>センターでは年間を通じて企業訪問を実施し、直接売り込みを行うとともに、毎年11月に一般公開事業を実施し、参加企業にセンターを知ってもらう機会を提供している。</p> <p>また、広報誌「テクノネットワーク」を年3回、窯業技術情報誌「陶」を年1回発行し、県内企業、関係機関、関係団体に各種の技術情報を提供するとともに、メールマガジン「IRCS News」の配信を通じて技術講習会の案内をはじめ、タイムリーな産業支援情報を提供しており、引き続き、PRに努めていきたい。</p>

7. 設備・機器

平成29年度に取得した主な機器は次のとおりです。

試験研究機器類

	機器名	規格	金額	取得日	摘要
栗	顕微鏡システム	株式会社キーエンス VHX-6000SP	6,955,200	H29.9.29	イノベーション推進設備整備事業
	自動埋込プレス	丸本ストルアス株式会社 シトプレス-15	1,649,160	H29.11.6	戦略的基盤技術高度化支援事業
	多成分小型動力計システム	キスラー 9119AA1	5,400,000	H29.11.6	戦略的基盤技術高度化支援事業
	Co管球	ブルカーエイエックスエスKFL Co-2KC、ゲーベルミラー	2,991,600	H29.11.27	戦略的基盤技術高度化支援事業
	恒温恒湿槽	エスペック株式会社 PSL-4J	4,024,080	H29.12.1	
	万能材料試験機(50KN)	株式会社島津製作所 AG-50kNXplus	13,986,000	H29.12.11	JKA機械工業振興補助事業
	ICP発光分析装置	株式会社島津製作所 ICPS-8100CL	13,998,960	H29.12.15	イノベーション推進設備整備事業
信楽	攪拌脱泡装置	株式会社写真化学 SK-350T	920,840	H30.2.5	
	光硬化装置	美濃商事株式会社 FB-1200DX	2,241,000	H30.3.16	イノベーション推進設備整備事業

Ⅱ. 業務概要

1. 技術相談支援

平成29年度実績の概要は、次のとおりです。

事業名	実施件数等		
	栗東	信楽	合計
職員による技術相談	6,929件	1,533件	8,462件
リサーチサポート制度の利用	5件	7件	12件
モノづくり技術人材育成事業	18コース	2コース	20コース

(1) リサーチサポート制度の利用

県内企業や当センター等の実施する技術開発や研究会事業に、大学等の専門家をリサーチサポーターとして招聘し、適切な指導助言を得て課題解決を図り、技術開発や研究会事業等を円滑にすすめる事業です。

[栗東] 件数：5件

実施日	分野	内容
H29. 4. 18	技術工学	品質工学会の企画運営・指導
H29. 8. 24		疲労強度設計・試験勉強会での講義および指導
H29. 9. 13		光学シミュレーション技術について
H29. 11. 21		品質工学におけるMT法、T法の進め方とポイント
H30. 3. 5		NC加工機の工作機械精度について

[信楽] 件数：6件

実施日	分野	内容
H29. 4. 28	窯業 (デザイン)	インテリア製品のデザイン・ブランディング指導
H29. 5. 29		インテリアデザイン・ブランディングの指導
H29. 7. 24		坪庭資材の開発におけるデザイン指導
H29. 10. 19		坪庭資材の開発におけるデザイン指導
H30. 3. 6		ブランディング・店舗の空間デザインについて
H30. 3. 20		照明製品のデザイン指導

(2) モノづくり技術人材育成事業 (セミナー・講習・実習)

講習会名称		実施日	内 容	参加者
栗 東	セミナー【最新の分光放射計と二次元色彩輝度計の使い方】 実習【金属材料の研究開発、トラブル解決を支援する試験機器】	29. 8. 25	光の明るさと色の見え方の知識から光計測機器の原理を学び、実習では、平成28年度に導入した分光放射計や二次元色彩輝度計などの利用方法を解説	7名 6名
	講習【最新の電池産業に役立つ市場動向と技術開発】 実習【新しいインピーダンス測定、電池材料の研究開発を支援する試験機器】	29. 9. 5	矢野経済研究所から講師を迎え、Li電池を中心に世界での市場、開発の動向などのご紹介と、共同研究で開発した電池部材の評価技術について紹介	37名 35名
	講習【切削・レーザ加工の基本 次世代技術への応用】 実習【加工装置と寸法・形状評価】	29. 9. 12	神戸大学の白瀬教授、龍谷大学の小川准教授を講師に迎え、切削加工とレーザ加工の基本を分かりやすく解説し、最新加工事例なども紹介	26名 20名
	講習【微小硬さ試験を活用した機械的特性評価 ―基礎から応用まで―】 実習【微小硬さ試験/微小圧縮試験機による測定実習】	29. 9. 25	微小硬さ試験と従来のビッカース硬さと比較して解説し、硬さ以外の機械的特性（押し込み弾性率、クリープ特性等）の測定も定義や活用例について紹介	8名 7名
	講習【熱分析マスターになろう！―研究開発から品質管理、トラブル対応へ―】 実習【熱分析装置（DSC, TG, TMA）による測定実習】	29. 11. 21	示差走査熱量計（DSC）熱重量測定装置（TG）熱機械測装置（TMA）の原理や測定法のほか、モノづくり現場の研究者・技術者が押さえておくべき実践的な活用法について紹介	29名 9名
	セミナー【プラスチックや複合材料の開発、トラブル解決に役立つ赤外分光分析測定】 実習【フーリエ変換赤外分光光度計（FT-IR）による測定実習】	29. 12. 12	赤外分光光度計（IR）の測定原理を詳しく解説し、プラスチックや複合材料の製造や開発現場での想定外に発生した問題や課題解決に役立つ知識やコツを紹介	25名 10名
	講習【材料力学の基礎と新規万能材料試験機による強度試験】 実習【新規万能材料試験機（50kN）による強度試験】	30. 1. 30	材料力学の基礎知識を解説し、H29年度導入した万能材料試験（50kN）を使用し、伸び計を用いた引張試験や、圧縮試験（曲げ）を中心に実習	13名 8名
	講習【溶液元素分析- I C P 発光分析装置の分析原理と測定できること】 実習【 I C P 発光分析装置による測定実習】	30. 2. 8	H29年度導入の最新のICP発光分析装置による元素分析について、分析原理と基本特性の解説や試料調整から分析事例の講習を紹介	9名 5名
	講習【電子機器、工業材料に対する温湿度試験の考え方と実際】 実習【電子機器、工業材料に対する温湿度試験の考え方と実際】	30. 2. 22	H29年度導入の恒温恒湿槽とセンター既存の試験機を用いた環境試験を実演し、耐温湿度評価を行う際のコツやよくあるミスなど、活用方法を紹介	6名 3名
	栗東計	18コース		263名
信 楽	講習【多孔質材料の構造評価技術（基礎） セラミックや活性炭など】 実習【「水銀ポロシメータ」「ガス吸着量測定装置」】	29. 10. 12	焼き物など多孔質材料の細孔構造を調べる「水銀ポロシメータ」および「ガス吸着量測定装置」の測定原理から測定方法、具体的な応用例について紹介	14名 8名
	信楽計	2コース		22名
モノづくり技術人材育成事業 合計		20コース		285名

(3) 海外展開技術支援事業

①国際規格

企業の皆様が自社製品を世界に販売するとき、安全性や品質を販売先の規格へ適合させる必要があります。

- ・販売先はどんな規格なのか。
- ・どこで評価するのか。
- ・どうやって製品を評価するのか。
- ・どんな手続きがあるのか。

このような課題を解決するため以下の支援を実施しました。

<セミナー>

開催日	テーマ名	受講
H29. 8.28	<ul style="list-style-type: none"> ●「はじめての中国・東南アジアの製品安全認証制度」 ◆海外展開技術支援事業について 工業技術総合センター ◆これだけは知っておこう 中国の製品品質規制 (株)PS Farm 代表取締役 奥野 克幸 氏 ◆これで分かる！東南アジアの国際製品規格 CF Media コンサルタント 代表 石井 満 氏 	35名
H29.11.30	<ul style="list-style-type: none"> ◆REACH, RoHS 等の海外規制の動向とその対応 チエフル経営研究所 代表 古谷武徳 氏 ◆JETRO の概要と海外展開支援 日本貿易振興機構滋賀貿易情報センター 窪田陽介 氏 	48名
H30. 2.16	<ul style="list-style-type: none"> ◆「CEマーキング対応のための考え方と進め方」 ～予備知識がなくても全体像がつかめるCEマーキング勉強会～ 講師:テュフラインランドジャパン(株) 製品部 産業機器課 穂原 一真 氏 	22名

<個別相談会>

登録相談員:5名

相談員	技術分野
石井満氏	CE マーキング、機械指令、低電圧指令、EMC 指令、RE 指令
佐々木宏氏	国際規格適合設計(白物家電)、IEC 国際規格対応、製品安全試験所の品質マニュアル
古谷武徳氏	RoHS 指令、REACH 規則
川北 日出夫氏	RoHS 指令、REACH 規則、CE マーキング
今井俊和氏	RoHS 指令、REACH 規則、グリーン調達

相談会:6社に対し7回実施、内容:各指令への適応対応について

<海外規格等の整備>

以下の欧州指令、整合規格を整備した。(閲覧可能)

名 称	
玩具安全指令 (Toys safety) 2009/48/EC 医療機器指令 (MDD) 93/42/EEC 廃棄電気・電子機器指令 (WEEE) 2012/19/EU 廃棄物に関する枠組み指令 2008/98/EC 無線機器指令 (RED) 2014/53/EU	邦訳版

名 称	
「EU 製品規則の実施に関するブルーガイド」	邦訳版

規 格 番 号	タ イ ト ル	
IEC 60204-1 Ed. 6.0:2016	Safety of machinery - Electrical equipment of machines - Part 1: General requirements 機械の安全性－機械の電気機器－第1部：一般要求事項	英 日 対 訳 版
BS EN 60950-1:2006+A2:2013	Information technology equipment - Safety - Part 1: General requirements 情報技術機器－安全性－第1部：一般要求事項	
IEC 61000-6-1 Ed. 3.0:2016	Electromagnetic compatibility (EMC) - Part 6-1: Generic standards - Immunity standard for residential, commercial and light-industrial environments 電磁両立性(EMC)－第6-1部：一般規格－住宅、商業及び軽工業環境のイミュニティ規格	
IEC 61000-6-2 Ed. 3.0:2016	Electromagnetic compatibility (EMC) - Part 6-2: Generic standards - Immunity standard for industrial environments 電磁両立性(EMC)－第6-2部：一般規格－工業環境のイミュニティ規格	
BS EN 61000-6-3:2007+A1:2011	Electromagnetic compatibility (EMC). Generic standards. Emission standard for residential, commercial and light-industrial environments 電磁両立性(EMC)－第6-3部：一般規格－住宅、商業及び軽工業環境のエミッション規格	
BS EN 61000-6-4:2007+A1:2011	Electromagnetic compatibility (EMC). Generic standards. Emission standard for industrial environments 電磁両立性(EMC)－第6-4部：一般規格－工業環境のエミッション規格	

規格番号	タイトル	
BS EN 50581:2012	<p>Technical documentation for the assessment of electrical and electronic products with respect to the restriction of hazardous substances</p> <p>有害物質の制限に関する電気・電子製品の評価のための技術文書作成</p>	
BS EN 10204:2004	<p>Metallic materials. Types of inspection documents</p> <p>金属製品－検査文書の書類</p>	
IEC 62321-1 Ed. 1.0:2013	<p>Determination of certain substances in electrotechnical products - Part 1: Introduction and overview</p> <p>電気・電子機器中における特定物質の定量－第 1 部:手引及び概要</p>	
IEC 62321-2 Ed. 1.0:2013	<p>Determination of certain substances in electrotechnical products - Part 2: Disassembly, disjunction and mechanical sample preparation</p> <p>電気・電子機器中における特定物質の定量－第 2 部:分解, 分離及び機械的試料調製</p>	
IEC 62321-3-1 Ed. 1.0:2013	<p>Determination of certain substances in electrotechnical products - Part 3-1: Screening - Lead, mercury, cadmium, total chromium and total bromine using X-ray fluorescence spectrometry</p> <p>電気・電子機器中における特定物質の定量－第 3-1 部:スクリーニング－蛍光 X 線分光法による鉛, 水銀, カドミウム, 総クロム及び総臭素</p>	英 日 対 訳 版
IEC 62321-3-2 Ed. 1.0:2013	<p>Determination of certain substances in electrotechnical products - 3-2: Screening - Total bromine in polymers and electronics by Combustion - Ion Chromatography</p> <p>電気・電子機器中における特定物質の定量－第 3-2 部:スクリーニング－燃焼による高分子材料及び電子装置中の総臭素－イオンクロマトグラフィ</p>	
IEC 62321-4 Ed. 1.0:2013	<p>Determination of certain substances in electrotechnical products - Part 4: Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS</p> <p>電気・電子機器中における特定物質の定量－第 4 部:CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES 及び ICP-MS による高分子材料, 金属及び電子装置中の水銀</p>	
IEC 62321-5 Ed. 1.0:2013	<p>Determination of certain substances in electrotechnical products - Part 5: Cadmium, lead and chromium in polymers and electronics and cadmium and lead in metals by AAS, AFS, ICP-OES and ICP-MS</p> <p>電気・電子機器中における特定物質の定量－第 5 部:AAS, AFS, ICP-OES 及び ICP-MS による高分子材料及び電子装置中のカドミウム, 鉛及びクロム並びに金属中のカドミウム及び鉛</p>	

規格番号	タイトル	
IEC 62321-6 Ed. 1.0:2015	Determination of certain substances in electrotechnical products - Part 6: Polybrominated biphenyls and polybrominated diphenyl ethers in polymers by gas chromatography - mass spectrometry (GC-MS) 電気・電子機器中における特定物質の定量－第 6 部:ガスクロマトグラフィ-質量分析(GC-MS)による高分子材料中のポリ臭化ビフェニル及びポリ臭化ジフェニルエーテル	英 日 対 訳 版
IEC 62321-7-1 Ed. 1.0:2015	Determination of certain substances in electrotechnical products - Part 7-1: Hexavalent chromium - Presence of hexavalent chromium (Cr(VI)) in colourless and coloured corrosion-protected coatings on metals by the colorimetric method 電気・電子機器中における特定物質の定量－第 7-1 部:六価クロム－比色法による金属の無色又は着色防食被膜中の六価クロム (Cr(VI))の存在	

②「信楽坪庭」の開発による海外展開

本事業は、日本の京町家などに代表される坪庭を現代風（和風モダン）にアレンジし、都市のすき間空間に置くだけで坪庭風に仕上げられる「信楽坪庭」の開発を行っています。製品開発においては、近藤三雄東京農業大学名誉教授の監修の下、信楽窯業技術試験場で開発を進めている機能を付加した坪庭資材に加え、信楽陶器工業協同組合と連携し製品化を進めています。

今年度の事業は、昨年度横浜市で開催された日本フラワー&ガーデンショウでの結果が好評であったことから、「信楽坪庭」の製品化およびカタログの作成を行いました。また、販路開拓を目的に海外からの出展企業が多く参加する千葉県幕張メッセで開催された第11回ガーデンEXPOに出展を行っています。

○事業参加企業数：16社

○推進会議の開催

・第3回信楽坪庭製品開発推進会議 参加企業9社

開催日時：平成29年7月10日

講師：東京農業大学名誉教授 近藤三雄氏

参加企業数：9社

○第11回ガーデンEXPOへの出展

開催日：平成29年10月11日～13日

開催場所：千葉県 幕張メッセ

参加企業数：8社（カタログのみの参加者を含む）

入場者数：3日間で約43,000人



○第11回ガーデンEXPO報告会の開催

開催日時：平成29年10月26日

講師：東京農業大学名誉教授 近藤三雄氏

参加企業数：11社



(4) 主な技術相談事例

分野	電子
課題	補助機器を有する供試機器の伝導イミュニティ試験について
供試機器や補助機器の配置や試験器との接続はどうしたらよいか？	
<p>供試機器と補助機器を接続する各ライン（相互接続線）には、各ラインへのノイズ注入および減結合のために必ず CDN（結合・減結合回路網）あるいは EM クランプを挿入しなければならない。また、EM クランプ使用時には、補助機器の相互接続線以外（例えば電源線等）にも 50Ω 終端を装着した CDN を挿入し補助機器のコモンモードインピーダンスを 150Ω にする必要がある。なお、機器が複数ある場合には各配線が複雑になりがちであるが、試験の再現性を確保するために各配線は可能な限り整然と配置し、再度同じ配置で試験実施出来るようにすることが本試験では特に重要となる。これらのことにより、試験規格に則った再現性の高い試験の実施が可能となる。</p>	

分野	電子
課題	衝撃試験を行った時の製品の加速度を測定について
製品への加速度ピックアップの取り付け方法は？	
<p>衝撃試験を行う際に、実際に製品に加わる加速度を調べたい場合については、製品に加速度ピックアップを取り付けられるようにする必要がある。衝撃試験は、製品の重量によるが 20G までは振動試験機、それ以上は落下衝撃試験機で行える。加速度ピックアップは振動試験機だと瞬間接着剤、落下衝撃試験機だとボルトで固定となる。それぞれ製品の測定したい箇所の周辺に取り付けることで測定できる。</p>	

分野	電子
課題	積層板の耐電圧試験について
積層板に関する耐電圧試験の考え方を知りたい	
<p>積層板は材料が層状に積み重なった構造をしているので、層に垂直な方向に電圧をかける「貫層耐電圧」と層に平行方向に電圧をかける「沿層耐電圧」がある。それぞれに応じた試験片の加工が必要で、試験電極のサイズと共にその形状をアドバイスした。</p>	

分野	デザイン
課題	意匠登録用写真について
意匠登録に必要な6面図を写真で提出したい。	
撮影システムを使い、影が出ないように照明を当て6面を撮影した。画像編集ソフト (Adobe Photoshop) で被写体を切り抜き、大きさを合わせ、その後、登録用に写真の大きさを縦113mm、横150mmにして6面図を完成させた。	

分野	デザイン
課題	お内裏様とお雛様の頭部作成について
信楽焼でお内裏様とお雛様を商品にするにあたり、原型を作りたい。	
お内裏様とお雛様の頭部を3DCADソフト (SolidWorks) で3DCADデータにした。その後、3Dプリンタでの試作と3DCADソフトでの修正を数回行い、原型を完成させた。	

分野	機械
課題	プリント基板の反りの原因究明
せん断切断時のプリント基板の変形挙動を測定したい。	
自社で開発した治具を用いてプリント基板をせん断切断した際に永久変形が生じるため、その原因を究明したいとの相談を受けた。プリント基板の変形が予測される箇所の歪ゲージを貼って測定する方法を説明し、表裏の8カ所に歪ゲージを貼り、当センターの動はずみ測定機およびデータロガーを用いて切断時の挙動を時系列で測定した。その結果、力の加わりが大きい箇所が特定でき、原因の究明と治具の改善につながった。	

分野	機械
課題	CAEによる製品の改良
製品の材質と形状を変更した場合に強度に問題がないかをCAEで調べたい。	
<p>フランジ形状製品の材質を鋳鉄からステンレスに変更することで、部分的に厚みを薄くするなど、軽量化を図りたいが、そうした場合に強度的に問題がないかをCAEで調べることは可能かという相談を受けた。想定される圧力をかけた時に、変更前後で応力分布を比較する等の方法を説明した。また、CAEの注意事項として、CAEの結果だけで結論付けるのではなく、実物試験との複合的な判断が必要であることを説明した。</p>	

分野	機械
課題	プレス加工不良の金型パンチの影響
金型パンチ形状による加工不良の影響を調査したい。	
<p>段付き円筒型の金型パンチで部品を加工すると使用する金型により不良率が異なり、その原因について調べたいと相談があった。不良率が高い金型と不良率が低い金型のそれぞれの金型形状を評価するため、三次元測定機により、直角度、円筒度、平行度等の幾何公差の評価を実施した。押付け部の平面度に差が見られたため、CNC表面粗さ測定機により3次元表面性状を評価した結果、平面部の旋盤仕上げの加工状態に違いが見られた。</p>	

分野	機械
課題	フィルムの疲労試験について
温度を変化させて疲労試験を行いたい。	
<p>当センターでは疲労試験が可能な装置として、試験力容量20kN、200kNおよび250Nの3機種を保有している。今回、実施されたいフィルムの試験荷重が小さいため250Nの低荷重疲労試験機（料金表コード：L34）となる。また、温度制御できる装置はこの機種のみで、恒温槽内は-30℃～+250℃の範囲で設定できる。ただし、恒温槽内での試験は試験片サイズの制限があるため、事前に相談いただく必要があることを説明した。</p>	

分野	バイオ・食品
課題	食品加工用のタンパク質分解酵素活性の定量測定方法について
<p>食品加工用の輸入天然酵素のタンパク質分解活性を定量的に測定する方法で取引先にも理解される良い方法を知りたい。</p>	
<p>タンパク質分解活性を実験的に測定する方法について、文献資料などを調べいくつかを概説したが、今回の目的が食品加工用のタンパク質分解酵素の評価であることから、食品衛生学雑誌での都立衛生研の報告 (Vol135, 4) など試験方法がわかり易く、また取引先にも情報の理解が得やすいものを文献とした方法を紹介した。顧客との相互理解の上でこれまでの経験的な酵素利用から安定なプロセスへと改善することが出来た。</p>	

分野	バイオ・食品
課題	食肉の保存中の筋肉細胞・繊維構造の変化の観察について
<p>最近の熟成肉人気の中で食肉の保存中での筋肉細胞、繊維構造の変化を実際に観察することで適正な熟成条件の検討に役立てたい。</p>	
<p>筋肉組織を適切な緩衝液中で一定の力で分散する処理を行った後に、染色処理を行わずに細胞や繊維構造を光学顕微鏡による位相差観察を試みたところ、比較的短時間で細胞や繊維構造の変化を調べることが出来た。今後、これにより食肉の熟成など保存中の変化を調べることに活用することになった。</p>	

分野	有機
課題	含水材料の熱分析方法について
<p>含水材料のガラス転移温度を測定したいが、どうしたらよいか？</p>	
<p>従来の方法では測定中にベースラインが逐次変化し、ガラス転移温度を捉えることが困難であった。これは、測定中に系内の水分が揮発し、試料総重量が変化したことが原因であることが考えられた。そのため、耐圧サンプル容器を用い、水分揮発の影響を低減させた状態で測定を行った。その結果、ベースラインが変化することなく測定することができ、正確なガラス転移温度を検出することが可能となった。</p>	

分野	無機材料
課題	溶接部の組織観察について
溶接部の溶接溶け込み深さを調べたい、また熱の影響で組織が変化するか調査したい。	
<p>対 応</p> <p>材料が適正に加熱され、溶接が適正に行われたか調査する方法として、溶接部の組織観察が行われる。組織観察は部材を研磨後、適切な腐食液でエッチングして行う。溶接の溶け込み深さは肉眼でも観察が可能なマクロ観察、結晶粒の変化は顕微鏡で観察するミクロ観察で評価する。</p> <p>この他にも、金属の組織を観察することにより、加工の度合や材料欠陥なども評価することができる。</p>	

分野	無機材料
課題	水中に溶けている金属成分の測定について
電子部品洗浄工程の見直しのため、すすぎ水中の金属成分を測定したい。	
<p>対 応</p> <p>水溶液中の金属成分の分析は、ICP発光分析装置（S25：高周波プラズマ発光分析装置（株）島津製作所ICPS-8100CL）で分析することができる。しかしながら、試料が懸濁し、金属成分の濃度が高く、装置や測定データへの影響が懸念されるため測定前にろ過と希釈を実施した。また、本装置は塩素分析も可能である。</p>	

分 野	無機材料
課 題	製品の性能異常
外国産の材料を使った製品の性能が従来の日本産材料を使った製品の性能が出ない。	
<p>対 応</p> <p>外国産材料で作った製品と日本産材料で作った製品の特性、特に成分に違いがあるのでないかと疑われたので蛍光X線分析装置で元素分析を行った。その結果、外国産材料で作った製品には重要な元素が含まれていないことが分かった。</p>	

分野	無機材料
課題	微小面積部の表面粗さ
微小面積部の表面粗さを測定したい。	
<p>対 応</p> <p>通常表面粗さ測定では、表面粗さ測定器を使用するが、本相談では寸法が数 mm の微小面積部の表面粗さを測定したいとの事で、表面粗さ測定器では難しい測定箇所であった。</p> <p>H29 年に導入したマイクロスコープには表面粗さ解析機能があり、本事例ではその解析機能を用いて表面粗さを計測した。正確さは表面粗さ測定器に劣るが、数 μm レベルでの測定が可能であった。</p>	

分野	無機材料
課題	最表面の分析
基板上のシミが何かを特定したい。	
<p>対 応</p> <p>洗浄後のシリコンウェハ上に 0.5mm 程度の点状の薄いシミが見られたため、どのような元素なのか特定したいとの相談があった。</p> <p>X 線光電子分光分析装置では数 nm の最表面の測定が可能であるため、シミの分析を実施したところ、けい素以外に炭素が検出されたため、洗浄時に使用したアルコールが残った可能性があるかと推測された。</p>	

分野	窯業
課題	陶磁器製食器の有害物質の溶出について
有害金属（鉛・カドミウム）の溶出がないことを確認したい。	
<p>対 応</p> <p>陶磁器の釉薬（顔料や低融点ガラス）には鉛やカドミウムなど有害金属を含むものがあり、陶磁器製の食器や保存容器の利用において、これら有害金属が溶出すると健康被害の恐れがある。食品衛生法には「鉛・カドミウムの溶出試験」が規定され、当场でも依頼により、酢酸水溶液（4%）を使用した溶出試験を実施している。また、生産者自らが分析装置（原子吸光）を使用し溶出試験を実施することも可能である。一方、鉛の溶出試験では、原料に鉛を含まなくても、同じ焼成炉で使用実績があれば、汚染される可能性があり、注意が必要である。</p>	

分野	窯業
課題	成形用石膏型の作製について
側面に凹凸模様を施したカップ(食器)の機械ろくろ成形用石膏型を簡単に作製したい。	
<p>対 応</p> <p>抜き(脱型)勾配が少なく、側面に凹凸模様のある石膏原型では、一般的には割り型にして、凹凸に引っ掛かりが無いようにするが、工程の簡素化のため、粘土を原型作成に用い、途中に一部をシリコーン樹脂に置き換えて石膏型を作製するよう指導した。ただし、凹凸の高さや形状によっては、陶土での脱型(成形)ができないこともある。また、凹凸模様のある粘土原型の作製には、パソコンのデジタルデータによる感光性樹脂板を使ったハンコを使用できる。</p>	

分野	窯業
課題	陶土の粒度分布測定について
原料の一部を変更した陶土の粒度を測定したい。	
<p>対 応</p> <p>当场では、レーザー回折/散乱式粒子径分布測定装置を使い、少量の試料で短時間測定できる。しかし、陶土(練り土:含水状態)の測定では、サンプリング方法(試料量など)や前処理(予備分散、乾燥など)によっては、粗粒の沈殿や微粒の凝集のため、データが安定しない。そこで、データの再現性や安定性を考慮した測定条件を提案した。</p>	

2. 試験・分析

(1) 開放試験機器の提供

新製品の開発や生産技術の改良などに必要な試験分析機器を開放し、地域企業のものづくり活動に利用していただいております。平成30年3月31日現在で、300種余りの設備機器が利用でき、利用時には、職員が試験分析機器の操作方法の説明や分析方法・データ解析方法の相談に応じております。

A 栗東

<平成29年度設備機器利用状況>

使用機器件数	6,833 件
延使用時間数	41,453 時間
実企業数	608 社

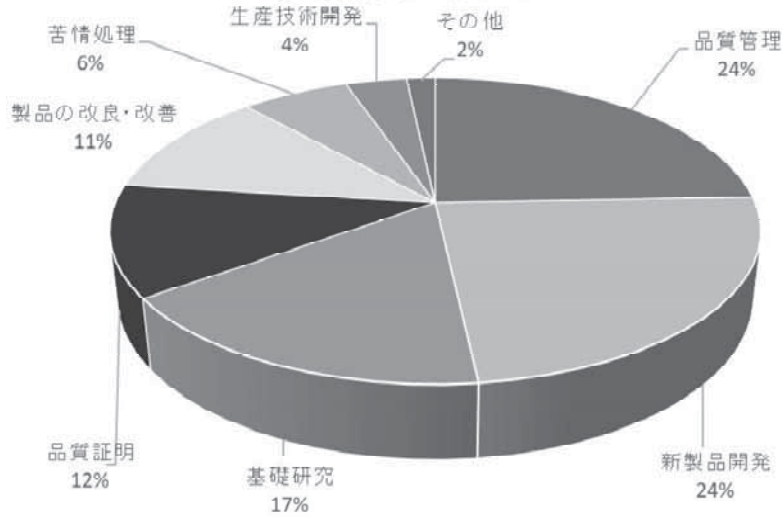
使用目的別件数

使用目的	品質管理	新製品開発	基礎研究	品質証明	製品改良	苦情処理	生産技術開発	その他	合計
件数	1,668	1,628	1,156	806	773	438	248	116	6,833
	24.4%	23.8%	16.9%	11.8%	11.3%	6.4%	3.6%	1.7%	

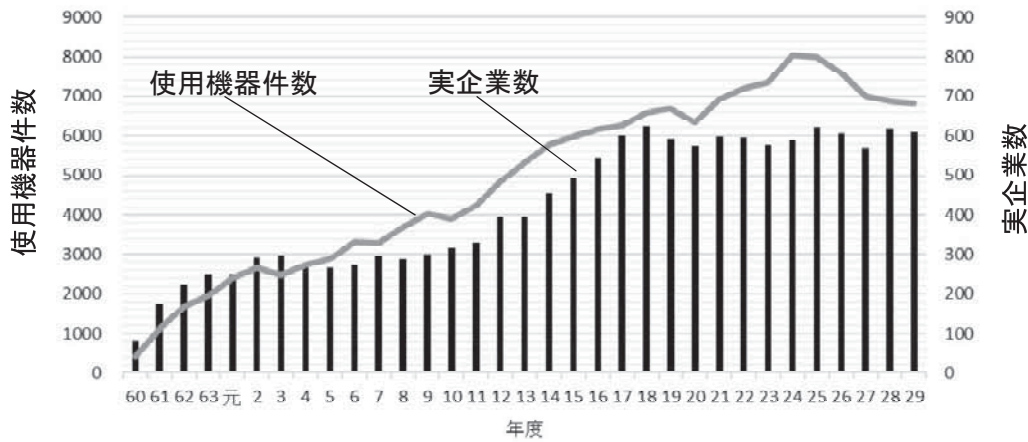
主な利用機器

No	平成29年度		平成20年度～平成29年度	
	機器名	件数	機器名	件数
1	走査型電子顕微鏡	420	赤外分光光度計 (FT-IR)	6,008
2	赤外分光光度計 (FT-IR)	399	走査型電子顕微鏡	4,163
3	SEM用分析装置	395	SEM用分析装置	3,299
4	前処理装置	336	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	2,408
5	電子天びん	237	万能材料試験機 (50 kN)	2,368
6	大変位振動衝撃試験機	226	前処理装置	2,224
7	イオンコーティング装置	219	イオンコーティング装置	1,939
8	万能材料試験機 (50 kN)	218	熱分析装置	1,900
9	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	203	三次元測定機	1,694
10	ICP発光分析装置	167	振動試験機	1,628
11	三次元測定機	167	電子天びん	1,622
12	熱分析装置	164	ICP発光分析装置	1,545
13	マイクロフォーカスX線透視装置	163	放射電磁界測定システム	1,304
14	電波暗室	128	電波暗室	1,185
15	放射電磁界測定システム	127	万能材料試験機 (500 kN)	1,085
16	落下衝撃試験機	119	動的粘弾性測定装置 (常温)	1,031
17	X線光電子分光分析装置	107	X線光電子分光分析装置	1,022
18	万能材料試験機 (500 kN)	95	熱分析ガスクロマトグラフ質量分析装置	1,022
19	高速X線回折装置	91	非接触三次元測定機	999
20	疲労試験機 (200 kN)	89	X線テレビ検査システム	839

設備使用目的



使用機器件数・実企業数の年度別推移



参考 年度別使用機器件数・延使用時間数・実企業数（実企業数は、各年度末時点で集計した件数）

年度	使用機器件数	延使用時間数	実企業数
60	422	1,721	81
61	1,137	6,991	175
62	1,685	10,529	224
63	1,952	14,825	251
元	2,399	17,066	250
2	2,656	23,003	291
3	2,487	19,135	297
4	2,733	19,502	265
5	2,884	21,006	266
6	3,311	26,447	272
7	3,287	18,338	296
8	3,694	22,061	288
9	4,032	25,194	302
10	3,909	24,357	317
11	4,239	27,485	330
12	4,834	30,501	394
13	5,324	28,025	394

年度	使用機器件数	延使用時間数	実企業数
14	5,791	30,140	455
15	5,987	46,320	495
16	6,157	45,946	545
17	6,267	38,776	601
18	6,598	52,808	624
19	6,696	46,625	593
20	6,348	38,069	575
21	6,927	36,664	599
22	7,191	39,792	595
23	7,343	36,301	579
24	8,038	46,119	587
25	7,983	61,288	622
26	7,574	51,076	607
27	7,009	56,241	569
28	6,865	50,115	619
29	6,833	41,453	608
合計	160,592	1,053,919	-

B 信楽

主な利用機器

No.	平成29年度		平成20年度～29年度	
	機器名	件数	機器名	件数
1	走査型電子顕微鏡	140	粒度分析装置	1233
2	前処理装置	112	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	629
3	粒度分析装置	112	走査型電子顕微鏡	713
4	S E M用元素分析装置	129	前処理装置	665
5	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	46	S E M用元素分析装置	527
6	電子天びん	40	電子天びん	366
7	マッフル雰囲気炉	12	サンドブラスター	318
8	乾燥機	22	シリコニット電気炉	317
9	電気炉9キロワット素焼	48	電気炉9キロワット素焼	333
10	万能材料試験機(5kN)	17	万能材料試験機(5kN)	271
11	電気炉20キロワット素焼	32	乾燥機	290
12	電気炉9キロワット本焼	27	電気炉9キロワット本焼	268
13	シリコニット電気炉	23	X線回折装置	251
14	サンドブラスター	7	熱分析装置	246
15	振動ミル	4	電気炉20キロワット本焼	198
16	電気炉20キロワット本焼	14	振動フルイ	145
17	真空土練機	7	スクリーン印刷装置	184
18	熱分析装置	41	ポットミル回転台	190
19	ポットミル回転台	12	電気炉45キロワット素焼	185
20	X線回折装置	14	ガス窯0.4立方メートル本焼	173

参考 年度別使用機器件数・延べ使用時間数・実企業数
(実企業数は、各年度末時点で集計した件数)

年度	使用機器件数	延使用時間数	実企業数
15	513	1,104	107
16	604	1,327	140
17	594	1,316	130
18	761	1,890	136
19	849	1,783	156
20	940	1,798	167
21	1,180	2,372	173
22	967	1,922	175
23	914	1,738	166
24	1,103	2,313	204
25	1,003	2,241	195
26	1,368	3,674	195
27	1,528	3,762	205
28	1,374	3,067	229
29	1,263	2,657	211
合計	14,961	32,964	-

(2) 依頼試験分析

材料や製品などの成分分析や各種試験について、特に公的機関の証明が必要な場合等に対応するため、企業や団体から依頼を受け分析や測定を行っています。これらの業務に迅速的確に対応できるよう試験機器の整備を図るとともに、試験方法について新しい技術の習得に努めています。

A 栗東

<平成29年度依頼試験分析実施状況>

区分	項目	件数	単位数	単位名
電気電子試験	耐電圧試験	1	1	試料
材料試験	強度試験	29	142	試料
	疲労試験	0	0	時間
	硬さ試験	2	2	試料
環境試験	振動試験	0	0	試料条件時間
定量分析	成分	0	0	
デザイン指導	デザイン指導	45	640	時間
その他	成績書の英文作成	3	3	通
合 計		80	788	

年度別依頼試験分析実施件数・単位

件数（単位数）

年 度	電 気 電子試験	材 料 試 験	精 密 計 測	環 境 試 験	化 学 分 析	食 品 物 性 微 生 物 試 験	デ ザ イン 指 導	そ の 他	合 計
S60	-	16(45)	1(16)	12(21)	20(202)	5(11)	-	7(9)	61(304)
S61	10(39)	63(252)	-	33(2,457)	119(784)	14(45)	-	11(23)	250(3,600)
S62	-	38(170)	1(10)	8(168)	45(491)	15(47)	-	1(1)	108(887)
S63	6(31)	58(202)	-	31(714)	51(433)	9(29)	-	16(45)	171(1,454)
H1	2(83)	72(258)	1(4)	28(421)	42(430)	5(10)	3(106)	18(60)	171(1,372)
H2	7(22)	68(277)	-	18(111)	38(244)	1(2)	7(193)	19(47)	158(896)
H3	12(80)	42(146)	4(27)	23(74)	22(201)	2(9)	7(142)	10(27)	122(706)
H4	8(16)	40(220)	-	11(68)	29(176)	2(4)	6(186)	11(15)	107(685)
H5	17(683)	79(476)	-	33(169)	23(117)	1(4)	9(218)	18(117)	180(1,784)
H6	15(64)	35(83)	-	17(75)	14(93)	-	11(227)	3(3)	95(545)
H7	10(57)	39(269)	1(1)	33(484)	17(124)	-	4(114)	5(10)	109(1,059)
H8	4(31)	39(219)	-	11(42)	17(119)	-	3(64)	6(8)	80(483)
H9	6(71)	46(212)	-	7(313)	7(70)	-	4(67)	7(7)	77(740)
H10	1(4)	20(105)	-	18(127)	8(53)	1(2)	2(13)	1(2)	51(306)
H11	2(3)	37(295)	-	12(55)	5(46)	-	2(4)	2(3)	60(406)
H12	1(10)	27(202)	1(10)	3(26)	7(58)	-	3(55)	2(4)	44(365)
H13	-	32(197)	-	1(2)	15(82)	-	1(1)	1(1)	50(283)
H14	-	39(493)	2(40)	-	6(46)	-	7(62)	4(6)	58(647)
H15	1(10)	32(152)	2(35)	3(7)	2(17)	-	5(28)	3(3)	48(252)
H16	-	32(139)	-	3(13)	-	-	7(182)	1(4)	43(338)
H17	-	24(96)	-	6(89)	5(35)	-	5(79)	-	40(299)
H18	-	36(153)	-	-	5(31)	-	6(92)	1(2)	48(278)
H19	-	46(396)	-	3(3)	2(125)	-	2(9)	3(3)	56(536)
H20	1(2)	64(833)	-	2(10)	15(211)	-	2(27)	13(15)	97(1,098)
H21	-	32(273)	-	9(23)	8(123)	-	2(65)	3(3)	54(487)
H22	2(12)	40(358)	-	6(18)	13(166)	-	4(26)	2(2)	67(582)
H23	1(1)	31(250)	-	15(34)	29(125)	-	20(118)	-	96(528)
H24	-	16(95)	-	39(229)	7(44)	-	41(392)	-	103(760)
H25	-	36(1,265)	-	20(92)	-	-	57(541)	-	113(1,898)
H26	-	27(908)	-	23(220)	2(23)	-	56(454)	-	108(1,605)
H27	-	30(557)	-	-	-	-	52(449)	-	82(1,006)
H28	-	30(240)	-	-	-	-	49(361)	1(1)	80(602)
H29	1(1)	31(144)	-	-	-	-	45(640)	3(3)	80(788)
計	107 (1,220)	1,297 (9,980)	13 (143)	428 (6,065)	573 (4,669)	55 (163)	422 (4,915)	172 (424)	3,067 (27,579)

B 信楽

<平成29年度依頼試験分析実施状況>

試験名称	件数	単位数	単位
デザイン指導	3	16	時間
オートクレーブ試験	1	4	試料
耐薬品試験	1	20	試料
吸水率試験	1	1	試料
熱衝撃試験	4	8	試料
比重測定	1	1	試料
定量分析(無機物)	1	3	成分
Pb、Cdの溶出試験	6	8	試料
成績書の英文作成	1	2	通
合計	19	63	

年度別依頼試験分析実施件数・単位

年度	件数	単位数
19	97	207
20	107	233
21	56	110
22	25	46
23	41	109
24	19	31
25	49	128
26	26	89
27	38	142
28	42	237
29	19	63

(3) 生産品受払

当センターの研究開発品等を県内企業に提供し、滋賀県独自のものづくりに貢献しています。時代の流れに即応するため、研究開発を通じ、品種改良、改善を図っています。

<平成29年度生産品受払状況>

A 栗東

■ 清酒

生産品	受払件数	単位
滋賀県酵母 A	3	9
滋賀県酵母 B	11	52
滋賀県酵母 C	2	3
滋賀県酵母 D	2	7
合計	18	71

参考 年度別生産品受払件数・単位・実企業数

年度	件数	単位	実企業数
20	35	90	9
21	33	78	11
22	28	73	8
23	21	67	9
24	26	88	9
25	28	95	9
26	24	75	7
27	21	80	7
28	13	62	5
29	18	71	6

B 信楽

■ 製版印刷

生 産 品	受 払 件 数	実 企 業 数
フィルム出力	28	12
感光性樹脂製版	18	5
スクリーン製版	16	8
合 計	62	25

参考 年度別生産物受払件数・実企業数

年度	件数	実企業数
20	92	35
21	62	28
22	43	28
23	76	27
24	71	31
25	79	38
26	69	36
27	56	28
28	43	32
29	62	25

3. 研究開発・産学官連携

3.1 研究概要

当センターでは、平成27年3月に策定された「滋賀県産業振興ビジョン」に基づき、産学官連携体制の構築と創造型・自律型産業構造への転換を図ることを目的に各種の研究開発を実施しており、特に、産学官の連携に基づく新事業創出を主眼とする共同研究をすすめています。平成29年度は、県内企業、県内大学との共同研究プロジェクト事業等に積極的に取り組みました。

(1) 平成29年度センター単独研究テーマ

研究テーマ	担当者
EMC 試験における基準信号発生器の開発	川口和弘
非酸化セラミックスの合成とその応用に関する研究	中島 孝
液相合成法による機能性無機顔料の研究	前川 昭
信楽焼の特性を活かした坪庭用資材の開発	西尾隆臣 高畑宏亮 山内美香 植西 寛
地域産原料を利用した白信楽土の開発	高畑宏亮
陶器製品の加飾技術に関する開発	山内美香
信楽産長石を活用した照明用資材の開発	植西 寛
薪窯の窯変に関する研究	川澄一司
海外産粘土質原料を用いた新陶土の開発	安達智彦 山本和弘 三浦拓己
流体解析によるキャビテーション低減バルブ設計手法の開発	深尾典久
超高感度蛍光検出法の応用技術開発 (食品分析などに活用するための FCS 測定法の応用技術開発)	白井伸明 岡田俊樹
清酒醸造用酵母の高付加価値化に関する研究	岡田俊樹
水生植物からのセルロースナノファイバー創製と複合材料化に関する研究	大山雅寿
フロー式反応装置の作製とそれを用いた合成に関する研究	中居直浩

(2) ①共同研究

	機 関 名	区分	共 同 研 究 テ ー マ	予定研究期間	担当
1	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業 1 社	継続 産官	切削加工プロセスと電気分解を組み合わせた人工骨表面への多孔質加工法の開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H23. 4. 1～H30. 3. 31	今道高志 柳澤研太
2	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 東北部工業技術センター 企業 1 社	継続 産官	次世代絆創膏に不可欠な軟質複合化フィルム成形技術の開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H24. 2. 24～H30. 3. 31	那須喜一
3	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業 1 社	継続 産官	ナノカーボンファイバーを用いた電気自動車用キャパシタ電極の開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H27. 9. 16～H30. 3. 31	安達智彦 田中喜樹
4	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業 1 社	継続 産官	厚板小物高精度絞り部品の製造を可能とする工程独立式可変速押し込み複動機を用いた押し込み絞りプレス加工技術の確立 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H27. 9. 7～H30. 3. 31	深尾典久 所 敏夫 田中喜樹
5	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業 1 社	継続 産官	革新的巻線技術による在宅用人口呼吸器向けマイクロモータの開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H27. 9. 7～H30. 3. 31	木村昌彦 川口和弘 山本和弘
6	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 東北部工業技術センター 企業 1 社	継続 産官	IMO規制に適用する船舶用尿素SCRシステムの高効率浄化反応器の開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H27. 9. 7～H30. 3. 31	今道高志 柳澤研太
7	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 東北部工業技術センター 企業 1 社	継続 産官	自動車衝突安全規制に適合するステアリングコラムの溶接技術開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H28. 9. 20～H31. 3. 31	今道高志
8	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 龍谷大学 東北部工業技術センター 企業 3 社	継続 産学官	メディカルマイクロニードルパッチ製造のための微細精密加工の研究開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H28. 9～H31. 3. 31	今田琢巳
9	(公財) 滋賀県産業支援プラザ (国研) 産業技術総合研究所 企業 1 社	継続 産学官	骨格構造に最適な大腿骨骨折治療用BHA人工股関節システムの開発および実用化 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H28. 9～H31. 3. 31	今道高志 柳澤研太
10	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 関西大学 東北部工業技術センター 企業 1 社	継続 産学官	水素混合燃料燃き小型高性能ボイラの開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H28. 9～H31. 3. 31	所 敏夫
11	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 大阪府立大学 企業 1 社	継続 産学官	実車環境を模擬する電動車両用台上モータ駆動システム評価装置の開発	H28. 9～H31. 3. 31	深尾典久
12	東北部工業技術センター 企業 1 社	継続 産官	リチウムイオン2次電池電極(負極)用バインダーの開発 【中堅・中小企業への橋渡し研究開発促進事業】	H24. 4. 24～H31. 3. 31	所 敏夫 神澤岳史 田中喜樹
13	東北部工業技術センター 企業 1 社	継続 産官	バイオマスからの電気二重層キャパシタ用活性炭の開発 【中堅・中小企業への橋渡し研究開発促進事業】	H28. 4. 1～H30. 3. 31	田中喜樹
14	滋賀大学 企業 1 社	継続 産学官	和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究 【研究成果展開事業マッチングプランナープログラム】	H26. 11. 15～H28. 3. 31	山下誠児
15	企業 1 社	継続 産官	全固体電池・燃料電池向け固体電解質の交流インピーダンス測定治具・システムの開発	H26. 8. 10～H30. 3. 31	山本典央 所 敏夫 中島 孝 前川 昭 田中喜樹 山本和弘
16	企業 1 社	継続 産官	超低EMIディスプレイシステムの実用化および商品化	H27. 1. 5～H30. 3. 31	山本典央
17	滋賀医科大学 東北部工業技術センター	継続 学官	新規化合物の作成によるMRイメージング等の画像診断技術、体外診断技術、および治療効果確認に関する基礎研究および応用研究	H27. 4. 1～H30. 3. 31	白井伸明
18	企業 2 社	継続 産官	ブルーベリー果実からの有用微生物の分離と利用に関する研究	H27. 5. 1～H30. 3. 31	白井伸明 岡田俊樹

	機 関 名	区分	共 同 研 究 テ ー マ	予定研究期間	担当
19	企業1社	継続 産官	小型ゆるみ止めナットの開発に関する研究	H27. 6. ～H31. 3. 31	柳澤研太 深尾典久 今田琢巳
20	大阪産業大学 東北部工業技術センター 企業1社	継続 産学官	キャピテーション低減バタフライ弁の開発	H27. 4. 1～H30. 3. 31	深尾典久 山下誠児
21	企業1社	継続 産官	事業拡大を目指した福祉機器の製品開発 シャワーキャリアー「U-CLE」の実用化	H27. 10. 1～H30. 3. 31	山下誠児
22	龍谷大学 東北部工業技術センター 企業2社	継続 産学官	マイクロエンドミル工具を用いた微細金型加工技術の高度化に関する研究	H28. 4. 1～H30. 3. 31	今田琢巳
23	京都大学	継続 学官	新しい食品機能性に関する研究開発	H28. 4. 1～H30. 3. 31	白井伸明
24	企業1社	継続 産官	口腔粘膜貼付フィルムの商品化に関する研究	H28. 4. 1～H31. 3. 31	那須喜一 白井伸明 神澤岳史 大山雅寿 中居直浩
25	滋賀県立大学 東北部工業技術センター	継続 学官	省エネルギーイノベーション創出に向けた革 新的軽量化部材の研究開発 【エネルギー技術開発オープンイノベーショ ン促進事業】	H28. 4. 1～H30. 3. 31	大山雅寿 那須喜一 神澤岳史 中居直浩
26	(国研) 産業技術総合研究所、他公設 試	新規 官官	分析技術共同研究 【産技連 知的基盤部会 分析分科会】	H29. 6. 1～H29. 12. 31	中島 孝 田中喜樹 安達智彦 山本和弘 三浦拓巳
27	(国研) 産業技術総合研究所 公設試	新規 官官	3D計測エボリューション (3D3プロジェクト) 【産総研地域連携戦略予算プロジェクト】	H29. 5. 15～H30. 3. 31	今道高志 山下誠児 今田琢巳
28	企業1社	新規 産官	二次電池の高容量化を実現する負極を有する 電池開発	H29. 4. 20～H30. 3. 31	田中喜樹 所 敏夫
29	東北部工業技術センター 企業2社	新規 産官	未利用樹脂または再利用樹脂を活用した機能 性プラスチック	H29. 4. 1～H30. 3. 31	神澤岳史
30	滋賀県立大学 東北部工業技術センター	新規 学官	新規高分子系ブレンド材料、および複合材料 等の各種物性改質に関する研究	H29. 4. 1～H30. 3. 31	神澤岳史 大山雅寿 中居直浩 今道高志 柳澤研太 田中喜樹
31	龍谷大学 企業1社	新規 産学官	ファインパルクーラント液を用いた機械加工 に関する研究	H29. 9. 1～H30. 3. 31	今田琢巳
32	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業2社	新規 産官	睡眠時無呼吸症候群治療用 持続的気道陽圧 ユニット (CPAP) の静音・長寿命・高追 従性を実現するプロア・システムの研究開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H29. 8. 28～H32. 3. 31	川口和弘 木村昌彦
33	(一財) 大阪科学技術センター 足利工業大学 企業1社	新規 産学官	火力発電装置の長寿命化実現に向けた新溶射 システム・材料の研究開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H29. 10. 23～H31. 3. 31	安達智彦
34	企業1社	新規 産官	多孔質ガラス素地を用いた製品の開発研究	H29. 10. 1～H31. 3. 31	植西 寛
35	企業2社	新規 産官	マイクロフロー連続攪拌槽反応器 (以下、 CSTR) の設計・作製とそれを用いた化合物合 成、CSTRの改良に関する研究	H30. 2. 1～H32. 3. 31	中居直浩

②外部競争的資金導入型研究開発 参加状況

	研究テーマ	研究期間	連携先	担当者
経済産業省 戦略的基盤技術高度化支援事業				
1	革新的巻線技術による在宅用人工呼吸器向けマイクロモータの開発	H27～H29	草津電機(株)、ケービーエス工業(株)、信越電線(株)	山本和弘 木村昌彦 川口和弘
2	厚板小物高精度絞り部品の製造を可能とする工程独立式可変速押し込み複動機構を用いた押し込み絞りプレス加工技術の確立	H27～H29	日伸工業(株)	所 敏夫 深尾典久 田中喜樹
3	ナノカーボンファイバーを用いた電気自動車用キャパシタ電極の開発	H27～H29	大木工藝(株)、京都工芸繊維大学、関西オートメ機器(株)、龍谷大学	安達智彦 田中喜樹
4	IMO規制に適用する船舶用尿素SCRシステムの高効率浄化反応器の開発	(H27～)H29	高橋金属(株)、東北部工業技術センター	今道高志 柳澤研太
5	メディカルマイクロニードルパッチ製造のための微細精密加工の研究開発	H28～H30	近畿精工(株)、(株)カフィール、日本写真印刷(株)、龍谷大学、東北部工業技術センター	今田琢巳
6	水素混合燃料焚き小型高性能ボイラの開発	H28～H30	(株)ヒラカワ、関西大学、東北部工業技術センター	所 敏夫
7	骨格構造に最適な大腿骨骨折治療用BHA人工股関節システムの開発および実用化	H28～H30	(株)オーミック、(国研)産業技術総合研究所	今道高志 柳澤研太
8	実車環境を模擬する電動車両用台上モータ駆動システム評価装置の開発	H28～H30	スマック(株)、大阪府立大学	深尾典久
9	自動車衝突安全規制に適合するステアリングコラムの溶接技術開発	H28～H30	高橋金属(株)、東北部工業技術センター	今道高志
10	睡眠時無呼吸症候群治療用 持続的気道陽圧ユニット (CPAP) の静音・長寿命・高追従性を実現するブロー・システムの研究開発	H29～H31	草津電機(株)、ケービーエス工業(株)	川口和弘 木村昌彦
11	火力発電装置の長寿命化実現に向けた新溶射システム・材料の研究開発	H29～H30	(株)シンコーメタリコン 足利工業大学	安達智彦
JST 研究成果展開事業 スーパークラスタープログラム				
12	地産地消型スマートグリッドを実現する分散型で高効率なエネルギー開発と多様化された供給システムの構築	H25～H29	滋賀県立大学、立命館大学、(株)麗光、(株)プロマティック、東北部工業技術センター	所敏夫 山本和弘 田中喜樹
NEDO 中堅・中小企業への橋渡し研究開発促進事業				
13	マクロモノマー法を用いたリチウムイオン二次電池用バインダーの開発	H28～H29	センカ(株)、東北部工業技術センター	田中喜樹 神澤岳史 所 敏夫
14	バイオマスからの電気二重層キャパシタ用活性炭の開発	H28～H29	湖北工業(株)、東北部工業技術センター	田中喜樹

(3) 研究発表等

① 学会誌等発表

発表題名	学会誌	発表者
Fluorine-19 magnetic resonance imaging probe for the detection of tau pathology in female rTg4510 mice.	J.Neurosci.Res. 2018 May;96(5):841-851.	N. Shirai K. Hirao, et al.
Detection of rotavirus in clinical specimens using an immunosensor prototype based on the photon burst counting technique.	Biomedical Optics Express. 23;8(7):3383-3394. (2017)	N. Shirai, et al.

