

ISSN 1343-8417

ANNUAL REPORT
OF
THE
INDUSTRIAL
RESEARCH
CENTER
OF
SHIGA
PREFECTURE

平成30(2018)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	
(1) 平成30年度に取得した主な機器	16
(2) 「高度モノづくり試作開発センター」の設置	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) モノづくり技術力向上のための「技術研修」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	24
2. 試験・分析	
(1) 開放試験機器の提供	34
(2) 依頼試験分析	37
(3) 生産品受払	39
3. 研究開発・産学官連携	
(1) 研究概要	41
(2) 共同研究	42
(3) 研究発表等	45
(4) 重点研究の評価委員会	49
(5) 研究会活動の推進	52
(6) 産業財産権	58
(7) 職員の研修	61
(8) 審査会等への出席	62
4. 人材育成	
(1) 窯業技術者養成事業	64
(2) 学外実習生の受け入れ	65
(3) 信楽窯業技術試験場研修生OB会	66

5. 情報提供等	
(1) 刊行物の発行	67
(2) 研究成果報告会	68
(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2018」	70
(4) ホームページによる情報提供	71
(5) 産業支援情報メール配送サービス	71
(6) 工業技術情報資料等の収集・提供	71
(7) センター一般公開の開催	71
(8) 見学者等の対応	72
(9) 報道関係機関への資料提供	73
6. その他	
(1) 技術開発室の管理運営	77
(2) 企業・大学等訪問事業	78
(3) 信楽焼生産実態調査結果	79

Ⅲ 研究報告

平成30年度研究報告一覧	81
・微細金型加工技術の高度化に関する研究	
－立壁形状加工における左ねじれ工具の仕上げ効果－	82
・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3報）	
－解析によるゆるみ止め効果の評価および形状改良－	86
・合わせガラス中間膜シート用材料を活用した革新的リサイクル技術の開発（第1報）	91
・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2報）	98
・液相合成法による機能性無機顔料の研究（第4報）	
－液相合成法による新規環境配慮型顔料の研究－	103
・電池デバイスの評価技術の検討	
－内部抵抗評価およびその活用について－	110
・超高感度蛍光検出法の応用技術開発（第3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－	112
・滋賀県オリジナル清酒醸造用酵母の改良	116
・信楽焼坪庭製品の市場開拓に向けた開発研究	119
・信楽産長石を活用した照明用資材の開発	122
・海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発（第3報）	
－海外産粘土鉱物の評価と新陶土の試作－	127
・スメクタイト系粘土を利用した陶土の開発（第2報）	133
・窯業系汚泥を用いた凍害に強い土止ブロックの開発	136

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。こうした状況の中であって、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。

一方、信楽町（現：甲賀市信楽町）には明治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まいります。

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28年 4月	係制導入
平成30年 3月	「日本酒醸造試験施設」を別館（工業技術振興会館）に設置
平成31年 3月	実験棟を改装し、「高度モノづくり試作開発センター」を設置

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）

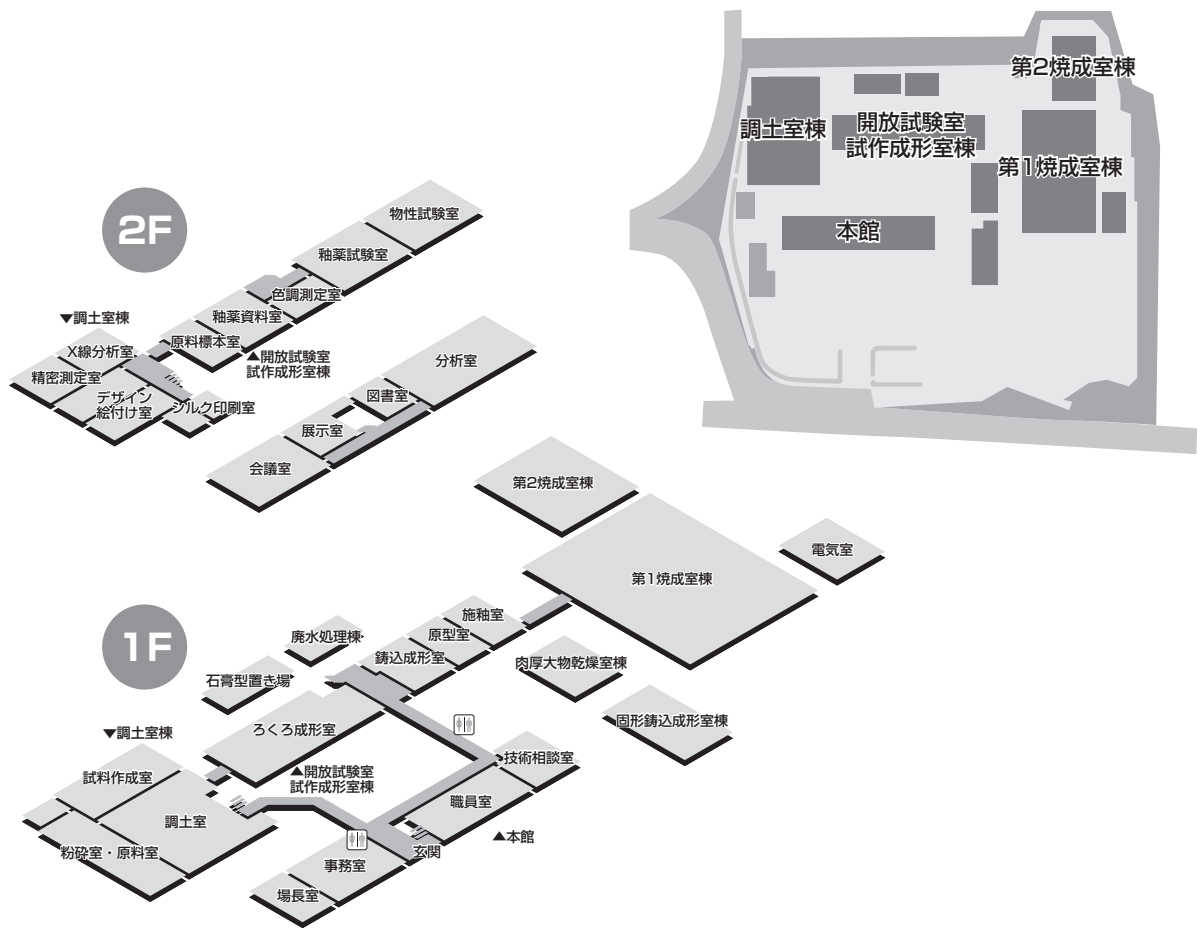
・信楽窯業技術試験場

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

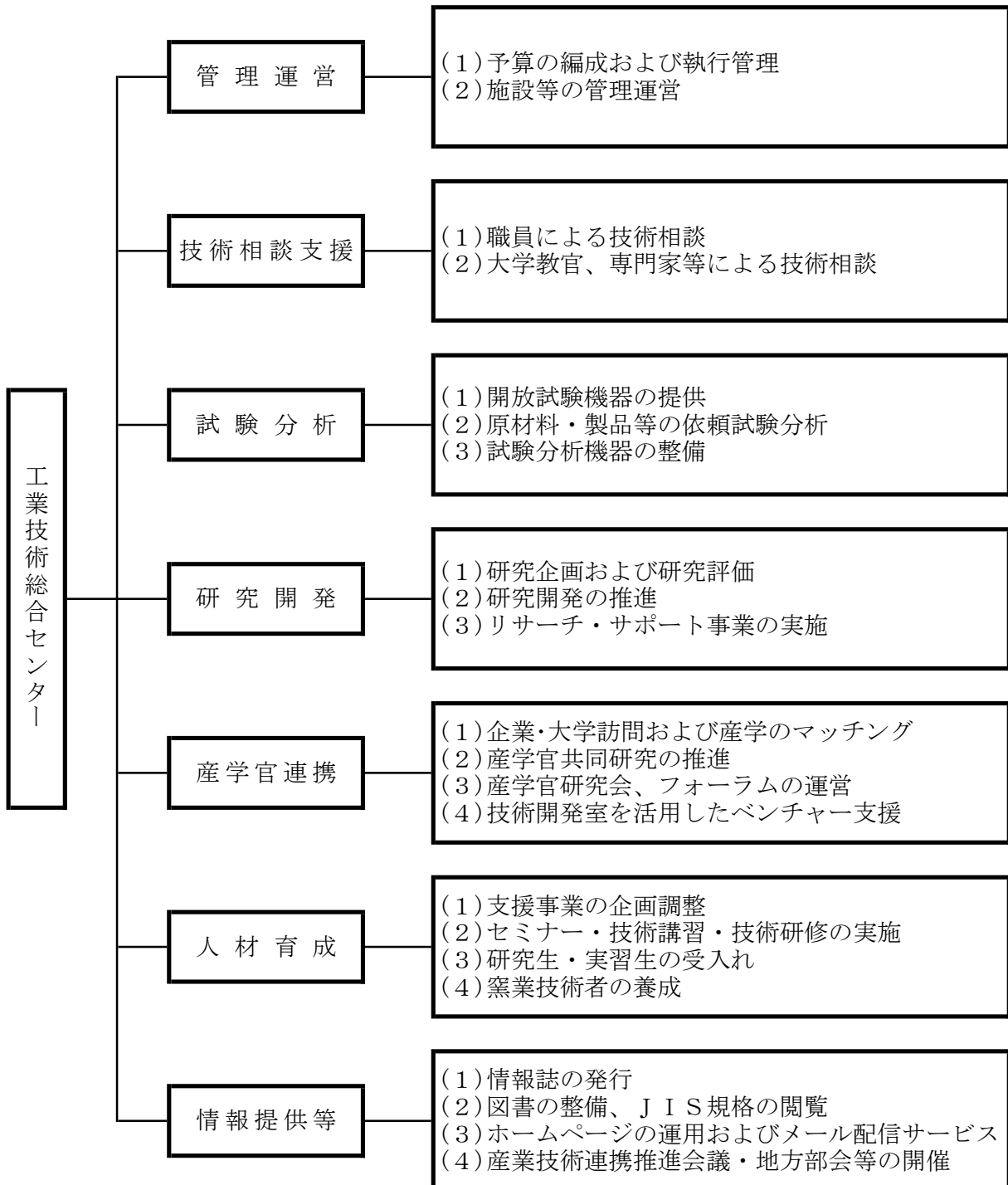
本館	(鉄筋コンクリート 2 階建)	608m ²
開放試験室・試作成形室棟	(鉄筋コンクリート 2 階建)	576m ²
固形鑄込成形室棟	(鉄筋コンクリート平屋建)	91m ²
肉厚大物乾燥室棟	(鉄骨スレート平屋建)	63m ²
調土室棟	(鉄筋コンクリート 2 階建)	698m ²
第 1 焼成室棟	(鉄骨スレート平屋建：国庫補助)	612m ²
第 2 焼成室棟	(鉄骨スレート平屋建：国庫補助)	201m ²
その他	(車庫、電気室等)	395m ²



4. 組織および業務内容

(1) 機能と事業

(平成31年3月31日現在)

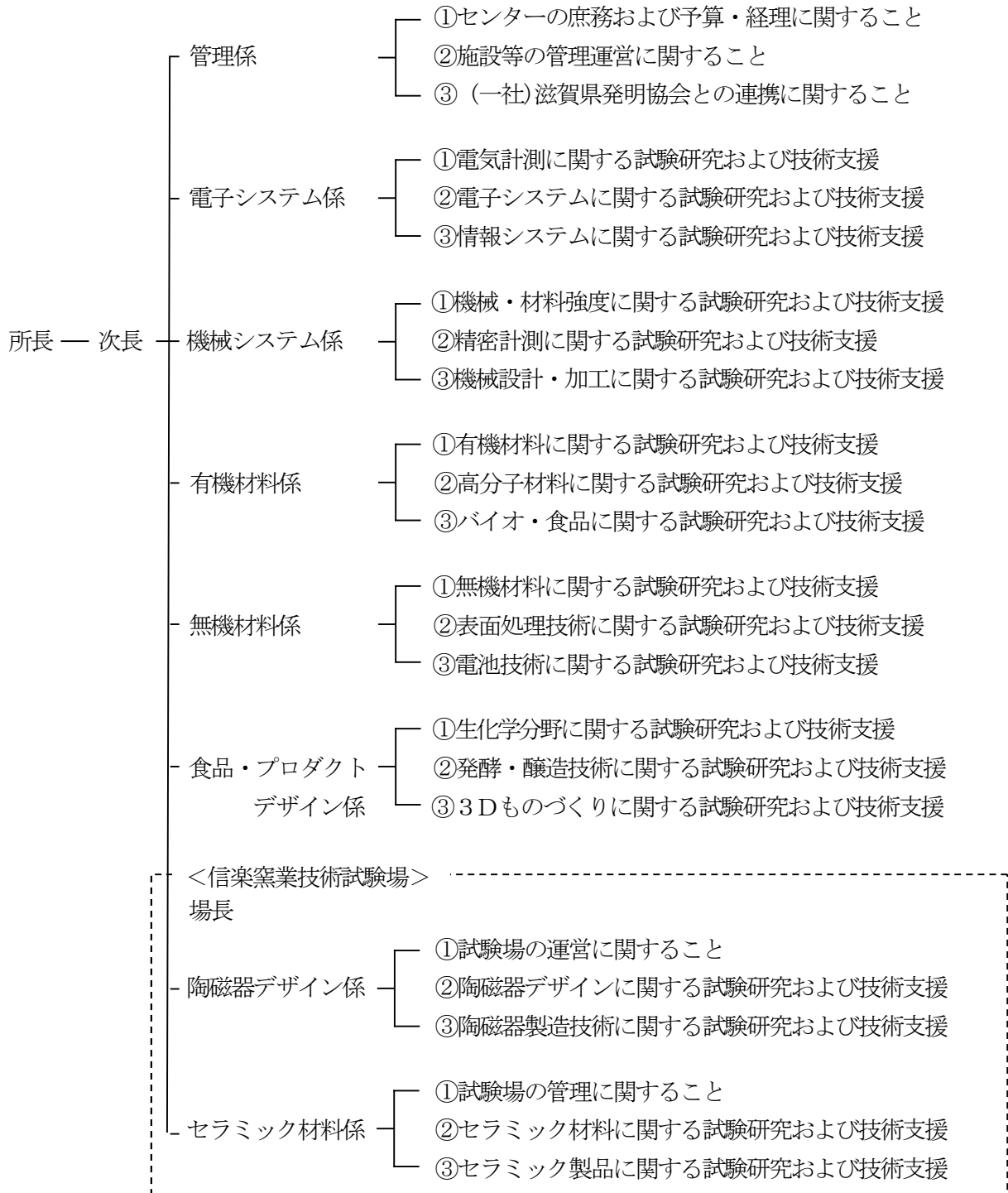


(2) 機構および業務内容

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、技術研修などを実施するため、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、食品・プロダクトデザイン係、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。

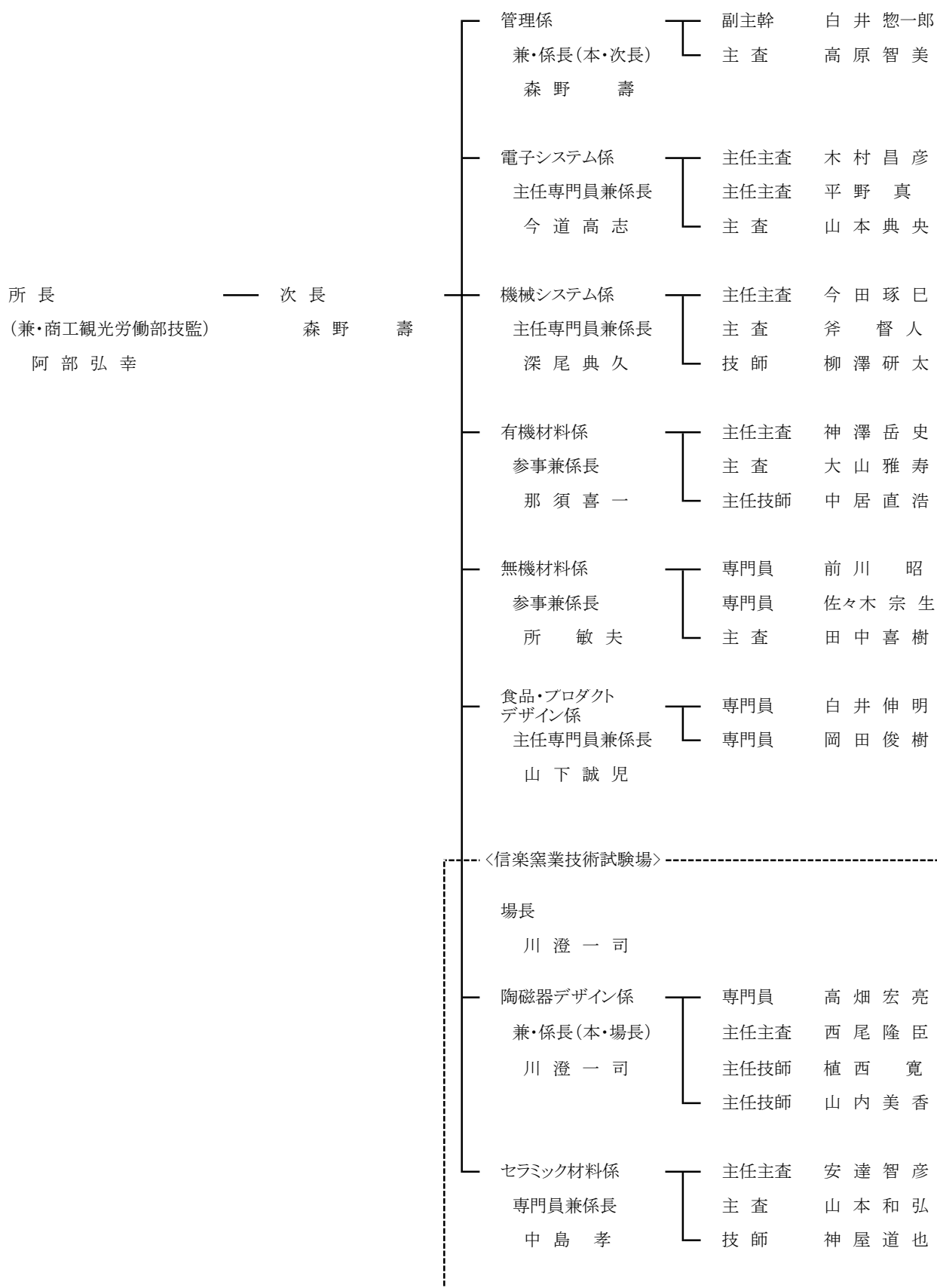
そして、(公財)滋賀県産業支援プラザ、(一社)滋賀県発明協会、各経済団体などと連携を図りながら、効果的な活動を推進しています。

(平成31年3月31日現在)



(3) 職員

(平成31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30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			270,484,705	
	運 営 費	企業化支援棟推進費		6,164,000	
		庁舎整備事業費		53,335,000	
		無体財産(特許権)維持管理費		829,000	
		庁舎管理費		50,959,203	
			小	計	111,287,203
	業 試 験	個性ある「近江の地酒」開発・発信事業運営費			8,918,916
		ものづくり支援開放機器整備推進事業			21,982,000
		技術相談指導事業費			3,400,000
		共同研究プロジェクト事業費（研究連携推進事業）			315,000
		”（「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実験）			2,329,000
		”（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）			117,000
		”（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）			218,000
		窯業技術研究開発事業（陶磁器デザイン指導）			722,000
		”（信楽焼坪庭製品の市場開拓に向けた開発研究）			606,000
		”（海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発）			1,275,000
	”（窯業系汚泥を用いたブロックの開発）			1,485,000	
	技 術 研 究	地域連携型モノづくり人材育成事業			446,383
		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） （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）			478,888
		”（ ” ） （水素混合燃料焚き小型高性能ボイラの開発）			444,214
”（ ” ） （睡眠時無呼吸症候群治療用 持続的気道陽圧ユニットの静音・長寿命・高追従性を実現するプロア・システムの研究開発）				978,207	
”（ ” ） （極限環境でも高強度と耐衝撃性を持続する世界発の革新的FRP素材の研究開発）				13,392,000	
”（ ” ） （リチウムイオン電池の高容量化、長寿命化に寄与する超薄片化黒鉛を用いた画期的な導電ペーストの研究開発）				12,327,968	
”（ ” ） （トランスファープレス技術を用いたソナーセンサー用のアルミ成型技術（およびIoT活用の製品保証技術）の開発）				2,273,141	
”（ ” ） （世界初の新超硬素材を使用した高剛性・長寿命・リサイクル可能なダイヤモンド電着工具の研究開発）				7,783,830	
”（ ” ） （セラミックス製高精度ステーターを用いた次世代二次電池電極塗工用ポンプの開発）				438,901	
”（ ” ） （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）				484,039	
”（ ” ） （透明樹脂導光体高機能化のための加飾切削技術を活用した光環境デザイン設計支援システムの開発）			512,686		
指 導 費	モノづくり技術力向上のための技術研修事業			2,109,000	
	イノベーション推進設備整備事業			2,503,440	
	海外展開技術支援事業			1,693,000	
	技術情報サービス事業費			3,104,000	
	ものづくり支援開放機器維持管理事業			29,701,000	
	学会連携事業費			439,000	
	一般研究事業費			2,790,000	
	地域産業育成指導事業費			4,838,000	
	高度モノづくり試作開発センター整備事業			355,012,740	
			小	計	483,118,353
工業技術総合センター費合計				864,890,261	
そ の 他 経 費	中小企業技術指導員研修事業等			687,566	
	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			454,787	
		小	計	1,994,473	
合				計	866,884,734

(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	60,357,527	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	50,064,870 5,212,510 4,387,440 434,944 189,427 26,221 40,615 1,500
	手数料	商工観光労働手数料	2,294,450	試験等手数料(栗東) 試験等手数料(信楽)	1,970,590 323,860
国庫支出金	国庫補助金	商工観光労働費国庫支出金	360,723,918	地方創生拠点整備交付金 地方創生推進交付金	355,012,740 5,711,178
財産収入	財産運用収入	財産貸付収入	1,782	無体財産許諾料	1,782
		生産物売払収入	20,360	生産物売払収入(栗東) 生産物売払収入(信楽)	18,760 1,600
		物品売払収入	331,000	物品売払収入	331,000
繰入金	基金繰入金	産業廃棄物発生抑制等推進基金	12,558,720	製品部材等リサイクル推進支援事業(産廃税充当事業)	4,184,000
		工業技術振興基金繰入金		イノベーション推進設備整備事業ほか	6,681,720
		中小企業活性化推進基金		海外展開技術支援事業	1,693,000
諸収入	受託事業収入	商工観光労働受託事業収入	984,039	試験研究事業費受託事業	984,039
	雑入	雑入	54,016,073	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	13,600,800 178,999 2,226,350 37,956,217 10,000 43,707
県債	県債	商工観光労働債	36,900,000	工業技術総合センター整備事業債	36,900,000
合計			528,187,869		

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	15,713,208		
			給料	135,132,000		
			職員手当	86,950,705		
			共済費	51,096,324		
			賃金	3,056,161		
			報償費	859,780		
			旅費	2,612,586		
			需用費	63,792,090		
			役務費	4,460,779		
			委託料	35,011,445		
			使用料および賃借料	283,606		
			工事請負費	225,018,000		
			原材料費	1,780,513		
			備品購入費	238,564,864		
			負担金補助および交付金	534,000		
			公課費	24,200		
			(中小企業費) 小計			864,890,261
			商工業費	工業振興費	旅費	212,666
					需用費	454,787
	役務費	852,120				
備品購入費	474,900					
負担金補助および交付金	1,994,473					
(商工業費) 小計			866,884,734			
(商工観光労働費) 小計			866,884,734			
合計				866,884,734		

(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
30	62,651,977	*14 360,723,918	353,142	*15 12,558,720	55,000,112	*18 373,602,392	864,890,261

注 1. 財産収入・・・工業技術振興基金運用収入他
 2. 繰入金・・・工業技術センター施設整備基金取崩 他
 3. 諸収入・・・公益財団法人JKA補助金、外部競争的資金他
 *1 寄付金 5,100,000円を含む
 *2 寄付金 700,000円を含む
 *3 寄付金 9,000,000円、県債 270,000,000円を含む
 *4 寄付金 5,100,000円を含む
 *5 寄付金 360,000円を含む
 *6 寄付金 360,000円、県債 90,000,000円を含む
 *7 平成9年度分には平成9年度繰越分を含む
 *8 緊急雇用特別対策基金繰入金
 *9 平成9年度以降は信楽産業技術試験場との合計額
 *10 県産業廃棄物発生抑制等推進基金
 *11 地域活性化・経済危機対策臨時交付金
 *12 緊急雇用創出事業臨時特例基金繰入金
 *13 関西広域連合に係る減免の適用開始
 *14 戦略産業雇用創出プロジェクト補助金
 *15 工業技術振興基金、県産業廃棄物発生抑制等推進基金
 地方創生推進交付金 (H28、H29、H30)
 中小企業活性化基金 (H28、H29、H30)
 地方創生拠点整備交付金 (H29、H30)
 *16 県債 11,300,000円を含む
 *17 県債 44,900,000円を含む
 *18 県債 36,900,000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	*2 1,218,090,170
10	-	290,327,728	52,822,893	45,611,212	-	-	90,433,773	811,938,575
11	-	142,975,492	54,514,531	25,366,277	-	-	91,243,661	658,484,805
12	-	145,175,564	58,272,588	31,453,835	-	-	98,023,064	679,709,514
13	-	91,676,504	53,246,218	38,102,625	-	-	96,987,690	633,559,487
14	-	64,299,000	62,421,948	21,975,202	-	-	89,736,095	566,341,941
15	-	45,251,750	57,032,250	26,285,512	-	-	89,850,371	548,821,792
16	-	81,500,972	66,058,831	30,577,446	-	-	78,556,520	592,856,463
17	-	62,837,486	55,783,378	32,582,531	-	-	77,095,205	558,825,004
18	-	73,300,315	54,990,906	27,187,301	-	-	71,958,271	542,688,820
19	-	54,774,450	56,713,475	27,150,556	-	-	66,571,449	525,657,729
20	-	102,768,614	48,120,204	21,882,574	-	-	71,914,719	560,017,306
21	-	69,618,841	51,071,307	20,730,002	-	-	56,860,112	496,997,351
22	-	36,696,464	55,452,808	10,468,804	-	-	53,621,382	453,049,586
23	-	24,699,790	55,643,694	10,406,612	-	-	52,163,112	445,815,113
24	-	41,583,149	36,927,996	12,301,568	-	-	56,800,908	409,735,497
25	-	56,193,033	47,266,926	9,591,919	-	-	57,357,355	441,580,756
26	-	58,765,074	41,722,146	10,560,107	-	-	57,063,083	449,258,711
27	-	69,283,547	53,268,777	11,371,630	-	-	59,630,981	478,105,084
28	-	50,996,000	49,943,417	24,069,775	-	-	69,721,781	467,590,716
29	87,885,000	41,256,160	51,669,478	26,156,092	-	-	65,979,528	542,261,640
30	355,012,740	24,485,440	45,730,383	57,889,790	-	-	111,287,203	864,890,261

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、信楽窯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30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31年3月7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

岩崎啓一郎 三菱重工工作機械株式会社 代表取締役社長

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

伊藤恵美子 近畿経済産業局 課長補佐（産学官連携推進担当）

月瀬寛二 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、食品・プロダクトデザイン係の業務

・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) 閉会

日本酒醸造試験室、高度モノづくり試作開発センターの見学

【委員からの意見・提言に対する対応状況】

	意見・提言	対応状況
①	<p>地方創生推進交付金などの予算をどのようにとってくるか、入ってくるなら設備にも回せる。滋賀県らしい伸ばせる分野はあるか。水質関係など、特徴を持つばもっと補助金なども、とりやすくなるのではないか。</p>	<p>サポインの採択率は全国でもトップクラスであり、事業管理機関の滋賀県産業支援プラザと緊密な連携を図りながら取り組んでいる。本県産業の特徴としては、加工組立型産業や自動車関連のサプライヤーが多いことが挙げられるが、特に県南部は電池関連のサプライヤーが多いため、電池関係の研究にも取り組んでおり、強味になるのではと考えている。県ではウォータービジネスに取り組むほか、今後、発酵産業にも力を入れる計画としている。</p>
②	<p>世の中の流れが Society5.0 へと向かう変化の中で、地方の工業センターがクラシカルなテーマや分野、人の配置で、20年後に本当に必要とされる分野を指導できるのかという疑問がある。伝統は大事だが新しいところもある程度カバーできる人員を確保しないと、企業の指導ができるのか疑問である。お酒や発酵微生物は新しい取り組みの一つと理解してよいのか。</p>	<p>ご指摘のとおり、10年・20年後も対応できる職員を育てていかなければならないと考えている。清酒用新規酵母の開発や金属3Dプリンタなど、企業ニーズに添った新たな取組へのチャレンジを通じて、新しい技術に対応できる職員をセンターでもしっかりと育成していきたい。</p>
③	<p>例えば食品や微生物の絡みで、工業技術総合センターだから工業になるが、県の農業試験場とか農業分野との連携はできてきているのか。融合的な分野になってきており、連携も今後必要になってくると考える。</p>	<p>酒造技術研究会では、農業技術振興センターと連携し、試験醸造施設を活用して酒米の評価を行っていく計画としている。また、同センター花・果樹研究部からの相談に応じて、ブドウの房がどのくらいのかや振動でとれるのか測定したような事例もある。必要に応じて、随時連携を行っており、今後も続けていく。</p>

④	<p>中小企業から情報技術が必要とされていると思う。そのような分野の人材育成はやっているのか。</p>	<p>I o TやA Iについては、モノづくり振興課や産業支援プラザとも連携しながら、セミナーや研究会の開催を通じて、企業の人材育成と活用事例の創出に取り組んでいる。センターでも、こうした分野に中小企業にも取り組んでもらえるよう支援環境を整えていきたい。</p>
⑤	<p>信楽焼の生産量が減少している中、試験場にはこれからも新製品の提案を続けてもらいたい。2025年の大阪万博に向けて、外国人に日本の良さが伝わる新製品開発に取り組んでほしい。環境問題の対応にも、セラミックが強みになり、ビジネスに結びつくことを期待する。</p>	<p>和食や盆栽など日本文化に対する国際的な関心の高まりを受け、現在、試験場では信楽焼素材を生かした坪庭製品の開発提案を進めており、「信楽坪庭」として商標登録している。また、リサイクル原料や廃棄物を有効活用した研究開発にも取り組んでおり、引き続き研究の推進と成果普及に努めていく。</p>

7. 設備・機器

(1) 平成30年度に取得した主な機器

試験研究機器類

	機器名	規格	金額	取得日	摘要
栗 東	動的粘弾性測定装置	TAインスツルメンツ Q850-DHR2	20,401,200	H30.10.3	JKA機械工業振興補助事業
	卓上熱プレス機	アズワン 高温熱プレス機H400-15	1,028,160	H31.3.15	
	インクジェット式大判プリンタ	キヤノン PRO-4000 imagePROGRAF	594,000	H31.2.27	
	超高速昇温電気炉	株式会社モトヤマ SC-2025D-OP	2,503,440	H31.3.11	地方創生推進交付金
	ガスクロマトグラフ質量分析装置	株式会社島津製作所 GCMS-QP2020	6,642,000	H30.10.23	地方創生推進交付金
	気化成分捕集装置	株式会社島津製作所 HS-20	2,160,000	H30.12.25	地方創生推進交付金
	高機能交流安定化電源	菊水電子工業株式会社 PCR1000LE	689,472	H30.7.25	戦略的基盤技術高度化支援事業
	真円度測定機	株式会社ミツヨ ラウンドテストRA-2200AH	7,128,000	H31.1.17	戦略的基盤技術高度化支援事業
	高速高精度レーザー変位計	キーエンス LK-H050	376,812	H30.9.20	戦略的基盤技術高度化支援事業
	落錘衝撃試験機	インストロンジャパン 9340型、DAS64K	10,584,000	H31.2.8	戦略的基盤技術高度化支援事業
	衝撃試験用高速度カメラシステム	フォトロン FASTCAM Mini AX50type170K	2,808,000	H31.2.22	戦略的基盤技術高度化支援事業
	グローブボックス	株式会社UNICO UL-800A	4,556,520	H31.1.23	戦略的基盤技術高度化支援事業
	超音波溶接機	日本エマソン株式会社 2000Xea40:0.8パワーサプライ	2,999,160	H31.2.4	戦略的基盤技術高度化支援事業
	真空シール機	株式会社TOSEI SV-150	980,640	H30.12.11	戦略的基盤技術高度化支援事業
	冷熱衝撃試験機	エスベック株式会社 TSA-103ES-W	6,998,400	H31.3.11	生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金
	焼結型金属3Dプリンタ	三菱重工工作機械株式会社 3次元金属積層造形機	33,480,000	H31.3.11	生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金
	大型疲労試験機(100kN)	株式会社島津製作所 EHF-UV100k2	16,632,000	H31.3.6	生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金
	高速ワイド3Dスキャナ	GOM社 ATOS Core Professional Line、AT	9,987,840	H31.2.20	生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金
	耐久試験ロボット	UNIVERSAL ROBOTS UR5e、AGC-UR-KIT-002	4,501,440	H31.3.11	生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金
	堅型精密射出成形機	日精樹脂工業株式会社 STX10-2V、TWK-200MDa	5,473,440	H31.3.8	生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金
	高加速耐候性試験機	スガ試験機株式会社 SX120ZS	19,818,000	H31.3.11	生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金
	残留応力測定装置	パルステック工業 μ X360s	14,796,000	H31.3.5	生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金
	高荷重高速摩擦摩耗試験機	株式会社エー・アンド・デイ MODEL EFM-3-H	11,124,000	H31.3.8	生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金
	表面特性測定機	新東科学株式会社 トライポギアTYPE14	4,979,800	H31.3.4	生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金
	大型樹脂3Dプリンタ	Stratasys Fortus 450mc	39,636,000	H31.3.6	生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金
	信 楽	循環式粘土再生機	林田鉄工 MHS-20W	788,400	H30.12.25
落下衝撃粉碎機		林田鉄工 MHT-17	378,000	H30.12.25	産業廃棄物発生抑制等推進基金

7. 設備・機器

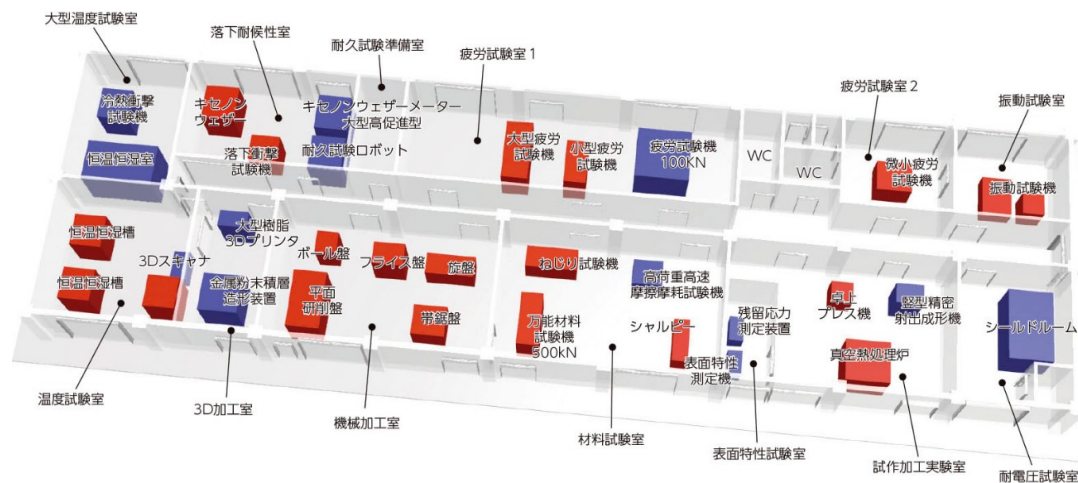
(2) 「高度モノづくり試作開発センター」の設置

当センターでは、生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金（平成 29 年度内閣府補正予算）を活用し、試作から多様な製品の性能評価まで一貫した高度なものづくりへの対応と、試験環境の改善を目的として、既設の実験棟の改装を行い、「高度モノづくり試作開発センター」が平成 31 年 3 月に竣工しました。

「高度モノづくり試作開発センター」では、建物の改装と併せて、3D造形試作に活用可能な金属粉末積層造形装置のほか、大型製品の温湿度評価に用いる恒温恒湿室、破壊に対する耐久性評価に用いる疲労試験機など、多様な特徴を有する試作装置や試験機器を整備しました。



「高度モノづくり試作開発センター」の外観および入口



「高度モノづくり試作開発センター」の棟内（施設面積：約 700m²）

II. 業務概要

1. 技術相談支援

平成30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	7,821件	2,445件	10,266件
リサーチサポート制度の利用	2件	8件	10件
モノづくり技術人材育成事業	19コース	2コース	21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：2件

実施日	分野	内容
H30. 7.10	品質工学	品質工学における設計最適化の指導
H30.10.11	食品	小型の日本酒醸造と麴米の作り方について

[信楽] 件数：8件

実施日	分野	内容
H30. 4.16	窯業 (デザイン)	ブランディングや商品デザインについての指導
H30. 5.16		展示会での会場デザインについての指導
H30. 6.14		照明デザインについての指導
H30. 7. 4		TEIBAN 商品開発研究会におけるブランディングおよび展示デザインについての指導
H30. 7.26		信楽焼坪庭製品の展示方法の指導
H30.10.29		信楽焼坪庭試作品のデザインの指導
H30.11. 1		ブランディング・店舗空間デザインの指導
H30.12. 3		ブランド構築、売場設定に関する指導

(2) モノづくり技術力向上のための「技術研修」事業（講習・実習）

講習会名称		実施日	内 容	参加者
栗東	講習【マイクロフォーカスX線透視装置の構造と取扱方法について（法令関係含む）】 実習【マイクロフォーカスX線透視装置】	30.8.7	X線透視装置の構造や透過写真の撮影方法などについて、実機を操作しながらわかりやすく紹介	5名 5名
	講習【初心者必聴！振動試験機を利用した製品信頼性評価技術の基礎】 実習【大変位振動衝撃試験機】	30.8.28	振動試験の概要をわかりやすく、事例を交えて紹介	15名 14名
	講習【知っておきたいX線光電子分光（XPS）の基礎と応用】 実習【X線光電子分光分析装置（XPS）】	30.9.11	X線光電子分光法の原理などの基礎から主として無機材料への応用事例について紹介	55名 55名
	講習【知っておきたいX線回折法（XRD）の基礎と応用】 実習【高速X線回折装置（XRD）】	30.9.11	X線回折法の原理などの基礎から主として無機材料への応用事例について紹介	55名 55名
	講習【CAEとは？何が学べるか学んでみよう！】 実習【CAE（強度解析）】	30.12.10	CAEとは何かの全般的な説明とCAEの中でも強度解析を中心に何が学べるかの事例紹介および強度解析のデモンストレーション	4名 3名
	講習【基礎・原理から学ぶ技術セミナー－いまさら聞けない pH 接触角・表面張力 編】	31.1.24	日頃使い慣れているpH計や接触角計を使用する上で必要な基礎技術について、基礎からわかりやすく紹介	30名
	講習【何が学べる？三次元測定機（基礎編）－幾何公差を評価しよう－】 実習【三次元測定機、非接触三次元測定機】	31.1.29	三次元測定機の測定原理や特徴、測定の勘どころなど、測定事例の紹介	18名 11名
	講習【製品開発のための粘弾性評価】 実習【DMA／レオメータ】	31.2.21	レオロジーの基礎や測定事例の紹介、装置のデモンストレーション	21名 6名
	講習【業界初！10MHzから100MHzを実現した固体電解質のインピーダンス測定方法】 実習【固体電解質向けインピーダンス測定システム】	31.3.13	全固体リチウムイオン二次電池用固体電解質のインピーダンス測定におけるノウハウの説明および測定実習	14名 14名
	講習【GCMS、熱分解GCMSを用いたプラスチック中の添加物分析】 実習【熱分解GCMS】	31.3.14	サイレントチェンジ対策、RoHS指令などを踏まえて、GCMS、熱分解GCMSの有用性、使い方、コツなどを紹介	31名 5名
栗東計	19コース		416名	
信楽	講習【陶磁器分野における加飾技術～スクリーン印刷技術の活用】 実習【シルクスクリン印刷、感光性樹脂製版、光硬化装置】	30.12.11	スクリーン印刷技術を活用した加飾技術の事例を紹介し、データ作成から製版、印刷について実習	24名 14名
	信楽計	2コース		38名
モノづくり技術力向上のための「技術研修」事業 合計		21コース		454名

6.0:2015 (b) (対訳)	characteristics - Limits and methods of measurement 工業用, 科学用及び医療用機器－無線周波妨害特性－限度値及び測定方法
邦訳 CISPR 11 Amd.1 Ed. 6.0:2016 (b) (対訳)	Amendment 1 - Industrial, scientific and medical equipment - Radio-frequency disturbance characteristics - Limits and methods of measurement 修正票 1－工業用, 科学用及び医療用機器－無線周波妨害特性－限度値及び測定方法
邦訳 CISPR 16-1-2 Ed. 2.0:2014 (b) (対訳)	Specification for radio disturbance and immunity measuring apparatus and methods - Part 1-2: Radio disturbance and immunity measuring apparatus - Coupling devices for conducted disturbance measurements 無線妨害及びイミュニティ測定装置並びに測定方法の仕様書－第 1-2 部: 無線妨害及びイミュニティ測定装置－伝導妨害測定のための結合装置
邦訳 CISPR 16-1-2 Amd.1 Ed. 2.0:2017 (b) (対訳)	Amendment 1 - Specification for radio disturbance and immunity measuring apparatus and methods - Part 1-2: Radio disturbance and immunity measuring apparatus - Coupling devices for conducted disturbance measurements 修正票 1－無線妨害及びイミュニティ測定装置並びに測定方法の仕様書－第 1-2 部: 無線妨害及びイミュニティ測定装置－伝導妨害測定のための結合装置
邦訳 CISPR 32 Ed. 2.0:2015 (b) (対訳)	Electromagnetic compatibility of multimedia equipment - Emission requirements マルチメディア機器の電磁両立性－エミッション要求事項
邦訳 IEC 61000-4-3 Ed. 3.0:2006 (b) (対訳)	Electromagnetic compatibility (EMC) - Part 4-3 : Testing and measurement techniques - Radiated, radio-frequency, electromagnetic field immunity test 電磁両立性(EMC)－第 4-3 部: 試験及び測定技術－放射, 無線周波数, 電磁界イミュニティ試験
邦訳 IEC 61000-4-3 Amd.1 Ed. 3.0:2007 (b) (対訳)	Amendment 1 - Electromagnetic compatibility (EMC) - Part 4-3: Testing and measurement techniques - Radiated, radio-frequency, electromagnetic field immunity test 修正票 1－電磁両立性(EMC)－第 4-3 部: 試験及び測定技術－放射, 無線周波数, 電磁界イミュニティ試験
邦訳 IEC 61000-4-3 Amd.2 Ed. 3.0:2010 (b) (対訳)	Amendment 2 - Electromagnetic compatibility (EMC) - Part 4-3: Testing and measurement techniques - Radiated, radio-frequency, electromagnetic field immunity test Electromagnetic compatibility (EMC) - Part 4-3: Testing and measurement techniques - Radiated, radio-frequency, electromagnetic field immunity test

	修正票 2－電磁両立性(EMC)－第 4-3 部:試験及び測定技術－放射, 無線周波数, 電磁界イミュニティ試験
邦訳 IEC 61000-4-4 Ed. 3.0:2012 (b)(対訳)	Electromagnetic compatibility (EMC) – Part 4-4: Testing and measurement techniques – Electrical fast transient/burst immunity test 電磁両立性(EMC)－第 4-4 部:試験及び測定技術－電氣的ファストトランジェント(高速過渡現象)/バーストイミュニティ試験
邦訳 IEC 61000-4-5 Ed. 3.0:2014 (b)(対訳)	Electromagnetic compatibility (EMC) – Part 4-5: Testing and measurement techniques – Surge immunity test 電磁両立性(EMC)－第 4-5 部:試験技術及び測定技術－サージイミュニティ試験
邦訳 IEC 61000-4-5 Amd.1 Ed. 3.0:2017 (b) (対訳)	Amendment 1 – Electromagnetic compatibility (EMC) – Part 4-5: Testing and measurement techniques – Surge immunity test 修正票 1－電磁両立性(EMC)－第 4-5 部:試験技術及び測定技術－サージイミュニティ試験
邦訳 IEC 61000-4-6 Ed. 4.0:2013 (b)(対訳)	Electromagnetic compatibility (EMC) – Part 4-6: Testing and measurement techniques – Immunity to conducted disturbances, induced by radio-frequency fields Corrigendum 1 – Electromagnetic compatibility (EMC) – Part 4-6: Testing and measurement techniques – Immunity to conducted disturbances, induced by radio-frequency fields 電磁両立性(EMC)－第 4-6 部:試験及び測定技術－無線周波電磁界によって誘導する伝導妨害に対するイミュニティ
邦訳 IEC 61000-4-11 Ed. 2.0:2004 (b)(対訳)	Electromagnetic compatibility (EMC) – Part 4-11: Testing and measurement techniques – Voltage dips, short interruptions and voltage variations immunity tests 電磁両立性(EMC)－第 4-11 部:試験及び測定技術－電圧ディップ, 停電及び電圧変動イミュニティ試験
邦訳 IEC 61000-4-11 Amd.1 Ed. 2.0:2017 (b) (対訳)	Amendment 1 – Electromagnetic compatibility (EMC) – Part 4-11: Testing and measurement techniques – Voltage dips, short interruptions and voltage variations immunity tests 修正票 1－電磁両立性(EMC)－第 4-11 部:試験及び測定技術－電圧ディップ, 停電及び電圧変動イミュニティ試験

