

ANNUAL REPORT  
OF  
THE  
INDUSTRIAL  
RESEARCH  
CENTER  
OF  
SHIGA  
PREFECTURE

平成28年度 業務報告

滋賀県工業技術総合センター

ANNUAL REPORT  
OF  
THE  
INDUSTRIAL  
RESEARCH  
CENTER  
OF  
SHIGA  
PREFECTURE

平成28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	19

## 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	20
(2) モノづくり技術人材育成事業	21
(3) 海外展開技術支援事業 (①国際規格、②「信楽坪庭」)	22
(4) 主な技術相談事例	25
2. 試験・分析	
(1) 開放試験機器の提供	33
(2) 依頼試験分析	36
(3) 生産品受払	38
3. 研究開発・産学官連携	
(1) 研究概要	40
(2) ①共同研究、②外部資金参加状況	41
(3) 研究発表等	44
(4) 重点研究の評価委員会	47
(5) 研究会活動の推進	49
(6) 産業財産権	55
(7) 職員の研修	57
(8) 審査会等への出席	58
4. 人材育成	
(1) 窯業技術者養成事業	60
(2) 学外実習生の受け入れ	61
(3) 信楽窯業技術試験場研修生OB会	62
5. 情報提供等	
(1) 刊行物の発行	63

(2) 研究成果報告会	64
(3) 全国陶磁器試験研究機関作品展「陶&くらしのデザイン展2015」	65
(4) ホームページによる情報提供	66
(5) 産業支援情報メール配送サービス	66
(6) 工業技術情報資料等の収集・提供	66
(7) センター一般公開の開催	66
(8) 見学者等の対応	67
(9) 報道関係機関への資料提供	68
6. その他	
(1) 技術開発室の管理運営	71
(2) 企業・大学等訪問事業	72
(3) 信楽焼生産実態調査結果	73

### III 研究報告

平成28年度研究報告一覧	75
・流体解析によるキャビテーション低減バルブ設計手法の開発（第1報）	77
・スポーツ・健康器具用の小型ひずみ測定システムの開発と疲労試験機を用いた寿命予測（第2報）	83
・CAEを用いたゆるみ止めナットのワッシャ形状最適化に関する研究（第1報）	87
－解析環境の構築－	
・固体電解質のインピーダンス測定に関する研究（第1報）	90
－全固体リチウムイオン二次電池用硫化物系固体電解質に適したインピーダンス測定治具の開発－	
・固体電解質のインピーダンス測定に関する研究（第2報）	94
－全固体リチウムイオン二次電池用硫化物系固体電解質に適したインピーダンス測定システムの開発－	
・固体電解質のインピーダンス測定に関する研究（第3報）	98
－固体電解質に適したインピーダンス測定システムの実用化に向けた改良－	
・EMC試験における基準信号発生器の開発	103
・和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究（第3報）	106
・非酸化物セラミックスの合成とその応用に関する研究	109
－還元法による非酸化物セラミックスの合成－	
・液相合成法による機能性無機顔料の研究（第2報）	113
－錯体重合法によるPr-ZrSiO <sub>4</sub> 顔料粉末の合成－	
・電極の密着強度評価方法の確立	117
－新規リチウムイオン二次電池用バインダーの開発－	
・超高感度蛍光検出法の応用技術開発（第1報）	120
－食品分析などに活用するためのFCS測定法の応用技術開発－	
・清酒製造における酒母（しゅぼ）の安定製造法の開発	124
－乳酸菌を用いた高温糖化酒母の検討－	
・生体組織接着性を有する医療用有機複合材料の開発（第2報）	127
・信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発（第2報）	131
・薪窯の窯変に関する研究（第1報）	134
・炭素材料の高純度化に関する研究（第2報）	138
・海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発（第1報）	144
－信楽焼陶土の分析と原料構成の変化－	
・多孔質吸着材料の合成に関する研究	149

# 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。

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

平成9年4月には、

- ・近年の時代の要請や本県の特徴を踏まえた行政課題に即応した試験研究を進め、
- ・県内大学や他の試験研究機関、地場産業を含む産業界との連携・交流を推進し、
- ・その成果を県内産業に移転・普及する

ことを目的として、「滋賀県工業技術センター」と「滋賀県立信楽窯業試験場」を統合し、「滋賀県工業技術総合センター」として業務を開始しました。

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

## 2. 沿 革

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

### 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）

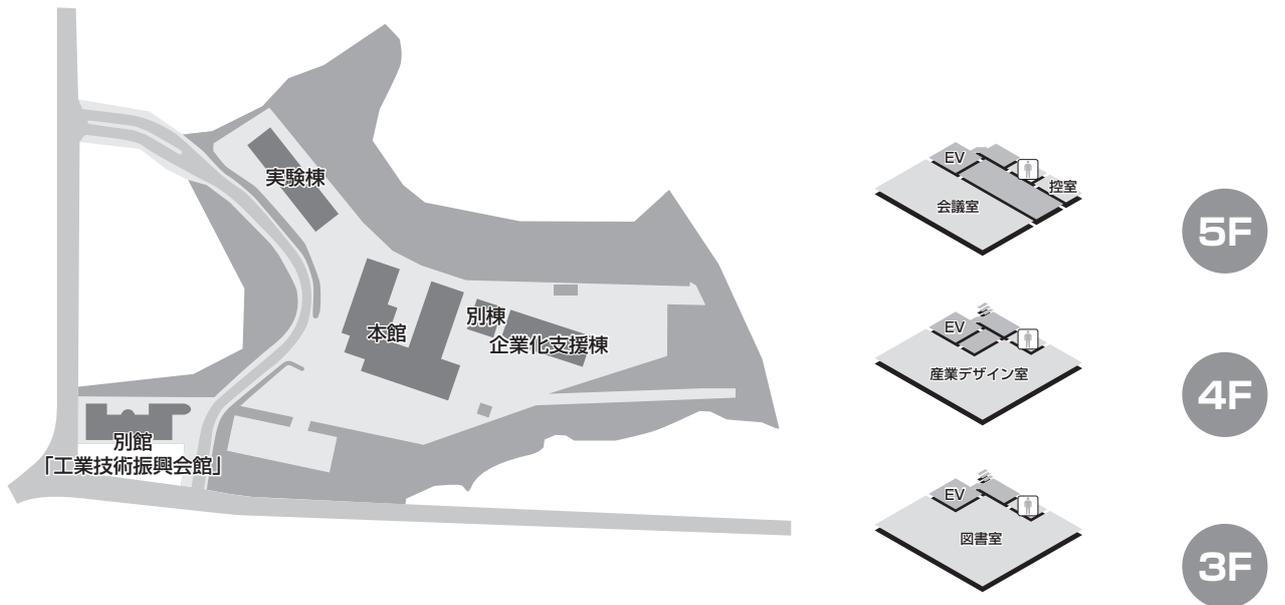
### 3. 敷地および建物

所在地 〒520-3004 滋賀県栗東市上砥山232番地

土地 35,350.14m<sup>2</sup> (登記面積) (実測面積 36,610.88m<sup>2</sup>)

建物 8,822m<sup>2</sup>

本館 (研究管理棟)	(鉄筋コンクリート2階建・一部5階)	4,296m <sup>2</sup>
実験棟	(鉄筋コンクリート平屋建: 日本自動車振興会補助)	693m <sup>2</sup>
別棟 (開放試験室)	(鉄筋コンクリート平屋建: 国庫補助)	154m <sup>2</sup>
別館 (工業技術振興会館)	(鉄筋コンクリート3階建)	2,483m <sup>2</sup>
企業化支援棟	(鉄筋コンクリート2階建: 国庫補助)	837m <sup>2</sup>
その他	(渡廊下、排水処理機械室等)	359m <sup>2</sup>