② 学会等研究発表

発表題名	主催機関・名称	会場	年月日	発表者
LED導光アクリル板の加飾切削加工について－縦縞模様での基礎的検討－	精密工学会2017年度関西支部学術講演会	摂南大学	H29.6.29	今田琢巳、 他
Tau Imaging Using Fluorine-19 MRI in a Mouse Model of Tauopathy	The Alzheimer's Association International Conference (AAIC)	London, England	July 16 - 19, 2017	N. Shirai K. Hirao, et al.
Butyrophilin Ecto-domain of Milk Fat Globule Membrane Promotes Mucin Production from the Intestinal Epithelial Cells	IUNS 21st ICN International Congress of Nutrition	Buenos Aires, Argentina	October 15-20, 2017	N. Shirai, et al.
パルスレーザと切削を用いた高エネルギー金型加工について－焼入れ鋼のレーザミリングプロセスにおける熱影響部の評価－	2017年度精密工学会秋季大会学術講演会	大阪大学	H29.9.20	今田琢巳 他
極小径エンドミル加工における切削現象について－左ねじれ工具のすくい角が切りくず排出性に及ぼす影響－	2017年度精密工学会秋季大会学術講演会	大阪大学	H29.9.21	今田琢巳 他
LED導光アクリル板の加飾切削加工について－不連続切れ刃工具を用いたドット模様の加飾－	2017年度精密工学会秋季大会学術講演会	大阪大学	H29.9.21	今田琢巳 他

発表題名	主催機関・名称	会場	年月日	発表者
Improvement of Micro-end-milling Quality by High-speed Up-cut Milling for Hardened Die Steel	The 7th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN 2017)	COEX, Seoul, Korea	November 16, 2017	T. Imada, et al.
Pulsed Laser Milling Integrated Die/Mold Machining: Analysis of Heat-affected Zone Obtained by Laser-milling Process for Hardened Die Steel	The 20th International Symposium on Advances in Abrasive Technology (ISSAT2017)	Okinawa Institute of Science and Technology Graduate University	December 4, 2017	T. Imada, et al.
固体電解質のACインピーダンス測定時の注意点	株式会社技術情報協会・全固体電池評価セミナー	技術情報協会 セミナールーム	H30. 2. 21	山本典央 他
第365回生存圏シンポジウム/ ナノセルロースシンポジウム2018 「CNF材料を俯瞰する -原料検討から自動車まで-」	京都大学生存圏研究所、ナノセルロースフォーラム	京都テルサ	H30. 2. 27	大山雅寿

③ 産業技術連携推進会議等発表

発表題名	主催機関・名称	会場	年月日	発表者
和風照明の提案（ポスター発表）	産業技術連携推進会議 ライフサイエンス部会 第21回デザイン分科会	長崎県美術館	H29. 6. 15	山下誠児
信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発	産業技術連携推進会議 ナノテクノロジー・材料部会セラミックス分科会 第48回デザイン担当者会議	瀬戸蔵	H29. 7. 6	山内美香
各機関サイトの「発振器の持ち回り測定」について	産業技術連携推進会議 知的基盤部会 第22 会電磁環境分科会及び 第27回EMC研究会	(公財)千葉県産業振興センター 東葛テクノプラザ	H29. 10. 26	山本典央
既存装置でそのまま作製可能?! ポリマーブレンドを用いた新規樹脂素材	しが知財ビジネスマッチング オープン型マッチング会	滋賀県立男女共同参画センター	H29. 11. 17	神澤岳史

発表題名	主催機関・名称	会場	年月日	発表者
3D3プロジェクトへの取組（中間報告）	国立研究開発法人産業技術総合研究所 産総研地域連携戦略予算プロジェクト「3D計測エボリューション」第1回全体研究会	兵庫県立工業技術センター	H29.12.7	今道高志 山下誠児 今田琢巳 他
化学分析からみた「信楽焼陶土」の変化	産業技術連携推進会議 近畿地域部会 セラミックス分科会 第21回窯業研究会	兵庫県立工業技術センター	H29.12.8	安達智彦
コモンモード・ノーマルモード切り替え出力可能なコムジェネの開発	産業技術連携推進会議 近畿地域部会 情報・電子分科会・研究交流会	大阪産業技術研究所 和泉センター	H29.12.12	川口和弘
高精度・高品質を実現するマイクロエンドミル加工技術	平成29年度産学官金ネットワークによる技術シーズ橋渡し機能強化事業 公設試等シーズ発表会	大阪府男女共同参画・青少年センター（ドーンセンター）	H30.1.19	深尾典久、 今田琢巳
3D3プロジェクトへの取組（最終報告）	国立研究開発法人産業技術総合研究所 産総研地域連携戦略予算プロジェクト「3D計測エボリューション」第2回全体研究会	国立研究開発法人産業技術総合研究所 つくばセンター	H30.3.8-9	今道高志 山下誠児 今田琢巳 他

④ 展示会

展示会等名称	出展内容	会場	日程
一般社団法人日本能率協会・TECHNO-FRONTIER 2017（テクノフロンティア2017）	超低EMIディスプレイ（ゼロエミ・ディスプレイ）	幕張メッセ 国際展示場	H29.4.17-18
しがぎん エコビジネス マッチングフェア in 京都	・リチウムイオン2次電池電極（負極）用バインダーの開発 ・琵琶湖からのヨシから作製したセルロースナノファイバー	京都市勧業みやこめっせ	2017.6.16

展示会等名称	出展内容	会場	日程
びわ湖環境ビジネス メッセ2017	<p><当センターブース></p> <ul style="list-style-type: none"> ・全固体リチウムイオン二次電池用固体電解質向けインピーダンス測定システム ・新規環境配慮型無機顔料 ・信楽焼を活用した坪庭資材 <p><環境創造会議ブース></p> <ul style="list-style-type: none"> ・リチウムイオン2次電池電極（負極）用バインダーの開発 ・琵琶湖からのヨシから作製したセルロースナノファイバー 	長浜バイ オ大学ド ーム	2017.10.18 -20
ビジネス・エンカレ ッジフェア2017	<ul style="list-style-type: none"> ・全固体リチウムイオン二次電池用固体電解質向けインピーダンス測定システム ・新規環境配慮型無機顔料 ・信楽焼を活用した坪庭製品 	マイドーム おおさか	2017.11.8- 9

⑤ その他職員派遣

派遣先	講座名等	年月日	派遣者
大阪国税局	平成29年度 全国市販酒類調査における品質評価	H30.2.15	岡田俊樹
滋賀県酒造組合	新酒きき酒評価会	H30.3.16	岡田俊樹

(4) 重点研究の評価委員会

当センターおよび東北部工業技術センターでは、商工観光労働部試験研究機関研究推進指針（平成11年3月制定）に基づき、重点研究の内容についての部内評価委員会、外部評価委員会を開催し、新規の研究企画および終了した研究内容に対するアドバイスをいただいています。

① 部内評価委員会

・研究企画

「近江の地酒」の酒質向上に向けた小規模試験醸造による実証研究

岡田 俊樹

開催日	平成29年7月18日（火）滋賀県庁東館 2A会議室
委員 (敬称略)	水上 敏彦 商工観光労働部・次長 月瀬 寛二 商工観光労働部・技監 島戸 克浩 商工政策課・課長 富家 信次 モノづくり振興課・課長 小川 栄司 モノづくり振興課・主席参事 山中 仁敏 工業技術総合センター・参事 那須 喜一 工業技術総合センター・参事 阿部 弘幸 東北部工業技術センター・所長 松本 正 東北部工業技術センター・参事

② 外部評価委員会

・研究企画

「近江の地酒」の酒質向上に向けた小規模試験醸造による実証研究

岡田 俊樹

開催日	平成29年10月10日（火）滋賀県庁東館 2A会議室
委員 (敬称略)	山根 浩二 滋賀県立大学 工学部教授（機械） 和田 隆博 龍谷大学 理工学部物質化学科教授（無機化学） 亀井 且有 立命館大学 情報理工学部知能情報学科教授（情報） 石川 泰史 成安造形大学 空間デザイン領域教授（プロダクトデザイン） 石川 一彦 産業技術総合研究所関西産学官連携センター 連携主幹 西村 清司 高橋金属(株) 執行役員 商品企画部長 林 義夫 (株)ヒラカワ 顧問 中村 吉紀 滋賀県産業支援プラザ 常務理事

外部評価委員会で出された指導改善事項、総評について以下に示します。

「近江の地酒」の酒質向上に向けた小規模試験醸造による実証研究・・・研究企画

指導改善事項

- ① 人材の充実、技術向上、目標の絞り込み、醸造所のノウハウも含めた現状内容分析や実験計画に関してよく検討して実施してもらいたい。
- ② 昔ながらの技術を現代に合わせる取り組み、新しい酒の開発、酢酸イソアミル系の酵母の見直し、醸造所の開発段階での参加などに期待します。

総評

- ① 日本酒製造においては様々な因子の解析が必要であり、もう少し具体的な研究ターゲットを絞り込んで行うべきかと思われます。県オリジナル高香気成分酵母の開発に関しては、酵母の研究者との連携で加速できると考えられます。
- ② 県オリジナル高香気成分酵母の開発を期待します。(ブランド化を含めて)
- ③ 県内の蔵元が新たな開発に取り組む契機となるよう新設備の活用を図ってほしい。

(5) 研究会活動の推進

① 滋賀材料技術フォーラム

当フォーラムは材料技術の向上と関連産業の振興等を目的として、材料関連メーカーとユーザー、および大学・公設試等が各種の情報を交換し、相互の連携を図るために産・学・官が一体となって運営されている組織です。

平成29年度は次の講演会、見学会、研修会および情報交流会等を実施しました。

月日	事業名	事業内容	参加者	会場
6月7日	第101回運営委員会	議題：28年度事業・決算報告(案)、29年度事業計画・予算(案)、役員等の変更、上半期事業について、30周年記念行事について	16名	当センター
	平成29年度総会 第90回例会 (講演会)	内容：28年度事業・決算報告(案)、29年度事業計画・予算(案)、役員等の変更について、30周年記念行事について 等 講演：「生体高分子に迫る(?)、精密合成高分子」 龍谷大学理工学部物質化学科准教授 河内岳大氏 「センターの新装置の紹介」 熱分析装置、ヘイズメータ 工業技術総合センター職員 見学：センター新規導入機器の見学	総会 26名 例会 28名	当センター
8月23日	第75回研修会 (企業見学会)	見学会：・(株)堀場製作所 びわこ工場 エンジン排ガス測定装置などの生産拠点 ・滋賀県衛生科学センター 保健衛生行政についての試験検査 ・オブテックス(株) 自動ドア用センサー、防犯用センサーなど	23名	見学先
9月20日	第76回研修会 (企業見学会)	見学先：・(独)製品評価技術基盤機構(NITE) 超大型の電池評価装置など ・インテックス大阪 セラミックス展、二次電池展、プラスチック展など	12名	見学先
10月26日 ～27日	第30回 FC関連団体交流会議	内容：関係団体の活動状況と地域賞の表彰 特別講演：三菱日立パワーシステム(株) 樋渡研一氏 見学先：三菱重工業(株)長崎造船所資料館および香焼工場	事務局	ホテルセントヒル長崎
11月21日	第77回研修会 (技術研修)	内容：「研究開発・モノづくり現場にて効果的に熱分析を活用するための基礎と応用」 ティー・エイ・インストルメント・ジャパン(株) 大塚 康城 氏	2名	当センター
1月11日	第105回運営委員会	内容：第三四半期までの事業報告、第四四半期の事業案内、30周年記念行事 等	15名	龍谷大学
	第91回例会 (技術セミナー)	内容：「電気化学の基礎と測定法およびその応用」 龍谷大学理工学部物質化学科教授 青井芳史氏	33名	
3月20日	第106回運営委員会	議題：29年度事業について、次年度事業について 30周年記念行事について等	21名	龍谷大学

②滋賀県品質工学研究会

本研究会は、産学官が連携して品質工学による技術開発の研究およびその普及を図り、滋賀県および周辺地域産業の振興に寄与することを目的とし、地域企業の技術開発能力の向上、複合要因の絡む技術的課題の解決、品質の向上とコストの低減、異業種間の技術交流等の事業を実施しています。

平成29年度も、「草の根研究会」を目標に取り組み、品質工学入門講座や特別講演会、関西地区品質工学シンポジウム等を開催しました。


実施日	事業名	事業内容	出席者	場所
4月18日	平成29年度総会 品質工学特別講演会 (兼 第274 回定例会)	平成28年度事業&決算報告、監査報告 平成29年度事業計画、予算、役員会員異動 講演会：講師・原 和彦氏（品質工学会名誉会員） 『品質工学の原点回帰－田口哲学の真髄を探る－』	18名 計29名 (滋賀18名)	センター
5月16日	QE相談会 第275 回定例会	講師・研究会幹事による相談企業への指導 会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議 ミニセミナー：講師・鶴田 明三氏（㈱ジェダイト） 「これでわかった！超実践品質工学」	5名 18名	センター
5月17日	品質工学入門集中講座	『品質工学概論・実験計画法』	10名	東北部工業技術センター
5月24日	品質工学入集中門講座	『パラメータ設計, MT法』	7名	東北部工業技術センター
6月20日	第276 回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議	15名	センター
7月18日	第277 回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議 第25回品質工学研究発表大会 参加報告	14名	センター
8月4日	四研究会合同研究会 (兼 第278 回定例会)	滋賀県品質工学研究会、京都品質工学研究会、 関西品質工学研究会および中部品質工学研究会での合同開催	計59名 (滋賀13名)	京都府中小企業技術センター
9月19日	QE相談会 第279 回定例会	講師・研究会幹事による相談企業への指導 会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議 ミニセミナー：講師・鶴田 明三氏（㈱ジェダイト） 「クロスチェック付きなぜなぜ分析」	3名 15名	センター
10月6日	品質工学シンポジウム 2017inしが (兼 第280 回定例会)	滋賀県品質工学研究会、京都品質工学研究会 および関西品質工学研究会合同シンポジウム 招待講演、招待事例、事例発表、交流会	計79名 (滋賀18名)	コラボしが21 (大津市)
11月21日	QE相談会 第281 回定例会	講師・研究会幹事による相談企業への指導 会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議 ミニセミナー：講師・芝野 広志氏（TM実践塾） 「MTシステムの概要と事件計画検討」	2名 20名	センター
12月19日	第282 回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議	20名	センター
1月16日	第283 回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議 ミニセミナー：講師・鶴田 明三氏（㈱ジェダイト） 「超実践パラメータ設計－CAEと交互作用を中心に－」	20名	センター
2月20日	第284 回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議	16名	センター
3月20日	QE相談会 第285 回定例会	講師・研究会幹事による相談企業への指導 会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議 ミニセミナー：講師・芝野 広志氏（TM実践塾） 「原点としての機能性評価」	2名 15名	センター

③デザインフォーラム SHIGA (DFS)

工業技術総合センターおよび東北部工業技術センターのデザイン担当者と、県内デザイン系大学および県内デザイン関連事業所による相互の交流と技術力の向上を図り、併せて県下のデザイン産業の振興を目的として、平成8年に組織化しました。現在の会員数は、個人会員12名、法人会員3社の計15名となっています。

<活動内容>

平成29年度は以下の活動を行いました。

開催日	内容	参加者	場所
1月19日	<ul style="list-style-type: none"> ・例会（総会） ・交流会 	5名 5名	滋賀県産業支援プラザ （大津市） マタリ（大津市）
3月17日	<ul style="list-style-type: none"> ・見学会 （海外からの観光客をもてなす手法、施設の見学） 	6名	松の下屋と庭園 東福寺通天橋 河井寛次郎記念館 （京都市）
	<ul style="list-style-type: none"> ・交流会 （海外からの観光客を滋賀のお酒でもてなすなら） 	6名	遊亀（祇園店）

④滋賀県酒造技術研究会

県内の清酒製造業者の酒造技術および酒質の向上を図るため、平成13年6月に設立しました。本会は、清酒製造業者および関連する公設試などの機関で組織し、会員相互の研究・技術交流、市場情報の交換の場として勉強会、技術研修会を開催しています。

現在の会員数は、企業会員27社、公設試関係者10名（工業技術総合センター、農業技術振興センターの職員）です。

<活動内容>

平成29年度は次の研修会や情報交流会等を実施しました。

実施日	事業名	事業内容（概要）	出席者数	場所
4月14日	第34回 運営企画委員会	平成28年度事業と決算報告および 平成29年度事業計画、予算案作成等	5名	センター
6月2日	第67回 例会	研修会の開催 研修1.「試験醸造施設の概要と効果的な 活用方法の検討」 滋賀県工業技術総合セン ター 有機材料係 研修2.「滋賀の酒米安定生産技術の確立 事業の概要について」 滋賀県農業技術振興 センター 栽培研究部 水稲育種係	24名	センター
6月2日	平成28年度 総会 (第17回)	平成28年度事業・会計報告、 平成29年度事業・予算計画、役員の改正等	23名	センター
10月1日	第11回滋賀地酒の祭典	一般参加による滋賀の地酒のきき酒と需要促進ピーア ールイベント等を開催 滋賀県酒造組合主催、滋賀県酒造技術研究会主幹	37名 一般参加	大津市
1月19日	第35回 運営企画委員会	平成29酒造年度新酒きき酒会の開催につい て協議、平成30年度事業計画、役員の改正等	6名	センター
3月16日	日本酒醸造試験室完成披露 会	日本酒醸造試験室の完成に伴い披露会を開催	85名	センター
3月16日	新酒きき酒会 (第68回例会)	平成29酒造年度新酒きき酒評価会開催	79名	センター

・例会の開催は、研究会会員が3部に所属して、各部会で研修内容等を計画し開催運営しています。

⑤屋上緑化用陶製品開発研究会

○会員数：企業14・大学1・公設試1

近年、大都市圏において局地的に気温が上昇する「ヒートアイランド現象」が大きな問題となっています。この現象の緩和策としてビル屋上の緑化が提案されています。そこで信楽焼を活用した屋上緑化用陶製品の開発を図るため、県内関連企業や大学、行政の連携により「屋上緑化用陶製品開発研究会」を平成15年に設立しました。

これまでの実績として、平成17年には、近藤三雄東京農業大学名誉教授が設計された東京都目黒区役所屋上庭園「目黒十五庭」事業に参加しました。また、平成25年3月には、首都高速大橋グリーンジャンクション「目黒天空の庭」にも研究会メンバー3社の製品が採用されています。



目黒区役所屋上庭園（目黒十五庭）



首都高速大橋グリーンジャンクション
屋上庭園（目黒天空の庭）

屋上緑化用陶製品開発から「信楽坪庭」開発への展開

平成27年度より屋上緑化用陶製品開発研究会の新たな事業として、近藤三雄東京農業大学名誉教授の指導の下、信楽焼における坪庭用陶製品の開発を進めています。

平成29年度においては、信楽窯業技術試験場と信楽焼陶器工業協同組合と連携を図り、海外展開技術支援事業で実施する「信楽坪庭」の開発に研究会メンバーが参加しています。

今年度は、「信楽坪庭」の製品化を進めるためカタログ製作を行い、幕張メッセで開催された第11回ガーデンEXPOに出展しています。

- ・海外展開技術支援事業への参加企業：10社
- ・カタログ製作参加企業：8社
- ・第11回国際ガーデンEXPOに出展した企業：4社



ガーデンEXPO出展会場

⑥TEIBAN商品開発研究会

本研究会は平成28年6月、信楽焼産地および関連業界の振興、発展に寄与することを目的として信楽陶器工業協同組合を中心に設立しました。会員相互の研究、技術交流、情報の交換ならびに講演会、勉強会および見学会等を実施しています。

今年度は専門家の指導のもとブランド勉強会を毎月開催しながら、空間づくりの実験を「nest 滋賀」にて重ねて来ました。これらの取り組みを、県民に知っていただくため、6月と12月に滋賀県庁内の県民サロンにて展示会を開催しました。さらに、都市部のファンを獲得するため、東京都新宿区「リビングデザインセンターOZONE」にて展示会を開催しました。

官民協働でこれらの経験を積むことにより、個々の商品のブランド化の加速を図っています。



(6) 産業財産権

平成29年度末現在の保有状況は次のとおりです。

特許権 19件（内、平成29年度中新規登録件数 0件）

名称	登録日	登録番号	発明者	備考	
栗東					
1	試料中のウイルスを検出する方法およびシステム	H23. 6. 10	4757103	白井伸明、岡田俊樹、他	
2	ポリマーブレンドを含んでなる液中物質捕集材料	H24. 4. 27	4981671	中島啓嗣、他	
3	掲示具	H24. 10. 26	5114613	野上雅彦、他	
4	締結具	H22. 12. 10	4639291	藤井利徳、月瀬寛二、他	
5	神経難病の画像診断薬	H25. 1. 25	5182747	白井伸明、岡田俊樹、平尾浩一、他	
6	試料中の蛍光性物質を検出する方法およびシステム	H26. 2. 14	5473202	白井伸明、岡田俊樹、他	
7	生分解性エラストマー及びその製造方法	H25. 5. 10	5263471	平尾浩一、山中仁敏、那須喜一、他	
8	柔軟性に富む生分解性材料とその製造方法	H25. 9. 20	5366068	平尾浩一、山中仁敏、那須喜一、他	
9	神経難病の画像診断薬及び対外診断薬	H27. 2. 27	5699286	白井伸明、平尾浩一、他	
10	蛍光一粒子検出方法および検出システム	H27. 5. 1	5737704	白井伸明、岡田俊樹、他	
11	リグノセルロース含有材料からの機能材料の製造方法	H29. 3. 31	6114935	白井伸明、松本正、他	
12	曲げ変形を受ける対象物に貼付して用いる貼付材用フィルム	H28. 9. 23	6009777	平尾浩一、那須喜一、他	
13	曲げ変形を受ける対象物に被覆して用いる被覆材用複合フィルム	H28. 11. 25	6045892	平尾浩一、那須喜一、他	
信楽					
14	電磁波吸収体及びその製造方法	H15. 7. 4	3448012	宮代雅夫*、他	
15	持続的泡模様を液面に形成する容器	H16. 8. 13	3584976	中島孝、高畑宏亮、高井隆三*、他	
16	セラミックス多孔質体	H19. 8. 17	3997929	高井隆三*、宮代雅夫*、中島孝、他	
17	水琴窟装置	H22. 5. 21	4514129	西尾隆臣	
18	多孔表面陶磁器	H24. 4. 20	4976010	川澄一司、高畑宏亮、中島孝、西尾隆臣、高井隆三*	
19	透光性陶磁器用練り土および透光性陶磁器	H25. 8. 30	5352035	川澄一司	

*は元職員

商標権 1件

名称	登録日	登録番号	考案者	備考	
信楽					
1	信楽透器	H22. 9. 10	5351665	川澄一司	

特許出願中の件数 9 件（内、平成 29 年度中新規出願件数 6 件）

発明の名称		出願日	出願番号	発明者	備考
栗東					
1	測定システムおよび測定方法	H27. 9. 2	173223	山本典央、平野真、他	
2	リチウムイオン二次電池負極用バインダー、リチウムイオン二次電池負極用スラリー組成物、リチウムイオン二次電池負極及びリチウムイオン二次電池	H27. 11. 5	217331	田中喜樹、所敏夫、中島啓嗣、他	
3	神経難病の画像診断薬及び体外診断薬	H29. 3. 10	046350	白井伸明、平尾浩一、他	
4	樹脂組成物	H29. 11. 14	218720	神澤岳史	
5	口腔内粘膜保護フィルム	H30. 1. 19	006890	中居直浩、那須喜一、白井伸明、中島啓嗣、大山雅寿、谷村泰宏、土田裕也、平尾浩一、他	
6	バタフライバルブ	H30. 3. 7	040274	深尾典久、今道高志、山下誠児、井上栄一、藤井利徳、水谷直弘、酒井一昭、他	東北部工業技術センターで出願
7	バタフライバルブの弁体（意匠 1）	H30. 3. 7	004711	〃	〃
8	バタフライバルブの弁体（意匠 2）	H30. 3. 7	004712	〃	〃
9	神経難病の画像診断薬及び体外診断薬	H30. 3. 7	041055	白井伸明、平尾浩一	国内優先権主張

特許権の実施許諾 17 件（内、平成 29 年度中新規契約件数 0 件）

発明の名称		契約者数	実施料	備考
栗東				
1	締結具	1	5,071円	
2	掲示具	1	2,429円	
信楽				
3	持続的泡模様を液面に形成する容器	3	365円	
4	セラミックス多孔質体	1	40,824円	
5	水琴窟装置	1	0円	
6	多孔表面陶磁器	2	14,333円	
7	透光性陶磁器用練り土及び透光性陶磁器	8	93,015円	
計		17	156,037円	

(7) 職員の研修

企業への技術支援力強化のため、職員の資質向上、スキルアップを目指し、外部機関へ派遣研修を実施しました。

① 大学派遣研修

研 修 テ ー マ	派 遣 先	期 間	派遣者名
地場産業におけるデザインについて	滋賀県立大学人間文化学部生活デザイン学科	H29.4~H30.3 (週2日)	山内 美香

② 中小企業大学校派遣研修、その他

研 修 テ ー マ	派 遣 先	期 間	派遣者名
公設試験研究機関研究職員研修（座学）	中小企業大学校	H30.1.9~1.12	川口 和弘
公設試験研究機関研究職員研修（現場実習）	中小企業大学校	H30.1.15~1.19	今田 琢巳
公設試験研究機関研究職員研修（現場実習）	中小企業大学校	H30.1.15~1.19	大山 雅寿

(8) 審査会等への出席

経営革新計画承認審査会等へ委員として職員を派遣しました。

審査会等名称	所管	開催日	職員
県立テクノファクトリー入居審査会	公益財団法人 産業支援プラザ	4月20日	月瀬
産業立地促進助成金等交付審査会	企業誘致推進室	4月24日	月瀬
中小企業新技術開発プロジェクト補助金審査会	モノづくり振興課	5月22日	月瀬 山中
市場化ステージ支援事業補助金審査会	中小企業支援課	5月23日	月瀬
第1回経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	6月7日	山中
IoT活用イノベーション創出支援事業補助金審査会	商工政策課	6月13日	月瀬
地場産業および伝統的工芸品プロモーション映像制作業務委託プロポーザル審査会	モノづくり振興課	6月29日	月瀬
中小企業知的財産戦略支援事業選考委員会	公益財団法人 産業支援プラザ	6月30日	月瀬
高度専門人材確保支援事業審査会 新規事業展開トライアル支援事業審査会	公益財団法人 産業支援プラザ	7月11日	月瀬
技術開発室入居審査会	モノづくり振興課	7月18日	月瀬
部内研究評価委員会	モノづくり振興課	7月18日	月瀬 山中 那須
びわ湖発・環境ビジネスデザイン大賞審査会	びわ湖環境ビジネスメッセ実行委員会	7月26日	月瀬
滋賀県産業廃棄物減量化支援事業費補助金審査会	循環社会推進課	8月28日	那須
第3回経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	8月30日	月瀬
低炭素社会づくり賞表彰候補調査委員会	公益財団法人 淡海環境保全財団	9月6日	月瀬
低炭素社会づくり賞審査会	温暖化対策課	9月12日	月瀬

高度専門人材確保支援事業審査会 新規事業展開トライアル支援事業審査会	公益財団法人 産 業支援プラザ	9月19日	那須
滋賀県発明くふう展備審査会 滋賀県未来の科学の夢絵画展予備審査会	一般社団法人 滋 賀県発明協会	9月26日	山下 山内
滋賀県児童生徒発明くふう展審査会 滋賀県未来の科学の夢絵画展審査会	一般社団法人 滋 賀県発明協会	9月27日	月瀬
外部研究評価委員会	モノづくり振興課	10月10日	月瀬
第4回経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	11月7日	月瀬
新規事業展開トライアル支援事業審査会	公益財団法人 産 業支援プラザ	11月16日	月瀬
技術開発室入居審査会	モノづくり振興課	12月21日	月瀬 山中
ビジネスプランコンテスト・プレゼン審査会	中小企業支援課	1月13日	月瀬
県立テクノファクトリー入居審査会	公益財団法人 産 業支援プラザ	1月17日	月瀬
経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	1月26日	月瀬
県立テクノファクトリー入居審査会	公益財団法人 産 業支援プラザ	2月26日	月瀬
新商品の生産等による新事業分野開拓者認定 審査会	中小企業支援課	2月28日	月瀬
経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	3月1日	月瀬
経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	3月23日	深尾

4. 人材育成事業

(1) 窯業技術者養成事業

本事業は、県内窯業技術の振興を図り、陶器業界の経営改善に資するために必要な窯業技術者の養成を目的とします。これまでに延べ535名（練習生を含む）の研修修了し、県内窯業関連企業に就業し、中核的人材として活躍しています。

○平成29年度研修生選考について

平成28年9月20日	平成29年度滋賀県窯業技術者養成研修実施公告
平成29年 1月10日～1月31日	願書受付
2月 7日	選考試験
2月16日	選考委員会
3月 1日	合格通知発送

平成29年度は、10名の応募のうち10名が受験し、試験の結果10名を合格としましたが、2名の入場辞退がありました。研修については、8名が修了しました。そのうち5名が県内陶磁器関連企業に就職し、3名は他科目の研修を受講しています。

○過去5年間の進路状況

(人数)

年度	研修修了	陶磁器関連企業就職		次年度研修	その他
		県内	県外		
H24	7	6	0	1	0
H25	7	4	0	3	0
H26	7	5	1	1	0
H27	5	3	0	1	1
H28	6	3	0	3	0
H29	8	5	0	3	0



(2) 学外実習生、研究生の受け入れ

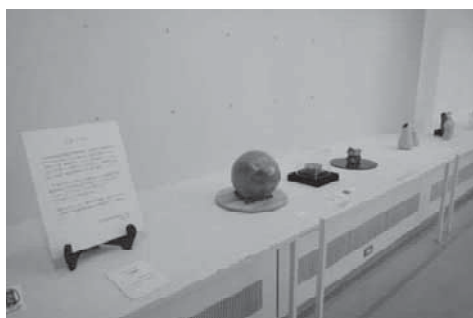
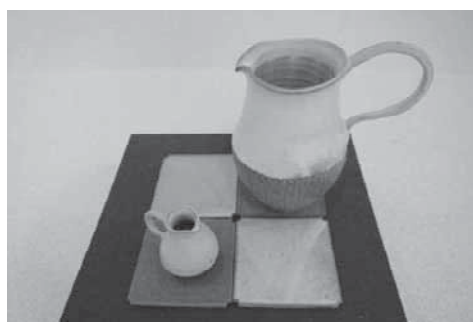
	実習テーマ	所属	期間
栗 東	熱分解ガスクロマトグラフ質量分析 装置を用いた分析実習	龍谷大学 理工学部 3 回生 1 名	H29. 8. 28 ～H29. 9. 8
信 楽	ニッケル色釉の呈色と結晶構造につ いて	龍谷大学 理工学部 3 回生 1 名	H29. 8. 28 ～H29. 9. 8
	銅釉およびクロム釉の耐薬品試験	龍谷大学 理工学部 3 回生 1 名	H29. 8. 28 ～H29. 9. 8

(3) 信楽窯業技術試験場研修生OB会

本会は、窯業技術者養成事業研修を修了した者によって構成され、信楽焼の技術や歴史の勉強、情報交換などを行い、年に一度作品展を開催しています。

今年度も甲賀市の協力のもと7月9日から8月2日までの期間、甲賀市信楽伝統産業会館にて作品展を開催しました。出展者24名、30作品105点のオブジェや食器、花器などが展示されました。また、期間中には来場者からアンケートを取り、その結果を今後の活動に生かしています。

1月には、甲賀市立信楽小学校6年生の親子活動において、信楽透器を使ったランプシェード作りの指導を行いました。



作品展の様子



小学生への指導の様子

5. 情報提供等

(1) 刊行物の発行

① 技術情報誌

『テクノネットワーク』

工業技術総合センターの「産学官研究会活動」、「試験研究機器紹介」をはじめ、技術解説や研究紹介をする「テクノレビュー」、そのほか「研修・セミナーのお知らせ」、「センターニュース」などの企業に役立つ新しい情報の提供に努め、県内企業、関係機関および団体等に配布しました。

号 数	発 行 月	発行部数
1 1 9	平成 2 9 年 7 月	2, 0 0 0 部
1 2 0	平成 2 9 年 1 0 月	2, 0 0 0 部
1 2 1	平成 3 0 年 2 月	2, 0 0 0 部

『陶』

信楽窯業技術試験場が実施している事業の成果や様々な窯業関係情報を県内の窯業関係企業、関係機関・団体へ配布しました。

号 数	発 行 月	発行部数
3 2	平成 3 0 年 3 月	1, 0 0 0 部

② 業務報告書

平成 2 8 年度の工業技術総合センター業務活動の年報として、第 3 1 号を発刊しました。内容は、業務概要（技術支援、研究開発等）と運営概要（施設、設備、組織、決算額等）を中心にまとめたもので、主に県内外の行政・試験研究機関、関係団体等へ配布しました。

号 数	発 行 月	発行部数
3 1	平成 2 9 年 1 2 月	6 5 0 部

(2) 研究成果報告会

①栗東(所内)

センター「一般公開」の一環として、平成28年度に取り組んできた研究成果について、県内企業の方々に広く知っていただくとともに、新たな連携を図るため報告会を開催しました。

日 時：平成29年11月30日(木)

13:00～14:00

場 所：滋賀県工業技術総合センター
2階 大研修室

参加者：16名

○研究発表

「固体電解質向けインピーダンス測定システムの開発

～10MHz から 100MHz までを実現した唯一のシステム～」

電子システム係 山本 典央

「環境配慮型顔料の開発研究」

無機材料係 前川 昭

「信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発」

陶磁器デザイン係 高畑宏亮



②信楽(所内)

信楽窯業技術試験場が実施した研究開発の報告会を以下のとおり開催しました。また、関連技術の講演会ならびに関係団体の事業紹介もあわせて実施しました。

日 時：平成30年3月19日(月)

13:30～16:30

場 所：信楽窯業技術試験場
2階会議室

参加者：29名(17社)

○講演会

「LEDの動向とやきもののあかり」

M&O デザイン事務所 あかりのデザイナー 落合 勉 氏

○研究報告

「薪窯の窯変に関する研究」

セラミック材料係 川澄 一司

「長石-アルミナ-粘土系素地のゼオライト化に関する研究」

セラミック材料係 三浦 拓巳

「信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発」

陶磁器デザイン係 高畑 宏亮

○事業紹介

「滋賀県産業支援プラザの業務報告」

滋賀県産業支援プラザ 経営相談室
プロジェクトマネージャー 杉本 憲史 氏



③工業技術総合センター(所外)

「滋賀県工業技術総合センター」および「滋賀県東北部工業技術センター」と「しが新産業創造ネットワーク」(事務局：滋賀県産業支援プラザ) 会員企業との連携を深め、産官学連携による県内産業の発展を促進するため、両工業技術センターが保有する研究成果を「平成 29 年度第 2 回マッチングフォーラム・工業技術センター研究成果報告会」として、同時開催しました。

日 時：平成 30 年 1 月 23 日 (火) 13:00 - 17:15

場 所：コラボしが 21 3 階 (大・中会議室) ・ホワイエ

参加者：111 名

○研究発表およびポスターセッション (工業技術総合センター分)

「高精度・高品位を実現するマイクロエンドミル加工技術」

機械システム係 今田 琢巳

「セルロースナノファイバー複合材料の研究開発」

有機材料係 大山 雅寿

○ポスターセッション (工業技術総合センター分)

「固体電解質向けインピーダンス測定システムの開発」

電子システム係 山本 典央

「和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究」

電子システム係 山下 誠児

「超高感度蛍光検出を利用したウイルス 1 粒子検出技術」

有機材料係 白井 伸明

「環境配慮型顔料の開発研究」

無機材料係 前川 昭

「非酸化セラミックスの合成とその応用に関する研究」

無機材料係 中島 孝

「信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発」

陶磁器デザイン係 西尾 隆臣ほか



(3) 全国陶磁器試験研究機関作品展「陶&くらしのデザイン展 2017」

全国の公設試験研究機関の多様な研究の中から、主に陶磁器による生活用品のデザイン・試作研究ならびに技術開発研究の成果を一堂に集め作品展を開催しました。この作品展は、試験研究機関が発信するデザインや技術が生活を潤し、かつ産業の活性化に寄与している姿を関係業界だけでなく、広く一般にも知らせることを目的として毎年開催されています。陶磁器デザイン担当者会議を併催し、担当者相互の技術情報等の交流・研修会も開催しています。

○ 参加機関

全国窯業関連公設機関 11 機関

○ 会期・会場

本 展 平成 29 年 7 月 6 日～10 日

瀬戸蔵 (瀬戸市)

岐阜展 平成 29 年 10 月 14 日～18 日

セラミックパーク MINO (多治見市)



信楽窯業技術試験場出展作品

(4) ホームページによる情報提供

当センターの事業内容の紹介をはじめ、各種セミナー・講習会等の案内をホームページにて提供しました。また、情報検索サービスとして整備した試験研究用設備機器のデータベースを随時更新して、最新の情報を提供しました。

(5) 産業支援情報メール配送サービス

当センター、東北部工業技術センター、(公財)滋賀県産業支援プラザ、(一社)滋賀県発明協会および商工観光労働部内の関係3課が共同で、平成12年8月からサービスを開始しています。従来から県内の企業に対しては、技術情報誌やダイレクトメールにより各種の情報を届けていましたが、このサービスはこれまでの方法と並行して、セミナー・研修および講習会などのイベント情報や、産業振興施策に関する情報を、予め登録されたメール配送希望者に電子メールでタイムリーに届けるサービスです。随時登録を受け付け、平成30年3月末の登録数は1,261件となっています。

(6) 工業技術情報資料等の収集・提供

工業技術に関する図書、雑誌および資料を備えています。

日本工業規格(JIS)を公開しています。

所有図書	図 書 (開架)	約10,500冊
	雑 誌	約50種類
	日本工業規格(J I S)	全 部 門

(7) センター一般公開の開催

センターが保有する設備や技術を県内企業の方や一般の方々に、広く知っていただくことを目的に、平成20年度よりセンター一般公開を開催しています。平成29年度は、施設見学ツアーとして、「加速劣化試験およびその評価ツアー」と「工業材料の異物試験と評価ツアー」の2テーマ、海外輸出(国際規格対応)に役立つセミナー2題を企画し、開催しました。

また、センターが取り組んできた平成28年度の研究成果について、県内企業の方々に広く知っていただき、新たな連携を図るため、研究成果報告会を開催しました。

開 催 日 参加者 (のべ人数)	内 容
H29年11月30日 99名	○センター見学ツアー ○海外展開技術支援セミナー ○研究成果報告会

(8) 見学者等の対応

センター開設以来、施設、機器、運営等について、海外を含め、県内外から、技術者、経営者、行政関係者等の多数の視察、見学があります。この他にも、県内外の企業からの試験機器の見学対応を行っています。平成28年度の見学者数は延べ303名で、主な見学者の内訳は下表のとおりです。

〈栗 東〉

所 属	見学者数(名)	見学日
高島市市議会視察	8	H29. 4. 28
埼玉県議会視察	1 8	H29. 5. 30
滋賀経済産業協会	3 3	H29. 7. 18 H29. 8. 23
独立行政法人国際協力機構 (JICA)	1 5	H29. 9. 12
国立研究開発法人産業技術総合研究所 3D3プロジェクトト地域分科会	2 4	H29. 10. 3
日本電気硝子(株)	2 6	H29. 11. 10
合 計	1 2 4	

〈信 楽〉

所 属	見学者数(名)	見学日
大塚オーミ陶業株式会社 (新採研修)	5	H29. 4. 13
滋賀県立信楽高等学校 (陶芸部)	3	H29. 6. 2
滋賀県立信楽高等学校 (セラミック系列)	9	H29. 6. 5
滋賀県立信楽高等学校 (陶芸部)	1 3	H29. 6. 14
滋賀県立信楽高等学校 (普通系列三年生)	5	H29. 11. 24
甲賀市立信楽小学校 六年生	4 2	H29. 12. 13
滋賀県立信楽高等学校 (セラミック系列一年生)	3 0	H30. 2. 2
甲賀市立雲井小学校 四年生	1 6	H30. 2. 27
甲賀市立信楽小学校 三年生	5 6	H30. 3. 2
合 計	1 7 9	