②「信楽坪庭」の開発による海外展開

本事業は、信楽窯業技術試験場と信楽陶器工業協同組合が連携を図り、京都の町家などに代表される坪庭を現代風にアレンジし、都市のすき間空間に設置できる和風モダンな「信楽坪庭」の開発を行いました。製品開発については、東京農業大学名誉教授 近藤三雄氏の監修の下、信楽窯業技術試験場が開発を行った機能を付加した坪庭資材の活用および、各企業がこれまで積み上げた技術ノウハウにより「信楽坪庭」の開発を行っています。カタログ制作についても、昨年度に引き続き新たな製品を加えて発行することができました。また、見本市への出展については、平成28年度にはパシフィコ横浜で開催された日本フラワーガーデンショウに出展（情報収集）、平成29年度には幕張メッセで開催された第11回国際ガーデンEXPOに出展、今年度についても昨年度に引き続き、幕張メッセで開催された第12回国際ガーデンEXPOへ出展をおこないました。今後、東京オリンピック、パラリンピックも開催されることもあり、日本文化を世界に発信できる製品として「信楽坪庭」の市場化を推進します。

○事業参加企業数：15社

○推進会議の開催

- ・第4回信楽坪庭製品開発推進会議 参加企業10社
開催日時：平成30年6月7日
講師：東京農業大学名誉教授 近藤三雄
- ・第5回信楽坪庭製品開発推進会議 参加企業7社
開催日時：平成30年7月3日
講師：東京農業大学名誉教授 近藤三雄

○展示会への出展

展示会名：第12回国際ガーデンEXPO
開催日時：平成30年10月10日～12日
開催場所：幕張メッセ
入場者：3日間で約43,000人
展示会参加企業：8社
開発製品：「信楽坪庭」6点 動物オブジェ1点

○第12回国際ガーデンEXPO報告会の開催 参加企業：9社

開催日時：平成30年10月30日
講師：東京農業大学名誉教授 近藤三雄



ガーデンEXPO展示会場

(4) 主な技術相談事例

分野	電子
課題	インピーダンスアナライザの測定データの段差（不連続性）について
測定データの段差（不連続性）の原因およびその対策方法を知りたい	
<p>対 応</p> <p>一般的に、インピーダンスアナライザの電圧および電流計測部には、各々複数段の測定レンジを備えているが、機種によっては測定レンジが切り替わる周波数で、測定データに段差が生じることがある（これをレンジ誤差と言う）。この場合、測定時にレンジを手動で固定することで測定データの段差を回避できる場合がある。ただし、測定レンジを固定することで、SN 比が悪化しデータトレースにバラツキが生ずることがあるため、その場合は平均化回数や積分時間等を増やす対策を併せて実施することでSN 比の悪化を防止することができる。</p>	

分野	電子
課題	無線モジュールを搭載する機器の放射エミッション測定について
Wi-Fi モジュールを搭載する機器の放射エミッション測定をしたい	
<p>対 応</p> <p>Wi-Fi モジュールは 2.4GHz 帯や 5GHz 帯の電波を放射するが、GHz 帯の放射エミッション測定時にはその測定周波数帯域（1～6GHz）と重なるため、測定用プリアンプの入力が飽和し、正しい測定ができない、あるいはプリアンプが破損してしまう恐れがある。そのため、当該モジュールを搭載する機器を測定する場合は、モジュールが放射する周波数の信号を抑制する（低下させる）バンドリジェクションフィルタ（BRF：別名ノッチフィルタ）を併用することが必須となる。なお、MHz 帯（1GHz 以下）の放射エミッション測定時には、カットオフ周波数が 1.2GHz 程度のローパスフィルタを使用することで測定が可能である。</p>	

分野	電子
課題	ランダム振動試験におけるパワースペクトル密度 (PSD) について
パワースペクトル密度 (PSD) の加速度実効値を知りたい	
<p>対 応</p> <p>周波数とパワースペクトル密度 (PSD) のグラフ・表から加速度実効値を計算することができる。PSD のグラフと横軸 (PSD=0) で囲まれた図形の面積を計算し、平方根を計算することで加速度実効値を求めることができるが、図形は両対数グラフ上で直線となり、面積算出には複雑な計算をする必要があるため、ブラウザ上で簡単に計算できるホームページを作成した。</p>	

分野	電子
課題	高分子材料の絶縁破壊試験方法について
高分子材料 (樹脂板) の絶縁耐性を調べるにはどうしたらよいか。	
<p>対 応</p> <p>電子材料 (高分子材料) 等の絶縁破壊試験方法としては、「短時間 (急速昇圧) 法」と「段階昇圧法」がある。試験片は縦・横 100x100mm、厚さ $t=1\sim 3\text{mm}$ 程度に調製する。</p> <p>短時間法は絶縁破壊に至るまで一気に電圧を上昇させる方法で、段階法は規定時間ごとに階段状に一定電圧ずつ昇圧していく方法である。なお、試料の沿面放電を回避するため電圧印加は油中で行うのが一般的である。</p> <p>適用規格としては、JIS C 2110、ASTM D149、IEC 60243 等がある。</p>	

分野	機械・計測
課題	ねじの引き抜き試験
金属フレームに差し込まれたねじの引き抜き強度を調べたい。	
<p>対 応</p> <p>強度試験が可能な装置として、引張・圧縮試験などが可能な万能材料試験機を紹介。その装置でねじの引き抜きを行うためには、専用治具を作成してもらう必要があったので、寸法や形状などの参考イメージを提案した。</p>	

分野	機械・計測
課題	脆性材料の破壊試験
大型セラミックス部品の圧縮破壊荷重を測定したい。	
<p>対 応</p> <p>想定される破壊荷重を聞き取りした結果、大型かつ高強度なセラミックス部品であるため L01 万能材料試験機 (500 k N) による測定を用いた。また、破壊時には飛散による危険が確実であるため、アクリル製の筒でサンプル周囲を覆い、試験を行った。結果、会社内のシミュレーション通りの箇所からの破壊が実製品でも再現することが明らかとなり、シミュレーションの確かさを裏付けることが可能となった。</p>	

分野	機械・計測
課題	水圧負荷環境状態での疲労試験
疲労環境下における自社製品の耐水圧性を検証したい。	
<p>対 応</p> <p>製品に水を適切な水圧まで充填した後、曲げ荷重疲労環境下で試験を行った。試験機可動中の水漏れによる損傷を防ぐため、目視確認可能な水圧力計の他、水漏れ感知センサーと試験機制御部の接続による監視で、既定の疲労試験を安全に行うことが可能となった。</p> <p>この試験により、実環境に近い条件下における製品の耐久性を確認することが可能となり、新規開発製品の市場化への一助となった。</p>	

分野	機械・計測
課題	円形板ばねのばね特性試験
円形板ばねに特定の変位を与えた時に発生する力を正確に測定したい。	
<p>対 応</p> <p>板ばねに発生する荷重が数 10N 程度であると想定されたため、1kN ロードセルを備えた万能材料試験機を用いて、上下に取り付けた圧盤で板ばねを挟み込み、圧縮・保持・除荷を繰り返し行うコントロール試験を実施した。板ばねの変位量と力の関係性を取得でき、各種板ばねのばね特性について把握することができた。</p>	

分野	機械・計測
課題	乾式ガスメータ リンク支点軸に加わる力の測定
異音発生原因の究明	
<p>対 応</p> <p>乾式ガスメータから異音が発生するとの相談を受けた。乾式ガスメータでは、リンク機構を介してガス圧によりダイヤフラムとバルブを動かすことでガス流量を計るため、リンク支点軸には複雑なモーメントとせん断力が加わる。そこで、支点軸の軸方向および斜め 45°にひずみゲージを取り付け加わる力を測定した。その結果、2本の支点軸で加わる力が大きく異なることがわかり、対策を行った。</p>	

分野	有機材料
課題	プラスチックサンプルを加熱した際にガスが発生する現象の評価について (熱重量測定 (TGA) を用いた評価)
発生温度が近い複数のガス成分を含むプラスチックサンプルの各ガス成分の割合を求めたいが、どうしたらよいか？	
<p>対 応</p> <p>従来の定速昇温測定では、各成分割合を明確に判別することは困難であった。これは、複数成分の脱離（ガス化）が併行して生じたことで、各成分の脱離曲線が重なったことが原因であると考えられた。そのため、ダイナミック測定法を用いて再測定することとした。ダイナミック測定法とは、重量減少が生じない範囲では高速に昇温する一方、一旦重量減少が始まった場合には、その開始温度付近で昇温を停止、重量減少が終了するまで定温を保持する測定手法である。</p> <p>その結果、両成分を明確に分離することができ、同割合を求めることができるようになった。</p>	

分野	有機材料
課題	電子基板への塗布工程改善について
導電性ペーストを電子基板に塗布するにあたっての均一塗布を実現するには？	

対 応

電子基板上に導電性ペーストを塗布するにあたり、均一な膜厚で塗布するための方法を確立するため、動的粘弾性測定装置を用いて導電性ペーストの温度分散、周波数分散せん断速度依存性を測定した。その結果、均一塗布を実現する条件を求めることができ、工程における不良が激減した。

分野	有機材料
課題	黒色ゴムの主成分特定
赤外分光分析 (FT-IR) で分析できなかった黒色ゴムの主成分特定	
対 応	
<p>赤外分光分析 (FT-IR) は、非破壊かつ短時間で測定可能な分析法であり、有機物分析のファーストチョイスとして強力な手法である。しかし、測定の原理上、赤外線を吸収する試料には適用できない。赤外線を吸収する部材には、黒鉛などの黒色炭素系顔料があげられ、これらの顔料を含む試料の測定は、困難を伴う。</p> <p>分析対象試料が黒色ゴムであり、自社での FT-IR 測定では良好なスペクトルが得られず分析できなかった。そこで、試験管に入れたゴムを加熱分解・揮発させ黒色顔料と分離し、その分解物の IR 分析を提案した。分解物の分析の結果からゴムの主成分がニトリル系であると特定できた。</p>	

分野	バイオ・食品
課題	米の品種および栄養成分を調べる方法について
玄米が通常の単独品種なのか、ブレンドされたものかを分析で調べることはできるか。また、栄養成分についても少量のサンプルで調べることが出来る項目が何かを教えてほしい。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。	
対 応	
<p>玄米の状態ですべての品種を調べ、ブレンドの有無を調べるためには、遺伝子検査法が感度精度ともに最適な方法である。遺伝子検査法が自社での試験設備、専門人員がない場合でも受託試験を行う機関がある。次に、栄養成分について水分、たんぱく質、脂質、糖質など主要な栄養成分表示項目を「日本食品標準成分表 2015 年版（七訂）分析マニュアル」で分析する方法が理解されやすい。通常は 200g 以上を準備する必要があるが、少量で試験するには、これも受託分析を行う機関があり、開発目的あるいは成分表示目的なのかにより自社で行うかを選ぶことができる。</p>	

分野	バイオ・食品
課題	可食花の保存・流通を改善するための方法について
<p>最近、可食花（エディブルフラワー）の生産販売を開始したが、食品としては比較的に高付加価値の商品であり、少量を保存・流通させるための工夫できる方法について相談したい。</p>	
<p>対 応</p> <p>可食花は、生産現場から成型・パッケージ入れ、流通までを小規模事業者が手作業で行うことが多いため、基本的な情報と課題を整理することで購入者が使いたいタイミングまでとり置くことが出来るケースや保存方法についてのアイデアを紹介した。実際の日持ち向上の確認と意匠性改善などにより知財化することを提案した。</p>	

分野	無機材料
課題	ステンレスの組織観察について
<p>組織が健全な組織であるか、あるいは熱により劣化した組織（鋭敏化）なのかどうか調べたい。</p>	
<p>対 応</p> <p>SUS304 部材において、金属組織が健全であるかどうか調査する方法として、試料を鏡面研磨後に行う 10% しょう酸水溶液による電解エッチング法がある。</p> <p>これは、熱履歴を受けると結晶粒界にクロム炭化物が析出し、その周辺のクロム濃度が低下し、粒界に沿って腐食されやすくなる現象を利用している。</p> <p>健全な組織は、エッチングにより結晶面が一様に腐食され、隣り合う結晶方位差による浸食度の差によって段ができる段状組織になる。一方、熱により劣化した組織（鋭敏化）は粒界が優先的に腐食された溝状組織になる。</p> <p>このように金属組織を観察することにより SUS304 の劣化状況が評価できる。</p>	

分野	無機材料
課題	樹脂中の異物の分析について
樹脂中に異物があったので、電子顕微鏡の分析装置で分析したが、炭素しか検出されなかった。金属と予想していたが、炭素しか検出できなかった原因を知りたい。	
<p>対 応</p> <p>電子顕微鏡の分析装置での分析は表面付近だけの分析になるため、樹脂内部に異物がある場合は、透過力の強い蛍光 X 線分析装置による分析が必要になる。この試料を蛍光 X 線分析装置で分析したところ、金属成分が検出できた。</p>	

分野	無機材料
課題	ガス透過率測定について
塗膜のガス透過率を測定したい	
<p>対 応</p> <p>ガス透過率測定装置は、フィルム状のサンプルが測定可能である。ガスバリア機能を持たせた塗膜に関してガス透過率測定を実施したいとの要望があり塗膜を乾燥させフィルム状にすることで測定可能だが、形状を維持することが難しい塗膜もある。ガスバリア性の低いフィルムに塗布することでサンプル形状を維持し、ガス透過率測定が可能である。</p>	

分野	無機材料
課題	不純物の成分分析について
有機物や炭素材料に含まれる不純物の成分分析を測定したい	
<p>対 応</p> <p>成分分析には蛍光 X 線分析装置を用いると簡単に測定可能だが、数 ppm 程度の濃度の不純物の測定には ICP 発光分析装置が有用で、測定するためには溶液化することが必要である。有機物や炭素材料の溶液化は難しいが、適切な酸を用いることで溶液にでき、ICP 発光分析装置での測定が可能になった。</p>	

分野	無機材料
課題	炭素系薄膜の成膜について
樹脂フィルム上への炭素系薄膜の成膜技術について検討したい	
<p>対 応</p> <p>炭素系薄膜はその組成や特性により成膜方法が異なり、多岐にわたる。一般的によく成膜されているダイヤモンド状炭素 (DLC) を例にとると、水素の有無や構造により摺動特性、硬さが大きく変化するため、それぞれの用途に応じて、成膜方法は化学的気相蒸着法 (CVD) や物理的気相蒸着法 (PVD) が使い分けられる。硬さを必要とする DLC 膜は、水素を含まないことが多く、当センターではスパッタリング法により対応可能である。</p>	

分野	デザイン
課題	3Dプリンタで寸法どおりに造形されない
3Dプリンタで造形したが、図面どおりに造形されない。図面どおりに試作したい。	
<p>対 応</p> <p>3Dプリンタの装置ごとに造形誤差がある。まずは一度造形して変形を測定。その変形分を見越して造形することで解決した。また、積層ピッチを小さくすることで変形を少なくすることでも対応した。</p>	

分野	デザイン
課題	意匠登録用写真を修正したい
写真内のロゴの削除と意匠登録部分の強調したい	
<p>対 応</p> <p>写真修正ソフトを使い、写真内に写り込んだロゴを削除。次に意匠登録の権利部分を切り取り、そのほかをグレーにして写真を修正した。意匠登録用に権利部分がわかりやすい写真になった。</p>	

分野	窯業
課題	製品の温度分布測定について
複数の物質から構成される製品の温度分布を測定したい。	
<p>対 応</p> <p>セラミックや金属、プラスチックなどを組み合わせた製品の温度分布について、赤外線温度分布測定装置を用い、表面温度を測定した。この測定装置は物体から放射される赤外線量を計測することにより物体表面の温度分布を画像化することができる。しかし、今回のように複数の物質の組み合わせられた製品では、表面温度が同じ物質でも放射される赤外線量が異なるため、正確な温度分布が測定できない。そこでカーボンスプレーを使い、測定表面を炭素で均一に覆うことにより精度の高い測定が可能となった。</p>	

分野	窯業
課題	セラミックスの吸湿特性評価について
多孔質セラミック材料の吸湿量を測定したい。	
<p>対 応</p> <p>測定環境の湿度や温度により、吸湿量は変化するため、純水を入れたデシケーターに試料を濡れないように静置し、さらに恒温槽にこのデシケーターを入れることにより一定温度の相対湿度約 100%の環境下における吸湿量を測定した。また、純水の代わりに炭酸カリウムや塩化ナトリウムなどの飽和塩溶液を使用すると相対湿度を調整できる。</p>	

分野	窯業
課題	マイクロバブルのサイズ測定について
水中に発生させたマイクロバブルのサイズを測定したい。	
<p>対 応</p> <p>既設のレーザー回折/散乱式粒子径分布測定装置は、粉末試料などの粒子の大きさを、少しのサンプル量で短時間に測定することができる。実際には媒質と溶質の屈折率に差があれば、粒子の大きさとして測定することができるため、液体中に発生した空気などの泡（マイクロバブル）のサイズでも原理的には測定できる。しかし、マイクロバブルはサイズによっては消泡しやすくなるため、循環速度などの測定条件を提案した。</p>	

分野	窯業
課題	セラミックス製多孔体の細孔測定について
細孔径分布、BET 比表面積等の物性を測定したい。	
<p>対 応</p> <p>セラミックス製多孔体は、素材の熱安定性を活かしフィルターや触媒担体などに利用されており、細孔径分布やその形状、比表面積が性能を左右する。これらを測定できる装置として、気孔径分布測定装置（水銀圧入法）とガス吸着量測定装置（窒素ガス吸着法）を機器開放している。実際の測定では、各装置で得意とする気孔径や測定サンプルに適した測定条件が異なるために、サンプル毎に測定装置と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31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30年度設備機器利用状況>

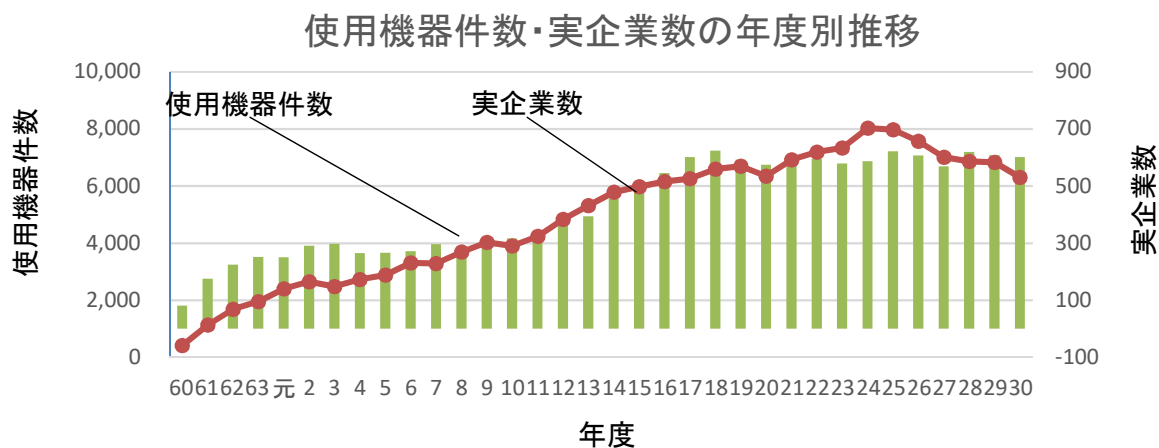
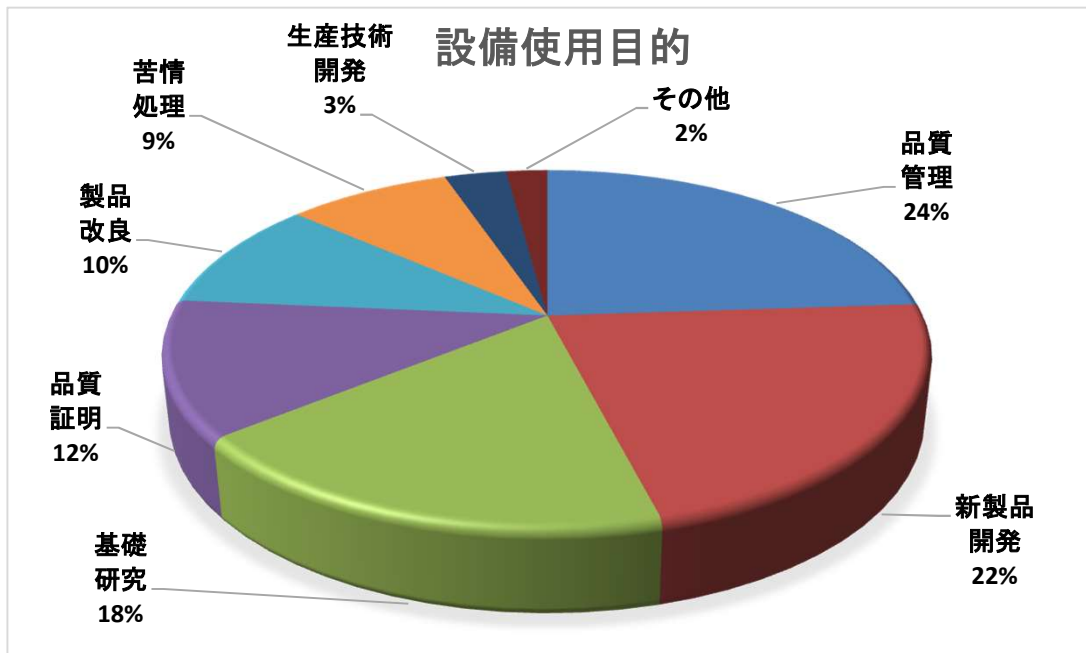
使用機器件数	6,307 件
延使用時間数	44,809 時間
実企業数	601 社

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	1,510	1,390	1,148	772	632	525	198	132	6,307
	23.9%	22.0%	18.2%	12.2%	10.0%	8.3%	3.1%	2.1%	

主な利用機器

No	平成30年度		平成21年度～平成30年度	
	機器名	件数	機器名	件数
1	赤外分光光度計 (FT-IR)	403	赤外分光光度計 (FT-IR)	5751
2	走査型電子顕微鏡	369	走査型電子顕微鏡	4080
3	SEM用分析装置	338	SEM用分析装置	3620
4	万能材料試験機 (50kN)	303	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	2555
5	前処理装置	298	前処理装置	2522
6	マイクロフォーカスX線透視装置	229	万能材料試験機 (50kN)	2401
7	電子天びん	226	イオンコーティング装置	2006
8	イオンコーティング装置	224	熱分析装置	1852
9	三次元測定機	175	三次元測定機	1705
10	ICP発光分析装置	171	電子天びん	1702
11	熱分析装置	160	ICP発光分析装置	1573
12	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	147	振動試験機	1461
13	大変位振動衝撃試験機	119	放射電磁界測定システム	1320
14	電波暗室	106	電波暗室	1199
15	ガス透過率測定装置	102	熱分析ガスクロマトグラフ質量分析装置	1104
16	放射電磁界測定システム	101	X線光電子分光分析装置	1019
17	顕微鏡システム	92	万能材料試験機 (500kN)	1000
18	熱分析ガスクロマトグラフ質量分析装置	90	動的粘弾性測定装置 (常温)	971
19	表面粗さ測定機	90	非接触三次元測定機	941
20	X線光電子分光分析装置	85	X線テレビ検査システム	824



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
30	6,307	44,809	601
合計	166,899	1,098,728	-

B 信楽

主な利用機器

No.	平成30年度		平成21年度～30年度	
	機器名	件数	機器名	件数
1	粒度分析装置	176	粒度分析装置	1348
2	前処理装置	101	走査型電子顕微鏡	775
3	走査型電子顕微鏡	95	前処理装置	766
4	S E M用元素分析装置	86	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	617
5	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	45	S E M用元素分析装置	593
6	電子天びん	38	電子天びん	396
7	乾燥機	31	シリコニット電気炉	319
8	波長分散型蛍光X線分析装置	26	乾燥機	316
9	電気炉9キロワット本焼	26	電気炉9キロワット素焼	306
10	ガス窯0.4立方メートル本焼	26	サンドブラスター	300
11	電気炉9キロワット素焼	25	電気炉9キロワット本焼	255
12	スラブローラー	24	万能材料試験機(5kN)	250
13	熱分析装置	24	熱分析装置	228
14	シリコニット電気炉	23	X線回折装置	215
15	振動フルイ	21	電気炉20キロワット本焼	192
16	ポットミル回転台	20	ポットミル回転台	191
17	ガス吸着量測定装置	18	ガス窯0.4立方メートル本焼	183
18	電気炉20キロワット素焼	18	スクリーン印刷装置	181
19	万能材料試験機(5kN)	17	電気炉45キロワット素焼	170
20	気孔径分布測定装置	17	ガス吸着量測定装置	159

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
16	604	1,327	146
17	594	1,316	135
18	761	1,890	140
19	849	1,783	160
20	940	1,798	169
21	1,180	2,372	173
22	967	1,922	176
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
30	1,195	3,261	190
合計	15,643	35,121	-

(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30年度依頼試験分析実施状況>

区分	項目	件数	単位数	単位名
材料試験	強度試験	16	149	試料
	硬さ試験	1	10	試料
定量分析	成分	3	59	成分
デザイン指導	デザイン指導	22	361	時間
その他	成績書の英文作成	0	0	通
合 計		42	579	

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)
H30	-	17(159)	-	-	3(59)	-	22(361)	-	42(579)
計	107 (1,220)	1,314 (10,139)	13 (143)	428 (6,065)	576 (4,728)	55 (163)	444 (5,276)	172 (424)	3,109 (28,158)

B 信楽

<平成30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	17	38	時間
曲げ強度試験	2	6	試料
オートクレーブ試験	1	5	試料
耐薬品試験	2	15	試料
吸水率試験	3	7	試料
熱衝撃試験	2	2	試料
比重測定	1	5	試料
定性分析	2	5	成分
Pb、Cdの溶出試験	7	8	試料
合計	37	91	

年度別依頼試験分析実施件数・単位

年度	件数	単位数
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	18	61
30	37	91

(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30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	0	0
滋賀県酵母 B	2	12
滋賀県酵母 C	0	0
滋賀県酵母 D	2	2
合計	4	14

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
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
30	4	14	2

B 信楽

■ 製版印刷

生 産 品	受 払 件 数	実 企 業 数
フィルム出力	1	1
感光性樹脂製版	1	1
合 計	2	1

参考 年度別生産物受払件数・実企業数

年度	件数	実企業数
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
30	2	1

3. 研究開発・産学官連携

(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30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。

平成30年度センター単独研究テーマ

研究テーマ	担当者
液相合成法による機能性無機顔料の研究 －液相合成法による新規環境配慮型顔料の研究－	前川 昭
電池デバイスの評価技術の検討 －内部抵抗評価およびその活用について－	田中 喜樹 山本 典央
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
「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
信楽焼坪庭製品の市場開拓に向けた開発研究	高畑 宏亮 他
信楽産長石を活用した照明用資材の開発	植西 寛
異素材との組み合わせによる陶製品の開発	山内 美香
海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発	安達 智彦 他
スメクタイト系粘土を利用した陶土の開発	山本 和弘
窯業系汚泥を用いた凍害に強い土止ブロックの開発	神屋 道也 他

(2) 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 東北部工業技術センター 企業1社	継続	産学官	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
2	(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
3	(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
4	(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	水素混合燃料焚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
5	(一財)大阪科学技術センター 足利工業大学 企業1社	継続	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
6	(公財)滋賀県産業支援プラザ 企業2社	継続	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ブロー・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	平野 真 木村昌彦 山本典央
7	(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
8	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 佐々木宗生 神澤岳史 田中喜樹
9	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	H26.11.15～H31.3.31	山下誠児
10	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器具・システムの開発	H26.8.10～H32.7.31	山本典央 田中喜樹 平野 真 佐々木宗生
11	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～H31.3.31	山本典央
12	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～H31.3.31	白井伸明
13	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～H31.3.31	白井伸明 岡田俊樹
14	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
15	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	キャビ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
16	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 シャワーキャリー「U-CLE」の実用化	H27.10.1～H31.3.31	山下誠児
17	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～H31.3.31	今田琢巳
18	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

	機 関 名	区 分		共 同 研 究 テ ー マ	予 定 研 究 期 間	担 当
19	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	H28. 4. 1～H31. 3. 31	大山雅寿 那須喜一 神澤岳史 中居直浩
20	(国研)産業技術総合研究所 全国公設試	継続	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～H31. 3. 31	佐々木宗生 田中喜樹 安達智彦 山本和弘 神屋道也
21	(国研)産業技術総合研究所 全国公設試	継続	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～H31. 3. 31	今道高志 山下誠児 今田琢巳 柳澤研太
22	企業1社	継続	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～H31. 3. 31	田中喜樹 所 敏夫
23	東北部工業技術センター 企業2社	継続	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～H31. 3. 31	神澤岳史
24	滋賀県立大学 東北部工業技術センター	継続	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～H31. 3. 31	神澤岳史 大山雅寿 中居直浩 木村昌彦 柳澤研太 田中喜樹 斧 督人 佐々木宗生
25	龍谷大学 企業1社	継続	産学官	ファイナブルクーラント液を用いた機械加工に関する研究	H29. 9. 1～H31. 3. 31	今田琢巳
26	企業1社	継続	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
27	企業2社	継続	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
28	東北部工業技術センター 企業1社	新規	産官	ヨシを原料とする活性炭化技術並びにEDLC電極材料の開発に関する研究	H30. 4. 1～H31. 3. 31	田中喜樹
29	(国研)産業技術総合研究所 全国公設試	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】	H30. 6. 1～H31. 2. 28	山本典央
30	滋賀県立大学 東北部工業技術センター 企業1社	新規	産学官	ポリマーアロイによる樹脂の高機能化	H30. 4. 1～H31. 3. 31	神澤岳史
31	(公財)滋賀県産業支援プラザ 龍谷大学 企業2社	新規	産学官	セラミックス製高精度ステーターを用いた次世代二次電池電極塗工用ポンプの開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H30. 8. 1～H33. 3. 31	今田琢巳 田中喜樹
32	(公財)滋賀県産業支援プラザ 企業2社	新規	産官	トランスファープレス技術を用いたソナーセンサー用のアルミ成形技術およびIoT活用の製品保証技術の開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H30. 8. 1～H33. 3. 31	深尾典久 斧 督人 柳澤研太 平野 真
33	(公財)滋賀県産業支援プラザ 企業1社	新規	産官	世界初の新超硬素材を使用した高剛性・長寿命・リサイクル可能なダイヤモンド電着工具の研究開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H30. 8. 1～H33. 3. 31	今道高志 佐々木宗生 今田琢巳 斧 督人 柳澤研太
34	(公財)滋賀県産業支援プラザ 企業1社	新規	産官	リチウムイオン電池の高容量化・長寿命化に寄与する超薄片化黒鉛を用いた画期的な導電ペーストの研究開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H30. 8. 1～H33. 3. 31	田中喜樹 所 敏夫

	機 関 名	区 分		共 同 研 究 テ ー マ	予 定 研 究 期 間	担 当
		新 規	産 官			
35	(公財)滋賀県産業支援プラザ 企業1社	新規	産官	極限環境でも高強度と耐衝撃性を持続する世界初の革新的FRP素材の研究開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H30. 8. 1～H33. 3. 31	那須喜一 神澤岳史 大山雅寿
36	龍谷大学 企業1社	新規	産学官	透明樹脂導光体高機能化のための加飾切削技術を活用した光環境デザイン設計支援システムの開発 【JST-研究成果展開事業 A-STEP機能検証フェーズ】	H30. 9. 3～H31. 8. 31	今田琢巳 山下誠児
37	東北部工業技術センター 企業1社	新規	産官	マクロモノマー法を用いたリチウムイオン二次電池用次世代バインダーの開発 【NEDO助成事業課題設定型産業技術開発費助成金 ベンチャー企業等による新エネルギー技術革新支援事業】	H30. 8. 16～H31. 8. 31	田中喜樹 所 敏夫 佐々木宗生 神澤岳史
38	企業1社	新規	産官	バイオパタイトを活用した陶磁器製品の開発研究	H31. 1. 4～H32. 3. 31	植西 寛
39	龍谷大学 東北部工業技術センター	新規	学官	水素燃料電池普及に資する新規表面処理技術の研究開発 【産学官橋渡し共同研究開発事業 エネルギー技術開発オープンイノベーション促進研究】	H30. 7. 2～H31. 2. 28	所 敏夫 今道高志 佐々木宗生
40	企業1社	新規	産官	新規負極活物質を用いた高容量円筒型リチウムイオン電池の開発 【市村清新技術財団 新技術開発助成】	H31. 2. 1～H32. 2. 28	田中喜樹
41	企業1社	新規	産官	レンズ成型用金型ダイヤモンド被膜表面加工技術の開発	H31. 2. 18～H32. 3. 31	佐々木宗生

(3) 研究発表等

① 学会誌等発表

発表題名	学会誌等	発表者
Fluorine-19 magnetic resonance imaging probe for the detection of tau pathology in female rTg4510 mice.	Journal of Neuroscience Research 2018 May;96(5):841-851	N. Shirai K. Hirao et al.
3D3プロジェクトへの取組（最終報告）	(国研)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「3 D計測エボリューション」 H30年度 実施報告書	今道高志 山下誠児 今田琢巳 柳澤研太 他

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
分析して分かった「信楽焼陶土」の時代変化	ELBION 技術研究会	龍谷大学大宮 学舎西翼2階 大会議室	H30.6.16	安達智彦
信楽焼原料の時代変化	関西分析研究会 平成30 年度第1回例会	龍谷大学瀬田 学舎 REC小ホ ール	H30.6.29	安達智彦
ファインバブル含有切削油剤を用いたアルミセラミックスの研削加工-電着ダイヤモンド工具による側面研削での基礎的検討-	精密工学会 2018年度関 西地方定期学術講演会	大阪電気通信 大学	H30.6.29	今田琢巳 他
ワンパーティクルユニバース；空气中の微粒子の高感度分析による健康・安心社会への貢献	第3回 滋賀テックプラ ングランプリ、滋賀県、 リバネス	琵琶湖ホテル	H30.7.14	白井伸明 他
極小径エンドミル加工における切削現象について-立壁形状加工における左ねじれ工具の仕上げ効果-	精密工学会 2018年度秋 季大会学術講演会	函館アリーナ	H30.9.5	今田琢巳 他
パルスレーザと切削を用いた高能率金型加工について-超硬合金のレーザミリング特性に関する基礎的検討-	精密工学会 2018年度秋 季大会学術講演会	函館アリーナ	H30.9.5	今田琢巳 他
加飾切削を用いたLED 導光アクリル板の光環境デザイン設計支援システムの開発	日本機械学会 2018 年度 年次大会	関西大学	H30.9.11	今田琢巳 他
固体電解質のインピーダンス測定を行うための基礎知識と注意点	電気化学会 2018年電気 化学秋季大会講演会（ラン チョンセミナー）	金沢大学	H30.9.25	山本典央

びわ湖の水生植物を用いたセルローズナノファイバー研究開発について	びわ湖環境ビジネスメッセ実行委員会、近畿経済産業局、地方独立行政法人京都市産業技術研究所	長浜バイオ大学	H30.10.17	大山雅寿
固体電解質向けインピーダンス測定システムの開発 ～ハイブリッド車&電気自動車用バッテリーを、より安全に！より高性能に！～	びわ湖環境ビジネスメッセ2018 共催セミナー 滋賀県試験研究機関 研究発表会2018	長浜バイオ大学ドーム	H30.10.19	山本典央
小径エンドミル加工における左ねじれ工具のすくい角の違いが切削現象に及ぼす影響	日本機械学会 第12回 生産加工・工作機械部門講演会	兵庫県立大学	H30.10.13	今田琢巳 他
Experimental Investigations on Micro-end-milling of Hardened Die Steel –Damage Mechanism of Left-hand Helix Tool-	17th International Conference on Precision Engineering.	Kamakura Prince Hotel	November 13, 2018	T. Imada et al.
めっき法による化合物太陽電池の開発	関西金属表面処理若手研究者連絡会議 第131回例会	(地独)大阪産業技術研究所 森之宮センター	H30.11.30	佐々木宗生 他
全固体Liイオン二次電池用固体電解質のインピーダンス測定について	滋賀県産業支援プラザしが新産業創造ネットワーク 第15回(平成30年度 第2回) マッチングフォーラム	コラボしが21	H31.2.7	山本典央
「連続フロー合成用マイクロプラント」によるエステル化	日本化学会 第99回春季年会(2019)	甲南大学 岡本キャンパス	H31.3.16-19	中居直浩 他

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
新規リチウムイオン二次電池電極用バインダーの開発 –電極接着強度評価方法の検討–	関西広域連合、(地独)京都市産業技術研究所 平成30年度関西広域連合 公設試交流セミナー	(地独)京都市産業技術研究所	H30.10.5	田中喜樹 所敏夫 佐々木宗生 神澤岳史 他
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23回 会電磁環境分科会及び 第28回EMC研究会	ニューウェルシティー宮崎	H30.11.1	山本典央
ゲルマン酸塩をホストとしたセラミックス発光材料	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22回 窯業研究会	(地独)大阪産業技術研究所 本部・和泉センター	H30.11.27	山本和弘

3D3プロジェクトへの取組（最終報告）	(国研)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」全体研究会	山形テルサ	H30.12.6	今道高志 山下誠児 今田琢巳 柳澤研太 他
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	兵庫県立工業技術センター	H30.12.7	山本典央
セルロースナノファイバーの形態(繊維長)の粘弾性測定による間接的評価	産業技術連携推進会議 近畿地域部会 ナノテクノロジー分科会	千里ライフサイエンスセンター	H31.2.26	大山雅寿

④展示会

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2018	<p><当センターブース></p> <ul style="list-style-type: none"> 全固体Liイオン二次電池用固体電解質のインピーダンス測定について 透明樹脂導光体の加飾切削加工技術の開発 マイクロフロー連続攪拌槽型反応器の開発 プラスチックの濡れ性に関する応用研究 <p><CNFブース></p> <ul style="list-style-type: none"> 水生植物から創製したセルロースナノファイバーに関する研究開発について 	長浜バイオ大学ドーム	H30.10.17-19
日本工作機械工業会 第18回国際工作機械技術者会議ポスターセッション	右刃左ねじれ小径エンドミルによる高品質立壁形状加工	東京ビッグサイト	H30.11.1-6
滋賀材料技術フォーラム設立30周年記念事業 会員ポスターセッション	<ul style="list-style-type: none"> 水生植物から創製したセルロースナノファイバーに関する研究開発について プラスチックの濡れ性に関する応用研究 	龍谷大学 RECホール	H30.11.8
IPビジネスサイト 大阪府知的財産マッチング	ウイルスを検出する方法およびシステム	マイドーム大阪	H30.11.28~29
Tech Connect Kansai 2019	<ul style="list-style-type: none"> 全固体Liイオン二次電池用固体電解質のインピーダンス測定について 透明樹脂導光体の加飾切削加工技術の開発 独自のマイクロフロー合成装置「マイクロフローCSTR」とそのアプリケーション開発 	大阪産業創造館	H31.1.15

滋賀県産業支援プラザしが新産業創造ネットワーク 第15回(平成30年度 第2回)マッチングフォーラム	<ul style="list-style-type: none"> ・全固体Liイオン二次電池用固体電解質のインピーダンス測定について ・透明樹脂導光体の加飾切削加工技術の開発 ・マイクロフロー連続攪拌槽型反応器の開発 ・プラスチックの濡れ性に関する応用研究 	コラボしが21	H31.2.7
メディカルジャパン大阪 大阪展	高感度一粒子蛍光検出装置	インテックス大阪	H31.2.22
第395回生存圏シンポジウム/ナノセルロースシンポジウム2019 軽くて強いナノ材料シューズから自動車へ	滋賀県におけるセルロースナノファイバー関連研究の取組について	京都テルサ	H31.3.4

⑤ その他職員派遣

派遣先	講座名等	年月日	派遣者
ココクールマザーレイク・セレクション(滋賀県)	セミナー、ファンが増えるデザイン・商品開発のきっかけ「県ではこんな支援を行っています!」	H30.6.8	山下誠児 白井伸明
大阪国税局	平成30年度 全国市販酒類調査における品質評価	H31.2.15	岡田俊樹
大阪国税局	平成30年度 大阪国税局新酒研究会	H31.3.13	岡田俊樹
滋賀県酒造組合	新酒きき酒評価会	H31.3.15	那須喜一

(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

窯業系廃棄物を活用した園芸土木資材の開発

神屋道也、山本和弘、安達智彦、中島孝

・研究終了

新規リチウムイオン2次電池電極用バインダーの開発

田中喜樹、所敏夫、（東北部工技）佐々木宗生、脇坂博之

信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発

川澄一司、高畑宏亮、西尾隆臣、山内美香

開催日	平成30年7月9日（月）滋賀県庁東館 2A会議室		
委員 (敬称略)	笹井 仁治	商工観光労働部・次長	
	阿部 弘幸	商工観光労働部・技監	
	望月 敬之	商工政策課・課長	
	小川 栄司	モノづくり振興課・課長	
	那須 喜一	工業技術総合センター・参事	
	所 敏夫	工業技術総合センター・参事	
	山中 仁敏	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

窯業系廃棄物を活用した園芸土木資材の開発

神屋道也、山本和弘、安達智彦、中島孝

・研究終了

新規リチウムイオン2次電池電極用バインダーの開発

田中喜樹、所敏夫、（東北部工技）佐々木宗生、脇坂博之

信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発

川澄一司、高畑宏亮、西尾隆臣、山内美香

信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発・・・研究終了

指導改善事項

- ①試験場が蓄積した素材を活かした坪庭用資材の開発ですが、成果は技術的开发が中心であり、「和風モダン」の評価はしてないように思えます。
- ②和風モダンの定義を明確化できると坪庭用資材の優位さが訴えられると感じます。

総評

- ①個々の成果物のデザインテイストに不整合が見られます。
- ②和風モダンな坪庭と陶製品というコンセプトは魅力的であり、今後の洗練に期待します。
- ③信楽陶器工業協同組合と一体となった坪庭の普及活動が行われ、産地の活性化に貢献できていると思います。

(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30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
5月31日	第107回運営委員会	議題：29年度事業報告・決算報告(案)、30年度事業計画・予算(案)、役員等の改選、上半期事業について	19名	当センター
	平成30年度総会 第92回例会 (講演会)	内容：29年度事業報告・決算報告(案)、30年度事業計画・予算(案)、役員等の改選について 等 「多分岐星型ポリマーの新規ソフトマテリアルへの展開」 滋賀県立大学工学部材料科学科 教授 金岡鐘局氏 「センターの新規導入設備の紹介」 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光分析装置 顕微鏡システム 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 26名	当センター
9月11日	第78回研修会 (技術研修) (総合センター・セラミックス協会研修会同時開催)	見学先：「知っておきたいX線光電子分光法 (XPS) の基礎と応用」 アルバック・ファイ株式会社 眞田 則明 氏 「知っておきたいX線回折法 (XRD) の基礎と応用」 ブルカー・ジャパン株式会社 森岡 仁 氏	55名	当センター
11月8日 9日	第108回運営委員会	議題：上期の事業報告、30周年行事およびFC関連団体交流会議の段取りについて	22名	龍谷大学
	30周年記念事業 第93回例会 (講演会) 第79回研修会 (見学会)	内容：会員ポスターセッション 基調講演「MTFのあゆみ」 滋賀材料技術フォーラム会長 大柳満之氏 特別講演①「未来を担う材料開発-I.S.Tの戦略」 (株)アイ.エス.ティ 代表取締役会長 阪根勇氏 特別講演②「国際宇宙ステーションの日本実験棟「きぼう」を利用した材料研究の醍醐味とこれから」 (国研)宇宙航空研究開発機構 研究開発員 小山千尋氏 見学先：大塚オーミ陶業(株) 信楽窯業技術試験場 日本電気硝子(株)	例会 114名 研修会 25名	龍谷大学 見学先
	第31回 FC関連団体交流会議	内容：運営委員会、交流会議、地域賞状表彰式 講演 30周年記念事業 特別講演②と合同 見学先：30周年記念事業 見学会と合同	会長	龍谷大学 見学先
3月27日	第109回運営委員会	議題：30年度事業報告(案)・決算報告(案)、31年度事業計画(案)・予算(案)、役員等の変更について、	16名	龍谷大学
30周年記念行事関連		記念誌「30年のあゆみ」発行：150部 (11月)		