#### ▼別館



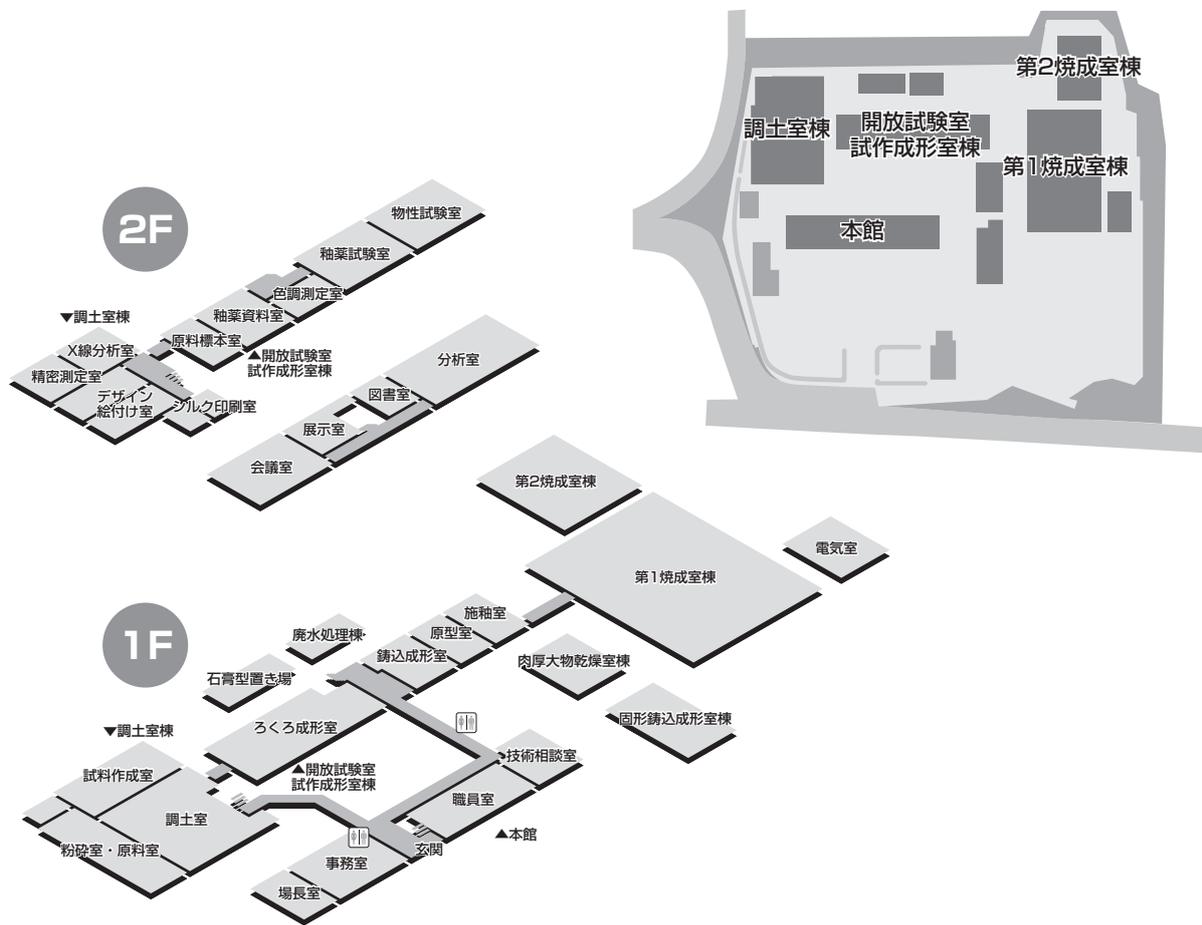
・信楽窯業技術試験場

所在地 〒 529-1851 滋賀県甲賀市信楽町長野 4 9 8 番地

土地 7,561.23m<sup>2</sup>

建物 3,244m<sup>2</sup>

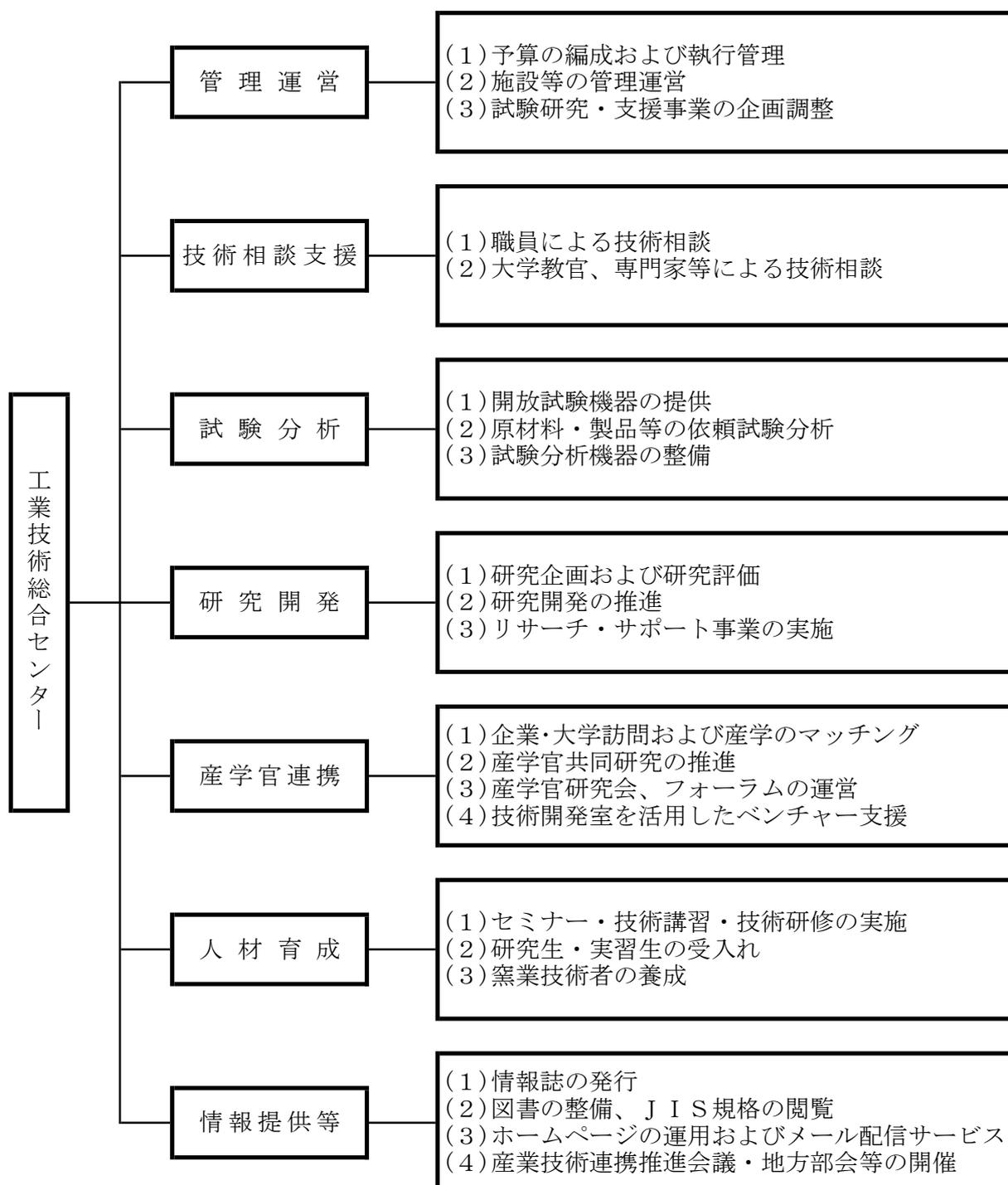
本館	(鉄筋コンクリート 2 階建)	608m <sup>2</sup>
開放試験室・試作成形室棟	(鉄筋コンクリート 2 階建)	576m <sup>2</sup>
固形鑄込成形室棟	(鉄筋コンクリート平屋建)	91m <sup>2</sup>
肉厚大物乾燥室棟	(鉄骨スレート平屋建)	63m <sup>2</sup>
調土室棟	(鉄筋コンクリート 2 階建)	698m <sup>2</sup>
第 1 焼成室棟	(鉄骨スレート平屋建：国庫補助)	612m <sup>2</sup>
第 2 焼成室棟	(鉄骨スレート平屋建：国庫補助)	201m <sup>2</sup>
その他	(車庫、電気室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