(9) 報道関係機関の掲載等

	日付	掲載等	内容	媒体
1	4月1日	造園連新聞	連載 造園伝道師 近藤三雄の「叱咤激励」 「都市のすき間を坪庭で輝かし、稼ぐ」	新聞
2	4月6日	京都新聞	湖国ぶんかの森 「芸人から陶芸家へ大胆転身」	新聞
3	4月12日	産経WEST	素材は紙「滋賀ジャケット」完成「着心地よく軽い」三日 月知事も絶賛	インター ネット
4	4月18日	毎日新聞	滋賀ジャケット：和紙製 ボタンは琵琶湖の貝 県内企業 が完成	インター ネット
5	4月30日	滋賀報知新聞	紙素材の「滋賀ジャケット」完成	インター ネット
6	5月1日	日本造園組合連合 会	「伝統の継承と創造-千樹萬幹」	書籍
7	5月19日	産経新聞	試験醸造施設整備について	新聞
8	6月27日	中日新聞	「滋賀の魅力 定番を紹介」 県庁でモノづくり展	インター ネット
9	6月27日	中日新聞	「滋賀の魅力 定番を紹介」 県庁でモノづくり展	新聞
10	6月27日	京都新聞	「湖国発 こだわり商品130点」大津でモノづくり展	新聞
11	6月27日	朝日新聞	「県内工芸品など業種超え一堂に」	新聞
12	7月3日	朝日新聞	滋賀 ひと@ここのく 「カラフルな信楽焼私色」	新聞
13	7月10日	龍谷大学	陶器製手榴弾・地雷について	映画
14	7月25日	業界チャンネルBtoB	第4回海外展開技術支援セミナー「はじめての中国・東南ア ジアの製品安全認証制度」開催のお知らせ	インター ネット
15	7月28日	業界チャンネルBtoB	モノづくり総合支援セミナー「最新の電池産業に役立つ市 場動向と技術開発」開催のお知らせ	インター ネット
16	7月28日	業界チャンネルBtoB	モノづくり総合支援セミナー「切削・レーザ加工の基本 次 世代技術への応用」開催のお知らせ	インター ネット
17	7月28日	びわ湖放送	しがのイチオシ TEIBAN商品開発研究会事業	テレビ
18	7月29日	びわ湖放送	滋賀経済NOW TEIBAN商品開発研究会事業	テレビ
19	8月2日	日本経済新聞社 大津支社	信楽焼生産動向ほかについて	インター ネット
20	8月18日	業界チャンネルBtoB	モノづくり総合支援セミナー「微小硬さ試験を活用した機 械的特性評価ー基礎から応用までー」開催のお知らせ	インター ネット

	日付	掲載等	内容	媒体
21	8月18日	業界チャンネルBtoB	滋賀県工業技術総合センター「一般公開」と「研究成果報告会」を同日開催します	インターネット
22	8月19日	京都新聞	古窯の風-日本遺産・信楽の今-個人作家-女性増-研修生	新聞
23	8月20日	京都新聞	古窯の風-日本遺産・信楽の今-技術革新-生産額	新聞
24	8月22日	京都新聞	古窯の風-日本遺産・信楽の今-アート手仕事-透光性素地	新聞
25	10月19日	TBS	日本遺産 六古窯日本遺産	テレビ
26	11月14日	京都新聞	「県の試験研究 成果一堂に」 琵琶湖と滋賀県の環境に関する試験研究機関連絡会議	新聞
27	12月15日	造園連新聞	造園新ビジネス「信楽坪庭」	新聞
28	12月	NHK	おうみ発630「県特産の新商品展」 TEIBAN商品開発研究会事業	テレビ
29	1月9日	京都新聞	「琵琶湖の水草で鉄の5倍強度 滋賀県で新素材製造成功」	インターネット
30	1月9日	京都新聞	琵琶湖水草から新素材 鉄の5倍強度「セルロースナノファイバー」	新聞
31	1月16日	NHK	信楽坪庭について 「信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発」	テレビ
32	1月28日	産経新聞	日伸工業「関西ものづくり新選受賞」	新聞
33	1月31日	中日新聞	信楽焼の手りゅう弾探り 映画に	新聞
34	2018年 2月号	組合活性化情報 中小企業しが	組合紹介「信楽陶器工業協同組合」 「信楽坪庭」の共同開発	雑誌
35	2月2日	共同通信	『T・E・I・B・A・N Japan classico滋賀のモノづくり展 Vol.10』の開催	インターネット
36	2月4日	日本経済新聞	催事祭事「定番品」の展示会	新聞
37	2月10日	読売新聞	醸造試験施設について	新聞
38	2月13日	NHK	「おはようっぽん」 信楽坪庭について	テレビ
39	2月20日	陶業時報	奈良、滋賀、三重 テイバン3展	新聞
40	2月27日	朝日放送	キャスト「水草から作製したセルロースナノファイバー」	テレビ
41	3月1日	youtube	しがエネルギーゲームーブメント！Vol 18電源不要の製品と技術①伝統の技～電気のいらぬ陶器の加湿器～	インターネット

	日付	掲載 等	内容	媒体
42	3月1日	びわ湖放送	しがエネルギームーブメント！Vol 17電源不要の製品と技術①伝統の技～電気のいらぬ陶器の加湿器～	テレビ
43	3月6日	NHK	国際放送局「ニュースルーム東京」（英語版）信楽坪庭について	テレビ
44	3月7日	NHK	国際放送局「ニュースルーム東京」（英語版）信楽坪庭について	テレビ
45	3月11日	京都新聞	ジャズ精神を感じる陶芸（熊倉順吉の92点展示）	新聞
46	3月11日	京都新聞	まちかど「TEIBANジャパクラシコ-滋賀のモノづくり展（近江八幡中原町中）」	新聞
47	3月11日	中日新聞	泥状の化粧土で装飾陶器が150点	新聞
48	3月19日	NHK	NHK総合「おはよう関西」 特集枠：「NHK×関西の大学生コラボ」 「陶器製手榴弾・地雷について」	テレビ
49	3月20日	中日新聞	「新酒の味わい確かめ」 平成30年3月16日「新酒利き酒会」「日本酒醸造試験室完成披露会」	新聞
50	3月31日	中日新聞	信楽焼 忠霊塔	新聞

6. その他

(1) 技術開発室『レンタルラボ』の管理運営

本県では、「世界にはばたく成長エンジンと地域経済循環の絆で形づくる“滋賀発産業・雇用”の創造」を基本理念に、活力に満ちた新産業の創出支援に取り組んでいます。その一環として、平成11年2月に当センターに設置した企業化支援棟を活用し、企業の技術力の向上、新産業分野の開拓、さらにはベンチャー企業等の起業化の促進に努めています。

この企業化支援棟には、技術開発室4室と電波暗室(3m法)とがあり、県内企業の技術開発と産業の振興を目的としています。特に、技術開発室は研究スペースを賃貸することにより、独自技術の開発や新製品開発に積極的なフロンティア企業や新規開発業者を育成支援しています。

平成29年度の入居率は、100%で、延べ4者の入居利用がありました。

なお、下記の室については、技術開発室から使用形態を変更し、機器利用のための室として開放しています。

- 2号室……成膜試験室
- 3号室……試作開発室
- 7号室……ものづくり高度分析支援室

① 技術開発室設備

電気設備	単相100V・3相200V
給排水設備	各室内に流し台設置
LPGガス	各室内に取付口設置
電話設備	各室内に端子盤(外線2、内線1回線)設置
空調設備	個別エアコン設置
防犯設備	警備保障会社連動による防犯方式
昇降装置	機器搬入エレベータ1機
床荷重	1階 9.8kN/m ² (1000kgf/m ²)
	2階 4.9kN/m ² (500kgf/m ²)

② 使用者の要件

県内において事業を既に行っている者あるいは開業をしようとする者であって、創業、新分野進出または新技術開発を志向し、具体的な研究開発計画を有する者および知事が適当と認めた者

③ 使用料

技術開発室	階	面積	使用料/月
1号室	1階	51m ²	92,310円
4号室	2階	51m ²	92,310円
5号室		50m ²	90,500円
6号室		50m ²	90,500円

(平成30年3月31日現在)

(2) 企業等訪問事業

当センターでは、県内企業の実情および技術課題やニーズを正確に把握し、事業の効率的な推進や見直しに活用するため、平成14年度から計画的に企業訪問調査を実施しています。平成19年度からはさらに広く皆様の意見を伺うため、広報誌等を通じて、訪問事業所を随時募集しています。

平成25年度からは、平成25年4月1日に施行された『滋賀県中小企業の活性化に関する条例』第12条で「中小企業活性化施策の策定および実施にあたっては、中小企業等の意見を反映することができるよう必要な措置を講ずるもの」とされています。当センターへのご相談や機器利用、セミナーや講習会の参加者の方を含め、多様な要望やモノづくり現場のニーズをお聞きするために引き続き県内事業所への積極的な訪問事業を行いました。

地域	市町	件数
大津・南部地域	大津市	5
	草津市	7
	守山市	2
	野洲市	2
	栗東市	8
甲賀地域	甲賀市	6
	湖南市	3
東近江地域	東近江市	5
	日野町	1
湖東地域	愛荘町	1
湖北・高島地域	高島市	1
	長浜市	3
合計		44

(3)平成29年 信楽焼生産実態調査結果

2018年2月2日

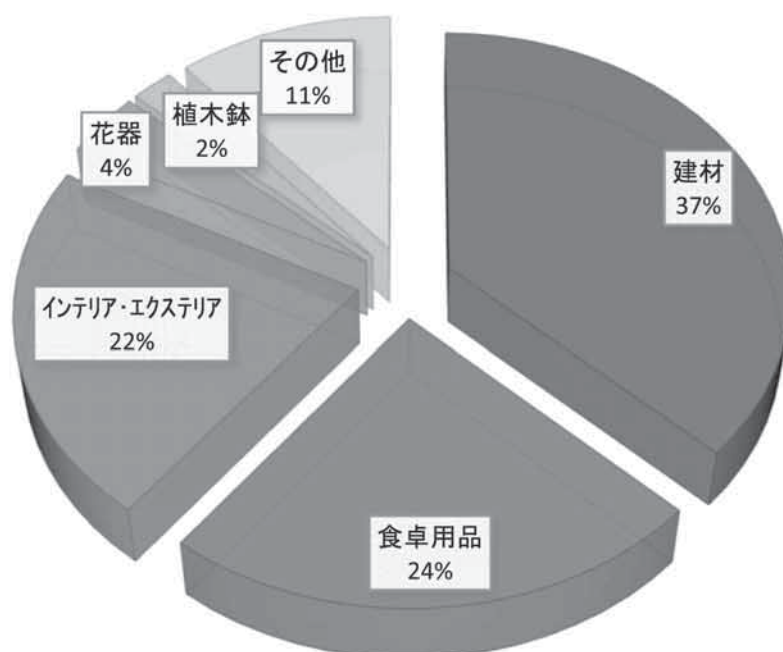
調査:信楽陶器工業協同組合

対象期間:平成29(2017)年1~12月 調査対象:信楽陶器工業協同組合員

集計:信楽窯業技術試験場

生産額 (万円)	平成28年	平成29年	前年比
	347,191	344,341	99%
調査回収企業数	76	76	100%
調査対象企業数	80	82	103%
回収率	95.0%	92.7%	98%

品目 (万円)	平成28年	平成29年	前年比
建材	123,128	127,190	103%
食卓用品	82,780	81,216	98%
インテリア・エクステリア	81,576	76,206	93%
花器	14,691	13,752	94%
植木鉢	8,276	7,617	92%
その他	36,740	38,360	104%



従業員数(人)

	平成28年	平成29年	前年比
男	266	262	98%
女	106	99	93%
パート・その他	114	134	118%
計	486	495	102%

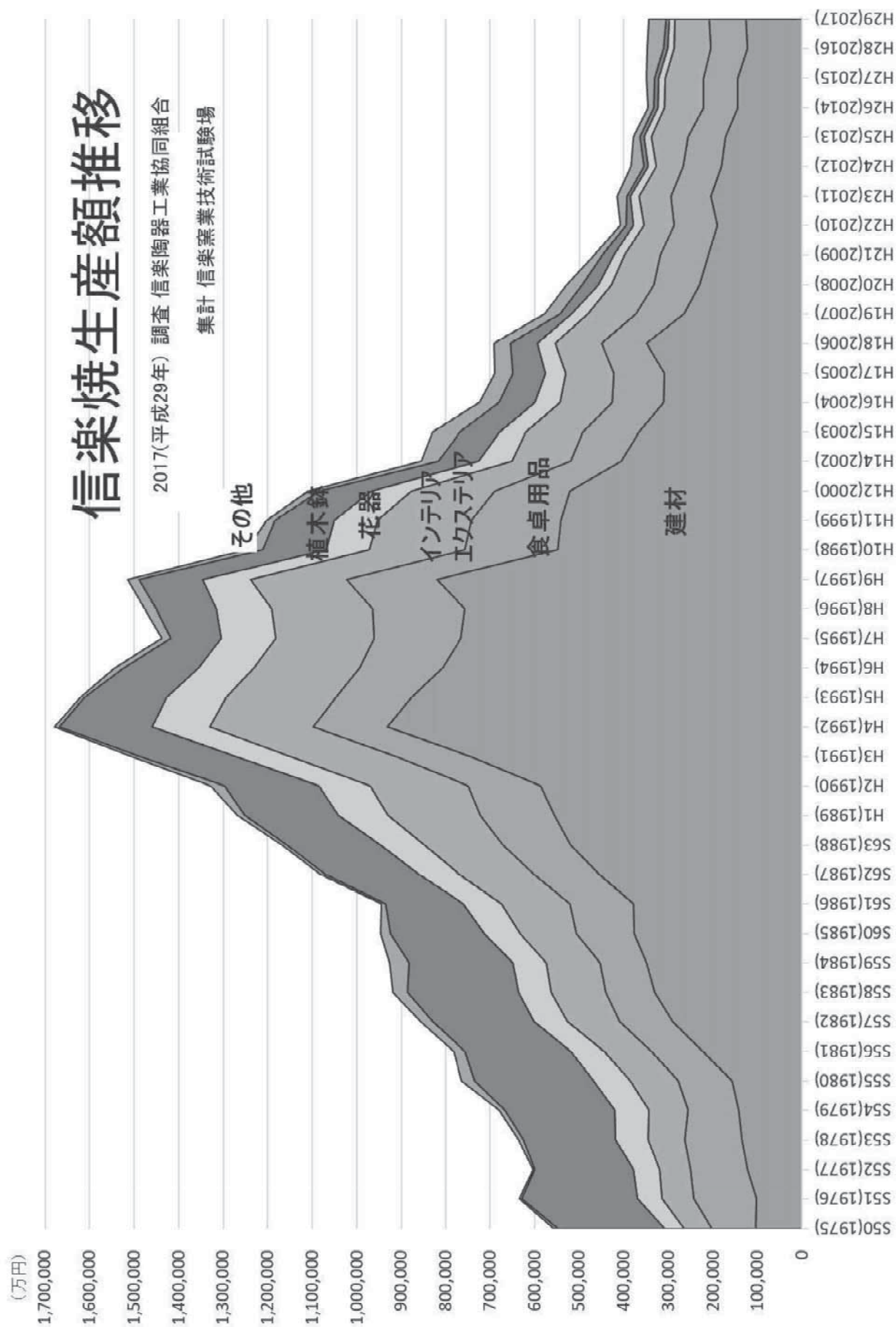
窯の種類・数(基)

	平成28年	平成29年	前年比
ガス	149	161	108%
電気	45	55	122%
灯・重油単	10	12	120%
トンネル	3	3	100%
穴窯	23	21	91%
登窯	4	6	150%
計	234	258	110%

信楽焼生産額推移

2017(平成29年) 調査 信楽陶器工業協同組合

集計 信楽窯業技術試験場



平成29年度 研究報告

平成29年度研究報告一覧

No	研究内容	報告者	頁
1	流体解析によるキャビテーション低減バルブ設計手法の開発 (第2報)	深尾典久 井上栄一	78
2	CAEを用いたゆるみ止めナットのワッシャ形状最適化に関する研究 (第2報) －解析によるゆるみ止め効果の評価方法の構築－	柳澤研太 深尾典久 今田琢巳	81
3	微細金型加工技術の高度化に関する研究 －左ねじれ工具のすくい角が切りくず排出性に及ぼす影響－	今田琢巳 藤井利徳	85
4	EMC試験における基準信号発生器の開発	川口和弘 山本典央	89
5	和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究 (第4報)	山下誠児	92
6	非酸化物セラミックスの合成とその応用に関する研究 (第2報) －還元法による非酸化物セラミックスの合成－	中島 孝	95
7	液相合成法による機能性無機顔料の研究 (第3報) －錯体重合法によるTb-ZrSiO ₄ 顔料粉末の合成－	前川 昭	98
8	電極の密着強度評価方法の確立 －新規リチウムイオン二次電池用バインダーの開発－	田中喜樹 所 敏夫 神澤岳史 脇坂博之 佐々木宗生	102
9	超高感度蛍光検出法の応用技術開発 (第2報) －食品分析などに活用するためのFCS測定法の応用技術開発－	白井伸明	105
10	清酒製造における酒母 (しゅぼ) の安定製造法の開発 －乳酸菌を用いた酒母製造試験－	岡田俊樹	108
11	水生植物からのセルロースナノファイバー創製と複合材料化に関する研究 (第1報)	大山雅寿	110
12	フロー式反応装置の作製とそれを用いた合成に関する研究 (第1報) マイクロミキシングバイアル型フローリアクタの試作と評価	中居直浩	116

13	信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発（第3報）	西尾隆臣 川澄一司 高畑宏亮 山内美香 植西 寛 宮本ルリ子	120
14	薪窯の窯変に関する研究（第2報） -Soda Firing 試験-	川澄一司 植西 寛	123
15	炭素材料の高純度化に関する研究（第3報）	安達智彦 佐々木宗生 山本和弘	125
16	海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発（第2報） -海外産粘土鉱物の評価と新陶土の試作-	安達智彦 山本和弘 三浦拓巳 川澄一司	130
17	スメクタイト系粘土を利用した陶土の開発	山本和弘	136
18	温度制御可能なマイクロ波発熱材に関する研究	三浦拓巳	139

流体解析によるキャビテーション低減バルブ設計手法の開発

(第2報)

深尾 典久*
FUKAO Norihisa

井上 栄一**
INOUE Eiichi

橋岡 由男***
HASHIOKA Yoshio

掛川 光彦***
KAKEGAWA Mitsuhiko

千野 一広***
CHINO Kazuhiro

小川 和彦****
OGAWA Kazuhiko

要旨 キャビテーションによるバルブの破壊を防止するため従来から、キャビテーションの発生を抑制する弁体の開発が行われている。その過程では、多くの試作に対して実流実験を行う必要があり、その時間・コストの削減が課題となる。本研究ではこの問題に対処するため、流体解析を用いて試作・実験の回数を削減する新しい評価法を提案する。昨年度は、バタフライ弁を用いる解析結果を示すことで提案する評価法の有効性を確認した。本年度は、新しいキャビテーション低減バルブ形状を提案するとともに提案した評価方法を用いてその有効性を確認した。

1 はじめに

バルブに発生するキャビテーションは、振動や騒音の原因となるばかりでなくエロージョン（壊食）による破壊の原因となる。

本研究では、試作・実験の回数を大幅に削減する新しいキャビテーション低減性能評価法を提案するとともに、PC とオープンソースの解析ソフトウェアを用いた解析により、その手法の有効性を確認する。

昨年度は、キャビテーション低減性能を評価する新しい手法を提案し、バタフライ弁において既存のキャビテーション低減弁体と標準弁体を用い、実験及び解析によりその効果を確認した。^{1) 2)}

本年度は、新しいキャビテーション低減弁体を提案し、昨年度提案した評価法を用いた流体解析により、その効果を確認した。

2 キャビテーション低減性能評価方法

まず、昨年度提案したキャビテーション低減性能の評価方法を述べる。

2.1 問題の整理（キャビテーションの発生原因）

バルブを絞り流量制御を行う場合、流速の上昇に伴って生じる圧力低下の結果、局所的に飽和蒸気圧を下回る場合にキャビテーションが発生する（図1）。キャビテーションは、騒音振動の原因となるばかりでなく、

エロージョンによる破壊の原因となるため対策が求められている。

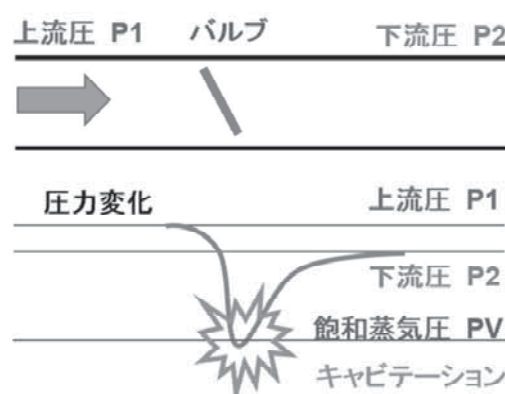


図1 キャビテーション

2.2 評価方法

特定のバルブ開度で上流圧を固定し下流圧を変化させたとき、キャビテーションが発生し始める点を初生キャビテーション点とする。一般に下流圧が低く差圧が大きいくほど流量は大きくなる。したがって、初生キャビテーション点において、下流圧の低いバルブは、流量が大きくてもキャビテーション発生がわずかな初生状態にあり、キャビテーションが起り難いといえる。

バルブのキャビテーション低減性能を評価するためには、様々な開度での初生キャビテーション点を評価することが必要である。その際、弁体形状が異なる複数のバルブの比較を行う場合には、同じ開度であってもその損失（もしくは流れ易さ）が異なるため、直接比

* 機械システム係

** 東北部工業技術センター

*** 株式会社清水合金製作所

**** 大阪産業大学工学部交通機械工学科

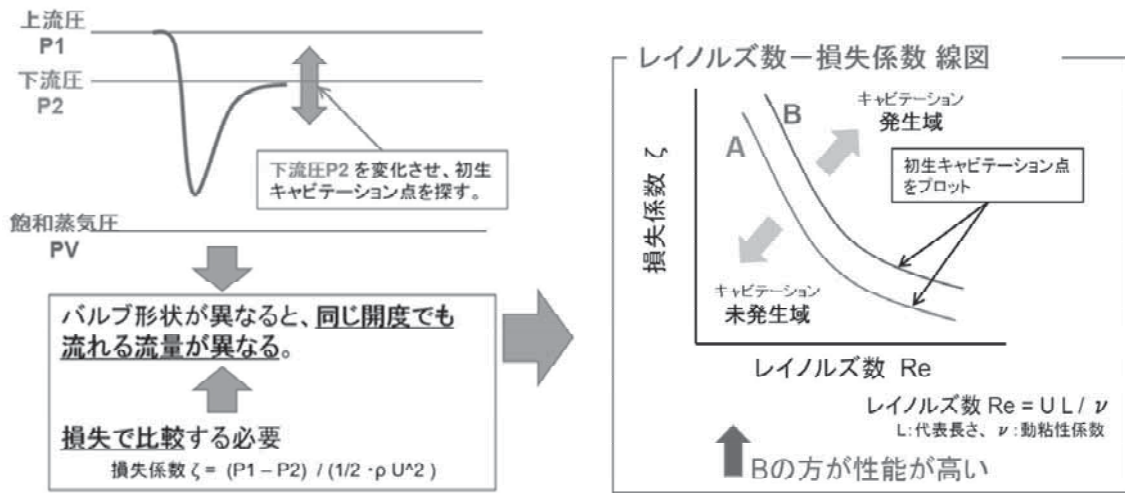


図2 キャビテーション低減性能の評価法

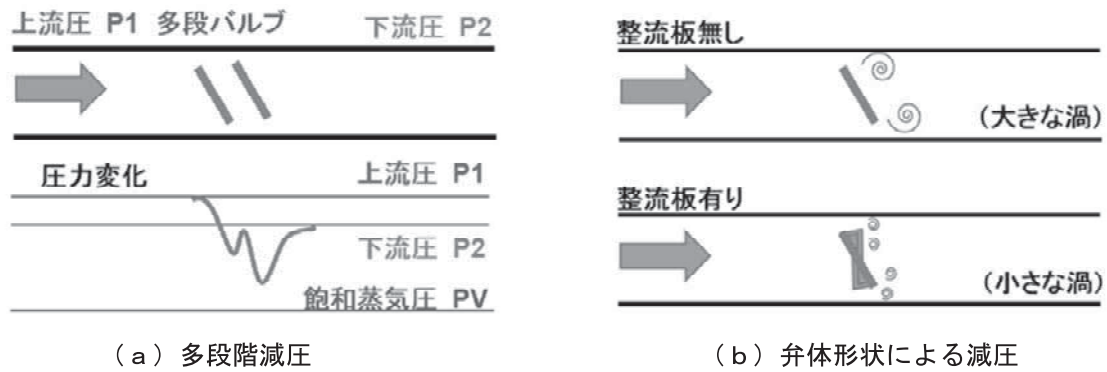


図3 キャビテーションの抑制原理

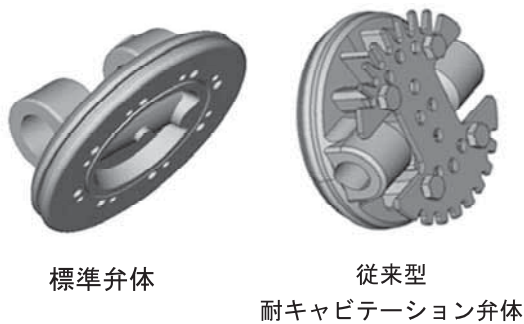


図4 従来型弁体

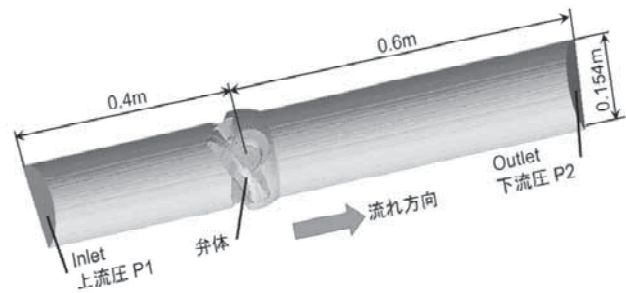


図5 解析対象

較することはできない。

すなわち、異なるバルブの比較を行う場合には、同じ損失となる開度どうしでの比較を行う必要がある。本研究では昨年度、この点に注目して、一般化した平均流速であるレイノルズ数 Re とバルブの損失係数 ζ の線図 ($Re-\zeta$ 線図) 上に初生キャビテーション点をプロットして性能評価を行う新たな手法を提案した。この手法の概要を図2に示す。

ここで、レイノルズ数 Re および損失係数 ζ は次式で

与えられる。

$$Re = UL / \nu$$

$$\zeta = (P1 - P2) / (\rho U^2 / 2)$$

ただし、 U は平均流速、 L は代表長さ (配管内径)、 ν は動粘性係数、 $P1$ は上流圧、 $P2$ は下流圧、 ρ は流体密度である。なお、本報告において圧力は全て絶対圧で表記する。

レイノルズ数 Re および損失係数 ζ は、いずれも大き

くなるほどキャビテーションが起りやすくなるため、バルブの開度を開けながら初生キャビテーション点をプロットすると、 Re - ζ 線図上で左上から右下に至る曲線(初生キャビテーション曲線)となる。この初生キャビテーション曲線が右上側(レイノルズ数、損失係数が大きい領域)となるほど低減性能が高いといえる。

表 1 解析システム

解析ソフトウェア	OpenFOAM 2.3.1
ソルバ	interPhaseChangeFoam
乱流モデル	RASModel kEpsilon

3 新型弁体の評価

3.1 弁体形状

研究開発中のため、本報告では詳細な形状を記載することはできないが、弁体の形状を工夫した新型弁体について、標準バルブおよび従来型耐キャビテーションバルブ弁体と比較した。

キャビテーションの抑制原理には、図3に示す、(a)多段階減圧や(b)整流板方式などがある。この抑制原理において従来型の耐キャビテーションバルブは(a)に分類されるのに対し、新型の耐キャビテーションバルブは(b)に分類できると考えられる。

標準バルブおよび従来型耐キャビテーションバルブ弁体の形状を図4に示す。

3.2 流体解析方法

解析には、オープンソースの流体解析ソフトウェアOpenFOAM³⁾を用いる。解析システムの概要を表1に示す。ソルバinterPhaseChangeFoamを用いることで、相変化(蒸発、凝縮)を伴う混相流の解析を行うことができ、これを用いてキャビテーションを模擬する。

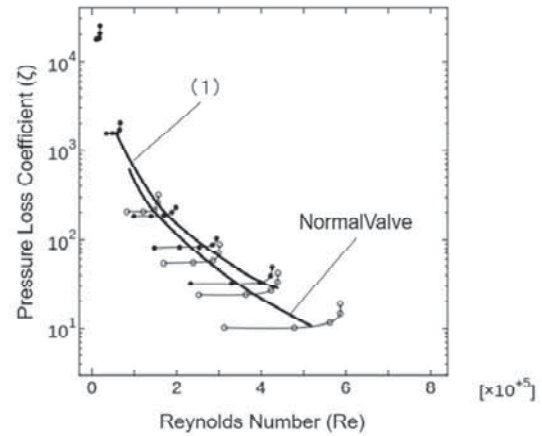
解析対象の外観を図5に示す。配管は内径0.154mの150A管を用い、解析長さは弁体回転軸を原点とし上流側0.4m、下流側0.6mの計1.0mとし、上流圧P1および下流圧P2を拘束条件として解析を行う。なお、計算時間を考慮して、解析には弁棒垂直面を対称面とする1/2カットモデルを用いる。

3.3 解析結果 レイノルズ数-損失係数線図

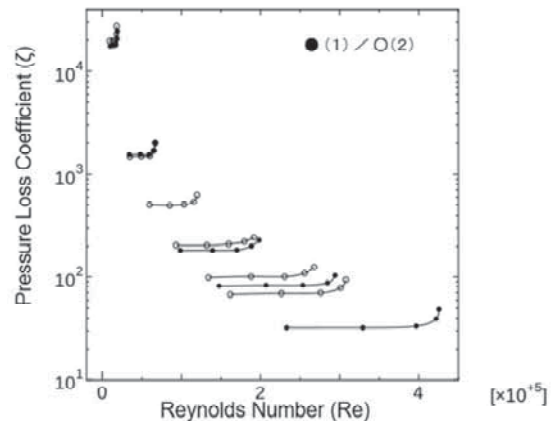
新型の耐キャビテーションバルブと標準弁体のキャビテーション低減性能を比較するため、流体解析の結果をもとに作成したレイノルズ数-損失係数線図を図6(A)に示す。

これを見ると、新型の耐キャビテーションバルブの初生キャビテーション点は標準弁体と比較して右上にあり、よりキャビテーション低減性能が高いといえる。

一方図6(B)では、提案した2種類の耐キャビテーションバルブ(新型弁体(1)、新型弁体(2))についての比較を行った。両者では、損失の立ち上がりすな



(A) 新型弁体 1 / 標準弁体



(B) 新型弁体 1 / 新型弁体 2

図 6 レイノルズ数-損失係数線図

わち初生キャビテーション点に差は見られず、キャビテーション低減性能に顕著な差は見られなかった。

5 まとめ

バルブで流量制御を行う際に発生するキャビテーションは、エロージョンによる破壊の原因となる。そのため、キャビテーションを抑制するバルブの開発が求められている。

本研究では、新たなキャビテーション低減バルブを提案するとともに、その有効性を昨年度提案した評価法を用いて確認した。その結果、提案した形状は従来型のバルブと比較してキャビテーションを低減する効果があるとの結果を得た。

参考文献

- 1) 深尾典久 他：流体解析によるバルブ キャビテーション低減性能の評価、オープンCAEシンポジウム2015 (2015.11.28 富山)
- 2) 深尾典久 他：流体解析によるキャビテーション低減バルブ設計手法の開発(1)、工業技術総合センター平成28年度業務報告(2017)
- 3) The OpenFOAM Foundation, <https://openfoam.org/>

CAEを用いたゆるみ止めナットのワッシャ形状最適化に関する研究 —解析によるゆるみ止め効果の評価方法の構築—(第2報)

柳澤 研太*
YANAGISAWA Kenta*

深尾 典久*
FUKAO Norihisa*

今田 琢巳*
IMADA Takumi*

中上 輝夫**
NAKAGAMI Teruo**

要旨 本研究ではM3～M5のゆるみ止めナットの製品化に向けたモデル設計につなげるために、CAEを用いてワッシャの最適形状を探る。本年度は、解析結果からゆるみ止め効果の評価する方法の検討を行った。

1 はじめに

ゆるみ止めナットは鉄道や高速道路等の振動の多い大型の設備に利用されることが多いことから、M6～M30のゆるみ止めナットは普及が進んでいる。しかし、小型の機器においてもその需要は見込まれるが、M3～M5のゆるみ止めナットは普及しておらず、取り扱っているメーカーも少ない。

また、ゆるみ止めナットは、実験によるゆるみ止め効果の検証は一般的に行われているが、シミュレーション解析(CAE)による理論検証は少ない。

本研究では、これまで当センターが共同研究等¹⁾により開発支援を行ってきた有限会社ウェジコのゆるみ止めナット「ウェジコナット²⁾」のM3～M5への適用のために、CAEを用いてワッシャ形状の最適形状を探ることを目的としている。

昨年度は、解析環境の構築を行い、ウェジコナットのメカニズムを定性的に確認することが出来た³⁾。本年度は解析結果からゆるみ止め効果の評価する方法を検討し、そこから計算時間短縮のための簡易的な解析評価方法につなげていくことを目標とした。

2 昨年度の解析結果(解析環境の構築)

2.1 ウェジコナット

ウェジコナットは、底部をテーパ状に加工したナットと、穴を偏心した座金の二つのパーツで構成されており、作業性は通常のナットと同等で、ナットを締めこむだけで緩み止め効果を発揮する³⁾。

図 1 にウェジコナットのメカニズムを示す。

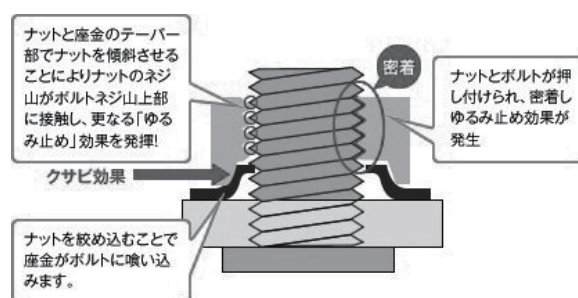


図 1 ウェジコナットのメカニズム

2.2 解析内容

昨年度はウェジコナットのゆるみ止め効果のメカニズムを解析で再現するため、現状のウェジコナットの形状を用いて解析を行った。解析に用いたソフトを表1に示す。

表1 解析に用いたソフト

3次元CADソフト	SOLIDWORKS 2012
解析ソフト	Simufact.forming 14.0

2.3 解析モデル

SOLIDWORKS 2012を用いて3次元CADモデルを作成した(図 2)。

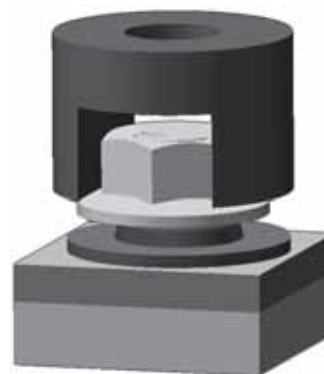


図 2 解析モデル全体図

* 機械システム係

** 有限会社ウェジコ

2.4 ウェジコナットのメカニズムの再現

解析結果のワッシャ最大偏心方向の断面の相当応力分布を図 3 に示す。応力が高い部分がゆるみ止め効果に寄与していると考えられることから、ウェジコナットの3つのゆるみ止め効果のメカニズム「ナットの傾斜・ナットとボルトの密着・ワッシャによるクサビ効果」²⁾が再現できていると考えられる。

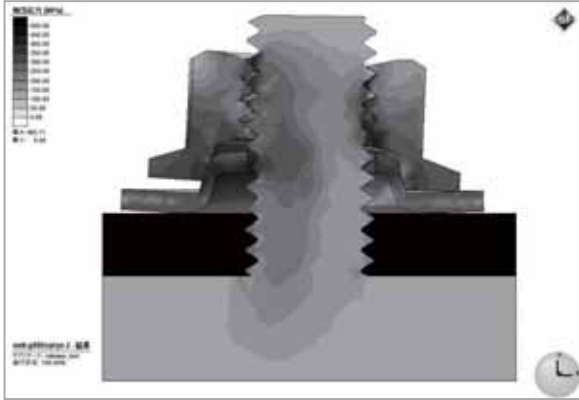


図 3 解析結果の相当応力分布

3 今年度実施内容

3.1 今年度実施した主な内容

応力が高い部分がゆるみ止め効果に寄与していることは昨年度の解析結果からも推測される。そこで、どの部分に、どの程度の応力がかかっていればゆるみ止め効果があるといえるのかを調べる必要がある。

今年度は有限会社ウェジコが新製品研究開発を行った。その研究開発において、NAS規格に準じた振動試験が実施され、ゆるみ止め効果のあった形状とゆるみ止め効果が無かった形状とが確認できた。

今回はM16のナットであるが、振動試験によるゆるみ止め効果の評価や、ねじの締付試験について新しいデータを入手できたこともあり、この実物試験のデータを用いて、解析を行った。そして、ゆるみ止め効果のあった形状と無かった形状とを比較し、解析結果からゆるみ止め効果の評価する方法を検討した。

3.2 有限会社ウェジコ新規開発品概要

対象は並目ねじよりもさらにピッチが大きいボルトで、今回はM16ピッチ4.5のボルトを用いた(M16の並目はピッチ2.0)。このボルトは建設現場で仮組み用として用いられている。このボルトで仮組みした構造物を移送するなかで、ボルトがゆるんで外れてしまうという問題から、今回の研究開発を行った。

今回の新規開発品は、ゆるみ止めのワッシャである。ボルト・ナットについては、既製品を用いており、ワッシャの変更のみでゆるみ止め効果を出すことを目指した。そのコンセプトをもとに試作したモデル形状を図 4 に示す。ワッシャ上面にはナットを傾けるための爪を出し、ワッシャ下面にはワッシャ自体の傾きを維持するための突起を作っている。

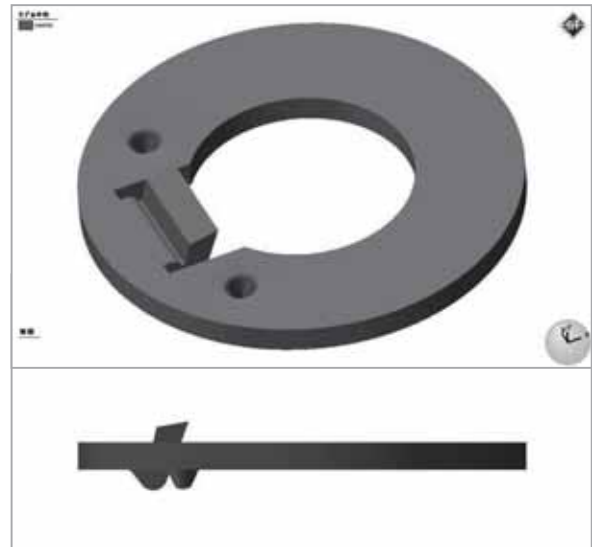


図 4 試作モデル形状

3.3 ワッシャの解析モデル

4種類の形状のワッシャでNAS規格に準じた振動試験を実施し、ゆるみ止め効果があった形状と無かった形状がそれぞれ確認出来た。解析結果からゆるみ止め効果の評価する方法を調べるために、その中からゆるみ止め効果があった形状と無かった形状について、各1種ずつ解析を行った。その解析モデルを図 5 に示す。



図 5 解析モデル(上:効果無し 下:効果あり)

3.4 解析結果(ワッシャの変形)

ナットを締め付けていく解析を図 5のワッシャ形状2種類について行った。その結果をそれぞれ図 6、図 7に示す。今回行った解析では、途中でエラーが起こってしまったため、序盤での結果を用いて検討・評価することとした。

まず、図 6のゆるみ止め効果が無かった形状について、この解析結果を見ると、ワッシャの爪が下方向に押し込まれ、爪の効果が維持できていないことが確認できる。また、ウェジコナットのゆるみ止めの原理のうち「ワッシャによるクサビ効果」は見られなかった。

次に、図 7のゆるみ止め効果があった形状について、爪の効果は維持できていることが確認出来た。また、図 6と同様に「ワッシャによるクサビ効果」は見られなかった。

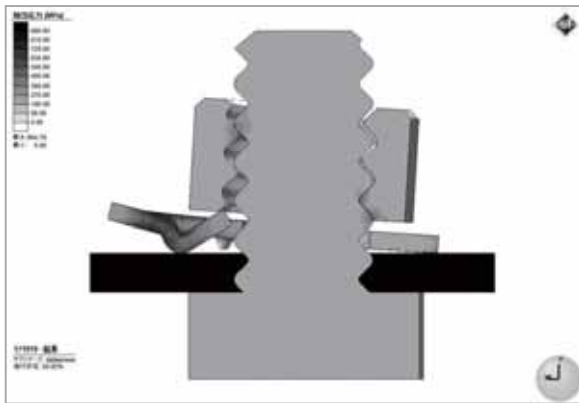


図 6 ゆるみ止め効果が無かった形状の解析結果(応力)

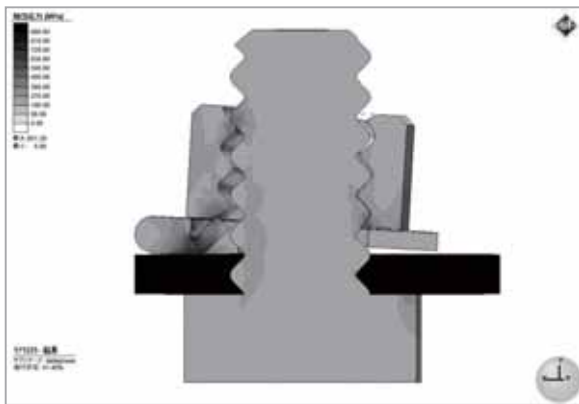


図 7 ゆるみ止め効果があった形状の解析結果(応力)

3.5 解析結果(ナットの応力分布)

ゆるみ止め効果があった形状と無かった形状とでナットの応力分布を比較した。ワッシャの形状が異なるため、どの状態を比較するかという問題はあるが、ここでは被締結体のプレートにかかる荷重が同程度の状態同士を比較した。その結果を図 8、図 9に示す。これらの結果を見ると、ナット上側の応力分布は、効果なしが最大394MPaで、効果ありが最大485MPaであり約20%の差があった。ナット下側の局所的に高い3箇所それぞれの最大応力は、ゆるみ止め効果ありと効果なしで大きな差は見られなかったが、効果ありの方が広範囲で高い応力が発生していた。

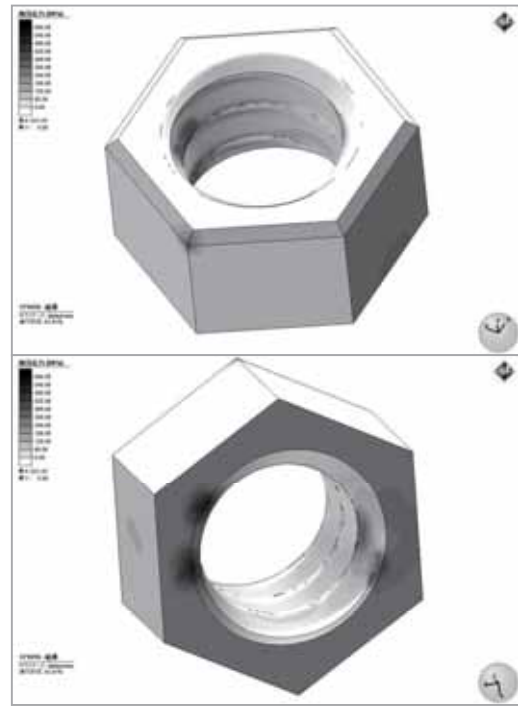


図 8 ナットの応力分布
(効果無し 上:上側 下:下側)

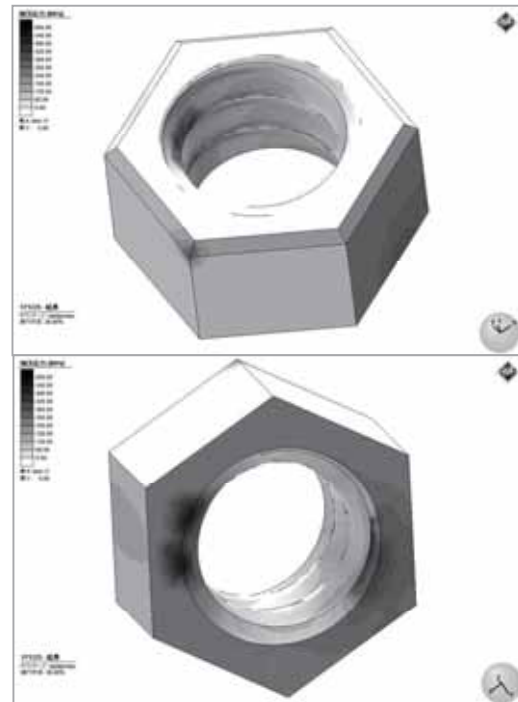


図 9 ナットの応力分布
(効果あり 上:上側 下:下側)

3.6 解析方法の簡易化

ナットを締め付ける解析は現実での使用方法に近い形ではあるが、解析に時間がかかる。条件にもよるが、1週間を超えるものもあった。そのため、計算コストを小さくした簡易的な解析方法を検討した。

本来であれば、解析結果からゆるみ止め効果を評価する方法を明確にしてから検討すべきであるが、一つの候補

として、被締結体のプレートを上方方向に動かすことで、ワッシャをナットに押し付ける解析を行った。そのイメージを図10に示す。

今のところ、ナットを締め付ける解析よりも計算コストは小さくなる傾向が確認できている。しかし、解析エラーの発生や想定と異なる動きをしてしまうなど、まだ改善していかなければならない点もあり、今後も検討が必要である。

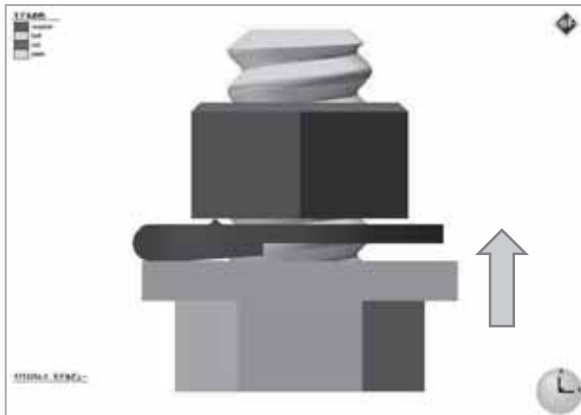


図 10 ワッシャをナットに押し付ける解析の概要

4 まとめ

実物実験により、ゆるみ止め効果あり、無しのデータが得られたため、それらについて、解析を行ったが、エラーで解析が途中で止まってしまった。その原因を探っていくことをまず行う必要がある。

途中までの結果での比較ではあるが、ナット上部の応力の値に違いがみられたため、そのあたりがゆるみ止め効果に影響を及ぼしているかもしれない。エラーの原因が分かり次第、改めて検証する。

ワッシャをナットに押し付ける解析については、摩擦係数を調整するなど再検討していく。

参考文献

- 1) 藤井利徳, 月瀬寛二ほか: 滋賀県工業技術総合センター2009研究報告, 8-12(2010)
- 2) <http://www.wedgeco.jp/>
- 3) 柳澤研太ほか: 滋賀県工業技術総合センター平成28年度業務報告, 87-89(2017)

微細金型加工技術の高度化に関する研究

—左ねじれ工具のすくい角が切りくず排出性に及ぼす影響—

今田 琢巳*
IMADA Takumi

小川 圭二**
OGAWA Keiji

中川 平三郎***
NAKAGAWA Heisaburo

木野 晴喜****
KINO Haruki

藤井 利徳*****
FUJII Toshinori

要旨 微細金型の高精度化や工具寿命の向上等を目的に、直径 0.5mm のマイクロエンドミルを用いた、金型焼入れ鋼の加工技術の高度化に取り組んでいる。一般的な右ねじれ工具（右刃）は、比較的強度が低い底刃で切込みを開始するため、切削初期に損傷しやすく、加工精度が悪化する問題があった。そこで、ねじれ方向を左ねじれに変更した左ねじれ工具（右刃）を試作し検討を進めている。左ねじれ工具は刃元側から切削を開始するため、加工精度も良好で、また、バリレス加工が可能であるため仕上げ用工具として有効であるが、切りくずが底刃で連れ回り、工具が大きく損傷する課題があった。本報では、左ねじれ工具の切りくず排出性を改善するため、左ねじれ工具のすくい角を変更し切りくず排出性への影響を検討した結果、すくい角を鈍角化することにより、切りくずの排出方向が上向きに変化し、切りくず排出性を向上させる効果が得られた。