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30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17日	平成30年度総会 品質工学特別講演会 (兼 第286 回定例会)	平成29年度事業&決算報告、監査報告 平成30年度事業計画、予算、役員会員異動 講演会：講師・越山 卓氏 (有キューイーエム) 『QE的なもの見方ー品質工学の概要ー』	12名 計44名 (滋賀19名)	センター
5月11日	品質工学基礎講座	『品質工学概論・品質工学の考え方』	17名	東北部工業技術センター
5月15日	第287 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
6月19日	第288 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
7月10日	第289 回定例会	◆ミニセミナー「複合系材料における均一分散性と結着性評価技術の開発」：講師・芝野 広志氏 (TM実践塾) ・会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議	16名	センター
8月3日	四研究会合同研究会 (兼 第290 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54名 (滋賀14名)	京都府中小企業技術センター
9月18日	第291 回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議 ・RQES2018S参加報告	13名	センター
10月9日	品質工学シンポジウム 2018 (兼 第292 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85名 (滋賀13名)	京都リサーチパーク
11月20日	QE相談会 第293 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「MTシステムーT法、工程管理事例、CS-T法を中心にー」：講師・鶴田 明三氏 ((株)ジャダイト)	1社 14名	センター
12月18日	第294 回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議	10名	センター
1月15日	第295 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「最近の話題 (バーチャル設計、誤圧、MT法とAI技術との関連)」：講師・芝野 広志氏 (TM実践塾)	1社 13名	センター
2月19日	第296 回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議	10名	センター
3月19日	第297 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「設計品質活動の社内推進と技術者の心得」：講師・鶴田 明三氏 ((株)ジャダイト)	11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30年度は以下の活動を行いました。

開催日	内容	参加者	場所
3月17日	<ul style="list-style-type: none"> ・見学会 	6名	大阪市立美術館：フェルメール展 ハルカス美術館：明治工芸から現代アートへ (大阪市)
	<ul style="list-style-type: none"> ・交流会 <p>滋賀の蔵元（美富久酒造）が作った直営店で、滋賀のお酒を味わう。</p> 	6名	呑ん処 富士屋 (大阪市)

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30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	第36回 運営企画委員会	平成29年度事業と決算報告および 平成30年度事業計画、予算案作成等		ネット開催
6月5日	第69回 例会	研修会の開催 テーマ1:「日本酒醸造試験室の概要と利用について」 滋賀県工業技術総合センター 岡田俊樹 テーマ2:「滋賀の酒米安定生産技術確立事業の中間報告について」 滋賀県農業技術振興センター 吉田貴宏 テーマ3:「酒税法に適した清酒醸造管理ソフトについて」 喜多酒造株式会社 喜多良道	28名	センター
6月5日	平成30年度 総会 (第18回)	平成29年度事業・会計報告、 平成30年度事業・予算計画、役員の改正等	27名	センター
9月6日	第70回 例会	テーマ:「現在の日本酒の動向について」 講師:勝木慶一郎	19名	大津市
9月17日	滋賀地酒の祭典 IN 東京	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	東京都
9月24日	第12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
2月	第37回 運営企画委員会	平成30酒造年度新酒きき酒会の開催について協議		ネット開催
3月15日	新酒きき酒会 (第71回例会)	平成30酒造年度新酒きき酒評価会開催	68名	大津市

・例会の開催は、研究会会員が3部会に所属して、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、東京農業大学名誉教授近藤氏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。現在、以下の事業に参加し坪庭用陶製品の開発を進めています。



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）

○屋上緑化用陶製品の開発から坪庭用陶製品の開発へ

海外展開技術支援事業への参加企業：10 社

屋上緑化用陶製品開発研究会の新たな事業として、東京農業大学近藤三雄名誉教授の指導の下、平成 27 年度より信楽窯業技術試験場と信楽陶器工業協同組合が連携を図り実施している海外展開技術支援事業に参加し、信楽焼の大物陶器製造技術を活用した「信楽坪庭」の製品開発を行っています。

今年度は、昨年度に引き続き「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 12 回国際ガーデン EXPO に出展しました。

○推進会議の開催

信楽坪庭製品開発推進会議の開催 2 回

開催日時：平成 30 年 6 月 7 日 参加企業 10 社

平成 30 年 7 月 3 日 参加企業 7 社

○展示会への出展

展示会名：第 12 回国際ガーデン EXPO

開催日時：平成 30 年 10 月 10 日～12 日

開催場所：幕張メッセ

参加企業：8 社（研究会参加企業 6 社）

○第 12 回国際ガーデン EXPO 報告会の開催

開催日時：平成 30 年 10 月 30 日 参加企業：9 社



国際ガーデン EXPO 会場展示

⑥ T E I B A N 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定番商品の開発支援とともに振興と発展に寄与することを目的として設立しました。活動としては会員相互の技術交流や勉強会、講演会、展示会等を実施しています。

今年度も専門家の指導のもとブランド勉強会や空間づくりの実験を重ねて来ました。これらの取り組みを、県民に知っていただくため、県内ホテルと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、その成果をもって東京都銀座の松屋銀座と東京都新宿区のリビングデザインセンター O Z O N E において展示会「T E I B A N 展」を開催しました。官民協働で会員個々のブランド化を図っています。



勉強会（月 1 回程度）



空間づくりの実験（年 6 回）



滋賀県庁県民サロン（7/31-8/2）



セトレマリーナびわ湖（6/27-29）



松屋銀座（東京）（9/26-10/9）



O Z O N E（2/13-16）

(6) 産業財産権

平成30年度末現在の保有状況は次のとおりです。

特許権 16件（内、平成30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 締結具	H22. 12. 10	4639291	藤井利徳、月瀬寛二*、他	
3 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	
4 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	
5 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	
6 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	
7 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	
8 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	
9 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	
10 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	
11 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				
12 電磁波吸収体及びその製造方法	H15. 7. 4	3448012	宮代雅夫*、他	
13 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	
14 水琴窟装置	H22. 5. 21	4514129	西尾隆臣	
15 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*	
16 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	

意匠権：バタフライバルブの弁体2件（281616077、281616078）は、H30.9.28に登録され、東北部工業技術センター管理

特許出願中の件数 8件（内、平成30年度中新規出願件数 2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 H30. 3. 7	046350 041055	白井伸明、平尾浩一、他	国内優先権主張
4 樹脂組成物	H29. 11. 14 H30. 11. 13	218720 41970	神澤岳史、他	国内優先権主張
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 生物由来合成ハイドロキシアパタイトを用いた陶磁器及びその製造方法	H31. 2. 7	21019	植西寛、他	
8 樹脂組成物	H31. 3. 28	62918	神澤岳史、平尾浩一、脇坂博之、上田中隆志、他	東北部工業技術センターで出願

特許権の実施許諾 16 (内、平成30年度新規契約件数 1件)

発明の名称		契約者数	実施料	備考
栗東				
1	締結具	1	4,837円	
2	測定システムおよび測定方法	1	32,400円	
信楽				
3	持続的泡模様を液面に形成する容器	2	331円	
4	セラミックス多孔質体	1	34,992円	
5	水琴窟装置	1	0円	
6	多孔表面陶磁器	2	2,788円	
7	透光性陶磁器用練り土及び透光性陶磁器	8	102,154円	
計		16	177,502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
InN・InGaN粉体作成に関する研究	京都工芸繊維大学 工芸科学研究科	H30.5～H31.1 (週1日)	植西 寛

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
平成30年度「関西広域連合 団体連携型研修」意識改革 セミナー「仕事重視・生活 重視の『イキイキ職員』で いこう！」	関西広域連合 (堺市総合 福祉会館)	H30.8.8	山本 典央
製造業の成長市場への参入 支援	(独法)中小企業基 盤整備機構 中小 企業大学校	H30.12.18～12.20	山本 典央
公設試験研究機関研究職員 研修	(独法)中小企業基 盤整備機構 中小 企業大学校	H31.1.8～H31.1.11	柳澤 研太
公設試験研究機関研究職員 研修	(独法)中小企業基 盤整備機構 中小 企業大学校	H31.1.8～H31.1.11	中居 直浩
平成30年度 関西広域連合 広域産業振興局事業 公設 試験連携部会 人材交流分科 会 内部向け研究会	関西広域連合 ((地独)大阪産業 技術研究所 本部・ 和泉センター)	H31.1.25	山本 典央

(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
第1回県立テクノファクトリー入居審査会	公益財団法人 滋賀県産業支援 プラザ	4月12日	阿部
第2回県立テクノファクトリー入居審査会	公益財団法人 滋賀県産業支援 プラザ	5月23日	阿部
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31日	深尾
ものづくり補助金審査会（一次）	滋賀県中小企業 団体中央会	6月4日	阿部
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	阿部
小規模事業者スタートアップ補助金審査会	中小企業支援課	6月14日	阿部
第2回経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	6月14日	阿部
第1回IoT活用イノベーション創出支援補助金審査会	中小企業支援課	6月18日	阿部
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	6月21日	阿部
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	6月22日	阿部
中小企業知的財産活動支援事業補助金審査会	公益財団法人 滋賀県産業支援 プラザ	6月29日	阿部
部内研究評価委員会	モノづくり振興課	7月9日	阿部 那須 所
第3回経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	7月19日	阿部
第2回IoT活用イノベーション創出支援補助金審査会	中小企業支援課	8月8日	阿部
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10日	那須
第4回経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	9月4日	阿部
中小企業知的財産活動支援事業補助金審査会	公益財団法人 滋賀県産業支援 プラザ	9月5日	阿部

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13日	阿部
滋賀県児童生徒発明くふう展予備審査会 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21日	山下 山内
平成30年度滋賀県クリエイティブ連携推進補助 金審査会	商工政策課	9月21日	山下
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26日	阿部
ものづくり補助金審査会（二次）	滋賀県中小企業 団体中央会	10月15日	阿部
「環境こだわり米コシヒカリ販路拡大プロジ ェクト事業」業務委託にかかるプレゼンテーシ ョン審査会	食のブランド推 進課	10月15日	山下
外部研究評価委員会	モノづくり振興課	10月16日	阿部
第4回経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	11月20日	阿部
新商品の生産による新事業分野開拓者認定審 査会	中小企業支援課	11月27日	阿部
オーガニック米等PRデザイン業務委託にか かるプレゼンテーション審査会	食のブランド推 進課	1月8日	山下
小規模事業者スタートアップ補助金審査会	中小企業支援課	1月25日	阿部
第5回経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	1月25日	阿部
産業立地促進助成金等交付審査会	企業誘致推進室	2月8日	阿部
県立テクノファクトリー入居審査会	公益財団法人 滋賀県産業支援 プラザ	2月27日	阿部
産業立地促進助成金等交付審査会	企業誘致推進室	3月13日	阿部
第6回経営革新計画承認審査会①	中小企業支援課	3月18日	阿部
第6回経営革新計画承認審査会②	中小企業支援課	3月19日	那須

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ています。これまでに延べ543名の研修修了し、県内窯業関連企業に就業し、重要な人材として活躍しています。

○平成30年度研修生の選考について

平成29年6月6日 平成30年度滋賀県窯業技術者養成研修選考試験実施公告

秋試験

平成29年10月 6日（金）～10月31日（火） 願書受付
 平成29年11月 6日（月） 選考試験
 平成29年11月13日（月） 選考委員会
 平成30年11月15日（水） 結果発表

冬試験

平成30年 1月9日（火）～ 1月31日（火） 願書受付
 平成30年 2月 6日（火） 選考試験
 平成30年 2月13日（火） 選考委員会
 平成30年 2月15日（木） 結果発表

平成30年度は、9名の応募のうち9名が受験し、試験の結果8名を合格としました。研修については、8名が修了しました。そのうち6名が県内陶磁器関連企業に就職し、2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

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		
H26	7	5	1	1	0
H27	5	3	0	1	1
H28	6	3	0	3	0
H29	8	5	0	3	0
H30	8	6	0	2	0



(2) 学外研究生、実習生の受け入れ

	実習テーマ	所属	期間
栗東	ラマン分光装置を用いた無機材料の解析及び同定	龍谷大学 理工学部 3 回生	H30. 8. 27 ～H30. 9. 7
	引張試験機を用いた材料の機械的性質の測定	龍谷大学 理工学部 3 回生	H30. 8. 27 ～H30. 9. 7
信楽	陶磁器デザイン成形及び素地釉薬の調合評価（職場体験）	甲賀市立信楽中学校 2 年生（2 名）	H30. 6. 25 ～H30. 6. 29
	蛍光 X 線分析装置を用いた窯業原料に対する簡易迅速分析手法の検討	龍谷大学 理工学部 3 回生	H30. 8. 27 ～H30. 9. 7
	陶磁器デザイン成形及び素地釉薬の調合評価（職場体験）	M I H O 美学院中等教育 学校 2 年生（2 名）	H30. 11. 13 ～H30. 11. 16

(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、作品展などを行っています。

今年度も甲賀市の協力のもと7月21日から8月19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25名、28作品123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。



会場風景



OB賞受賞作品

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 2 2	平成30年 7月	2, 0 0 0部
1 2 3	平成30年10月	2, 0 0 0部
1 2 4	平成31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 3	平成31年 3月	1, 0 0 0部

② 業務報告書

平成29年度の工業技術総合センター業務活動の年報として、第32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 2	平成30年10月	6 5 0部

(2) 研究成果報告会

①栗東(所内)

平成29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き、技術移転や新たな連携を図るため、研究成果報告会を開催しました。

日 時：平成31年3月13日(水)

13:00～16:00

場 所：滋賀県工業技術総合センター

2階 大研修室

参加者：27名



○基調講演

「今話題の全固体リチウム二次電池とは?～その特徴と開発状況について～」

講師：大阪府立大学 大学院工学研究科 物質・化学系専攻

応用化学分野 助教 作田 敦 氏

○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」

電子システム係 山本 典央

「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」

有機材料係 中居 直浩

「1粒子検出装置の専用機の開発」

食品・プロダクトデザイン係 白井伸明

「リチウムイオン電池用バインダの開発」

無機材料係 田中 喜樹

「マイクロエンドミルを用いた微細金型加工における左ねじれ工具の効果」

機械システム係 今田 琢巳

「信楽産長石を活用した照明用資材の開発」

陶磁器デザイン係 植西 寛

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、関連技術の講演会もあわせて実施しました。

日 時：平成31年1月23日(水)

13:30～16:10

場 所：信楽窯業技術試験場

2階会議室

参加者：35名(32社)



○講演会

「京都市産業技術研究所の天目釉の取り組み」

—君台観左右帳記にみる天目釉の再現を中心に—

元京都市産業技術研究所研究部長 京都美術工芸大学特任教授

工芸大学特任教授 横山 直範 氏

○研究報告

「海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発」

セラミック材料係 安達 智彦

「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 植西 寛

○事業紹介

「TEIBAN 商品開発研究会」

陶磁器デザイン係 高畑 宏亮

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30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ポスター展示」として、同時開催しました。

日 時：平成31年2月7日(木) 13:00-17:10

場 所：コラボしが21 3階(大・中会議室)・ホワイエ

参加者：131名

○研究発表

「全固体Liイオン二次電池用固体電解質のインピーダンス測定について」

電子システム係 山本 典央

○工業技術センター研究成果ポスター展示

「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

「透明樹脂導光体の加飾切削加工技術の開発」

機械システム係 今田 琢巳

「マイクロフロー連続攪拌槽型反応器の開発」

有機材料係 中居 直浩

(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 2018」

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。併せて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 8 機関

○ 会期・会場

平成 30 年 7 月 12 日～16 日 瀬戸蔵 (瀬戸市)



会場風景



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県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31年3月末の登録数は1,332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。

日本産業規格(旧日本工業規格)[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
	日本産業規格(旧日本工業規格)[JIS]	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30年度は、日頃分析や評価で利用頻度の高い保有機器を中心とした機器見学ツアーを開催しました。また、あらたな取り組みとして、センターを活用した製品開発・課題解決などの事例をセンター利用者が紹介する「我が社のセンター活用法」を開催しました。

さらに、海外展開(国際規格対応・標準化)に役立つセミナーを同時開催しました。

開催日 参加者(のべ人数)	内容
平成30年11月22日 100名	○我が社のセンター活用法 ○機器見学ツアー ○海外展開技術支援セミナー

(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30年度の見学者数は延べ360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
立命館大学理工学部	3	H30.7.2
岐阜県産業技術センター	2	H30.7.23
京都市産業研究所	1	H30.9.7
独立行政法人国際協力機構 (JICA)	10	H30.9.10
滋賀材料技術フォーラム&セラミックス協会関西	60	H30.9.11
産業技術総合研究所関西センター	3	H30.9.21
滋賀経済産業協会 次世代設計リーダー育成研究会	40	H30.9.27
岐阜県議会視察	13	H30.10.10
京都府中小企業技術センター	2	H30.11.20
合 計	134	

〈信 楽〉

所 属	見学者数(名)	見学日
常滑陶の森 陶芸研究所	3	H30.5.5
千里公民館あけぼの会陶芸会員	18	H30.6.1
京都府立陶工高等技術専門校	3	H30.7.3
近江化学陶器株式会社	17	H30.7.18
滋賀県議会 厚生・産業常任委員会	13	H30.9.12
甲賀市議会 凜風会	9	H30.10.11
甲賀市議会 日本共産党甲賀市議員団	3	H30.10.17
滋賀材料技術フォーラム	28	H30.11.9
とこなめ焼技術協議会と常滑市長	21	H30.11.16
甲賀市立信楽小学校6年生	49	H30.12.19
甲賀市議会 志誠会	8	H31.1.18
甲賀市立雲井小学校4年生	18	H31.2.26
甲賀市立信楽小学校3年生	38	H31.3.4
合 計	228	

(9) 報道関係機関への資料提供

	日付	掲載等	内容	媒体
1	5月2日	JKA補助事業紹介 動画	部品の疲労に関する研究	WEB
2	5月2日	龍谷大学	田原 准教授の研究室において 公益財団法人 JKA の補助により実施された研究の成果が動画で紹介されました	WEB
3	5月18日	中日新聞	戦没者慰霊？謎多い「忠霊塔」	新聞
4	5月25日	栗東市情報誌 「リクォラ」	滋賀県工業技術総合センターについて	雑誌
5	5月25日	栗東市情報誌 「リクォラ」	水草から作製したセルロースナノファイバーについて	雑誌
6	6月12日	関西ラボねっと	蛍光X線分析装置を上手に使い分ける方法講習会	WEB
7	6月18日	関西ラボねっと	平成30年度 モノづくり技術力向上のための「技術研修」事業のお知らせ	WEB
8	6月22日	朝日新聞	T・E・I・B・A・N Japan classico 滋賀のモノづくり展 vol.12	新聞/WEB
9	6月25日	栗東市情報誌 「リクォラ」	6月の特有や表紙へのおたより	雑誌
10	6月27日	NHK	おうみ発630 T・E・I・B・A・N Japan classico 滋賀のモノづくり展 vol.12	テレビ
11	6月27日	NHK	滋賀 NEWS WEB T・E・I・B・A・N Japan classico 滋賀のモノづくり展 vol.12	WEB
12	7月1日	チームしが県議団 富波義明報告	滋賀のモノづくり展について	WEB
13	7月7日	甲賀市 市議 小 河文人報告誌	6月議会一般質問から「窯業試験場の移転新築は信楽の玄関口へ」	チラシ
14	7月9日	滋賀県産業支援プ ラザホームページ	平成30年度 戦略的基盤技術高度化支援事業への採択について	WEB
15	7月10日	信楽窯業技術試験 場研修生OB会	信楽窯業技術試験場研修生OB展について	はがき
16	7月10日	関西ラボねっと	技術研修 8/7 (火) X線の基礎知識、透視装置の構造と取扱方法	WEB
17	7月18日	信楽町観光協会	信楽窯業技術試験場研修生OB展について	WEB
18	7月20日	関西ラボねっと	第7回海外展開技術支援セミナー8/29 (水) 「CEマーキングの基礎からトレンドまで」	WEB
19	7月24日	京都新聞	信楽窯業技術試験場研修生OB展について	新聞
20	7月26日	ジャパンプロモー ション もしもしにっぽん	もしもしにっぽん 信楽透器	WEB

	日付	掲載等	内容	媒体
21	7月30日	関西ラボねっと	8/28(火)平成30年度モノづくり技術力向上のための「技術研修」「初心者必聴! 振動試験機を利用した製品信頼性評価技術の基礎」	WEB
22	7月31日	関西ラボねっと	「知っておきたいXPS、XRDの基礎と応用」	WEB
23	7月号	滋賀県中小企業団体中央会	T・E・I・B・A・N Japan classico 「滋賀のモノづくり展」開催	雑誌
24	7月31日	関西ラボねっと	テクノネットワークNo.122(2018/夏号)発行のおしらせ	WEB
25	7月発行	滋賀大学 社会連携研究センター報	ANDON研究会 和紙応用照明「ディスプレイアンドン」	雑誌
26	8月1日	甲賀市議会だより	「小河文人 2 県立信楽窯業試験場の移転計画について」	チラシ
27	8月6日	科学技術振興機構(JST)産学官の道しるべ	8/28(火)平成30年度モノづくり技術力向上のための「技術研修」「初心者必聴! 振動試験機を利用した製品信頼性評価技術の基礎」	WEB
28	8月12日	中日新聞	誰がために働いた信楽焼の地雷、手りゅう弾	新聞
29	8月17日	関西ラボねっと	滋賀材料技術フォーラム30周年記念事業(講演会)の開催について	WEB
30	9月5日	陶業時報	Zoom UP 情報トピックス 情報トピックス「となりのトトロ」と信楽焼がコラボ	新聞
31	9月10日	東海テレビ	「スイッチ!」 日帰りバスツアー ～比叡山延暦寺～	テレビ
32	9月13日	京都新聞	信楽窯業技術試験場、「陶芸の森」近くに移転へ 滋賀県	新聞/WEB
33	9月27日	京都新聞	湖国のものづくり 個性あふれ	新聞/WEB
34	9月28日	関西ラボねっと	【募集中】びわ湖環境ビジネスメッセ2018主催セミナー 「新素材・セルロースナノファイバーがもたらす新たなビジネスの創造」	WEB
35	9月29日	中日新聞	県信楽窯業技術試験場 陶芸の森周辺へ移転	新聞
36	9月29日	テレビ大阪	おとな旅あるき旅 卯山窯 信楽透器	WEB
37	10月5日	京都新聞	巨匠の手がけた陶器紹介 信楽の陶芸館	WEB
38	10月13日	京都新聞	びわ湖環境ビジネスメッセ2018 びわ湖メッセ主催セミナー	新聞
39	10月14日	甲賀市 市議 小河文人報告誌	「県立窯業技術試験場移転・地元議員が疑義?」	チラシ
40	10月16日	日刊工業新聞	びわ湖環境ビジネスメッセ2018	新聞
41	10月17日	NHK	長浜でびわ湖環境ビジネスメッセ	テレビ
42	10月23日	日刊工業新聞	全固体電池の電解質充放電、滋賀県工業技術総合センターが測定法を開発	新聞/WEB
43	10月23日	関西ラボねっと	工業技術総合センター 一般公開	WEB
44	10月28日	甲賀市議員団 ニュース	信楽窯業技術試験場 「陶芸の森」入口へ移転計画	チラシ
45	10月31日	日本共産党議会報告	窯業技術試験場建替	WEB

	日付	掲載等	内容	媒体
46	10月31日	公益財団法人JKA	滋賀県工業技術総合センター 一般公開	WEB
47	10月31日	関西ラボねっと	テクノネットワークNo.123 (2018/秋号) 発行のおしらせ	WEB
48	11月9日	関西ラボねっと	【募集中】12/10(月)モノづくり技術力向上のための技術研修「CAEとは? 何ができるか学んでみよう!」	WEB
49	11月10日	びわ湖放送	工業技術総合センター 一般公開のご案内	テレビ
50	11月22日	東洋化学(株)	工業技術総合センター 一般公開	WEB
51	11月22日	関西ラボねっと	【募集中】第9回海外展開技術支援セミナー「CEマーキング対応のための考え方と進め方」	WEB
52	11月27日	湖南市商工会	しが新産業創造ネットワーク 平成30年度第2回マッチングフォーラム	WEB
53	1月1日	甲賀市 市議 小河文人報告誌	「窯業試験場移転・3月議会に予算提出」	チラシ
54	1月8日	関西ラボねっと	【募集中】レオロジー測定を「難しい」から「わかる・できる」へ 機器利用講習会「製品開発のための粘弾性評価」開催のご案内	WEB
55	1月24日	公益財団法人JKA	滋賀県工業技術総合センター機器利用講習会「製品開発のための粘弾性評価」	WEB
56	1月24日	近畿経済産業局	日本初「3D積層造形によるモノづくり革新拠点化構想」について ～関西を中心に大阪万博に繋がる未来の技術開発に挑戦～	WEB
57	1月29日	関西ラボねっと	【募集中】3/13(水)平成30年度研究成果報告会(基調講演:今話題の全固体リチウム二次電池とは?)およびモノづくり技術力向上のための「技術研修」事業「業界初!10mHzから100MHzを実現した固体電解質のインピーダンス測定方法」	WEB
58	2月15日	関西ラボねっと	【募集中】その評価、主成分だけで大丈夫? 機器利用講習会「GC-MS、熱分解GC-MSを用いたプラスチック中の添加剤分析」開催のご案内	WEB
59	2月28日	関西ラボねっと	テクノネットワークNo.124 (2019/春号) 発行のおしらせ	WEB
60	6月4日	議員レポート 九里学レポート	近江の地酒を栗東から世界へ	チラシ
61	10月4日	公益財団法人世界 緑茶協会 緑茶通信43号	鉄道と駅弁とお茶ー車窓の友、汽車土瓶ー	雑誌
62	12月20日	科学技術振興機構 (JST) 産学官の道しるべ	ORIST シンポジウム【分析化学と公設試の役割】	WEB
63	12月21日	関西ラボねっと	【募集中】1/29(火)技術講習会「何ができる?三次元測定機(基礎編)ー幾何公差の考え方ー」	WEB
64	12月21日	関西ラボねっと	【募集中】モノづくり技術力向上のための「技術研修」事業「基礎・原理から学ぶ技術セミナー」	WEB

	日付	掲載 等	内容	媒体
65	10月	滋賀県知的所有権 センター	第2回！しが知財ビジネスマッチング オープン型マッチング会 県内企業のシーズ紹介「滋賀県工業技術総合センター 光 を通す陶器」	チラシ
66	9月号	長浜バイオ大 学 園通信「meikou」	長谷川先生が滋賀テックグランプリで最優秀賞	雑誌

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30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31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	6
	草津市	4
	守山市	3
	野洲市	3
	栗東市	3
甲賀地域	甲賀市	8
	湖南市	4
東近江地域	近江八幡市	1
	日野町	1
	竜王町	1
湖東地域	彦根市	3
湖北・高島地域	米原市	1
	高島市	1
合計		39

(3) 平成30年 信楽焼生産実態調査結果

平成31年（2019年）1月31日

対象期間：平成30年（2018年）1～12月

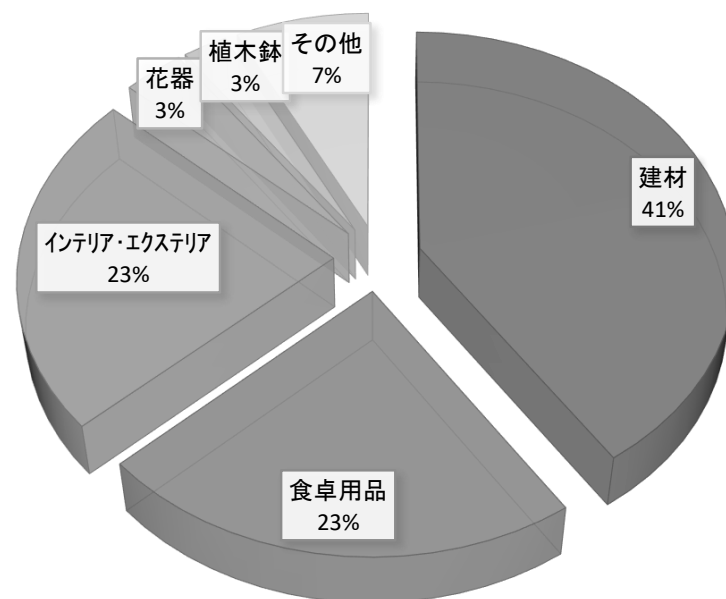
調査：信楽陶器工業協同組合

調査対象：信楽陶器工業協同組合員（陶器製造業者のみ）

集計：信楽窯業技術試験場

生産額（万円）	平成29年	平成30年	前年比
	344,341	331,883	96%
調査回収企業数	76	69	91%
調査対象企業数	82	76	93%
回収率	92.7%	90.8%	98%

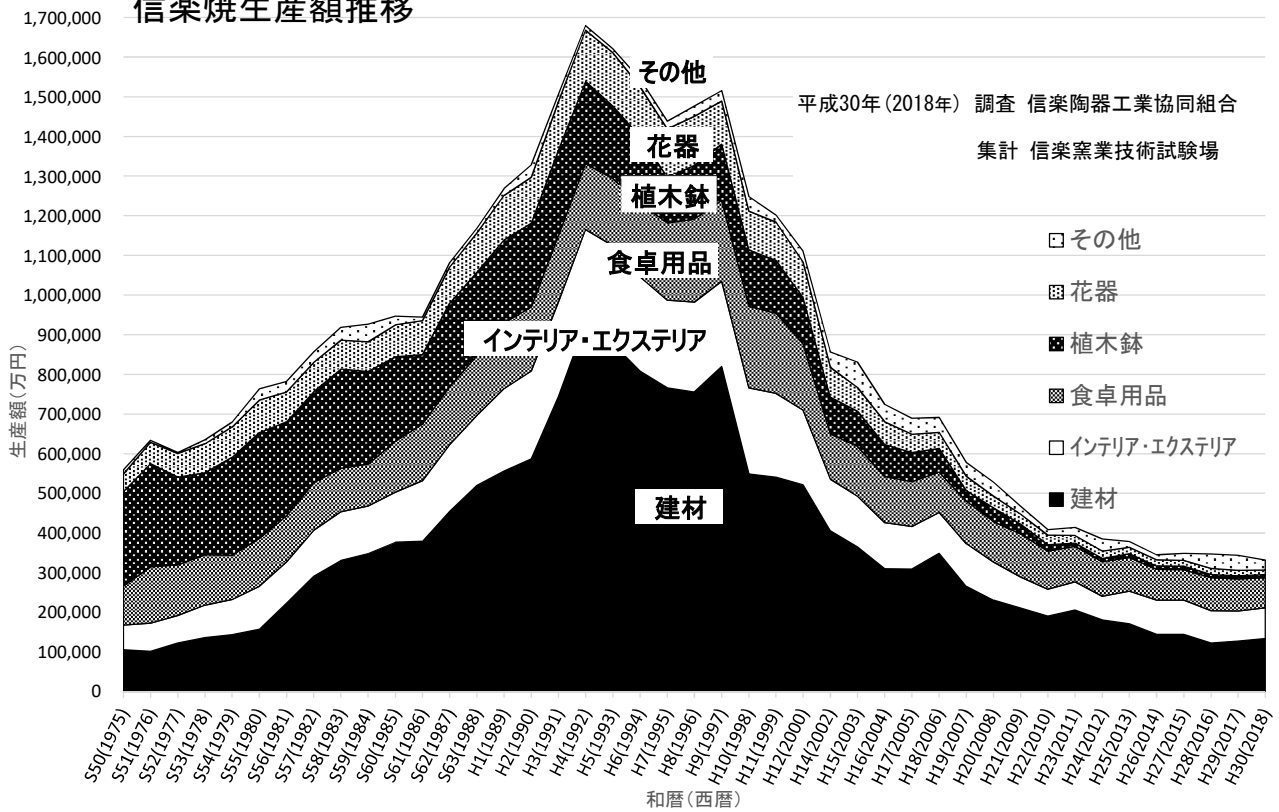
品目（万円）	平成29年	平成30年	前年比
建材	127,190	134,409	106%
食卓用品	81,216	75,787	93%
インテリア・エクステリア	76,206	77,118	101%
花器	13,752	11,394	83%
植木鉢	7,617	8,315	109%
その他	38,360	24,860	65%



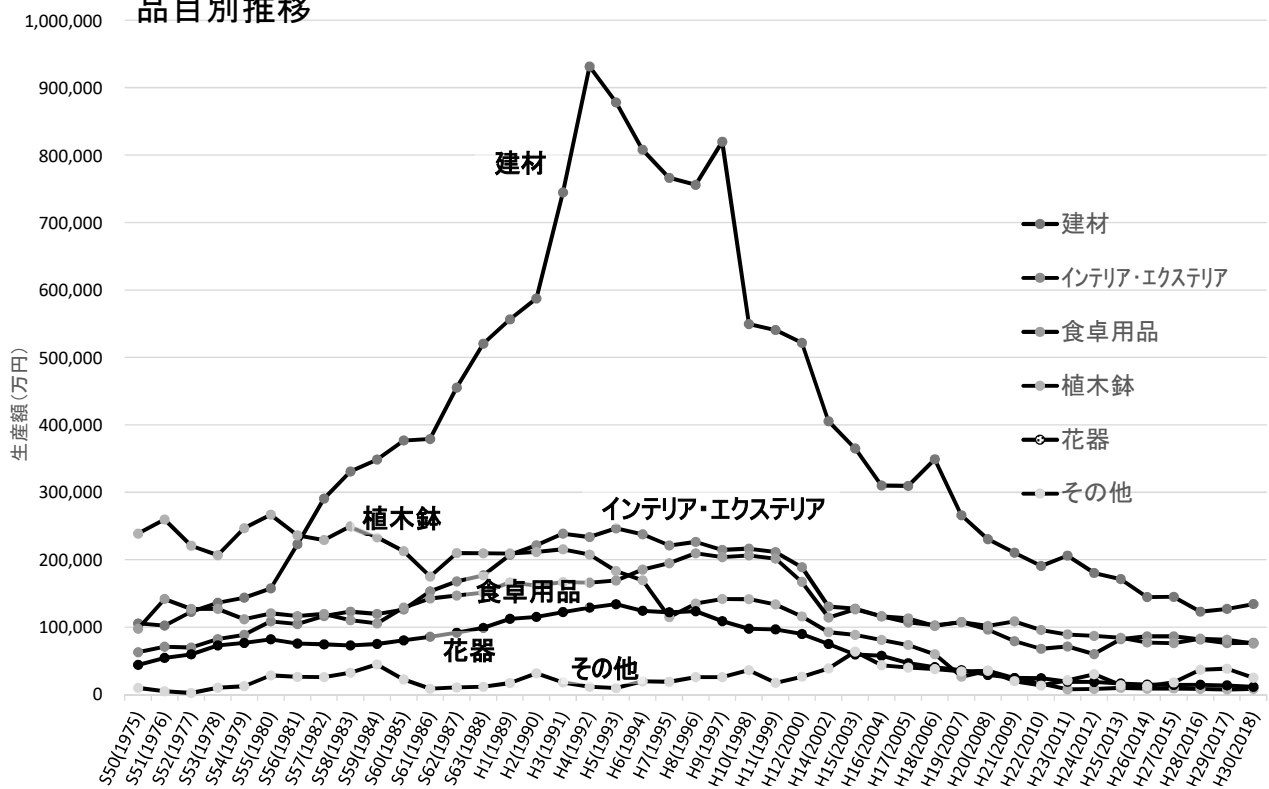
従業員数（人）	平成29年	平成30年	前年比
男	262	253	97%
女	99	97	98%
パート・その他	134	98	73%
計	495	448	91%

窯の種類・数（基）	平成29年	平成30年	前年比
ガス	161	148	92%
電気	55	55	100%
灯・重油	12	7	58%
トンネル・ローラー	3	3	100%
穴窯	21	11	52%
登窯	6	4	67%
計	258	228	88%

信楽焼生産額推移



品目別推移



Ⅲ 研究報告

平成30年度研究報告一覧

No	研究内容	報告者	頁
1	微細金型加工技術の高度化に関する研究 －立壁形状加工における左ねじれ工具の仕上げ効果－	今田 琢巳	82
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3報） －解析によるゆるみ止め効果の評価および形状改良－	柳澤 研太 深尾 典久 今田 琢巳	86
3	合わせガラス中間膜シート用材料を活用した革新的リサイクル技術の開発（第1報）	神澤 岳史	91
4	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2報）	大山 雅寿	98
5	液相合成法による機能性無機顔料の研究（第4報） －液相合成法による新規環境配慮型顔料の研究－	前川 昭	103
6	電池デバイスの評価技術の検討 －内部抵抗評価およびその活用について－	田中 喜樹 山本 典央	110
7	超高感度蛍光検出法の応用技術開発（第3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	112
8	滋賀県オリジナル清酒醸造用酵母の改良	岡田 俊樹	116
9	信楽焼坪庭製品の市場開拓に向けた開発研究	高畑 宏亮 西尾 隆臣 植西 寛 山内 美香 川澄 一司	119
10	信楽産長石を活用した照明用資材の開発	植西 寛	122
11	海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発（第3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 神屋 道也 中島 孝	127
12	スメクタイト系粘土を利用した陶土の開発（第2報）	山本 和弘	133
13	窯業系汚泥を用いた凍害に強い土止ブロックの開発	神屋 道也 山本 和弘 安達 智彦 中島 孝	136

微細金型加工技術の高度化に関する研究

—立壁形状加工における左ねじれ工具の仕上げ効果—

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工作物に切込みを開始するため、その衝撃により切削初期に底刃が損傷しやすく、加工精度や工具寿命が悪化する問題があった。そこで、ねじれ方向のみを左ねじれに変更した左ねじれ工具（右刃）の検討を進めている。左ねじれ工具は仕上げ加工における効果として、バリレス加工、形状精度の向上効果、底面品質の向上効果について確認している。本報では、立壁形状を持つ実金型モデルの加工において、従来加工法である右ねじれ工具を用いたダウンカット等高線仕上げ加工と比較し、我々が提案する左ねじれ工具を用いたアップカット段切削加工の仕上げ効果について比較検討する。さらには、各種加工条件で仕上げた底面に磨き加工を実施し、提案手法で仕上げた加工面の磨き工程における工程短縮効果について検討を行う。

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、大きさが数百マイクロメートルオーダの部材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 以下の工具が用いられるが、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。また、光学分野用途向けの金型などは、切削加工後に精密研磨により表面の凹凸を平滑にするための後処理が必要となっており、研磨加工時間の短縮も求められている。

我々は、従来から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)~12)}。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が分かった⁹⁾。しかしながら、左ねじれ工具で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回り、工具欠損する問題が見られた⁷⁾。そこで、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した結果、すくい角を鈍角化することで切りくず排出性が向上することを確認した¹²⁾。

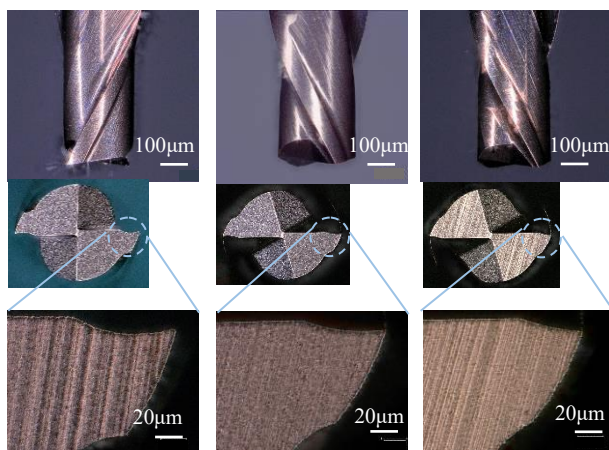
本報では、立壁形状を持つ実金型モデルの加工を想定し、従来加工法である右ねじれ工具を用いたダウンカット等高線仕上げ加工と比較し、我々が提案する左ねじれ工具を用いたアップカット段切削加工の側面及び底面の仕上げ効果について比較検討する。さらに、各種加工条件で形成した加工面について、金型の磨き工程の工程短縮効果について検討を行う。

* 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

2 実験方法

2.1 供試工具

供試工具には、標準工具として $\phi 0.5\text{mm}$ 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° 、右ねじれ、すくい角 $\alpha=6^\circ$) を用いた (図 1(a))。尚、図 1 の上段は工具側面から観察した工具刃先、中段および下段には工具底面から観察した工具底刃を示す。また、上記右ねじれ工具のねじれ方向のみ左ねじれに変更した左ねじれ工具 ($\alpha=6^\circ$) を試作した (図 1(b))。さらには、切りくず排出性を向上させるため左ねじれ工具のすくい角 α を -6° に鈍角化した工具を試作した (図 1(c))。なお、右ねじれ工具は、工具底刃から工作物への切込みを開始するが、左ねじれ工具は、比較的剛性の高い工具刃元側から切込みを開始する。



(a) 右ねじれ工具 ($\alpha=6^\circ$) (b) 左ねじれ工具 ($\alpha=6^\circ$) (c) 左ねじれ工具 ($\alpha=-6^\circ$)

図 1 供試工具

2.2 実験内容

工作機械には超精密マシニングセンタ YMC325 (安田工業製) を用いた。高速切削条件 (回転数 $100,000\text{min}^{-1}$) の加工には、高速エアタービンスピンドル RBX12 (大昭和精機製) を用いた。図 2 に加工物 ($W8.0\text{mm} \times D6.0\text{mm} \times H2.0\text{mm}$) の形状および加工後の立壁形状 ($W8.0\text{mm} \times D0.8\text{mm} \times H0.5\text{mm}$) を示す。また、基準面の生成時および荒加工時の加工パスも示した。なお、被削材は金型用焼入れ鋼 SKD61 (HRC53) とした。

加工実験では、立壁形状の寸法精度をより正確に評価させるため、立壁部の一方の側面を基準面とし、もう一方の面を評価面とした。実験では、まず、基準面を生成するため、新品の供試工具を用い、半径方向切込み量 $R_a=10\mu\text{m}$ 、軸方向切込み量 $A_d=500\mu\text{m}$ で段切削により 5 パス加工した後、切込み量ゼロのゼロカットを 2 回実施し基準面を生成した (手順①)。次に、もう一方の側面を同工具で $R_a=20\mu\text{m}$ 、 $A_d=490\mu\text{m}$ (底面仕上げ代 $10\mu\text{m}$) に設定し、段切削により立壁幅 $820\mu\text{m}$ (側面仕上げ代 $20\mu\text{m}$) まで荒加工を実施した (手順②)。荒加工は 1 本の供試工具につき 3 つの加工

面 (総切削距離 $L=5.9\text{m}$) を加工した。なお、荒加工後の立壁部側面の切残し量は、約 $20\sim 30\mu\text{m}$ であった。

次に、左ねじれ工具による底面仕上げ加工の効果を明らかにするため、新品の供試工具に交換し、 $R_a=10\mu\text{m}$ 、 $A_d=10\mu\text{m}$ の条件にて、立壁幅 $820\mu\text{m}$ まで底面仕上げ加工を行った (手順③)。なお、底面仕上げ加工では、従来の一般的な加工条件 (右ねじれ工具、 $20,000\text{min}^{-1}$ 、ダウンカット) と提案手法との比較評価を行った。

次に、提案加工法 (左ねじれ工具、 $100,000\text{min}^{-1}$ 、アップカット、段切削) の側面仕上げ加工に対する効果を検証するため、従来の一般的な加工法である従来加工法 1 (右ねじれ工具、 $20,000\text{min}^{-1}$ 、ダウンカット、段切削)、従来加工法 2 (右ねじれ工具、 $20,000\text{min}^{-1}$ 、ダウンカット、等高線加工) と加工誤差について比較を実施した (手順④)。側面仕上げ加工では、再度、新品工具に交換し、荒加工時の切残し量を想定し、荒加工時の設定幅 0.82mm に対し、側面仕上げ加工の加工パスの開始位置は 0.86mm の位置から開始し、半径方向切込み回数が 6 回実施後に設定立壁幅 $800\mu\text{m}$ となるように加工パスを設定した。一方、従来加工法である等高線加工による側面仕上げ加工パスは、軸方向切込み量を $10\mu\text{m}$ で等高線加工を実施し、加工開始位置は側面加工と同様の位置から加工を行った。

さらに、光学レンズ向け金型などの精密金型は、通常、切削加工後に切削痕や加工傷を平滑にするために、研磨ペーパーやダイヤモンド砥粒により研磨加工が施されている。本研究では、左ねじれ工具により形成された仕上げ加工面が研磨工程において工程短縮効果の有無を検証するため、左ねじれ工具及び右ねじれ工具で仕上げた底面仕上げ加工面を、研磨ペーパーによる超音波磨き加工を実施した。磨き加工は切削時の加工痕や傷が平滑にできるまで磨くこととし、完了までの磨き時間を計測した。

得られた立壁部の断面形状の評価には、先端球 $2\mu\text{m}$ の触針を用いて表面性状測定機 SV3100C (ミツトヨ製) を用いた。切残し量の測定は、 $Z=0.3\text{mm}$ の位置

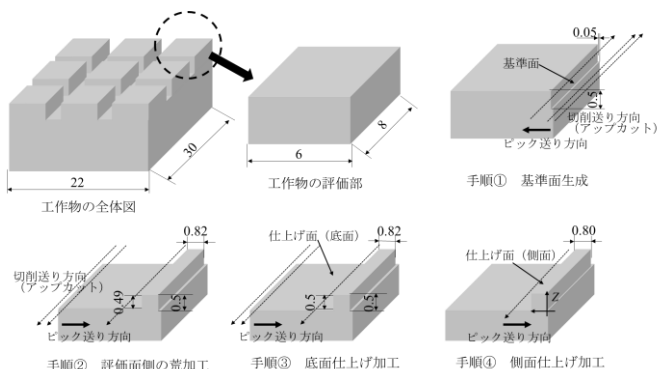


図 2 立壁形状モデル及び加工パス

表1 各種切削条件

	荒加工	仕上げ加工	
		底面	側面
工具	TiSiN コーティング超硬合金製 スクエアエンドミル φ0.5mm, 2刃 (右刃) ① 右ねじれ(α=6°) ② 左ねじれ(α=6°) ③ 左ねじれ(α=-6°)		
主軸回転数 N_s min ⁻¹	20,000, 100,000		
1刃当たりの送り 速度 f_t μm/tooth	15		
半径方向切込み量 R_d μm	20	10	
軸方向切込み量 A_d μm	490	10	500 (段切削) 10 (等高線加工)
切削距離 L_m	5.9	3.1	0.04 (段切削) 1.8 (等高線加工)
切削方向	Up-cut	Up-cut, Down-cut	
冷却方法	Dry air		