## 4. 組織および業務内容

### (1) 機能と事業

(平成29年3月31日現在)

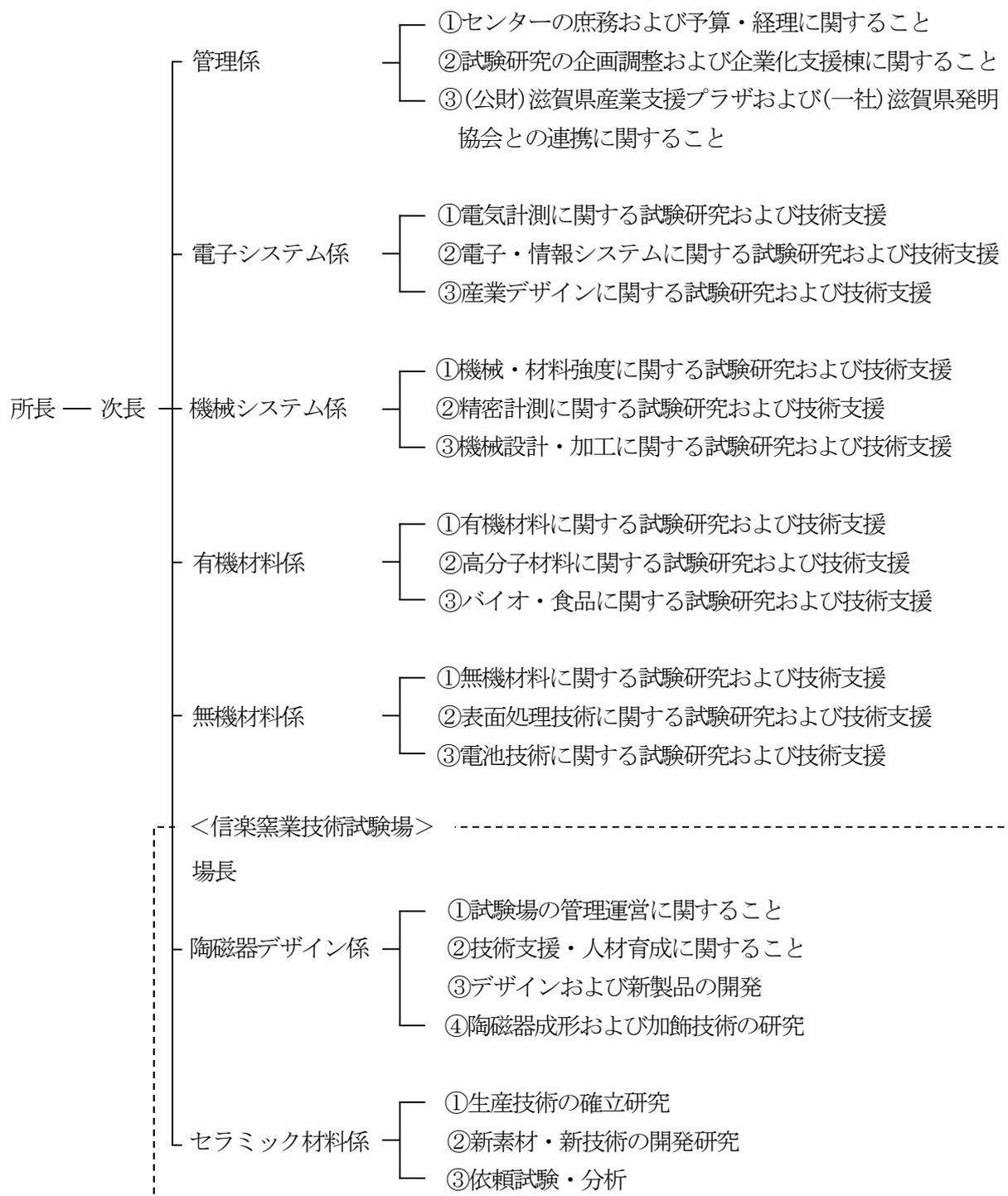


## (2) 機構および業務内容

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

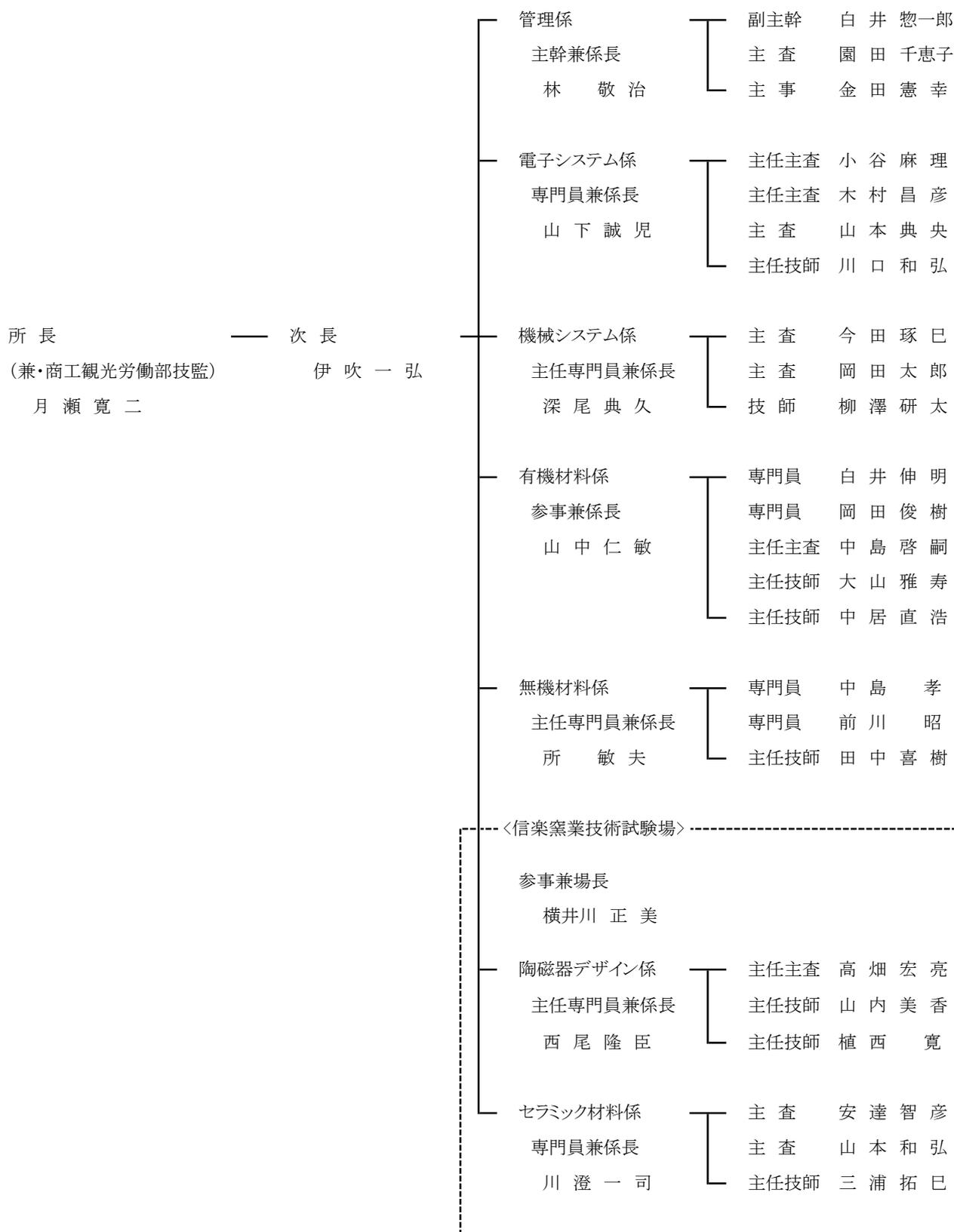
そして、(公財)滋賀県産業支援プラザ、(一社)滋賀県発明協会、各経済団体などと連携を図りながら、効果的な活動を推進しています。