1 はじめに

近年、医療分野や電子デバイス分野において、部材の集積化や微細化が進み、マイクロメータサイズの部品を製造する微細金型が求められている。これらの微細金型は、今後さらなる微細化や高精度化、複雑形状化、難削化など、将来的な金型ニーズへの対応が必要となっている。

微細金型の製造には直径 1mm 以下の工具を用いられるが、工具剛性が低いため工具の欠損を招きやすく、加工能率を下げ非効率な加工を行っている現状がある。また、工具たわみや工具摩耗の影響により切残しが発生しやすく、寸法誤差や形状誤差の要因となっている。また、工作物の弾性変形の影響なども考慮する必要があり、加工メカニズムも不明な点が多いとされている。さらには、微細金型に残存した数 μm の微小なバリは後処理による除去が困難であり、切削加工時にバリレス加工が望まれている。

そこで我々は、金型用焼入れ鋼の極小径エンドミル加工における切削現象について基礎的研究を進めてき

た^{1)~9)}。これまでの研究で、外周刃のみ切削に関与する側面切削において、切削速度の高速化とアップカット加工の採用により、工具の長寿命化や仕上げ面品質が向上することを示した^{3)~5)}。次に、より実践的な切削手法として、外周刃と底刃の両方が切削に関与する段切削（肩切削とも称す）について検討した結果、右ねじれ工具は、工具底刃先端が早期に損傷し、加工面品質が悪化した。そこで、ねじれ方向のみ左ねじれに変更した左ねじれ工具（すくい角 $\alpha = 6^\circ$ ）を試作し検討を開始した。その結果、左ねじれ工具は、寸法精度の向上やバリレス加工の実現など仕上げ用工具として有効であることを示した⁹⁾。しかしながら、左ねじれ工具は切りくずが工具底刃に向かって生成するため、切りくず排出性が悪く、工具底刃で切りくずが連れ回り、工具欠損する問題があった⁷⁾。

そこで、本報では、左ねじれ工具の切りくず排出性を改善させるため、すくい角を変更し、すくい角が切りくず排出性に及ぼす影響について検討する。

2 実験方法

2. 1 供試工具

供試工具には、 $\phi 0.5\text{mm}$ の TiSiN コーティング超硬合金製スクエアエンドミル（2 枚刃、ねじれ角 30° 、左ねじれ）とし、すくい角 α が、 6° 、 0° 、 -6° の 3 種類の左ねじれ工具を準備した。図 1(a) (b) (c) には

* 機械システム係

** 龍谷大学

*** 中川加工技術研究所

**** 三菱日立ツール株式会社

***** 東北部工業技術センター

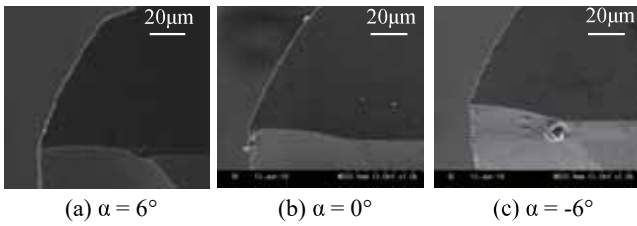


図1 供試工具

試作した3種類それぞれの工具底刃のSEM写真を示す。図の通り、すくい角 α が 6° の工具刃先はシャープな形状をしており、すくい角 α が 0° と -6° の工具は刃先が鈍角化し、刃物角が大きくなっている。

2. 2 実験条件

実験では、X軸Y軸Z軸が静圧軸受リニア駆動の超精密マシニングセンタ YMC325 (安田工業製) に、高速エアタービンスピンドル RBX12 (大昭和精機製) を取付け、回転数 $100,000\text{min}^{-1}$ (切削速度 157m/min) の高速切削条件下で実験を行った。表1に実験条件を示す。被削材は金型用焼入れ鋼 SKD61 (HRC53) とし、供試工具を用いて、図2に示すような外周刃と底刃が同時に切削に参与する段切削で加工した。なお、実験では、三成分切削動力計 9265C (キスラー製) を用いて平均切削抵抗 (送り方向成分 $\overline{F_x}$ 、半径方向切込み成分 $\overline{F_y}$ 、工具軸方向成分 $\overline{F_z}$) を測定した。また、各種供試工具の切りくず排出挙動を比較評価するため、高速度カメラ FASTCAM mini AX-200 (フォトロン製) を用いて、撮影速度 $100,000\text{fps}$ の条件で切りくず排出時の観察を行った。また、加工後の工具の摩耗状態の観察には、電子顕微鏡を用いた。さらに、加工面品質を評価するため、表面性状測定機 SV3100C (ミツトヨ製) を用いて、加工面の表面粗さ及び断面形状の評価を行った。

表1 切削条件

回転数 N_s min^{-1}	100,000
送り速度 f_t $\mu\text{m/tooth}$	15
半径方向切り込み量 R_d μm	10
軸方向切込み量 A_d mm	0.5
切削距離 L m	0~10
切削方向	Up-cut
静的工具振れ量	$< 1\mu\text{m}$
冷却方法	ドライエア

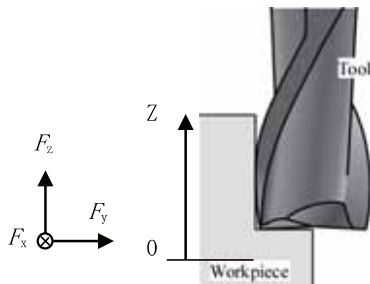


図2 段切削モデル

3 実験結果および考察

3. 1 高速度カメラによる切りくず排出挙動の観察

図3には、すくい角が異なる各種供試工具で切削した時の高速度カメラ観察結果から、代表的な切りくずの排出挙動の連続写真を示す。図に示す通り、切削初期 ($L=0.1\text{m}$) において、すくい角 α が 6° の場合、ねじれ角に沿って、切りくずが下向きに排出されている様子がわかる。一方、すくい角 α が 0° になると、切りくずは工具送り方向前方へ横方向に排出し、さらにすくい角 α が -6° になると、やや上向きに切りくずが排出される。したがって、切りくずの排出方向は、工具すくい角の影響を受け、すくい角が鈍角化すると切りくずは上向きに排出されることがわかった。

次に、工具欠損の要因となる切りくずの連回りにについては、いずれの工具も切削初期 ($L=0.1\text{m}$) では確認されず、切削速度の高速化による切れ味の向上効果もあり、切りくず排出性が良好であった。しかし、図4に示すように、切削距離 $L=5\text{m}$ 以降、すくい角 6° の工具は、切りくずが工具底刃に付着したまま連回る現象が頻発した。一方で、すくい角 α が 0° 、および -6° の工具では、工具摩耗後も切りくずがほとんど連れ回ることなく、切りくず排出性が良好であることがわかった。

3. 2 工具損傷に対するすくい角の影響

図5に、切削距離 0.5m および 10m 加工後における工具底刃のSEM写真を示す。図よりすくい角 α が 6° の工具は、工具刃先が大きく欠損しており、底刃で連れ回った切りくずが再噛み込みした時に欠損したものと考えられる。一方、すくい角 α が 0° および -6° の工具は、微小な欠損はあるものの、比較的、軽度の損傷あるいは定常的な擦り減り磨耗となっている。また、 10m 加工後においては、すくい角が 6° の工具は、

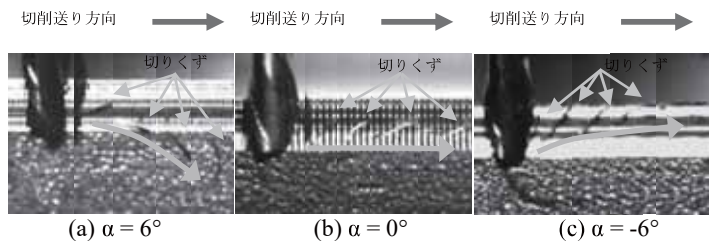


図3 高速度カメラ観察による切りくず排出挙動 ($L=0.1\text{m}$)

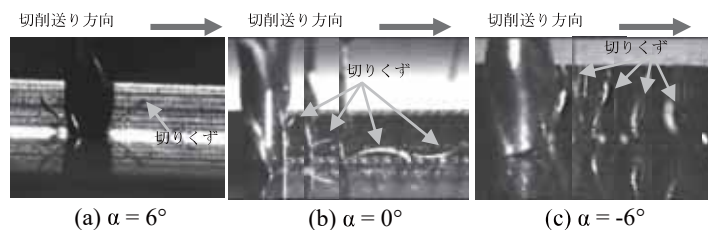


図4 高速度カメラ観察による切りくず排出挙動 ($L=10\text{m}$)

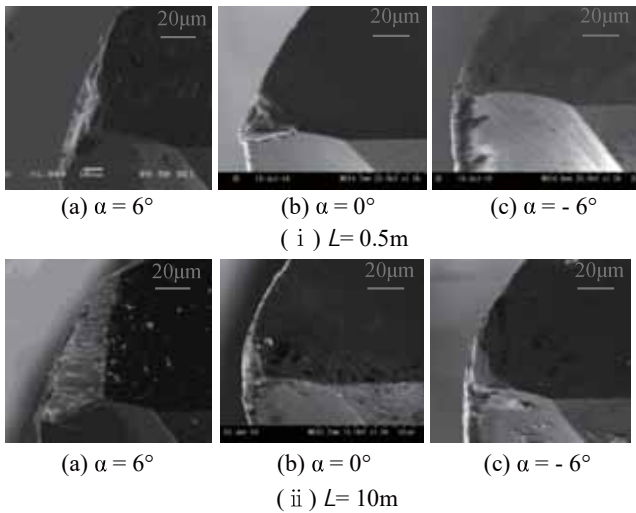


図5 工具底刃のSEM観察結果

大きく磨耗しているが、すくい角が 0° および -6° の工具は、工具磨耗が抑制できているのがわかる。図6には、工具軸方向の平均切削抵抗 $\overline{F_z}$ を示す。図より、切削初期はほぼ同じ値を示すものの、すくい角 α が 0° および -6° の工具は、 6° の工具に比べ、工具が工作物を押し付ける力の増加が抑制されている。したがって、すくい角を鈍角化したことで切りくずの排出が上向きになり、工具軸方向における平均切削抵抗 $\overline{F_z}$ の増加を抑えられたことにより、底刃での切りくずの溶着に起因する連れ回りを抑制できたと考えられる。次に半径切込み方向の切削抵抗 $\overline{F_y}$ を図7に示す。図

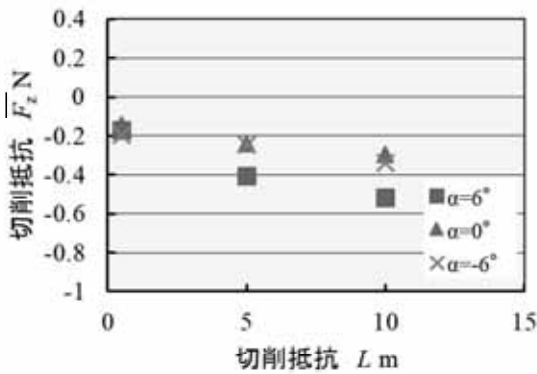


図6 工具軸方向の平均切削抵抗 $\overline{F_z}$

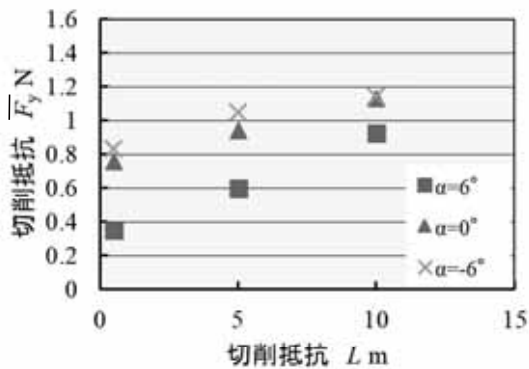


図7 半径方向切込み方向の平均切削抵抗 $\overline{F_y}$

より、半径方向切込み成分の平均切削抵抗 $\overline{F_y}$ は、すくい角 α が 6° の工具に比べ、すくい角 0° あるいは -6° の工具は、約2倍程度と大きくなっている。これは、すくい角が鈍角化したことにより切れ味が悪化し半径方向切込み方向の平均切削抵抗 $\overline{F_y}$ が上昇した可能性が考えられる。

3.3 加工誤差に対するすくい角の影響

加工誤差に対するすくい角の影響を評価するため、各供試工具により1パス毎の切り残し量を比較評価した。尚、工具底刃の影響を無視するため、底刃が切削に関与しない側面切削にて、1パス毎の加工面が最終加工面上に残るように計39パス分加工（切削距離 $L=0\sim 2.5\text{m}$ ）し、 $Z=0.25\text{mm}$ の位置における加工段差を表面形状測定機で測定することで1パス毎の実切削量を求めた。その結果を図8に示す。すくい角が鋭角である $\alpha=6^\circ$ の工具は、設定切込み量が $10\mu\text{m}$ に対し、加工誤差がほぼ $0.1\mu\text{m}$ 以下とほぼ設定切込み量通り加工できていることがわかる。一方、すくい角 α が 0° あるいは -6° の工具は、 6° の工具に比べ、実切削量のバラツキが増加していることがわかる。これは切れ刃が鈍角化することで、切れ味が悪化したため、実切削量にバラツキが生じたと考えられる。

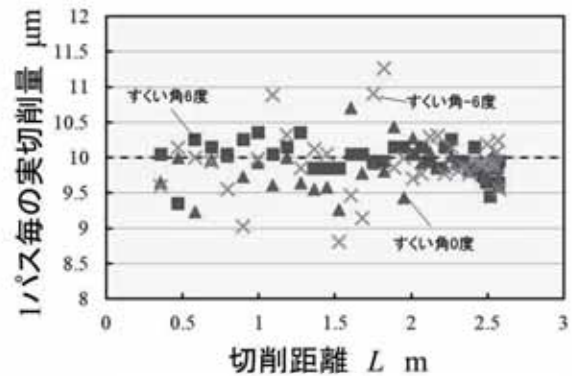
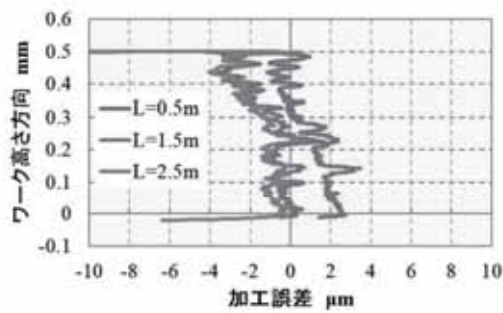
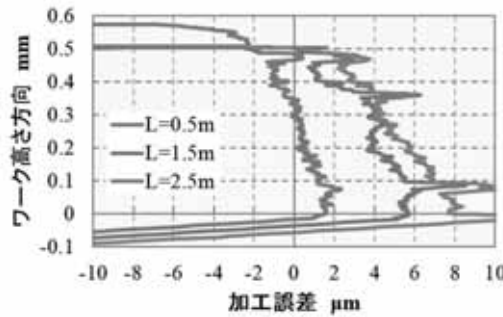


図8 1パス毎の実切削量

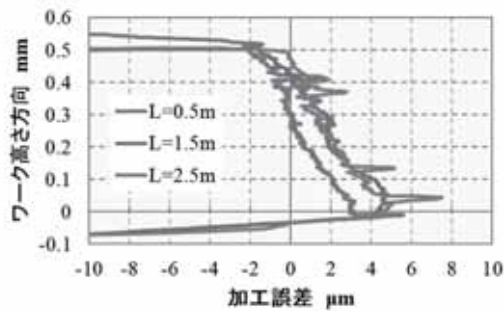
次に、切削距離が 0.5m 、 1.5m 、 2.5m 時における断面形状を、累積切り残し量でオフセットした加工面の断面形状を図9に示す。従って、横軸の加工誤差がゼロの位置が理想的な加工断面となるが、図よりすくい角 6° はほぼ加工誤差が最大 $2\mu\text{m}$ 程度であるが、すくい角が 0° あるいは -6° に鈍角化すると、加工面の切残し量が増加し、加工断面も底刃方向に切り残しが大きくなり、やや傾斜している様子がわかる。従って、左ねじれ工具のすくい角を鈍角化させることにより、切りくず排出性に対しては良好となるが、切れ味が悪化することで、加工誤差が増加する。したがって、すくい角が鋭角な工具は仕上げ用工具として、すくい角が鈍角な工具は荒加工用工具としての適性があると考えられる。



(i) $\alpha = 6^\circ$



(ii) $\alpha = 0^\circ$



(iii) $\alpha = -6^\circ$

図9 加工誤差

4 まとめ

マイクロエンドミル加工において、左ねじれ工具の切りくず排出性を改善させるため、すくい角の違いが切りくず排出性に及ぼす影響について検討した結果、以下の事が明らかになった。

- (1) 切りくずの排出方向はすくい角の影響を受け、鈍角化すると切りくずが上向きに排出され、切りくず排出性が向上した。
- (2) すくい角の鈍角化により切れ味が低下し形状精度が悪化する。

参考文献

- 1) 西村智史ほか: 極小径エンドミルの摩耗機構、2010年度精密工学会春季大会学術講演会公演論文集、(2010)235
- 2) 今田琢巳ほか: 極小径エンドミル加工における側面切削現象、2012年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集、(2012)153

- 3) 今田琢巳ほか: 極小径エンドミル加工における側面切削現象、2012年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集、(2012)161
- 4) H.Kino, K.Ogawa, H.Nakagawa, H.Kojima and T.Imada : A Fundamental study of cutting phenomena in the micro-end-milling process: In case of the side milling operation , Procs. of ICPMT (2012),187
- 5) 今田琢巳ほか: 極小径エンドミル加工における側面切削現象、2013年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集、(2013)441
- 6) 今田琢巳ほか: 極小径エンドミル加工における切削現象、2013年度日本機械学会関西支部第89期定時総会講演会論文集、(2014)407
- 7) 今田琢巳ほか: 極小径エンドミル加工における切削現象について、2014年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集、(2014)221
- 8) 今田琢巳ほか: 極小径エンドミル加工における切削現象について、2015年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集、(2015)167
- 9) 今田琢巳ほか: 極小径エンドミル加工における切削現象について、2017年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集、(2017)1003

EMC試験における基準信号発生器の開発

川口 和弘*

山本 典央*

藤本 正克**

KAWAGUCHI Kazuhiro*

YAMAMOTO Norio*

FUJIMOTO Masakatsu**

要旨 本研究ではEMC (Electromagnetic compatibility:電磁両立性) 試験のうち、雑音端子電圧測定と呼ばれる伝導性の電磁ノイズを測定する試験について、その測定再現性の向上を目指すためにコモンモード、ディファレンシャルモードの二つの伝播モードの信号を出力できる信号発生器を作製した。作製した信号発生器を用いて雑音端子電圧測定を行い、電源ケーブルの長さや束ね方など取り扱いの違いによって各モードの信号強度の変化を測定した。ディファレンシャルモードでは電源ケーブルの束ね方が変わっても電磁ノイズ強度に変化は見られなかったが、コモンモードでは束ね方によって高い周波数で電磁ノイズの強度が変化する結果を得られた。また、実際の測定を行う製品サイズを模擬するために金属板を接続し測定を行った。それぞれの結果から、共振回路が形成され測定結果に影響を与えることが示唆された。

1 はじめに

EMC試験は、EMI (Electromagnetic interference:電磁妨害)とEMS (Electromagnetic susceptibility:電磁感受性)の二つの試験で構成されている。EMI試験とEMS試験は、それぞれ電磁ノイズをどれだけ出しているか電磁ノイズを受けても正常動作するかを確認する試験である。EMI試験においても放射妨害波、雑音電力、雑音端子電圧測定と分かれている。

雑音端子電圧測定は電気製品から電源ケーブルを伝導する電磁ノイズを測定する試験である。雑音端子電圧測定は規格の要求よりも電源ケーブルが長い場合は長い部分ができるだけ前後に折り曲げて、長さが40cmを超えない束にするよう規定¹⁾されている。しかし、ケーブルを折りたたむことを繰り返した時、同じ人が行った場合でもその測定結果に違いが生じる事が知られている²⁾。このような測定の再現性への影響は、製品が規格に適合しているかを判断する場合に大きな問題となる。

したがって、この測定結果の違いが、どのような電磁ノイズによって引き起こされているのか調べることで、雑音端子電圧測定の測定再現性を向上させることができる。また、電磁ノイズの成分を切り分けて測定できるLISN(擬似電源回路網)は規格で指定されておらず、規格に準拠したLISNを使用し切り分けて測定するのは難しい。そこで本研究では、ケーブル長さを変え雑音端子電圧測定を行い各モードによる変化を測定し、測定の再現性を向上させるこ

とを目的に、電磁ノイズのモードを切り分けて出力できる基準信号発生器の作製を行った。

2 実験

2.1 基準信号発生器の作製

コモン及びディファレンシャルモードの二つの伝搬モードを出力する基準信号発生器は、ディバイダーまたはバラン(平衡-不平衡回路)と言われる信号分配器をコムジェネレータに接続し作製した。コモンモードの信号を発振する場合は、コムジェネレータにディバイダーを接続して、L相とN相に同位相の信号を発振した。また、ディファレンシャルモードの信号を発振する場合は、コムジェネレータにバランを接続しL相とN相に位相を反転した信号を発振した。この信号発生器を用いた実際の雑音端子電圧測定の様子を図1に示す。

2.2 雑音端子電圧測定

作製した基準信号発生器を用いてコモン及びディファレンシャルモードの二つの伝搬モードを出力し、それぞれの雑音端子電圧測定を行った。信号発生器に接続するケーブルは、長さを変えて測定し束ね方等の測定結果への影響について調べた。測定した周波数範囲はVCCI規格と同様に150kHzから30MHzで行った。また、実際の製品サイズに近くなるように、50cm角の金属板を筐体アースとして信号発生器に接続した場合についても測定を行った。

* 電子システム係

** (地独)山口県産業技術センター

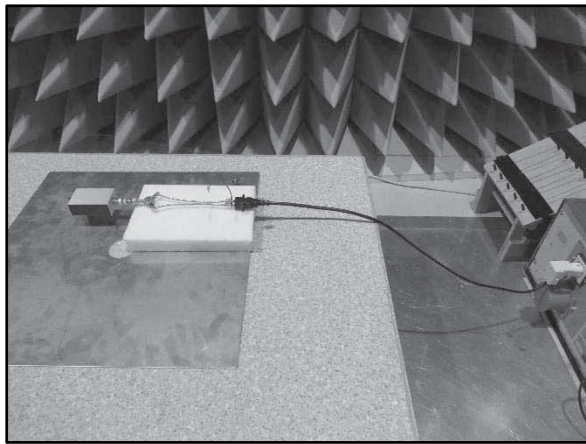


図1 雑音端子電圧測定の様子(筐体アースとして50cm角金属板を接続)

3 結果と考察

3.1 ディファレンシャルモードの雑音端子電圧測定

基準信号発信器にバランを接続し、ディファレンシャルモードの信号を出力させ雑音端子電圧測定を行った。測定結果を図2に示す。ディファレンシャルモードにおいては、80cmと200cmの2種類の長さのケーブルで測定される信号強度の違いはほとんど見られなかった。200cmのケーブルの束ね方を変え測定しても、測定周波数の全範囲において大きな違いは見られなかった。

3.2 コモンモードの雑音端子電圧測定

基準信号発信器にディバイダーを接続し、コモンモードの信号を出力させ雑音端子電圧測定を行った。図3に測定結果を示す。コモンモードの測定結果は、ディファレンシャルモードでは見られなかったような信号強度の変化が見られた。ケーブルを折り返し束ねた場合と円状に巻いて束ねた場合についても比較測定を行ったが、どちらの場合も信号強度の変化が20MHz周辺の周波数で見られ、強度が落ち込むものであった。

3.3 各モードにおける測定結果のちがいについて考察

それぞれの伝搬モードの雑音端子電圧測定結果から、ディファレンシャルモードの信号がケーブルの長さや束ね方に影響されず、コモンモードの信号がケーブルの長さや束ね方に影響を受け20MHz以上の周波数で信号強度が変化することが分かった。ディファレンシャルモードの信号が変化しない理由としては、電源ケーブル内で往復する信号のペアがそれぞれの電磁界を打ち消しあうためと考えられる。

また、ケーブルを長く束ねるとコモンモードの信号強度が20MHz周辺の周波数で落ち込む理由として考えられるのは、同位相の信号を発振しているため電源ケーブル内でL相とN相それぞれの信号が電磁界を打ち消しあわず、束ねたことで生じたL成分とケーブル間の静電容量が

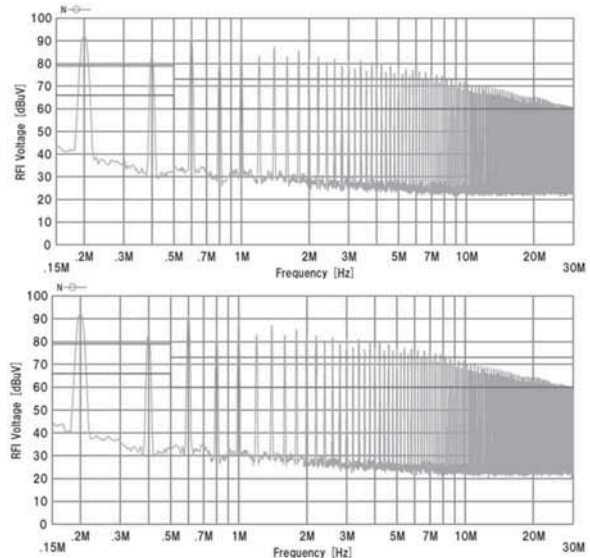


図2. ディファレンシャルモードで発振を行った時の雑音端子電圧測定結果(上)電源ケーブル80cm (下)電源ケーブル200cm

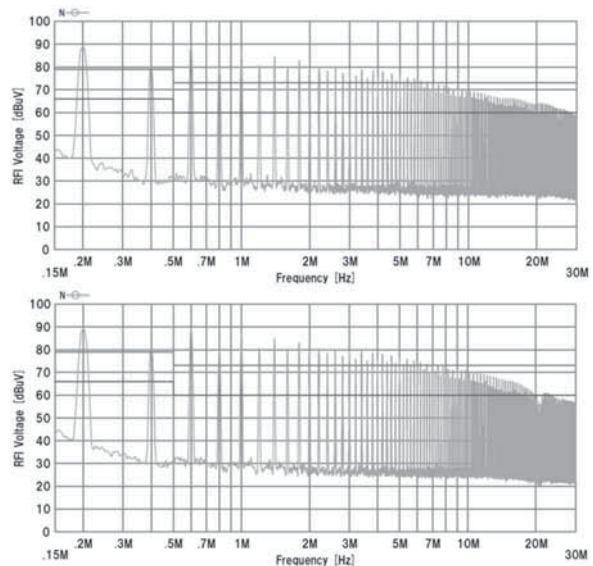


図3. コモンモードで発振を行った時の雑音端子電圧測定結果(上)電源ケーブル80cm (下)電源ケーブル200cm

組み合わせり共振回路を形成しているためである。この共振周波数を30MHz以上に生じさせられると雑音端子電圧測定に影響を及ぼさないで、巻き数や束ね方の方法などで共振周波数の調整を行える可能性がある。

3.4 筐体アースを接続した時の雑音端子電圧測定

作製した基準信号発生器のサイズが実際に測定される製品サイズと同じではないので、代表的な製品サイズと見立てて50cm角の金属板を筐体アースとして接続して雑音端子電圧測定を行った。コモンモードの信号を発振し、80cmの電源ケーブルを使用し測定した結果を図4に示す。周波数約25MHzで大きく信号強度が落ちこんでいることが分かった。この結果についても共振回路の形成が影響していると考えられるが、詳細については今後調査する予定である。

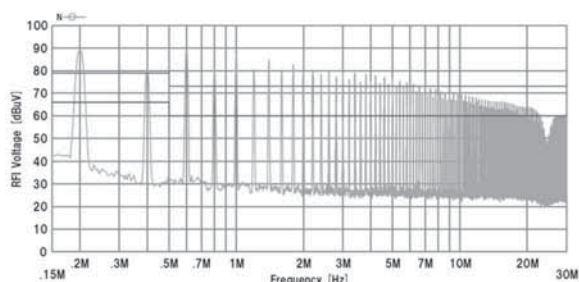


図4. コモンモードで発振を行った時の雑音端子電圧測定結果:電源ケーブル80cm

4 まとめ

本研究では、コモンモードとディファレンシャルモードの二つの伝搬モードを発振可能な基準信号発生器を作製し、雑音端子電圧測定の測定精度向上を目指している。現在、問題となりうるケーブル長さや束ね方による測定結果の変化が、どのような伝搬モードであるのか作製した基準信号発生器を用いて調査した。雑音端子電圧測定を行った結果、ディファレンシャルモードの信号ではケーブルの長さや束ね方を変えても測定周波数の範囲では信号強度の変化は見られなかった。これは電源ケーブル内で往復する信号のペアがそれぞれの電磁界を打ち消しあうためと考えられる。しかし、コモンモードの信号ではケーブルの長さや束ね方によって20MHz以上の周波数に信号強度の変化が見られた。この結果は、コモンモードは同位相の信号を発振しているため電源ケーブル内でL相とN相それぞれの信号が電磁界を打ち消しあわず、束ねたことで生じたL成分とケーブル間の静電容量が組み合わせり共振回路を形成しているためと考えられる。また、実際に測定する製品を模擬するために金属板を信号発生器に接続して測定を行った結果、信号強度が周波数約25MHzで大きく変化した。これも共振回路が影響していると考えられる。今後、インピーダンスアナライザ等を使用し、この変化を詳しく調べる予定である。

5 参考

- 1) CISPR 14-1, 総務省:
<http://www.tele.soumu.go.jp/j/adm/inter/cispr/hyousi/c14-1.pdf>
- 2) 川口 和弘ほか: 滋賀県工業技術総合センター研究報告(2016) 103-105

和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究 (第四報)

山下誠児*
YAMASHITA Seiji

山本 卓†
YAMAMOTO Takashi

中川寛之‡
NAKAGAWA Hiroyuki

要旨：本研究は、スマートフォンのディスプレイを光源とし、それを和紙で覆い、ほのかで柔らかな光によって癒しを提供できるような照明器具を開発するものである（平成 27 年 10 月 1 日より JST マッチングプランナーの委託を受け実施）。平成 29 年度は、商品化に向け、新たに出た課題に取り組んだ。

1. はじめに

本研究は、株式会社太陽と滋賀大学との 3 者で実施している照明器具の開発である。

この照明器具は、スマートフォンなどのディスプレイを薄い和紙や布などで覆い、ディスプレイの放つ無機質な光が、和紙や布などを透過して、ほのかで柔らかい光に変化する。リビングやダイニング、ベッドルームで使用し、風呂上がりのひととき、夕食後のひととき、就寝前のひとときに、ほのかで柔らかな光によって癒しを提供できる商品を目指している。

平成 27 年 10 月 1 日から 1 年間 JST マッチングプランナーに採択され、委託研究として取り組み、図 1 左のスタンド型を 27 点、同右の展開型を 22 点試作した。

これを踏まえ、平成 29 年度は展開型を商品すべく、フレームの製造とパッケージについて検討する予定であったが、展開型シェードの製造に課題が発生したので、その課題解決に取り組むこととした。

2. 新たな課題

新たな課題は 2 つあり、一つは、展開型シェード（光が透過する和紙）の製造費用であった。製造は手作業で行われるが、その見積は 1 個 2,000 円となった。目標は 500 円程度である。もう一つは、シェードを展開したとき、要にあたる部分が図 2 のように内側に入り込む形くずれすることであった。過去の試作では、薄い紙を使用して試作したため、内側に入り込む現象は発生しなかったが、今回は商品

の強度確保のため厚い紙を使用したため発生したのである。

3. 解決策

3.1 シェードの製造費用

実際にシェードを折ってみると完成に 90 分程かかった。この和紙は折り目に線をひいているだけなので、綺麗な蛇腹に折っていく作業がとても難しかったためである。そこで折りやすいように折り目に形をつけることにした。形付けには、カッター刃の代わりにボールペンを装着した図 3 のカッティングプロッターを使用した。図 4 のように失敗があり、ペンの筆圧や描画のスピードを調整し解決した。

形押しした和紙を使ってシェードを作ってみると 20 分程で完成した。作業時間が 4 分の 1 以下になったことで、目標の 500 円に近づいたといえる。

3.2 シェード展開時の形くずれ

形くずれは蛇腹を開きすぎることが原因である。そこで、開いても内側に入りにくい折り方を試した。図 6 のように折り目が蛇腹より外にはみ出すので、デザイン上却下となった。

そのため、蛇腹の折り目を増やすことを試した。図 2 の折り幅は 20mm であるが、そのまま折り目を増やすと粗野に感じたので、図 7 のように蛇腹の折り幅を何種類か作成し、折りやすさと美しさのバランスを検討した。結果 15mm 幅に決定した。

実際に、カッティングプロッターで形つけし、切り出し、折って、照明を組み立てるまでを図 8 に示す。費やした時間は 60 分であった。

4. まとめ

和紙の形付けに使用するカッティングプロッターについて、和紙の種類による筆圧や描画スピード

* 工業技術総合センター電子システム係

† 滋賀大学社会連携研究センター

‡ 株式会社太陽

がわかり、目標の製造費用に近づけることができた。シェードの折り幅を 15mm にすることで折りやすさと美しさをバランスさせることができた。

これを最終提案として本研究を終了する。

参考文献等

- 1) 和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究 (2015)
- 2) 和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究 (第二報) (2016)
- 2) 和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究 (第三報) (2017)



図 1 スタンド型と展開型

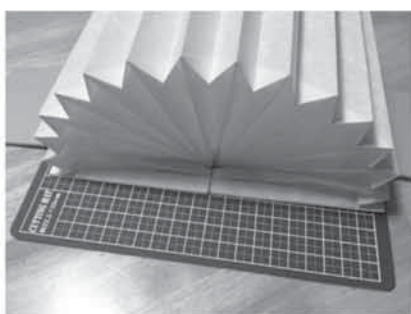


図 2 シェードを展開した様子



図 3 カuttingプロッター



図 4 失敗例



図 5 シェード作成作業



図 6 折り方の検討

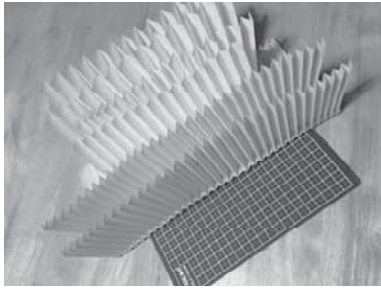


図 7 折り幅の検討

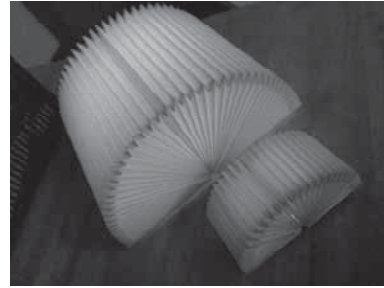
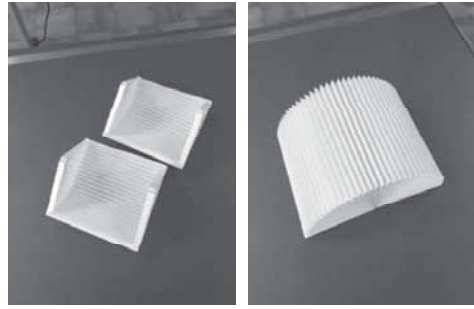
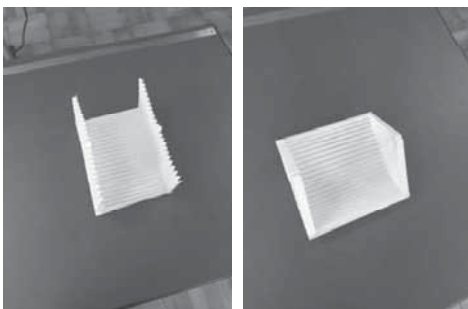
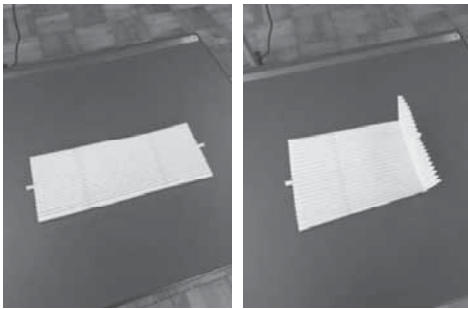
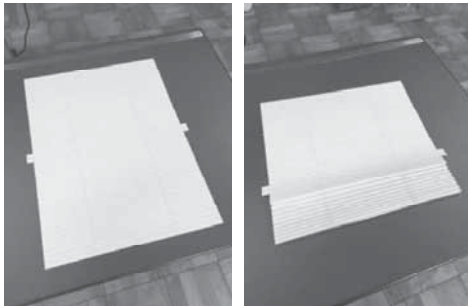


図 8 照明が完成するまで



非酸化物セラミックスの合成とその応用に関する研究(第2報) —還元法による非酸化物セラミックスの合成—

中島 孝*
NAKAJIMA Takashi*

要旨 多くの非酸化物セラミックスには、優れた性能(耐熱、高強度、熱伝導など)や機能(蛍光など)があり、多方面で使われている。昨年に引き続き酸化物セラミックス等を出発原料に、還元剤用の炭素系原料としてカーボンブラックを使用し、雰囲気(N₂、Ar)焼成による非酸化物セラミックスの合成として、スピネルおよびマグネシウム系原料の配合による効率的な窒化アルミニウムの合成条件を確認した。一方、素材形状の異なるセラミックファイバーについても比較検討し、針状の非酸化物セラミックスの生成を確認した。

1 はじめに

一般に窒化珪素や炭化珪素、窒化アルミニウムなどの非酸化物セラミックスには、優れた性能(耐熱、高強度、熱伝導など)や機能(蛍光など)があり、耐火物や研磨材、高熱伝導フィラーやなど多方面での需要がある。そこで技術シーズ充実の取り組みのひとつとして、昨年度は比較的安価で入手が容易な原料である珪石やアルミナ、粘土鉱物等の酸化物セラミックスを出発原料に、カーボンブラックなどの炭素系原料を還元剤に使用し、窒素やアルゴンガスの雰囲気焼成による非酸化物セラミックスの合成、および天然原料の有効活用として靱殻や滋賀県特有の素材で茅葺屋根にも使われる葦の炭化物、地域素材の応用として信楽焼陶土の非酸化物セラミックス化を確認した。

今年度は、出発原料としてスピネル(MgO・Al₂O₃)およびアルミニウム系原料とマグネシウム系原料の配合による効率的な窒化アルミニウムの合成条件を検討した。一方、耐火断熱用に使用される素材形状の異なるセラミックファイバーについても比較検討し、非酸化物セラミックスの生成を確認した。

2 検討1

2.1 実験方法

窒化アルミニウムの効率的な合成条件の検討のため、表1のアルミニウム系原料とマグネシウム系原料、炭素系材料(カーボンブラック:CB)について、後の表2の配合割合で各2gを乳鉢で十分に混合粉碎し試料とした。

表1 使用原料

原料名	品名・メーカー等
アルミナ	RA-40・岩谷化学工業
水酸化アルミニウム	RH-40・岩谷化学工業
スピネル	SP-12-1・岩谷化学工業
酸化マグネシウム	MJ-30・岩谷化学工業
水酸化マグネシウム	MH-30・岩谷化学工業
カーボンブラック	MA600B・三菱化学

昨年と同様に各試料約0.3~0.5gを筒状に加工し両端に切り込みを入れたグラファイトシートを容器にしてアルミナ管(長さ約15×外径17:内径13mm)に入れ、さらに角型のアルミナ容器(10×10×5cm)にグラファイトシートを上下に施し、フタに隙間を開け焼成した。

表2 配合割合(wt%)

	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6
アルミナ	50	--	--	--	--	45
水酸化アルミニウム	--	50	--	47.5	45	--
スピネル	--	--	50	--	--	--
酸化マグネシウム	--	--	--	--	--	5
水酸化マグネシウム	--	--	--	2.5	5	--
カーボンブラック	50	50	50	50	50	50

酸化還元雰囲気制御炉(丸祥電器製スーパーマックス VSPX1518-16V-C)を使用し、表3の焼成条件1の1-1の窒素雰囲気で焼成したのち、1-2で残留炭素分除去のために各試料をアルミナボートに移しを電気マッフル炉により大気雰囲気で酸化焼成した。

表3 焼成条件1

焼成条件	最高温度	昇温	保持時間	雰囲気ガス
1-1	1500℃	10℃/min	5h	N ₂ :1L/min
1-2	700℃	10℃/min	3h	大気

評価は、焼成後の試料について、高速X線回折装置(ブルカー・エイエックスエス製 D8 DISCOVER)を使用し、少量サンプルのため、二次元検出器(コリメーター:1mm、2θ:5~75°、3step、180s/step、試料回転:1rpm、Cu管球:40kV-40mA)により、鉱物組成を測定解析した。

*無機材料係

2.2 結果と考察

各試料の回折チャートを図1に示す。また、生成した鉱物組成をX線回折装置の解析ソフトによる(参照強度比(RIR:Reference Intensity Ratio:DIFFRAC.EVA)法)を使用し、簡易定量結果を整数に丸め表4に示す。

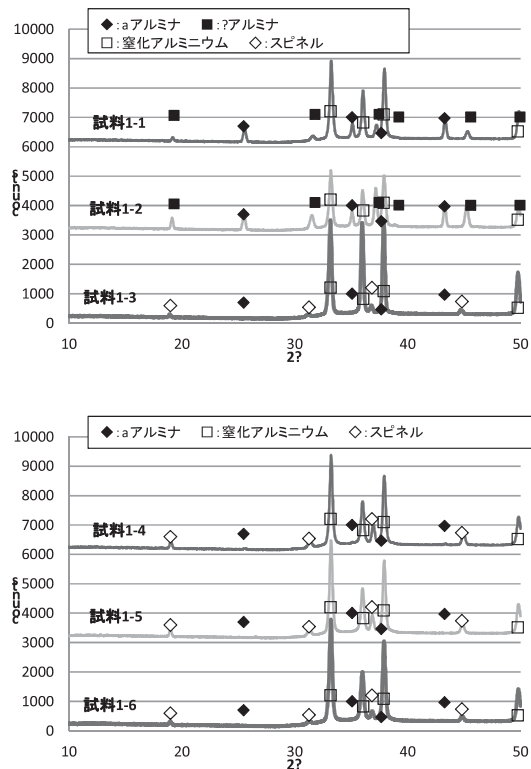


図1 X線回折チャート

表4 簡易定量結果(wt%)

	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6
窒化アルミニウム	70	64	83	79	78	82
αアルミナ	26	30	6	6	5	6
γアルミナ	4	6	--	--	--	--
スピネル	--	--	11	16	17	12

X線回折測定の結果、今回の原料では試料1-1(アルミン+CB)と試料1-2(水酸化アルミニウム+CB)の比較では、試料1-1のアルミナを使った方が、若干ではあるが、多くの窒化アルミニウムを生成した。さらに試料1-3(スピネル+CB)では、アルミナの生成はほとんど確認できず、スピネルの残留はあるも、さらに多くの窒化アルミニウムが生成した。成分のマグネシウムの影響が窒化アルミニウムの生成に影響しているものと考えられる。

また、マグネシア系原料を添加した試料1-4~6では、いずれもアルミナの生成・残留はほとんど確認できず、ここでも酸化物原料の組み合わせの方が水酸化物原料の組み合わせより、若干ではあるが多くの窒化アルミニウムが生成した。

次に焼成後の試料について、SEM(走査型電子顕微鏡:株式会社日立サイエンスシステムズSEMEDX3TypeN)画像:5000倍で観察し、図2に示す。

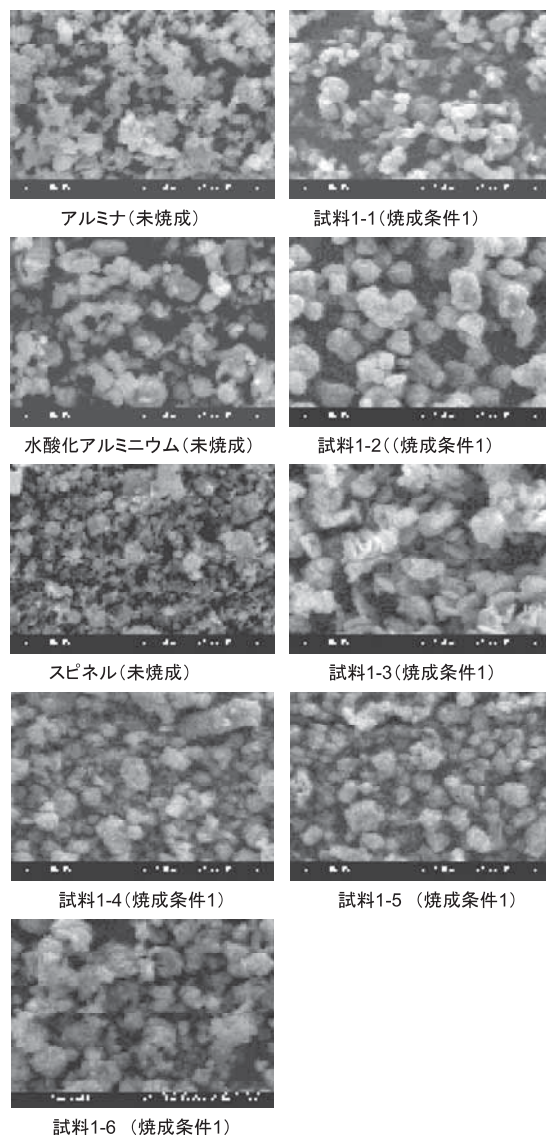


図2 各試料のSEM画像(5000倍)

試料1-1~3の出発原料での違いで、アルミナと水酸化アルミニウムとの比較では、生成された粒子はアルミナの方が小さいが、いずれも凝集状態である。また、特にスピネルでは、揃った六角柱の板状に成長した結晶を生成した。

また、試料1-4~6では、概ね同様の形状であった。

3 検討2

3.1 実験方法

次に酸化物系セラミックファイバーについて、還元法による非酸化物セラミックスへの変化を比較検討した。

表5の蛍光X線分析(株式会社島津製作所:エネルギー分散型蛍光X線分析装置EDX-800)のFP法による簡易定量値の市販のアルミナ系(A-1)およびシリカ系(S-1)セラミ

ックファイバーについて、還元剤(カーボンブラック:CB)と同量配合し、前の検討1と同様条件(窒素雰囲気)と表6の焼成条件2(2-1、2-2)のアルゴン雰囲気中で焼成した。

表5 セラミックファイバー簡易定量(wt%)

	A-1	S-1
A ₂ O ₃	94.3	2.0
SiO ₂	5.5	74.1
MgO	--	11.4
Fe ₂ O ₃	0.05	0.15
CaO	0.1	12.3

表6 焼成条件2

焼成条件	最高温度	昇温	保持時間	雰囲気ガス
2-1	1500°C	10°C/min	5h	Ar: 1L/min
2-2	700°C	10°C/min	3h	大気