で立壁部の加工幅を CNC 三次元測定機 FALCIO-Apex9106 (ミットヨ製) を用いて測定した。仕上げ加工後の底面の表面粗さは、非接触三次元表面性状測定機タリサーフ CCI LITE (AMETEK テーラホブソン製) を用いて、ISO25178 で定義された三次元パラメータの算術平均高さ S_a を算出し評価に用いた。

3 実験結果および考察

3.2 左ねじれ工具による立壁形状の側面仕上げ効果

図3に各種供試工具を用いて荒加工した後、それぞれの新品工具で側面仕上げした際の断面形状を示す。尚、横軸は加工誤差とし、三次元測定機により測定した切残し量を断面形状にオフセットして加工誤差を表示している。図より、従来加工法 (右ねじれ工具、20,000min⁻¹、ダウンカット、等高線パス) により仕上げ加工した場合に比べ、提案手法 (左ねじれ工具 (α=6°)、100,000min⁻¹、アップカット、段切削) の方が加工誤差は小さい。側面仕上げに要した加工時間は、従来加工法の 25 分 36 秒に対し、提案手法では 25 秒と圧倒的に早く、高能率化と高精度化の両立を図ることができた。図4に回転数 100,000min⁻¹ の高速切削条件下でアップカットにより、右ねじれ工具あるいは左ねじれ工具 (α=-6°) を用いて段切削と等高線加工を実施した時の断面形状を示す。図より、右ねじれ工具を用いて段切削で形成した加工面は、底刃付近で加工した箇所が過切削状態となり、立壁が傾斜し立壁精度が比較的悪い。一方、左ねじれ工具 (α=-6°) の場合は、寸法精度がやや悪くなるものの、立壁精度が良好であることがわかる。また、等高線加工と比べても段切削では立壁精度の悪化はほとんど見られず、高能率化と高精度加工の両立が実現できた。

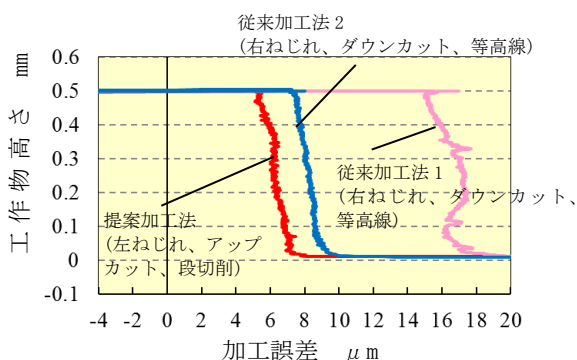


図3 側面仕上げ加工における加工誤差比較

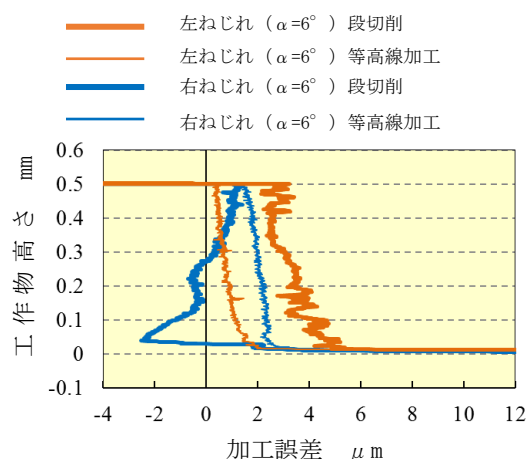


図4 高速切削時の立壁部の加工誤差比較

3.3 左ねじれ工具による底面仕上げ効果と磨き加工の工程短縮

図5に各種供試工具により加工した底面仕上げ面の三次元表面性状を示す。図より、従来加工法 (右ねじれ工具、20,000min⁻¹) として、アップカット (図5(d) あるいはダウンカット (図5(e)) により加工した底面には切削痕の痕跡が明確に見られ、表面粗さはそれぞれ $S_a0.12\mu\text{m}$ 、 $S_a0.09\mu\text{m}$ と比較的悪い結果となった。この要因には、切削速度が 31.4m/min と遅く、切れ味が悪い影響や、底刃先端が損傷し底面品質が悪化したと考えられる。また、右ねじれ工具で高速切削条件 100,000min⁻¹ で切削した加工面 (図5(c)) は、切削速度が 157m/min まで高速化したことにより切れ味が向上し、表面粗さ $S_a0.07\mu\text{m}$ と従来加工法に比べ良好であるが、一部、切削痕の形跡が見られた。これは、右ねじれ工具が底刃で切削した後に工具が最も大きいたむむため、工具進行方向の前方に位置する底刃の高さ位置が下がり、切削痕が発生したと考えられる。一方、左ねじれ工具 (α=6°) (図5(a)) あるいは左ねじれ工具 (α=-6°) (図5(b)) の、表面粗さは共に $S_a0.03\mu\text{m}$ と良好であった。左ねじれ工具の場合、工具刃元側で切削を開始するため、工具の倒れによる底刃位置が下がることがなく、また、底刃で形成され

る面は切り終わり時に形成されるため、比較的、平滑な表面が得られていると考えられる。

また、これらの底面仕上げ面を研磨ペーパーによる超音波磨きを実施した結果、左ねじれ工具による加工面は#2000 ペーパーのみで磨きが完了したが、右ねじれ工具の加工面は切削痕による凹凸を除去するため、#1500 ペーパーと#2000 ペーパーの併用し磨きを行う必要があり、左ねじれ工具による提案手法は、磨き工程の工程短縮効果（磨き時間は約 56%減）も確認した。

(2)左ねじれ工具を用いた底面仕上げ加工において、右ねじれ工具に比べ、切削痕が小さくなり、磨き工程における工程短縮が可能である。

謝辞

近畿精工株式会社畑澤社長におかれましては、本研究の研磨加工の検討において、多大なるご協力とご助言をいただきましたこと、感謝申し上げます。

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
- 10) 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、2018 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集、(2018)385
- 11) 今田琢巳ほか:小径エンドミル加工における切削現象について、第 12 回生産加工・工作機械部門(2018)
- 12) 今田琢巳ほか:微細金型加工技術の高度化に関する研究、平成 29 年度滋賀県工業技術総合センター業務報告書 P85-88

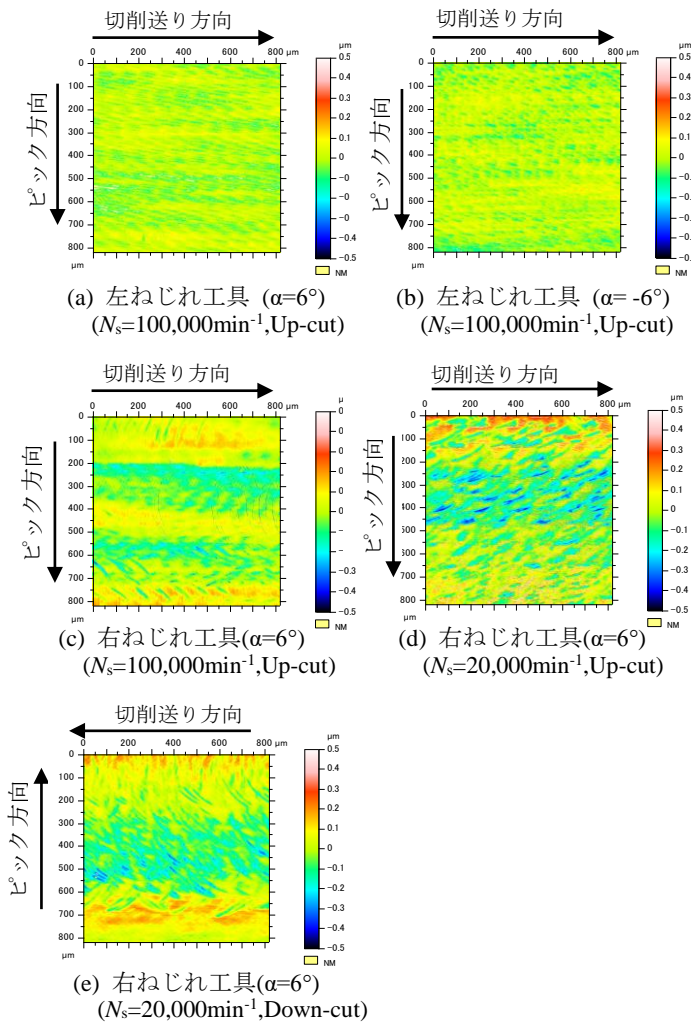


図 5 底面における表面粗さの比較の底面品質の向上

4 まとめ

微細金型の極小径エンドミル加工において、立壁形状加工における左ねじれ工具の仕上げ効果について検討した結果、以下の事が明らかになった。

- (1)左ねじれ工具を用いた段切削加工は、従来の右ねじれ工具による等高線加工に比べ、立壁精度を維持しながら高能率加工が可能であることを示した。

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および形状改良—(第3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を用いてウェジコナットの形状改良を目指す。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し、改良案の提案を行った。

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、これまで工業技術総合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。

昨年度までは、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⁾。本年度は実験結果と解析結果の比較検証し、解析結果からゆるみ止め効果に関連する要素を調べ、モデル形状の改良を目標とした。

2 昨年度までの解析結果

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²⁾。

図1にウェジコナットのメカニズムを示す。

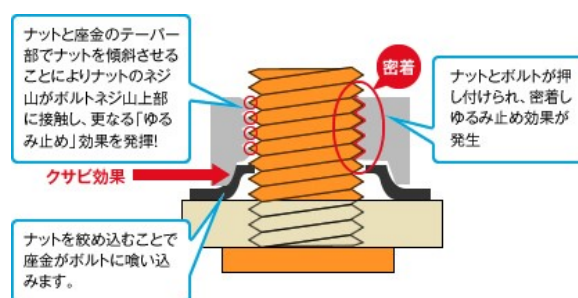


図 1 ウェジコナットのメカニズム

2.2 解析内容

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³⁾するため、モデルを簡易化させた解析を行った。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)。

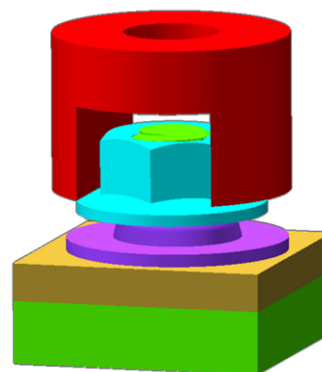


図 2 解析モデル全体図

* 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4つのゆるみ止め効果のメカニズム「ワッシャのボルトへの食い込み・ワッシャによるクサビ効果・ナットとボルトの密着・ナットの傾斜」²⁾が再現できていると考えられる。

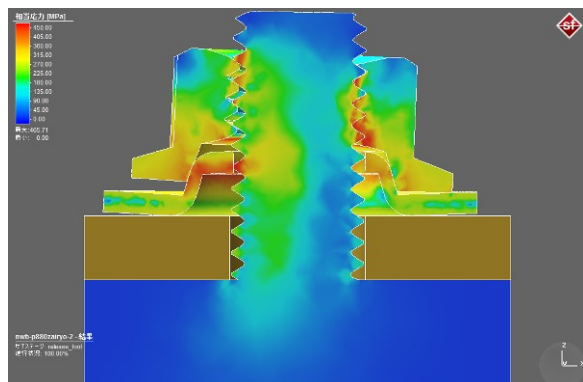


図 3 解析結果の相当応力分布

3 今年度実施内容

3.1 今年度実施した主な内容

今年度は主に次の3つを行った。「実験結果と解析結果の比較検証」として、軸力とトルクの関係性について、実験結果と解析結果を比較し、摩擦係数を決定した。「設計パラメータとゆるみ止め効果の相関性評価」として、ゆるみ止め効果があったものと無かったものについて、実験結果と解析結果の比較を行い、その違いを調べ、ゆるみ止め効果に影響する要素を検討した。最後に「モデル形状設計の改良」として、解析結果を元に改良案を設計した。

3.2 実験の対象としたモデルについて

M3のフランジナットを実験および解析の対象とした。モデルのイメージを図4に示す。

凹部の直径が4.80mm、5.00mm、5.20mmのものについて実験と解析を行った。凹部角度については5.20mmのものは22°で、残りの2つは17°となっている。今回使用した形状は(有)ウェジコが設計案として検討していたものである。

これらの実験結果と解析結果を照らし合わせることで、評価を行っていく。以降、各サンプルを4.80mm⇒480、5.00mm⇒500、5.20mm⇒520と呼称する。

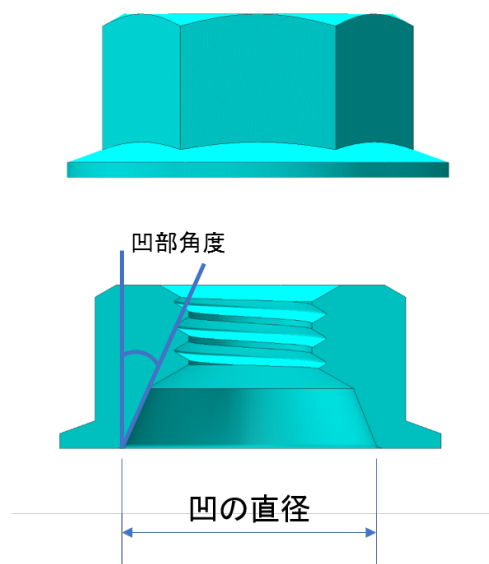


図 4 対象モデルイメージ

3.3 解析モデル

解析モデルを図5に示す。構成は締付工具(ソケットレンチ)、ナット、ワッシャ、ボルト、被締結体(プレート2枚)となっている。締付工具を回転させることで、ナットをねじ山にそって締めこんでいく。

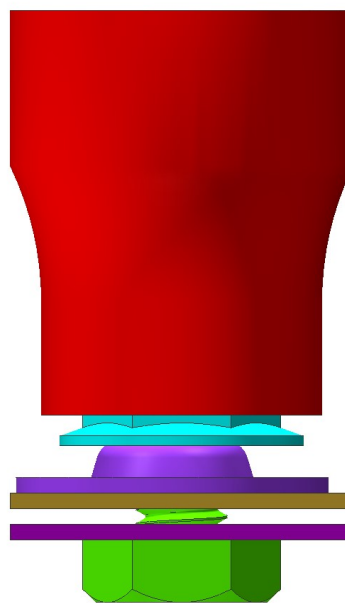


図 5 解析モデル

3.4 摩擦係数の決定

工業技術総合センター保有のねじ締付試験機(日本計測システム株式会社 NST-500NM)を用いてトルクと軸力の関係を測定した。今回は520を用いた。

この実験結果と摩擦係数を0.1～0.5まで0.1刻みで解析を行ったものとを合わせたグラフを図6に示す。

一般的に言われる摩擦係数とは初期段階での摩擦係数と考えられるため、図6の結果より摩擦係数0.2を解析のパラメータとして決定した。

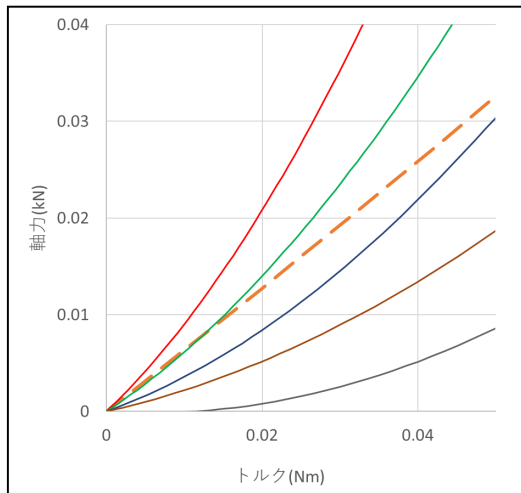


図 6 トルクと軸力の関係(点線:実験結果、実線:解析結果 上から摩擦係数0.1、0.2、0.3、0.4、0.5)

4 実験・解析結果

4.1 実験内容

ゆるみ止め効果検証の実験として振動試験を実施した。試験条件を表2に、概略図²⁾を図7に示す。

表 2 試験条件

周波数	約30Hz
振幅	約11mm
試験時間	30000サイクル(17分)

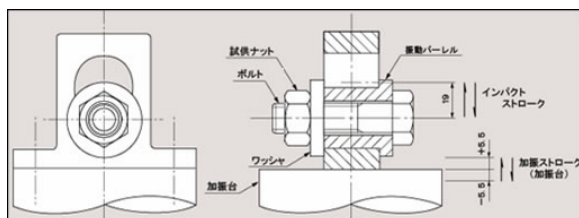


図 7 振動試験概略図

4.2 実験結果

実験結果を表3に示す。実験はそれぞれ5つのサンプルで行った。5つのうち、各サンプルの上2つは(有)ウェジコが試験の基準トルクとして検討していた締め付けトルク(1.1Nm)を使用。下3つは軸力が約0.81kNとなるときの締め付けトルクを使用している。表の結果を見ると、480が最も良く、500と520が同程度となっていることがわかる。

表 3 実験結果

	締め付けトルク(Nm)	戻りトルク(Nm)	振動時間	トルク維持率(%)
480	1.10	0.60	17:00	54.5
	1.10		14:18	0.0
	1.10	0.65	17:00	59.1
	1.10	0.95	17:00	86.4
	1.10	0.70	17:00	63.6
500	1.10	0.61	17:00	55.5
	1.10		2:33	0.0
	1.00		2:30	0.0
	1.01		9:45	0.0
	1.01	0.51	17:00	50.5
520	1.10	0.82	17:00	74.5
	1.10		14:10	0.0
	1.10		6:25	0.0
	1.11	0.67	17:00	60.4
	1.10		3:35	0.0

4.3 解析での評価検証方法

解析結果の中で次のものを用いてゆるみ止め効果の評価検証を試みた。

- ナットの相当応力
- ボルトねじ山の相当応力
- ナットの接触圧力ベクトル
- ナットの周方向摩擦応力 など

この中で、実験結果と比較したところ特に影響していると思われる「ナットの接触圧力ベクトル」を主に取り扱って評価していく。

なお、比較は(有)ウェジコの過去の実験の基準軸力である約0.81kNの軸力が発生している時点とした。

4.4 モデル全体について

モデル全体の断面を図8に示す。モデルはワッシャがボルトに食い込む側を左としたときの断面を表示している。以降、「左側:ワッシャがボルトに食い込む側、右側:ボルトとナットが密着する側」とする。

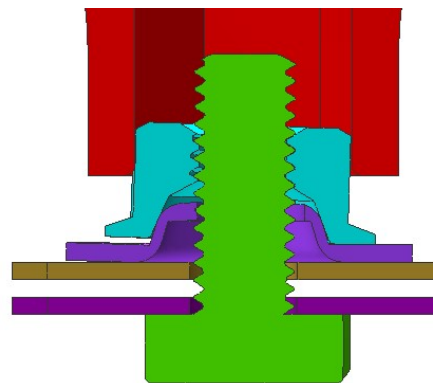


図 8 モデル全体の断面

4.5 ナットの接触圧力ベクトル

ナットの接触圧力ベクトルを図9に示す。それぞれの結果について、検討すべき点として、右側のねじ山部とワッシャとの接触部が挙げられる。

まず、右側のねじ山部について、520だけ方向にバラつきがないことがわかる。これはナットの傾きが小さい可能性が考えられる。実際、ワッシャの偏心を無くしてナットが傾かないようなパターンで解析をすると同様の傾向がみられた。傾きが小さくなるということは、ナットの凹径がワッシャの凸径に対して大きすぎると考えられる。

次に、ワッシャとの接触部について、480→500→520となるにつれて接触圧力ベクトルが小さくなっていく。ベクトルの大きさだけを見れば480が最も良い結果である。ただし、480はエッジ部近くでの接触のため、製造のバラつきの影響が懸念される。

解析結果の良し悪しのイメージとしては480が最も良く、次いで500、最後に520である。4.2の実験結果と比較すると、おおよその傾向は一致しており、解析結果の妥当性が示されたと考えられる。

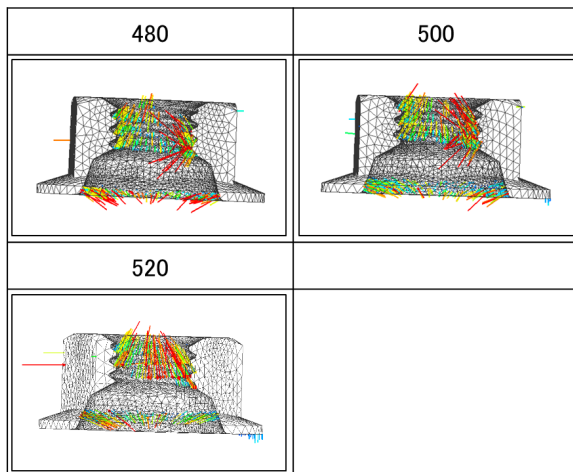


図 9 ナットの接触ベクトル

5 形状を変更したモデルの解析結果

5.1 形状最適化に向けて

形状最適化に向けた設計変更について、凹の変更はナット側で、凸の変更はワッシャ側となる。これまでの比較では、ワッシャ形状は一定で、ナット形状が異なるものを用いて評価した。ただし、ナット側の変更のみで合否が決まるわけではない。例えば、ワッシャの凸径が極端に小さければ、接触面積が減少し、摩擦力が下がるため、ゆるみ止め効果は小さくなると考えられる。

研究当初の方向性としては、ワッシャ形状最適化であったが、ナットの凹径を変更するほうが試作する上ではコストが低いことから、今回はナット側を変更した。これは、本研究がCAEによる結果の妥当性を示すために、実験も複数の形状について行う必要があったためである。

そこで、今回はナットの凹部角度や径を変更したモデルで解析を行った。評価はこれまで用いた内容を使用する。

解析を行ったモデルは、凹径5.00の凹部角度22°、凹径5.10の凹部角度17°、凹径5.10の凹部角度22°の3種類で、それぞれ500-22、510-17、510-22と呼称する。

5.2 ナットの接触圧力ベクトル

ナットの接触圧力ベクトルを図10に示す。この結果を見ると、510-17は520と同様に右側のねじ山部のベクトルにバラつきがなく、ナットの凹径がワッシャの凸径に対して大きすぎると考えられる。

500-22と510-22を比較すると、右側のねじ山部での違いはこの結果ではあまり見られなかった。ワッシャの接触部については、500-22のほうが高い接触圧力ベクトルが多く発生しているように見える。

解析結果の良し悪しのイメージとしては500-22が最も良く、次いで510-22、最後に510-17である。

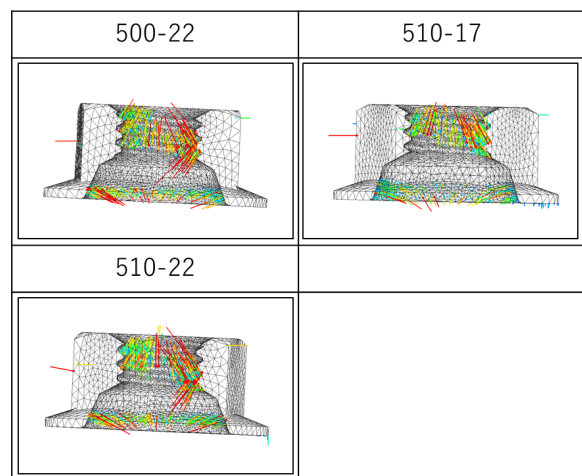


図 10 ナットの接触圧力ベクトル

5.3 480と500-22の比較

もともと検討されていた形状の中で最も良かった480と形状変更後の解析結果で最も良いと思われる500-22とを比較する。

接触圧力ベクトルでワッシャの接触部を見ると、480のほうが高い接触圧力ベクトルが多く発生している。しかし、4.5でも挙げたが480はエッジ部近くでの接触のため、製造のバラつきの影響が懸念されるというマイナス面がある。

右側のねじ山部については、接触圧力ベクトルの結果では違いがよく分からない。そのため、ボルトねじ山の相当応力(右側)で同様の場所を確認することで、ウェッジコナットのメカニズムの一つである「ナットとボルトの密着」を確認した。その結果を図11に示す。この結果を見ると500-22のほうが高い応力が発生しており、密着力が強いと考えられる。

総合的な評価としては、やや500-22のほうが良いと考えられる。形状変更後の解析結果について、実験で改めて確認する。実験内容は4.1と同様である。

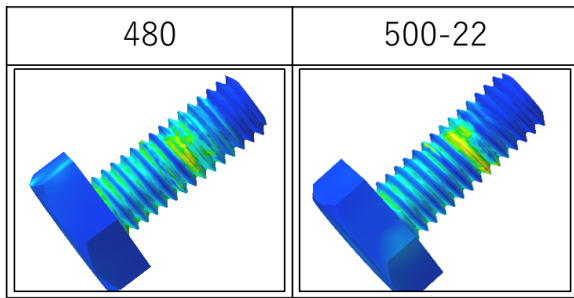


図 11 ボルトねじ山の相当応力

5.4 形状変更後の実験結果

実験結果を表4に示す。実験はそれぞれ5つのサンプルで行った。5つのうち、各サンプルの上2つは(有)ウェジコが試験の基準トルクとして検討していた締め付けトルク(1.1Nm)を使用。下3つは軸力が約0.81kNとなるとき締め付けトルクを使用している。表の結果を見ると、500-22が最も良く、次いで510-22、最後に510-17であり、解析結果と良好に一致している。また、480と比較しても500-22のほうが良い結果となっている。

表 4 実験結果

	締め付けトルク(Nm)	戻しトルク(Nm)	振動時間	トルク維持率(%)
500-22	1.11	0.87	17:00	78.4
	1.10	0.58	17:00	52.7
	1.20	1.11	17:00	92.5
	1.20	0.82	17:00	68.3
	1.20	1.11	17:00	92.5
510-17	1.10		12:11	0.0
	1.12		7:22	0.0
	1.10		6:25	0.0
	1.11	0.67	17:00	60.4
	1.10		3:35	0.0
510-22	1.10		7:11	0.0
	1.11	0.54	17:00	48.6
	1.10	0.63	17:00	57.3
	1.10	0.73	17:00	66.4
	1.11	0.56	17:00	50.5
※参考 通常ナット +平ワッシャ	0.63		0:10	0.0
	0.66		0:22	0.0

6 まとめ

本研究のこれまでの流れとしては次のとおりである。

- CAEを用いて、ウェジコナットのメカニズムを定性的に確認した。
- 実験結果と解析結果を比較し、解析結果についてゆるみ止め効果に関連する要素を調べた。
- 解析結果の妥当性を示し、形状改良を試みた。解析では500-22がゆるみ止め効果が大きいという結果であった。
- 再度実験で確認し、確かにゆるみ止め効果が大きいことが示された。

まとめると、シミュレーション解析によるゆるみ止め効果の検証の妥当性を示し、当初検討されていた形状よりもゆるみ止め効果の強い形状を設計することが出来た。

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)

合わせガラス中間膜シート用材料を活用した 革新的リサイクル技術の開発(第1報)

神澤 岳史* 平尾 浩一** 脇坂 博之**
KANZAWA Takeshi* HIRAO Koichi** WAKIZAKA Takeshi**

上田中 隆志** 國領 一人*** 増田 幸次****
KAMITANAKA Takashi** KOKURYO Kazuto*** MASUDA Yukitsugu****

要旨 県内で大量に生産・排出される合わせガラス中間膜シート用材料(ポリビニルアセタール樹脂)を有効活用するための技術を確認することを目的に、ポリオレフィンとのブレンドを試みた。ポリオレフィンに分子量が10万以下のポリビニルブチラール、あるいはポリビニルアセトアセタールとの混合物をブレンドすることでポリマーの表面にポリビニルアセタールが多く観測され、表面の濡れ性が高まることが分かった。さらに、ポリビニルブチラールとポリビニルアセトアセタールの両方をポリプロピレンにブレンドした組成では、ポリプロピレンの濡れ性を上げるだけでなく、室温および低温における耐衝撃性も向上させることができることが分かった。

1 はじめに

ポリビニルアセタール系樹脂は、車や建築ガラス用中間膜を始め、バインダー、接着剤、コーティング剤等に用いられる、柔軟性・耐衝撃性に優れた樹脂である。加えて、ポリビニルアセタール系樹脂は県内に大手企業の生産拠点があることから、経常的に工程端材として上質のリサイクル材が排出されている。しかしながら、その柔軟性の高さに起因する取扱性等の問題からリサイクルが充分に進んでおらず、工程端材のほとんどが産業廃棄物として処理されているのが一般的である。

そこで、我々は、ポリビニルアセタール樹脂の利活用技術開発に2014年(H26)より着手、アクリロニトリル-スチレン(AS)樹脂¹⁾やポリオレフィン樹脂²⁾とのブレンドを行ったところ、機械特性¹⁾や表面濡れ性²⁾を改善できることをそれぞれ見出した。特に、ポリプロピレンとのブレンドは、特別な処理を経ることなく、成形品表面の濡れ性と、室温(23℃)／低温(-40℃)の耐衝撃性の双方を向上させることができることから、有力な処方であると考えられる。しかしながら、これら処方の最適条件や改善メカニズム等、明確にすべき点が多い。

本研究では、ポリオレフィンとのブレンドに着目し、種々のブレンドを作製することで処方最適化やメカニズム解明に向けた検討を行った。

2 実験

2.1 試薬

ポリプロピレン(PP)は、アイソタクティックポリプロピレンホモポリマー、エチレンが共重合された耐衝撃性のポリプロピレン、高分子量タイプの押出グレードのポリプロピレンとして、それぞれ住友化学株式会社製ノブレン®Y501N、AY564、日本ポリプロ株式会社製ノバテック® EA9を用いた。ポリエチレン(PE)として、直鎖上低密度ポリエチレン(LLDPE)、低密度ポリエチレン(LDPE)は、それぞれ、日本ポリエチレン株式会社製スミカセン-L® FR152、日本ポリエチレン株式会社製ノバテック® LC525を用いた。エチレンプロピレンジエンゴム(EPDM)は、住友化学株式会社製 ESPRENE® を用いた。分子量が 1.5×10^4 、 1.9×10^4 、 2.8×10^4 、 4.0×10^4 、 5.3×10^4 、 1.1×10^5 のポリビニルブチラール(PVB)はそれぞれ積水化学工業株式会社製のエスレック®BL-10、BL-1、BL-2H、BM-1、BM-5、およびBH-3を、分子量が 1.7×10^4 、 1.08×10^5 積水化学工業株式会社製のポリビニルアセトアセタール(PVAcA)はそれぞれエスレック® KS-10、KS-6Zを用いた。

2.2 装置・手順

樹脂の混練は、株式会社東洋精機製作所製ラボプラストミル、及び株式会社テクノバル製の二軸押出機を用いて180℃で行った。アイゾット衝撃試験用の試験片の成形は、日精樹脂工業株式会社製電気式射出成形機ES1000を用いて行い、試験片のサイズは10mm×4mm×80mmとした。赤外分光スペクトルの測定は、日本分光株式会社製FT/IR 6600を用いて、ダイヤモンド結晶によるATR測定によりサンプル表面及びサンプルの断面を切り出しサンプル内部の組成を測定した。アイゾット衝撃試験は、株式会社安田精機製作所製のNo.189-PNCAノッチ加工機を用いて

* 有機材料係

** 東北部工業技術センター

*** 株式会社ガラステクノシナジー

**** マスダ商事株式会社

2mmのノッチを入れたのち、No.258-L-PC 低温槽付衝撃試験機を用いて23℃および-40℃で測定を行った。接触角の測定は、協和界面科学株式会社製のDM500 自動接触角計を用いて、純水の接触角を室温で測定した。

3 結果および考察

3.1 ポリビニルアセタールの分子量が試験片表面の濡れ性に及ぼす影響

PP/ポリビニルアセタールを75/25 (wt/wt) で混練して作製した試験片表面(実線)および内部(破線)の赤外分光スペクトルを図1~4にそれぞれ示す。PPはアイソタクティックポリプロピレンホモポリマーを、ポリビニルアセタールは、PVB(分子量 1.9×10^4) (図1)、PVB(分子量 1.1×10^5) (図2)、PVAcA(分子量 1.7×10^4) (図3)、PVAcA(分子量 1.08×10^5) (図4)をそれぞれ用いた。赤外分光スペクトルの 2800cm^{-1} から 3000cm^{-1} 付近に観測されるピークはCH結合の伸縮振動、 3200cm^{-1} から 3600cm^{-1} に観測されるブロードなピークはOH結合の伸縮振動による吸収である。

高分子量のPVBあるいはPVAcAをブレンドしたサンプル(図2、4)は、OH結合によるピークが内部に大きく観測されたのに対し、低分子量のPVBあるいはPVAcAをブレンドしたサンプル(図1、図3)は、同ピークが表面にも観察された。この結果は、低分子量ポリビニルアセタールをブレンドすることにより、表面にOH基を存在させることができることを示している。

同様に、PPの一部をEPDMに変更してPP/ポリビニルアセタール/EPDM=50/25/25 (wt/wt/wt)とした組成についても同様に試験片を作製した。ポリビニルアセタールについては、図1~4の説明と同じものを用いた。結果を図5~8に示す。図1~4と同様、EPDMのようなエラストマー成分を加えても低分子量のポリビニルアセタールを用いたとき(図5、7)には、OH基、すなわちポリビニルアセタールが表面に存在することが分かった。

次に、ポリビニルアセタールのブレンド割合が表面のOH基、すなわちポリビニルアセタールの存在に与える影響を調べるため、PPを50%と固定して、EPDMとPVBの比率を変化させて試験片を作製した。得られたサンプルの試験片表面と試験片断面(内部)の赤外分光スペクトルの、CH伸縮振動に帰属されるピーク(2920cm^{-1} 付近)に対するOH伸縮振動に帰属されるピーク(3400cm^{-1} 付近)の相対強度を測定し図9に示した。PVBとしては、低分子量体、高分子量体として、それぞれ分子量が 1.9×10^4 と 1.1×10^5 のPVBを用いた。

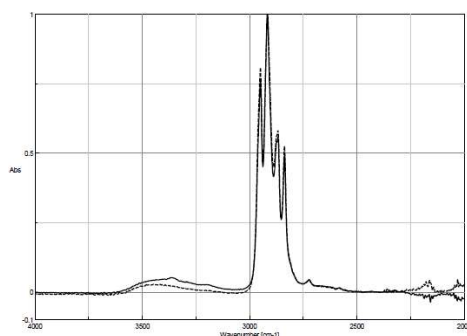


図1

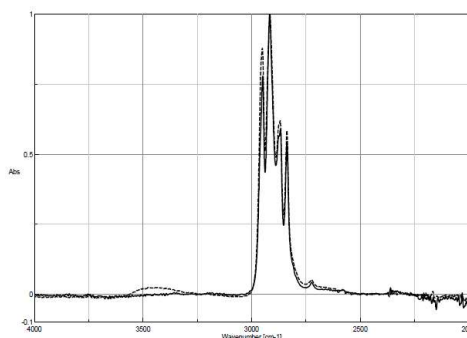


図2

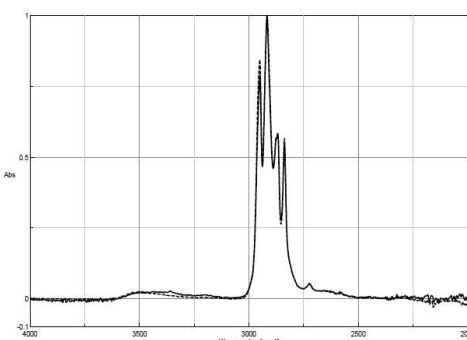


図3

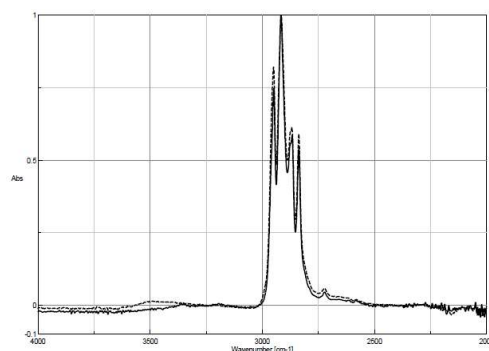


図4

PP/ポリビニルアセタールを75/25 (wt/wt) で混練して作製した試験片表面(実線)および内部(破線)の赤外分光スペクトル

使用ポリビニルアセタール; 図1 PVB(分子量 1.9×10^4)、図2 PVB(分子量 1.1×10^5)、図3 PVAcA(分子量 1.7×10^4)、図4 PVAcA(分子量 1.08×10^5)

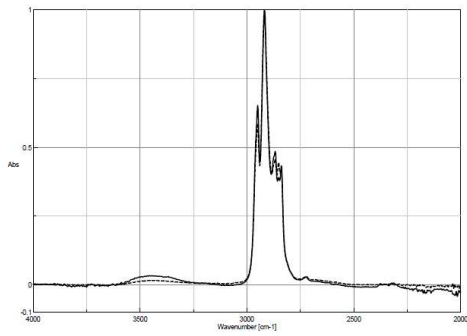


図5

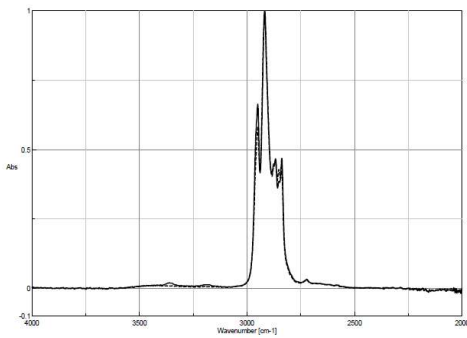


図6

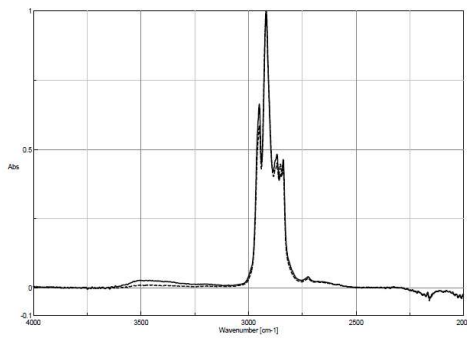


図7

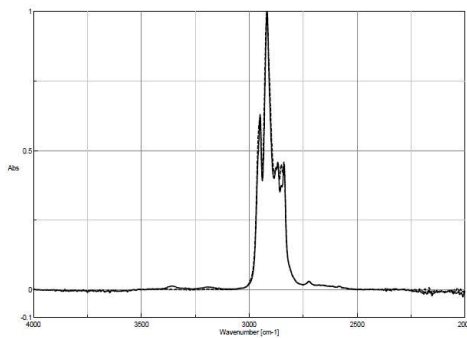


図8

PP/ポリビニルアセタール/EPDMを50/25/25 (wt/wt/wt) で混練して作製した試験片表面(実線)および内部(破線)の赤外分光スペクトル
 使用ポリビニルアセタール; 図5 PVB(分子量 1.9×10^4)、
 図6 PVB(分子量 1.1×10^5)、図7 PVAcA(分子量 1.7×10^4)、
 図8PVAcA(分子量 1.08×10^5)

低分子量のPVBを用いたときには、試験片断面と比較して、測定全域で試験片表面にOH基が強く観測されており、PVBが試験片表面に存在することが分かった。一方、高分子量のPVBを用いたときには、試験片表面より試験片断面でOH基が強く観測されており、PVBが試験片内部に存在することが分かった。これら結果は、少量(例えば1%)量であっても低分子量のPVBを添加すれば表面にPVBが存在することを示唆するものである。

次に、PVBの分子量がサンプル表面の濡れに及ぼす影響を調べるために、種々分子量のPVBをブレンドしたサンプルの試験片表面の接触角を測定した。PP/PVB/EPDM = 50/25/25 (wt/wt/wt) に固定しPVBの分子量を変化させたときの水による接触角の変化を表1に示した。分子量が10万以下のPVBを用いたときには、いずれも接触角が 80° 以下となり濡れ性の改善が見られた。用いたPVB自体の接触角が約 70° であることから分子量が10万以下のPVBを用いたときには、表面に存在するPVBにより濡れ性が向上していることが分かった。

表1 PVBの分子量を変化させたときの水による接触角の変化

分子量 / 10^4	1.5	1.9	2.8	4.0	5.3	11.0
接触角 / $^\circ$	79.8	76.0	76.2	74.6	77.1	87.0

PP/PVB/EPDM = 50/25/25 (wt/wt/wt) に固定

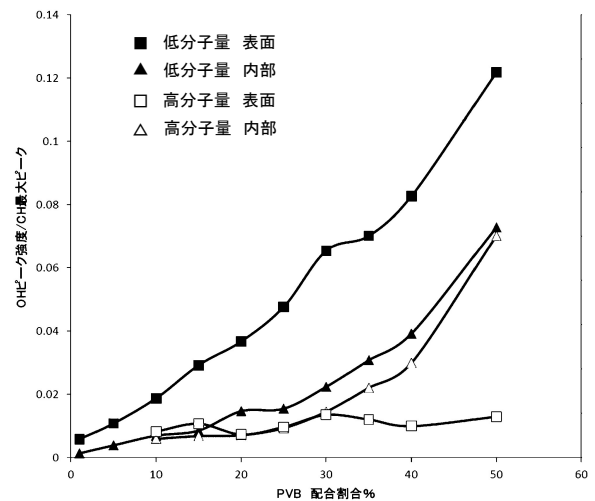


図9 試験片表面と試験片断面(内部)の赤外分光スペクトルの、CH伸縮振動に帰属されるピーク(2920cm^{-1} 付近)に対するOH伸縮振動に帰属されるピーク(3400cm^{-1} 付近)の相対強度測定結果

さて、1. で述べたとおり、本研究の最終的な目的の一つは、大量に廃棄・排出されているポリビニルアセタールの利活用(リサイクル)技術の開発である。一般的にリサイクル材は、複数種が混在している場合も生じ得ることから、既に見出した上述の現象が混在品にも発現するかを確認するため、アイソタクティックポリプロピレンホモポリマー50wt%に対しEPDMあるいは複数種のポリビニルアセタールを組み合わせ、表2のとおり作製した試験片表面(実線)および内部(破線)の赤外分光スペクトルを図10~13にそれぞれ示す。

表2 作製サンプル一覧

図	EPDM /wt%	ポリビニルアセタール a)/wt%			
		低 PVB	低 PVAcA	高 PVB	高 PVAcA
10	-	25	25	-	-
11	25	12.5	12.5	-	-
12	-	25	-	25	-
13	25	-	-	12.5	12.5

a) 各成分の分子量 低 PVB : 1.9×10^4 , 低 PVAcA : 1.7×10^4 , 高 PVB : 1.1×10^5 , 高 PVAcA : 1.08×10^5

図10, 11より、複数の低分子量のポリビニルアセタールを混合して用いても表面にOH基が大きく観測されること、図12より、高分子量のポリビニルアセタールが存在しても低分子量のポリビニルアセタールを混合すれば同様に表面にOH基が観測できることが分かった。また、図13より、高分子量のポリビニルアセタールは複数混合して用いても単独で用いたときと同様に試験片表面にほとんどOH基を観測することができないことが分かった。以上より、低分子量のポリビニルアセタールを用いれば、それが複数の組み合わせであっても、さらに高分子量のポリビニルアセタールを組み合わせても成形体の試験片表面にポリビニルアセタールが存在することが分かった。

続いて、同様の効果の他のポリオレフィン樹脂に対する発現性を確認するため、母材であるポリオレフィンを他のポリプロピレンやポリエチレンに替え、低分子量PVB(分子量 1.9×10^4)とブレンドした。オレフィン成分/PVB/EPDM=50/25/25 (wt/wt/wt)となるように混練して作製した試験片表面の赤外分光スペクトルを図14~17に示した。なお、図14は耐衝撃性を高めるためにエチレン成分を共重合したポリプロピレン、図15は高分子量の押出グレードのポリプロピレン、図16は直鎖状の低密度ポリエチレン、図17は低密度ポリエチレンを用いたときの結果である。これらより、ポリオレフィンの種類によらず、低分子量PVBを用いれば表面にOH基を観測することが確認できた。