(平成29年3月31日現在)



### (3) 職員

(平成29年3月31日現在)



職員数 34名  
事務 5名 (うち1名は育児休業代替職員)  
技術 29名

## 5. 決算（平成28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		272,859,743	
	運 営 費	企業化支援棟推進費		6,056,000
		庁舎整備事業費		12,494,000
		無体財産(特許権)維持管理費		1,714,000
		庁舎管理費		49,060,327
			小 計	69,324,327
	試 験	ものづくり支援開放機器整備推進事業		27,824,000
		技術相談指導事業費		2,955,000
		共同研究プロジェクト事業費（研究連携推進法）		385,000
		〃（伝統食品の機能性評価に関する研究）		56,000
		〃（新規リチウムイオン二次電池用バインダーの開発）		259,000
		〃（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）		2,565,000
		窯業技術研究開発事業（信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発）		1,594,000
		〃（低膨張セラミックスの開発研究）		1,090,000
		地域連携型モノづくり人材育成事業		509,000
		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） （国民病「顎関節症」の治療に最適な革新的次世代型開口訓練システムの開発）		568,276
	研 究	〃（ 〃 ） （ナノカーボンファイバーを用いた電気自動車キャパシタ電極の開発）		4,472,000
		〃（ 〃 ） （厚板小物高精度絞り部品の製造を可能とする工程独立式可変押し込み複動機構を用いた押し込み絞りプレス加工技術の確立）		270,384
		〃（ 〃 ） （革新的巻線技術による在宅用人工呼吸器向けマイクロモーターの開発）		614,276
		〃（ 〃 ） （高性能薄膜製造における高粘土スラリー液用程脈動移送ポンプの開発）		1,000,000
		〃（ 〃 ） （水素混合焚き小型高性能ボイラの開発）		266,500
		〃（ 〃 ） （メディカルマイクロメディカルニードルパッチ製造のための微細精密加工の研究開発）		50,000
		JST 研究成果展開事業マッチングプランナープログラム「探索試験」 （スマートフォンを光源に和紙を主材とする新型和風照明の開発）		1,415,000
		〃（ 〃 ） （蛍光1分子測定法による簡便で迅速な微生物検出技術の開発）		1,260,000
		NEDO 橋渡し （マクロモノマー法を用いたリチウムイオン二次電池用バインダーの開発）		2,804,032
		〃 〃 （バイオマスからの電気二重層キャパシタ用活性炭の開発）		2,144,984
	導 入 費	モノづくり技術人材育成事業		2,400,145
イノベーション推進設備整備事業			23,172,000	
海外展開技術支援事業			2,267,000	
技術情報サービス事業費			3,699,000	
開放機器維持管理事業			31,673,000	
学会連携事業費			577,000	
一般研究事業費			2,609,000	
地域産業育成指導事業費			4,876,152	
			小 計	123,375,749
			工業技術総合センター費合計	465,559,819
そ の 他 経 費	中小企業技術指導員研修事業等		397,454	
	中小企業技術支援情報ネットワーク推進事業		987,120	
	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		646,323	
			小 計	2,030,897
		合 計	467,590,716	

## (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	68,781,528	試験分析機器等設備使用料(栗東)	60,005,310
				試験分析機器等設備使用料(信楽)	4,728,640
				技術開発室使用料	3,279,720
				技術開発室電気料金	485,988
				別館共益費	200,466
				自動販売機使用料	26,221
				自動販売機電気料金	53,683
				ケーブルテレビ線用コンクリート柱使用料	1,500
	手数料	商工観光労働手数料	2,735,180	試験等手数料(栗東)	2,043,150
				試験等手数料(信楽)	692,030
国庫支出金	国庫補助金	商工観光労働費国庫支出金	13,506,000	戦略産業雇用創造プロジェクト補助金	1,920,000
				地方創生推進交付金	11,586,000
財産収入	財産貸付収入		810	無体財産許諾料	810
	財産売払収入	生産物売払収入	237,890	生産物売払収入(栗東)	83,080
				生産物売払収入(信楽)	154,810
繰入金	基金繰入金	産業廃棄物発生抑制等推進基金	16,000,000	製品部材等リサイクル推進支援事業(産廃税充当事業)	2,147,000
		工業技術振興基金繰入金		高度モノづくりイノベーション推進設備整備事業	11,586,000
		中小企業活性化推進基金		海外展開技術支援事業	2,267,000
諸収入	受託事業収入	商工観光労働受託事業収入	7,623,966	試験研究事業費受託事業	7,623,966
	雑入	雑入	21,359,105	JKA機械工業振興事業費補助金	10,742,000
				自動販売機納付金	178,999
				借受機器使用料(栗東)	3,175,870
				試験研究事業費補助金	7,241,436
				広告掲載料	10,000
				雑入	10,800
県債	県債	商工観光労働債	11,300,000	工業技術センター整備事業債	11,300,000
合 計			141,544,479		

## 歳 出

款	項	目	節	支出額
商工観光労働費	中小企業費	工業技術総合センター費	報酬	13,836,508
			給料	137,446,680
			職員手当	86,308,555
			共済費	50,977,163
			災害補償費	286,000
			賃金	1,654,980
			報償費	1,125,700
			旅費	2,938,728
			需用費	63,045,464
			役務費	4,537,358
			委託料	26,934,229
			使用料および賃借料	504,883
			工事請負費	8,802,000
			原材料費	934,820
			備品購入費	65,600,551
			負担金補助および交付金	602,000
			公課費	24,200
(中小企業費) 小 計			465,559,819	
商工業費	工業振興費	旅費	291,314	
		需用費	512,463	
		役務費	987,120	
		負担金補助および交付金	240,000	
(商工業費) 小 計			2,030,897	
(商工観光労働費) 小 計			467,590,716	
合 計				467,590,716

## (3) 年度別決算

年度別歳入一覧表

(単位 ; 円)

年度	歳				入		
	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	計
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

注 1. 財産収入・・・工業技術振興基金運用収入他  
 3. 諸収入・・・公益財団法人JKA補助金、外部競争的資金他  
 \*1 寄付金 5,100,000円を含む  
 \*3 寄付金 9,000,000円、県債 270,000,000円を含む  
 \*5 寄付金 360,000円を含む  
 \*7 平成9年度分には平成9年度繰越分を含む  
 \*9 平成9年度以降は信楽窯業技術試験場との合計額  
 \*11 地域活性化・経済危機対策臨時交付金  
 \*13 関西広域連合に係る減免の適用開始  
 \*15 工業技術振興基金、県産業廃棄物発生抑制等推進基金  
 中小企業振興基金(H28)

2. 繰入金・・・工業技術センター施設整備基金取崩 他  
 \*2 寄付金 700,000円を含む  
 \*4 寄付金 5,100,000円を含む  
 \*6 寄付金 360,000円、県債 90,000,000円を含む  
 \*8 緊急雇用特別対策基金繰入金  
 \*10 県産業廃棄物発生抑制等推進基金  
 \*12 緊急雇用創出事業臨時特例基金繰入金  
 \*13 戦略産業雇用創出プロジェクト補助金  
 \*13 戦略産業雇用創出プロジェクト補助金  
 \*16 県債 11,300,000円を含む