3.2 結果と考察

各試料の回折チャートを図3に示す。

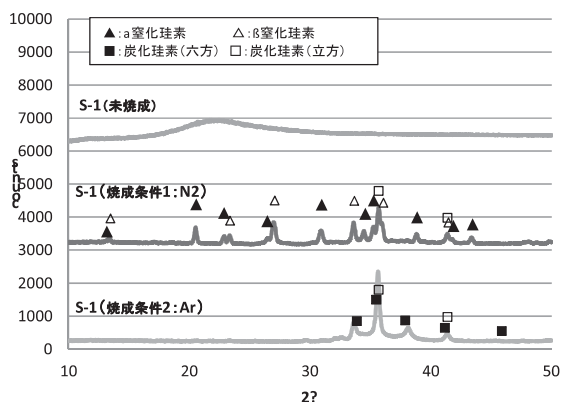
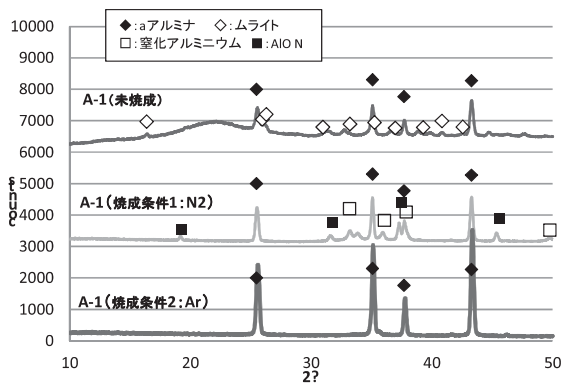


図3 X線回折チャート

アルミナ系(A-1)セラミックファイバーの未焼成試料は、αアルミナとムライト、非晶質から成り、窒素雰囲気焼成により、いくつかの窒化アルミニウムと窒酸化アルミニウム(AlON:Al_{2.78-2.85}O_{3.45-3.65}N_{0.35-0.55})を含むがほとんどはαアルミナであり、アルゴン雰囲気ではすべてがαアルミナである。また、シリカ系(S-1)セラミックファイバーの未焼成で

は、すべてが非晶質であるが、窒素雰囲気焼成により、ほとんどが窒化珪素(α、β)で、一部が炭化珪素(立方)に変化し、アルゴン雰囲気では、ほとんどが炭化珪素(立方晶、六方晶)に変化した。

さらに焼成後の試料について、SEM画像:200倍で観察し、図4に示す。

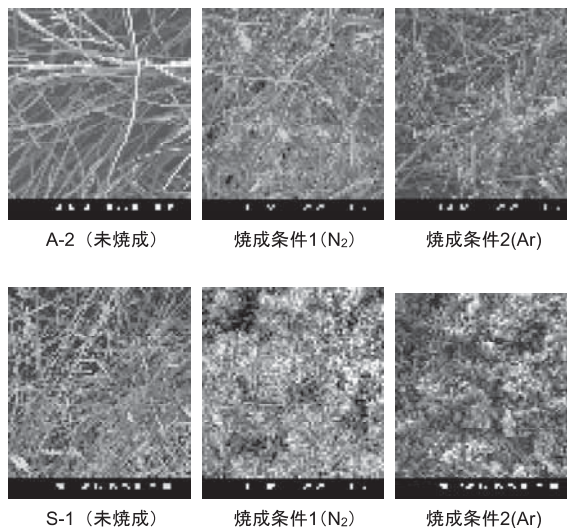


図4 各試料のSEM画像(200倍)

SEM画像からも、アルミナ系(A-1)セラミックファイバーでは、窒素雰囲気ではファイバーの他に微細な針状結晶の生成が観察され、さらに、シリカ系(S-1)セラミックファイバーでも、窒素雰囲気やアルゴン雰囲気ではファイバー形状を残さず、微細な針状結晶への生成変化が確認された。

これらはファイバー形状のセラミックスを出発原料にすることで、方向性を持った針状結晶の成長を促す役割があるものと考えられる。

4 まとめ

今回、還元法による非酸化物セラミックスの合成の検討では、マグネシウム成分が非酸化物セラミックスの生成に影響を与えていることが確認できた。さらに出発原料にファイバー形状のセラミックスを使うことで微細な針状結晶の生成を促すことが確認できた。

今後は、他の酸化物セラミックス等の還元法による合成や反応メカニズムの確認、反応生成条件の影響、さらに合成品の特徴を生かした活用方法など検討する必要がある。

参考

中島孝、「非酸化物セラミックスの合成とその応用に関する研究—還元法による非酸化物セラミックスの合成—」、平成28年度滋賀県工業技術総合センター業務報告、p.109-112

液相合成法による機能性無機顔料の研究(第3報) 錯体重合法によるTb-ZrSiO₄顔料粉末の合成

前川 昭*
MAEGAWA Akira*

要旨 黄色顔料であるPr-ZrSiO₄粉末とほぼ同様の発色を示すTb-ZrSiO₄粉末をグリコール修飾法とフラックスを用いた錯体重合を用いて1000℃の熱処理で70%以上の高収量で合成できた。

1 はじめに

ZrSiO₄は優れた耐熱衝撃性から高温材料として注目されているが、ZrSiO₄は種々の元素を取り込みやすく、耐酸性などの優れた化学的耐久性を持つことから顔料の原料として使用され、Pr-ZrSiO₄、V-ZrSiO₄などが実用化されているが、ZrSiO₄は従来の固相反応法では、1400~1500℃もの高温が必要であり、またNaFなどのフラックスを組み合わせても1000℃以上の温度が必要であることから、その低温合成法が期待されているが、低温合成法については、ゾルゲル法での報告例¹⁾があるだけであった。そこで、これまでの研究²⁾において、ケイ素のアルコキシドをグリコールで修飾したグリコール修飾シランとフラックスを用いて、Pr-ZrSiO₄を1000℃以下で80%程度の高効率の合成で見出したが、Pr-ZrSiO₄と同様に黄色顔料であるTb-ZrSiO₄についてはあまり研究されていない。

本研究は、これまでの研究結果をふまえ、錯体重合法でのTb-ZrSiO₄顔料の合成を試みた。

2 実験方法

2.1 前駆体の合成

図1. に前駆体作製のフローチャートを示す。主な原料としては、塩化酸化ジルコニウム(ZrOCl₂・8H₂O: 和光純薬、特級)、オルトケイ酸テトラエチル(Si(OC₂H₅)₄: 和光純薬、特級)、無水クエン酸(C₆H₈O₇: 和光純薬、特級)、プロピレングリコール(C₃H₈O₂: 和光純薬、特級)、酢酸テルビウム(Tb(CH₃COO)₃: 和光、特級)をそれぞれ使用した。

ビーカーでC₆H₈O₇ 10molを水100molにホットスターラーを用いて80℃で溶解し、LiCl(0~0.3mol)とZrOCl₂・8H₂O 1molを水50molに溶解したものを加え、さらにTb(CH₃COO)₃をPr₂O₃濃度として0.005、0.01、0.03、0.05、0.10molを水50molに溶解したものを加え、1時間攪拌した。C₃H₈O₂ 40molにSi(OC₂H₅)₄ 1molと0.1N-HCl 1molを加え、1時間攪拌した溶液をクエン酸溶液に加え80℃で1時間攪拌した。その後、この溶液を130℃で加熱し、溶液が発泡しながら粘度が増加し、攪拌用の回転子が停止し

たら、回転子を取り出し、さらに1時間加熱しエステル化した。エステル化した高分子ゲルの入ったビーカーをマントルヒーターに移し350℃で炭化させ、Tb₂O₃-ZrO₂-SiO₂前駆体試料を作成した。



図1 Tb₂O₃-ZrO₂-SiO₂前駆体の合成フローチャート

2.2 フラックスの添加

これまでの研究においてZrO₂-SiO₂試料のみでは低温でジルコンの結晶化は困難であるため、本実験ではLiClをフラックスとして添加した、フラックス濃度を0.05、0.10、0.15molに変化し、ジルコンの結晶化を検討した。フラックスはクエン酸溶液に加えた。

2.3 熱処理方法

前駆体の熱処理は、アルミナルツボを用いて800、900、1000、1100、1200℃まで2時間で昇温し、6時間保持で行った。

2.4 結晶相の同定

結晶相の同定はBruker D8 Discoverを用いたX線回折測定により行った。またジルコン相の生成率は、小林ら³⁾の報告をもとに計算した。X線回折パターンの15°~35°に現れたZrSiO₄の(200)面(2θ=26.98°)、t-ZrO₂(正方晶ZrO₂)の(101)面(2θ=30.2°)、m-ZrO₂(単斜晶ZrO₂)の(11 $\bar{1}$)面(2θ=28.2°)、同じく(111)面(2θ=31.4°)の4本のピークをそれぞれ結晶相の指標とみなし、これらの回折ピーク面積(I)から相対強度を求めて、以下の式によりジルコンの生成率(α)を算出した。

$$\alpha \text{ ZrSiO}_4 = I_{zs(200)} / (I_{zs(200)} + I_{t(101)} + I_{m(11\bar{1})} + I_{m(111)})$$

*無機材料係

2.5 L*a*b*表色系の座標と反射スペクトル

L*a*b*表色系の座標と反射スペクトルは、スガ試験機製分光色差測定装置SC-Tを用いて行った。

3 結果と考察

3.1 Tb₂O₃-ZrO₂-SiO₂試料の結晶化挙動

Tb₂O₃添加濃度を变化させた試料を熱処理したX線回折パターンを図2～5に示した。

各試料とも800℃では、2θ=30°付近にブロードなt-ZrO₂のピークのみが観察されるが、1000℃以上では2θ=20°と29°付近にシャープなZrSiO₄のピークが観察され始め、各熱処理温度の増加とともに、強度が強くなるとともに、2θ=30°付近のt-ZrO₂のピークの強度が低下していく。また、1200℃では、28°と31.4°付近にm-ZrO₂のピークが出現しているが、フラックスとして加えたLiに関連するピークやグリコール修飾シランの分解による結晶化したSiO₂のピークおよびTb化合物のピークも認められなかった。

図6にTb₂O₃添加量別に各熱処理温度におけるZrSiO₄生成率の変化を示す。この図からいずれの添加試料でも1000℃からZrSiO₄生成しはじめ、1200℃では、0.10molの試料を除いて、0.7を越えていた。

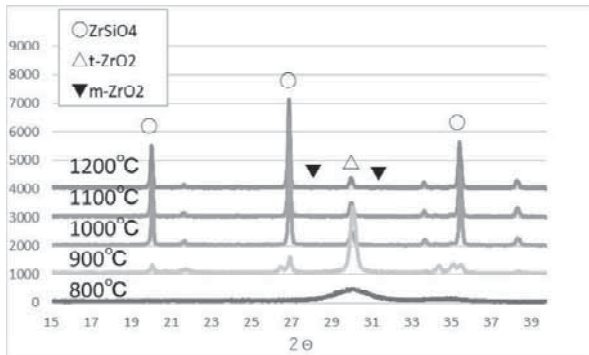


図2 Tb₂O₃-ZrO₂-SiO₂(Pr₂O₃:0.01,LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

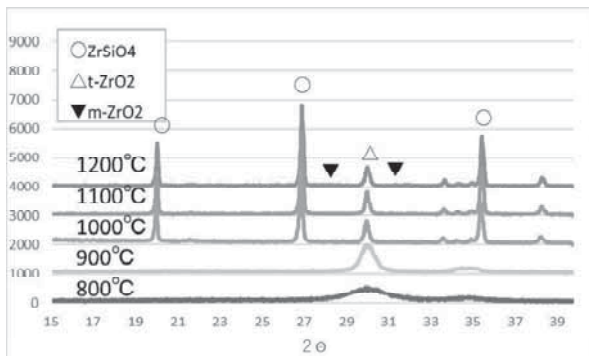


図3 Tb₂O₃-ZrO₂-SiO₂(Pr₂O₃:0.03,LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

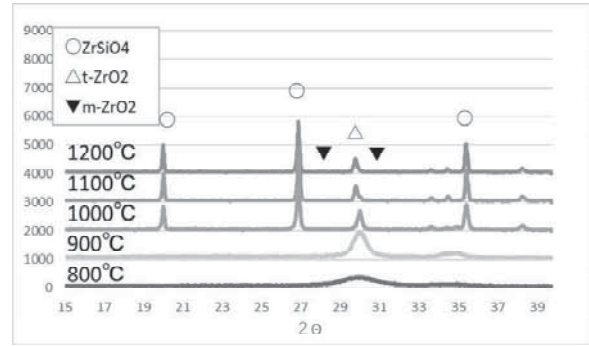


図4 Tb₂O₃-ZrO₂-SiO₂(Pr₂O₃:0.05,LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

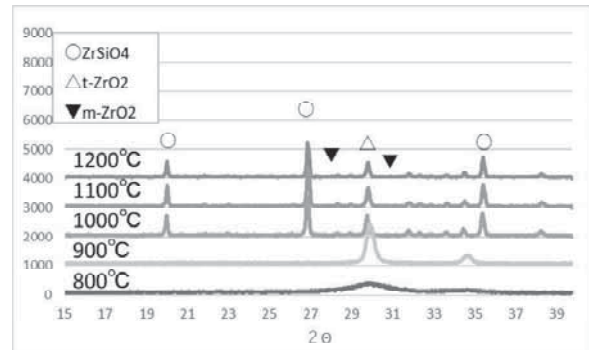


図5 Tb₂O₃-ZrO₂-SiO₂(Pr₂O₃:0.10,LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

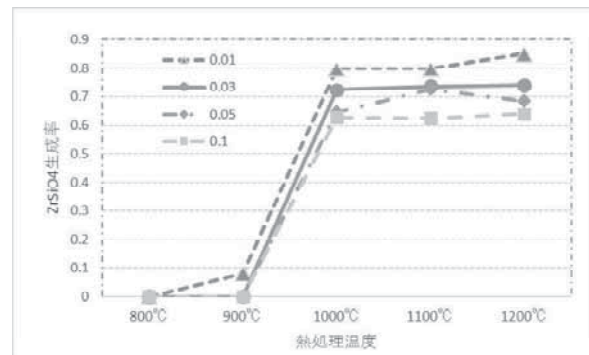


図6 Tb₂O₃添加量別に各熱処理温度におけるZrSiO₄生成率の変化

3.2 フラックスの影響

これまでの研究により、フラックスとしてLiClの添加が必要と考えられたので、LiCl添加量について検討した。これまでの研究で、LiCl添加量が0.2や0.3molの試料については1200℃の熱処理で、熱処理容器のアルミナルツボの底に、少量の融着が見られたので、今回は、LiCl添加量を0.05,0.10,0.15molで検討した。

これらの試料を熱処理したX線回折パターンを図7～9に示した。LiCl:0.05molでは、1100℃でZrSiO₄のピークが観察され始めるが、LiCl添加量が増加するほど、900℃程度の低い熱処理温度でのZrSiO₄ピークが観察された。

次に、図10にLiCl添加量別に各熱処理温度におけるZrSiO₄生成率の変化を示す。この図からLiClの添加量が

多いほど、 $ZrSiO_4$ の結晶化が促進され生成率が上昇していく傾向が見られ、0.10,0.15mol添加試料において1000℃以上で生成率が0.7以上となった。

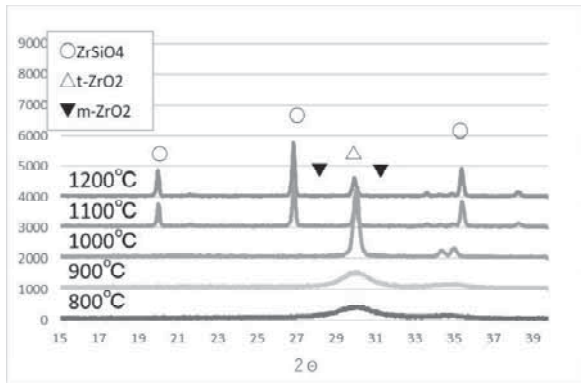


図7 $Tb_2O_3-ZrO_2-SiO_2$ ($Tb_2O_3:0.03, LiCl:0.05$)の熱処理後のX線回折パターン

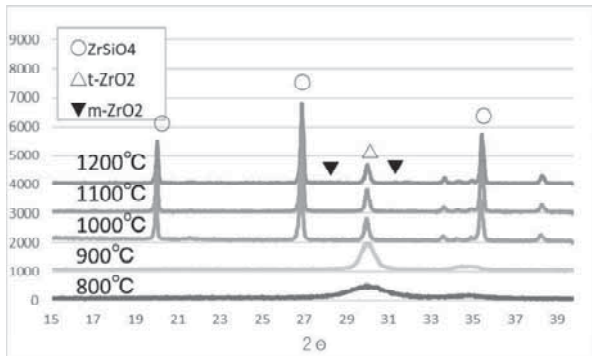


図8 $Tb_2O_3-ZrO_2-SiO_2$ ($Tb_2O_3:0.03, LiCl:0.10$)の熱処理後のX線回折パターン

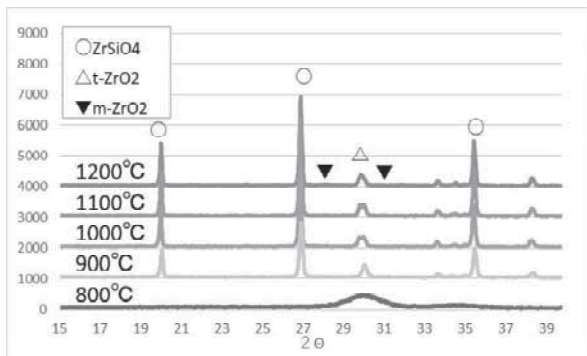


図9 $Tb_2O_3-ZrO_2-SiO_2$ ($Tb_2O_3:0.03, LiCl:0.15$)の熱処理後のX線回折パターン

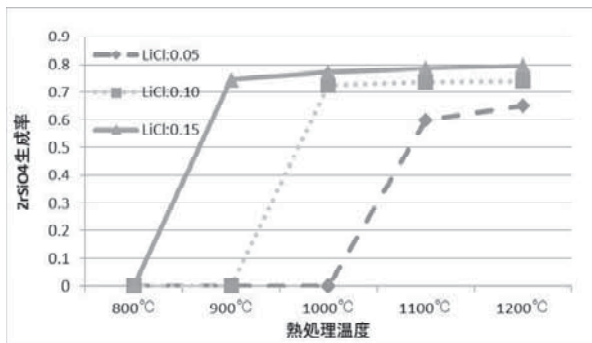


図10 LiClの変化による $ZrSiO_4$ の生成率

3.3 L*a*b*表色系の座標

表1に異なる Pr_2O_3 の添加濃度の試料を1000℃で熱処理したときのL*a*b*値と市販Pr-ZrSiO₄を表に示す。

ここで、L*は色の明度を表し、L*=0~100まで数値が大きいほど明るくなり、a*は-120(緑)~+120(赤)、b*は-120(青)~+120(黄)を表している。b*がプラスの方向になるほど黄色が強くなる。

表1 1000℃で熱処理した試料のL*a*b*値

添加 Tb_2O_3 濃度	L*	a*	b*
0.01	90.88	-9.90	57.77
0.03	87.84	-7.76	70.21
0.05	84.84	-4.79	71.92
0.10	87.25	-5.83	66.13
参考:市販プラセオジムイエロー	82.13	2.42	67.34

この表から作成した試料のb*は、 Tb_2O_3 の添加濃度が0.05molまでは増大し、それ以上の添加で減少することが分かった。また、添加濃度0.03mol以上の試料は市販窯業原料とほぼ同じb*:黄色度を持っていることが分かる。

また、緑色を示すa*はb*の傾向とは逆に、0.05molまでは減少し、それ以上は増大することが分かった。

さらに、作成した異なった Tb_2O_3 の添加濃度試料の各熱処理温度でのb*を図11に示す。この図から、0.05molまでの試料は、1000℃まではb*が増大し、その後横ばいになることが分かった。

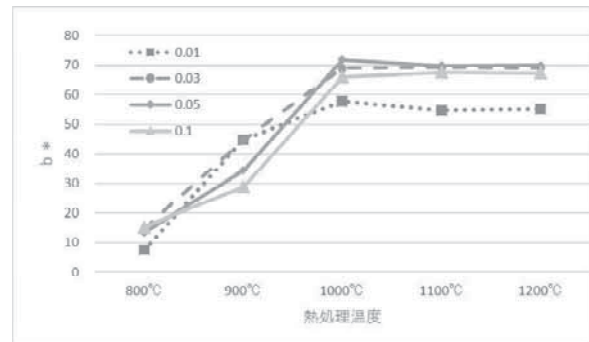


図11 熱処理による $Tb_2O_3-ZrO_2-SiO_2$ 試料のb*値の変化

このため、今回作成したTb-ZrSiO₄系では Tb_2O_3 の添加濃度を0.05mol、熱処理温度1000℃で、最も大きいb*を得られることが分かった。

3.4 反射スペクトル

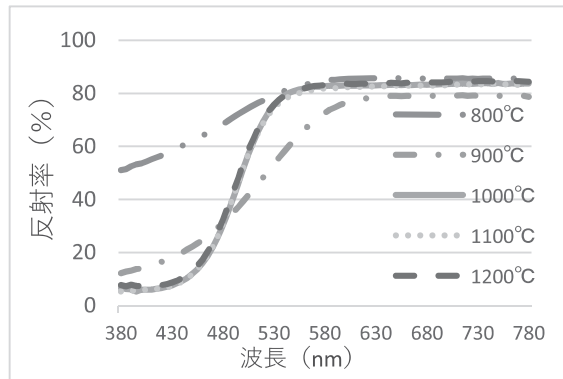


図12 Tb₂O₃の添加濃度を0.03mol試料の各熱処理温度での反射スペクトル

次に図12にTb₂O₃の添加濃度を0.03mol試料の各熱処理温度での反射スペクトルを示した。900℃以上の試料については波長400～500nmの青色領域に相当する可視光を吸収しており、このため、青色と黄色は補色の関係にあるので、鮮やかな黄色を呈色したと考えられる。

4 まとめ

今回の研究で、グリコール修飾錯体重合法を用いて、Tb₂O₃-ZrO₂-SiO₂試料を合成し、熱処理でTb-ZrSiO₄が作成できた。作成した試料は市販のプラセオジムイエローの黄色度b*とほぼ同等の黄色度であった。

Tb₂O₃-ZrO₂-SiO₂試料のTb₂O₃の添加量が0.05molを超えると黄色度b*が低下し、黄色度b*は熱処理温度1000℃まで増加し、それ以上では横ばいであった。

参考文献

1. 庄山昌志、三重県窯業試験場年報 Vol.29,52～56
(平成6年度)
2. 前川昭、滋賀県工業技術総合センター業務報告、
73－75(2015)
3. 小林秀彦他、セラミックス論文誌、98、p.1109(1990)

電極の密着強度評価方法の確立 (新規リチウムイオン二次電池用バインダーの開発)

田中 喜樹*
TANAKA Yoshiki*

所 敏夫*
TOKORO Toshio*

神澤 岳史**
KANZAWA Takeshi

脇坂 博之***
WAKIZAKA Hiroyuki

佐々木 宗生***
SASAKI Muneco

要旨 リチウムイオン二次電池に用いられている電極の密着強度評価には、現在はピール剥離試験を用いるが、測定には一定以上のサンプルサイズが必要であり、少量サンプルの測定には向かない。少量のサンプルでも測定可能な密着強度評価の確立を目指した。

1 緒言

リチウムイオン二次電池は、軽量で高容量という特徴を持っている。この特長を生かして携帯電話等のモバイル機器や電気自動車など幅広い製品に用いられている。また、それらの部材開発は盛んに行われている。

電池の構造は図1のように電極(正極、負極)、セパレータにより構成されている。電極は集電体(Cu、Al等の金属箔)上に、電極合材(活物質や導電助剤、バインダーを混合したもの)を塗布した構造である。多くの電池パックは電極とセパレータが重ねて巻き付けられている。そのため、曲げにより電極へ負担がかかり、集電体と電極合材間が剥がれやすくなる。そのため、新規に電極部材を開発した際には電極の密着強度など機械的評価が必要となる。

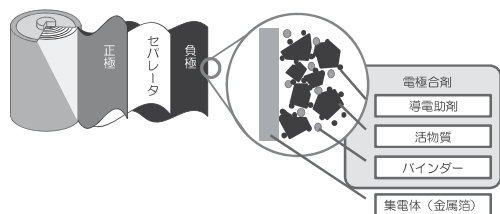


図1 リチウムイオン二次電池の構造

電極の密着強度の評価方法として、ピール剥離試験²⁾が用いられている。この方法は電極にテープを貼り、テープを剥がした際に、電極合材のテープへの付着状態により評価を行う。この方法では、強度差の小さい試料間の評価が難しい。また、ピール試験には一定以上の面積が必要であるため、コインセルの様な小さいサンプルでの評価は難しい。

薄膜の密着強度評価方法としては、スクラッチ試験、プルオフ試験などがある。これらの試験は今まで金属上のDLC処理等、硬い薄膜の評価に用いられているが、電極での評価に用いられたことがみられない。

本研究では、これらの評価方法を用いて電極の密着強度評価の確立を試みた。

既報³⁻⁵⁾でスクラッチ試験機を用いた評価や万能材料試

験機を用いたプルオフ試験の検討を実施し、スクラッチ試験の有用性を確認した。本年度はピール剥離試験との比較、電解液を含んだ電極の密着強度の評価を実施した。

2 実験

2.1 ピール試験とスクラッチ試験の比較

本試験では、バインダー量を変化させて接着力を変化させた電極を用い、ピール試験とスクラッチ試験の比較を実施した。

活物質、導電助剤、非水系バインダーを一定の比率(バインダー割合2,4,8,10wt%)になるように量り取り、真空攪拌脱泡装置(株式会社シンキー製、ARV-310)を用いて電極合材を作製した。作製した電極合材を、電極塗工機(宝泉株式会社製、MC-20、バーカー式アプリケータ)を用いて銅箔に塗工し乾燥、平板プレス機(テクノサプライ製卓上型ホットプレス)で20MPaのプレスを実施し、電極を作製した。

ピール試験はJIS K0237に準拠して実施した。25mm幅に切断した電極をアルミ板に貼付け、電極合材面にテープを貼り、試験片とした。試験片は、図2に示すように180度での剥離になるように、低荷重物性試験機(株式会社島津製作所製、EZ-S)に取り付けた。100mm/分の速度で100mm引っ張り、25mm~75mmの距離の平均荷重をテープ幅で除算したものをピール強度とした。



図2 低荷重物性試験機への取り付け

前年度の報告⁵⁾では、テープ自身が伸びにくいポリイミドテープを使用したが、バインダー添加量が増えると、ほぼ

* 無機材料係、** 有機材料係

*** 東北部工業技術センター

テープのみがはがれてしまった。接着力の大きいテープを検討し、事務用テープを使用し試験を実施した。なお、ポリミドテープはシリコン系接着剤を使用し、その接着力が2.6N/cmであるのに対し、事務用テープはゴム系接着剤を使用し、接着力は3.2N/cmである。

スクラッチ試験は、電極をガラス板に載せ一辺をテープで固定し、電極とガラス板間を水でガラス板に固定したものを試験片とした。試験片は、AEセンサー付自動スクラッチ試験機(CSEM Instruments製、Micro Scratch Tester)で表1に示す条件で試験を実施した。圧子侵入深さの大きな変化点と、電極合材がはがれて集電体が見える箇所と一致したため、その際の荷重を電極剥離荷重とした。⁴⁾

表1 スクラッチ試験条件

圧子先端径	800 μ m
測定荷重	0.03~3.0 N
測定距離	10 mm
移動速度	10 mm/min
負荷速度	2.97 N/min

2.2 電解液を含んだ電極の密着強度評価

ピール剥離試験での密着強度評価は電極表面が乾燥の状態で行われている。実際の電池では電解液に含浸している状況であり、電解液を含んだ状態の電極の剥離強度評価は、実電池により近いバインダー性能評価として有効である。スクラッチ試験は、電極の乾燥状態に影響を受けず評価できると考えられるため、実際に測定可能か検討した。

市販の電極を電解液(キシダ化学製、1mol/L LiPF₆ EC:DEC(1:1v/v%))に24時間含浸させたものをガラス板に載せ、ガラス板と電極間の余分な電解液を除去し試験片とし、スクラッチ試験を実施した。前述では電極の固定として電極の一片をテープで貼り付けたが、電解液を含んだ状態では使用していない。試験条件は同様である。

3 結果と考察

3.1 ピール試験とスクラッチ試験の比較

ピール試験結果を図3に、試験後の電極の状態を図4に示す。

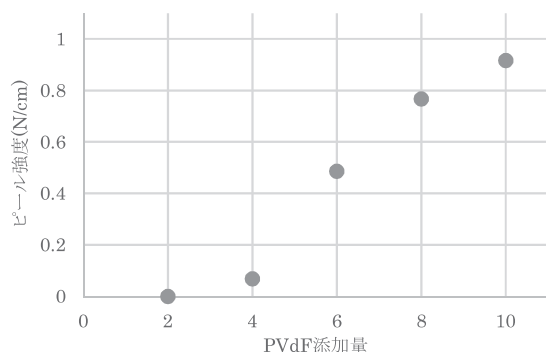


図3 ピール試験結果

バインダー添加量に従い、ピール強度は増加した。電極の状態より2wt%は電極合材と集電体間での剥離で、テープの復元力に負け、ロードセルで荷重を検出できない程度であった。4wt%以上は電極合材間の剥離状態であった。電極合材と集電体間の接着力が、電極合材内の活物質間の接着力に勝ったためと考えられる。

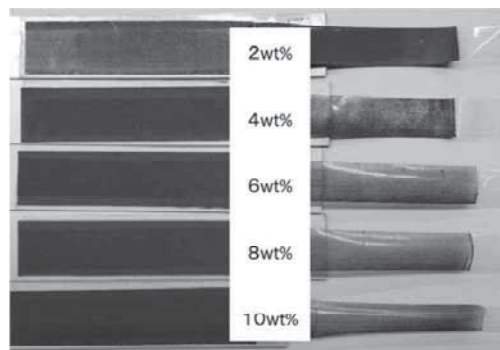


図4 試験後の電極状態

スクラッチ試験結果を図5に示す。

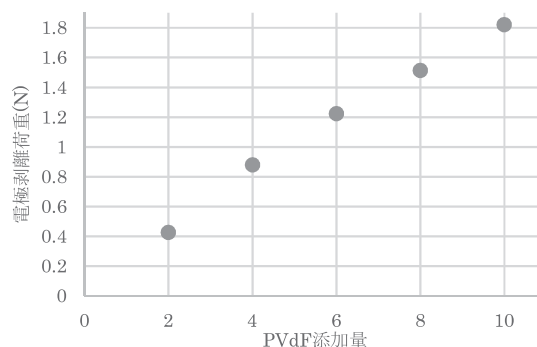


図5 スクラッチ試験結果

スクラッチ試験でもバインダー添加量に従い、電極剥離強度は増加した。ピール試験では荷重が検出できなかった2wt%の電極でも、スクラッチ試験では評価可能である。

3.2 電解液を含んだ電極の密着強度評価

電解液含浸前後の電極のスクラッチ試験実施結果を図6に示す。

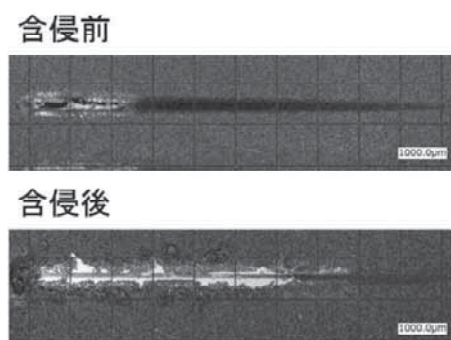


図6 スクラッチ試験中の電極状態

電解液に粘度があるため電極の固定としてのテープを使用しなくてもガラス板に固定でき、電解液に含浸後の電解

液を含んだ状態の電極でもスクラッチ試験は可能であった。電極剥離荷重の平均値(n=10)は、含侵前の3.92Nに対し、含侵後は1.85Nで電解液を含むことで密着力が低下したことがわかる。

4 まとめ

電極剥離強度評価に関して、バインダー添加量の異なる電極を用いてピール試験とスクラッチ試験の剥離強度比較を実施したところ、ピール試験では検出できない荷重変化であっても、スクラッチ試験では検出可能である。また、電解液を含んだ状態での電極の評価可能であることがわかり、実電池に近い状態での評価が可能となった。

参考文献

- 1). 芳尾真幸 小沢昭弥 編、リチウムイオン二次電池 第二版—材料と応用一、日刊工業新聞社(2011)
- 2). JSR TECHNICAL REVIEW No.114 (2007) 30-33
- 3). 平成26年度業務報告 (2015) 83-86
- 4). 平成27年度業務報告 (2016) 76-77
- 5). 平成28年度業務報告 (2017) 117-119
- 6). 吉野彰 監修、二次電池材料の開発、シーエムシー出版 (2009)

超高感度蛍光検出法の応用技術開発 食品分析などに活用するためのFCS測定法の応用技術開発(第2報)

白井 伸明* 岡田 俊樹*
SHIRAI Nobuaki* OKADA Toshiki*

要旨 蛍光相関分光(FCS)測定法は、レーザー光源と共焦点光学系をもちいて溶液中の蛍光分子の運動をマイクロメートルサイズの観察空間に絞った測定を行う技術である。測定結果を数学的に解析することで蛍光分子の溶液中での運動速度を求め、分子サイズを知ることが出来る。我々は、このFCS測定装置を利用し、タンパク質やペプチドが抗体を結合した際の見かけ上の分子サイズの変化を調べ、最終的には食品中の微生物が生産する分子を検出するための技術開発を行うための技術検証を行った。

1 はじめに

食品成分検査や環境分析などの分野では、特定の有用成分の検査や安全性の評価に新しい分析技術が活用されるようになってきている。例えば、HPLCのようにクロマト分析法を利用して目的成分を分離、検出する際に色素や蛍光物質を検出対象の成分にラベルし、吸光や蛍光検出することで高感度化する方法には多くの成功例がある¹⁾。また、近年では質量分析装置について、分子サイズの測定精度、検出感度の向上が急速に進んでおり超高感度での検出が可能な対象が増えている^{2), 3)}。さらに、高性能なクロマト分析機器では溶媒やカラムの安定化や分離最適化、測定後の洗浄操作、測定結果の解析などを自動化することが出来るようになってきている。

大学などの研究機関での食品分析や環境計測の分野では、クロマト分析法以外の高感度微量分析技術として、目的成分に特異的に結合する抗体を用いるELISA法が一般的に利用される。様々な抗体が市販されていることから、ELISA法を導入することは比較的簡単である。一般的には96穴プレートを使用するため0.1~0.2mLの少量のサンプルで多検体を同時に測定できる。しかし、ここでの課題は約半日から1日程度の操作時間が必要で、しかも自動処理装置を導入しない限りある程度の熟練を要する多くの手作業があり、測定者による分析精度に影響が表れる。

また抗体を利用する別の手法としてイムノクロマト法も一般的であり、特に装置を必要としない簡易検査法として臨床現場などで実用化例が増えている。例えば、インフルエンザウイルスの治療薬を処方する前に鼻や喉からのぬぐい液にウイルスが存在することを調べる検査が行われている。しかし、感度が十分でないために低濃度のウイルスしか存在しない場合に、誤った陰性結果を示すことがある。我々は、より少量のサンプルでも高感度でウイルス検出することに成功している。

ライフサイエンスや医療分野では高感度で安定な分析技術が求められる場面は多いが、食品や環境の安全性管理などを行う現場では簡便で短時間の操作で微量のサンプルから目的物質の測定が出来る方法のニーズが高い。

本研究で利用する蛍光相関分光(FCS; Fluorescence correlation spectroscopy)測定技術の歴史としては1972年から理論的に基礎をなす論文報告があり^{4, 5, 6)}、その後共焦点光学系の導入により微小空間での測定が可能となり、PMT(光電子倍增管)やコンピューターの高性能化・低価格化により測定感度が高く、短時間での実用的な測定が達成され、近年になり分析技術として様々な応用が可能となっている⁷⁾。本研究では最終的には、抗原抗体反応や酵素-基質の結合を小型のFCS測定装置を利用した超高感度な分析技術を開発するための基本的な技術検証を行った。ここで、必要な材料としてタンパク質あるいは、ペプチドに蛍光分子を結合した材料を調製し、FCS測定条件や測定データの解析方法の検討を行った。

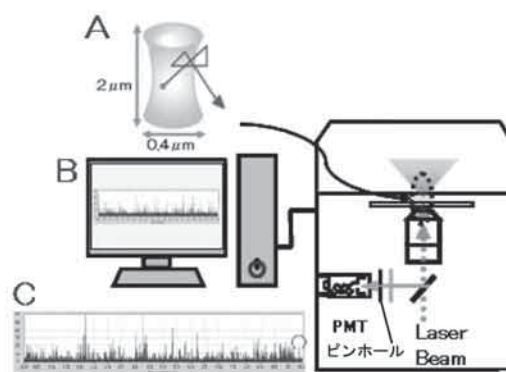


図1 蛍光相関分光(FCS)測定系の構成と高感度な蛍光分子の検出、測定のための基本的なポイント。固体レーザー光源、ダイクロミックミラー、対物レンズ、カットオフフィルター、ピンホールとPMT(光電子倍增管)から構成される共焦点光学系(B)により、対物レンズ近くのサンプル中の共焦点領域(A)を通過する1分子の蛍光発光を超高感度に測定する。

* 有機材料係

2 実験材料・操作

2.1 材料

実験に用いた蛍光化合物は Alexa Fluor®488 succinimidyl ester (Thermo Fisher Scientific社、米国MA) を使用し、緩衝液の調整には Na_2HPO_4 、 NaH_2PO_4 、Triton X-100 (和光純薬工業㈱、大阪)、Tween®20 (東京化成工業㈱、東京)、 NaCl (ナカライテスク㈱、京都) を使用した。

蛍光化合物は DMSO (dimethyl sulfoxide) あるいは EtOH (ethanol) の分光分析用を用いて 1 mg/ml に溶解した後、蒸留水か 1×PBS (phosphate buffered saline, Sigma-Aldrich, Co., 米国 Mo) に添加して吸光度を測定し各蛍光物質のモル吸光計数から濃度決定した。さらに 10^{-7}M 以下の低濃度に希釈する際には、試験管などの容器、分注器具、測定用ガラス材の壁面などへの吸着を防ぐため Tween 20 などの界面活性剤を 0.01~0.05% 添加し、低濃度蛍光化合物溶液として FCS 測定に供した。

2.2 蛍光相関分光 (FCS) 測定装置と解析

蛍光相関分光 (FCS) 測定装置は、試料溶液中の共焦点領域を蛍光化合物が平均 1 分子ずつ通過する際の蛍光強度の変化をマイクロ秒以下の時間分解で測定した。測定結果は、横軸に時間、縦軸に蛍光強度 (検出されたフォトン数) としたグラフに表すと図 1c となりピーク状のシグナルが蛍光分子の観察空間の通過を意味する「蛍光ゆらぎ」を得る。蛍光分子の溶液中で移動は、拡散によるものであり次のストークス・アインシュタインの式によりあらわされる。

$$\overline{x^2} (\text{平均到達距離}) = \frac{KT}{3\pi\eta r} t (\text{時間}) \dots (\text{式})$$

測定法としては、この蛍光強度の時間変化を自己相関関数と呼ばれる解析法を行うことで、並進拡散時間 (DT; Diffusion Time) を求める^{6, 7, 8)}。FCS 測定と解析法とその利用については金城らの総説に明解な解説があるので参照されたい。

本研究では、小型 FCS 測定装置 (浜松ホトニクス) を使用し、その共焦点光学系と高感度な蛍光検出システムを利用して「蛍光 1 分子検出」技術と「抗原-抗体反応」による見かけの分子サイズの変化を調べるための条件検討を行った。まず、蛍光相関分光法 (FCS) 測定装置のシステムと原理を概説すると、図 1 のようにレーザー光が対物レンズを通して少量の溶液中に照射され、加えてダイクロイックミラーとカットオフフィルター、ピンホールから構成される共焦点光学系により極めて小さな空間 (図 1A 共焦点領域) に存在する蛍光分子から発生するフォトンレベルの蛍光を光電子増倍管 (PMT) により増幅し高感度でなおかつ、高い時間分解能で連続的に測定するものである。通常 FCS 測定では、得られた時系列の蛍光強度の変化が自己相関関数によって解析され、微小な時間差でシグナルがどれだけ変化するかを相関性を求めるグラフを画く。その関数式から並進拡散時間 (DT) を求め、蛍光分子が共焦点領域を通過する平均時間、つまり分子の大きさを調べるこ

になる^{7, 8)}。共焦点領域に注目した観察では、溶液中で分子はブラウン運動により高速で動き回り、微小時間で微小領域を観察した場合にのみ、この出入りを観察できる。

溶液中の共焦点領域の大きさは、レーザー光源からの共焦点光学系に対応して円柱状になる。今回のシステムでは、そのサイズは直径が $0.4 \mu\text{m}$ 程度、軸長が $2 \mu\text{m}$ 程度 (図 1A)、したがって容積はフェムトリットル以下の大きさとなる。例えば、溶液に含まれる蛍光色素の濃度が 10 nM、共焦点領域の測定体積を 0.1 フェムトリットルとすると平均 0.6 個が存在する計算となり^{7, 8)}、これより低濃度では分子 1 個が通過する状況となる。

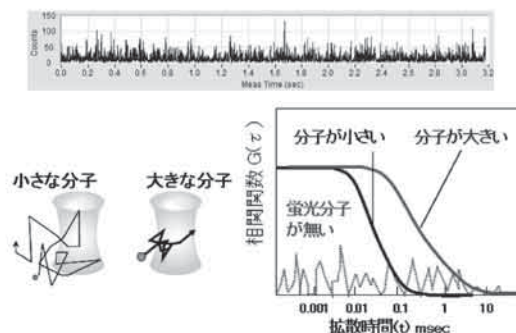


図 2 小型 FCS 装置を用いて一定濃度の蛍光溶液を FCS 測定した「蛍光ゆらぎ」を自己相関関数により解析を行うことで、蛍光分子が小さい場合、大きい場合、あるいは蛍光分子が存在しない場合が判別できる。また、自己相関関数から求められる並進拡散時間 (DT) は、共焦点観察領域を蛍光分子が通過する平均時間となる。

具体的な測定手順は、まず対物レンズの上に蒸留水を 1 滴置いた上に底面ガラス板厚 0.15mm のマイクロウェルスライド (A10657-01、浜松ホトニクス) を設置し、測定対象の低濃度の蛍光化合物溶液を $10\sim 30 \mu\text{L}$ 滴下したのちに 2 分間程度静置した後、3 秒あるいは 10 秒の FCS 測定を 1 回の測定として、同じサンプルで数回の連続測定を行った。

2.3 蛍光結合タンパク質の調製

タンパク質 (抗体 IgG) あるいはペプチド (分子サイズ 2.3k) に一定数の蛍光分子を結合した材料を調製した。 (図 3)。各試料の濃度および 1 分子に結合した蛍光分子の数を求めるため以下の操作を行った。緩衝液 D-PBS (ナカライテスク㈱、京都) あるいは蒸留水に完全に溶解した $50 \mu\text{g/ml}$ 程度の溶液として吸光度 (495nm) を測定し蛍光色素 (Alexa488) のモル吸光計数 ($\epsilon = 71000$) から溶液濃度を求めた。更に低濃度でのサンプルでは、蛍光分光光度計 (日立 F-7000) により FCS 測定装置と同じ光源波長 (473nm) で蛍光スペクトルの測定を行い、蛍光強度から溶液濃度を求めた。次にタンパク質濃度の測定には、BCA 法 (Pierce BCA Protein Assay, Thermo Scientific 社) のエンハンス法を利用した。検量線用の標準タンパク質はウシ血清アルブミン (BSA, Thermo Scientific 社) を使用した。

3 結果と考察

3.1 蛍光ラベル分子の調製と測定条件

本研究を最終的に食品や環境、臨床検査の分析技術として応用する為には、使用する蛍光分子は水溶液中で十分発光し、安定なことが条件となる。現在、光学顕微鏡観察用の蛍光組織染色やフローサイトメトリー分析用の細胞ラベルなどのために多くの蛍光化合物が開発、販売されるようになっているが、これまでの検討から、FCS測定装置での検出にはAlexa Fluor®488を利用することとした。FCS装置の測定条件を一定にするため、図1のピンホール位置を正確に調節する“校正”が必要であり、これにはAlexa Fluor488を 10^{-8} Mから 10^{-9} Mまでとなるように0.02%のTween20を含む蒸留水に希釈したものを用いた。FCS装置は、対物レンズ水浸40倍(NA=1.15)、レーザー光源(波長473nm、出力1mW)を持つ。測定時には、レーザー光強度はNDフィルターを持って $35\text{--}100\ \mu\text{W}$ とし、蛍光化合物が平均1分子ずつに通過する際の蛍光強度の変化を200nsecの時間分解で測定した。結果、 10^{-8} Mから 10^{-9} Mまでの一定濃度での比較を行う事が安定に分子サイズの比較を行う条件となる事が確認できた。

3.2 蛍光結合タンパク質、ペプチドのFCS測定

FCS測定のためモデルとなるタンパク質IgGとペプチドに蛍光分子を結合した材料を調製した。タンパク質とペプチドのアミノ基に蛍光物質Alexa488を結合させ、蛍光光度計による定量によりタンパク質とペプチドに平均1-2分子の蛍光分子が結合したサンプルを調製した。余剰の蛍光分子の除去には、遠心による膜分離法と透析膜を用いた方法を検討したが、時間がかかるが透析法が得られるモデル蛍光ラベル化合物は良好であった。タンパク質およびペプチドと特異抗体との混合後にFCS測定と「共焦点空間の平均通過時間」をあらわすDTを求める解析を行った。抗体-蛍光タンパク質の結合による見かけ分子サイズの差は、いずれも有意差のある評価が可能であった。また、測定原理から予想されるように、ペプチド-抗体での測定がより良好であることも確認することができた(図3)

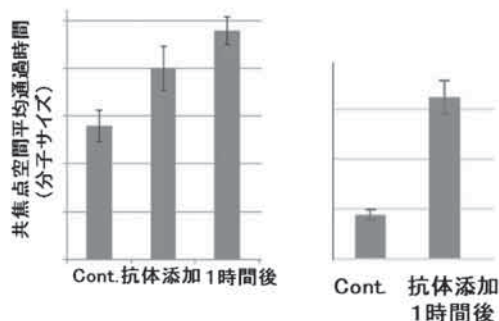


図3 小型FCS装置を用いた測定により、蛍光結合タンパク質と抗体との結合の検出(左)および蛍光結合ペプチドと抗体との結合の検出(右)は、自己相関関数の解析から共焦点空間を通過する平均時間を求め、抗体との結合により見かけの分子サイズが大きく測定されることで判定できる。

3.3 FCS測定データ中のノイズの課題

今回の測定は約3秒の測定を10回程度繰り返したものを1セットとしている。複数の測定セットの平均値、バラつきを同じサンプルで何度も測定してみると、共焦点空間の平均通過時間が異常に大きくなるなど、解析上のバラつきが見られた。現在、異常測定が起きる原因の検討とともに、平均値と標準偏差から異常値データを解析から除去できるかについての検討をおこなおうとしている。

4 まとめ

本研究では、小型FCS(蛍光相関分光法)測定装置を用いてタンパク質、ペプチドが特異抗体と結合することを高感度、微量、迅速、簡便に検出する技術開発を目指した材料の調製と測定条件の基礎検討を行った。小型FCS測定装置での測定に必要なサンプル調製、測定時の材料および測定条件を検討し、昨年度までの抗体をモデルタンパク質とした場合に比べ、ペプチドでは、抗原-抗体の結合が明確に検出できることが確認された。これは、図2で概説した測定原理から想定されるとおりであるが、今後、統計的な有意差を確認しながら、簡便な測定のためのキット試作などを行うこととしたい。測定のなかで食品抽出物などを使うと必ずノイズが検出される点については、ノイズ自体の低減と測定・解析方法での工夫も必要であると考えている。