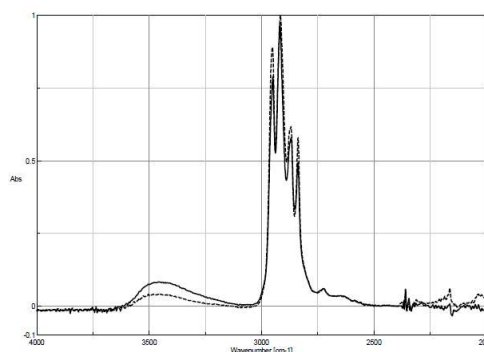


図10

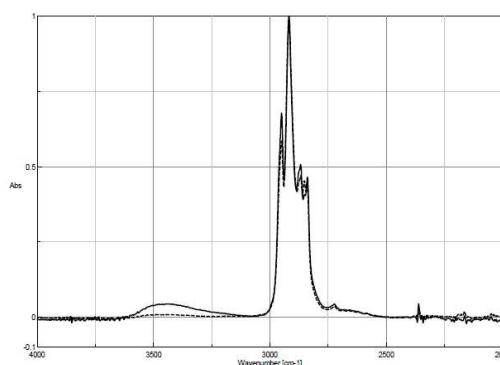


図11

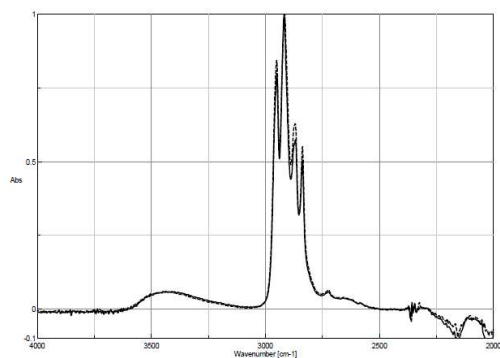


図12

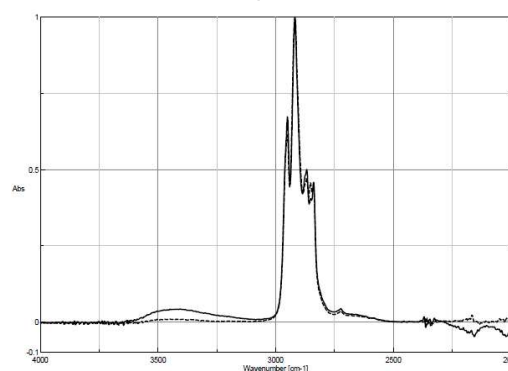


図13

図10~13 表2のとおり作製した試験片表面(実線)および内部(破線)の赤外分光スペクトル

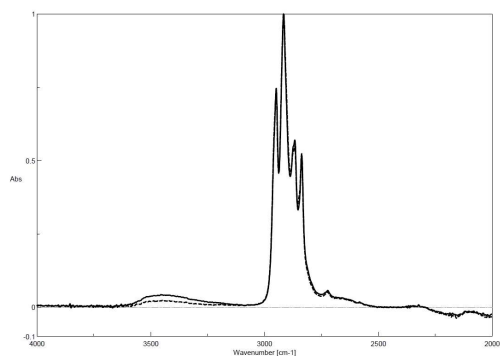


図14

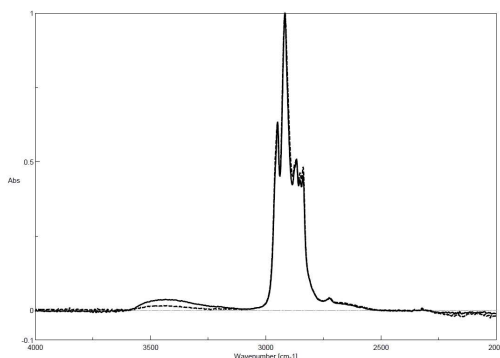


図15

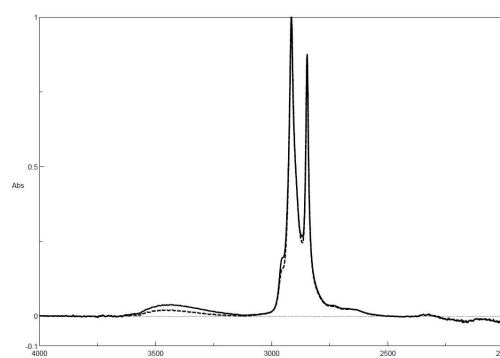


図16

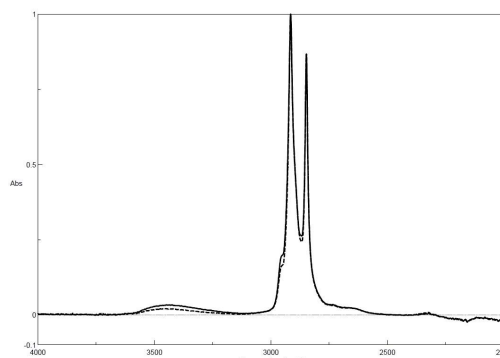


図17

図14～17 種々のポリオレフィン樹脂を混練して作製した試験片表面(実線)および内部(破線)の赤外分光スペクトル

3.2 耐衝撃性の向上について

表面の濡れ性が向上することが確認された開発材料の機械特性を把握するため、アイソタクティックホモポリプロピレンポリマー(PP)とPVB、PVAcA、EPDMを表3のとおりブレンドして作製した試験片のアイゾット衝撃試験測定(23℃、-40℃)を行った結果を図18および19にそれぞれ示す。

図18より、PPとPVBの2成分系について、低分子量のPVB(分子量 1.9×10^4)を用いたときの室温でのアイゾット衝撃値(Run1-2)は、PVBの量に関わらず母材であるPP同等の値を保持できることが分かった。その一方で、-40℃では、PPに比べて脆くなる傾向が認められた。EPDMを添加(Run3)することにより、耐衝撃性がPPの室温状態よりも改善された。

表3 作製サンプル一覧

Run	EPDM /wt%	ポリビニルアセタール ^{a)} /wt%			
		低 PVB	低 PVAcA	高 PVB	高 PVAcA
1	-	25	-	-	-
2	-	50	-	-	-
3	25	25	-	-	-
4	-	-	-	25	-
5	-	-	-	50	-
6	25	-	-	25	-
7	-	-	25	-	-
8	-	-	50	-	-
9	25	-	25		
10	-	-	-		25
11	-	-	-		50
12	25	-	-		25

a) 各成分の分子量 低PVB: 1.9×10^4 , 低PVAcA: 1.7×10^4 , 高PVB: 1.1×10^5 , 高PVAcA: 1.08×10^5

低分子量のPVAcA(分子量 1.7×10^4)をブレンドした場合、PP/PVAcA=75/25(wt/wt)(Run7)のサンプルは、耐衝撃値が低下したが、PP/PVAcA=50/50(wt/wt)(Run8)ではPPを上回る値が得られた。同サンプルは、低温においてもPPの室温での値を上回る耐衝撃値が得られており、低分子量PVAcAを所定量以上添加することにより、耐衝撃性を改善する効果があることが示された。一方、高分子量のPVB(分子量 1.1×10^5)(Run4-6)およびPVAcA(分子量 1.08×10^5)(Run10-12)の場合は、添加量にかかわらず耐衝撃性がPPより低下した。さらに低温状態ではEPDMを

25%添加(Run6, 12)しているにもかかわらず、PPの室温での値よりも低値を示しており、同処方では耐衝撃性の改善が困難であることが分かった。

続いて、ポリビニルアセタールの分子量が耐衝撃性に及ぼす影響を明らかにするため、種々の分子量を有するPVBを、PP/PVB/EPDM= 50/25/25 (wt/wt/wt) および 50/35/15 (wt/wt/wt) でブレンドした各サンプルのアイゾット衝撃試験値をPVB分子量に対してプロットした(図20-21)。

いずれの場合も、30,000程度の分子量を有するPVBをブレンドした場合に耐衝撃性が高くなる傾向が認められた。

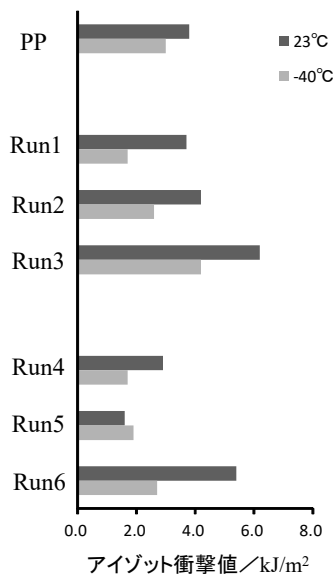


図18

図18 表3のとおり作製した試験片の各温度でのアイゾット衝撃測定結果1

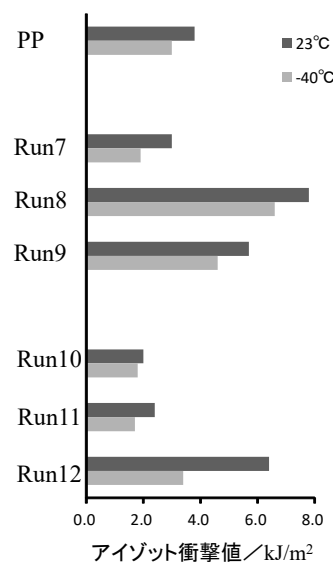


図19

図19 表3のとおり作製した試験片の各温度でのアイゾット衝撃測定結果2

さらに、低分子量のPVBとPVAcAを組み合わせた組成(表4)についても耐衝撃性を測定した(図22)。低分子量のPVBと低分子量のPVAcAを組み合わせることにより、EPDMを用いなくてもさらに耐衝撃性が上がることが分かった(Run 13)。特に低温での同値はEPDMを加えた組成(例えば表3 Run3)よりも高くなることが分かった。なお、高分子量のポリビニルアセタールを用いると複数のポリビニルアセタールを組み合わせても耐衝撃性は低下した(Run 15~17)

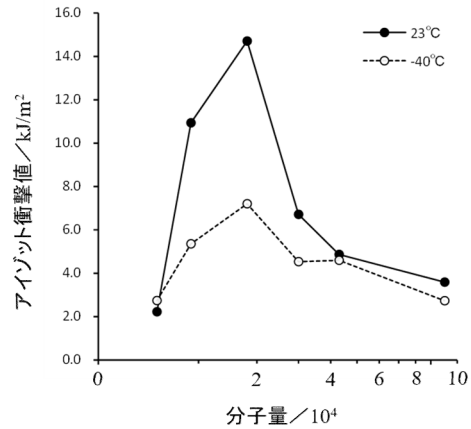


図20

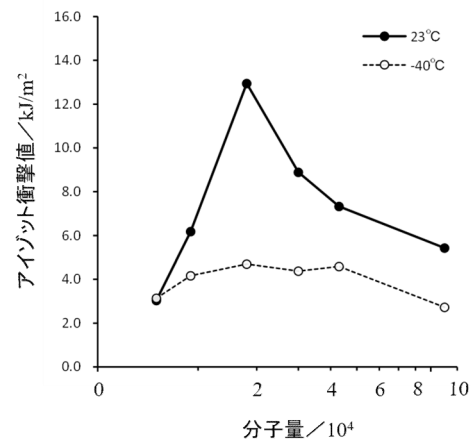


図21

表4 作製サンプル一覧

Run	EPDM /wt%	ポリビニルアセタール a) /wt%			
		低 PVB	低 PVAcA	高 PVB	高 PVAcA
13	-	25	25	-	-
14	25	12.5	12.5	-	-
15	-	25	-	25	-
16	25	12.5	-	12.5	-
17	-	-	25	-	25

a) 各成分の分子量 低 PVB : 1.9×10^4 , 低 PVAcA : 1.7×10^4 , 高 PVB : 1.1×10^5 , 高 PVAcA : 1.08×10^5

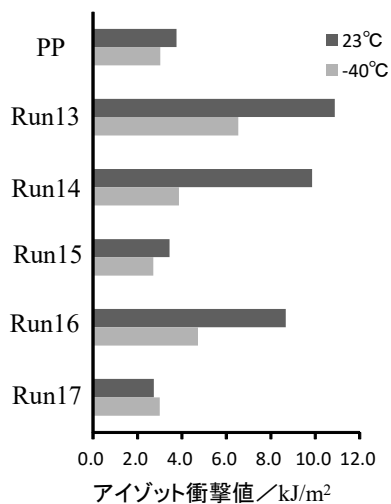


図22

図22 表4のとおり作製した試験片の各温度でのアイゾット衝撃測定結果

4 まとめ

ポリプロピレンに低分子量のポリビニルアセタールをブレンドすることにより濡れ性を向上できることを見出した。また、低分子量のポリビニルアセタールをポリプロピレンにブレンドすると組成により耐衝撃性を大きく高め得ることが分かった。

参考

1. 特許第6031648号
2. 平尾 浩一, 平成29年度東北部工業技術センター 研究報告, 2018, p10

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(第二報)

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)に化学変性を行い、ポリプロピレン(PP)との複合化を試みた。ニーダーを用いることでセルロースを簡易に化学修飾できることが分かった。また、水草由来CNFとPPを複合化した材料は比較用に作製した市販CNFよりも補強効果が大きく、PPとの相溶性が高いことが分かった。

1 緒言

セルロースナノファイバー(以下「CNF」と称す)は日本が世界に先駆けて生み出した素材であり、比強度や線熱膨張係数などに優れた特性を有することから、次世代の工業材料として大きな期待が寄せられている。実用的素材としてのCNF発明から10年以上経過し、いくつかの製品化事例が見受けられるようになったものの、本格的な普及に至るためには、規模の経済性が十分に働くほどの大きな需要が開拓されることはもとより用途に応じて材料の持つ特性を最大限に引き出すための技術確立が必要である。

他方、CNFを環境調和材料の視点から捉えた場合、あらゆる植物から製造可能なCNFは、森林産業における間伐材や端材の有効活用のほか、果物加工品の残差などの高付加価値変換に資することから、実用化における社会的意義および波及効果は極めて大きい。既に多種の木材や柑橘類および野菜の皮などからもCNFが作製可能であることが報告されており、行政的な観点からも非常に注目すべき素材であると言える。

以上のような背景のもと、滋賀県工業技術総合センターでは、地域課題となっているびわ湖に大量発生する水草の処理について、CNF化することで廃棄される水草の高付加価値変換を行い、プラスチックとの複合化による有効活用について検討を行っている。昨年度は水草であるコカナダモからCNFを製造する手法を確立するとともに、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について検討を行った²⁾。本年度は、CNFの化学修飾手法簡素化を検討するとともに、これを水草から作製したCNFに適用し、複合材料化および物性評価を行ったのでこれを報告する。

2 実験

2.1 CNF化学修飾方法の検討

昨年度は繊維をCNF化した後に化学修飾反応を行った。しかし、この手法ではCNF水溶液の溶媒置換、洗浄および化学反応に長い時間を要するほか、多量の有機溶媒

を使用するという問題がある。そこで、溶媒使用量の低減および反応時間の短縮を目的に、市販のセルロースを使用し加熱ニーダーを用いて先に繊維に化学修飾を行った後にCNF化する方法を試みた。

2.1.1 ニーダーを用いたセルロースへの化学修飾

136°Cに設定した加熱ラボニーター(株式会社トーションラボニーターミルTDR-100-3)に粉末セルロース(ナカライテスク 化学用)25gを加え、ローターを30rpmで回転させながら無水フタル酸(和光純薬工業株式会社)を所定の分量加えた。その後、一定の時間ごとに少量サンプリングを行い、20分後に加熱およびローター回転を停止し、反応物を回収した。これをアセトン(和光純薬工業株式会社特級)で吸引ろ過洗浄し、無水フタル酸修飾セルロースを得た。

2.1.2 無水フタル酸修飾セルロースの酸化度測定

2.1.1で得られた無水フタル酸修飾セルロースを約0.5g秤量し、イオン交換水:アセトン= 1:1 (v/v)溶液中でスターラーを用いて攪拌した。十分に攪拌した後、フェノールフタレイン水溶液を数滴添加し、0.1N水酸化カリウム/エタノール溶液(富士フィルム和光純薬工業株式会社 容量分析用)を用いて滴定を行った。呈色反応が生じる滴下量から計算し、無水フタル酸修飾セルロース1gを中和するのに必要な水酸化カリウムの量(酸化度)を求めた。

2.1.3 化学修飾セルロースのCNF化

2.1.1で得られた無水フタル酸修飾セルロースにイオン交換水を添加し、2wt%水溶液とした。これを粉碎機(増幸産業株式会社 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15回処理した。その後、#80の砥石で20回処理することで、無水フタル酸修飾CNF(PHTCNF)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1,500rpmとし、砥石同士の接触運転を行った。

※ 有機材料係

2.1.4 化学修飾セルロースのFTIR測定

2.1.2で得られたPHTCNFの一部をシャーレに移し、一晩放置後、真空乾燥機内80℃で4時間減圧乾燥を行った。その後、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)を用いて測定を実施し、IRスペクトルを求めた。測定モードは1回反射ATR法、積算回数4回とした。

2.1.5 化学修飾セルロースの熱分解挙動測定

2.1.4で乾燥したPHTCNFを10mg程度秤量し、TGA(ティー・エイ・インスツルメンツ株式会社 TGA Q550)を用いて加熱時の重量減少量を測定した。温度は室温から500℃まで、20℃/minの昇温速度で実施した。

2.2 水草由来CNFの作製および複合化

2.2.1 化学修飾セルロースのCNF化

水草は既報²⁾と同様にコカナダモを用いた。また、セルロース採取も既報と同様の手法で行った。化学修飾およびCNF化については、前述2.1.1および2.1.3の手法で行った。

2.2.2 水草由来CNFおよびPHTCNFのIR測定

2.2.1で得られた材料について、2.1.4と同様の手法でIR測定を行った。

2.2.3 水草由来CNFおよびPHTCNFのレオメーター測定

2.2.1で得られた材料について、レオメーター(ティー・エイ・インスツルメンツ株式会社 DHR-2)を用いて歪分散および周波数分散測定を行った。直径40mmのSUS製パラレルプレートを用い、ペルチェプレート温度を25℃、ギャップ間隔1mmとした。また、周波数分散測定においては線形変形領域内で歪を加えた。

2.2.4 水草由来PHTCNFの形態観察

2.2.1で得られた水草由来PHTCNF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。

2.2.5 プラスチックとの複合化

2.2.1で得られた水草CNFおよび水草由来PHTCNFに加え、比較用として市販のCNF(ダイセルファインケム株式会社 セリッシュKY100G)に対しアセトンを添加し、これに無水マレイン酸変性ポリプロピレン(理研ビタミン株式会社 リケマールMG-400EM 以下「MAPP」と称す)および必要に応じて可塑剤(新日本理化株式会社 サンソサイザーEP-S)、を加え、スターラーで攪拌した。添加量は各CNF100重量部に対しそれぞれMAPP20重量部、可塑剤30重量部とした。攪拌物をテフロンコーティングを施した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)で凍結粉碎することで粉体

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PPを100重量部に対し各CNFが10重量部となるようドライブレンドしたものについて、二軸押出機(株式会社テクノベル ULTnano KWZ15TW-25MG)を用いて複合化を行った。スクリュー回転数は120rpmとし、樹脂のバレル内平均滞留時間が2分間となるように流路切り替えを調整した。なお、熱履歴による物性差をなくすため、PP単体も同条件で処理し、続く成形品を作製した。

2.2.6 複合化フィルムの作製

2.2.5で得たペレットについて、卓上熱プレス機(株式会社テクノサプライ G-12型)を用いてシート厚み200μmとなるようシート化した。成形温度は200℃とし、余熱1min、成型2minで行った。また、成型後のフィルムは90℃に設定したオープンに速やかに移し、アルミブロックで2分間挟み込むことで結晶化を促進した。

2.2.7 複合材料の強度測定

2.2.6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-S)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。

2.2.8 複合材料のレオメーター測定

2.2.6で得られたフィルムを切り出し、レオメーター(ティー・エイ・インスツルメンツ株式会社 DHR-2)を用いて所定の温度における周波数分散測定を行った。直径8mmのアルミニウム製パラレルプレートを用い、ギャップ間隔1mmに設定して線形変形領域内で歪を加えた。得られた各温度のグラフの重ね合わせを行い、単純なMaxwell Modelを仮定してG'とG''の交点周波数から緩和時間を求めた。

3 結果および考察

3.1 ニーダーによるセルロースの化学修飾について

ニーダーを用いて修飾を行った無水フタル酸修飾セルロースの滴定結果を図1に示す。反応時間が長くなるほど高くなっており、時間とともに反応が進行していることがわ

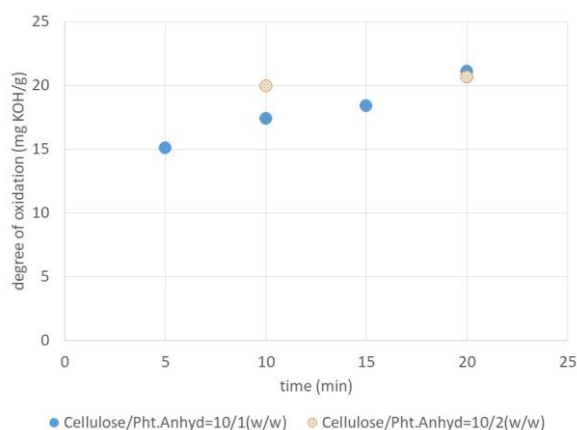


図1 酸化度と反応時間の関係

かった。また、セルロース:無水フタル酸=10:2(w/w)で混練したものは、同10:1(w/w)で混練したものと比較して短時間で進行することがわかる。一方で、従来の手法であるCNF化後にフタル酸修飾したものは81.02mgKOH/gとなり、ニーダーで反応させたものと比較して4倍程度高いことが分かった。図2にそれぞれの手法で作製したPHTCNFおよびセルロースのIRスペクトルを示す。ニーダーによる加熱混練で作製したPHTCNFは1720cm⁻¹近傍にC=O伸縮運動のほか、1640cm⁻¹近傍にセルロース吸着水の変角振動に由来するピークが見られる。この変角振動ピークは従来法で作製したPHTCNFにはほとんど見られないことから、加熱混練で作製したPHTCNFは表面に均一に修飾がされておらず、水酸基が表面に露出していることが予想される。これは、従来の手法ではCNF化後に化学修飾することによりCNF表面に存在する水酸基全体に反応することに対し、ニーダーによる加熱混練では化学修飾後にCNF化する、つまり反応点となる水酸基が従来法と比較して少ない状態で修飾するためであると考えられる。

次に、それぞれの手法で作製したPHTCNFおよびセルロースのTGA測定結果を図3に示すが、CNFへのフタル酸修飾率が高いほど、重量減少が大きく、耐熱性が低下することがわかった。これより、CNFへの修飾率が低下して表面に水酸基が露出すると疎水性プラスチックとの親和性が低下するため複合化した時の物性低下が懸念されるものの、熔融混練プロセスによる複合化を考慮した場合修飾率の低下は決して悪い影響のみではないと考えられる。

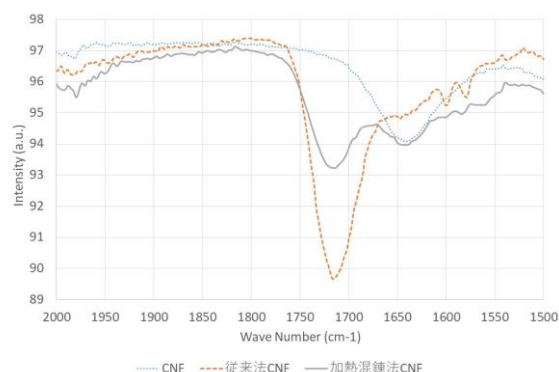


図2 各PHTCNFおよびセルロースのIRスペクトル

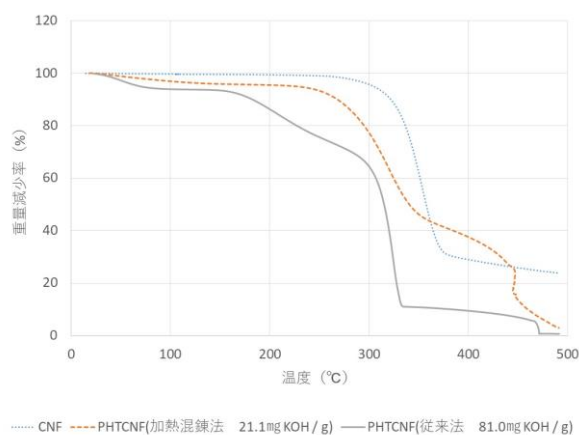


図3 各PHTCNFおよびセルロースのTGA測定結果

3.2 水草由来CNFおよびPHTCNFについて

水草より作製したCNFおよびPHTCNFのFT-IR測定結果を図4に示す。水草由来CNFの1490 cm⁻¹、1510cm⁻¹に芳香環のC=C伸縮振動ピークがみられることから、リグニンが完全に抽出されずに残存していると考えられる。また、水草由来PHTCNFではフタル酸由来のC=O伸縮運動と、これよりも大きな芳香環のC=C伸縮振動ピークが存在する。このことから、残存リグニン存在下においてもフタル酸が修飾されていることが分かった。

次に、水草より作製したPHTCNFのFE-SEM観察結果を図5に示す。幅100nm程度の繊維が網目状に形成されていることから、フタル酸修飾したセルロースの粉碎処理によりナノファイバー化されていることが確認できた。図6の水草由来CNFおよび水草由来PHTCNFのレオメーターによる歪分散および周波数分散測定結果をみると、両者とも同様の挙動を示している。繊維長と各測定のG'の大きさおよびグラフ形状には相間がある³⁾ことから、フタル酸修飾の有無にかかわらず同程度の幅および長さを有するナノファイ

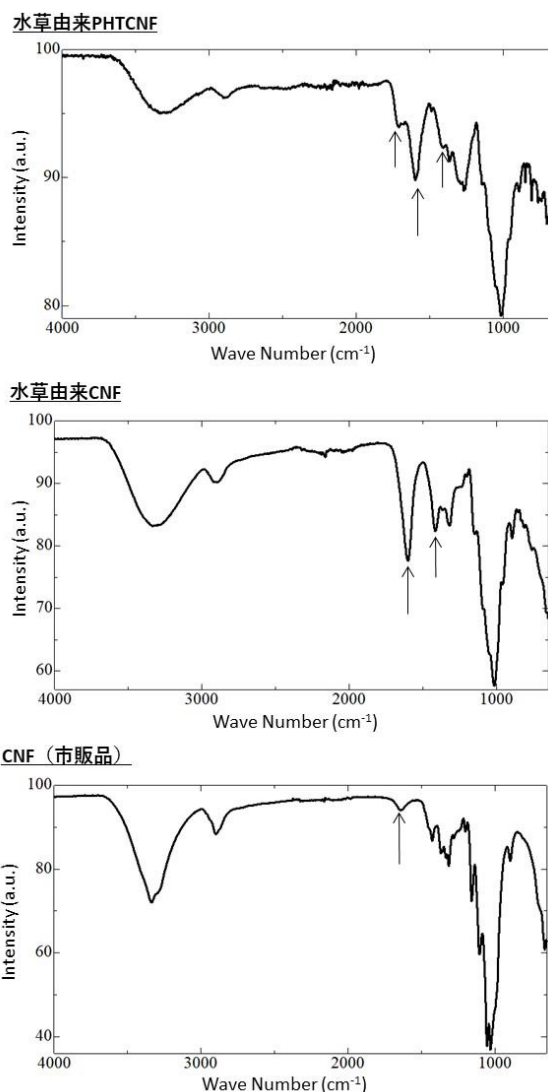


図4 各水草由来材料およびセルロースのIRスペクトル

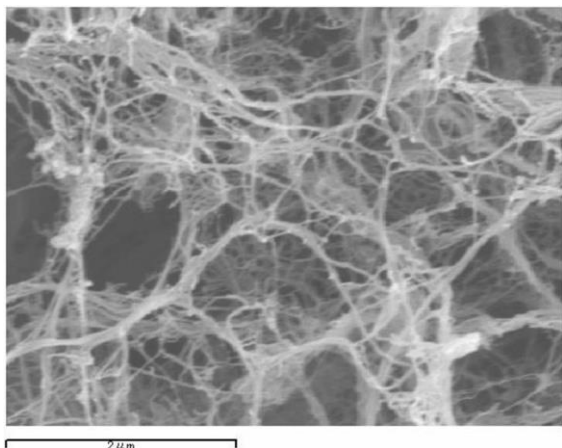


図5 水草由来PHTCNFのFE-SEM像

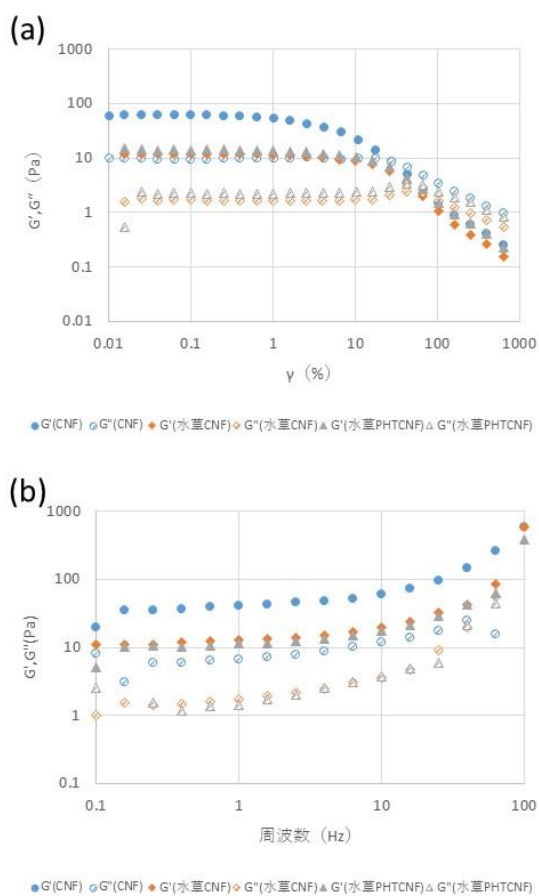


図6 各CNFのレオメータ測定結果 (a)歪分散測定 (b)周波数分散

バーとなっていることが予想される。

3.3 水草由来CNFおよびPHTCNF複合材料について
 複合材料の引張試験測定結果を図7に示す。まず市販CNFと水草由来CNFを比較した場合、市販品では10%程度弾性率が向上するものの最大強度が低下していることから、十分な補強効果が発現していない。これに対し、水草由来CNFでは弾性率が40%、最大強度が20%程度向上している。それぞれの破断面を図8に示すが、PP/CNFは

CNF/PP界面に間隙がみられるのに対し、PP/水草由来CNF界面には同様の間隙は存在せず密着していることがわかる。3.2より、水草由来CNFにはリグニンが残存していることが分かっていることから、このリグニンの影響によりPPとの相溶性が改善したことに加え、PP中への分散性が向上した結果、物性が大幅に向上したものと考えられる。次に、フタル酸修飾の効果に着目すると、市販CNFよりも弾性率および強度とも補強効果は発現するものの、未修飾の水草由来CNFよりも効果が低い。可塑剤を添加すると効果が改善されるが、同様に水草由来CNFの物性値を下回っていることが確認できる。図9にそれぞれの材料について

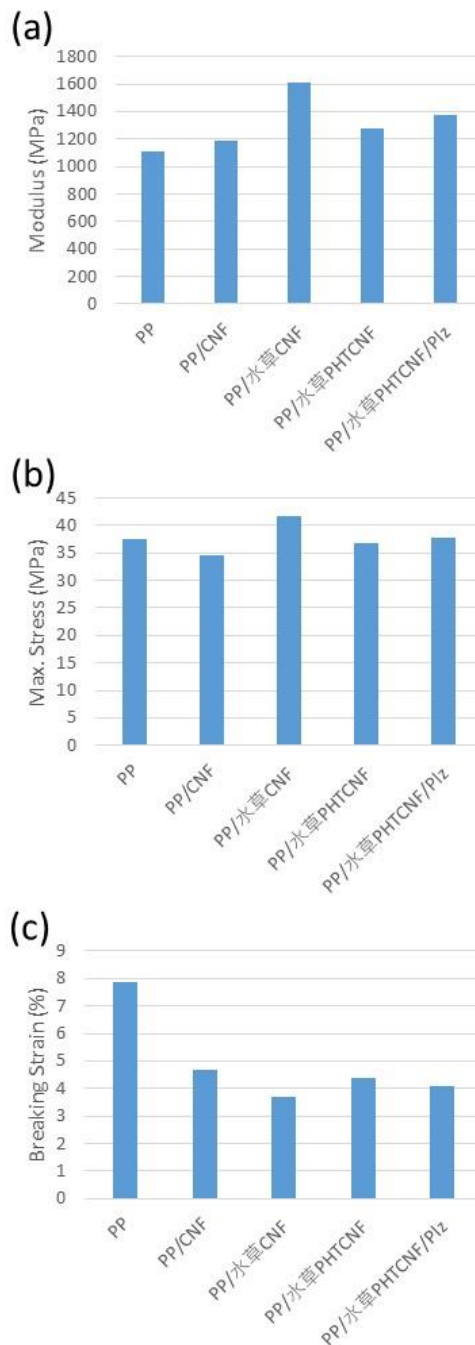
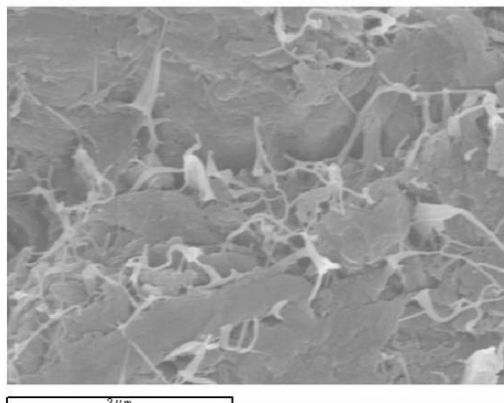


図7 複合材料の引張試験結果 (a)弾性率 (b)最大強度 (c)破断歪

PP/CNF



PP/水草由来CNF

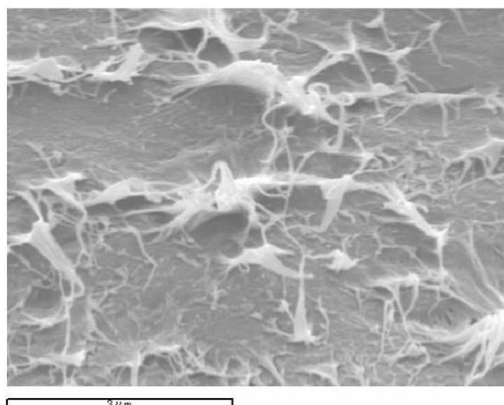


図8 複合材料の破断面観察結果

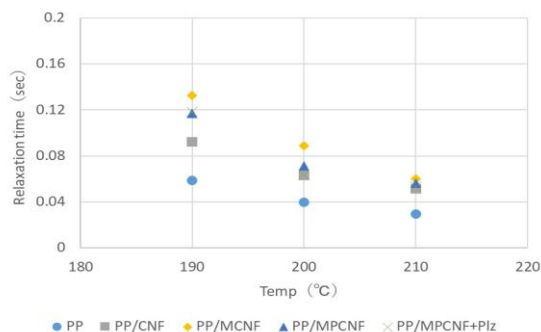


図9 複合材料の流動の緩和時間測定結果

で流動の緩和時間を示すが、水草由来CNFが最も緩和時間が長く、水草由来PHTCNF、市販CNFと続いている。緩和時間が長いほどマトリックスであるPPの運動が拘束される、つまりPPとの相互作用が大きいと考えられることから、この結果は引張試験の結果を支持するものとなっている。また、フタル酸修飾はリグニン単体よりもPPとの相互作用が低いということが分かった。

4 まとめ

CNF化学修飾の作業効率向上のためニーダーを用いてセルロースの化学修飾を試みたところ、処理時間に応じてフタル酸がセルロース表面へ結合することが確認できた。

この化学修飾したセルロースを用いてPHTCNFを作製したところ、CNF化後に修飾を行ったPHTCNFよりもフタル酸修飾量が低いものの、耐熱性の高い材料が作製できていることが分かった。

ニーダーによる修飾をココナダモに適用して水草由来CNFを作製したところ、幅100nm程度に解繊されたCNFが作製できた。水草由来の各CNFとポリプロピレンと複合化したところ、フタル酸修飾をしない水草由来CNFが最も補強効果が大きく、流動の緩和時間が長かった。IR測定の結果、水草由来CNFおよび水草由来PHTCNFにはリグニンが残存しており、これがPPとの相溶性を高めたものと考えられ、またフタル酸修飾はリグニンと比較してPPとの相溶性を低下させるということが分かった。

参考文献

- 1) 京大生存圏研究所生物機能材料分野HP
- 2) 滋賀県工業技術総合センター 平成29年度業務報告書
- 3) 次世代ナノテクフォーラム2019講演資料

液相合成法による機能性無機顔料の研究(第4報)

液相合成法による新規環境配慮型顔料の研究

前川 昭*
MAEGAWA Akira*

要旨 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希土類元素を添加したジルコン系顔料を合成したところ、黄色や紫色やピンク色などの呈色を示す試料が得ることができた。これらの試料は1000℃の熱処理で70%以上の高いジルコン合成率を示した。

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、ゾルーゲル法での報告例¹⁾があるだけであった。

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、ZrSiO₄を1000℃以下で80%程度の高効率の合成で見出した。また希土類元素であるPr、Tbを添加したZrSiO₄が鮮やかな黄色を呈色することを見出した。^{3,4)}

そこで、本研究は、これまでの研究結果をふまえ、錯体重合法でZrSiO₄に希土類元素を添加し、合成したZrSiO₄試料がどのような発色をするかを調査することを目的とした。

2 実験方法

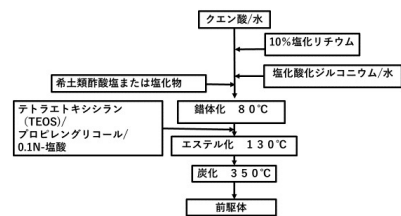
2.1 前駆体の合成

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)、また希土類元素(RE)はY、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Ho、Er、Luは酢酸塩をLa、Dy、Tm、Ybは塩化物を用いた。

ビーカーでC₆H₈O₇ 12molを水100molにホットスターラーを用いて80℃で溶解し、LiCl 0.1molとZrOCl₂・8H₂O 1molを水50molに溶解したものを加え、さらに希土類元素をRE₂O₃濃度として0.03molを水50molに溶解したものを加え、1時間攪拌した。C₃H₈O₂ 48mol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、RE₂O₃-ZrO₂-SiO₂前駆体試料を作成した。

RE₂O₃-ZrO₂-SiO₂試料の前駆体の調整



前駆体作成のフローチャート

図1 RE₂O₃-ZrO₂-SiO₂前駆体の合成フローチャート

2.2 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。

2.3 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、Brukerの解析ソフト(DIFFRAC.SUITE EVA)の簡易定量分析法を用いて計算した。

2.4 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。また反射スペクトルは本装置の測定波長間隔5nmで測定した。

3 結果と考察

3.1 RE₂O₃-ZrO₂-SiO₂試料の結晶化挙動

各RE₂O₃を添加した試料を熱処理したX線回折パターン

*無機材料係

を図2～16に示した。

各試料とも800℃では、 $2\theta = 30^\circ$ 付近にブロードな $t\text{-ZrO}_2$ のピークのみが観察されるが、1000℃以上では $2\theta = 20^\circ$ と 29° 付近にシャープな ZrSiO_4 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、 $2\theta = 30^\circ$ 付近の $t\text{-ZrO}_2$ 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 $m\text{-ZrO}_2$ 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 SiO_2 のピークおよびRE化合物のピークも認められなかった。

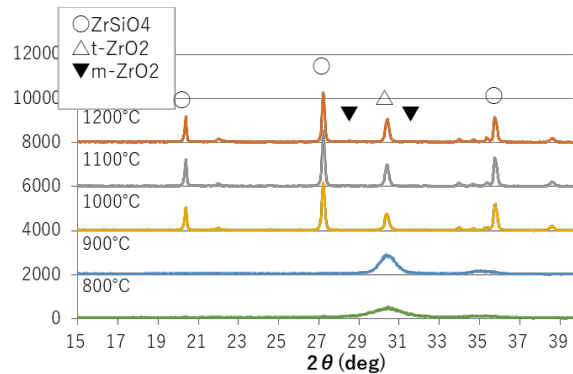


図2 $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-SiO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3:0.03, \text{LiCl}:0.1)$ の熱処理後のX線回折パターン

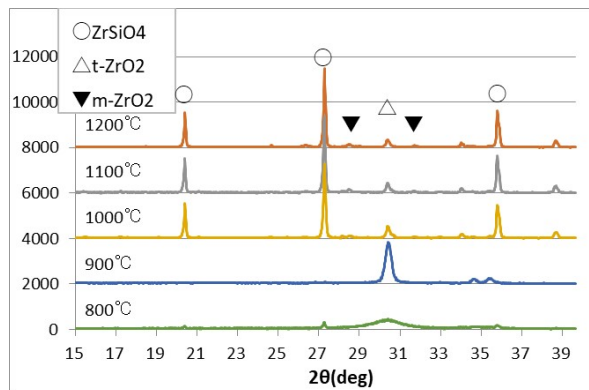


図3 $\text{La}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-SiO}_2(\text{La}_2\text{O}_3:0.03, \text{LiCl}:0.1)$ の熱処理後のX線回折パターン

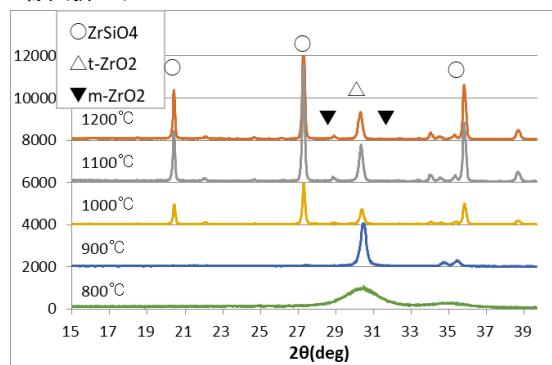


図4 $\text{Ce}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-SiO}_2(\text{Ce}_2\text{O}_3:0.03, \text{LiCl}:0.1)$ の熱処理後のX線回折パターン

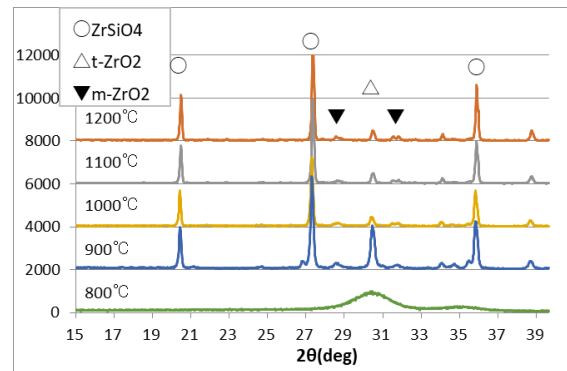


図5 $\text{Pr}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-SiO}_2(\text{Pr}_2\text{O}_3:0.03, \text{LiCl}:0.1)$ の熱処理後のX線回折パターン

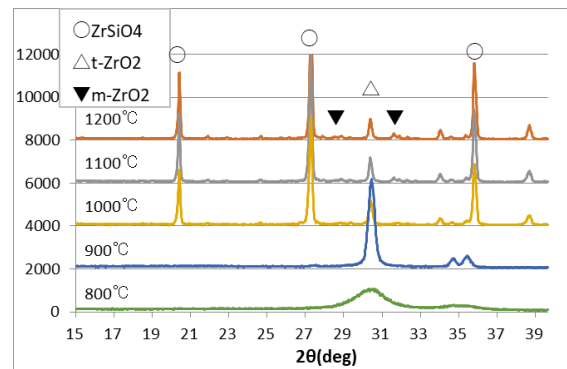


図6 $\text{Nd}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-SiO}_2(\text{Nd}_2\text{O}_3:0.03, \text{LiCl}:0.1)$ の熱処理後のX線回折パターン

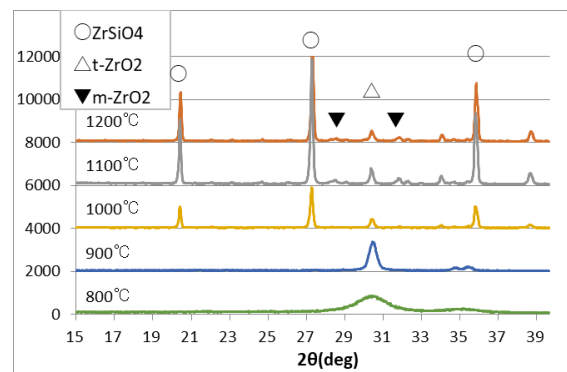


図7 $\text{Sm}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-SiO}_2(\text{Sm}_2\text{O}_3:0.03, \text{LiCl}:0.1)$ の熱処理後のX線回折パターン

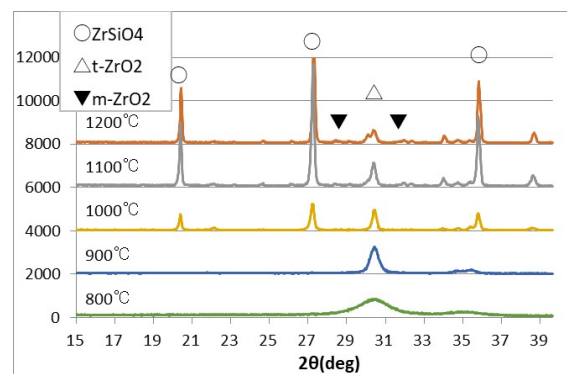


図8 $\text{Eu}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-SiO}_2(\text{Eu}_2\text{O}_3:0.03, \text{LiCl}:0.1)$ の熱処理後のX線回折パターン

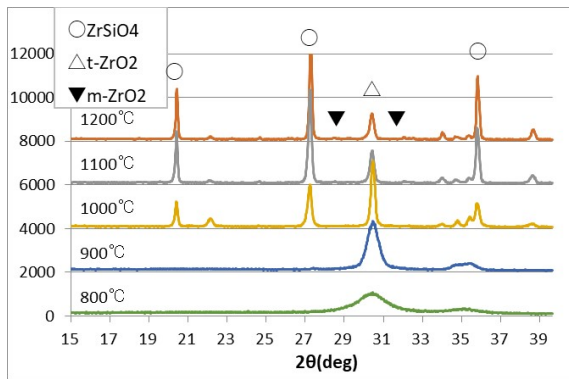


図9 Gd₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Gd₂O₃:0.03, LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

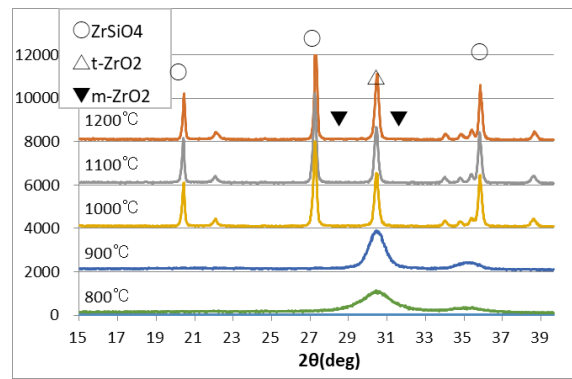


図13 Er₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Er₂O₃:0.03, LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