年度別歳出一覧表

(単位：円)

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

注 1. 建設費・・・調査等事務費を含む

2. 平成9年度分には、平成9年度繰越分を含む

3. 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

\*3 翌年度繰越工事請負費 14,490,000円を含む

\*4 翌年度繰越工事請負費 14,000,000円を含む

\*5 前年度繰越工事請負費実績額 12,176,850円を除く

## 6. 工業技術総合センター運営懇話会結果概要

当センターが、効果的・効率的に運営を行うため、平成28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29年3月1日(水) 14:00～17:00

【開催会場】工業技術総合センター大研修室

### 【委 員】

座長

中谷吉彦 立命館大学 産学官連携戦略本部副本部長・教授

委員

和田隆博 龍谷大学 理工学部教授

尾松 啓 神港精機株式会社 滋賀守山工場長

北村嘉英 草津電機株式会社 代表取締役社長

大原耕造 信楽陶器工業協同組合 理事長

古島竜也 近畿経済産業局 地域経済部産学官連携推進室長

中村吉紀 公益財団法人滋賀県産業支援プラザ 常務理事

### 【次 第 等】

- (1) 開会あいさつ
- (2) 出席者紹介
- (3) 座長あいさつ
- (4) 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
    - ・機械電子担当の業務
    - ・機能材料担当の業務
    - ・信楽窯業技術試験場の業務
- (5) 前回の評価に対する対応状況
- (6) 施設の視察
- (7) 委員からの評価、意見、提言等 [質疑応答]
- (8) 座長総括
- (9) その他
- (10) 閉会あいさつ

【委員からの意見・提言に対する対応状況報告】

1. センター運営について

	意見・提言	対応状況
1	<p>機器の開放、共同研究に注力してほしい。公設試の役割は何なのかということを見ると、イノベーションを起こしていかなければならない。</p> <p>当然ながら今企業が抱えている問題に尽力するのが大切である。それに加えて将来どうなるか長期的なビジョン持っていたきたい。</p> <p>これから世の中が変わっていく、こうした変化に対応していくには、公設試の役割は大事と思っている。公設試の役割について再度認識を深めてほしい。</p>	<p>長期的なビジョンに立った地域イノベーションの活性化については、「滋賀県産業振興ビジョン」に基づき、企画の作成は県庁（モノづくり振興課）中心に、技術的な研究開発は両工業技術センターで取り組んでいる。</p> <p>例えば、現在進行中の医工連携による「滋賀健康創造」特区の取組や、過去に行ったものでは、環境・新エネルギー分野の県単独事業である「電池産業支援拠点形成事業」やイノベーション戦略支援プログラムである「電気と熱の地産地消型スマートグリッドシステムの開発」などの大型プロジェクトも実施している。</p> <p>今後も、経済産業省や文部科学省の大型事業や県単独事業の実施による、滋賀を支える産業支援について積極的に企画していきたいと考えている。</p>
2	<p>工業技術総合センターの特色というものが必要である。</p> <p>お互いに研究所がギブアンドテイクしていくには特色が必要。センターには信楽窯業技術試験場があり、これをうまくアピールし、全国区で、世界レベルで広げていければいいと思う。</p> <p>前回の懇話会で、化学遺産を見せてもらった。いいものをいっぱい持っているので、日本全体のものとして、マネジメントしてもらったらいい。</p> <p>岡山では世界レベルで耐火物の試験を受けている。焼き物は地域密着型というものもあるが、もっとアピールして発展させてもらえたらと思う。</p>	<p>センターでは、利用頻度の高い機器を購入し、測定方法や評価手法も含め企業の技術支援を行っている場合が多いが、最近では、平成24年度から27年度に電池産業支援拠点事業の実施により関連機器の整備や共同研究を行い、その後も外部資金を活用した企業との共同研究を行っている。</p> <p>これらの事業で購入した電池作製装置および評価装置、また培った評価手法等は、当センターのひとつの特色であり、今後も広く広報に努めていきたい。</p> <p>信楽窯業技術試験場の特色は、原料の粉碎から焼成まで、陶器作りのすべての工程に関わる生産設備を有していることである。</p>

	意見・提言	対応状況
		<p>このような試験場はまれであり、関西一円の窯業関係者が試作品づくりに利用され、また、信楽で最大のシャトル式ガス窯を保有しているため、大型陶器の焼成のため県外からも利用がある。</p> <p>また、試験場は3700品目以上の収蔵品を保有しており、その特徴として、骨董的価値よりも産業遺産的な重要性が高いことから、将来的に窯業史資料館を併設することも検討すべきと考えている。</p>
3	<p>センターの業務内容を、県内の商工会議所にPRしてほしい。名前はよく知っているが入りづらく、行きにくい。話を聞いたりして、行ってみようと思っても、中小企業は入りづらいので、気軽に行ける機会を増やしてほしい。商工会議所の中小企業担当者には案内をたくさんいただくが、なかなか参加されないし、センターを利用しない企業は参加されない。</p>	<p>センターの業務を知っていただき、センターで働く職員と知り合ってもらう機会を年1回以上つくりたい。例えば、商工会議所や商工会等が開催する勉強会などで時間をとっていただき、パンフやテクノネットワークまたはパワーポイントで投影しながらセンターを紹介するセミナーを開催、さらに可能であれば、簡易な技術相談会も開催したい。</p> <p>商工会議所や商工会の事務所には、センターのパンフやテクノネットワークなどセンターをPRできる情報誌等を常時置いてもらっている。</p> <p>信楽窯業技術試験場では、毎年10月の陶器祭の時期に陶芸の森の産業展示館において「試験場展」を実施しており、今後も新たな試作品を多くの人に見ていただくことでPRを行ってまいりたい。</p>

	意見・提言	対応状況
4	<p>共同研究は時間がかかる。成果が出るまで我々は、新しい膜ができただけでは売れない。多分センターは企業がどういふことやっているのか情報お持ちと思うので、こういうことに使えるというアドバイスをしていただけるとありがたい。</p>	<p>企業との共同研究の成果として、当センターの玄関ホールでの常設展示を行っている。また、一般公開時にはパネル展示も行い、来所される企業の方が目に見えるよう広報に努めている。</p> <p>また、県庁（モノづくり振興課）では、技術開発の補助金で各企業が取り込まれた成果や、県内企業の優れた製品や技術に関するアピールポイント等をまとめた「こんなところに滋賀の技術」をホームページに掲載し、広報に努めている。さらに、県内外大手ユーザー企業に本県産業の技術・製品をアピールする展示商談会も開催している。</p> <p>同様に産業支援機関である産業支援プラザでも企業の技術を広報する事業を行っている。</p> <p>今後とも関係機関と連携を図り、企業の技術や製品を積極的にPRしてまいりたい。</p> <p>信楽窯業技術試験場では「TEIBAN商品開発研究会」というブランド構築事業の事務局を置き、陶器と異分野の工芸との交流を支えている。</p> <p>試験場の一角には展示販売の演出を研究する「NEST滋賀」という空間を設けるとともに、東京でも展示会を開催している。</p> <p>また、滋賀大学社会連携研究センターが実施しているMOT（技術経営）フォーラムに信楽の窯元が参加しており、試験場は窯元に技術協力することにより異業種交流の橋渡し支援を行ってまいりたい。</p>