参考文献

- 1) 高速液体クロマトグラフィーハンドブック改訂2版 日本分析化学会関東支部編、丸善出版事業部(2000)
- 2) 小川茂, GC/MS, LC/MSのための誘導体化:ぶんせき, 7, 337(2008)
- 3) 宮野博, 新保和高:細胞工学, 25, 1410(2006).
- 4) Magde D, Elson EL, Webb WW. Fluorescence correlation spectroscopy. II. An experimental realization. *Biopolymers*. 1974,13(1):29-61.
- 5) Ehrenberg M, Rigler R. Fluorescence correlation spectroscopy applied to rotational diffusion of macromolecules. *Quarterly reviews of biophysics*, 1976, 9(1):69-81.
- 6) Koppel DE, Axelrod D, Schlessinger J, Elson EL, Webb WW. Dynamics of fluorescence marker concentration as a probe of mobility. *Biophys J*. 1976, 16(11):1315-29.
- 7) 坂田啓司, 藤井文彦, 田村守, 金城政孝. 蛍光相関分光法(FCS)を用いた抗原抗体反応解析および検体検出. *BIO INDUSTRY*, 2004, 21(4), 52-59
- 8) 金城政孝 蛍光相関法によるタンパク質の機能解析 生化学, 第82巻 第12号, p1103-1116, (2010)

清酒製造における酒母の安定製造法の開発

— 乳酸菌を用いた酒母製造試験 —

岡田 俊樹*
OKADA Toshiki

要旨 清酒製造において、酵母の大量純粋培養に乳酸菌を利用してアルコール発酵酵母を醸成する製法（生もと系酒母）がある。これは微生物を自然界から寄せ付け、増殖させるため製造は長期間になる。そこで、生もと酒母製造過程から分離した乳酸菌を利用して製造ができれば、期間の短縮や安定した製造が可能と考え、また新製品開発にも繋がり開発を進めてきた。本報では、生もと系酒母の製造現場から分離した乳酸菌を利用して、高温糖化酒母の製法を取り入れ実地製造試験を行い製造が可能か確認した。

1 はじめに

県内の清酒生産量は、このところ吟醸酒等の特定名称酒の製造数量が増加している。これは一つには多様な食生活に消費者の本物志向や差別化商品への要望によるものと考えられる。造り手も消費者も味や香りに特徴や個性が豊かな商品の開拓は活発で、新製品開発の動きはますます加速するものと思われる。

清酒製造は、本仕込みの前に純粋な酵母を大量に培養する酒母が製造される。現在、酒母の製法の多くは、雑菌の抑制に市販の乳酸が用いられ、約2週間程度で製造される（速醸系酒母）。速醸系酒母は、原料米のでんぷん質の糖化と酵母の増殖およびアルコール生産が初期から同時進行で行われている。

一方、酒母の製法に、製造初期に糖化を急速に行い酒母を製造する高温糖化酒母がある。これは、温暖な地域で開発され発展してきた製法で、短期間に純粋な酵母を培養できることから取り入れる醸造所も見られる。これまで実験室レベルで高温糖化法で製造するさいに添加する醸造用乳酸を、生もと系酒母から分離した乳酸菌¹⁾を用いて乳酸生産を行い、次いで酵母添加を行って酒母が製造できるか検討を行ってきた²⁾。今回は、実地での製造試験を行い生もと系酒母から分離した乳酸菌を用いて酒母の製造が可能か確認を行った。

2 実験方法

製造試験

1. 原料配合

酒母総米 60kg(蒸米 40kg、麴米 20kg、汲水 102L(最終))で行った。

* 有機材料係

2. 供試菌株

乳酸菌は、*Lactobacillus curvatus* KAL-26、*Leuconostoc mesenteroides* KAL-20 を使い、酵母は協会7号を用いた。

3. 操作

仕込の2時間前に、汲水のうち72Lで水麴(40℃)を作成し、その後蒸米を投入して、加温した汲水10Lで53℃に調整して8時間糖化を行った。その後、冷却は、残りの汲水20L(氷り含む)を添加して品温30℃を目標にした。次いで、予め培養した乳酸菌を添加して培養を開始し品温30℃に保った。培養を続け酸度が3.5に達したら酵母添加を行い、暖気操作を行いながら酒母の製造を行った。

4. 経過分析

品温、比重、アルコール、酸度を常法のとおり分析した。

3 結果と考察

酒母総米60kgで生もと系酒母から分離した乳酸菌を用いて高温糖化酒母の製法を取り入れた実地試験を実施した。結果を表1および表2に示した。

乳酸菌添加後の24時間後の酒母は、pH 14.0、酸度0.3ml、48時間後は、pH 14.5、酸度1.4ml、72時間は、pH 14.9、酸度2.3mlと、酸度は順調に増加していた。その後、56時間後に酸度が3.5mlに達したので、品温を15℃に冷却後、酵母を添加した。

翌日から暖気操作を行い、状態は3日目にくれ、5日目に湧付休となった。その後、8日目に分けを行

表 1 酒母製造経過表 1

		24hr	48hr	72hr	56hr
経過等	品 温	29.0	31.0	28.5	29.0
	ホーメ	14.0	14.5	14.9	
	酸 度	0.3	1.4	2.3	3.5

表 2 酒母製造経過表 2

		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11		
経過等	操 作	酵母添加	暖気	暖気					分け					使用
	品 温	15.0	13.9 →18.0	18.3 →19.2	21.1	22.7	21.9	20.2	17.2	9.7	5.1	5.7		
	ホーメ	14.9	14.9	15.0	13.6	11.2	8.8	6.9	5.4	4.6	4.3	4.5		
	アルコール分				1.1	3.9	6.3	8.1	9.5	10.3	10.7	10.8		
	酸 度	3.5	3.1	3.5	4.7	5.8	6.8	7.4	7.6	7.6	7.9	7.9		

い、12 日目に使用となった。使用前日の各分析値は、ホーメ 4.5、アルコール度 10.8%、酸度 7.9ml だった。酸度は、一般的な使用時の生もと系酒母と速醸系酒母の間くらいの 9ml 程度の酸度を期待していたことから若干少なかった。乳酸菌の種類や製法で今後検討していく予定である。また、今後の検討として枯らし日数と使用した乳酸菌の本仕込みへの持ち込み等の確認を行っていく予定である。

4 まとめ

生もと酒母製造過程から分離した乳酸菌を用いて、高温糖化酒母の製法を利用した酒母の製造と製造日数の短縮等を目的に、本製法において乳酸生成が可能で酒母が製造できるか実地での製造試験を行った。その結果、製造日数の短縮や一般分析値から酒母としての条件を満すものと考えられた。今後は、さらに酒母として必要な条件となる試験と実際の現場製造で安定的に醸造が可能にするための検討を行っていく予定である。

参考文献

- 1) 岡田俊樹：滋賀県工業技術総合センター研究報告, 94-99(2014)
- 2) 岡田俊樹：滋賀県工業技術総合センター研究報告, 124-126(2016)

水生植物からのセルロースナノファイバー創製と 複合材料化に関する研究(第一報)

大山 雅寿*
OYAMA Masatoshi*

要旨 琵琶湖に大量繁殖する水生植物(水草)の高付加価値化を目的に、水草を用いたセルロースナノファイバー(CNF)の作製を試みた。不要物を除去後、粉砕機で所定の回数処理を行うことで水草由来CNFの作製に成功した。また、モデルとして市販のCNFを用いて化学修飾を行い、ポリプロピレンとの複合化を行ったところ、十分な強度の発現には至らなかった。CNFの持つ実力を最大限に発揮するには、さらなる材料設計の最適化が必要であることが分かった。

1 緒言

近年、環境調和型新素材であるセルロースナノファイバー(以下「CNF」と称す)に注目が集まっている。CNFは日本が世界に先駆けて生み出した素材であり、あらゆる植物が持つ植物繊維から製造できながら鋼鉄の5倍の強度を持つ。資源に乏しい日本にとって、植物より製造できるCNFは日本の豊かな森林資源はもとより植物性廃棄物の有効活用にもつながることから、実用化された場合の社会的意義および波及効果は極めて大きい。そのポテンシャルの高さからCNFの活用が日本再興戦略に明記されており²⁾、日本全体としてこの新素材の開発に取り組むという流れができつつある。滋賀県工業技術センターにおいてもCNFに関する基礎研究に取り組み始めており、技術や知見を蓄積しているところである。

他方、景気回復による経済の好循環を維持しつつ持続的な成長を続けるためには、地方の持つポテンシャルを活用した新規産業の創出・振興が重要視されており、国、各自治体において様々な施策が講じられている。滋賀県では、古くから交通の要所として様々な文化が交流するなかで育まれてきた地域資源や、大企業の工場や研究所の高度な要望に答えながら鍛え上げられてきたモノづくり技術など、様々な強みを活かした産業振興の取組が行われている。とりわけ、豊かな琵琶湖の恵みを守るために磨かれてきた環境技術および関連施策は、環境産業の創出のみでなく琵琶湖の環境保全に欠かせないものとなっている。その一方で、近年の琵琶湖環境の喫緊の課題となっている水生植物(水草)の異常繁殖について、従来は堆肥に用いられることで地域循環系に取り込まれていたが、生活様式の変化や化学肥料の登場により従来用途が激減した結果、大半が廃棄物として処理されており、その有効活用が地域課題となっている³⁾。

以上の状況に鑑み、本研究では水草からCNFを作製し、プラスチック複合化技術と組み合わせることで、「水生植物由来セルロースナノファイバー複合材料」のポテンシャルを探ることを試みる。プラスチックとCNFの複合化は、軽量高強度かつ易成形性を備えた材料が期待できることに加

え、様々な製品への利用が可能であることから、大きな期待が持たれている用途の一つである。しかし、親水性であるCNFは疎水性のプラスチック中では凝集してしまうため、十分なポテンシャルを発揮できない。従って、CNFとプラスチックを複合化するためには、両者をなじみやすくする処理が必要となる。

本年度は、水草からのCNF材料の作製を試みるとともに、市販のCNFをモデル材料として化学修飾によるプラスチック材料との複合化の検討を実施したので、ここに報告する。

2 実験

2.1 水草からのセルロース抽出

水草は滋賀県琵琶湖環境部琵琶湖政策課協力のもと平成29年7月28日に滋賀県草津市の北山田漁港で水揚げされたものを用いた。水揚げされた水草をステンレス製容器に入れ、流水中で洗浄した。洗浄後の水草からコカナダモを選別し、乾燥重量45gとなるよう計量してビーカーに入れた後、オートクレーブ(島津器械株式会社 KT-30LDP)にて110℃で60分処理を行った。オートクレーブ処理した水草を水洗後、ミキサー(Panasonic株式会社 MX-X301)で処理し、ペースト状になった水草をビーカーに移した。ここにイオン交換水を適量入れ、亜塩素酸ナトリウム(株式会社ナカライテスク 化学用)15.5g、酢酸(和光純薬工業株式会社 特級)3.1mlを添加し、攪拌しながら75℃になるまで加熱した。1時間毎に亜塩素酸ナトリウム、酢酸を合計4回追加し、最後に追加して1時間攪拌した後、加熱攪拌を止め、ドラフト内で一晩放置した。濾過にて回収した水草を水洗後、イオン交換水を1.5L 加えて水酸化ナトリウム(和光純薬工業株式会社 特級)を5wt%となるように添加し、60℃に加熱しながら攪拌した。5時間後に加熱と攪拌を止め、ドラフト内で一晩放置した。沈殿物を濾過後、イオン交換水で水洗することで、水草由来のセルロースを得た。

2.2 水草由来CNFの作製

水草由来のセルロースにイオン交換水を添加し、2wt%セルロース水溶液とした。これを粉砕機(増幸産業株式会

*有機材料係

社 スーパーマスコロイダーKCA6-2)にかけてCNF化を試みた。まず#24の砥石を用いて10回処理を行い、次に#48の砥石を用いて10回処理した。その後、#80の砥石で所定の回数処理することで、水草由来CNF水溶液を調製した。なお、それぞれの工程において砥石の回転数は1,200rpmとし、砥石同士の接触運転を行った。以後、粉砕機で1回処理することを1パスと表記する。

2.3 水草由来CNFの電子顕微鏡観察

2.2で得られた水草由来CNFを用いて乾燥シートを作製し、電界放出型走査型電子顕微鏡(株式会社日立製作所 S-4200)を用いて観察を行った。CNFのシート化は、部素材産業—CNF研究会内のCNFに係る公設試験研究者向け勉強会において学んだ手法を参考に作製した。

2.4 水草由来CNFの粘度評価

2.2において#80砥石で処理した水草由来CNF水溶液について、レオメーター(TAインスツルメンツ株式会社 AR2000)を用いて粘度評価を行った。測定はコーンプレート(傾斜2° 直径40mm ソルベントトラップ有)を用い、ペルチェプレート温度25°C設定にておこなった。

2.5 水草由来CNFの粒子径評価

2.2において#80砥石で処理した水草由来CNF水溶液を10倍に希釈し、ゼータ電位測定装置(大塚電子株式会社 ELS-Z)を用い測定を行った。粒径はキュムラント法にて算出した。

2.6 水草夾雑物の測定

オートクレーブ処理後に水洗した水草より夾雑物を回収し、これをガラスフィルタ上でエタノールおよびイオン交換水で洗浄後に自然乾燥した。その後、乾燥物を赤外分光光度計(株式会社パーキンエルマー ジャパン Spectrum One)を用いて測定した。測定モードは1回反射ATR法、積算回数8回とした。

2.7 CNFの化学修飾

ビーカーにCNF(ダイセルファインケム株式会社 KY-100G)を76.7g入れ、N,N-ジメチルホルムアミド(和光純薬工業株式会社 特級)を489.7g添加して軽く攪拌した。これを混合攪拌機(株式会社DALTON SXDMV-01-rr)に入れ、ジャケット温度を100°Cに設定して3時間減圧加熱攪拌を行った。室温まで冷却後、ガラス容器に移し、N,N-ジメチルホルムアミドを追加して溶液量が700mlとなるよう調整した。その後、攪拌しながらピリジン(和光純薬工業株式会社 特級)3.81mlおよび無水フタル酸(和光純薬工業株式会社)70gを加え、105°Cで16時間反応させた。得られた反応物をトルエン、アセトン(いずれも和光純薬工業株式会社 特級)で洗浄し、フタル酸修飾CNF(以下「PHTCNF」と称す)を得た。

2.8 ポリプロピレンとの複合化

2.7で得られたPHTCNFおよびCNFにアセトンを添加し、これに必要に応じて可塑剤、無水マレイン酸変性ポリプロピレン(化薬アクゾ株式会社 カヤブリッド006PP 以下「MAPP」と称す)を加え、スターラーで攪拌した。添加量はPHTCNFおよびCNF100重量部に対しそれぞれ50重量部とした。攪拌物をステンレスバット上に広げ、ドラフト中で自然乾燥を行った後、乾燥物をフリーザミル(SPEX 6750型)で凍結粉砕することで粉体を得た。これをポリプロピレン(日本ポリプロ株式会社 ノバテックPP MA3 以下「PP」と称す)にドライブレンドしたものを、二軸押出機(株式会社テクノベル ULTnano KWZ15TW-25MG)に投入し、複合化を行った。なお、熱履歴に由来する物性差をなくすため、PP単体も一度同条件で処理し、続く成形品を作製した。

2.9 複合化フィルムの作製

2.8で得たペレットについて、卓上熱プレス機(株式会社テクノサブライ G-12型)を用いてシート厚み200 μ mとなるようシート化した。成形温度は200°Cとし、余熱1min、成型2minで行った。また、成型後のフィルムは90°Cに設定したオープンに速やかに移し、アルミブロックを乗せて2分間挟み込むことで結晶化を促進した。

2.10 複合材料の強度測定

2.9で得たフィルムをダンベル形状に打ち抜き、低荷重物性試験機(株式会社島津製作所 EZ-Z)を用いて測定を行った。引張速度は50mm/min、つかみ間距離は25mmとし、50Nのロードセルを用いた。

2.11 複合材料の強度測定

2.9で得られたフィルムを短冊状に切り出し、動的粘弾性測定(TAインスツルメンツ株式会社 Q800)を用いて測定を行った。歪は0.5%、周波数1Hz、昇温速度5°C/minとした。

3 結果および考察

3.1 水草のCNF化について

2.2で処理を行った水溶液のうち、#80の砥石で40パスさせたCNFの電子顕微鏡画像を図1に示す。繊維径に分布はあるものの、概ね100nm程度のネットワーク状の繊維が観察できたことから、粉砕機による処理において水草がCNF化されていることが確認できた。

3.2 水草由来CNFの粘度評価について

粉砕処理による解繊の進行を評価するために、2.4においてレオメーターによる歪分散測定を行った結果を図2に示す。いずれのパス回数においても歪の増加により線形領域を経てG'が減少に転じていることから、それぞれにCNF水溶液内でネットワーク構造が形成されていることがわかる。これは、CNFの持つ水酸基に由来する水素結合や、CNF同士の絡み合いに由来すると考えられる。また、

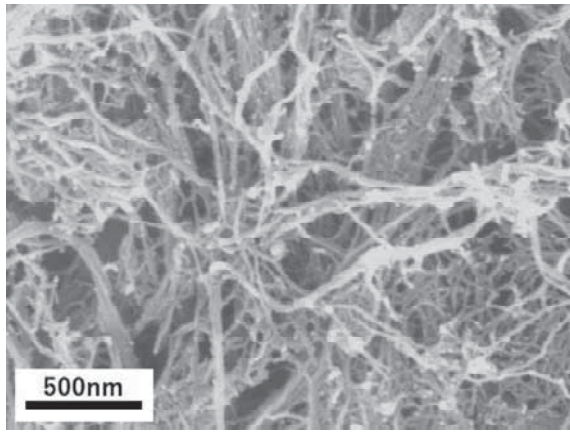


図1 水草由来CNFの電子顕微鏡画像(40パス)

20パス以降でG'の線形範囲が大きく増すとともに、10sec⁻¹近傍でG''のピークが発現していた。加えて、tan δ =1になる歪を見ると、0~10パスの5%程度と比較して20~40パスは8%程度まで増加している。G''に発現するピークは密にパッキングしたコロイド分散体が流動を開始する際に観測されるものであることから⁴⁾、粉碎処理が進むにつれて水溶液内のCNF細密化が進み、これに伴いネットワーク構造が変化していると考えられる。

3.3 水草由来CNFの粒子径について

粒子径の測定結果を図3に示す。動的粘弾性挙動の変化が確認された10~20パスにおいて、平均粒子径のバラツキが小さくなっていった。また、10~30パスにかけて平均粒子径が大きくなりバラツキが低下した後、40パスで粒子径が小さくなっていった。ここで、動的光散乱方による粒子径測定では、平均粒子径は粒子のブラウン運動の大きさと関連されて算出される。粉碎機による処理において、セルロースは繊維幅方向および長さ方向に徐々に微細化されるが、解繊により繊維の表面積が増加する結果、ブラウン運動が抑制されたり繊維同士の絡み合いが増加し、その影響により見かけ上の粒子径が増加していると考えられる。平均粒子径がマイクロメートルスケールである一因もここにありと予想できる。また40パスにおいて平均粒子径が小さくなる点は、パス回数が増加して繊維の微細化がさらに進んだことによるものであると考えられる。この点を確認するためには、顕微鏡を用いて実際に繊維長・幅の統計的観察を行い、今回の結果と照らし合わせる必要がある。

3.4 水草の夾雑物について

回収した水草の夾雑物の写真を図4に、IRスペクトルを図5に示す。概ね1mm程度の破片が混在しており、この夾雑物のIR測定の結果、ポリエチレンやポリプロピレン、セルロースであることが分かった。これらは琵琶湖や琵琶湖に流入する河川に捨てられたポリ袋やプラスチック製品、釣り糸、衣料などの破片であると予想できる。CNF作製工程において、これらの異物が混入すると製造上の問題となることに加え、プラスチックとの複合化を考えたときに物性低

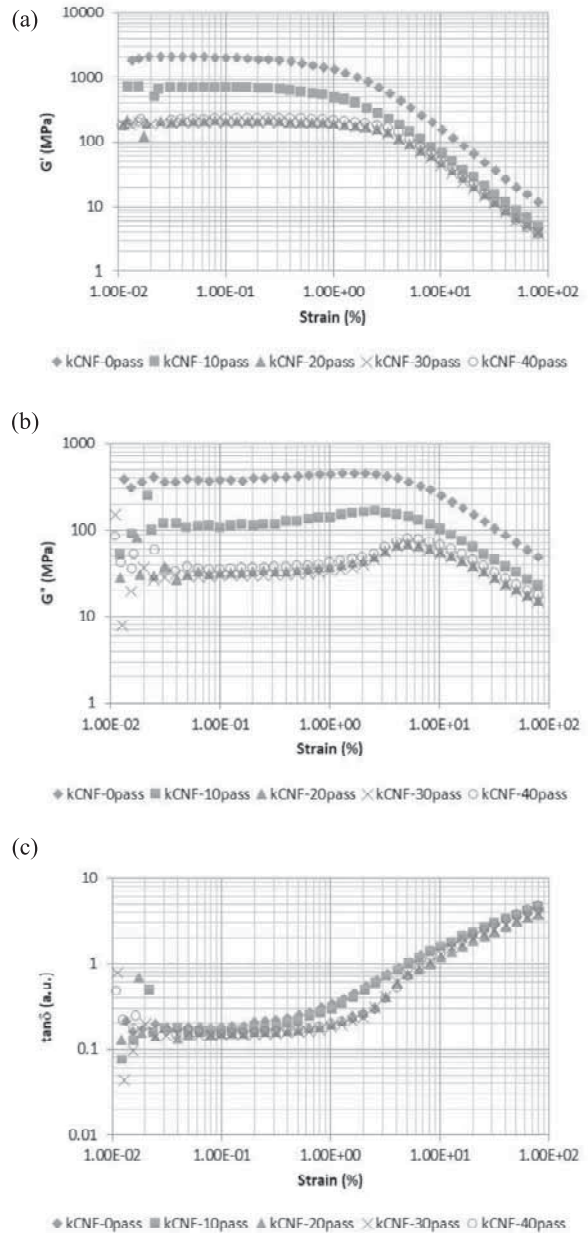


図2 水草由来CNF水溶液のレオメーター測定結果 (a)貯蔵弾性率 (b)損失弾性率 (c)tan δ

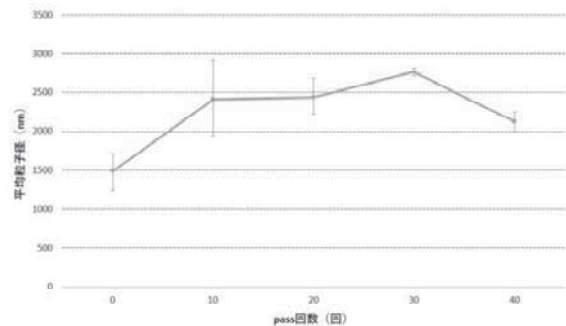


図3 水草由来CNF水溶液の平均粒子径測定結果

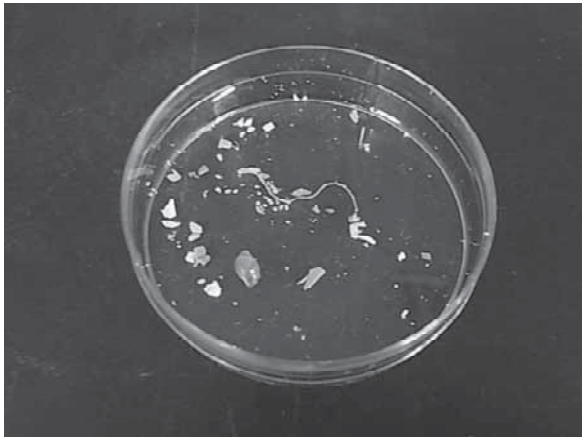


図4 水草夾雑物の写真

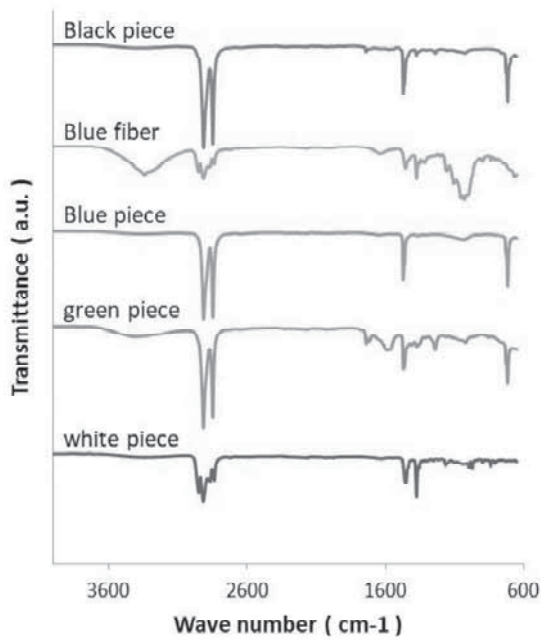


図5 水草夾雑物のIRスペクトル

下の要因にもなることから、CNF作製時に極力取り除く必要がある。また、これらの異物を環境面から考えると、魚類の誤食による生育への影響や環境汚染物質の吸着といった、海洋のマイクロプラスチック問題で指摘されている事項があてはまることが考えられることから、その影響は想像以上に大きいものであろう。

3.5 PP/PHTCNF複合材料の外観について

得られた複合材料の外観を図6に示す。PP/CNFにおいて、疎水性のPP中で親水性のCNFが凝集しており、均一に分散されていないことがわかる。PP/PHTCNFにおいては、CNFよりも凝集体は小さいものの、依然凝集物が存在していることに加え、熱劣化によりPHTCNFが褐色になっていた。一方で、可塑剤を添加したものはPHTCNFの凝集体がほぼ確認されず、また熱によるPHTCNFの変色もほとんど発生していないことが分かった。これは、添加した可塑剤がPHTCNFの熱劣化を防止したことに加え、PHTCNF同士の凝集を防止したためと考えられる。

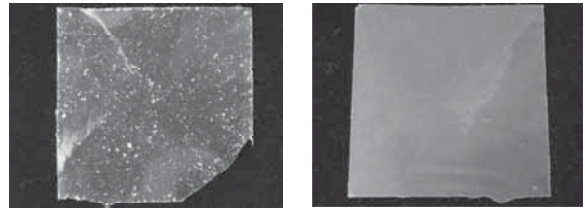


図6 PP複合材料の写真 (a)PP/CNF 5phr (b)PP/PHTCNF 5phr

3.6 PP/PHTCNF複合材料の強度について

引張試験による最大応力の結果を図7に示す。PPと比較し、CNFを添加すると弾性率(硬さ)はほぼ変わらないものの最大応力(強さ)および破断点変位(伸び)が低下していることから、PPがCNF中で分散せず、CNF凝集体とPPとの界面強度も不十分であることが予想される。一方、PHTCNFを添加した場合、弾性率が向上しているものの、最大応力がPPと同程度であったことから、十分な補強効果が確認できなかった。

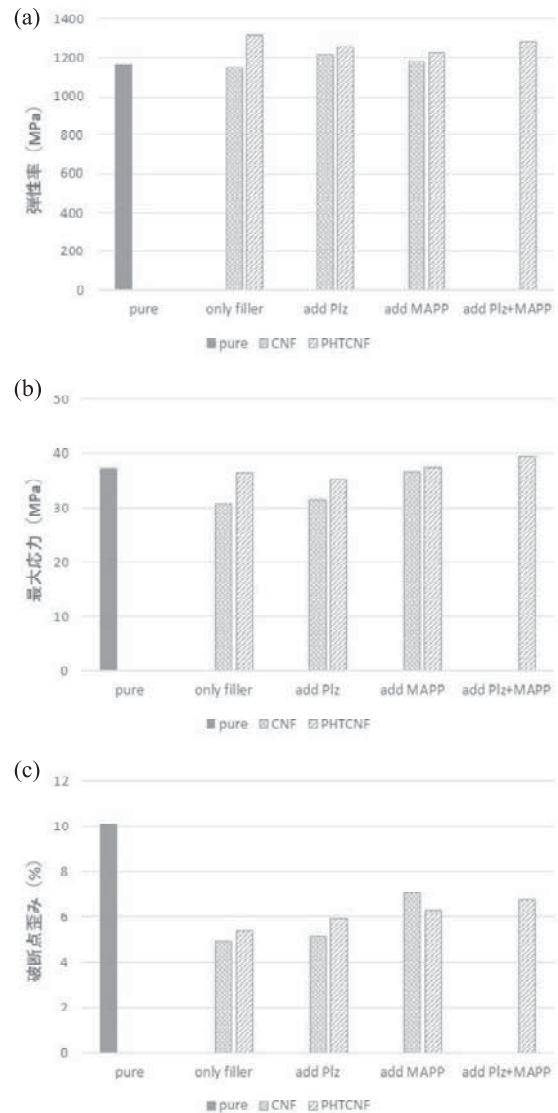


図7 PP複合材料の引張試験測定結果 (a)弾性率 (b)最大応力 (c)破断点歪み

次に、可塑剤の添加効果を確認すると、CNF添加系において、可塑剤を添加しているにもかかわらず硬さに若干の改善が見られたものの、強さおよび伸びはCNF添加時と変化はなかった。一方、PHTCNF添加系においては、PHTCNF添加と比較して伸びが増えていることから、可塑剤の効果が表れていることが分かった。

また、PPとCNFおよびPHTCNFの界面接着性の改善を目的としたMAPPの添加効果を確認すると、CNF添加系においてはPP単体よりも伸びが低下するものの、硬さおよび強さは同等程度であった。フィルム内部にはCNF凝集体

が多数見られたことから、MAPPを単独に添加しても十分な補強効果は得られないことが分かった。一方、PHTCNF添加系では可塑剤添加系よりもさらに伸びが改善されていたことから、MAPP未添加と比べて界面接着強度向上の効果が見られた。加えて、可塑剤およびMAPP添加系においては、MAPPおよび可塑剤の破断しにくさとPHTCNFの補強効果が発現していることがわかった。

しかしながら、いずれの添加系においてもCNF本来の持つ強さを十分に発現できていなかった。

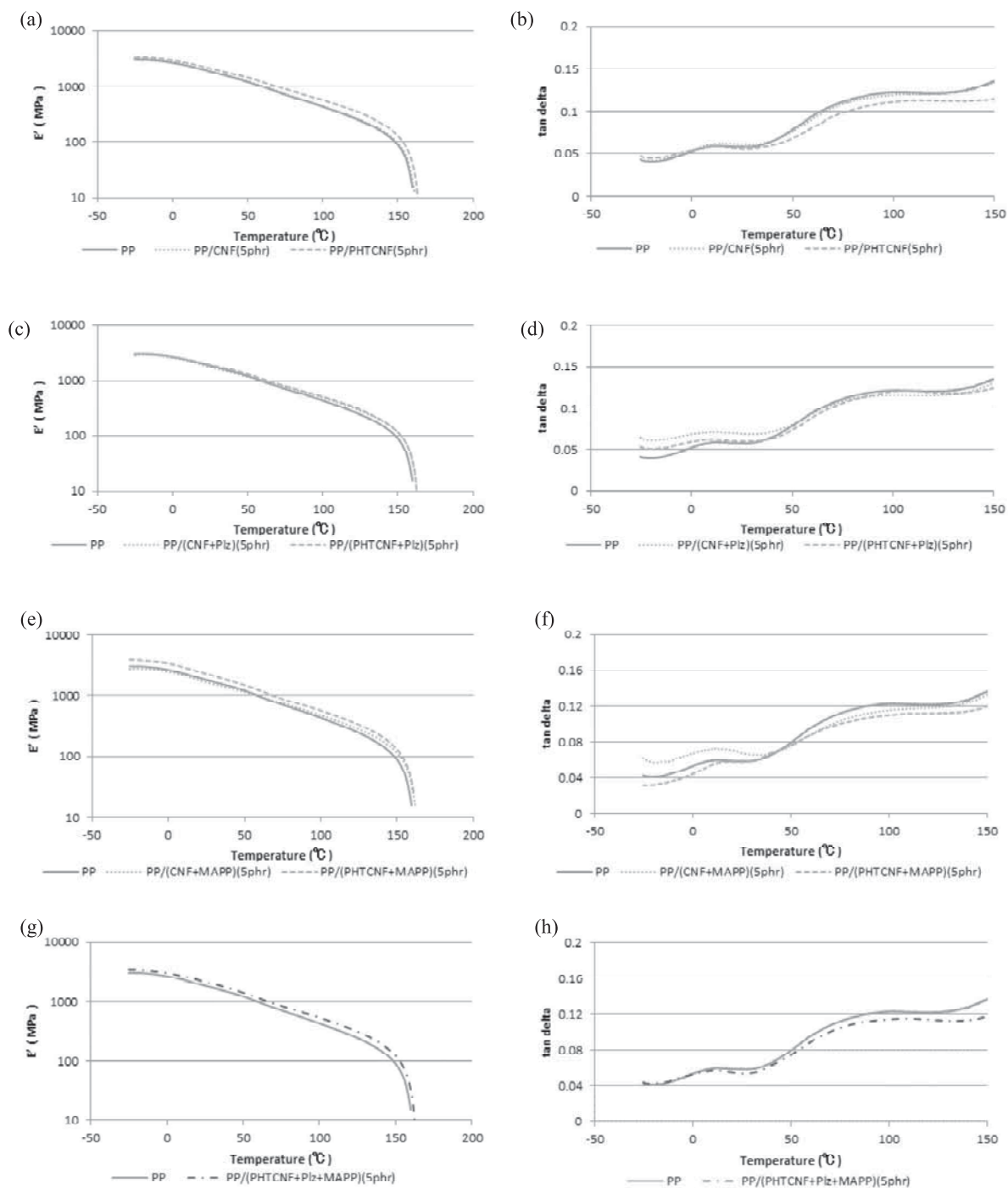


図8 PP複合材料のDMA測定結果 (a),(b)ナノファイバーのみ添加した複合材料の貯蔵剛性率およびtan δ (c),(d)添加剤を加えた複合材料の貯蔵剛性率およびtan δ (e),(f)MAPPを加えた複合材料の貯蔵剛性率およびtan δ (g),(h)添加剤およびMAPPを加えたPP/PHTCNF複合材料の貯蔵剛性率およびtan δ

3.6 PP/PHTCNF複合材料の動的粘弾性挙動について
CNFを5phr加えたときの複合材料のDMA測定結果を図8に示す。PPと比較して、CNFを添加した場合はPP単体と E' はほぼ変化しなかった。一方、PHTCNFを添加すると測定温度域にわたり E' が上昇しており、特に高温領域にかけてその効果が大きくなっていった。

次に可塑剤の効果を確認すると、 E' はCNF添加系およびPHTCNF添加系が同程度の値を示していた。 $\tan \delta$ を確認すると主分散のピーク幅が広がっていることから、可塑剤の効果が発現していることがわかる。またPHTCNF添加系については未添加よりも E' が低下していることから、PHTCNF添加系の方が可塑剤による軟化効果が大きいことが予想できる。

またMAPP添加の効果を確認すると、CNF添加系では可塑剤とMAPPで E' に大きな差は見られなかった。一方、PHTCNF添加系では T_g 以下の低温領域で E' が上昇していた。 T_g 以上の温度領域でもPHTCNF単体添加よりも E' が上昇していたことから、MAPP添加による物性向上が確認できた。

また、PHTCNFに可塑剤およびMAPPを加えた場合、 T_g 以下の温度領域における可塑剤の効果を打ち消しつつ、 T_g 以降の温度領域の補強効果を発現することがわかった。 E' の向上はMAPP単独添加よりも若干劣るが、変色抑制に加え、引張試験における伸びの改善効果を考えると添加した方が良いと考えられる。

4 まとめ

琵琶湖から回収した水草を用いてCNFの作製を試みた。機械処理により作製した結果、繊維幅が概ね100nm程度のCNFを作製することに成功した。また、機械処理により微細化が進むことを粘度測定および粒子径測定を通じ明らかにした。

水草由来CNFのモデルケースとして、市販のCNFを用い、フタル酸修飾したCNF (PHTCNF)を作製した。可塑剤と混合して乾燥することで、PP中での凝集を防ぎ、成形中の熱劣化による変色を回避することに成功した。一方で、複合材料としての強度の発現は十分で無いことから、さらなる改良を試みる必要がある。

参考文献

- 1) 京大大学生存圏研究所生物機能材料分野ホームページ (<http://www.rish.kyoto-u.ac.jp/labm/cnf>)
- 2) 首相官邸ホームページ (<https://www.kantei.go.jp/jp/sin-gi/keizaisaisei/kettei.html>)
- 3) 滋賀県ホームページ (<http://www.pref.shiga.lg.jp/d/saisei/files/mizukusa/riyou.html>)
- 4) 株式会社技術情報協会「動的粘弾性チャートの解釈事例集」(2016)

フロー式反応装置の作製とそれを用いた合成に関する研究(第1報) マイクロキシングバイアル型フローリアクタの試作と評価

中居 直浩*
NAKAI Naohiro

タンク型フローリアクタ(CSTR)は、フローリアクタとして主にマクロスケールで利用されている。本稿では、CSTRのマクロスケール版であるマイクロキシングバイアル型リアクタ(MMVR)を試作し、チューブ型リアクタとその攪拌性能をVilliermaux-Dushman反応を用いて評価した。その結果、試作したMMVRはチューブ型リアクタよりも攪拌性能が高いことが分かった。加えて、MMVRの攪拌性能は、チューブ型リアクタと比較して、流量変化に対して攪拌性能の変動が少ないことが分かった。

1 はじめに

化学反応装置には、回分式(バッチ式)と連続式(フロー式)があり、双方が化学製品の生産に利用されている。フロー式リアクタには、チューブ型とタンク型(CSTR)と2種類のタイプがあり、用途に応じて使い分けられている(図1)。

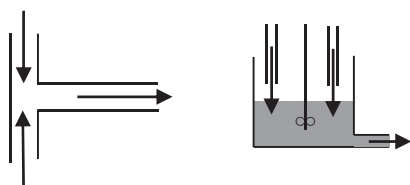


図1 チューブ型リアクタとタンク型リアクタ(CSTR)の模式図

近年、フロー式反応装置を微細化し、温度や濃度、反応時間を高精度に制御できるマイクロリアクタが注目されている。これまでマイクロリアクタは主に、チューブ型が検討されてきた。一方、マクロスケールCSTRの検討事例は少ない。しかしながら、マクロスケールCSTRは、原理的に流速と攪拌効率を独立に制御でき、閉塞しにくい、洗浄が容易といったチューブ型リアクタでは実現が困難な特長を持つと期待できる。

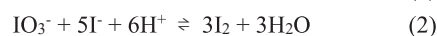
本報告では、マクロスケールCSTRをマイクロキシングバイアル型リアクタ(MMVR)と呼ぶこととする。本研究の目的は、MMVRやフロー式リアクタに関するノウハウを収集し、変化の激しい製造業界における中小企業支援につなげることである。具体的には、高い汎用性が期待されるMMVRを化学反応容器、後処理装置として利用できるか評価し、改良を加える中でノウハウを蓄積する。本報告では、前述のノウハウ収集の一環として、MMVRとチューブ型リアクタ、バッチ反応の各攪拌効率を比較し、MMVRの特徴を把握することを目的とする。

2 理論

2.1 攪拌効率の評価

マイクロリアクタによってどの程度の攪拌がなされているかを定量的に評価する手法にVilliermaux-Dushman反応¹⁻²⁾がある。塩酸水溶液(A溶液)とほう酸-水酸化ナトリウム-よう化カリウム-過よう素酸カリウム水溶液(B液)の2液を混合して、混合後の溶液の吸光度から攪拌の程度を評価する。これらの2液は、混合することで発色するが、攪拌強度が高いほど、発色が弱くなる。

以下では、化学平衡式を用いて、Villiermaux-Dushman反応の機構を説明する。攪拌が十分な場合、ほとんどのプロトンは瞬間的に反応が完結する中和反応(式1)で消費される。一方、攪拌が十分でない場合、中和反応で消費しきれなかったプロトンが、遅い反応である酸化還元反応によって消費される(式2)。その結果生成したI₂は、周囲のI⁻と反応する(式3)。生成したI₃⁻は、353 nmに吸収ピークを有する化学種であり、分光光度計にて定量が可能である。



攪拌の程度は、偏析係数Xを用いて行う。Xは、酸化還元反応で消費されたH⁺の比率をY、攪拌がゆっくりで全てのIO₃⁻が酸化還元で消費された場合のYをY_sとおくと、式4で合わせる。

$$X = \frac{Y}{Y_s} \quad (4)$$

このXが小さいほど、混合性能が高いと判断できる。なお、同一量のA液とB液を混合するとき、Y_sは式5、Yは式6のとおりである。

*有機材料係

$$Y_s = \frac{6[IO_3^-]_0}{6[IO_3^-]_0 + [H_2BO_3^-]_0} \quad (5)$$

$$Y = \frac{2([I_2^-] + [I_3^-])}{\frac{1}{2}[H^+]_0} \quad (6)$$

Yを求めるには、 I_3^- 、 I_2^- の濃度を求める必要がある。まず、 I_3^- の濃度は、式7を用いて吸光度から求めることができる²⁾。 I_3^- は、353 nmに吸光ピークを持つとされるが、今回、予備検討を行ったところ、352 nmに吸光ピークがあったので、本検討では352 nmの吸光度 ε_{352} を用いることにする。また、本検討では、光路長 l は10 mmである。また、文献³⁾から $\log \varepsilon_{353}$ (L/mol·cm)が4.42であることから、 $\varepsilon_{352} \approx \varepsilon_{353}$ と近似して式7を用いて計算する。

$$[I_3^-] = \frac{A}{\varepsilon_{352} \cdot l} \quad (7)$$

次に、Yを求めるために必要な I_2^- の濃度を求める。 I_2^- の濃度は、式8の物質収支と式3の平衡関係を表す式9から、 $[I^-]$ を消去すると、式10に示す $[I_2^-]$ の二次方程式が得られる。これを解くことで I_2^- の濃度が求められる。なお、 K は式3の平衡定数である。

$$[I^-] = [I^-]_0 - \frac{5}{3}([I_2^-] + [I_3^-]) - [I_3^-] \quad (8)$$

$$K = \frac{[I_3^-]}{[I_2^-][I^-]} \quad (9)$$

$$\frac{3}{5}[I_2^-]^2 - ([I^-]_0 - \frac{8}{3}[I_3^-])[I_2^-] + \frac{[I_3^-]}{K} = 0 \quad (10)$$

得られた X では、どの程度の攪拌がなされているのかを直感的に認識することは難しい。そこで、CommengéとFalkらが提案⁴⁾して、広く使われている完全混合までに必要な時間 t_m を用いる。

$$t_m = 0.33 \frac{A}{l} [H^+]^{-4.55} [KI]_0^{-1.5} [KIO_3]_0^{5.8} \times [NaOH]_0^{-2} [H_3BO_3]_0^{-2} \quad (11)$$

2.2 チューブ型リアクタとMMVRにおける攪拌モデル

Villiermaux-Dushman反応では、プロトンが中和反応か酸化還元反応によって消費される。このうち、酸化還元反応で消費された場合、352 nmに吸収を生じる I_3^- が生成する。そこで、攪拌モデルを作成するにあたり、プロトン濃度に注目して、チューブ型リアクタとMMVRの簡単なモデルを構築する。

まず、チューブ型リアクタとMMVRの構造の違いから、各液の濃度がどのように影響を受けるのかを検討した。図1

左図に示すチューブ型リアクタの場合、反応を無視すると2液が混合された直後のプロトン濃度 C_T は、式12で表せる。

$$C_T = \frac{1}{2}[H^+]_0 \quad (12)$$

一方、濃度 C_M のプロトンが満たされた体積 V のMMVRに、時間 Δt でプロトン濃度 $[H^+]_0$ とプロトン濃度 $[H^+]_B$ の溶液が流入し、濃度 C_M の溶液が排出されたとする。流入する2つの液は、それぞれタンク内にある液によって希釈される。その濃度 $C_{Transition}$ は、式13で表現できる。

$$C_{Transition} = \frac{([H^+]_0 + [H^+]_B - C_M)u\Delta t + C_M V}{V} \quad (13)$$

なお、B液のプロトン濃度は、A液のプロトン濃度と比較して、非常に小さいので、 $[H^+]_B \approx 0$ とおける。加えて、 C_M と $C_{Transition}$ 、 $[H^+]_0$ の関係は、プロトンが中和反応と酸化還元反応で消費されることを考慮すると式14になる。

$$C_C < C_{Transition} < \frac{1}{2}[H^+]_0 \quad (14)$$

よって、2つの液が混合されるとき、チューブ型リアクタのプロトン濃度よりも、MMVRのプロトン濃度が低いといえる。式2の酸化還元反応の反応速度は、 k_{Ox} を反応速度定数とすると

$$\frac{d[IO_3^-]}{dt} = k_{Ox}[I^-][IO_3^-][H^+]^2 \quad (15)$$

であるので、プロトン濃度が低くなれば、酸化還元反応が抑制されることが分かる。加えて、B液の $[I^-]$ 、 $[IO_3^-]$ の濃度もプロトン濃度と同様に希釈されて低下するため、より酸化還元反応が抑制される。

一方、流速に注目すると、チューブ型リアクタは、一般的に流速 u によって攪拌効率の影響を受けるとされる。一方、MMVRは u が大きくなることで、希釈倍率が少なくなるため、スターラーでの攪拌が十分でなければ、攪拌効率が低下すると予想される。

以上、チューブ型リアクタとMMVRは、以下の点が異なると想定できる。

(1) チューブ型リアクタは、2つの原液がぶつかることで攪拌を行うが、MMVRは2液がぶつかる前に希釈されるため、より希薄な条件での反応が可能であること。

(2) 流速に対する攪拌効率の応答がチューブ型リアクタとMMVRで異なると考えられ、チューブ型リアクタが適用できなかった用途への展開が期待できること。

3 装置・実験

3.1 実験装置のセットアップ

実験装置は、ポンプ2台、反応容器、検出器からなる(図2)。ポンプには島津製作所製液体クロマトグラフ用ポンプLC-10ADを用いた。MMVRの反応容器は、ラボランスクリ

ュー管 (No.6) に3本の1/16インチ外径で内径が1.0 mmのステンレス管を差し込んで作製した(図3)。攪拌のためスクリー管内部にスターラーバーを設置した。作製したMMVRは密閉されており、2液が導入された分だけ反応液が排出される。一方、チューブ型リアクタとして、T字型ミニチュアジョイント(アズワン製TP-2, 内径1mm)を用いた。検出器には島津製作所製分光光度計(島津製作所製分光光度計UV-3100PC)を用い、352 nmの吸光度をリアルタイムで測定した。フローセルは、アクリル樹脂製のディスパーザブルセルにセプタムと2本のシリンジ針を接続し、作製した(図4)。フローセルもMMVRと同様に密閉されており、液体が導入された量だけ排出される構造である。

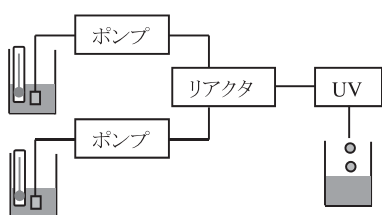


図2 実験装置の全体像

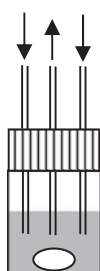


図3 MMVRの模式図

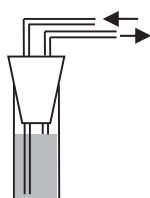


図4 フローセルの模式図

3.2 Villiermaux-Dushman反応

実際の試薬濃度は、渡邊らの報告¹⁾に記載のset3を参考にした。用いる酸は、青木らの報告⁵⁾に従い、塩酸とした。A液は、和光純薬製1 mol/L塩酸(20 mL, 20 mmol)を精製水で1Lに希釈して調製した。B液は、和光純薬製ほう酸(2.78g, 45.0 mmol)に和光純薬製1 mol/L水酸化ナトリウム水溶液(45 mL, 45 mmol)を加え完全に溶解させた。続いて、和光純薬製よう化カリウム(2.66 g, 16.0 mmol)、和光純薬製よう素酸カリウム(0.642g, 3.00 mmol)を加え、それぞれ完全に溶解させ、精製水にて1Lに希釈した。