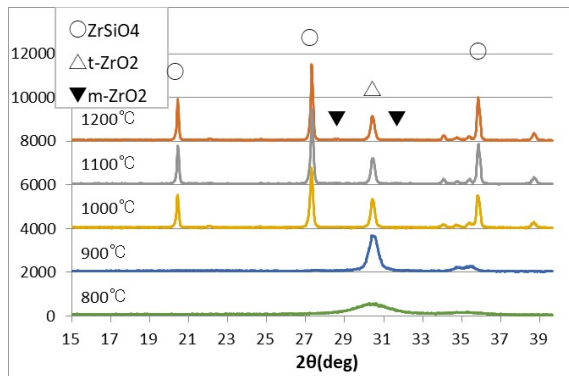


図10 Tb₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Tb₂O₃:0.03, LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

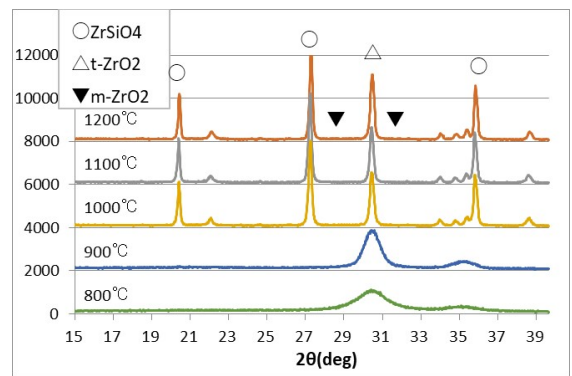


図14 Tm₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Tm₂O₃:0.03, LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

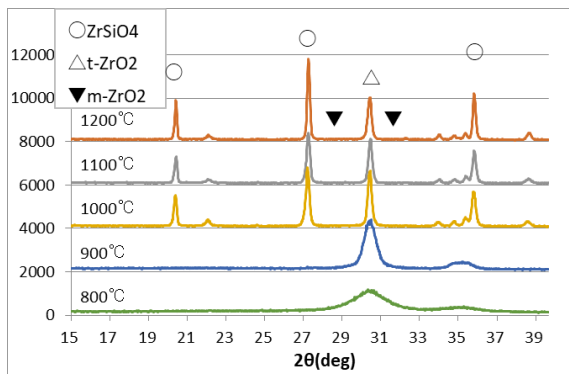


図11 Dy₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Dy₂O₃:0.03, LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

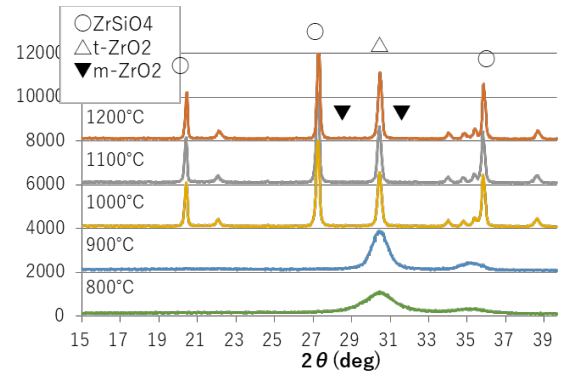


図15 Yb₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Yb₂O₃:0.03, LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

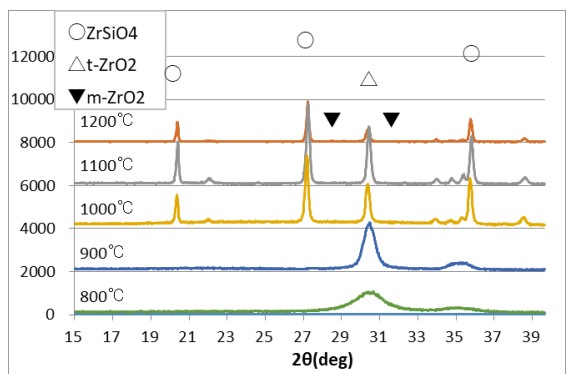


図12 Ho₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Ho₂O₃:0.03, LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

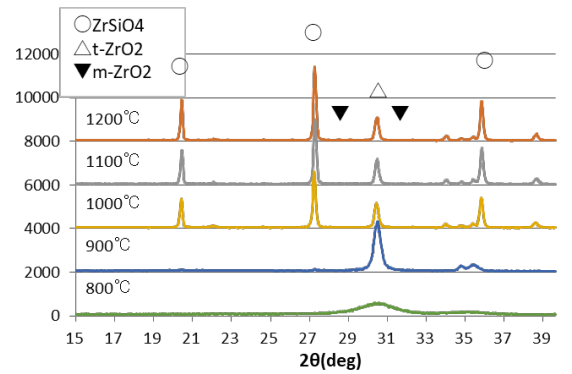


図16 Lu₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Lu₂O₃:0.03, LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

図17～20に各熱処理温度における各RE₂O₃-ZrO₂-SiO₂試料のZrSiO₄生成率の変化を示す。この図から、Pr₂O₃-ZrO₂-SiO₂では900℃、そのほかの試料では1000℃からZrSiO₄が生成しはじめ、1200℃では0.7を越えていた。

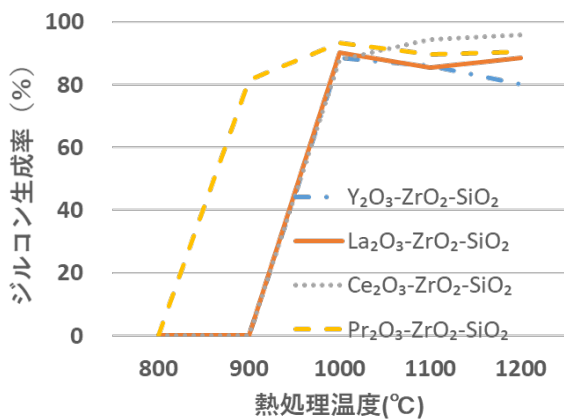


図 17 Y₂O₃-、La₂O₃-、Ce₂O₃-、Pr₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (RE₂O₃:0.03,LiCl:0.1)の熱処理温度におけるZrSiO₄生成率の変化

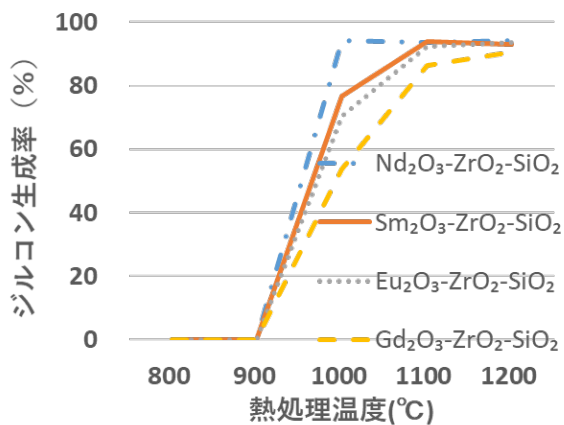


図 18 Nd₂O₃-、Sm₂O₃-、Eu₂O₃-、Gd₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (RE₂O₃:0.03,LiCl:0.1)の熱処理温度におけるZrSiO₄生成率の変化

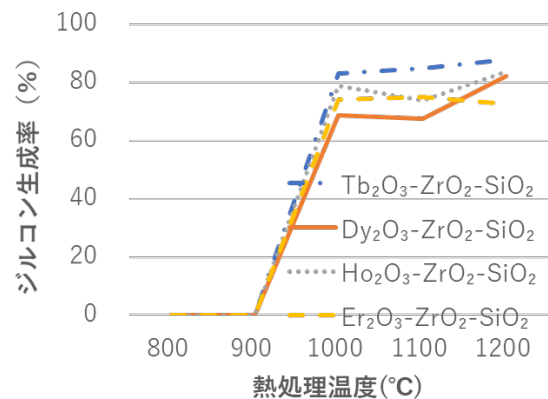


図 19 Tb₂O₃-、Dy₂O₃-、Ho₂O₃-、Er₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (RE₂O₃:0.03,LiCl:0.1)の熱処理温度におけるZrSiO₄生成率の変化

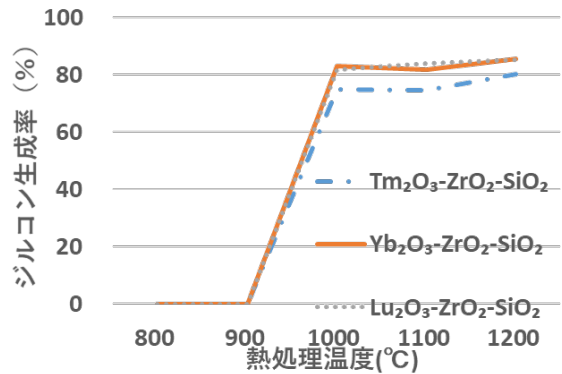


図 20 Tm₂O₃-、Yb₂O₃-、Lu₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (RE₂O₃:0.03,LiCl:0.1)の熱処理温度におけるZrSiO₄生成率の変化

3.2 L*a*b*表色系の座標

表1に異なるPr₂O₃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

	L*	a*	b*
Y ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	93.17	-0.83	1.80
La ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	93.43	-0.95	2.37
Ce ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	92.38	-2.98	9.73
Pr ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	85.35	-2.40	69.74
Nd ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	88.60	1.63	-4.13
Sm ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	90.86	-0.83	4.66
Eu ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	91.74	-0.29	0.71
Gd ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	92.07	-0.23	0.03
Tb ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	87.32	-7.57	65.91
Dy ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	93.89	-0.50	1.38
Ho ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	89.96	-0.32	5.50
Er ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	92.17	4.29	-0.54
Tm ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	92.63	-0.61	0.92
Yb ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	95.03	-0.55	1.13
Lu ₂ O ₃ -ZrO ₂ -SiO ₂	91.24	-1.38	3.02

この表から、Ce₂O₃-ZrO₂-SiO₂:黄白色、Pr₂O₃-ZrO₂-SiO₂:黄色、Nd₂O₃-ZrO₂-SiO₂:紫色、Sm₂O₃-ZrO₂-SiO₂:黄白色、Tb₂O₃-ZrO₂-SiO₂:黄色、Ho₂O₃-ZrO₂-SiO₂:黄白色、Er₂O₃-ZrO₂-SiO₂:ピンク色を示し、Y₂O₃-ZrO₂-SiO₂、La₂O₃-ZrO₂-SiO₂、Eu₂O₃-ZrO₂-SiO₂、Gd₂O₃-ZrO₂-SiO₂、Dy₂O₃-ZrO₂-SiO₂、Tm₂O₃-ZrO₂-SiO₂、Yb₂O₃-ZrO₂-SiO₂、Lu₂O₃-ZrO₂-SiO₂は白色であった。

次に図21～図35に各RE₂O₃-ZrO₂-SiO₂試料を熱処理したときの反射スペクトルと各REの出発原料の反射スペクトルを示す。

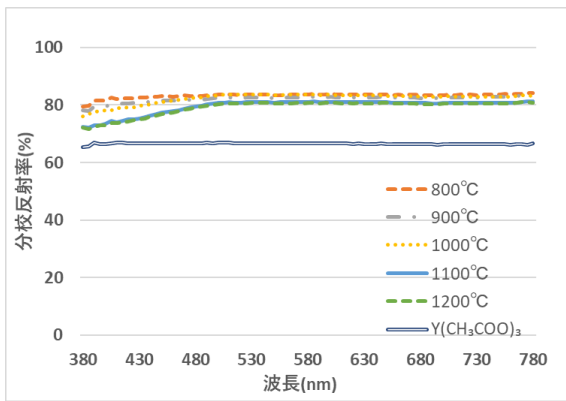


図21 $Y_2O_3-ZrO_2-SiO_2$ ($Y_2O_3:0.03, LiCl:0.1$)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

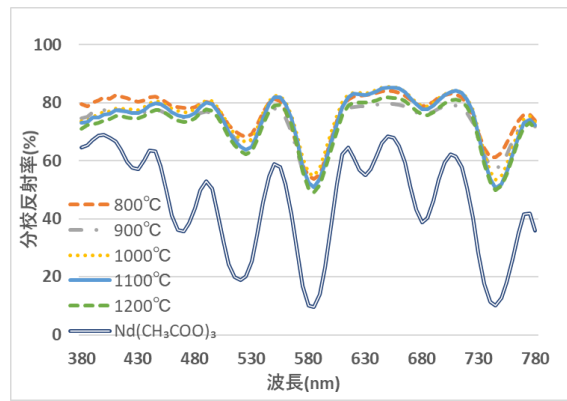


図25 $Nd_2O_3-ZrO_2-SiO_2$ ($Nd_2O_3:0.03, LiCl:0.1$)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

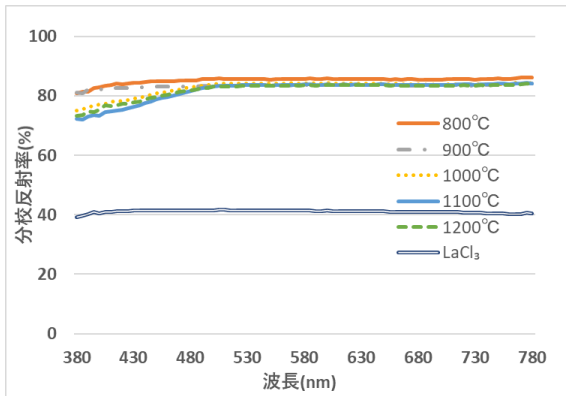


図22 $La_2O_3-ZrO_2-SiO_2$ ($La_2O_3:0.03, LiCl:0.1$)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

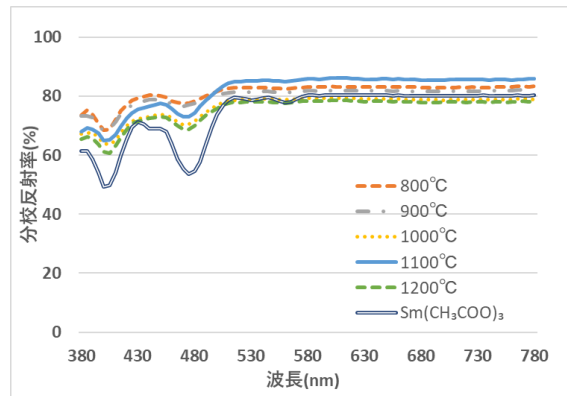


図26 $Sm_2O_3-ZrO_2-SiO_2$ ($Sm_2O_3:0.03, LiCl:0.1$)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

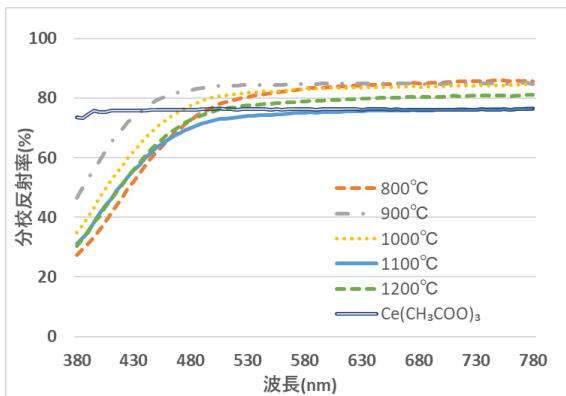


図23 $Ce_2O_3-ZrO_2-SiO_2$ ($Ce_2O_3:0.03, LiCl:0.1$)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

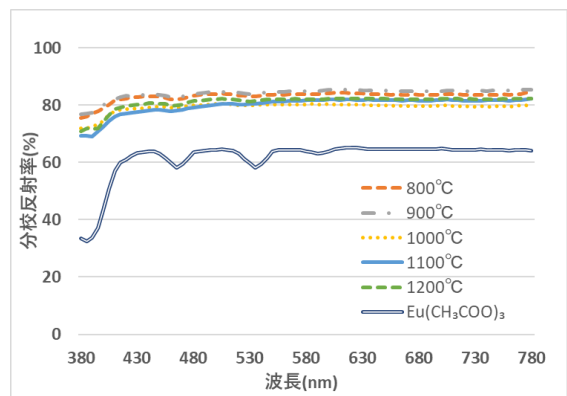


図27 $Eu_2O_3-ZrO_2-SiO_2$ ($Eu_2O_3:0.03, LiCl:0.1$)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

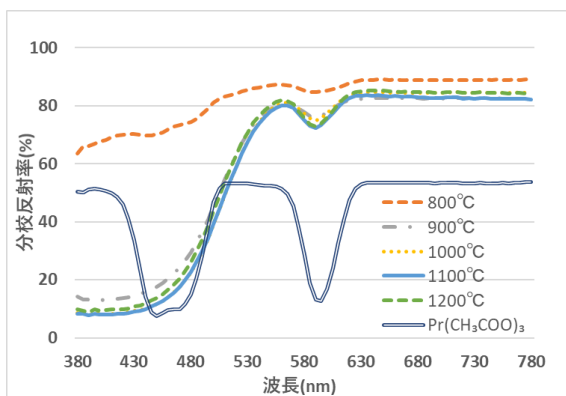


図24 $Pr_2O_3-ZrO_2-SiO_2$ ($Pr_2O_3:0.03, LiCl:0.1$)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

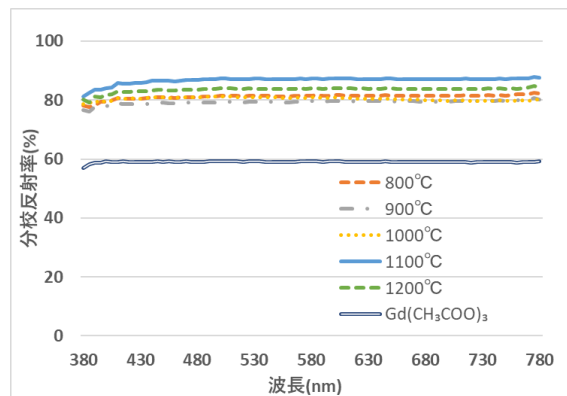


図28 $Gd_2O_3-ZrO_2-SiO_2$ ($Gd_2O_3:0.03, LiCl:0.1$)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

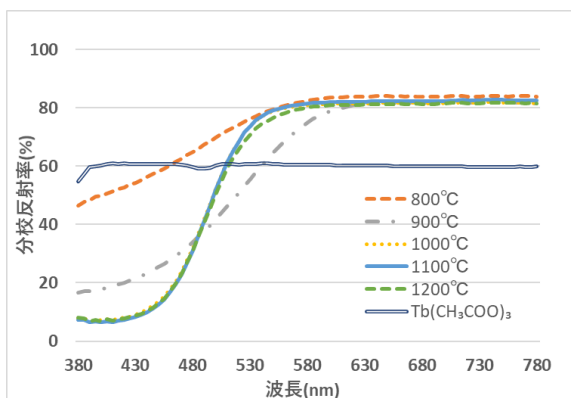


図29 Tb₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Tb₂O₃:0.03,LiCl:0.1)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

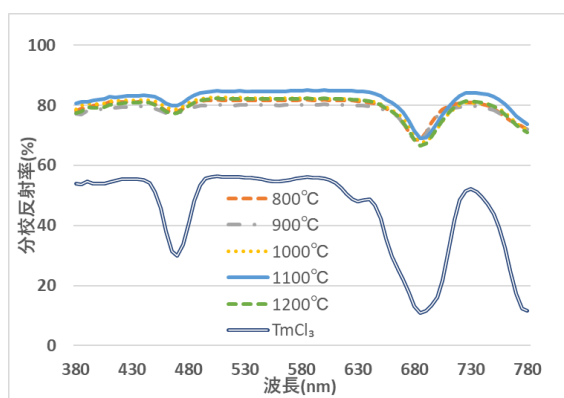


図33 Tm₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Tm₂O₃:0.03,LiCl:0.1)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

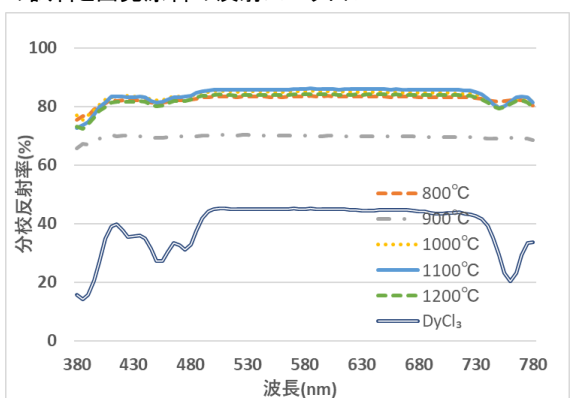


図30 Dy₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Dy₂O₃:0.03,LiCl:0.1)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

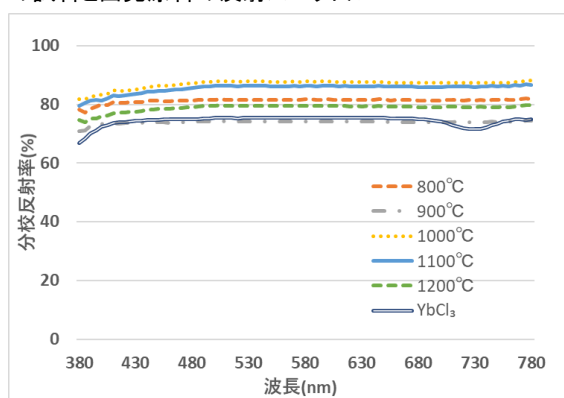


図34 Yb₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Yb₂O₃:0.03,LiCl:0.1)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

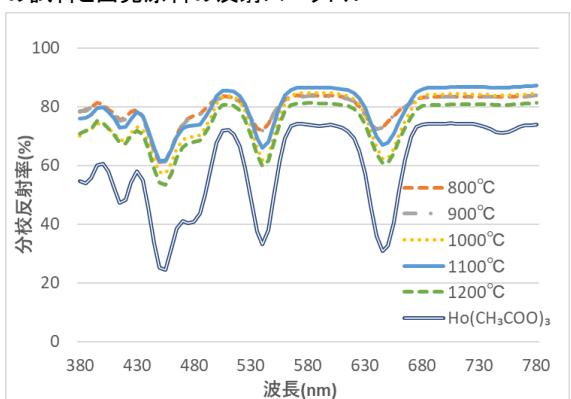


図31 Ho₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Ho₂O₃:0.03,LiCl:0.1)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

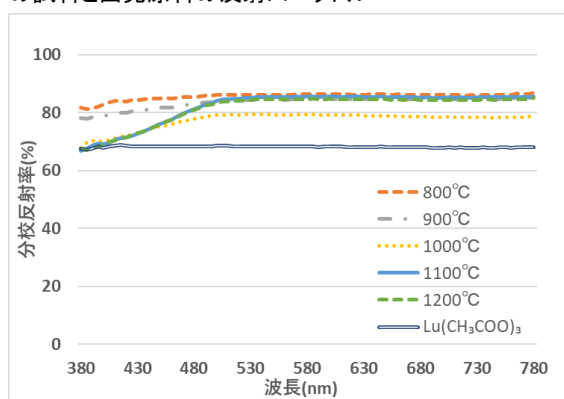


図35 Lu₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Lu₂O₃:0.03,LiCl:0.1)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

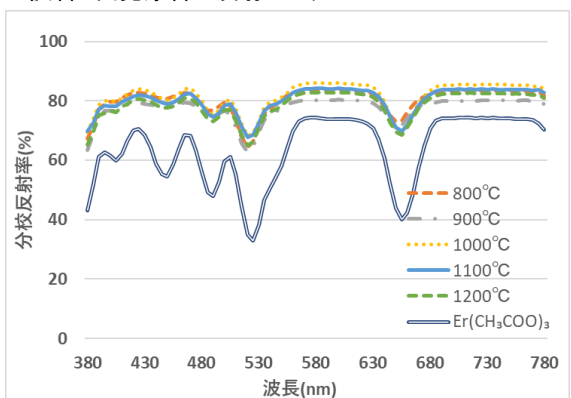


図32 Er₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (Er₂O₃:0.03,LiCl:0.1)の熱処理後の試料と出発原料の反射スペクトル

出発原料と各焼成温度での反射スペクトルを比較すると、可視部に吸収がほとんどない出発原料の三価の塩を持つ希土類元素のY、La、Eu、Gd、Yb、Luなどの焼成試料は、可視部に吸収を持たなかった。また、出発原料の三価の塩が可視部に吸収帯を持つNd、Sm、Ho、Erの反射スペクトルのパターンと同じパターンを示している。DyとTmについては、三価の塩が可視部の両端に吸収帯を持つが、焼成試料にはこれらの吸収の強度が弱く、呈色が認識できなかったと考えられる。一方、Ce、Tbについては、三価の塩では、測定範囲では吸収帯を持たないが、焼成試料では低波長側の紫外部に大きな吸収帯が表れている。また、Prについても、三価の塩とは異なり焼成試料で

は、紫外部の吸収帯が表れている。

PrやTbの反射スペクトルに見られる紫外部吸収帯は、NdやErなどの可視部の吸収ピークとは異なり、強い吸収であり、鮮やかな呈色である。これは、PrやTbが4価をとり、電荷移動吸収帯による呈色と考えられる。また、4価をとりうるCeも紫外部に吸収端を示す反射スペクトルが見られた。

Hoについては、太陽光下では黄白色であるが、蛍光灯下ではピンク色に呈色していた。これは、横山ら⁵⁾が開発した酸化ホルミウム系演色性セラミックスと同様に、550nm付近の蛍光灯の強い発光ピークがHoの540nmの吸収ピークに重なり、蛍光灯下ではピンク色を示すためであり、合成したジルコン顔料でも演色性顔料の可能性があると見える。

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、 $\text{RE}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-SiO}_2$ 試料を合成し、熱処理で ZrSiO_4 が作成でき、黄色や紫色やピンク色などの呈色を示す試料が得られた。

希土類元素添加 ZrSiO_4 試料では、希土類元素は3価また、4価の状態で存在し、それぞれ元素に特有の呈色を示すことが分かった。

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(2017)
3. 前川昭、滋賀県工業技術総合センター業務報告、113-116(2018)
4. 前川昭、滋賀県工業技術総合センター業務報告、98-101(2019)
5. 横山久範他、岐阜県セラミックス技術研究所研究報告、15-17(2001)

電池デバイスの評価技術の検討 —内部抵抗評価およびその活用について—

田中 喜樹*
TANAKA Yoshiki*

山本 典央**
YAMAMOTO Norio**

要旨 インピーダンス測定は、リチウムイオン電池の評価方法の一つとして用いられるが、測定環境の影響により誤った判断をする恐れがある。本研究では測定環境の現状把握ができるよう基準試料の作製、および現状の測定環境の把握、適切な測定環境の形成を目指した。

1 緒言

リチウムイオン二次電池(LIB)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。

電池部材の評価方法として、電池容量を評価する充放電測定などがあり、その一つとして電池内部の抵抗評価に用いるインピーダンス測定がある。LIBは図1に示すように、正・負極、セパレータ、電解液などで構成され、電池の内部抵抗は、電子やイオンの移動に関する過程での抵抗の集合体である。また、イオンや電子が電荷を運ぶ速度はそれぞれの過程によって様々である。インピーダンス測定では、周波数を変えながら交流信号を印加し、周波数に対する応答をみる。得られた結果は、複素数平面で示すコルコルプロット(ナイキスト線図)や、横軸を周波数の対数に縦軸をインピーダンスの絶対値および位相差で示すボード線図で表される。ナイキスト線図を視覚的にとらえる(図中円弧の実線から点線のずれや大きさ)定性的な解析方法や、電池構造から抵抗やコンデンサなどを用いて電気回路(等価回路)として置き換えて表現し、フィッティングを行いそれぞれの値を導き出す定量的な解析方法を用いて、内部抵抗の大きさの評価を行う。

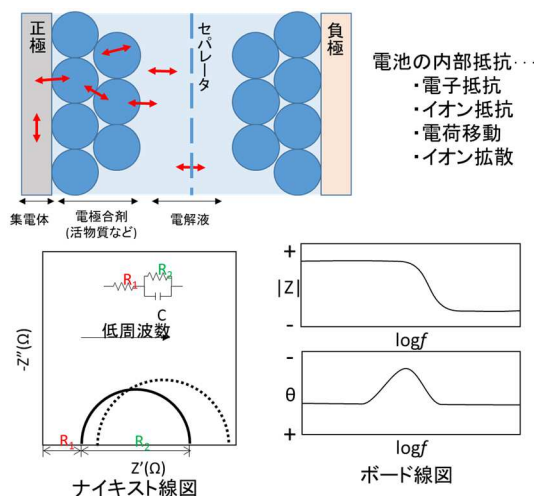


図1 インピーダンス測定について

インピーダンス測定では、特に高周波領域ではケーブルや材料評価時に使用する電池セルの形状などの測定環境で結果に影響すると言われている。影響を受けたままの測定結果で解析を行うと、電池材料の優劣など性能評価に誤った判断をする恐れがあり、測定環境を把握することはとても重要である。測定環境の現状把握として、基準試料を用いて測定するのが理想的だが、コインセルのような材料評価で用いる測定セルを使った基準試料が存在しなく、測定環境の把握が難しい。山本ら²⁾は幅広い周波数で精度の良い値を示すチップ抵抗などの電子部品を用いた等価回路を作製し基準試料とすることで、固体電解質のインピーダンス測定器具・システムの開発につながった。本研究では電子部品で作製した等価回路をコインセルなどの材料評価に実際に用いる電池セルに組み込むことで、実測定の基準試料とし測定環境の把握、適切な測定環境の形成を目指した。

2 実験

2.1 空セルでの検討

材料評価に用いる測定セルは図2のように2032型コインセルおよびフラットセルがある。それぞれのセルは構造が異なるため、インピーダンス測定結果が異なると思われる。その確認のために、電子部品を用いて等価回路の基準試料を作成する前に、それぞれの測定セルを空セルの状態(ショートさせた状態)でインピーダンス測定を実施した。



図2 測定セル
(左:2032型コインセル、右:フラットセル)

測定は図3に示す電気化学測定装置(Solartron 1287)およびインピーダンスアナライザ(Solartron 1260)の組合せを用い、恒温槽の中で測定セルをセットし、測定し実際の測定環境を再現した。測定条件は、掃引電圧を10mVとし、走査範囲を0.1Hz~1MHzとした。

* 無機材料係、** 電子システム係



図 3 測定環境
(Solartron1287+1260および恒温槽)

2.2 電子部品を用いた基準サンプルの検討

山本ら²⁾の報告ではチップ抵抗およびチップコンデンサで等価回路の基準試料を作製しているが、内部の厚みが約1.7mmの2032型コインセルには入らないため、まずはチップ抵抗(10Ω)を組み込んだコインセルを基準試料として作製した。作製したコインセルは、インピーダンスアナライザ(Keysight 4294A)でセル単体のみインピーダンス特性を確認した。その後、実際の測定環境で試験を行い、インピーダンス特性を測定した。測定条件は、掃引電圧を10mVとし、走査範囲はKeysight4294Aでは40Hz～100MHzで、Solartron1287+1260では1Hz～1MHzとした。

3 結果と考察

3.1 空セルでの検討

図4に空セルでのインピーダンス測定結果を示す。抵抗値(ボード線図での|Z|値およびナイキスト線図の実線との交点)から、フラットセルの抵抗値が低いことがわかる。また、インダクタンス成分(ナイキスト線図では縦方向のプロット)を持っていることがわかる。実際の測定環境であるSolartron1287+1260の組合せでは装置仕様の走査範囲が10μHz～1MHzであるのに対して、ボード線図の位相差(theta)が±4.5°(測定精度±5%以内)から外れる領域から、コインセルでは100kHz、フラットセルでは10kHz以降からそれぞれのセル由来の成分が含まれていることがわかる。

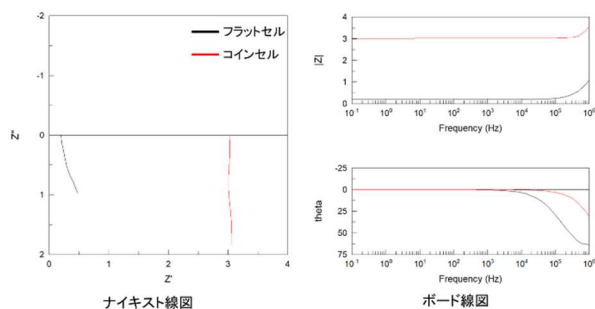


図 4 空セルのインピーダンス測定結果

3.2 電子部品を用いた基準サンプルの検討

図5にコインセル単体でのインピーダンス測定(Keysight 4294A)結果を示す。チップ抵抗が10Ωであるのに対し、Solartron1287+1260の最大周波数である1MHzでの|Z|が10.4Ω、位相差は0.1°であった。このことから、実際の測定環境でのコインセル単体は抵抗とみなすことができることが分かった。ボード線図でゆがんだ形状部は27MHzであったため、今回は影響がないと考える。

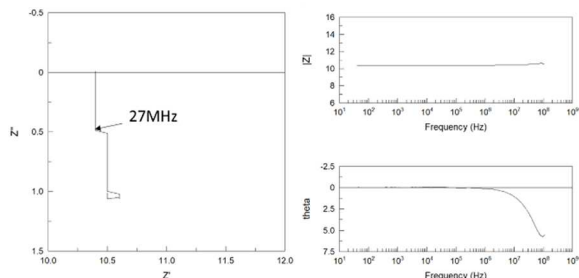


図 5 チップ抵抗入りコインセル単体のインピーダンス測定結果(Keysight4294A)

実際の測定環境(Solartron1287+1260)での測定結果を図6に示す。測定範囲内では測定精度5%以内であることがわかった。また、100kHzでの|Z|は10.6Ωで、コインセル単体よりも高くなっている。このことから、実際の測定環境では100kHz以降ではコインセルホルダの影響が含まれていることが考えられる。

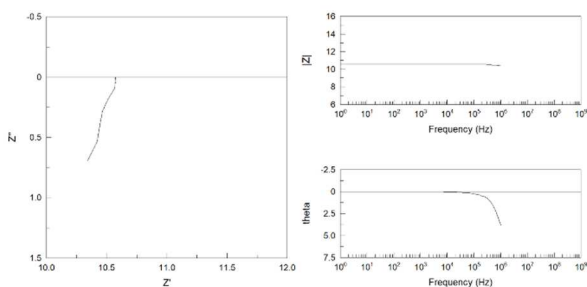


図 6 チップ抵抗入りコインセルのインピーダンス測定結果(Solartron)

4 まとめ

インピーダンス測定における、測定環境の把握ができた。今後はフラットセルでの測定環境の把握および適切な測定環境の形成を行う。

参考文献

- 1). 第44回電気化学講習会テキスト 電気化学測定の切り札—交流インピーダンス法の基礎から実例まで—(2014)
- 2). 平成28年度業務報告(2018)90-102

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3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度を求め、分子サイズを知ることが出来る。今回、このFCS測定装置を利用し、タンパク質やペプチドが抗体と結合した際見かけ上の分子サイズが変化することを調べる技術を実用化しやすいように測定キット試作を含めた技術開発を行った。

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の技術開発が目覚ましく、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、FCS測定装置を応用し、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。

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⁾。さらに、最近ではライフサイエンスや医療分野で1つの細胞の中の1つの箇所での生体分子の挙動を調べることを目的に、より高感度な測定技術¹⁰⁾や、1つの蛍光分子の回転までの調べる超高性能なデバイスを組み込んだ分析装置の開発¹¹⁾も行われている。

一方で、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。本研究では、抗原-抗体の結合反応を小型のFCS測定装置を利用した超高感度な分析技術をこれまで開発してきたものを実用化しやすいように測定キットの試作を行うことで実用化を検討しやすいように様々な課題の顕在化と解決、あるいは測定操作を分析専門者以外でも、現場で行いやすいようにするための工夫を行った。

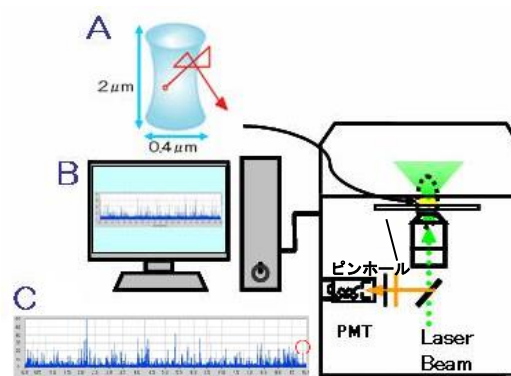


図1 蛍光相関分光(FCS)測定系の構成と高感度な蛍光分子の検出、測定のための基本的なポイント 固体レーザー光源、ダイクロミックミラー、対物レンズ、カットオフフィルター、ピンホールとPMT(光電子倍增管)から構成される共焦点光学系(B)により、対物レンズ近くのサンプル中の共焦点領域(A)を通過する1分子の蛍光発光を超高感度に測定する。

* 食品・プロダクトデザイン係

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 Na₂HPO₄、NaH₂PO₄、Triton X-100 (富士フィルム和光純薬㈱、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 10⁻⁷M 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 (検出された光子数) 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。



図2 小型FCS装置を用いた測定手順

測定する蛍光結合タンパク質と抗体を定量混合し、底ガラス厚 0.15mm のマイクロウェルスライド (A10657-01、浜松ホトニクス) のウェルに 10 ~ 30 μL を滴下し、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。

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た際の測定条件や解析方法は、昨年度の本報告 (第 2 報) にしたがった。

2.3 測定操作キットの試作

抗原と抗体との結合を小型の FCS 測定装置を活用して調べると「微量 10 μL、低濃度 10⁻⁸M」のサンプルでの検査が出来るが、この検査技術を利用するシチュエーションには、2 つの環境が想定される。1 つめは 実験室・分析室とよばれる環境で、専門の技術者が試薬の準備から攪拌、測定操作を行う場合。2 つめは、食品工場やスーパーの調理バックヤードなどのいわゆる「現場」とされる場所で、分析に必要な器具がない場合である。

1 つめの実験室では、FCS 装置と必要な試薬が容器に少量入ったものがあれば測定を開始できる。また、分析操作指示書に、例えば「サンプル 15 μL に対して、50 μg/mL に希釈した抗体溶液を同量 15 μL (あるいは、サンプルを 2 倍希釈倍した時は 30 μL) を添加し、ボルテックスミキサーで 3 秒間攪拌する」と記載することで操作ができるはずである。しかし、2 つめの「現場」には、微量分注ピペットやボルテックスミキサーが備えられていないはずである。そこで、目薬をさすように 1 滴を安定に滴下できる容器を利用してどこでも簡便に操作ができるようなキットの試作を行った。抗原-抗体を反応させるときの濃度が重要となるが、一定量の抗原に対して、抗体を加える量を変えて FCS 測定にどの程度の影響を与えるかを調べたところ、抗体量が 30% 後半まで増減しても解析で有意差をたもって検査が出来ることが分かった。

まず、液滴を 1 滴ずつドロップできる容器に蒸留水または、タンパク質を溶かした PBS 緩衝液を入れ、1 滴の滴下量と、そのばらつきを電子天秤で秤量した。各条件で 20 滴の測定を行い、図 3 結果のように 10 から 50 μL まで様々な液量で分注ができること、滴下するとき垂直か斜めにどちらにするかで 1 滴量が変化することが分かった。

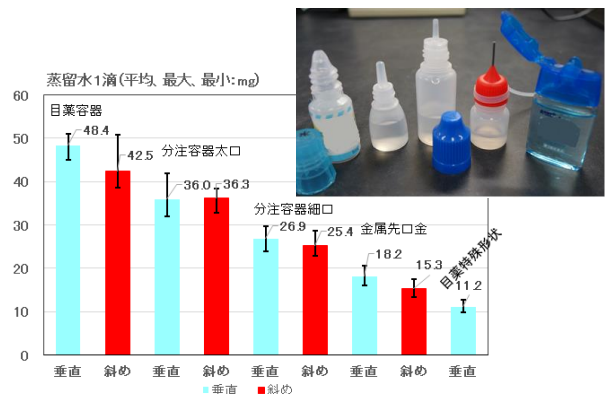


図3 小型FCS装置を用いた測定手順

液滴を 1 滴ずつドロップできる容器では、先端の形状により滴下量およびばらつきが大きく調節できることがわかる。また、斜めにすることでも影響がある場合があり、使用する場合には注意が必要である。

次に、様々な容器の注ぎ口の形状での液量やばらつきの結果を参考に、目的の液量をFCS測定・解析に影響しないばらつき範囲(最大と最小の差が24%以内を目標とした)に滴下できる注ぎ口を設計し、3Dプリンターを利用して作製した(図4)。

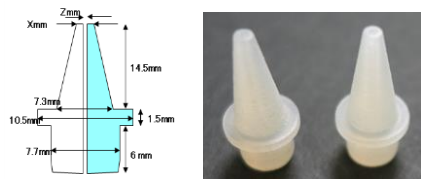


図4 一定量の液滴をドロップできる先端形状の作製

分析液を一定量分注する精密ピペットがなくてもFCS測定ができるキットを試作するため、先端形状を設計(左)し、3Dプリンター(Objet社CONNEX500)を利用しアクリル系材料で注ぎ口を作製し(右)、1滴の液量とばらつきを調べた。作製した注ぎ口では1滴の液量ばらつき範囲が20%以内となる。

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 $35-100 \mu W$ 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 $10^{-9}M$ までの一定濃度範囲での比較を行う事が安定になり、分子サイズの比較を行う条件となる事が確認している。

3.2 測定操作キットの試作

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。

FCS測定は、これまで標準となる測定方法の規定や分析精度の評価がほとんどなく、トレーサブルな測定技術として認識されず、先端的な研究目的での利用が中心であった。しかし、最近、FCS測定により、蛍光染色したRNAの分子数を直接計数してRNAの濃度を定量化できる技術開発に日本の研究機関が成功⁹⁾している。この成果から、FCS測定が持つ特徴である極少量のサンプルに対して、高感度な測定が出来ることを一般的な分析技術に展開することにつながると期待できる。

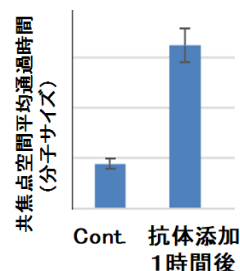


図5 小型FCS装置を用いて、蛍光結合結合ペプチドと抗体との結合の検出を行うための測定操作を簡便に実施できるようモデル測定キットを試作した。自己相関関数の解析から共焦点空間を通過する平均時間を求め、抗体との結合により見かけの分子サイズが大きく測定されることで判定できる。

次に、この抗原-抗体反応をFCS測定により調べる際に、精密ピペットや攪拌装置がないような、いわゆる“現場”でも簡便な操作により行うための測定操作キットの試作を行った(図6)。サンプル液に抗体溶液を目薬のように一定量滴下して添加するのに適した先端形状を3Dプリンターにより作製した(図4)。校正用のペプチド溶液、サンプル希釈液、抗体溶液がそれぞれ測定に適した液量で滴下することができるため、目薬を滴下するような操作のみで試薬の定量分注と混合を行い、FCS測定が可能である。今後、試作した測定操作キットを実際に利用してさらに使いやすく、精度が良いものに改良するとともに、測定対象となる用途検討を行っていく予定である。



図6 精密ピペットなど実験器具がない場面でも、簡便な操作で測定試薬が定量分注、混合することが出来る「測定操作キット」の試作校正用の濃度ペプチド、希釈緩衝液、抗体溶液がそれぞれ、1滴の液量が一定量にばらつきが少なく滴下できるように先端形状は3Dプリンターを利用して作製した。

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)
- 9) Sasaki A, Yamamoto J, Kinjo M, Noda N. Absolute Quantification of RNA Molecules Using Fluorescence Correlation Spectroscopy with Certified Reference Materials. *Analytical Chemistry*. 2018, **18**;90(18):10865-
- 10) Pack, C.G., Saeki, Y. et al. Quantitative live-cell imaging reveals spatio-temporal dynamics and cytoplasmic assembly of the 26S proteasome. *Nature Communications* 2014, **5**, 3396.
- 11) Yamamoto J, Oura M, Yamashita T, Miki S, Jin T, Haraguchi T, Hiraoka Y, Terai H, Kinjo M. Rotational diffusion measurements using polarization-dependent fluorescence correlation spectroscopy based on superconducting nanowire single-photon detector. *Optics Express* 2015, **23**(25):32633-42

滋賀県オリジナル清酒醸造用酵母の改良

岡田 俊樹*
OKADA Toshiki

要旨 県内清酒醸造所の新規県酵母の開発ニーズに対応するため、現在、吟醸酒製造で主流であるカブロン酸エチルを高生産する酵母の開発を行った。県オリジナル酵母の IRC S-YS003, KKK-S に変異処理を施し、セルレニン耐性を利用して選抜を行い、それぞれ 90 株と 29 株を取得した。これらの酵母を用い小規模試験醸造（1次、2次スクリーニング）を実施したところ、2次スクリーニングでは、元株よりカブロン酸エチルが 2 倍～8 倍高い菌株を 4 株選出した。

1 はじめに

吟醸酒等の製造は、バナナ様の吟醸香である酢酸イソアミルアルコールよりもリンゴ様あるいは洋なし様のカブロン酸エチルが主体の生産酵母の使用が多い。

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。これは多様な食生活に消費者の本物志向や新規探索志向、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。