	意見・提言	対応状況
5	<p>職員の人材育成が大事と思っており、私なりに考えて3つ視点がある。</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1 職員のモチベーションを高く維持していくこと</li> <li>2 公設試の持っている指導支援スキルの若い人へ継承していくこと</li> <li>3 最近の変化であるI o T、A Iなどに対応していくこと</li> </ol> <p>答は簡単ではないが、所内で議論を深めてほしい。</p>	<p>当センターでは、技術相談・機器開放・研究開発を事業の三本柱と位置付けているが、技術職員のモチベーションとスキルを高く維持するうえで、研究開発への取組が非常に重要と考えている。</p> <p>組織の要求としては、企業にすぐ役立つ応用研究が最も重要と考えているが、同時に技術職員が自発的に課題を設定し技術を高めることも重視している。</p> <p>また、技術相談や機器開放におけるサービスの水準を維持するため、頻度の高い相談や機器については、複数人が対応できるように情報の共有を行い、その過程で若手職員の育成を図っている。</p> <p>I o TやA Iなどの情報技術分野に限らず、新しい技術に対するアンテナを張っておくことは、日進月歩の昨今において大切なことであると考えているが、これについては、各技術職員の自主性に任されているのが現状である。</p> <p>今回のご意見を契機として、組織としても各人が視野を広げられる方策を検討していきたいと考えている。</p>

## 2. 企業支援について

	意見・提言	対応状況
6	<p>当社では、顧客の要望に応じて製品開発をしているが、顧客からの要望はそれぞれ条件が異なることから、センターの機器に依存することが多い。</p> <p>センターの設備の充実が、我々企業の開発に関わっていることから、センターの予算が減っているのは、深刻なことである。</p>	<p>企業の技術課題が日々高度化する中、当センターとしても試験研究機器の維持充実は、技術支援を継続する上での最重要課題として位置付けている。</p> <p>当センターではその財源として、設備の使用料収入に加え、従来から公益財団法人JKAの補助金を獲得しており、本年度は新たに国の交付金を獲得したところである。</p> <p>今後とも国の補助金をはじめ新たな財源の獲得に努めてまいりたい。</p>

	意見・提言	対応状況
7	<p>すべて一貫性を求められるのが、信楽陶器産業の現状である。</p> <p>このため、信楽窯業技術試験場と坪庭の共同開発をしているが、もうちょっと大きなものを作って信楽の本来の製品を取り戻したい。</p>	<p>信楽窯業技術試験場では、技術者養成研修制度において全国で唯一、大物ロクロ科を設置しており、植木鉢や傘立に代わる大物製品の開発にも注力している。</p> <p>特に、信楽陶器工業共同組合と共同開発を行っている「信楽坪庭」については、海外展開も視野に入れ、普及促進に取り組んでまいりたい。</p>
8	<p>大量生産を担う機械ろくろ技術者が、製品が売れないことでいなくなった。</p> <p>今後こういうものがヒットした時に、信楽窯業技術試験場に技術指導をしていただきたいが、試験場とのパイプが薄く、関わってない人たちが半分くらいいる。その人たちには試験場の敷居が高く、専門的なことは聞けても、基礎のイロハを聞きに行けないといった現状がある。</p> <p>一年に一度は試験場からメーカーに訪問いただき、何に困っているのか聞いて指導してほしい。また、困っていることを集約して講習会を開いていただきたい。</p>	<p>信楽窯業技術試験場では、機器の利用より、特定の技術や知識を有する専門職員への相談を目的として来場される。</p> <p>来場者の足が遠のくのは、技術の伝達がなされないまま、職員が退職する時であり、来場者数を維持するため、先輩職員から後輩職員へ確実に技術を伝えることが重要と考えている。</p> <p>機械ろくろの技術は、デザイン科の研修生の実習課題となっており、デザイン科を修了した研修生の多くが、窯元で機械ろくろ成形をしている。</p> <p>毎年研修生に対しては、毎週金曜日に座学という名目で「陶磁器の不良品対策」などといった講座を開いており、この講座を産地向けの講習会に拡大していきたいと考えている。</p>
9	<p>東北部工技センターに行った時に、新しい工業団地ができたら企業訪問に行っていると聞いた。</p> <p>こちらでも企業訪問をやっていると聞いているが、地道な活動は大事である。地域全体の底上げを考えると、新しい企業を便利に使っていただくことが大事。がんばっていただきたい。</p>	<p>当センターの平成28年度企業訪問実績は45社で、次年度も引き続き実施する。</p> <p>今後も、県庁（モノづくり振興課）、産業支援プラザ、滋賀経済産業協会、発明協会等の各種団体と情報交換を図りながら、新規企業を開拓に取り組んでまいりたい。</p>

## 7. 設備・機器

平成28年度に取得した主な機器は次のとおりです。

### 試験研究機器類

	機器名	規格	金額	取得日	摘要
栗 東	真空蒸着装置	サンユー電子株式会社 SVC-700TMSG	4,528,332	H28.8.10	国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構から無償譲渡
	インピーダンス・アナライザ	Solartron Analytical社 1260A	6,583,680	H28.8.10	国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構から無償譲渡
	インピーダンス・アナライザ2	Keysight Technologies社 4294A	3,836,160	H28.8.10	国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構から無償譲渡
	充放電測定装置	Scribner Associates社 585型	2,995,920	H28.10.20	戦略的基盤技術高度化支援事業
	イオンコーティング装置	株式会社日立ハイテクノロジーズ MC1000	1,569,240	H28.10.21	
	熱分析装置	TAインスツルメント DSC2500SR, Q500SR, Q400SR	12,398,400	H28.10.26	イノベーション推進設備整備事業
	鍛造シミュレーション解析ソフト	MSC Software Simufact Forming	2,373,840	H28.10.27	
	三次元測定機用データ処理システム	ミットヨ MCOSMOS	4,935,600	H28.11.22	
	光学特性評価システム	株式会社トプコンテクノハウス 分光放射計:SR-LEDW-5N 近赤外分光放射計:SR-NIR 二次元輝度計:UA-200AWS 紫外線強度計:UVR-300	10,773,000	H28.12.13	イノベーション推進設備整備事業
	ロールプレス機	テスター産業株式会社 SA-602	2,499,120	H28.12.21	中堅・中小企業への橋渡し研究開発促進事業
	表面抵抗測定装置	日置電機株式会社 XF-052-12	1,949,940	H29.2.13	中堅・中小企業への橋渡し研究開発促進事業
耐電圧試験器	菊水電子工業株式会社 TOS5101	435,780	H29.3.10		
信 楽	波長分散型蛍光X線分析装置	株式会社リガク 蛍光X線分析装置 ZSX Primus IV	16,113,600	H28.10.21	JKA機械工業振興補助事業
	ガラスビード作製装置	株式会社リガク 卓上型高周波ビードサンプラ CatNo:3091-A00	3,877,200	H28.10.21	
	荷重変位測定装置	株式会社エー・アンド・デイ フォーステスター MCT-2150	719,982	H29.2.22	

## II. 業務概要

### 1. 技術相談支援

平成28年度実績の概要は、次のとおりです。

事業名	実施件数等		
	栗東	信楽	合計
職員による技術相談	6,602件	1,499件	8,101件
リサーチサポート制度の利用	3件	10件	13件
モノづくり技術人材育成事業	18コース	2コース	20コース

#### (1) リサーチサポート制度の利用

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

[栗東] 件数：3件

実施日	分野	内容
H28. 4. 19 H28. 10. 24	技術工学	品質工学会の企画運営・指導 ファインバブル発生装置の研削利用について
H29. 3. 7	デザイン	彦根繻を活かした新製品のアイデアについて

[信楽] 件数：10件

実施日	分野	内容
H28. 6. 6 H28. 6. 7 H28. 8. 4 H28. 7. 19 H28. 9. 15 H28. 9. 23 H28. 10. 20 H28. 11. 8 H29. 3. 2 H29. 3. 3	窯業 (デザイン)	坪庭用資材開発におけるデザイン指導 インテリア製品のデザイン・ブランディング指導 試験場試作展についての指導 ブランド構築に対する指導 試験場試作展に向けた出展製品の指導 ブランディングと空間デザインの指導 試験場試作展の出展製品の求評及び今後の進め方 ブランディングと空間デザインの関係性について 地域の活性化とブランディングの指導 新商品コンセプト創出の方法論