A液、B液は、ポンプを用いて流量をそれぞれ1~9 mL/minとして、各リアクタに送液を行った。なお、A液とB液の流量は一致させた。MMVRの場合は、流量だけな

く攪拌速度も変化させた。核実験は、3回の繰り返し実験を行い、実験標準偏差をエラーバーとして表示した。温度は、実験時に記録して計算に反映させた。

なお、比較用としてバッチ式の攪拌性能の評価を行った。FALCON遠沈管(50 mL)にA液(3mL)を加え、ボルテックスミキサー(KMC-1300V)で攪拌し、一気にB液(3 mL)を加えた。上記に加え、ボルテックスミキサーで攪拌せずに、B液を壁につたわせて混合した場合と、容器中心に加えた場合について、同様に実験を行った。それぞれ5回の実験を行い、実験標準偏差をエラーバーとして表示した。

4 結果と考察

4.1 攪拌性能の評価

バッチ反応の攪拌時間 t_m を図に示す(図5)。ボルテックスミキサーを用いる場合と、用いない場合と比較して t_m が短くなることが分かった。加えて、ボルテックスミキサーで攪拌すると、それ以外のバッチ反応と比較して実験標準偏差が小さいことが分かった。これは、攪拌することで、濃度の偏りが少なくなったからと考えられる¹⁾。

次に、T字型ミニチュアジョイントとT字型ミニチュアジョイントの攪拌時間 t_m と流量の相関を示す(図6)。流量が大きくなるごとに、攪拌時間が短くなることが分かった。これは、一般的なマイクロリアクタでよくみられる傾向である。

一方、MMVRでスターラーの攪拌速度を最大にして、流量を変更して評価を行ったところ、流量と t_m に明確な相関関係が見られなかった。流量が4~6 mL/minの際に、 t_m が最大となっており、流速がこれより小さいとき、大きいときに t_m が小さくなった。以上から、MMVRにおける攪拌挙動は、チューブ型リアクタとは異なることが分かった。

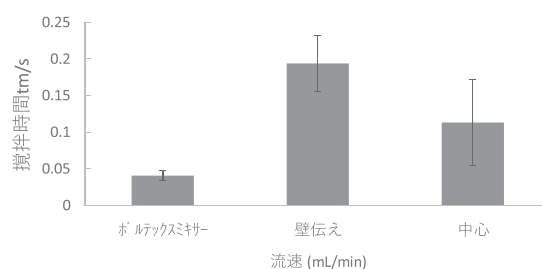


図5 バッチ反応の条件による攪拌性能の違い

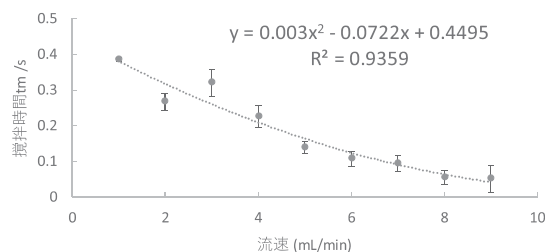


図6 T字型ミニチュアジョイントの攪拌時間 t_m と流速

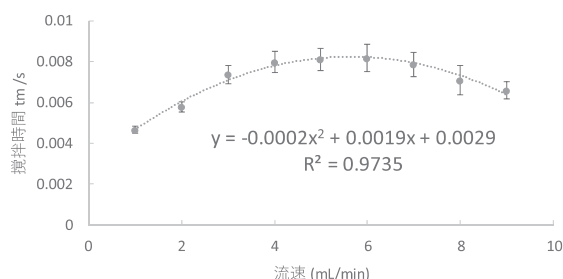


図7 MMVRでの完全攪拌時間 t_m と流速の関係

次に、2つのリアクタの違いを定量的に評価するため、数式によるモデル化を行った。 t_m を流速 u の2次関数と近似し、その u での偏微分を流速係数 Δ として式13、14と定義する。

$$t_m(u) = au^2 + bu + c \quad (13)$$

$$\Delta(u) = \frac{\delta t_m(u)}{\delta u} = 2au + b \quad (14)$$

Excel2016を用いて2次関数として近似したところ、図6、7に示す式が得られた。T字型ミニチュアジョイントの場合、 t_m の最大の傾きは $\Delta = -0.066$ であった。一方、MMVRの場合、 t_m の最大の傾きは $\Delta = 0.0015$ であった。以上から、流速 u が攪拌性能に与える影響は、相対的にMMVRの方が少なく、T字型ミニチュアジョイントが大きいといえる。さらに、定量的に表現するため、2つの絶対値の比をとると、 $0.066 / 0.0015 = 44$ と、約1/40と見積もれた。この結果から、MMVRの攪拌性能は、流速の影響を受けにくいといえる。よって、脈流が発生するポンプでもMMVRであれば、使用に耐えると期待できる。

続いて、MMVRでスターラーの攪拌速度を変更したところ、図8のような挙動を示した。 t_m は、回転目盛りを上げると低下していき、およそ5目盛り目以上では、ほぼ一定となった。実験標準偏差に注目すると、回転目盛りが大きくなるほど、実験標準偏差が減少したことが分かった。これは、攪拌が激しくなることで、濃度の偏りが少なくなり、測定結果のばらつきが減少したと考えられる。

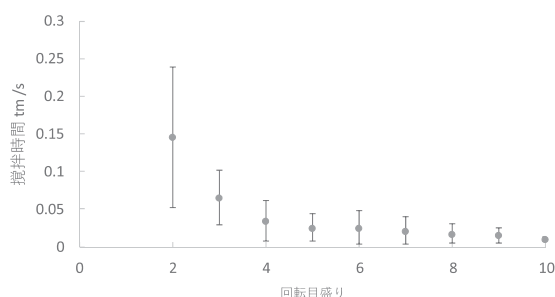


図8 MMVRでの完全攪拌時間 t_m と回転目盛りの関係

以上から、攪拌時間 t_m の観点から、バッチ式、チューブ型リアクタ、MMVRを比較すると、本検討における最高の攪拌性能は、

$$\text{バッチ式} < \text{チューブ型リアクタ} < \text{MMVR}$$

であることが分かった。

5 まとめ

本検討では、バッチ反応、T字ミニチュアジョイント、MMVRの攪拌性能をVillermaux-Dushman反応を用いて評価した。その結果、以下のことが分かった。

- (1) 本検討における攪拌性能は、
バッチ反応 < チューブ型リアクタ < MMVR
であった。特にMMVRでは、2液が混合される前の希釈によって、攪拌効率が高くなった。
- (2) 供給される流体の流速によって攪拌性能が影響する程度は、チューブ型ジョイントと比較してCSTRで約1/40であった。
- (3) MMVRの攪拌性能は、内部のスターラーの回転速度に影響を受け、一定値以上で攪拌性能はほぼ一定となった。加えて、測定結果のばらつきは、回転速度が高くなるほど小さくなった。

参考

1. Satoshi Watanabe, Shuji Ohsaki, Akiko Fukuta, Tatsuya Hanafusa, Kento Takada, Hideki Tanaka, Taisuke Maki, Kazuhiro Mae, Minoru T. Miyahara; J. Soc. Powder Technol., Japan, 2015, 52, 382-389.
2. V. Hessel, A. Renken, J. C. Schouten, J. Yoshida; Micro Process Engineering vol.1, Willey-VCH, 2009, 162-164.
3. 日本化学会編; 化学便覧基礎編II, 改訂5版, 2004, 749.
4. 牧泰輔; 高速反応を制御するマイクロデバイスの選択と設計, マイクロプロセス最前線シリーズ -業界の変革と挑戦を促すための共有と交流の場-, 2017/10/31講演資料
5. 青木 宣明; マイクロ流体セグメント混合に基づいた反応設計・操作論に関する研究, 京都大学学術リポジトリ, 2006.

信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発(第3報)

西尾隆臣*
NISHIO Takatomi*

高畑宏亮*
TAKAHATA Hiroaki*

山内美香*
YAMAUCHI Mika*

植西寛*
UENISHI Hiroshi*

神屋道也*
KAMIYA Michinari*

宮本ルリ子**
MIYAMOTO Ruriko**

要旨 近年は日本食の世界遺産登録、海外における盆栽の流行など、和風文化に対する評価が高まりつつあり、外国人観光客の多くが日本庭園を訪れている。このような動向をふまえ、本研究は信楽焼産地が得意とする屋外用陶器や多孔質・透光性陶器の技術を生かした坪庭用資材の開発を目指す。そして、建物の外構や前庭、屋上、室内のすき間空間を信楽焼で構成された坪庭で彩ることを提案する。

はじめに

本研究は平成27～29年度にわたり実施し、本年度は3年目である。過去に実施した屋上緑化・多孔質陶器・透光性陶器の研究により蓄積してきた素材と技術を生かした和風モダンな坪庭用資材を開発することを目的としている。

具体的には、苔の生育に適した陶器の開発、陶器製飛び石、水やりを軽減する陶器、信楽透器製灯籠を開発することを目標としている。

1 苔ブロック

苔や色々な植物を植えることができるブロック形の植栽容器を試作した。ブロック前面に苔、上部にその他の植物を植えることができる。多孔質陶板を土と苔の間に入れることで苔の植わっているブロックの前面に水分が染み出す構造になっている。

複数個組み合わせて使うことにより空間を区切ることができる。苔で模様を描くようなデザインをおこなった。現在、苔の生育状況を経過観察中である。

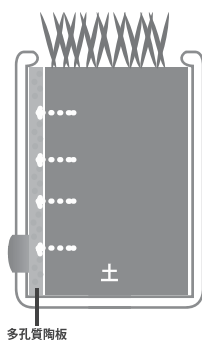


図1 苔ブロックの断面図



図2 苔ブロック

2 信楽透器による坪庭用あかり

信楽透器の押し出し成形によるあかりの提案を行った。土台を苔ブロックと同じ形状にし、組み合わせて坪庭空間をつくることことができる。並べて置くことで、間仕切りや目隠しのように使うことも可能である。



図3 苔ブロックとあかりの組み合わせ

*陶磁器デザイン係

**同嘱託職員

3 矩庭

信楽焼の代表的製品である傘立ての製造技術を活かした坪庭用資材の提案を行った。

設置スペースに応じた自由度の高い組み合わせが可能であり、用途に合わせ、低吸水、多孔質等の機能も付与できる。



図4 矩庭

4 植木鉢と角型タイルのセット

この植木鉢は多孔質素材でできており、鉢の底から水を吸い上げることで水遣いの回数を低減することができる。また、鉢の下に敷かれている角型タイルは水受け皿を兼ねており、吸水率の低い素地を使用している。



図5 植木鉢と角型タイルのセット



図6 植木鉢と角型タイルの断面図

5 多孔質陶土を利用した 陶苔玉

苔や植物への水の供給が自動で行えるように設計した陶製苔玉の提案である。

多孔質素材を使うことにより、底に仕掛けた水鉢、あるいは、地面に直接本体を埋めることにより、自動的に水を含むようになっている。また、坪庭のさまざまな場面で応用できるよう有機的な形状とした。



図7 陶苔玉



図8 陶苔玉の水の動き

6-1 多孔質素材を利用した縁石陶器

陶土に造孔材を混ぜ込み、土練機による押し成形により成形し、サイズや模様を自由に組み合わせ、坪庭の境目などに使える縁石を提案した。



図9 縁石陶器

6-2 多孔質素材を利用した庭石陶器

陶土に造孔材を混ぜ込み、手びねりで作り、釉薬の掛け分けをした。

多孔質陶器の表面が、下部容器の水を毛細管現象により徐々に陶器上部に送る。水を気化させることにより、周りを加湿や冷却させることが可能である。



図 10 庭石陶器

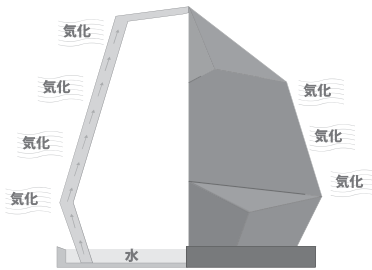


図 11 庭石陶器の水の動き

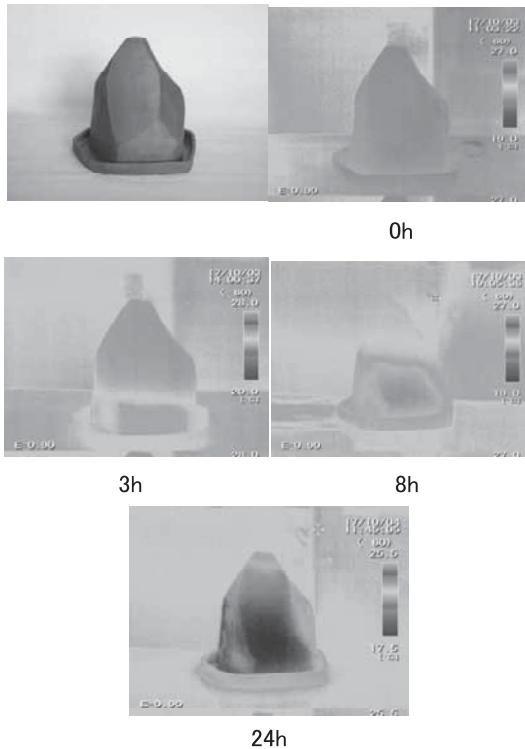


図 12 庭石陶器を水に浸したのちの温度変化

7 試験場展

下記の内容で試作展を開催した。

期間:平成29年10月7日～11月5日

場所:滋賀県立陶芸の森 産業展示館

アドバイザー:元京都女子大学教授 出井豊二氏



図13 試験場展の会場の様子

8 まとめ

平成27年、28年に苔の生育に適した陶器の開発、陶器製飛び石、水やりを軽減する陶器、信楽透器製灯籠の開発を行い最終年度となる平成29年度には組み合わせによる坪庭の展開を中心に開発を行った。平成30年度より開始する「信楽焼坪庭製品の市場開拓に向けた開発研究」によりさらに技術移転を進める予定である。

参考文献等

1. 滋賀県特許4976010 多孔表面陶磁器
2. 滋賀県特許5352035 透光性陶磁器用練り土及び透光製陶磁器 滋賀県商標5351665 信楽透器

薪窯の窯変に関する研究（第2報）

— Soda Firing 試験 —

川澄 一司* 植西 寛**
KAWASUMI Kazushi UENISHI Hiroshi

要旨 信楽陶器工業協同組合員を対象とした平成 29 年の生産実態調査結果を分析すると、各事業所の生産高を従業員数で割った値、すなわち従業員一人当たりの生産性は、従業員数が多い工場よりも、付加価値が高い品物を製造している少人数の窯元の方が高い傾向が見られた。植木鉢の全盛期に高い生産性を示した量産型工場から、特色のある品物を作る小規模な事業所に趨勢が変化しているものと思われる。そのような状況を踏まえ、信楽焼ならではの窯変を発現させることができる小型の薪窯の研究を実施した。

1 はじめに

信楽の薪窯は地下式・半地下式穴窯、連房式登り窯、地上式穴窯という流れで変遷した。17 世紀から 1960 年代にかけての登り窯はおもに施釉陶器の焼成に用いられた。信楽町長野地区においては茶壺・火鉢等の大物陶器を立ちざやの上に積み、勅旨・神山地区等においては飲食器・神仏具等の小物陶器をさや鉢に詰めることにより薪の灰が品物に降り掛かることを防いだ。1960 年代には中世の信楽焼が評価されるようになり、無釉の品物を登り窯の立ちざやの隙間に置き火色を得る陶工¹⁾が現れた。1970 年頃には陶芸家²⁾たちが地上式の穴窯を築き始め、ビードロ・コゲなどの窯変が得られるようになった。同時期に火鉢の生産が激減すると登り窯は化石燃料を熱源とする平地窯に置換され、素地上に火色釉・ビードロ釉を施しガス窯により焼成する小物陶器が作られるようになった。

地上式穴窯は焼成に数日間を要するため一人で焚くことは困難である。火色やビードロを釉薬により再現した器は作為的であり高い付加価値が得られない。そこで 1990 年代初頭より当試験場では一日で焚ける小型のイッテコイ窯を信楽の第四の薪窯と位置づけ、試験焼成と普及に努めてきた。「薪窯の窯変に関する研究」(第 1 報)においては最高温度まで灯油バーナにより昇温してからスギ間伐材を投入することにより窯変を得る方法と、焼成中の窯の中に塩基の泥漿を流し込む Soda Firing について報告した。(第 2 報)においては別の方法による Soda Firing について言及する。

2 実験方法

2.1 概要

焼成には SK32 の耐火レンガをイギリス積みした 0.25m³ のイッテコイ窯を用いた。焼成方法は(第 1 報)と同様である。すなわち焼成の初期においては廃材を焚きバーナタイルを加熱し、その後 1250℃まで灯油バーナにより昇温し、スギ間伐材の投入後、Soda Firing を実施した。

第 1 報においては豪州の Gail Nichols の調査³⁾による塩基 1kg を泥漿状にして窯の上部から燃焼室と焼成室の間に流し込む方法をとった。しかしこの方法では泥漿の投入孔近くの品物には魚々子紋状の白斑等の独特の窯変が発現したが、三分の二ほどの品物には明瞭な窯変が現れなかった。

2.2 塩基の調合と加え方

Gail Nichols は炭酸ナトリウムと炭酸水素ナトリウムを混合したが、今回はそれらの精製前の状態であるセスキ炭酸ナトリウムを用いた。セスキ炭酸ナトリウムには炭酸ナトリウムと炭酸水素ナトリウムがおよそ 1 対 1 の比で含まれている。また木灰や釉薬の組成に近づけるため炭酸カリウムを加えた。さらに投入量を第 1 報の 2 倍の 2kg とした。

塩基は泥漿として流し込むのではなく、水で湿らせてから食品用ラップフィルムで包み握り飯状にしたもの 8 個を溝形鋼 (C-100×50×5×7.5) の窪みに乗せ、窯の側面の穴から燃焼室と焼成室の中間部に挿入した。

*セラミック材料係 **陶磁器デザイン係

表 1 塩基の調合 (Wt%)

	第 1 報	第 2 報
炭酸カルシウム	50	50
炭酸ナトリウム	20	
炭酸水素ナトリウム	30	
セスキ炭酸ナトリウム		40
炭酸カリウム		10
粉体重量計	1kg	2kg



図 1 試験に用いたイッテコイ窯
炉壁の左に見える穴から塩基を乗せた溝形鋼を挿入

2.3 塩基を加えたときの状態

塩基を泥漿状にして流し込んだ際には、煙突から 1 分間ほどナトリウムの黄色い炎が吹き上がった。しかし溝形鋼を挿入する方法では煙突の排気に変化は見られず、溝形鋼の挿入孔から内部を覗くと、飴状に溶けた塩基から黄白色の火花が生じ、燃焼ガスとともに焼成室全体に飛び散る様子が 40 分間ほど観察された。



図 2 燃焼室と焼成室の間に渡した溝形鋼

3 結果と考察

穴窯用の素地⁴⁾で作られた一部の品物には火色やビードロが見られたが、ほとんどの品物に並白釉を厚く施したような光沢が生じた。あだ光とも言える状態

となった理由は塩基の量が多過ぎたためであろう。溝形鋼を利用する方法では数十分間にわたり焼成室全体に塩基が拡散するため少量の塩基により窯変が得られるものと考えられる。また、炭酸カリウムを加えたことによりガラス化が容易に進んだことも原因であろう。なお、使用後の溝形鋼には部分的に穴が開いた。また、カルシウムの白い残留物も見られた。

今後は炭酸カルシウムとセスキ炭酸ナトリウムが半々程度の安価な調合により **Soda Firing** 試験を実施する。また、溝形鋼の上に耐火度が高い容器を置き、その中に塩基を入れる方法も検討すべきであろう。

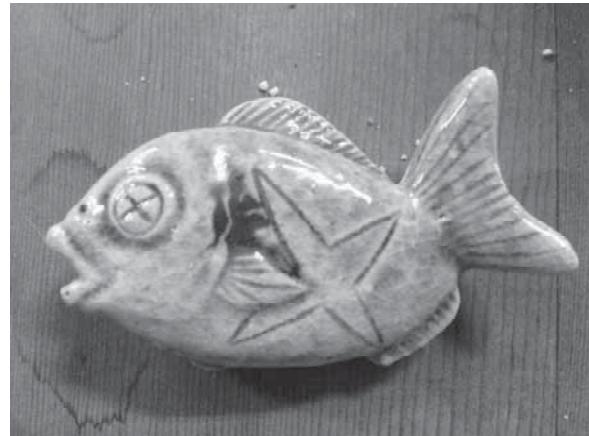


図 3 並白釉のような光沢

-
- 1) 第四代高橋楽斎など
 - 2) 古谷道生など
 - 3) "Soda, Clay and Fire" Gail Nichols. 2006
 - 4) 信楽陶器工業協同組合「大原土」

炭素材料の高純度化に関する研究（第3報）

安達 智彦*
ADACHI Tomohiko

佐々木 宗生**
SASAKI Muneo

山本 和弘*
YAMAMOTO Kazuhiro

要旨 リチウムイオン電池やリチウムイオンキャパシタなどの蓄電デバイスの利用は、今後も急速に拡大すると予想されている。そこで将来の安定供給のためにも、これらのデバイスに使用される素材を低コストで安定的に大量生産する技術の確立が急がれている。本研究では、電極材料として使用される代表的な炭素材料であるヤシ殻活性炭を対象とし、天然由来の品質のばらつきを安定化（高純度化技術）させ、大量生産に向けた技術の確立を目指した。

本報告では、ヤシ殻炭中で酸洗浄でもアルカリ洗浄でも十分に除去できない不純物元素（ケイ素、アルミニウム）を除去するために、新たに高圧アルカリ洗浄なる方法を開発し、不純物の洗浄と除去を試みた。その結果、高圧アルカリ洗浄を用いることで、ヤシ殻活性炭からケイ素やアルミニウムをほぼ完全に除去できることが分かった。

1 はじめに

電池の大容量化と普及拡大に伴い、電池を構成する素材についても需要が急増している。こうした素材の中には工業的に量産できない天然由来の原料も数多くあり、急増する需要に供給が追いつかないことが問題となっている。キャパシタにおいては、電極材料として使用される活性炭がそうした材料の代表として挙げられる。活性炭はヤシ殻や石油ピッチなど様々な原料から製造されるが、キャパシタ用として使用するには比表面積が大きいこと、高純度なこと、品質が安定していることなどの制約がある。そのため天然由来の活性炭では、急増する需要に対応しにくい。

本研究では、流通量が多いが不純物元素を多く含む低品位な活性炭に着目し、化学処理で高純度化し電極材料として利用することを検討した。

前々報¹⁾では、ヤシ殻活性炭に含まれる不純物は、多い順にケイ素 (Si)、アルミニウム (Al)、カルシウム (Ca)、鉄 (Fe)、マグネシウム (Mg) などであり、地殻中の元素構成比と似ていることからこれらは土壌から吸収された元素であることが推測された。また、これらの不純物元素のうち、Ca、Fe、Mg を除去するには、塩酸による洗浄が有効であることを明らかにした。そして塩酸洗浄における最適条件を検討した結果、Ca や Mg は薄い塩酸でも短時間で除去できること、Fe は洗浄温度や時間、塩酸濃度などの洗浄条件を最適化しなければならないこと、Si と Al が塩酸では除去できないことが分かった。

そこで前報²⁾では、ヤシ殻炭から安全かつ低コストで Si と Al を洗浄除去する方法について検討した。そ

の結果、水酸化ナトリウム水溶液による洗浄（以降、アルカリ洗浄と略）を採用することで、Si および Al を微量ながら除去できることを明らかにした。また、これら元素の除去は、処理温度が高いほど、処理時間が長いほど多く除去できるが、完全に除去するまでには至らないことも分かった。

そこで本研究では、より効率的に Si と Al を洗浄・除去するため、耐圧容器を用いた「高圧アルカリ洗浄」なる洗浄方法を試みた。この方法は、圧力容器内に活性炭とアルカリ溶液を入れて密封し、容器ごと加熱することで容器内を高温・高圧なアルカリ溶液の環境にするものである。こうした環境下では、Si や Al のアルカリ溶液への溶解度が大気圧下とは異なるために、洗浄・除去の効果が高くなることが期待できる。そして各種パラメーターを変えて実験を行い、最適な洗浄条件について検討を行った。

2 実験方法

2.1 ヤシ殻炭

本研究の目的は不純物を多く含む低品質な活性炭から不純物を洗浄・除去して高純度な活性炭を得ることである。洗浄・除去の効果をわかりやすくするためには、洗浄対象となる材料に不純物を多く含むことが望ましい。そこで本実験では、低品質な活性炭に代わり賦活前の不純物の多いヤシ殻炭を用いて、洗浄・除去の実験を実施した。なお、これまでの研究で、賦活前のヤシ殻炭中の不純物元素 Si、Al、Ca、Fe、Mg の含有量はそれぞれ 37.8、2.7、1.4、0.77、0.40%であった。

2.2 高圧アルカリ洗浄

図 1 に、本研究で使用した耐圧容器（耐圧硝子工

* セラミック材料係

** 東北部工業技術センター 金属材料係

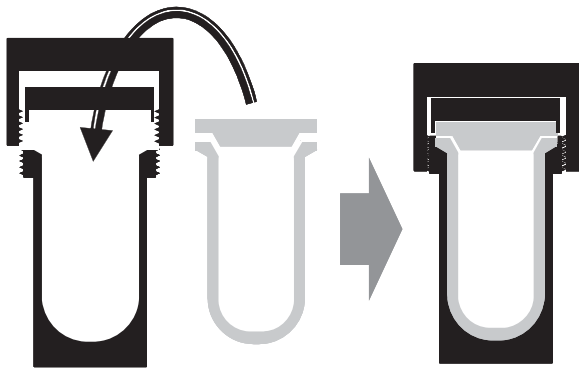


図1：耐圧容器の模式図（黒：ステンレス製耐圧ジャケット、グレー：フッ素樹脂製反応容器）

業株式会社、テフロン内筒型密閉容器、型式 TAF-SR50) の模式図を示す。この容量 50mL のテフロン製内筒中に 0.25g のヤシ殻炭粉末と 4N 水酸化ナトリウム水溶液 25mL を入れてテフロン製の内蓋をした後、ステンレス製耐圧ジャケットにより密封する。この耐圧容器ごと所定の温度 (70~210°C) に設定した乾燥機に入れ、所定の時間 (1~25 時間) だけ加熱処理を実施した。なお加熱中の攪拌は実施しなかった。熱処理後、乾燥機から耐圧容器を取り出して自然放冷により冷却し、十分に冷却されてからテフロン製内筒容器中のアルカリ溶液を 50mL の遠沈管に取り出した。テフロン製内筒を超純水により共洗いし、最終的に遠沈管の液量が 40mL となるように共洗い液も遠沈管に移し入れた。この遠沈管を 3000rpm で 10 分間の遠心分離にかけ、上澄液 A (わずかにヤシ殻炭を含む) と沈殿 a (ヤシ殻炭) に分離した。

沈殿を洗浄するために、この沈殿 a に超純水 25mL を加えて攪拌したのち、再び 3000rpm で 10 分間の遠心分離にかけ、上澄液 B と沈殿 b に分離した (水洗)。この水洗手順を合計 3 回実施して出てきた上澄液 B (3 回分) と最初の上澄液 A を足し合わせて上澄液 C を得た。なお上澄液 C 中には、微量ではあるがヤシ殻炭の微粉末の懸濁が認められた。そこで、ろ紙によるろ過を行って微粉末を除去したろ液 D について Si および Al の定量を実施した。

ICP 発光分光分析装置では、チャンバーやトーチに石英を使用しているために、強アルカリ性の溶液をそのまま測定に使用すると、Si を正しく定量することはできない。そこで、ろ液 D を超純水で希釈した後、塩酸と過酸化水素水を加えて pH を酸性側に調整して測定に供した。定量の精度を上げるために、測定は検量線法を採用し、検量線測定用溶液中の水酸化ナトリウムと塩酸、過酸化水素の濃度を試料と同じ濃度にするマトリックスマッチングを実施した。

2.3 酸洗浄

高圧アルカリ洗浄の結果を受けて、最も Si と Al を除去できた一部のサンプルに対して、他の不純物元素も除去する目的で塩酸による酸洗浄と水洗を実施し

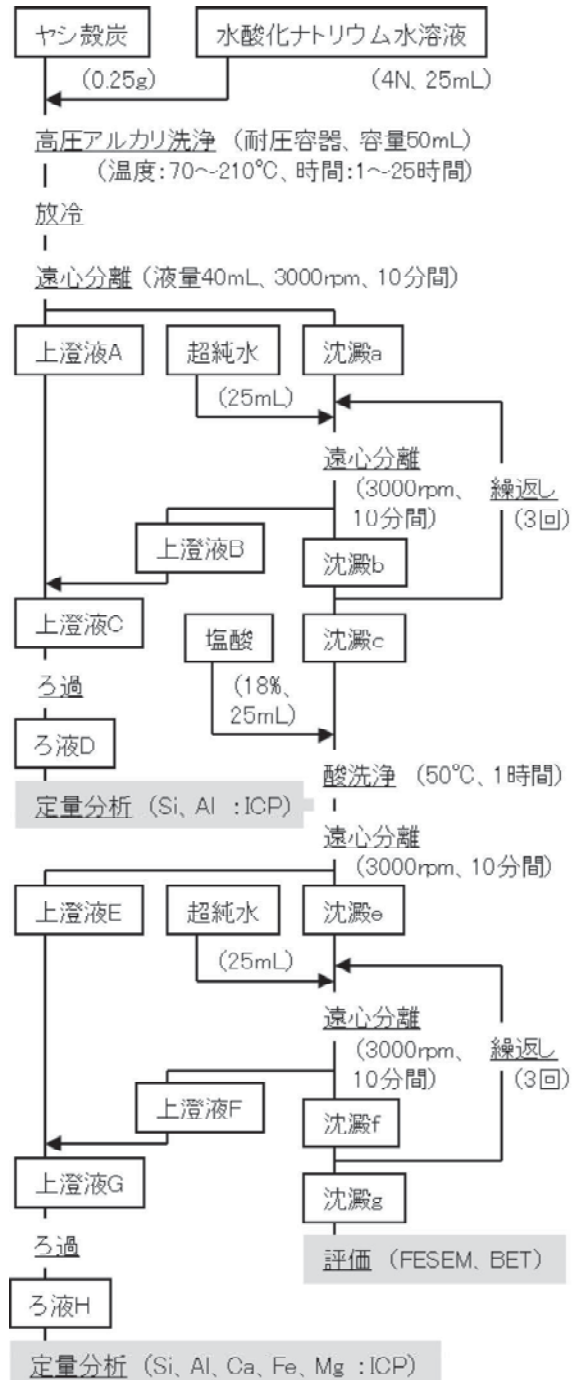


図2：ヤシ殻炭の高圧アルカリ洗浄および酸洗浄のフローチャート

た。

手順は、高圧アルカリ洗浄と 3 回の水洗を実施した沈殿 c (ヤシ殻炭) に 18%塩酸 (濃塩酸 35%と超純水を 1:1 で希釈して作製) 25mL を加え、50°C で湯煎しながら 1 時間の酸洗浄を行った。その後、3000rpm の遠心分離で上澄液 E と沈殿 e に分離したのち、沈殿 e を 2.2 項で記述した水洗手順と同じ手順で水洗した。3 回の水洗で得られた上澄液 F (3 回分) と最初の上澄液 E を足し合わせて上澄液 G を得た。なお上澄液 G 中にも、微量ではあるがヤシ殻炭の微粉末

の懸濁が認められた。そこで、ろ紙によるろ過を行って微粉末を除去したろ液 H について含まれる不純物元素 (Si、Al、Ca、Fe、Mg) の定量を実施した。このろ液 H は酸性溶液のため 2.2 項で実施した pH 調整は行わなかった。なお定量は検量線法を採用し、検量線測定用溶液中の塩酸濃度を試料と同じ濃度にするマトリックスマッチングを実施した。

また水洗を 3 回実施した後の沈殿 g (ヤシ殻炭) についても物性評価を実施した。

2.4 洗浄後のヤシ殻炭の評価

高压アルカリ洗浄と水洗 (3 回)、続いて酸洗浄と水洗 (3 回) を実施した後の沈殿 g (ヤシ殻炭) が、洗浄によって変化したかについて評価した。

評価は、BET 比表面積 (ガス吸着装置: Quantacrome Instruments、AUTOSORB-1-C/VP) の測定により実施した。

3 結果と考察

3.1 高压アルカリ洗浄の評価

ヤシ殻炭中の不純物の洗浄・除去の効果を評価するにあたり、本研究では次式で示す「洗浄度 (%)」を評価指標として採用した。この洗浄度とは、特定の 1 元素について洗浄・除去された量 (すなわち洗浄液中の含有量) を、ヤシ殻炭中に含まれるその元素の含有量で割った値を 100 分率で表示したものである。この洗浄度が高いほど、ヤシ殻炭中の不純物元素が効率よく洗浄・除去されていることを示している。以降、この洗浄度を用いて評価を行う。

$$\text{洗浄度}(\%) = \frac{\text{洗浄液中の含有量}}{\text{ヤシ殻炭中の含有量}} \times 100$$

3.2 高压アルカリ洗浄の効果

(1) Si の洗浄・除去

図 3 に、高压アルカリ洗浄の洗浄パラメーターのうち洗浄温度と洗浄時間を変えた時の Si の洗浄結果を示す。70~210℃までのそれぞれの処理温度に対して、横軸に洗浄時間 (時間) を、縦軸に前述の Si の洗浄度 (%) を示す。

洗浄温度が 110℃以下の低温の場合、洗浄度はほぼ時間に比例して高くなる傾向が見られた。一方、130℃以上の条件では、洗浄時間 6 時間で洗浄度が 90% 以上の値で飽和し、とりわけ 170℃以上では 3 時間で洗浄度が 90% 以上の値で飽和する現象が見られた。このことから、ヤシ殻炭中の Si は高温、長時間ほどよく洗浄・除去されることを示している。加えて、洗浄度が 90% 以上を示していることから、高压アルカリ洗浄によって不純物として含有する Si のほぼ全量を極めて効率的に除去できることが示唆された。なお最も効率的に Si を除去できる洗浄条件は、170℃で 3 時間であることが分かった。

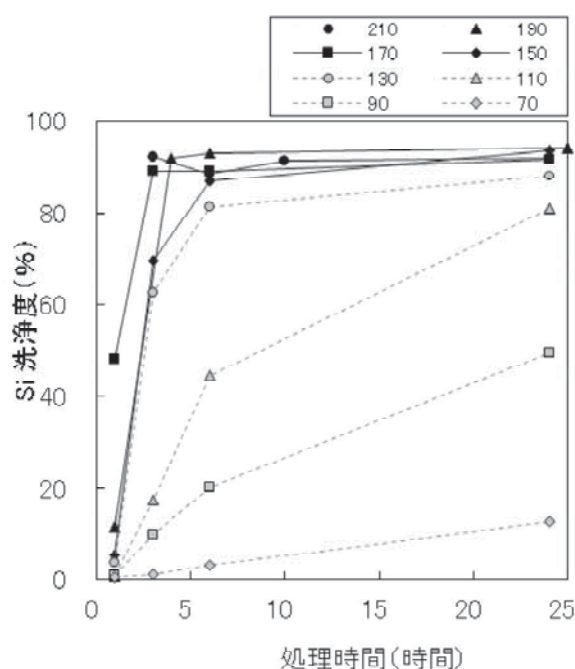


図 3: 高压アルカリ洗浄において洗浄温度と洗浄時間を変えた時の Si の洗浄度 (%) の変化

(2) Al の洗浄・除去

図 4 に、高压アルカリ洗浄の洗浄パラメーターのうち洗浄温度と洗浄時間を変えた時の Al の洗浄結果を示す。70~210℃までのそれぞれの処理温度に対して、横軸に洗浄時間 (時間) を、縦軸に前述の Al の洗浄度 (%) を示す。

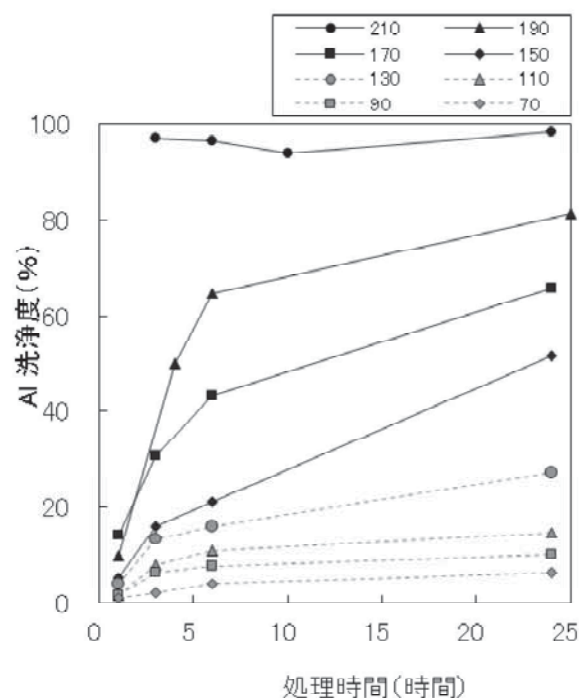


図 4: 高压アルカリ洗浄において洗浄温度と洗浄時間を変えた時の Al の洗浄度 (%) の変化

洗浄温度が 190℃までは、洗浄度は時間に比例して徐々に高くなるものの 24 時間程度で一定の洗浄度で飽和する傾向が見られた。一方で 210℃の条件のみ他の温度とは異なり、わずか 3 時間の洗浄時間で洗浄度が 95%以上の値を示した。このことから 190~210℃の間で AI がアルカリ溶液に極めてよく溶解する現象が起こっているものと推察できる。ヤシ殻炭中の AI のほぼ全量を除去するには、少なくとも 210℃という処理温度を必要とすることが分かった。なお最も効率的に AI 除去できる洗浄条件は、210℃で 3 時間であることが分かった。

3.3 不純物元素の除去

3.2 項の結果より、210℃以上の洗浄温度であれば、ヤシ殻炭中の Si および AI をほぼ完全に除去できることが分かった。一方でアルカリ溶液では、Si と AI 以外の不純物 (Ca、Fe、Mg) を除去できないことから、高圧アルカリ洗浄後の沈殿 c (ヤシ殻炭) に対して酸洗浄と水洗を実施 (手順は 2.2 項を参照) し、どれだけの不純物を除去できるかについて検討した。高圧アルカリ洗浄とその後の水洗 3 回 (①)、酸洗浄とその後の水洗 3 回 (②) で除去された各元素の洗浄度の合計 (③=①+②)、ならびに洗浄前のヤシ殻炭中の不純物元素の含有量 (④) を表 1 に示す。そして含有する不純物元素量のうちのどれだけが除去されたかを除去割合 (⑤=③/④×100%) として示す。

表 1: ヤシ殻炭中の不純物含有量と洗浄量

	① 高圧アルカリ 洗浄+ 水洗3回	② 酸洗浄 + 水洗3回	③ 全洗浄量	④ 含有量	⑤ 除去割合
Si	34.66	0.56	35.22	37.84	93
Al	2.62	0.37	2.99	2.67	112
Ca	0.03	0.64	0.67	1.37	49
Fe	0.06	0.51	0.57	0.77	74
Mg	0.09	0.22	0.32	0.40	79
計	37.46	2.30	39.77	43.05	92

この結果より、ヤシ殻炭中に約 38%と極めて多く含有する Si のうち 93%までを除去できることが分かった。また AI については 112%と含有量以上の AI を除去する結果となった。ただし、これはヤシ殻炭の不純物元素の偏りにより偶然 AI の多い部分を洗浄したに過ぎず、いずれにせよほとんどの AI を除去できるものと考えられる。酸洗浄により除去できる元素の除去がそれほど高くない理由は、今回採用した酸洗浄の条件の最適化がなされていないためであり、より高温で高濃度の塩酸を使用することで改善できるものと考えられる。なお分析した不純物の合計に対しての除去割合は 92%となっている。

3.4 ヤシ殻炭の組織、物性

以上の結果から、ヤシ殻炭から 90%を超える不純物元素を効率的に洗浄・除去できることが分かったが、洗浄後のヤシ殻炭の特性について、BET 比表面積を測定することで検討した。

表 2 に洗浄前後のヤシ殻炭の BET 比表面積の値を示す。参考として、2 種類の活性炭 (α 、 β と記載) について、高圧アルカリ洗浄と塩酸洗浄を行った前後の BET 比表面積についても評価したので、その値を示す。

表 2: 洗浄前後のヤシ殻炭の BET 比表面積

	BET 比表面積 (m ² /g)		
	洗浄前	洗浄後	増減
ヤシ殻炭	11	140	+130
ヤシ殻 活性炭 α	1590	1750	+160
ヤシ殻 活性炭 β	1690	1780	+90

洗浄前のヤシ殻炭の比表面積は 11m²/g と極めて小さく、一般的な活性炭の 100 分の 1 程度であることが分かった。これはヤシ殻炭が活性炭に必要な賦活化処理がなされていないことに起因している。一方、このヤシ殻炭を高圧アルカリ洗浄と酸洗浄すると、その比表面積は 140m²/g に増えた。ヤシ殻炭の表面および内部から不純物元素が洗浄・除去されたことにより新たに空隙が生まれたものであると推察できる。なお賦活化処理がなされている 2 種類の活性炭についても、高圧アルカリ洗浄と酸洗浄を行う前後で、比表面積は 1590m²/g→1750m²/g、1690m²/g→1780m²/g となり、不純物が除去されることにより比表面積が 100 m²/g 程度増えることが分かった。

4 まとめ

ヤシ殻活性炭のように天然資源から作られた素材は、生産地や生産年、極端に言えば個々の椰子の実によっても含まれる不純物元素や含有量が異なる。こういった材料を大量生産が必要な工業製品の原料として使用する場合は、材料の品質を一定の範囲内に安定させることが不可欠である。本研究では、ヤシ殻活性炭に含まれる不純物元素に着目して、高圧アルカリ洗浄によって不純物 (特にケイ素とアルミニウム) を除去する方法について、評価を行なった。

まず、本研究で用いた「高圧アルカリ洗浄」は、試料をアルカリ溶液とともに耐圧容器に入れ、高温環境下で容器内を高温・高圧下にするこで、大気圧下ではアルカリ溶液に溶解しにくい Si や Al を高温・高圧下で効率的に溶解、洗浄できる。特に本研究では、ヤシ殻活性炭に代わり極めて不純物の多いヤシ殻炭を洗

浄対象とした。このヤシ殻炭で 90%以上の不純物元素を洗浄・除去できたことから、より不純物の少ない活性炭でもかなりの不純物を除去できるものと考えられる。また、この方法の長所は、人体に有害な濃アルカリ溶液を使用しているにもかかわらず、複雑な洗浄装置や攪拌などの作業を必要としないため、無人でかつ短時間で洗浄作業を実施でき、一般的なアルカリ洗浄に比べて、はるかに安全に洗浄作業を実施できる。現状では、大量の活性炭を処理するには、相応の大きさの耐圧容器を必要とする点が問題であるが、高圧アルカリ洗浄自身は極めて短時間で処理できるので、洗浄回数を増やすことで対応できる。

そのほかの長所として、わずかではあるが、高圧アルカリ洗浄により活性炭の表面積を増やすことができることを明らかにした。活性炭の比表面積は、電極材料としての特性を大きく左右するパラメーターであるため、高いほうが望ましい。活性炭の高純度化と比表面積の増加の2点の長所により、一般的に使用される不純物の多い活性炭から、電極材料に使用できるほどの高純度で比表面積がより高い活性炭を作製できる道筋を示すことができた。

参考文献

- 1) 安達 智彦ほか：滋賀県工業技術総合センター業務報告 第30号, 97-103 (2016)
- 2) 安達 智彦ほか：滋賀県工業技術総合センター業務報告 第31号, 138-143 (2017)

海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発（第2報）

— 海外産粘土鉱物の評価と新陶土の試作 —

安達 智彦*
ADACHI Tomohiko

山本 和弘*
YAMAMOTO Kazuhiro

三浦 拓巳*
MIURA Takumi

川澄 一司*
KAWASUMI Kazushi

要旨 信楽焼で使用される陶土は複数の原土を混合して製造されているが、原土として使用される粘土は鉱山の閉山などの理由で入手が難しくなりつつある。将来的な原土の確保を考えると海外産も含めた多様な原土を使用することも検討しなければならないが、それぞれの海外産粘土の特性の理解が不可欠である。本研究では、いくつかの国産および海外産粘土について化学分析、結晶構造解析などを評価し、原土としての特性について検討した。また、実際に信楽産長石と混合して長石を多く含む新陶土を試作し、利用の可否について検討した。

1 はじめに

信楽焼で使用される陶土は複数の原土を混合して製造されているが、これらの原土は鉱山資源の枯渇や採掘の採算性悪化に伴う閉山などの問題に直面しており、将来の安定的な調達が危惧されている。

こうした産地の状況を踏まえ、昨年度は信楽で比較的多く使用されるロット土の評価を行い、現状の陶土について検討を実施した。¹⁾ 本年度は、入手した国内および海外産粘土について各種の分析と評価を実施し、信楽焼用の陶土としての応用について検討を行った。

2 実験方法

2.1 新陶土の開発方針

分析・評価を行った国産および海外産粘土を表1に示す。いずれも代理店などを通じて容易に入手できるものを対象とした。番号1から13は白色系の粘土、番号14から17は黒もしくはグレー系の粘土である。なお、番号13と17は後述する基本陶土の作製で使用する粘土であり、新陶土の原料として使用しないが、本一覧表に記載する。

本研究では、新たに開発する新陶土に求める特徴として、信楽産の長石を20wt%以上使用すること、既存の製造設備で作陶できること、特に一般的な信楽焼の焼成温度で陶器が作製できることを目標としている。これらの条件に合致した原土の配合比を検討した結果、

表1：使用した国産および海外産粘土

番号	名称	産地	グレード
1	イギリスカオリン	イギリス	Standard Porcelain
2	イギリスカオリン	イギリス	Grolleg
3	フランスカオリン	フランス	BIP PLUS
4	EPカオリン	アメリカ	
5	ブラジルカオリン	ブラジル	
6	ベトナムカオリン	ベトナム	
7	中国カオリン	中国	
8	貴州カオリン	中国	
9	朝鮮カオリン	韓国	
10	河東カオリン	韓国	
11	ニュージーランドカオリン	ニュージーランド	
12	関白カオリン	日本（栃木）	
13	瀬戸本山木節粘土	日本（愛知）	※基本陶土の原料
14	イギリスボールクレイ	イギリス	Hywite Superb
15	イギリスボールクレイ	イギリス	Hymod SR
16	イギリスボールクレイ	イギリス	Hymod BL2
17	伊賀島ヶ原木節粘土	日本（三重）	※基本陶土の原料

* セラミック材料係

試験場で過去に調合と試作の実績がある混合比をベースに新陶土を開発することとした。以降、この混合比で作製した陶土を「基本陶土」と呼び、その配合比を表 2 に示す。この配合比を採用するメリットは、長石の配合比率が 55wt% と非常に高く、多量の信楽産長石原料を使用できる点と、比較的高価になりがちな他の国産および海外産粘土の使用量を減らすことができ、量産時の原料コストを低減できることである。

表 2：基本陶土の混合比

成分	名称	メーカー	比率(wt%)
長石	無地クレー	新陶産業株	55
粘土鉱物 (混合粘土)	伊賀島ヶ原木節粘土	三光礪業(有)	34
	本山人節粘土	株加仙鉱山	10
可塑剤	米国産ベントナイト スーパーボンド	株ホージュン	1
合計			100