しかしながら、県内の清酒生産の特徴として、特定名称酒よりもこれ以外の比率が高い点が挙げられる。そこで、滋賀県の特徴・オリジナル性を活かした清酒の開発が県内清酒醸造所の課題となっている。

このような背景から、当センターが保有している県酵母は、低温やアルコール耐性に強いが、カブロン酸エチル生産量が少なく、主要香気成分はバナナ様の香りを特徴とする酢酸イソアミル主体の酵母である。そのため、現在の酒質に合った県産酵母の開発が望まれている。本研究は、カブロン酸エチルを高生産する県産清酒酵母の開発を試みた。

2 実験方法

2.1 供試菌株

県オリジナル酵母である、IRCS-YS003¹⁾およびKKK-Sを用いた。また、対照菌株として現在酒造で多く利用されている醸造用酵母を使用した。

2.2 使用培地

YPD液体培地（1%酵母エキス, 2%ペプトン, 2%デキストロス）を用いた。また、YPD寒天培地は、寒天を2%添加した。

2.3 薬剤変異によるセルレニン耐性株の取得

セルレニン耐性株の取得は、市川ら^{2,3)}の方法を参

考の一部変して行った。すなわち、供試菌をYPD培地 5mlで30℃、24 時間培養後、遠心分離器で集菌し、滅菌水あるいは生理食塩水で菌体を洗浄した。

次いで、0.2M リン酸緩衝液（pH8.0）5mL を加えて懸濁し、40%グルコース0.25mL およびエチルメタンサルフォネート（EMS）0.2mL を添加し、30℃で1 時間変異処理を行った。変異処理菌体を滅菌水あるいは生理食塩水で洗浄し、適宜希釈した後にセルレニン25 μM もしくは50 μM 含有YPD 平板寒天培地に塗抹して、30℃でコロニーが出現するまで培養した。生育したセルレニン耐性株のコロニーのうち、増殖が速くコロニー径の大きい株を選出株として取得した。

2.4 1次スクリーニング

セルレニン耐性株として取得した菌株を用いて、各菌株を YPD 液体培地で前培養を行い、10ml の麴汁培地(Brix. 20)に 0.5ml 接種して、30℃で、72 時間培養を行った。培養終了後、遠心分離(2800rpm., 10min.)を行い上澄み液の香気成分を常法⁴⁾に従い測定した。

2.5 2次スクリーニング

1 次スクリーニングで選出した菌株を用いて、各菌株を YPD 液体培地で前培養を行い、1 段の小仕込試験醸造を行った。仕込配合は、α 化米（精米歩合 50%白米、徳島製麴株式会社製） 30g、麴（精米歩合 60% 県内醸造所製） 7.5g、水 64ml、乳酸 0.038ml、酵母培養液 3.7ml で行い[総米 50g 試験]、15℃で、15 日間培養を行った。発酵期間中は、炭酸ガスの減少量を減少重量で測定した。発酵終了後、遠心分離(2800rpm., 10min.)を行い上澄み液の香気成分を常法⁴⁾に従い測定した。

3 結果と考察

3.1 セルレニン耐性を指標とした選抜

*食品・フodagkテサイ係

当センター保有の県酵母 (IRCS-YS003, KKK-S) を元株にEMS処理を行いセルレニン含有YPD平板寒天培地に塗抹して培養した。その結果、IRCS-YS003は90株、KKK-Sは29株のコロニーの出現を確認した(表1, 2)。なお、IRCS-YS003は、培養後3日目から、KKK-Sは、4日目からコロニーの出現が見られた。次いで、この中からセルレニン含有YPD平板寒天培地上で生育が良好なコロニー18株と15株の合計33株を選出した。

3.2 麹汁培養液での選抜 (1次スクリーニング)

セルレニン耐性株33株を麹汁液体培地で培養して、その上澄液の香り成分を測定し結果を表3, 4に示した。

IRCS-YS003は、元株よりカプロン酸エチルが増加した株が5株あり、最も高い株 (YS003C18) で9.3倍、低い株 (YS003C13) で1.7倍だった。一方、KKK-Sは、元株よりカプロン酸エチルが増加した株が3株あり、最も高かった株 (KKK-SC9) で6.6倍だった。本試験より、IRCS-YS003から5株、KKK-Sから3株を1次スクリーニング通過株として選出した。

なお、IRCS-YS003では、元株より酢酸イソアミルが増加した株が10株程度あり、この理由は不明であるが、顕著に高かったYS003C5, YS003C17を次スクリーニングで酢酸イソアミル高生産株として併せて試験することにした。

3.3 総米50gでの選抜 (2次スクリーニング)

選抜した10株 (酢酸イソアミルが高かった2株含む) について総米50gの1段仕込の試験醸造を行った。発酵終了時の香り成分分析値と減少重量の結果を表5に示した。減少重量は、発酵試験期間中は、既存の酵母に比べ約1日程度遅れていた。15日間の発酵で、既存酵母は13g程度に対し、セルレニン耐性株は11~12g程度だった。

香り成分は、IRCS-YS003では、元株より高かったのは1株 (YS003C18) にとどまり、液体培地での試験とは異なった。しかし、最も高かった菌株は1次スクリーニングと同じ菌株であることが確認できた。一方 KKK-S では、元株より高かったのは供試した全ての3株で、最も高かった菌株 (KKK-SC9) は、8.3倍、最も低かった菌株 (KKK-SC1) でも3倍を示した。高香り生産酵母と数値では遜色なかった。これらの結果から IRCS-YS003C18, KKK-SC1, SC9, SC13 の4菌株を2次スクリーニング通過株とした。

なお、1次スクリーニングで酢酸イソアミルが高かった2株のうちの1株 (IRCS-YS003C5) は、元株よりも2倍弱高いことから別な機会に試験を進めることとした。

表1 セルレニン耐性酵母の取得の結果1

EMS処理	洗浄溶液	セルレニン濃度	接種量	出現コロニー数	釣菌数
有り	蒸留水	25uM	25ul	14	2株
		25uM	50ul	27	6株
		50uM	50ul	2	1株
有り	生理食塩水	25uM	25ul	15	3株
		25uM	50ul	30	5株
		50uM	50ul	2	1株
無し	蒸留水	25uM	50ul	0	
		50uM	50ul	0	
				90	18株

表2 セルレニン耐性酵母の取得の結果2

EMS処理	洗浄溶液	セルレニン濃度	接種量	出現コロニー数	釣菌数
有り	蒸留水	25uM	25ul	11	2株
		25uM	50ul	8	6株
		50uM	50ul	0	1株
		25uM	25ul	4	4株
有り	生理食塩水	25uM	50ul	6	3株
		50uM	50ul	0	
		25uM	50ul	0	
無し	蒸留水	25uM	50ul	0	
		50uM	50ul	0	
				29	15株

表3 1次スクリーニングの結果1

セルレニン耐性取得株	カプロン酸エチル	酢酸イソアミル	酢酸エチル
C1	0.01	0.20	13
C2	0	0.23	12
C3	0	0.03	9
C4	0.72	1.85	8
C5	0.15	20.0	9
C6	0	2.30	10
C7	0	2.62	15
C8	0.04	2.51	11
C9	0.05	0.05	10
C10	0	1.58	11
C11	0	0.86	5
C12	0	0.29	7
C13	0.32	3.52	12
C14	0	5.45	20
C15	0.45	2.59	13
C16	1.03	6.02	21
C17	0	5.67	17
C18	1.77	4.50	14
IRCS-YS003	0.19	1.13	32
高香り生産酵母1	0.46	0.91	29
高香り生産酵母2	0.39	0.58	18
901系酵母	0.16	1.92	48
1401系酵母	0.24	2.16	53

(ppm)

表4 1次スクリーニングの結果2

セルレニン耐性取得株	カプロン酸エチル	酢酸イソアミル	酢酸エチル
C1	0.51	0.82	20
C2	0.14	1.06	23
C3	0.20	0.97	20
C4	0.09	0.39	17
C5	0.09	0.86	25
C6	0	0	3
C7	0.16	0.09	5
C8	0.04	0.48	16
C9	1.39	2.01	34
C10	0.26	0.04	5
C11	0.03	0.42	16
C12	0.04	0.50	22
C13	0.49	1.84	20
C14	0.03	0.27	15
C15	0	0.19	11
KKK-S	0.21	2.07	36
高香り生産酵母1	0.46	0.91	29
高香り生産酵母2	0.39	0.58	18
901系酵母	0.16	1.92	48
1401系酵母	0.24	2.16	53

(ppm)

表5 2次スクリーニングの結果

セルレン耐性取得株	カプロン酸エチル	酢酸イソamil	酢酸エチル	重量減少
C4	0.34	2.87	30	11.8
C13	0.51	2.73	31	11.3
C15	0.40	5.91	50	11.9
IRCS- YS003 C16	0.38	2.28	49	12.5
C18	1.21	2.84	33	12.2
C5	0.33	4.12	47	12.6
C17	0	0	6	5.8
IRCS-YS003	0.61	2.41	39	12.8
C1	1.29	1.82	36	12.5
KKK-S C9	3.59	1.47	29	12.4
C13	1.71	3.31	29	13.0
KKK-S	0.43	1.84	50	13.0
高香気生産酵母1	2.01	1.47	38	13.1
高香気生産酵母2	1.45	1.44	41	12.9
901系酵母	0.43	1.02	28	13.0

(ppm)

(g)

4 まとめ

当センター保有の県オリジナル酵母を元株として変異処理を行い、現在主流の吟醸香であるカプロン酸エチルを高生産する株を取得した。今後は、各酵母の増殖特性やアルコール生産と耐性能を試験しながらさらに官能試験等で香味のバランスを検討して進めていく予定である。

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, p46-50(2006)
- 2) Ichikawa, E., Hosokawa, N., Hata, Y., Abe, Y., Suginami, K. and Imayasu, S. : *Agric. Biol. Chem.*, 55, 2153(1991)
- 3) 市川英治 醸協, 88 (2) p101-105(1993)
- 4) 日本醸造協会：第四回改正国税庁所定分析法注解, (2007)

信楽焼坪庭製品の市場開拓に向けた開発研究

高畑宏亮*
TAKAHATA Hiroaki*

西尾隆臣*
NISHIO Takatomi*

植西寛*
UENISHI Hiroshi*

山内美香*
YAMAUCHI Mika*

宮本ルリ子**
MIYAMOTO Ruriko**

川澄一司*
KAWASUMI Kazushi*

要旨 近年、和風文化に対する関心が高まっている中、冷却効果もある坪庭作りに対する需要が期待されている。そこで産地の大物屋外用陶器と試験場の開発技術である多孔質や透光性陶器等の製造技術を生かし、市場開拓に向けた坪庭製品を提案した。

はじめに

近年は国際的に日本庭園や盆栽などの和風文化に対する関心が高まっており、特に都市部における冷却効果もある坪庭作りに対する需要が期待されている。

そこで本研究は、産地の大物屋外用陶器と試験場で開発した特許技術である多孔質や透光性陶器等の素材や製造技術を生かし、市場開拓に向けた和モダンな坪庭製品として、多孔質素材による壁面や床面冷却装置、坪庭の装飾用製品を開発し、3年計画として実施する。

1 .冷却効果のある陶器製ブロック

京都の町屋にある坪庭は、眺めて楽しむだけでなく、夏の住まいの温度を下げる冷却装置である。そこで空気が通過することにより気温が低くなる、多孔質陶器製のブロックを試作した。屋外における試験では、湿った陶器の表面から水が蒸発するときに気化熱が奪われるため、風上と比べて風下の気温を4℃ほど下げることができた。

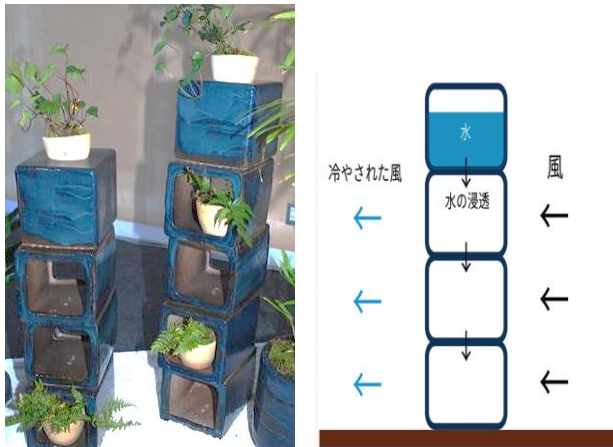


図1 陶器製ブロックと構造

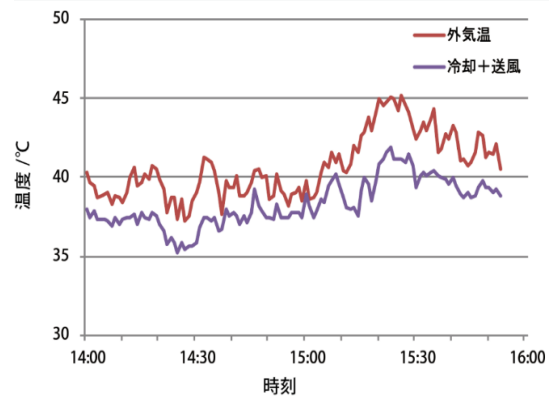


図2 屋外試験の温度比較表

2 多孔質素材を利用した壁面ブロック

陶土に造孔材を混ぜ込み、土練機により押し出し成形した。サイズや模様を組み合わせることで、垣根を提案した。また、縁石としても使用できる。



図3 壁面ブロック

*陶磁器デザイン係

**同嘱託職員

3 透光性人造石

パネル化することにより内装用建材として壁面や床面の照明に活用できる。原料の配合割合によって、光の透過率や風合いを変えることができる。



図4 透光性人造石

4 透光性飛び石

花崗岩の質感と透光性を併せ持つ新しい素地を用いた飛び石である。長石を主体としており、地域産原料の有効活用にも寄与する。磁器をはじめとする透光性素地は粒子が細かく表面が平滑だが、粗粒を意図的に残した。たたら成形が可能であり、平板であれば自由に形を作ることができる。



図5 透光性飛び石

5 壁面用照明資材

飛び石と同じ素材により、壁面用資材も製造可能である。



図6 壁面用照明

6 坪庭のための装飾タイル

枯山水様式の庭園で用いられる水を表現した白砂をモチーフに、吸水性の高い多孔質素地に使い装飾タイ

ルを試作した。白砂の風合いの表現に、二通りの試験を行った。

1. 信楽産長石の粗粒を溶着する。
2. 粒状に縮れる釉薬を施す。

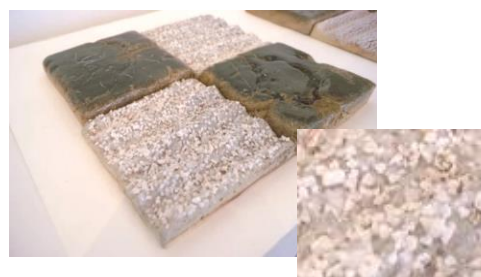


図7 信楽産長石の粗粒を溶着したタイル



図8 粒状に縮れる釉薬を施したタイル

7 陶苔玉

多孔質陶土と低吸生素地を組み合わせた陶の苔玉である。内部の多孔質陶土が水を吸い上げ、上部に供給することで、水やりの回数を減らすことができる。上部の穴から給水ができ、容器内に貯水することにより、苔の生育に適した湿気が保たれる。庭の点景として利用できる。

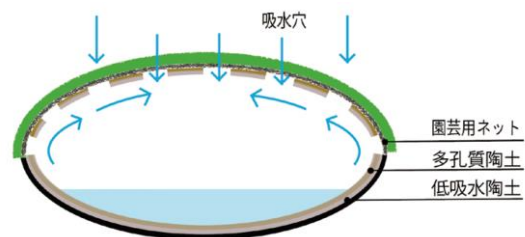


図9 陶苔玉と構造

8 陶苔玉(小)

低吸生素地を使用した苔玉用容器である。水を通さないため、机上に直接飾り手軽に楽しむことができる。

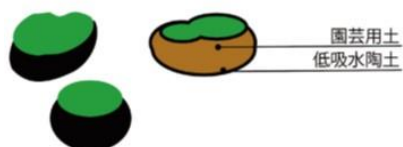


図 10 陶苔玉(小)と構造

9 苔鉢

多孔質陶土の蓋（上部）が低吸生素地（下部）の水を吸い上げ、水やりの回数を減らすことができる。上部には穴があり給水ができる。

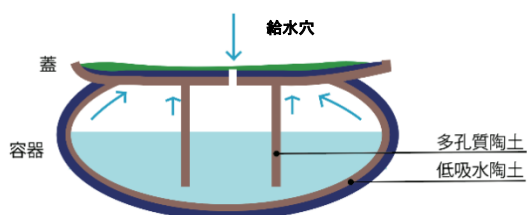


図 11 苔鉢と構造

10 試験場展

下記の内容で試作展を開催した。

会期:平成30年10月6日(土)～11月4日(日)

会場:滋賀県陶芸の森 信楽産業展示館

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

11 まとめ

今年度は、多孔質素地を使い壁面冷却装置として2種類、床面冷却装置と装飾提案として1種類、装飾用製品として新たな透光性素地を使った照明製品として3種類、苔と多孔質素地を組み合わせた製品を3種類、合計9種類を開発提案した。

次年度は、冷却性能評価や屋外での耐候性試験とともに、さらに検討を進め開発提案する予定である。

参考文献等

- 1 滋賀県特許4976010 多孔表面陶磁器
- 2 西尾隆臣ら、滋賀県工業技術総合センター業務報告第32号、120-122(2017)。

信楽産長石を活用した照明用資材の開発

植西 寛*
UENISHI Hiroshi*

要旨 陶磁器における透光性素地には信楽透器や磁器などがあるが、いずれも粒子が細かく、表面が平滑である。旧来の信楽焼は粗粒が多く残るといった特徴があり、透光性をもつ粗粒材料は信楽焼の特徴を生かした坪庭資材として活用が期待できる。本研究では地域産原料である長石の有効活用を図るべく、骨材に粗粒長石と微粉長石を使用し、融着材にガラスフリットを使用した透光性粗粒素地を開発し、照明用資材の試作をおこなった。

1 はじめに

旧来、信楽焼は荒めの素地で、粗粒が多く残る特徴がある。陶磁器における透光性素地としては信楽透器や磁器などがあるが、これらは粒子が細かく、製品の表面は平滑なものである。また、「蛸手」と呼ばれる装飾技法により透光性を得る方法もあるが、小さな採光を得るに留まる。

また、信楽は長石(主としてアプライト)が多く取れる産地で、数件の鉱山が操業している。しかし、窯業原料としての需要は年々減少しており、新規用途開発による需要の拡大を必要としている。これらの長石を粉砕・分級した粉末は、主にタイルの原料として使用されているが、粉末ではなく粗砕の状態で活用できることが、新規用途拡大とコストの面からも好ましい。

そこで、地域産原料である長石の有効活用を図るべく、透光性をもつ粗粒素地を開発し、信楽焼の特徴を生かした照明用資材としての活用を目指す。

2 実験方法

2.1 原料

主原料である長石は信楽町内の鉱山で産出したものを用い、篩を用いて分級した。直径1~2 mmに分級したものを粗粒長石1、直径1 mm以下となった篩下を粗粒長石2とした。また、ボールミルを用いて粉砕した後、分級したものを微粉長石(メジアン径:約15 μm)とした。これらの他に、融着材としてガラスフリットを使用し、プレス成形にはバインダーとしてアラビアゴムを、可塑成形には可塑材としてベントナイトを使用した。

2.2 粗粒長石1添加試験片の作製

表1に示した割合で各原料を混合したものを、金型を用いて100×15×7 mmとなるようにプレス成形し、電気炉を用いて1200℃、1225℃、1250℃で焼成し試験片とした。

表1 原料の混合割合1

試験片番号	(Wt%)						
	A0	A20	A30	A40	A50	A60	A100
粗粒長石1		20	30	40	50	60	100
粉末長石	100	80	70	60	50	40	

* 陶磁器デザイン係

2.3 ガラスフリット添加試験片の作製

表1にあるA40にガラスフリットを添加した試験片を作製した。表2に示した割合で各原料を混合したものを、金型を用いて100×15×7 mmとなるようにプレス成形し、電気炉を用いて1200℃、1225℃、1250℃で焼成し試験片とした。

表2 原料の混合割合(フリット添加)

試験片番号	(Wt%)			
	A40-0	A40-1	A40-5	A40-10
粗粒長石1	40	40	40	40
粉末長石	60	60	60	60
ガラスフリット		1	5	10

2.4 粗粒長石2添加試験片の作製

粗粒長石の粒度による影響を確認するため、粗粒長石の総添加量40%を基本とし、粗粒長石の粒度構成が表3に示した割合になるよう各原料を混合したものを、金型を用いて100×15×7 mmとなるようにプレス成形し、電気炉を用いて1225℃、1250℃で焼成した。

2.5 物性の評価

試験片の収縮率、曲げ強度、透光性の測定をおこなった。曲げ強度はAG-5kNI(島津製作所製)で測定した。また、透光性の評価には65Φ×5 mmとなるようにプレス成形した試験片を、電気炉を用いて1225℃、1250℃で焼成した後、平面研削盤(オートロンミニMG-743、株式会社マルトー)にて両面を研削し、所定の厚さに調整したものを用いた。

2.6 透光性の評価方法

透過率と試料厚さの関係は(1.1)式で表される。

$$(I/I_0) = A / BX \quad (1.1)式$$

ここに(I/I₀):透過率(%)

X:試料厚さ(mm)

A,B:定数

(1.1)式の対数を取ると

$$\log(I/I_0) = \log A - X * \log B \quad (1.2)式$$

表3 原料の混合割合2

試験品番号	A0-40-0	A10-30-0	A20-20-0	A30-10-0	A40-0-0	A0-40-5	A10-30-5	A20-20-5	A30-10-5	A40-0-5
粗粒長石1	0	10	20	30	40	0	10	20	30	40
粗粒長石2	40	30	20	10	0	40	30	20	10	0
粉末長石	60	60	60	60	60	60	60	60	60	60
ガラスフリット						5	5	5	5	5

各試験片について、吸光光度分析器(カラーアナライザーTC-1800、有限会社東京電飾、表色系:CIELAB、視野:2度、標準光:C)で透過率を測定し、厚みの異なる試料3点の透過率:(I / I0)と厚さ:Xから最小二乗法により、直線の回帰分析をおこない4 mm試料厚さ換算の透過率を算出し、透光性を評価した。

2.7 可塑性試験

A20-20-5素地に外割りでベントナイトを2wt%加えて混合し、加水後、混練し坏土を得た。これを木型により圧縮成形し、平板を成形した。成形体は乾燥後、1250℃で焼成した。

2.8 照明用資材の作製

同じく、A20-20-5素地に外割りでベントナイトを2wt%加えて混合し、加水後、混練し坏土を得た。これを約10 mmの厚みになるよう圧延し、平板を成形した。一部は型紙を用いて平板から任意の形状に切り出した。同じ坏土を230×115×65 mmの型枠に圧縮により充填し、ブロックを得た。これらを乾燥後、電気炉を用いて1225℃で焼成した。

2.9 焼成前加工

2.8で成形した平板を室温で24 h乾燥させた後、表層部を和カンナを用いて掻き荒らした。乾燥後、電気炉を用いて1225℃で焼成した。

2.10 焼成後加工

2.8で焼成した平板およびブロックを、ダイヤモンドカッターを用いて外形の寸法を整えた後、平面研削盤を用いて両面の凹凸が無くなるように研削加工した。

3 結果

3.1 粗粒長石1の添加割合について

図1に各温度で焼成した試験片の収縮率を示した。1200℃、1225℃、1250℃のいずれの焼成温度においても粗粒長石1の添加割合の増加に伴い、収縮率が低下した。粗粒長石1が100%の試験片については、若干膨張する結果となった。

3.2 ガラスフリットの添加割合について

図2にA40にガラスフリットを0~10 wt%添加し各温度で焼成した試験片の透光性を比較した結果を示した。右上にそれぞれのガラスフリットの添加割合を示す。

ガラスフリットの添加割合が増加するに従い、透光性が向上した。

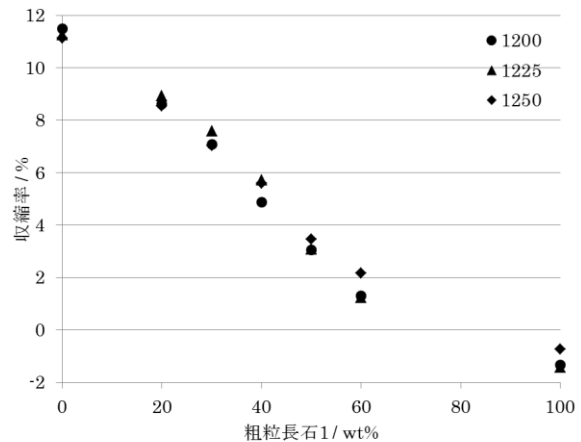


図1 各温度で焼成した試験片の収縮率

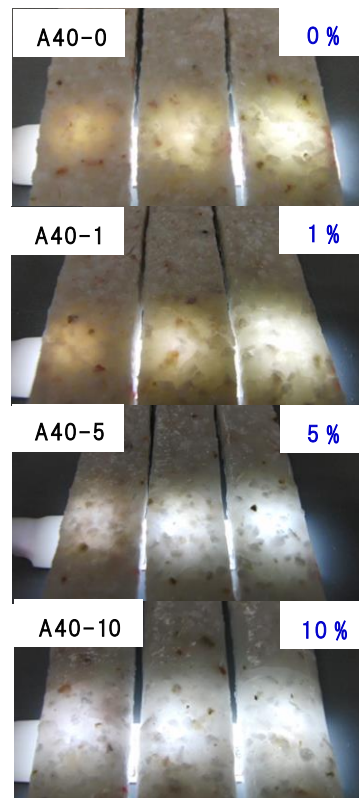


図2 ガラスフリットを添加したA40の各焼成温度における透光性の比較 (左から1200℃、1225℃、1250℃)

図3に各焼成温度におけるガラスフリットの添加割合と収縮率の関係を示した。ガラスフリットの添加割合が増加するに従い、収縮率は低下した。特に10 wt%添加したA40-10を1250℃で焼成した試験片の軟化が大きかった。

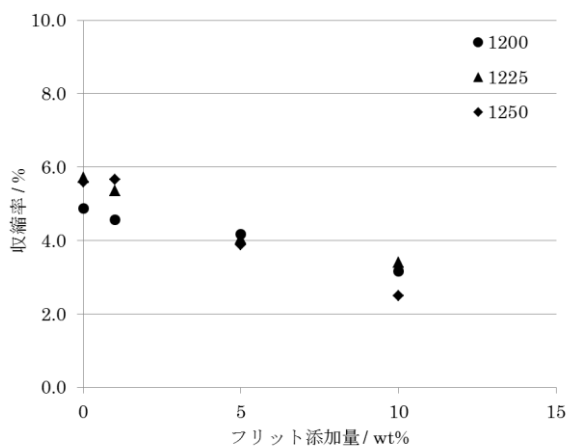


図3 ガラスフリットの添加割合と収縮率

図4に各焼成温度におけるガラスフリットの添加割合と曲げ強度の関係を示した。ガラスフリットの添加割合が増加するに従い、曲げ強度は増加した。

これらの結果より、以降の試験ではガラスフリットの添加量は5%（外割り）とした。

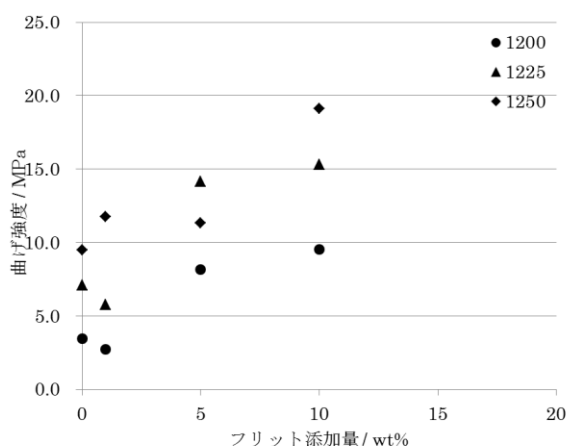


図4 ガラスフリットの添加割合と曲げ強度

3.3 粗粒長石の粒度が曲げ強度に与える影響

1~2 mmと1 mm篩下2種類の粗粒長石の粒度が曲げ強度に与える影響について、図5にフリット添加なし、図6にフリット5%添加した試験片をそれぞれ1225°C、1250°Cで焼成した結果を示した。フリット添加の有無に関わらず、粗粒長石2の添加割合の増加に伴い、曲げ強度が向上し、粗粒長石2が20 wt%以上で曲げ強度は15 MPa以上となった。

3.4 粗粒長石の粒度が透光性に与える影響

次に、1~2 mmと1 mm篩下2種類の粗粒長石の粒度が透光性に与える影響を調べた。図7に1250°Cで焼成した試験片の4 mm試料厚さ換算透過率を示した。比較のため1250°Cで焼成した信楽透器の4 mm試料厚さ換算透過率:3.75も同時に示した。粗粒長石2の使用割合が増えるにつれ、透過率が低下する結果となった。信楽産長石の主成分はアプライトであり、約35%の石英を含む。1250°C

で焼成したA20-20-5を粉砕した試料と、この主原料である信楽産長石のX線回折測定の結果を図8に示した。主原料である信楽産長石には石英と、カリ長石、曹長石のピークが確認できるが、1250°Cで焼成したA20-20-5は石英とガラス質で構成されていることが分かる。焼成後、この石英が素地の骨格を構成し、アプライトのその他成分である、カリ長石、曹長石はガラス化するが、石英の粒の存在が透過率を低下させていると推測される。すなわち、粗粒長石1と

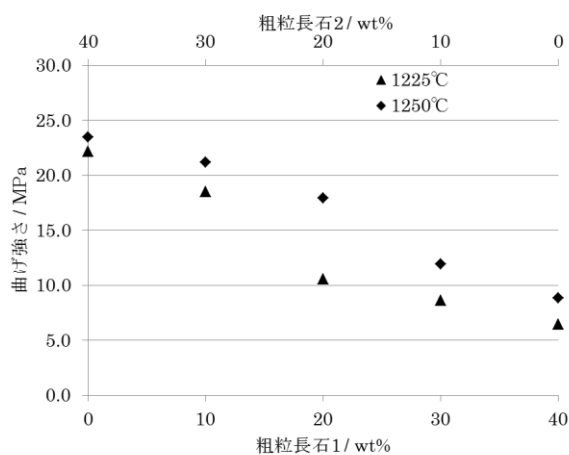


図5 フリットを添加していない試験片の曲げ強度

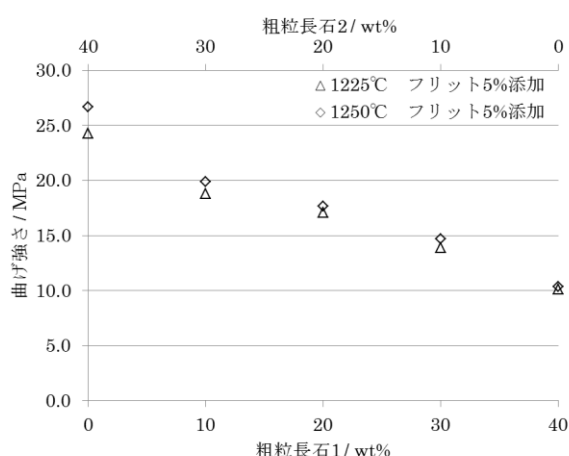


図6 フリットを5 wt%添加した試験片の曲げ強度

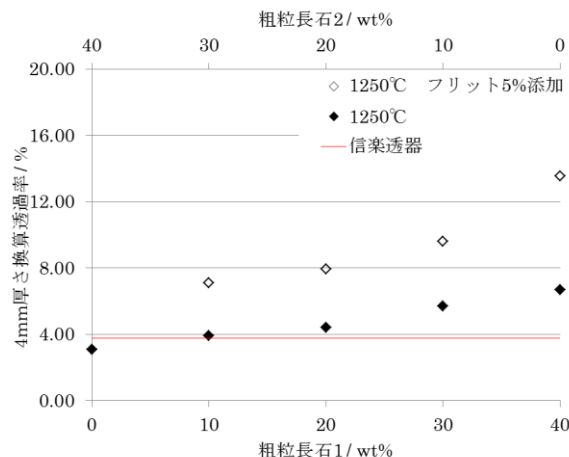


図7 1250°Cで焼成した試験片の4 mm試料厚さ換算透過率

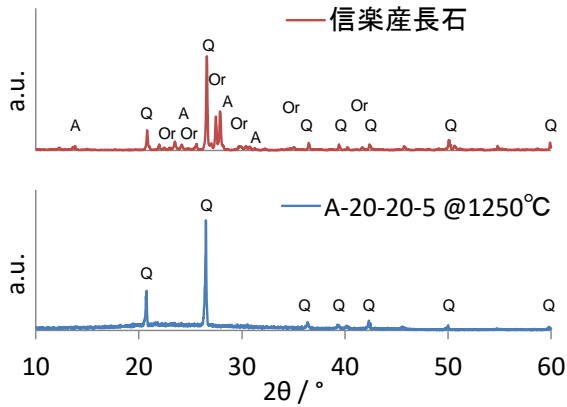


図8 1250°Cで焼成したA20-20-5と

未焼成の信楽産長石のX線回折測定結果

Q: Quartz, Or: Orthoclase, A: Albite

粗粒長石2を比較すると、より粗い粗粒長石1の方が粗粒長石2よりも嵩密度が大きく、素地中に石英粒が点在する状態になるため、素地としてみれば全体の透過率が向上すると考えられる。



図9 たたら成形による試作品

3.5 可塑成形試験

可塑成形試験の結果、A20-20-5坏土は従来の陶磁器坏土に比べて粗粒が多く、粘土質が少ないが、圧延による成形やたたら成形が可能な坏土であることがわかった。板状のものに限定はされるが可塑成形が可能となったことで、プレス成形では必要であった金型が不要となり、木枠等での成形が可能となった。また、可塑成形であるため、平板成形後に任意の形状に切断する等の加工がしやすくなった。

3.6 可塑成形における成形性について

圧延による平板の成形において、Φ200 mm程度の大きさのものは問題なく成形できることが分かった。しかし、乾燥時に反りが発生することがあり、プレス成形時よりも乾燥には注意が必要である。また、型紙に合わせて切り出す際に、粗粒長石1と思われる粒が切断面を荒らすことがあったが、湿らせたスポンジで均すことで解消できた。しかし、資材として活用する際、寸法精度が必要な場合は後加工をする方が良いと思われる。

3.7 焼成前加工による表面の風合いの変化について

圧延後の平板の表層を和カンナを用いて掻き、粗粒を露出させたものと、無処理のものとの比較を図10に示した。無処理のものは転圧時に粗粒長石1が沈み込んでいるため、焼成後の表面が比較的なだらかになっており、粗粒長石1の表面への露出は少ない。一方、カンナで表層を掻き落としたものは、表層にある比較的細かい長石が取り去られたことで、焼成後は粗粒が露出した粗い表面をもつ素材となった。また、掻き落とす厚みを変えることで、平板の厚みを微調整できるため、透光性の程度を変えることができることも分かった。



図10 掻き落としをした表面(左)、転圧のみの表面(右)

3.8 坪庭用照明資材の試作

坪庭用照明資材として平板を飛石に見立てた「透光性飛石」を試作した。従来の透光性素地にはない石の粗い質感と、透光性にも優れる特性を活かした坪庭の灯となった。これらを組み込んだ坪庭の試作品を図11に示す。



図11 開発した照明用資材を活用した坪庭の試作品

3.9 一般用照明資材の試作

平板を焼成後に切断し、両面の凹凸が無くなるよう平面研削加工をすることによりテラゾー風の透光性パネルを試作した。試作品を図12に示す。



図12 テラゾー風透光性パネルの試作品

4 まとめ

1～2 mmと1 mm篩下と粒度の異なる2種類の粗粒長石に粉末長石を併用したことで、粗い石の風合いを残しつつ透光性のある素地を開発した。

従来の透光性素地は粒子が細かく、平滑なものであったが、本研究で開発した素地は石の粗粒な質感と優れた透光性を併せ持つ。信楽焼産地で用いられている陶土と比べても遜色のない曲げ強度:15 MPa以上、信楽透器と同等以上の4 mm試料厚さ換算の透過率を有する素地であり、照明用資材として十分活用できる。さらに、圧延等の可塑成形による平板の作製が可能であることも確認できた。

信楽で多く産出される長石(アブライト)を90%以上使用する素地の構成により、地域産資源の活用にも貢献できると期待できる。

参考

1. 川澄一司、透光性陶磁器用練り土及び透光性陶磁器、特許5352035、2013-08-30

海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発（第3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

神屋 道也*

KAMIYA Michinari

中島 孝*

NAKAJIMA Takashi

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粒度分布測定や焼成試験などを実施・評価し、原土としての特性について検討した。加えて、これら粘土鉱物のうち有望なものについて、信楽産長石と混合して2種類の新陶土を試作り、焼成試験を実施した。その結果、新陶土は、低温焼成が可能で、白色度が高く、低吸水性な素地であることが分かり、新しい風合いを持つ陶器を作製できることが分かった。

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。

本研究ではこれまで、信楽産地で使用される陶土の現状を知るために、信楽で比較的多く使用されるロット土を評価対象として、化学分析、物性評価を実施した。その結果、ロット土は1年間程度の短期間では組成が安定しているものの、過去40年間という長期間で見ると、その組成が大きく変化してきたことを明らかにした。¹⁾ さらに、信楽産地で広く利用されている木節粘土や蛙目粘土を代替できる粘土鉱物を見出すことを目的に、海外産粘土鉱物のうち市販され入手可能なものについて、化学分析と物性評価を実施した。その過程で、当試験場で試作実績がある長石主体の陶土（以下、「基本陶土」と記載）をベースにして、2種類の新陶土を試作り、その特性を評価した。²⁾

本年度は、研究に使用した海外産粘土鉱物の物性試験（粒子径分布測定）と焼成試験と評価を行った。さらに試作した2種類の新陶土の焼成試験を実施し、収縮特性や吸水特性、色などの評価を実施し、新たな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 海外産粘土鉱物の粒子径分布測定

本研究で使用した海外産粘土鉱物（詳細は前報²⁾の表1を参照）について、レーザー回折/散乱式粒子径分布測定装置（Partica LA-950V2、堀場製作所製）を用い、粒子径分布を測定した。測定試料には乾粉状態の海外産粘土鉱物を用い、イオン交換水中に超音波で分散させる湿式法を採用した。なお、一部の粘土鉱物は水中に分散したのち、時間経過とともに粒子径分布に変化が見られた。この変化には大別して2種類あり、一つは凝集粒子が超音波で解砕される場合の変化であり、時間経過とともに粒子径数10 μm のピークが消失する。もう一つは、粘土鉱物が水と相互作用して生じる粒子径0.2 μm のピークで、ピーク高は粘土含有量や結晶構造により違いが見られた。こうした試料では、粒子径分布を測定中に分布が刻々と変化するため、本研究では試料粉末を超音波で分散させてから2分経過したところで1回目の粒子径分布を測定し、さらに超音波を照射して合計10分経過したところで2回目の粒子径分布を測定する形で、1試料につき2回の測定を行った。さらにこの測定を2度繰返し、2度の測定の平均値を粒子径分布として採用した。

2.2 海外産粘土鉱物の焼成試験

それぞれの海外産粘土鉱物の焼成挙動を知るために、焼成試験と収縮挙動の評価を実施した。試料は乾粉状

* セラミック材料係

態の海外産粘土鉱物を使用し、重量に対して約 10wt% の水分を霧吹きで加えたのち、Φ45mm の金型に試料約 10g を入れ、軽くプレスして成形体に加工してから 60℃ で一晩乾燥したのち、余分なバリをサンドペーパーで除去して焼成試験に供した。

焼成試験は、酸化焼成と還元焼成の両方で実施した。酸化焼成は、電気炉（KS-1703、アドバンテック東洋（株）製）で実施した。焼成条件のうち、焼成温度だけを 1200 から 1400℃ までの 50℃ 刻みで変化させた。それ以外の条件として昇温速度は、室温から 1000℃ までは 100℃/h とし、1000℃ から焼成温度までは 50℃/h とし、焼成雰囲気は大気雰囲気、保持時間は 30min、冷却は炉冷にて実施した。

還元焼成下での色の変化を評価するために、還元焼成を実施した。炉は電気炉（9kW、丸二陶料（株）製）を使用し、1260℃ まで 50℃/h で昇温し、30min 保持した。還元処理は炉内温度が 900℃ の時点から保持終了までの間に実施した。なお焼成温度は 1260℃ を設定したが、焼成後のオルトコンの変化より 1280℃ 程度まで炉内温度が上昇していたと思われる。

焼成による収縮挙動を評価するために、焼成前後の寸法測定を行い、線収縮率を計算した。また JIS A 1509-3:2014 に準じた試験方法でかさ密度ならびに吸水率を測定した。

2.3 新陶土の焼成試験

前報で試作した 2 種類の新陶土（新陶土：黒、新陶土：白）並びに基本陶土の合計 3 種類の練土について、焼成試験を実施した。

試験片は 100mm×15mm の金型に練土状の試料約 20g を入れ、軽くプレスして成形体に加工してから 60℃ で一晩乾燥したのち、余分なバリをサンドペーパーで除去して焼成試験に供した。

焼成試験は、酸化焼成と還元焼成の 2 種類を実施した。酸化焼成は、電気炉（KS-1703、アドバンテック東洋（株）製）で実施した。焼成条件のうち、焼成温度だけを 1050 から 1300℃ までの 25℃ 刻みで変化させた。それ以外の条件として昇温速度は、室温から 1000℃ までは 100℃/h とし、1000℃ から焼成温度までは 50℃/h とし、焼成雰囲気は大気雰囲気、保持時間は 30min、冷却は炉冷にて実施した。

還元焼成下での色の変化を評価するために、還元焼成を実施した。炉は電気炉（9kW、丸二陶料（株）製）を使用し、1250℃ まで 50℃/h で昇温し、30min 保持した。還元処理は炉内温度が 900℃ の時点から保持終了までの間に実施した。なお焼成後のオルトコンの変化より、焼成温度は設定どおりの 1250℃ であったと推測された。

焼成による収縮挙動を評価するために、焼成前後の寸法測定を行い、線収縮率を計算した。また JIS A 1509-3:2014 に準じた試験方法でかさ密度ならびに吸水率を測定した。

2.4 ロクロ成形試験（スケールアップ試験）

新陶土 2 種類と基本陶土の合計 3 種類について、ロクロ成形性を評価するために、熟練の職員によるロクロ成形試験（スケールアップ試験）を実施した。湯呑み茶わん（飲み口φ75mm×高さ 85mm）を試作形状として、ロクロ成形時の各陶土の滑り、コンなどを評価し、5 点満点で採点した。加えて、それぞれの陶土に対して、ロクロ成形にほぼ最適な状態のときの、各陶土の水分量、NGK 粘土硬さを測定した。

2.5 焼成試験（スケールアップ試験）

ロクロ成形して作製した湯呑み茶わんは、室温で一晩乾燥させたのち高台部分を削り加工した。その後、湯呑み茶わんの表面のうち半分をきめの細かいサンドペーパーで削り、ロクロ成形時の表面の指のなぞり跡を除去した。こうすることで、生地内部の粒子が表面に露出した新たな表面（削り面）が現れた。3 種類それぞれの陶土の水引きの表面と削り面について、外観を目視で評価した。こうした加工を施したのち、それぞれの湯呑み茶わんを 110℃ で十分に乾燥した。

また焼成後の表面の質感を評価するために、湯呑み茶わんの飲み口側上半分のみに透明釉（3 号釉）を施した。こうすることで、湯呑み茶わんの表面に水引きの表面と削り面、それぞれに透明釉がかかった部分とかがかっていない部分というように 4 種類の質感の異なる表面が現れるようにした

施釉後の湯呑み茶わんを 110℃ で一晩乾燥したのち、焼成試験を行った。焼成試験は酸化焼成とし、電気炉（KS-1703、アドバンテック東洋（株）製）で実施した。焼成は、焼成温度を 1225℃、昇温速度は室温から 1000℃ までは 100℃/h、1000℃ から焼成温度までは 50℃/h とし、大気雰囲気、保持時間は 30min、冷却は炉冷にて実施した。

焼成後の湯呑み茶わんの表面の質感を目視で評価した。

3 結果と考察

3.1 海外産粘土鉱物の粒子径分布

本研究で評価した海外産粘土鉱物の粒子径分布を代表して、新陶土に採用したベトナムカオリン（新陶土：白）およびイギリス産ボールクレイ Hymod SR（新陶土：黒）の粒子径分布をそれぞれ図 1-1, 1-2 に示す。

ベトナムカオリンでは、10 分間の超音波発振でも粒子径は大きく変化しないという特徴がみられた。一方、イギリス産ボールクレイ（Hymod SR）では、超音波発振時間が長くなると、粘土に由来すると思われる粒子径 0.2μm 付近のピークが大きくなり、凝集粒子によるものと思われる粒子径 30μm 付近のピークが減少した。