(2) モノづくり技術人材育成事業（セミナー・講習・実習）

	講習会名称	実施日	内 容	参加者
栗 東	セミナー【最新金属材料の科学と金属トラブル解決の実際】 実習【金属材料の研究開発、トラブル解決を支援する試験機器】	28. 8. 25	最新の金属材料の研究開発について第一人者の東北大学金属材料研究所の先生を迎え、医療用チタン合金など最新動向を紹介	26名 12名
	講習【EMI測定規格の最新動向】 実習【EMI測定実習】	28. 9. 2	電気電子製品の開発、信頼性評価において必要とされるEMI測定の最新規格の動向を紹介し、電波暗室での測定実習を実施	12名 12名
	講習【オシロスコープの機能・使用例について】 実習【オシロスコープの操作実習】	28. 9. 8	電気計測に使用するオシロスコープについて“いまさら聞けない”基礎から重要なコツまでを解説し、最新機器を使った実習を実施	10名 10名
	講習【X線回折装置の特徴と応用】 実習【X線回折装置の測定概要】	28. 9. 13	X線回折装置により材料の結晶構造を測定する原理と昨年末に導入した最新機器の特徴、データ解析や使用例も含めて紹介	8名 6名
	講習【ラマン分光の基礎から分析事例について】 実習【ラマン分光分析装置による測定実習】	28. 10. 25	ラマン分光分析の原理から測定に際してのコツを紹介し、実習では昨年に導入した最新機器の特徴、高分子材料での測定を実習	13名 9名
	セミナー【自動車産業の現在とこれからサプライヤーに求められる新技術とは】 実習【自動車部品開発を支援する試験機器】	28. 11. 25	セミナーにトヨタと産総研自動車ヒューマンファクター研究センターより講師を迎え、自動運転や動力変更など大きな転機の自動車産業の潮流を紹介	17名 10名
	講習【環境試験を正しく行うための基礎とJISおよびISOの規格について】 実習【環境試験を行う装置の紹介】	28. 12. 15	製品の耐久性や信頼性の向上のカギとなる環境試験の国内外の規格や試験条件の設定について解説し、センター保有の装置を実演	18名 9名
	講習【何ができる？三次元測定機（基礎編）～押さえておきたい！測定の勘どころ】 実習【CNC三次元測定機の操作実習】	29. 2. 1	製品、部品のサイズを正確に3次元測定するための基礎と注意点を解説し、恒温恒湿室で実際のサンプル測定によりポイントを習得	16名 10名
	講習【測光測色の基礎知識とLED評価】 実習【最新の分光放射計と二次元色彩輝度計の使い方】	29. 2. 14	LED等の光源やサンプルの色合いを専用カメラによる画面観察方式で数値測定する方法、安定な測定のためのコツ等をサンプルを使った実習を含めて解説	11名 10名
栗東計	18コース		219名	
信 楽	講習【簡単にできる元素分析～新たに導入した蛍光X線分析装置による元素分析～】 実習【波長分散型蛍光X線分析装置の操作実習】	29. 1. 26	波長分散型蛍光X線分析の基礎・原理から測定方法や特徴についてを紹介し、実習ではガラスビードサンプル調製から測定まで一連の操作実習を実施	12名 10名
	信楽計	2コース		22名
モノづくり技術人材育成事業 合計		20コース		241名

### (3) 海外展開技術支援事業

#### ①国際規格

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

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

このような課題を解決するため以下の支援を実施しました。

#### <セミナー>

開催日	テーマ名	受講
H28. 9.16	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆ 「広域首都圏輸出製品技術支援センター(MTEP)の海外展開支援について」 講師:(地独)東京都立産業技術研究センター 輸出製品技術支援センター長 五十嵐 美穂子 氏</li> <li>◆ 「滋賀県における海外展開支援について」 滋賀県 商工政策課 企画・海外展開支援係 工業技術総合センター</li> <li>◆ 「欧州CEマーキングに関する最新動向と実際」 講師:CF Media コンサルタント代表 石井 満 氏</li> </ul>	15名
H28.11.18	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆ EMC 指令「完成品に要求される法規制」 講師:STECS 代表 篠崎厚志氏</li> <li>◆ RoHS 指令「欧中 RoHS 法の最近の動きとその対応」 講師(一社)東京環境経営研究所 理事長 松浦 徹也氏</li> <li>◆ 関連機器の見学</li> </ul>	28名
H29. 2. 3	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆ 「CEマーキング対応のための考え方と進め方」 ～予備知識がなくても全体像がつかめるCEマーキング勉強会～ 講師:テュフラインランドジャパン(株) 製品部 産業機器課 セールスエグゼクティブ 穂原 一真 氏</li> </ul>	19名

#### <個別相談会>

登録相談員:4名

相談員	石井満氏	古谷武徳氏	川北 日出夫氏	今井俊和氏
技術分野	CE マーキング、 機械指令、 低電圧指令、 EMC 指令、 RE 指令	RoHS 指令、 REACH 規則	RoHS 指令、 REACH 規則、 CE マーキング	RoHS 指令、 REACH 規則、 グリーン調達

相談会:4社に対し11回実施、内容:各指令への適応対応について

<海外規格等の整備>

以下の欧州指令、整合規格を整備した。(閲覧可能)

圧力装置指令 (PED ) 2014/68/EU 機械指令 (MD) 2006/42/EC 低電圧指令 (LVD) 2014/35/EU 電磁両立性指令 (EMC) 2014/30/EU 有害物質使用制限指令 (RoHS) 2011/65/EU(RoHS 2)	英日対訳版
--	-------

ISO 12100:2010	Safety of machinery -- General principles for design -- Risk assessment and risk reduction 機械類の安全性－設計の一般原則－リスクアセスメント及びリスク低減	英日対訳版
IEC 82079-1 Ed. 1.0:2012 (b)	Preparation of instructions for use - Structuring, content and presentation - Part 1: General principles and detailed requirements 使用説明の作成－構成, 内容及び表示方法－第 1 部: 一般原則及び詳細要求事項	
BS EN 60335-1:2012+A11:2014	Household and similar electrical appliances. Safety. General requirements 家庭用及び類似用途の電気機器－安全性－第 1 部: 一般要求事項	
IEC 60825-1 Ed. 3.0:2014 (b)	Safety of laser products - Part 1: Equipment classification and requirements レーザ製品の安全性－第 1 部: 機器の分類及び要求事項	
IEC 61010-1 Ed. 3.0:2010 (b)	Safety requirements for electrical equipment for measurement, control, and laboratory use - Part 1: General requirements 計測, 制御及び試験所使用電気機器の安全要求事項－第 1 部: 一般要求事項	

## ②「信楽坪庭」の開発による海外展開

本事業は、日本の京町家などに代表される坪庭をデザインモチーフとして現代風（和風モダン）にアレンジし、都市のすき間空間を置くだけで坪庭風に仕上げられる「信楽坪庭」の開発を行っています。製品としては、信楽窯業技術試験場で開発を進めている機能を付加した坪庭資材に加え、信楽陶器工業協同組合と連携および東京農業大学名誉教授 近藤三雄氏の監修のもと、各企業が保有している手水鉢・植木鉢・タイル等も活用し製品化を進めています。また、製品市場として、東京オリンピック市場および国内外市場への展開を目指しています。

### <推進会議の開催>

- ・ 第1回信楽坪庭製品開発推進会議 参加企業 10社
  - ・ 第2回信楽坪庭製品開発推進会議 参加企業 10社
- (事業参加企業数：13社)