この混合比の中で粘土に相当する部分を、表 1 の国産および海外産粘土で置き換え、新陶土を開発する。この置き換えにあたり、候補となる粘土を以下の 2.2 から 2.6 に記載する評価項目（化学分析、結晶構造解析、可塑水量、含水性能、色）で評価した。なお、基本陶土に含まれる粘土の特性を知るために、粘土を構成する伊賀島ヶ原木節粘土 34wt% と本山人節粘土 10wt% をこの比率で混合して作製した粘土（以下、「混合粘土」と略す）も同様の評価を行った。

2.2 化学分析

含有元素の定量は、JIS R 2216：2005「耐火物製品の蛍光 X 線分析方法」に従って実施した。分析対象は、SiO₂、Al₂O₃、Fe₂O₃、TiO₂、MnO、CaO、MgO、Na₂O、K₂O、P₂O₃ とし、波長分散型蛍光 X 線分析装置（株リガク、Primus IV）で測定した。標準物質には、蛍光 X 線分析用標準物質の粘土質標準物質（第 2 種）JRRM121-135（耐火物技術協会）を使用した。

強熱減量（LOI）は、予め 110℃ で乾燥した試料粉末をアルミナるつばに秤取し、大気中 1050℃ で 1 時間強熱、放冷後の重量減少から求めた。

元素分析の結果を用いて、国産および海外産粘土中のノルム計算（元素の含有量から、粘土および石英、長石の各成分を算出すること）を、次の手順で実施した。測定で得られた K₂O、Na₂O、CaO の全量が長石（正長石：KAlSi₃O₈、曹長石：NaAlSi₃O₈、灰長石：CaAl₂Si₂O₈）に由来するとみなし、それぞれの元素の含有量に応じて各長石の含有量を計算する。次に、測定で得られた Al₂O₃ の全量から上記の長石の形成で消費された Al₂O₃ を引く。残りの Al₂O₃ が粘土（カオリン：Al₂Si₂O₇+2H₂O）に由来するとみなし、粘土の含有量を計算する。最後に、測定で得られた SiO₂ の全量から上記の長石と粘土の形成で消費された SiO₂

を引く。残りの SiO₂ が石英に由来するとみなし、石英の含有量を計算する。こうして、長石、粘土、石英の含有量を計算した。なお 100% からこれらの含有量を引いた残りを、その他としている。ノルム計算は、理想的な鉱物組成を基にいくつかの仮定（Na、K、Ca の全量が長石を構成するなど）に従って計算的に求めており、計算結果が 0 以下の値（マイナス値）を示す場合は、そのままの値を記載した。

2.3 結晶構造解析

国産および海外産粘土に含まれる各成分の結晶相の同定は、X 線回折装置（株リガク、RINT-2500V）により測定した。

2.4 粘土特性の評価

国産および海外産粘土に対して、粉末 100g を秤り取り、適量な水分を添加して十分に混練したのち塊状に成形した。この粘土塊の硬さを、NGK 式粘土硬度計（型番：NGK-01）を用いて測定した。測定は十分に離れた任意の 5 か所において 0.5 目盛り刻みで実施した。硬さ測定後すぐに、粘土塊から少量（約 1g）のサンプル片を分取して水分を含んだ重量を測定し、さらに 110℃ で 24 時間以上乾燥したサンプル片の重量を測定した。乾燥前後のサンプル片の重量減少から水分量(%)を計算した。水分添加と混練、硬さ測定、水分量の計算までの一連の作業を、粘土硬度が 3 程度にまで下がるまで繰り返して、粘土特性（可塑水量と粘土硬さの関係）の評価を実施した。

2.5 含水の評価

50mL の遠沈管に、国産および海外産粘土 15g を秤り取り、40mL の水を加えて良く攪拌し、泥漿とする。24 時間静置し、不透明な粘土分散層と透明な上澄み液層の界面が明瞭となるように、室内灯の下で写真撮影をした。

含水性能に劣る粘土は比較的短時間で透明な上澄み液層が現れ、上澄み液層の厚みも厚い。一方、含水性能の優れた粘土では上澄み液層が現れるのに時間を要する上に上澄み液層の厚みも薄い。このようにして、全ての粘土を比較して、相対的に含水性能の低い粘土の識別を行った。

2.6 色の評価

2.4 で作製し国産および海外産粘土の粘土塊を、およそ粘土硬さが 5~7 になるまで石膏板上で水分を除去する。その後、形を整えて室内灯の下で写真を撮影して、粘土塊の色を評価した。

3 結果と考察

3.1 国産および海外産粘土の成分と結晶構造

表 3 に、化学分析の結果から判明した国産及び海外

産粘土の化学分析値とノルム計算の結果を示す。表 2 の混合比で混ぜた「混合粘土」について、原料となる 2 種類の粘土の分析結果と体積比から計算した（計算上の）化学分析値とノルム計算の結果も示す。

中国カオリン（番号 7）と関白カオリン（番号 12）が他の粘土（番号 13 と 17 の基本陶土を除く）と比較して、化学分析値とノルム計算で明らかに違う傾向を示した。中国カオリンは全体の約 40% を長石が占めており、X 線回折による結晶構造解析の結果からも裏付けが得られている。一方、関白カオリンは全体の 60% を石英が占めており、やはり X 線回折による結晶構造解析の結果で裏付けが得られた。これら中国カオリンと関白カオリンは粘土鉱物の含有量が少ないため、本研究で目指す混合粘土の代替として使用することは

難しいと判断した。その他の国産および海外産粘土は成分の大半が粘土鉱物であることが分かった。

X 線回折による結晶構造解析の結果から、貴州カオリン（番号 8）は加水ハロイサイトが、朝鮮カオリン（番号 9）はディッカイトが、ニュージーランドカオリン（番号 11）ではハロイサイトが主要な粘土であることが分かった。またイギリス産ボールクレーの Hymod SR（番号 15）と Hymod BL2（番号 16）はカオリナイトとハロイサイトの混合物であると推測された。なお、それ以外の国産および海外産粘土はほぼカオリナイトで構成されていた。

計算で求めた混合粘土に成分に近いものは、イギリス産ボールクレー Hymod SR（番号 15）であった。

表 3：国産および海外産粘土の化学分析値とノルム計算 ※は混合粘土の原料、網掛け部はこれら原料の分析値と混合比から計算した（計算上の）化学分析値とノルム計算値

番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13*	14	15	16	17*	混合粘土	
化学分析値 (%)	強熱減量	12.4	12.2	12.3	14.0	13.9	14.1	8.6	16.0	12.7	11.8	14.0	6.9	12.8	13.8	10.8	9.3	11.0	12.4
	SiO ₂	47.1	46.8	47.7	42.9	42.6	43.8	45.5	41.9	46.1	47.3	49.0	73.2	49.2	47.3	49.0	49.5	60.5	51.8
	Al ₂ O ₃	37.0	36.8	36.2	36.6	37.3	37.1	32.6	37.6	34.6	33.2	35.8	10.6	34.3	34.1	32.1	32.2	22.6	31.6
	Fe ₂ O ₃	0.77	0.83	0.32	0.69	0.72	0.72	0.93	0.13	0.39	0.53	0.31	0.34	1.38	1.08	1.36	2.25	1.82	1.48
	TiO ₂	0.06	0.06	0.03	0.32	0.71	0.29	0.14	0.02	0.16	0.06	0.09	0.29	0.80	0.69	1.18	0.88	0.67	0.77
	MnO	0.00	0.00	0.04	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	0.02	0.00	0.00	0.01	0.01	0.01	0.00	0.02	0.01
	CaO	0.10	0.05	0.13	0.14	0.01	0.02	4.39	0.08	0.11	0.04	0.00	0.05	0.21	0.14	0.23	0.20	0.27	0.22
	MgO	0.23	0.21	0.05	0.05	0.00	0.00	0.24	0.00	0.00	0.07	0.00	0.02	0.14	0.22	0.29	0.47	0.56	0.24
	Na ₂ O	0.07	0.06	0.07	0.08	0.14	0.00	1.63	0.00	0.02	0.19	0.02	0.03	-0.02	0.14	0.26	0.39	0.30	0.05
	K ₂ O	1.83	1.96	1.41	0.28	0.02	0.28	0.33	0.05	0.33	1.68	0.00	0.82	0.84	1.73	1.97	3.10	2.11	1.13
	P ₂ O ₅	0.12	0.13	0.41	0.15	0.09	0.03	0.01	0.02	0.10	0.01	0.13	0.07	0.02	0.09	0.05	0.07	0.03	0.02
	合計	99.7	99.1	98.7	95.3	95.6	96.2	94.4	95.8	94.4	94.9	99.4	92.4	99.6	99.3	97.2	98.3	99.9	99.7
	ノルム計算 (%)	石英	-1	-2	1	-1	-2	-1	0	-3	4	3	7	59	7	2	5	2	27
粘土鉱物		88	87	87	91	94	93	55	95	86	79	91	24	84	80	74	70	49	76
長石		12	12	10	3	1	2	38	1	3	12	0	5	6	12	15	23	16	8
灰長石		0	0	1	1	0	0	22	0	1	0	0	0	1	1	1	1	1	1
曹長石		1	0	1	1	1	0	14	0	0	2	0	0	0	1	2	3	3	0
正長石		11	12	8	2	0	2	2	0	2	10	0	5	5	10	12	18	12	7
その他	2	2	2	7	7	6	8	7	7	7	3	12	4	5	6	5	7	5	

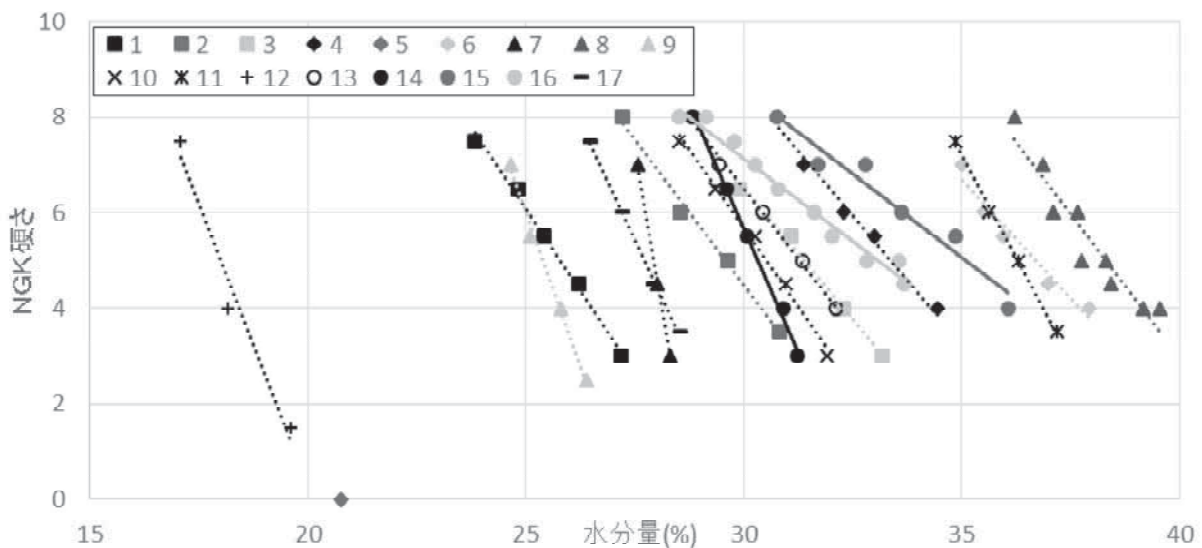


図 1：国産および海外産粘土の粘土特性（可塑水量と粘土硬さの関係）

3.2 国産および海外産粘土の特性

図 1 に評価した国産および海外産粘土の粘土特性 (x 軸 : 可塑水量(%), y 軸 : NGK 粘土硬さ) のプロットと、その 1 次の近似直線を示す。この近似直線の傾きが緩やかな場合、粘土が水分を含んでも硬さが変わりにくいことを示し、逆に傾きが急な場合、わずかな水分の増加で粘土の形状が崩れやすいことを表している。すなわち、粘り気の強い粘土はこの傾きが緩やかになるため、優れた可塑性を有することを意味している。この結果から、イギリス産ボールクレイが最も緩やかな傾きを示し、粘り気が強いことが示唆された。なお、ブラジルカオリン (番号 5) は水分量 21% 未満ではボソボソの状態でも練土状にならない一方で、21% を超えると液体状になる「ダイラタント」な特性を示した。この原料では粘土として使用できないため、採用をあきらめた。

同じ粘土硬さで比較した場合、グラフの右側ほど、多くの水分を含んでいることを示している。多くの水分を含む場合、陶土の乾燥工程での乾燥収縮が大きくなり、製品が「切れ (乾燥中にヒビや割れが入ること)」やすくなる。混合粘土とその原料となる粘土 (瀬戸本山木節粘土と伊勢島ヶ原木節粘土) の粘土特性を図 2 に示す。混合粘土の粘土特性は、それぞれの原料粘土の特性の中間の値を示すことから、加成則に従うことが示唆された。

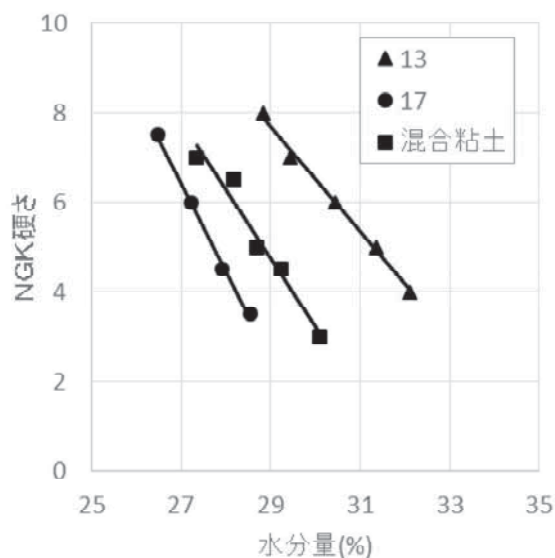


図 2 : 混合粘土とその原料の粘土特性 (可塑水量と粘土硬さの関係)

評価対象とした粘土の含水性能を比較するために、それぞれの粘土を水に溶いて作製した泥漿を 24 時間静置した後の写真を図 3 に示す。含水性能が高い粘土鉱物では、粘土鉱物中により多くの水を取り込むことができるため、遠沈管上部に上澄み液が現れにくい。



図 3 : 各種粘土の含水性能 (泥漿作製後、24 時間静置後)

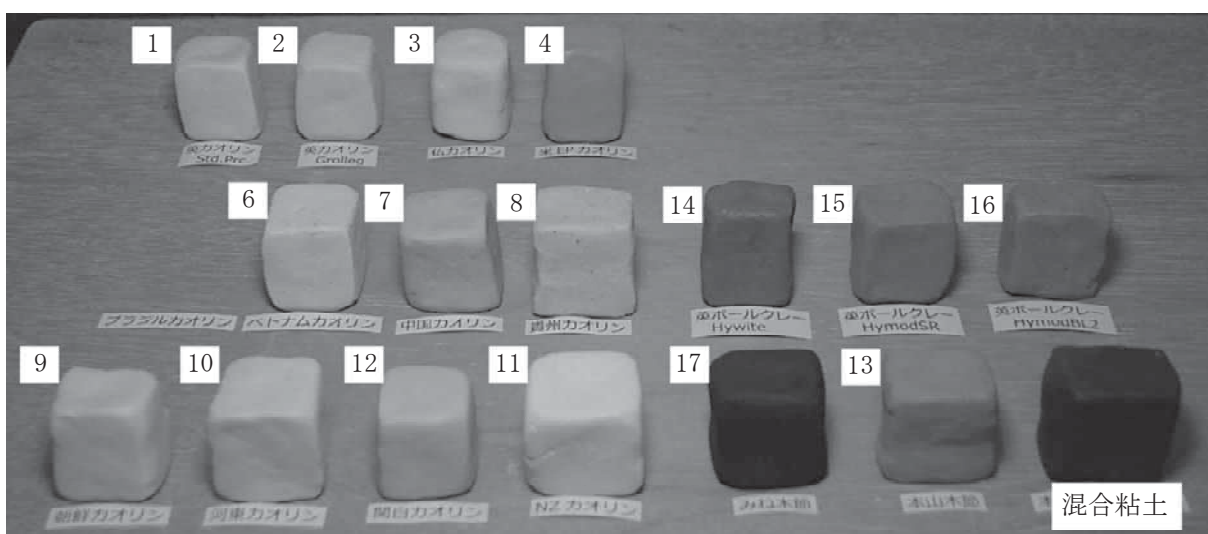


図 4 : 国産および海外産粘土のみを混練した練土

一方、含水性能が低い粘土鉱物では、顕著に上澄み液層が現れる。中国カオリン（番号 7）と関白カオリン（番号 12）は前述のとおり粘土の比率が少ないこともあり、上澄み液層が厚くなっている。一方、朝鮮カオリン（番号 9）はほぼ粘土鉱物で構成されているものの、上澄み液層が厚い。これは朝鮮カオリンを構成する粘土鉱物が陽イオン交換容量の小さいディッカイトからできているためである。

図 4 に国内産および海外産粘土の練土の写真を示す。産地毎に練土の色は異なることが分かった。

上記の化学分析、結晶構造解析、粘土特性（可塑性量と粘土硬さの関係）、色などの評価項目を総合して、2 種類の海外産粘土を新陶土の原料候補することとした。1 点目は「イギリス産ボールクレー（グレード：Hymod SR）、番号 15」で、前述したように混合粘土と成分がよく似ており、鉄分が比較的多く含まれるため、現状の信楽焼陶土に近い特徴を再現することができると期待できるからである。この新陶土を「新陶土：黒」と称す。2 点目は「ベトナム産カオリン、番号 6」で、粘土の比率が高く、鉄分含有量が比較的小さいことから、白色系の信楽焼素地が得られることが期待できるからである。この新陶土を「新陶土：白」と称す。

3.3 新陶土の試作と粘土特性の評価

図 5 に混合粘土と 3.2 で選択したイギリス産ボールクレー（グレード：Hymod SR、番号 15）とベトナム産カオリン（番号 6）の粘土特性（可塑性量と粘土硬さの関係）を示す。イギリス産ボールクレー、ベトナム産カオリンともに混合粘土に比べグラフの右側にプロットが位置している。これは同じ粘土硬さでもこれら海外産粘土が多く水分を含んでいることを示している。可塑性量の多い粘土を用いて陶土を作製すると、乾燥工程において収縮が大きくなり、「切れ」が発生する可能性が高まる。そこでこれら海外産粘土の水分量を混合粘土と同程度まで減らすことが望ましい。本研究では、粘土硬さと水分量の関係と粘土の加成則を考慮して、イギリス産ボールクレーでは粘土含有量を 15%減らして代わりに 15%の長石を増やす、ベトナム産カオリンでは粘土含有量を 20%減らして代わりに 20%の長石を増やすことで、混合粘土と同程度の粘土特性の実現を目指した。これら海外産の粘土を使用した新陶土のレシピを表 4 に示す。

表 4：新陶土の混合レシピ

成分	新陶土：黒 英ボールクレー	新陶土：白 ベトナムカオリン
長石	61.6 wt%	63.8 wt%
粘土	37.4 wt%	35.2 wt%
可塑性剤	1.0 wt%	1.0 wt%

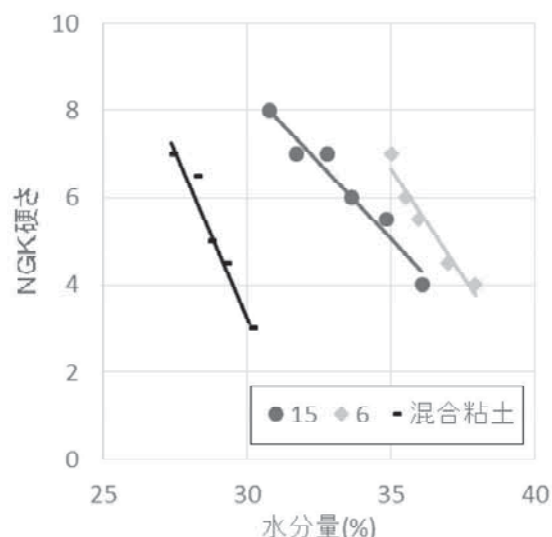


図 5：混合粘土と新陶土の粘土成分として使用する粘土の粘土特性（可塑性量と粘土硬さの関係）

決定したレシピを基に、長石、海外産粘土、可塑性剤の粉末を合計 1kg になるように秤量して専用容器入れ、万能混合攪拌機にて粉末のまま混合した。途中で一度粉末の偏りを手攪拌で取り除いたのち、約 30 分間混合した。そこへ水を少量添加し、粘土硬さの測定と重量測定用のサンプルの採取を行いながら、最終的に新陶土の粘土硬さが 3 程度になるまで攪拌混合した。図 6 に 2 種類の新陶土と基本のレシピで作製した陶土の粘土特性（可塑性量と粘土硬さの関係）を示す。作製した 2 種類の新陶土の水分量と粘土硬さのプロットは、ほぼ基本のレシピの陶土と同じプロットを示した。このことから試作した新陶土は基本の陶土と同じような乾燥収縮を示すと期待できる。図 7 に作製した新陶土の写真を示す。

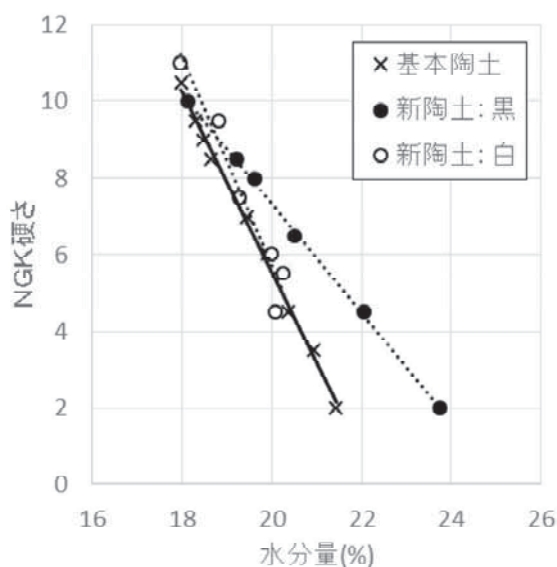


図 6：基本陶土と新陶土の粘土特性（可塑性量と粘土硬さの関係）

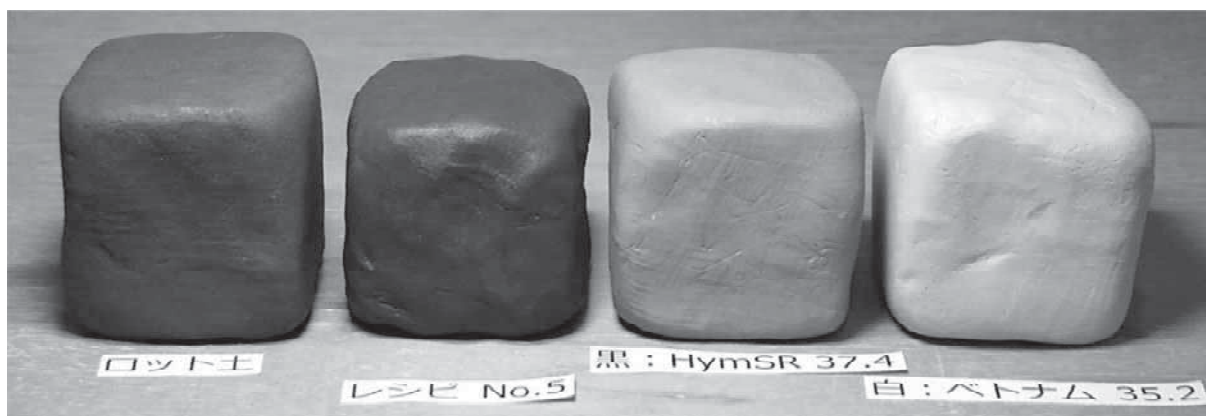


図7：試作した新陶土

4 まとめ

本研究は、現在の信楽焼の陶土の原料の枯渇に備え、代替可能な原料の確保について研究することを目的としている。その目的を達成するために今年度は、海外産粘土の化学分析や物性評価を行い、それぞれの粘土の特徴の把握に努めた。また、試験場で試作実績がある陶土で、長石を比較的多く含む陶土を基本とした「基本陶土」をベースにして2種類の新陶土を開発した。1点目は、鉄分を多く含むイギリス産ボールクレを基本陶土の粘土の代わりに添加したもので、粘土の色はグレーで従来の信楽焼と同様の特徴を有することが期待される。2点目は、鉄分が少なく白色のベトナム産カオリンを添加し、粘土の色は白色で焼成後も比較的白い陶器が作製できるものと期待される。いずれの新陶土も十分な粘土特性を有していることから、ロクロなどによる可塑成形にも耐えられるものと期待している。焼成後の特性評価は次年度に報告する。

参考文献

- 1) 安達 智彦ほか：滋賀県工業技術総合センター業務報告 第31号, 97-103 (2017)

スメクタイト系粘土を利用した陶土の開発

山本 和弘*

YAMAMOTO Kazuhiro*

要旨 スメクタイト系の粘土として陶磁器の作製に利用されているのは、モンモリロナイトを主体としたベントナイトがほとんどである。スメクタイト系粘土鉱物にはモンモリロナイト以外にも数種類が存在し、陶土に少量添加することで可塑性が大きく増大する。これらのスメクタイト系粘土を信楽産の長石とともに調合することにより、ベントナイト以外の可塑剤としての可能性を提示した。

1 緒言

陶磁器の原料となる陶土は、一般的に粘土、長石、石英によって形成されている。これらのなかで粘土の役割として成形時に可塑性を付与することが挙げられる。陶土の原料としては蛙目粘土、木節粘土などがあり、これらの陶土にはカオリナイトなどの粘土鉱物が含まれる。一方、粘土鉱物としてモンモリロナイトを主成分としたベントナイトを陶土に添加することにより可塑性を付与することも可能である。モンモリロナイトは陽イオン交換容量が大きく、多くの水分を層間にインターカレートすることができる。この特性はモンモリロナイトを含む多くのスメクタイト系粘土鉱物にあてはまり、モンモリロナイト以外にサポナイト、スティブンサイト、ヘクトライト、バイデライト、ノントロナイトなどがある¹⁾。

代表的なスメクタイト系粘土鉱物であるモンモリロナイトの結晶構造を図1に示す。作図にはVESTAを用いた²⁾。図1に示すとおり、モンモリロナイトは[SiO₄]の四面体ユニットが連なったシートが、[AlO₆]の八面体ユニットが連なったシートを挟み込みこむことで一つの層を形成し、さらに別の層間にカチオンなどが入り込んで積層している構造である。層間に入り込んでいるカチオンが水分子などとイオン交換することにより増粘することができるなど、様々な物性を発現することができる^{3,4)}。

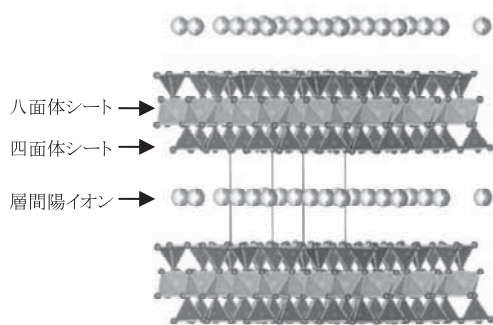


図1 モンモリロナイトの結晶構造

本研究ではモンモリロナイト以外の粘土鉱物であるサポナイト、スティブンサイト、ヘクトライトの陶磁器作製への利用を検討する。

2 実験

2.1 スメクタイト粘土の基礎データ測定

スメクタイト系粘土の基礎的なデータを得るために、粒度分布測定(堀場製作所製、LA-950V2)、波長分散蛍光X線分析(株式会社リガク製、ZSX Primus IV)を行った。粒度分布は乾式での測定を行った。蛍光X線分析は検量線法により測定を行い、標準試料として耐火物技術協会の蛍光X線分析用耐火物標準物質(粘土質耐火物、JRRM121-135)を用いた。測定試料は卓上型高周波ビードサンブラ(株式会社リガク製、CatNo: 3091-A001)を用いて、四ホウ酸リチウムと試料を10:1の重量比となるように秤量して作製した。強熱減量は試料を110°Cで2時間乾燥させて恒量となったあと磁製ルツボに移し、1050°Cで1時間加熱を行った。

2.2 スメクタイト系粘土添加練り土の作製

添加するスメクタイト系粘土として、サポナイト、スティブンサイト、ヘクトライトを選択した。これらは全て人工の合成物である。また、スメクタイト系粘土である白色精製ベントナイト(モンモリロナイト)も比較用として選択した。ベースとなる練り土はモル比で表1の成分となるように原料を調合した。原料はNCクレー、本山人節粘土、福島珪石を用いた。

表1 練り土のベース組成となる調合割合(mol比)

KNaO	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂
0.27	0.03	0.02	1.0	7.0

ベースとなる練り土に外割でスメクタイト系粘土鉱物を1、3、5%添加し、水分は25、30%添加した。得られた練り土の硬さを、NGK硬さ計を用いて測定した。

* セラミック材料係

3 結果と考察

3.1 スメクタイト系粘土の基礎データ

サポナイト、スティブンスイト、ヘクトライトおよび精製ベントナイトの基礎データとして、粒度分布、蛍光X線分析を行った。粒度分布の一例としてサポナイトの結果を図2に示す。

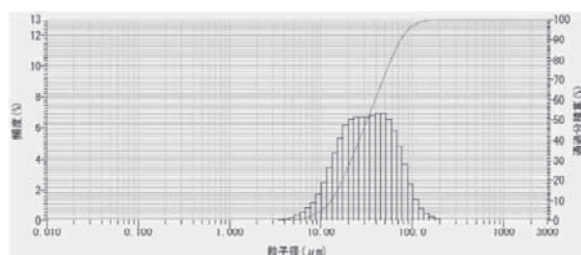


図2 サポナイトの粒度分布

サポナイトのメジアン径は32 μmであった。他の粘土鉱物の結果をまとめて表2に示す。

表2 スメクタイト系粘土のメジアン径(乾式測定)

粘土鉱物	メジアン径 / μm
サポナイト	32
スティブンスイト	28
ヘクトライト	19
精製ベントナイト	131

精製ベントナイト以外の粘土については、およそ20～30 μmのメジアン径を示した。乾式での測定を行っており、サブマイクロの領域は除外しているため、今後湿式での測定も検討する。

蛍光X線分析を実施した試料はスメクタイト系粘土に加えて、原料としてすでに用いられている白色精製ベントナイト、ニュー穂高、スーパーボンドについても行った。結果の一部を表3に示す。原料のFe₂O₃の分析値は最大で4.70% (ニュー穂高)であり、人工のスメクタイト系粘土に比較して大きな値であった。人工のスメクタイト系粘土の値はすべて0.02%と低濃度であった。精製ベントナイトにおいても2.41%の値を示しており、鉄成分の混入を避けたい場合は人工のスメクタイト系粘土の利用が優位なものとなる。

表3 各サンプルの蛍光X線分析(結果の一部のみ表記)(wt%)

サンプル	LOI	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	合計
サポナイト	8.23	52.82	4.50	0.02	28.8	3.16	0.08	97.64
スティブンスイト	11.3	54.68	-	0.02	26.5	6.29	0.12	98.74
ヘクトライト	7.60	57.87	-	0.02	26.5	3.37	0.13	95.32
精製ベントナイト	6.16	62.17	21.1	2.41	3.56	3.10	0.14	99.56
白色精製ベントナイト	6.68	69.05	13.1	1.78	4.01	1.16	1.77	99.61
ニュー穂高	8.40	61.04	14.9	4.70	2.79	3.20	0.73	99.11
スーパーボンド	5.45	67.99	16.5	3.65	1.66	1.79	0.59	99.30

また、ヘクトライトの分析値の合計が100%から4%以上低い値を示している。ヘクトライトの化学式はNa_{0.3}(Mg,Li)₃Si₄O₁₀(F,OH)₂と表すことができ、Liを含んでいる。蛍光X線分析ではLiが測定可能元素ではないため、100%からの差が大きくなったと考えられる。

3.2 練り土の調査と硬さ測定

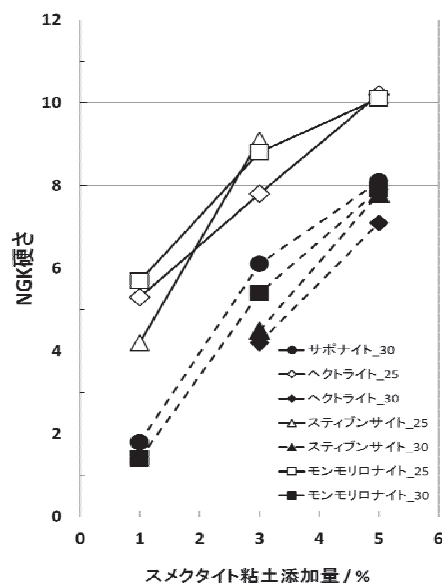


図3 水の添加量25、30%でのスメクタイト粘土添加量に対するNGK硬さ

ベースとなる練り土に各スメクタイト系粘土を1～5%添加したところ、精製ベントナイトを5%添加したものはわずかに黒味が増していた。これは3.1で述べたように精製ベントナイト中の鉄分が影響している可能性がある。

水を25%および30%添加した際の、各スメクタイト系粘土添加量に対するNGK硬さの変化を図3に示す。なお、例えば水が25%でスメクタイト粘土の種類がヘクトライトの場合は、「ヘクトライト_25」と表記する。ヘクトライト_30とスティブンスイト_30の添加量1%の練り土は、NGK硬度計では測定できない状態(粘りけが強い)であった。また、スティブンスイト_25の添加量5%では水分量が足りず、練り土の状態

にならなかった。しかし、一般的に練り土の硬さとして扱いやすいNGK硬さで7～8程度に調整することは、どの粘土鉱物も今回の添加量の範囲内で可能であった。

水の添加量が25、30%のどちらも、スメクタイト系粘土添加量に対してほぼ線形に硬さが変化している。水の添加量30%ではヘクトライト、スティブンサイト、モンモリロナイト、サポナイトの順に硬さが大きな値を示す傾向にある。

どちらの水分量においても、NGK硬さの傾きに大きな変化はなかったが、そのなかでも最も傾きが小さいのはヘクトライトであった。スティブンサイトは水の添加量が25%の際、粘土の添加量に対して最も傾きが急峻となった。また、粘土添加量が3%の試料について、水分量の違いによる硬さの差は、小さい順にモンモリロナイトが3.4、次いでヘクトライトで3.6となった。これらの結果からヘクトライトが代替の候補のひとつとなりうるが、今後、焼成試験や材料試験による検討が必要となる。

4 まとめ

入手可能である合成スメクタイトとして、ヘクトライト、サポナイト、スティブンサイト、精製ベントナイト(既存品)を選定し、蛍光X線分析、粒度分布の評価を行い、基礎データを得た。

これまで陶磁器用の粘土鉱物としてあまり検討されていなかったスメクタイト系粘土鉱物について、既存のベントナイト(モンモリロナイト)との代替の可能性を見いだした。

合成スメクタイトは鉄分量が少なく、白度の高い素地の作製に寄与すると考えられる。

参考文献

- 1). 牧野 和孝、鉱物資源百科事典、日刊工業新聞社 (1998).
- 2). K. Monna, et al., J. Appl. Crystallogr., 44 (2011) 1272-1276.
- 3). 下田 右、粘土鉱物研究法、創造社 (1985).
- 4). 蛭名 武雄、セラミックス、Vol. 53(5) (2018) 309.

温度制御可能なマイクロ波発熱材に関する研究

三浦 拓巳*
MIURA Takumi

要旨 電子レンジを用いた加熱調理陶器製品として、発熱材にスピネル型フェライトを検討した。スピネル型フェライト MeFe_2O_4 (Me: Zn, Ni, Mg) を含むスラリーを支持体(ペタライト系耐熱素地)上に塗布後、乾燥・焼成することによって発熱層を形成し、マイクロ波による発熱層の発熱特性を評価した結果、マグネシウムフェライトが温度制御(200~300℃)に適していることがわかった。

1 はじめに

あらかじめ調理された料理を再び加温するために、一般家庭に電子レンジが普及している。電子レンジを用いた調理器具陶器製品を開発するために、信楽窯業技術試験場は誘電加熱に優れた発熱性を示す材料として四三酸化鉄(Fe_3O_4)を用いた発熱材を提案し、特許出願を行った。¹⁾

支持体に四三酸化鉄(Fe_3O_4)を含む発熱層を形成させることによって発熱層が短時間で高い発熱性を有するが、製品の形状や発熱層の厚みムラなどによって局所的に赤熱するほど過熱し、食材の油が発火する恐れがあった。

本研究は、電子レンジを用いた加熱調理に適した陶器製品を開発するにあたって、焦げ目の付く程度の温度帯(200℃から300℃)で発熱が停止・制御できるような発熱材の開発を行うこと目的とし、発熱材としてスピネル型フェライト $\text{Me}_x\text{Fe}_2\text{O}_{3+x}$ (Me: Zn, Ni, Mg) を検討した。

2 実験方法

2.1 スピネル型フェライトの合成

スピネル型フェライトの原料として、酸化鉄(III) (Fe_2O_3)、酸化亜鉛(ZnO)、酸化ニッケル(NiO)および炭酸マグネシウム(MgCO_3)を使用した。モル比が $\text{MeO}/\text{Fe}_2\text{O}_3=0.2\sim 1.0$ (Me: Zn, Ni, Mg)となるように各原料を秤量し、石川式攪拌播潰機を用いて約5分乾式混合し、さらに水を加えて約10分間湿式混合を行った。

混合終了後、乾燥器を用いて110℃で一晩乾燥させた。乾燥後、石川式攪拌播潰機を用いて粉砕し、電気炉を用いて1250℃で酸化焼成した。焼成条件は室温から1000℃まで200℃/h、1000℃から1250℃まで50℃/hで昇温し1250℃で30分間保持した。焼成終了後、室温まで炉冷した。

試料の結晶構造はX線回折装置RINT2500VHF(株式会社Rigaku製)を用い、 $\text{CuK}\alpha$ 線出力40kV、40mAの条件により行った。

2.2 発熱層支持体の作製

発熱層支持体として、株式会社かね利製の陶土なべBを使用した。なべBはペタライトを含む低熱膨張性の陶土で、耐熱衝撃性に優れている。この陶土をスラブローラー

を用いて厚さ約10mmの板状に成形し、50mm角に切断した。室温で十分に乾燥後、電気炉を用いて800℃で素焼をした。

2.3 発熱材の支持体への塗布および焼成

2.1で得られた発熱材およびペタライト#200、ベントナイトを重量比でそれぞれ70:30:2となるように秤量し、石川式攪拌播潰機を用いて約5分乾式混合し、さらに外割で80wt%の水を加えて約10分間湿式混合を行った。

発熱材を含むスラリーを支持体上に固形分が支持体面積に対して50mg/cm²となるように塗布した。

塗布後、電気炉を用いて1180℃で酸化焼成した。焼成条件は室温から1000℃まで200℃/h、1000℃から1180℃まで50℃/hで昇温し1180℃で10分間保持した。焼成終了後、室温まで炉冷した。

2.4 マイクロ波による発熱特性の評価

試験体のマイクロ波発熱特性を評価するために、試験体を電子レンジNE-EH226(パナソニック株式会社製)700Wで所定の時間(30秒~4分)誘電加熱した。所定時間加熱後、試験体の表面温度を赤外線サーモグラフィカメラInfReC R500Pro(日本アビオニクス株式会社製)を用いて計測した。

3 結果と考察

3.1 スピネル型フェライトの結晶構造

図1は1250℃で焼成後の亜鉛フェライトのXRDパターンである。 $\text{ZnO}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ のモル比が大きくなるにつれて、Hematite (Fe_2O_3)の結晶に由来するピークは小さくなり、Franklinite (ZnFe_2O_4)の結晶に由来するピークは大きくなった。そのほかの結晶に由来するピークは確認されなかったことから、添加した酸化亜鉛は酸化鉄(III)と固相反応により亜鉛フェライトが生成することがわかった。

*セラミック材料係

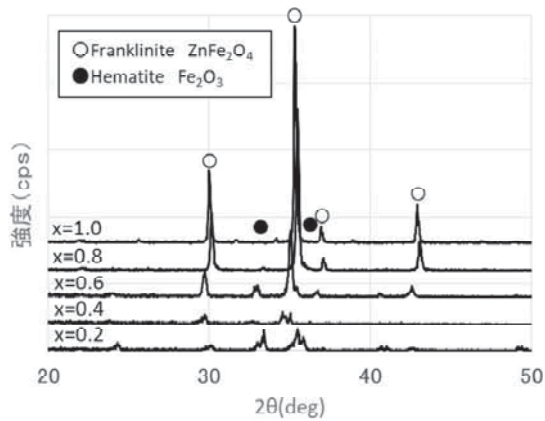


図1. 亜鉛フェライトのXRDパターン
($x = \text{ZnO}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ のモル比)

図2は1250℃で焼成後のニッケルフェライトのXRDパターンである。NiO/Fe₂O₃のモル比の値が大きくなるにつれて、Hematite (Fe₂O₃)の結晶に由来するピークは小さくなった。また、Trevorite (NiFe₂O₄)の結晶に由来するピークはNiO/Fe₂O₃=0.8の時最も大きくなった。また、そのほかの結晶に由来するピークは確認されなかった。

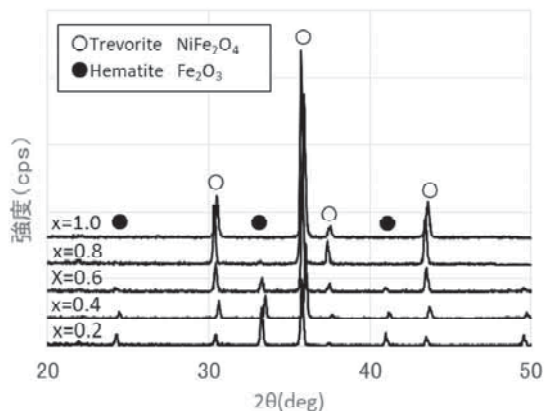


図2. ニッケルフェライトのXRDパターン
($x = \text{NiO}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ のモル比)

図3はマグネシウムフェライトのXRDパターンである。MgO/Fe₂O₃のモル比が大きくなるにつれて、Hematite (Fe₂O₃)の結晶に由来するピークは小さくなったが、MgO/Fe₂O₃=1.0においてもHematiteに由来するピークは確認された。Magnesioferrite (MgFe₂O₄)の結晶に由来するピークはモル比とともに大きくなったが、MgO/Fe₂O₃=0.6以上で未反応Periclase (MgO)に由来するピークが確認できるため、完全にMagnesioferriteに転移していないことがわかった。

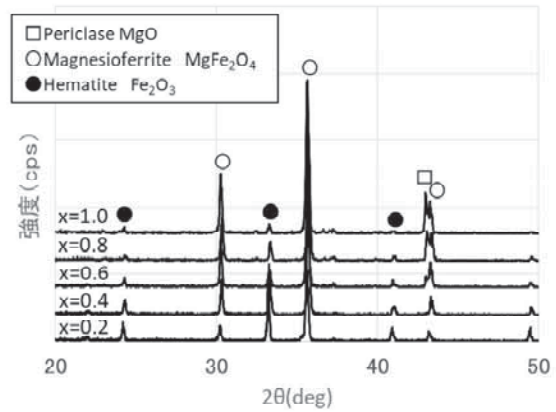


図3. マグネシウムフェライトのXRDパターン
($x = \text{MgO}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ のモル比)

3.2 マイクロ波による発熱体の発熱特性

図4は発熱層に亜鉛フェライトを用いた試験体について700Wのマイクロ波を照射後の試験体表面の最高温度の変化である。ZnO/Fe₂O₃のモル比によらず、試験体表面の最高温度は1分あたり約50℃上昇し、発熱性もあまり高くないため調理器具の発熱体としては適していないことがわかった。

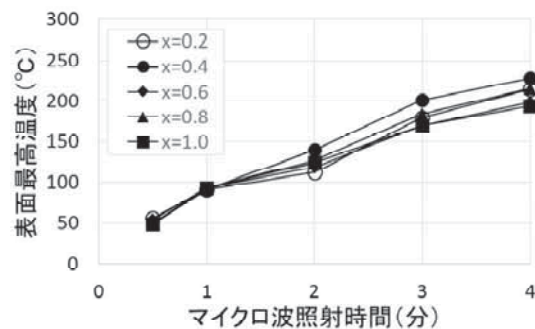


図4. 亜鉛フェライトを用いた発熱層のマイクロ波発熱特性

図5は発熱層にニッケルフェライトを用いた試験体について700Wのマイクロ波を照射後の試験体表面の最高温度の変化である。NiO/Fe₂O₃=0.8の時、最も発熱性が良く1分あたり約70℃上昇した。しかし、表面温度は右肩上がりになり上昇し続けるため、温度制御可能な調理器具の発熱体としては適していないことがわかった。

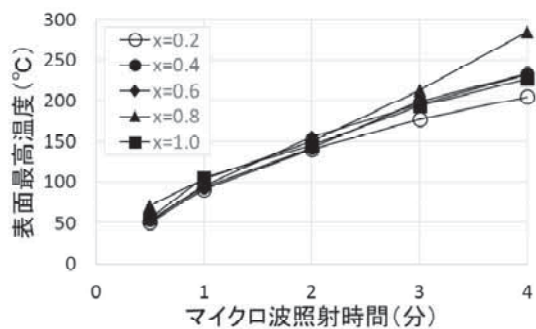


図 5. ニッケルフェライトを用いた発熱層のマイクロ波発熱特性

図6は発熱層にマグネシウムフェライトを用いた試験体について700Wのマイクロ波を照射後の試験体表面の最高温度の変化である。MgO/Fe₂O₃のモル比とともに発熱性は向上し、MgO/Fe₂O₃=1.0の時最も発熱性が良く1分あたり70°C以上上昇した。MgO/Fe₂O₃=1.0の時、発熱層は3分間の照射で約220°Cに達し、4分間の照射後も約220°Cを維持し、発熱の停止が確認された。

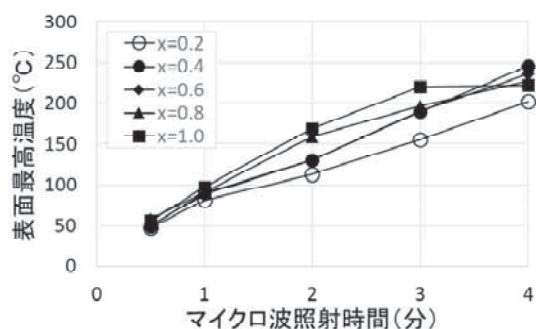


図 6. マグネシウムフェライトを用いた発熱層のマイクロ波発熱特性

4 まとめ

電子レンジ温度制御可能な発熱材としてスピネル型フェライトMeFe₂O₄ (Me : Zn, Ni, Mg) を検討した結果、MgO/Fe₂O₃のモル比が1.0のマグネシウムフェライト発熱材を用いることによって、約220°Cで発熱が停止することが確認された。

今後の課題として、塗布条件(発熱材の塗布量、濃度等)や釉との安定性等について検討する予定である。

参考文献

- 1) 大谷 哲也他、誘電加熱発熱体とその製造方法、特開 2007-227191

滋賀県工業技術総合センター業務報告

第32号

平成30年10月 印刷発行

発行 滋賀県工業技術総合センター

〒520-3004 滋賀県栗東市上砥山232

TEL 077-558-1500

FAX 077-558-1373

(信楽窯業技術試験場)

〒529-1851 滋賀県甲賀市信楽町長野498

TEL 0748-82-1155

FAX 0748-82-1156

印刷 (有)東呉竹堂 ひがし印刷

ANNUAL REPORT
OF
THE
INDUSTRIAL
RESEARCH
CENTER
OF
SHIGA
PREFECTURE