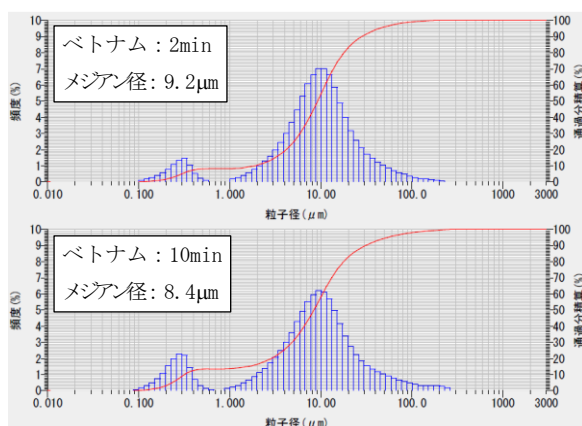


図 1-1：新陶土：白に使用したベトナムカオリンの粒度分布とメジアン径（湿式法で超音波分散 2min 後(上段)と 10min 後(下段)）

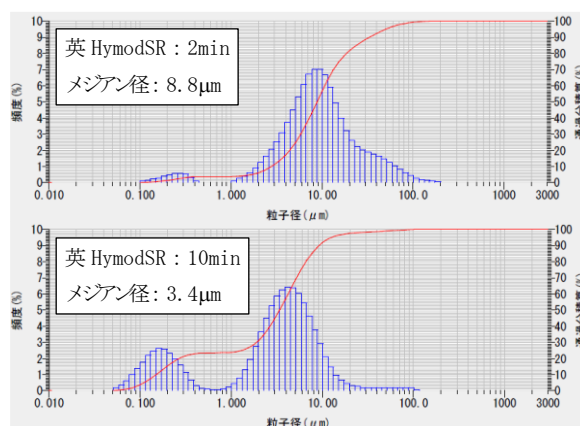
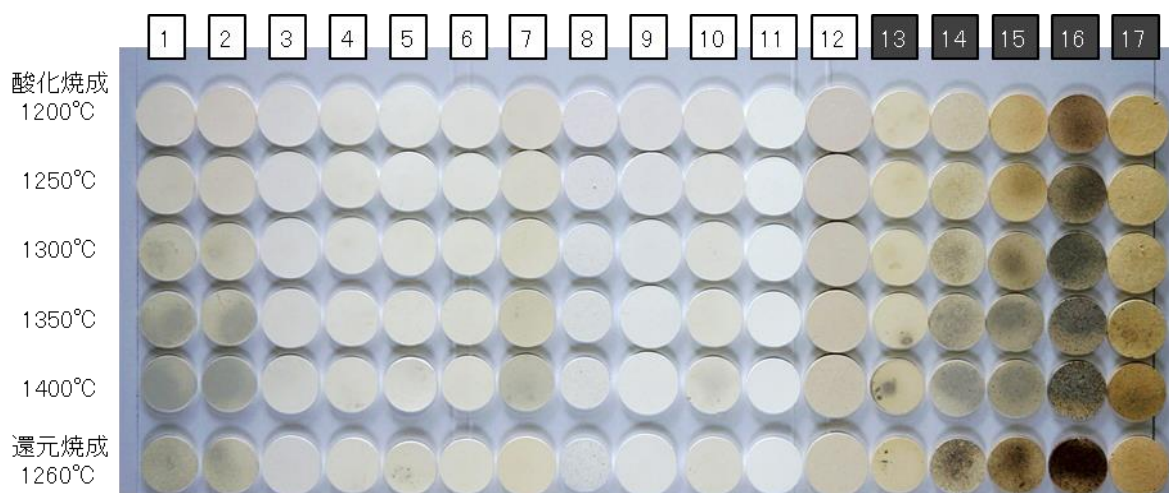


図 1-2：新陶土：黒に使用したイギリス産ボールクレー Hymod SR の粒度分布とメジアン径（湿式法で超音波分散 2min 後(上段)と 10min 後(下段)）



- | | | |
|----------------------------------|--------------------------------|---------------------------|
| 1: イギリスカオリン (Standard Porcelain) | 2: イギリスカオリン (Grolleg) | 3: フランスカオリン |
| 4: EP カオリン | 5: ブラジルカオリン | 6: ベトナムカオリン |
| 7: 中国カオリン | 8: 貴州カオリン | 9: 朝鮮カオリン |
| 10: 河東カオリン | 11: ニュージーランドカオリン | 12: 関白カオリン |
| 13: 瀬戸本山木節粘土 | 14: イギリスボールクレー (Hywite Superb) | 15: イギリスボールクレー (Hymod SR) |
| 16: イギリスボールクレー (Hymod BL2) | 17: 伊賀島ヶ原木節粘土 | |

図 2：海外産および国内産粘土鉱物の各温度での焼成体の色見本

3.2 海外産粘土鉱物の焼成収縮挙動と色

図 2 に本研究で評価した海外産粘土鉱物の焼成後の色見本を示す。また、図 3 に焼成温度（横軸：℃）に対する線収縮率（縦軸：%）を、図 4 と図 5 に焼成温度（横軸：℃）に対するかさ密度（縦軸：g/cm³）と吸水率（縦軸：%）を示す。なお紙幅の関係で、海外産および国内産粘土鉱物のうち、新陶土に採用したベトナムカオリン（新陶土：白）およびイギリス産ボールクレー Hymod SR（新陶土：黒）のみを図に示す。

図 3 の線収縮率のグラフより、ベトナムカオリンは 1300℃以上になると良く焼き締まること分かる。一方、イギリス産ボールクレー（Hymod SR）では 1200℃以下と低温で一定の焼き締まりを見せるものの、それ

以上の温度になってもあまり焼き締まらないことを示している。

いずれの粘土鉱物も最も緻密になったときのかさ密度はほぼ同じ約 2.4g/cm³ になることが分かる。また、焼き締まりが進行するほど吸水率が低下した。ただし線収縮率と同様に、イギリス産ボールクレーの方がより速く緻密になっており、ボールクレーが焼き締まりやすいことが分かった。図 1-1 および図 1-2 で 10 分間超音波分散したグラフを比較すると、ボールクレーの方が微細な粒子で構成されており、より低温焼成に適していることが示唆された。

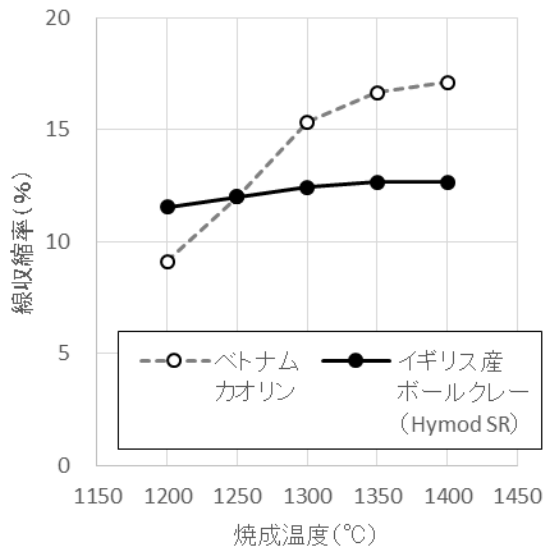


図3：ベトナムカオリンおよびイギリス産ボールクレール (Hymod SR) の各焼成温度 (°C) での線収縮率 (%)

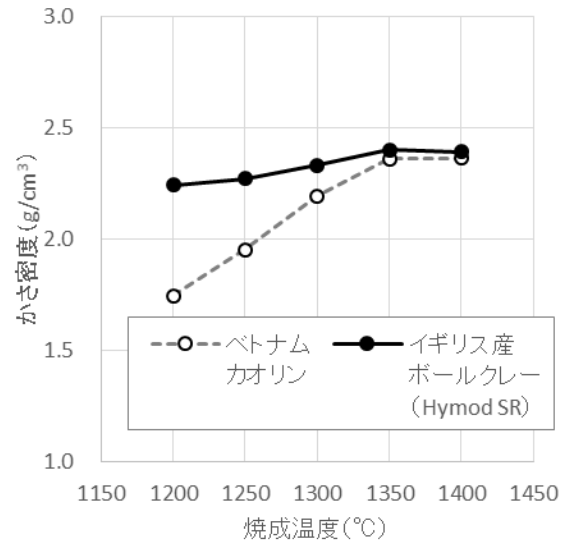


図4：ベトナムカオリンおよびイギリス産ボールクレール (Hymod SR) の各焼成温度 (°C) でのかさ密度 (g/cm³)

3.3 新陶土の焼成収縮挙動と色

図6に本研究で試作した新陶土と基本陶土、参考として信楽産地で良く使用される陶土である「ロット土」の焼成後の色見本をしめす。またそれぞれの陶土について、図7に焼成温度 (横軸: °C) に対する線収縮率 (縦軸: %) を、図8と図9に焼成温度 (横軸: °C) に対するかさ密度 (縦軸: g/cm³) と吸水率 (縦軸: %) を示す。

2種類の新陶土と基本陶土の成分は長石が主体 (長石含有率 50%以上) であり、長石の融点が比較的低いことから、低温での焼成が可能である。さらに詳しく見ると、基本陶土より長石含有率が高い新陶土の方がより低温焼成が可能である。このことから長石比率を高めるほど低温焼成が可能となることが分かる。吸水

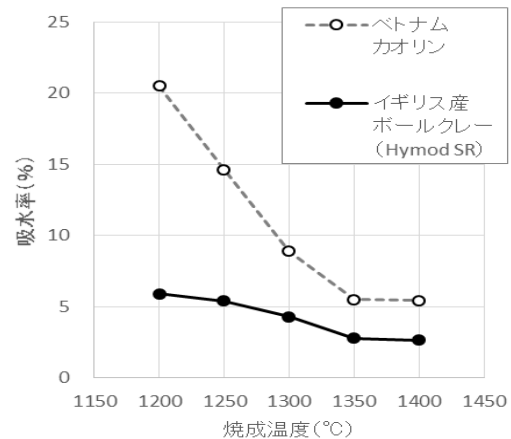


図5：ベトナムカオリンおよびイギリス産ボールクレール (Hymod SR) の各焼成温度 (°C) での吸水率 (%)

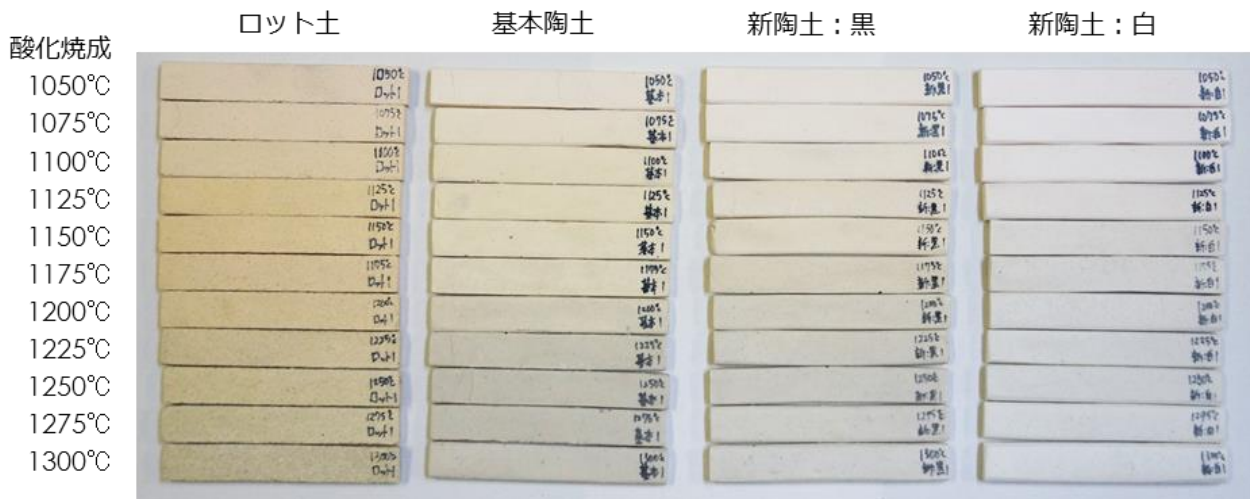


図6：新陶土と基本陶土、ロット土の酸化焼成の色見本

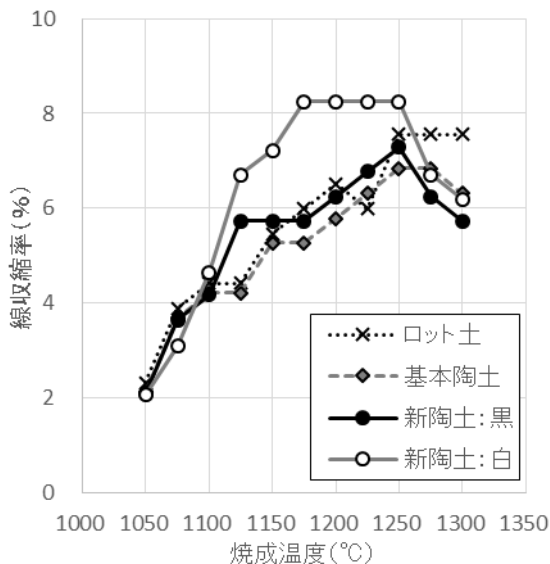


図7：新陶土および基本陶土、ロット土の各焼成温度（°C）での線収縮率（%）

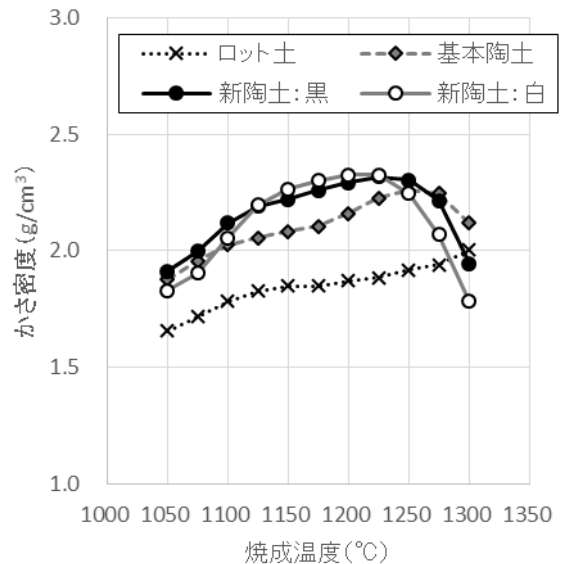


図8：新陶土および基本陶土、ロット土の各焼成温度（°C）でのかさ密度（g/cm³）

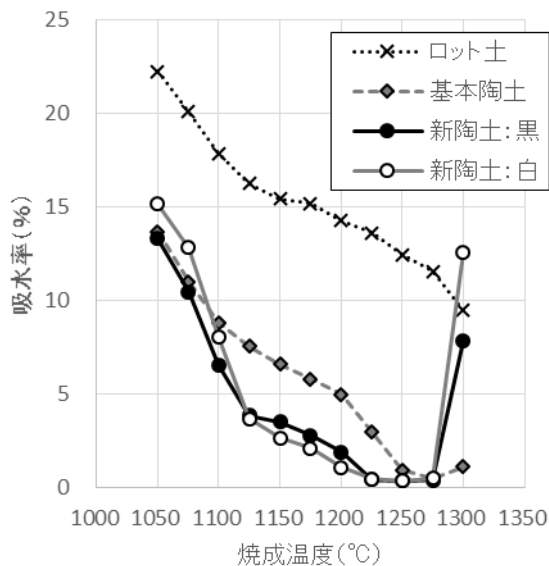


図9：新陶土および基本陶土、ロット土の各焼成温度（°C）での吸水率（%）

率についても、新陶土では 1225°C 焼成でほぼ吸水率をなくすことができる。これらの結果から、本研究で試作した新陶土では、低温焼成が可能であり、吸水率が極めて低いという特徴を持つことが分かった。

3.4 ロクロ成形性の評価（スケールアップ試験）

表1に、本研究で試作した新陶土2種類と基本陶土の合計3種類について、熟練の職員によるロクロ成形性の結果をまとめる。ロクロ成形にあたっては、各陶土に適量の水分を加えて菊練りを行い、（職員の感性ではあるが）最適と思われる陶土の状態にした上で、ロクロ成形を実施した。その時の各陶土の水分量およびNGK粘土硬さも表中に記載する。

新陶土のロクロ引きでの感触では、ロクロ成形に適

した水分量の幅が広いと感じられた。これはこれら新陶土に使用している粘土鉱物の可塑水量が多いこと由来すると考えられる。前報²⁾の図1によると、ベトナムカオリン、イギリス産ボールクレイHymodSRのいずれも可塑水量とNGK粘土硬さの関係図において水分量が多い領域（グラフの右方向）に位置しており、粘土中に水分を多く含むことができる。さらにそのグラフの傾きが他の粘土鉱物の傾きよりも緩いため、水分を含んでも粘土硬さが変わりにくいことも、ロクロ引きにおける水分量の柔軟性につながったと考えられる。またいずれの陶土も水分量が20%程度であり、ほぼ同程度の乾燥収縮量を有すと考えられる。

あくまでも、職員の感触ではあるが、いずれの陶土もロクロ成形のしやすさを5段階評価したときに、上から2番目の4点と判断できた。これは特別に配慮しなくても、十分にロクロ引きが行えることを示している。

表1：ロクロ成形評価

	基本陶土	新陶土：黒	新陶土：白
評価	●滑り：4点 ●コシ：3点	●滑り：3点 ●コシ：4点	●滑り：4点 ●コシ：4点
特性	NGK硬さ 6.4 水分量 19.9%	NGK硬さ 5.8 水分量 20.9%	NGK硬さ 6.7 水分量 20.2%
採点	4点/5点満点	4点/5点満点	4点/5点満点

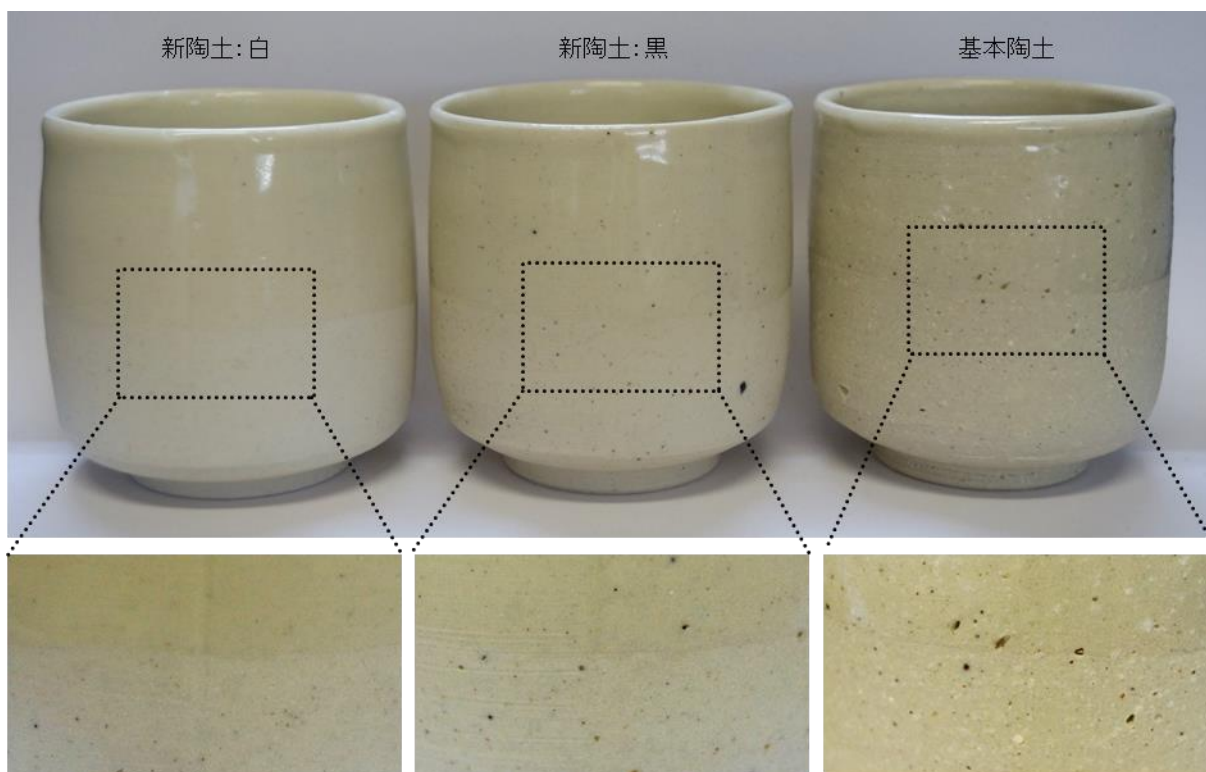


図 10：新陶土および基本陶土で試作した湯呑み茶わんと表面の拡大図

上半分：施釉面、下半分：施釉無し 左半分：ロクロ面、右半分：削り面

3.5 成形体（湯呑み茶わん）の評価

図 10 に、焼成後の湯呑み茶わんの写真を示す。

新陶土：白は、焼成後の肌の色がかなり白色に近いが、新陶土：黒はところどころに黒色の斑点が観察された。基本陶土は黒色の斑点や白色の斑点の中に、微小な空隙も見受けられた。

成形試験では、他の陶土と比べて遜色なくロクロ引きができることが特徴である。いずれの新陶土を用いても、従来の信楽焼とは趣の異なる風合いを持つことが分かった。

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 31 号, 97-103 (2017)
- 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 32 号, 130-135 (2018)

4 まとめ

陶磁器用の粘土鉱物の枯渇に備え、特に海外産粘土鉱物に注目して、それぞれの粘土鉱物の特性の把握を実施した。本年度は、海外産粘土鉱物の粉体特性（粒度分布）と焼成体の焼成挙動（収縮率、かさ密度、吸水率など）の評価を実施した。粒子径と焼成挙動の関係の一例として、平均粒子径が小さいイギリス産ボールクレイ（Hymod SR）では、より低温で焼き締まる傾向が見られた。一方、焼成後の色の評価では、ベトナムカオリンの白色度が高く、白色系の粘土鉱物としてよく使用されるニュージーランドカオリンに匹敵することが分かった。

これら特徴的な海外産粘土鉱物を使用して、信楽産の長石粉末を 50%以上含む 2 種類の新陶土を試作した。その結果、いずれの新陶土でも 1200℃程度まで焼成温度を低減できること、その場合の吸水率がほぼ 0% となることが分かった。さらにベトナムカオリンを使用した「新陶土：白」では、白色度が高い焼成体が得られることが分かった。これら新陶土を用いたロクロ

スメクタイト系粘土を利用した陶土の開発(第2報)

山本 和弘*

YAMAMOTO Kazuhiro*

要旨 陶磁器原料として用いられているベントナイト以外のスメクタイト族に関して、基礎的な試験を行った。スメクタイト族単体の試料、基本となる調合にスメクタイト族を添加した試料、長石-スメクタイト族の二成分系の試料を調合し焼成を行った。単体での焼成は既存の可塑性原料に比較すると明らかに白色度が高いもので、鉄分量が大きく影響していると考えられた。基本調合の焼成試験では大きな差異は認められなかった。長石とスメクタイトの二成分による調合を行い、焼成を行った結果、スメクタイト系は既存のベントナイトよりも生素地の強度が最大で3割程度増加し、焼き締り温度もわずかに低下の傾向があった。

1 緒言

陶土を構成している成分としては、一般的に粘土、長石、珪石が主なものとなっている。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、これらの粘土中にはカオリナイトなどの粘土鉱物が含まれている。この鉱物が可塑性を付与させている主要因である。

また、可塑性を付与させる他の手段として、ベントナイト(粘土鉱物の主成分はモンモリロナイト)を陶土に添加することがある。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(スメクタイト族)にあてはまり、スメクタイト族としてはモンモリロナイト以外にサポナイト、ステブンスイト、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⁾。これらの鉱物の特徴として、陶土への少量の添加により、大きな可塑性を得られることが挙げられる。

スメクタイト族の一例として、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、さらにこの層間にカチオンなどが入り込んで積層している結晶構造である。層間に入り込んでいるカチオンは水分子などの外部の分子やイオンとイオン交換することができる。^{2,3)} スメクタイト族の特性を生かして、モンモリロナイトが含まれるベントナイトは、陶磁器分野以外でも土木材料、鋳物砂、化粧品、脱臭剤、吸着剤などにも利用されている。

スメクタイト族は上述したようにモンモリロナイト以外にも数種類存在し、これらの粘土鉱物の陶磁器への利用はあまり検討されていない。また、モンモリロナイトはアルミノケイ酸塩が主体として構成されているが、他のスメクタイト族はマグネシウムケイ酸塩が主体であることも多い。

本研究ではモンモリロナイトが主体である精製ベントナイ

ト(PB)を比較試料として、それ以外のスメクタイト族であるサポナイト(SA)、ステブンスイト(ST)、ヘクトライト(HE)を使用した陶土の作製を目的としており、陶磁器作製への利用の可能性を検討する。この目的のもう一つの背景には、県内における粘土鉱山の鉱業的な採掘が現在には行われていないため、他府県からの購入に依存している。今後、他府県においても採掘業者の確保が課題としてあり、将来的には粘土原料の安定した供給が懸念されている⁴⁾。そこで、入手が容易な人工のスメクタイト族を用いて、粘土原料の代替としての可能性も検討する。

2 実験

2.1 スメクタイト族を添加した陶土および単体での試験

前報⁵⁾で報告したスメクタイト族添加の陶土(NCクレー、本山木節粘土、福島珪石、各スメクタイト族)の焼成による色味の変化を目視確認するため、1150~1300℃の各温度で焼成を行った。また、スメクタイト族単体での焼成を900~1200℃で行って色味を確認した。焼成にはシリコニット電気炉(シリコニット高熱工業製、BH-2040S)を用いた。湿式分散によるスメクタイト族単体での粒度分析(堀場製作所製、LA-950V2)を行った。また、スメクタイト族の乾粉および乾粉を水に分散させた溶液をスライドガラスに滴下し、水分を乾燥させた状態で電子顕微鏡観察(日本電子株式会社製、JSM-6010LA)を行った。

2.2 長石-スメクタイト族の二成分系試験

釜戸長石と各スメクタイト族の二成分系について、試験を行った。調合割合は釜戸長石95%、スメクタイト5%とした。これらを乾粉で混合したあとに水を添加してNGK硬さで6~8程度となるように練り土を作製した。作製した練り土を20g秤量し、10×1.5 cmの金型でプレス機を用いて加圧成形した。加圧成型した試料は110℃にした乾燥器内で一晚乾燥させた。乾燥後の試料はそれぞれ1040、1090、1150、1200℃で電気炉による酸化焼成を行った。乾燥試料の評価には、材料試験機(島津製作所製、AG-5kNI)を用い

* セラミック材料係

て、三点曲げによる強度試験を実施した。焼成試料の評価には煮沸法による吸水率、かさ密度の測定を行った。

3 結果と考察

3.1 スメクタイト族添加陶土の焼成

前報⁵⁾で作製した陶土を1150~1300℃の温度範囲で50℃ごとに焼成を行った。添加したスメクタイト族はサポナイト(SA)、スティブンスイト(ST)、ヘクトライト(HE)、精製ベントナイト(PB)である。PBについてはこれまでも陶磁器用の原料として使用されていたが、比較のために添加した。また、スメクタイトを添加していない試料も焼成した。スメクタイト族の添加量は外割で0、3、5%とした。焼成後の色味は1250℃以上ではどの試料もわずかに灰色がかっていたが、全ての添加量、焼成温度においてほぼ白色に近い焼き上がりであり、スメクタイト族間での大きな差異は見受けられなかった。これは、ベースとなる練り土には、本山木節粘土を使用しており、これらに含まれている鉄分の量が色味に与える大部分を占めているためと考えられる。今回用いたスメクタイト族の実際の鉄分量の分析値⁵⁾ではPBが2.4%と大きく、それ以外は0.02%程度であった。この差異を色味としてより詳細に検討するため、スメクタイト族単体での焼成を行った。焼成温度は900℃~1200℃で100℃ごとに焼成した。HE、ST、SAの単身での焼成は、すべての温度域で白色であり、成分分析の結果から鉄分量が非常に少ないことと一致している。一方、PBについては900℃での焼成の段階で茶色を呈しており、1000℃ではさらに茶色が濃くなり、1100、1200℃ではそれぞれ黄土色、ねずみ色と変化した。これはPB中に含有される鉄分の影響によるものと考えられる。単身での焼成では明らかな色味の差が認められたため、釜戸長石-スメクタイト族の二成分系による焼成を検討した。詳細については3.3で述べる。

3.2 スメクタイト族の粒子性状

スメクタイト族単体での分散性と保持力を比較するために、比色管に粉末試料(1~5 g)と水(50 ml)を混合し、沈降試験を行った。溶液中の粉末が多くなると透明度も低下する傾向にあったが、特にSAとPBではその傾向が顕著であり、5 gの粉末量では比色管下部に沈殿を生じた。STとHEは5 gの粉末量でも目立った沈殿は確認されなかった。溶液中での粒子形状を確認するために、粒度分布の測定を行った。測定は湿式の循環式で行った。測定結果を図1に示す。図中でSTとHEは1 μm以下に観測されるピークが全体の90%以上の体積を占めているのに対して、SAでは40%程度、PBでは50%程度となっている。どの試料も1 μm以下の微細な粘土粒子を含んでいるが、その割合は異なることが分かった。特にSAとPBではマイクロメートルオーダーの粒子の割合も比較的高かった。これは上述した沈降試験の結果とも一致している。

粒子の形状を観察するために乾いた状態での粉末試料と、水に分散させたスメクタイトの溶液をスライドガラスに滴下してから乾燥させた試料を電子顕微鏡で観察した。

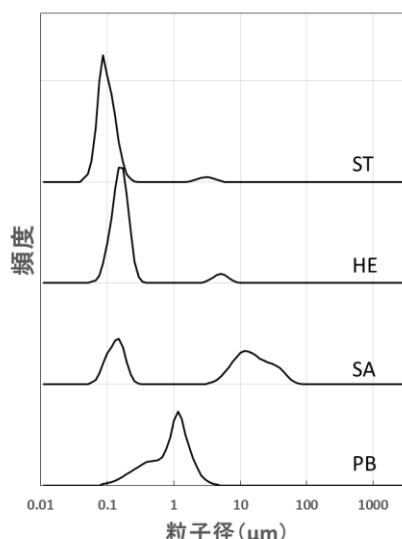
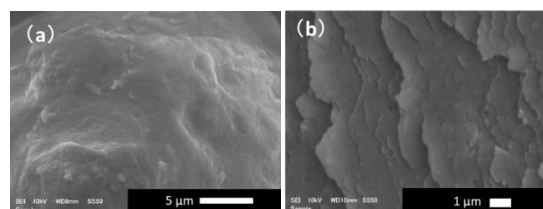


図1 スメクタイト族単体の粒度分布(湿式)

乾粉でのHE、ST、SAは非常に微小な粒子が凝集して数十μmの粒子を形成していた。この結果は前報のものと同じであった。拡大して観察した結果の一例(HEの場合)を図2に示す。図2(a)は乾粉でのHEの粒子表面である。微小な粒子が密に詰まっていることが確認できる。図2(b)は一旦分散した後の画像であり、非常に薄い薄片状試料の積層構造になっている。これはスメクタイト族の結晶構造を反映したものであると考えられる。これらの薄片状積層構造は、どのスメクタイト族でも観測された。



(a) 乾粉状態の粒子 (b) 水に分散後の粒子
図2 ヘクトライト(HE)単体粒子のSEM画像

3.3 長石-スメクタイト族の二成分系調査

スメクタイト族の添加効果を明確にするために、釜戸長石(95%)-スメクタイト族(5%)の二成分での調査を行った。まず、湿式プレス後の生素地(110℃で乾燥)の強度を比較するために、三点曲げによる試験を行った。測定の結果を図3に示す。PBを添加した場合の試料と比較して、HE、SA、STを添加した試料は強度がそれぞれ増加しているが、中でもHEとSTがSAよりも強度の増加率が高い。これは粒度分布の測定結果にあるように、HEとSTはサブマイクロサイズの粒子の割合が他のスメクタイトと比較して高いため、結着剤としての効果がより強く働いたことが一因であると考えられる。生素地の強度が上がることで、試料の取り扱いが容易となり、歩留まり向上も期待できる。

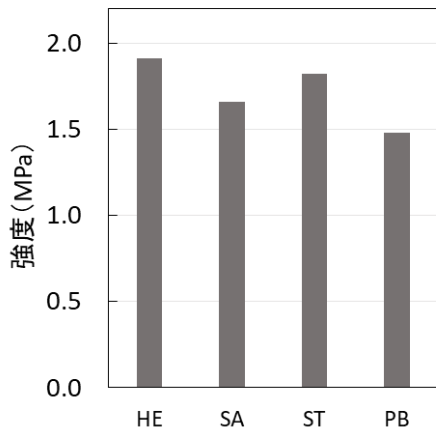


図3 長石(95%)–スメクタイト族(5%)の生素地の強度

110℃で乾燥した試料は1040、1090、1150、1200℃の各温度で焼成を行った。PBを含む試料では焼成後に茶色に着色しており、鉄分による影響であると考えられる。どの試料も1150℃の焼成から表面に光沢が観測され始めており、1200℃の焼成では完全にガラス質の表面となった。これらの焼成した試料の吸水率、かさ密度を測定した。結果を図4に示す。

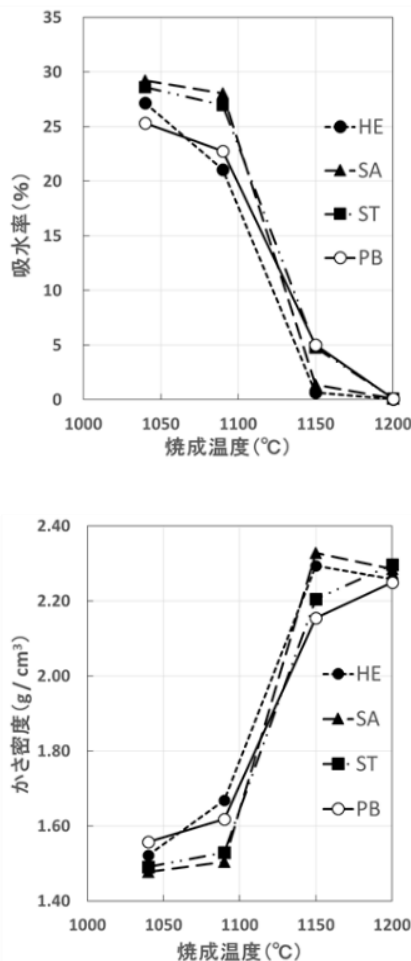


図4 長石(95%)–スメクタイト族(5%)の各焼成温度における吸水率(上)とかさ密度(下)

1200℃の焼成ではどの試料もほぼ吸水率が0%となっており、焼き縮まった状態となった。1150℃で吸水率が0%まで下がっているのはHEとSAであり、STとPBは5%ほどの吸水率であった。HEとSAは理論的な化学組成と成分分析の結果から、それぞれリチウムとマグネシウムの含有量が他のスメクタイトと比較して多いことが、1150℃での吸水率低下の1つの要因であると考えられる。かさ密度についても、1200℃はどの試料もかさ密度に大きな差はなかったが、1150ではHEとSAは大きな値を示した。これも吸水率と同様な理由であると考えられる。これらのスメクタイト族は長石との二成分系においては、フラックスとしての効果が期待できる。

4 まとめ

粘土鉱物のスメクタイト族であるサポナイト、スティブンサイト、ヘクトライトの合成材料について、陶磁器原料への応用を検討した。その結果、長石-本山木節粘土-珪石-スメクタイト族で構成される練り土の焼成では、大きな変化は認められなかったが、スメクタイト族単体と長石-スメクタイト族の二成分系の乾燥試料(生素地)および焼成試料では、既存の精製ベントナイトと比較して生素地の強度の増加と低温焼結性などの差異が認められた。その要因としてスメクタイト族に含有している鉄分量、化学組成、粒子性状が関係していると考えられる。

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). 下田 右、粘土鉱物研究法、創造社 (1985).
- 3). 蛭名 武雄、セラミックス、Vol. 53(5) (2018) 309.
- 4). 安達 智彦ほか、滋賀県工業技術総合センター業務報告 第32号、130-135 (2017).
- 5). 山本 和弘、滋賀県工業技術総合センター業務報告 第32号、136-138 (2017).

窯業系汚泥を用いた凍害に強い土止ブロックの開発

神屋 道也*, 山本 和弘*, 安達 智彦*
KAMIYA Michinari, YAMAMOTO Kazuhiro, ADACHI Tomohiko,
中島 孝*
NAKAJIMA Takashi

要旨 本研究は陶磁器原料製造時に発生する汚泥の性質を活かし、新たな機能を持つ製品を開発することを目的とする。今年度は2社の企業と工場(信楽窯業技術試験場)の汚泥の発生状況を調査した。採取した汚泥の成分分析を行い、窯業系汚泥に素地のガラス化を促す成分が多いことを確認した。汚泥を市販の素地に混合して焼成したところ吸水率の低下が見られた。この結果から窯業系汚泥を利用することにより耐凍害性が向上することが期待される。

1 はじめに

屋外に置かれた陶磁器にしみ込んだ水が凍ることにより陶磁器が破損する場合がある。これを凍害と呼ぶ。凍害を受けにくくする方法として原料に低温から融けやすい成分を加えることが知られている¹⁾。

本研究では釉薬原料の製造時に発生する汚泥が低温で融けやすいことに着目した。これを有効利用することにより凍害に強い陶磁器素地を開発する。汚泥のイメージのために食器などには使いにくいので、開発した素地により園芸などで土が流出するのを防ぐブロック(土止ブロック)を提案し成果普及をする予定である。

本年度は現在の汚泥の発生量や処理方法の調査、そして、汚泥の成分分析を行った。加えて、市販の坯土に釉薬汚泥を混ぜ合わせ、吸水率に与える影響を確認した。

2 汚泥の発生状況調査

信楽焼産地の企業2社と工場について汚泥の発生状況を調査した。

2.1 汚泥の発生経路と処理方法

汚泥の発生条件はいずれの場所でも共通していた。まず釉薬などを製造する装置を洗浄する際に細かい粒子を含んだ濁水が発生する。濁水に凝集剤などを加えて、固形分を沈殿させる。沈殿物のみを取り出し、フィルタープレスで脱水する。

このようにしてできた汚泥はドラム缶やコンテナに入れて敷地内に保管され、定期的に産業廃棄物業者によって有償で引き取られ、最終的に埋め立てられている。

2.2 発生量と処分頻度

県内の窯業原料メーカー2社と工場について発生量を調べたところ年間3~12tあった。

3 実験方法

3.1 汚泥の成分分析

汚泥の成分を蛍光エックス線測定により分析した。四ホウ酸リチウムと試料を10:1の割合で混合し、1250℃で加熱

することでガラスビード(図1(a))を作製した。作製した試料を波長分散型蛍光エックス線装置(ZSX Primus IV 株式会社リガク)を用いてファンダメンタル・パラメータ(FP)法により測定した。

ガラスビードを使用する方法よりも簡易で時間がかからない測定法として粉末試料の蛍光エックス線測定を検討した。粉末試料は5μmのポリエチレンフィルムに載せ(図1(b))エネルギー分散型蛍光エックス線装置(EDX-900 HS 島津製作所)によりファンダメンタル・パラメータ(FP)法により測定した。

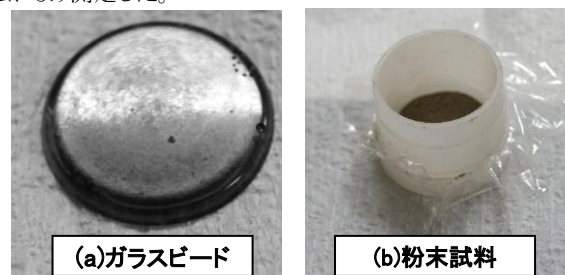


図1 ガラスビードと粉末試料の比較

3.2 市販の坯土への汚泥の配合

信楽で市販されている坯土*にK社にて採取した釉薬汚泥を0、10、30、50%の内割で配合した。その後、それぞれの割合の試料を1125、1150、1175、1200℃で焼成した。JIS 1509-3に従い吸水率を測定した。

※信楽陶器工業協同組合 ロット土

4 結果と考察

4.1 成分分析結果

ガラスビード測定の測定結果を表2に示す。2社の釉薬汚泥は市販されている坯土に比べてAl₂O₃が少なく、Na₂O・K₂Oなどのアルカリ金属酸化物やMgO・CaOなどのアルカリ土類金属などが多いことがわかる。このため、坯土に混ぜることでガラス化が促され、低温から焼き締め吸水率が低くなることが期待できる。またFe₂O₃が多いことから、赤や黒などの色がつくことが予想される

測定の結果を表1に示す。2種の測定法の結果において、NaOやMgOなどの値に大きな差があった。

*セラミック材料係

表 1 ガラスビードと粉末の測定結果比較 (wt%)

成分	K社		試験場				市販土
	ビード	粉末	ビード	粉末	ビード	粉末	ビード
SiO ₂	61.18	65.84	60.46	63.33	61.67	62.74	69.22
CaO	11.63	10.32	5.15	4.61	1.75	1.48	0.55
Al ₂ O ₃	10.61	12.56	16.21	17.89	28.83	30.91	25.15
Fe ₂ O ₃	4.07	2.09	5.39	4.39	2.51	1.86	1.61
K ₂ O	3.95	3.78	3.18	3.17	1.96	1.65	1.79
ZnO	2.15	1.85	1.66	1.44	0.28	0.21	0.62
TiO ₂	1.99	1.77	0.66	0.36	0.79	0.70	
MnO	1.66	1.03	0.28	0.20	0.14	0.10	
Na ₂ O	1.35		1.66		0.82		0.66
CoO	1.00	0.73	0.23	0.12	0.11	0.05	
MgO	0.19		1.30		0.50		0.29
BaO	0.14		1.01	1.16	0.13	0.10	
P ₂ O ₅	0.04		0.33	0.85	0.26		0.04
SrO	0.01	0.01	0.06	0.07	0.04	0.03	
NiO	0.01		0.01		0.02		
CuO	0.01		0.25	0.20	0.08	0.05	
ZrO ₂	0.01	0.00	1.11	1.38	0.05	0.05	0.03
その他	0.00	0.02	1.04	0.84	0.08	0.07	0.03

4.2 市販の坏土への汚泥添加の影響

市販の坏土へ汚泥を添加し焼成したテストピースの吸水率を測定した結果を図2に示す。汚泥の配合量が増えるに従い、低温から吸水率が低下していることが確認できた。この結果から釉薬汚泥を加えることで凍害に強くなることが期待される。

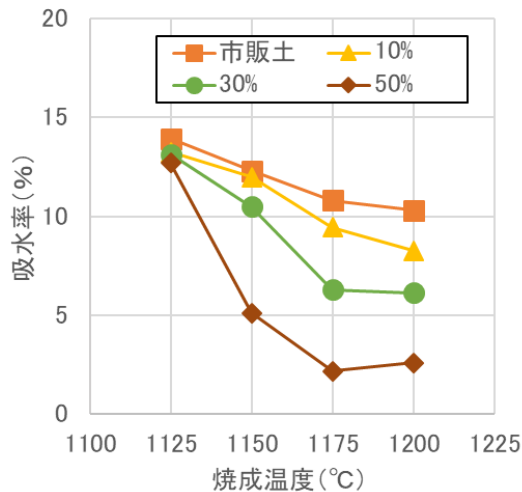


図 2 吸水率測定結果

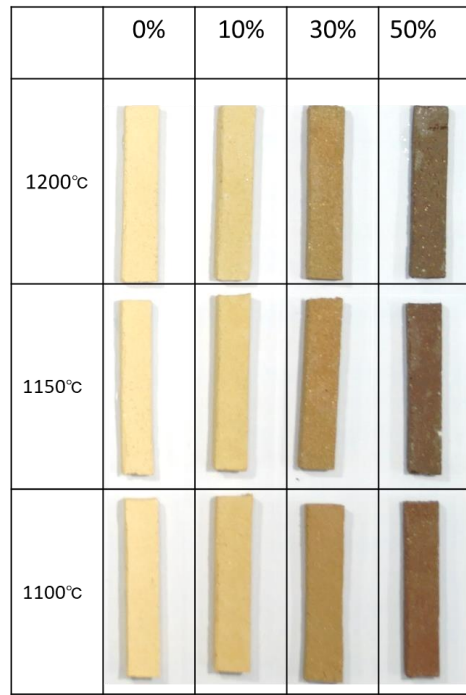


図 3 釉薬汚泥混合テストピース(呈色)

市販の坏土へ汚泥を添加し焼成したテストピースの外観を図3に示す。汚泥の添加量が増えるに従い色が濃くなっている。また、焼成温度が高くなるに従い赤色から茶色に変化している。これらは汚泥に含まれるFe₂O₃やCoOなどの有色金属酸化物の影響である。

5 まとめ

信楽産地の企業2社と信楽窯業技術試験場について窯業系汚泥の発生量を調査したところ、年間数トンから十数トン程度発生していることがわかった。発生した汚泥について成分分析を行い、アルカリ金属やアルカリ土類金属が一般的な坏土に比べて多いことを確認した。ガラスビードを波長分散型蛍光エックス線装置により測定する方法と汚泥粉末をエネルギー分散型蛍光エックス線により測定する方法を比較したが、アルカリ金属などの数値に大きな差があるため、分析条件をさらに検討する必要がある。成分分析から市販の坏土に釉薬汚泥を加えることで比較的低温から吸水率が低下することが予想された。この予想を確認するために信楽産地の市販の坏土に釉薬汚泥を加えて焼成し吸水率を測定した。結果として、汚泥の割合が増えるにつれて吸水率が低下した。

なお本研究は来年度から重点研究「窯業系廃棄物を利用した園芸土木資材の開発」として、活用する廃棄物や開発する製品の範囲を広げ研究を行う予定である。

参考

1. 素木洋一 わかりやすい工業用陶磁器 236-239 (1969)

滋賀県工業技術総合センター業務報告

第 3 3 号

令和元年 1 1 月 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

平成30(2018)年度 業務報告

滋賀県工業技術総合センター