今年度の事業としては、パシフィコ横浜で開催された2016日本フラワー&ガーデンショーに出展し情報収取（アンケート調査）を行い好評な結果が得られました。

### <2016日本フラワー&ガーデンショーへの出展>

開催日時：平成28年4月22日～24日

開催場所：横浜市 パシフィコ横浜

参加企業数：5社

入場者：3日間で約6万人



### <2016日本フラワー&ガーデンショー報告会の開催>

開催日時：平成28年5月26日

参加企業数：13社



### (3) 主な技術相談事例

分野	電子
課題	プリント基板の伝送特性評価について
マイクロストリップライン基板の伝送特性を測定したい	
<p>対応</p> <p>伝送線路の高周波数領域での伝送特性評価には、ベクトルネットワークアナライザ (VNA) を用いることが一般的である。しかし、VNA の測定対象物 (DUT) は、基本的には同軸コネクタを有するデバイスを対象としている。そのため、マイクロストリップライン (MSL) を形成した基板等をそのまま VNA には接続不可能である。そこで、MSL の両端に基板取り付け型の同軸コネクタを実装する必要がある。この実装する同軸コネクタのタイプは様々存在するが、同軸コネクタのタイプごとに最大周波数が決まっているため、評価したい周波数に応じて選択する必要がある。また、測定精度向上のために、VNA の校正に使用する校正キットのコネクタタイプに合わせたコネクタを選択する方が望ましい。なお、最大測定周波数が 10GHz 程度の場合であっても、厳密な測定を要する場合は、SMA コネクタを使用せずに、PC3.5 等の精密コネクタ (プレジジョンコネクタ) を使用の方が望ましいことに留意されたい。</p>	

分野	電子
課題	落下衝撃試験機の使用について
電子部品、電気製品の落下衝撃試験を行いたい	
<p>対応</p> <p>電子部品や電気製品の落下衝撃試験は、落下衝撃試験機のテーブルへ試験品を取付け固定して試験を行います。試験品にテーブルへ固定するためのボルト穴がない場合は、別途取付け固定治具を作製していただく必要があります。なお、作製した取付け治具自体が強度不足の場合、試験品の脱落などが生じる危険性がありますので、取り付け治具は十分な剛性を確保する必要があります。衝撃制御パッドにより、加速度と作用時間が決まってしまうので、事前に行いたい試験条件について相談していただく必要があります。</p>	

分野	電子
課題	帯電している粉体の電荷量の測定
粉体状の物質が持っている静電電荷量を測定したい	
<p>対 応</p> <p>容器に入っている粉体が輸送中に振動を受けるときや容器から移し換えられるときなどに静電気を帯びることがある。この粉体粒子に帯電防止処理を施したり、導電性粒子を混入したりして、帯電を低減させた効果を測定したいとの相談を受けた。</p> <p>これらの粉体を金属性容器に密閉し、ファラデーケージ法により電位測定する方法を提案した結果、最適な帯電防止処理が決定できた。</p>	

分野	デザイン
課題	麩菓子を作るため、麩をスライスしたい
麩菓子を作るため、60×40×20mmの麩をスライスしたい。どんな機械を使ったらいいか、適当な機械を教えてほしい。	
<p>対 応</p> <p>まず、パンやハム用のスライサーを検討、麩が潰れてうまくカットできず。次に、木工用の糸鋸を試すとカットできた。しかし、糸鋸でカットするには、鋸の歯に手が触れないように安全面の工夫が必要となった。そこで、麩を送り出すガイドをデザインし、試作して対応した。</p>	

分野	デザイン
課題	パンフレットの作成
信楽焼の商品パンフレットを作成したい。それにあたり、商品の撮影もしたい	
<p>対 応</p> <p>撮影システムを使用して商品を撮影。影などを加工して写真を完成させる。その写真を使いパンフレットをレイアウトし、完成させる。</p>	

分野	デザイン
課題	マークデザイン
昔から使用しているマークを利用して新しいマークを作りたい	
<p>対応</p> <p>手書きのマークをデザインシステムにて活用しやすいようにデータ化。デザイン指導にて使用色、英語名を加えた新マークを提案。</p> <p>その後、一般社団法人滋賀県発明協会の支援を受け、商標登録された。</p>	

分野	デザイン
課題	商品紹介パネルの作成
継続的に自社で商品紹介パネルを作成したい	
<p>対応</p> <p>デザインシステムを活用した、画像の加工やイラストの作成方法を指導。さらに、パネルデザインの相談や、撮影システムを使用した製品画像の撮影、大判プリンタでの出力支援を行い、自社で紹介パネル、リーフレット類の作成が行えるようになった。</p>	

分野	機械
課題	大径ゴムチューブの引張試験
太さ50mm～100mmのゴムチューブの高速引張試験を行いたい	
<p>対応</p> <p>要求される引張速度が100mm/sという高速であったことから、通常の引張試験機の速度では不足であるため、疲労試験機を利用することを提案し、実際に試験を行うことができた。</p>	

分野	機械
課題	はんだ付け後におけるプリント基板の反り量の定量化
プリント基板に端子をはんだ付け後、反りが発生した。反り量を定量化したい	
<p>対 応</p> <p>プリント基板に電子部品をはんだ付けすると、プリント基板に反りが発生し、実装不良が発生した。反り量の低減対策を検討中で、反り量の定量化を実施したいとの相談を受け、当センターのCNC三次元測定機を用いて評価を実施した。熱ひずみの影響が少ないと想定される部分で基板の基準面を設定後、はんだ付け部の周囲を三次元スタイラスで接触させながら測定を実施し、基板上の断面曲線を取得した。その断面曲線から反り量の割り出しを実施した。</p>	

分野	機械
課題	減速機の温度特性評価
温度を変化させた際の潤滑剤粘度などに依存する減速機の損失を測定したい	
<p>対 応</p> <p>氷点下の温度域で使用する減速機について、潤滑剤の粘度増加などによる損失の増加を測定したいとの相談を受けた。駆動モータと減速機の間回転トルク計を取り付け、恒温槽内で実験を行うこととした。評価温度範囲は常温から-20℃であったが、回転トルク計の温度範囲は0℃以上であったため、恒温槽の作業口から駆動シャフトを取り出し外部に回転トルク計を取り付けることとした。その結果測定を行うことができた。</p>	

分野	金属
課題	ベアリングの破損について
ベアリングの外側部に発生した、欠けの原因推定	
<p>対 応</p> <p>当初の連絡では電子顕微鏡による観察を希望されたが、まずは全体の把握のために実体顕微鏡で様々な角度から観察した。結果的に、真上から見ただけでは見えない部分において、亀裂の進行する方向が確認でき、亀裂の起点と原因を推定することができた。</p>	

分野	有機材料
課題	整髪料の物性評価について
製品の経時変化や良・不良の定性的な評価を行いたい	
<p>対応</p> <p>自社で開発している整髪料に経時変化による変色が起こっており、これによる塗り心地の変化を定量的に評価すること、また、他社製品との塗り心地の差について定量的に評価する旨相談を受けた。そこで、レオメーターによる周波数分散や歪分散測定を行い、これらの変化や差異について粘弾性挙動の観点から数値化することができた。</p>	

分野	有機材料
課題	熱硬化樹脂の硬化過程の評価について
<p>対応</p> <p>加熱により硬化する樹脂の硬化の進行具合を調べるために、動的粘弾性測定装置（回転型レオメータ）で加熱しながら振動による複素粘度の時間による変化を測定する。一定時間加熱したサンプルを作製し、赤外分光光度計でエポキシ基の減少を定量分析することにより硬化の進み具合を評価する。などの方法で硬化挙動を測定することができた。</p>	

分野	有機材料
課題	食品飲料の異物混入について
ビン入りの飲料中に数 mm の浮遊物が数点出現していると返品されてきた	
<p>対応</p> <p>異物を確認したところ形状は不定形で、外観から無機物ではない様相だった。飲料中の異物を濾過と洗浄を行い、まずは有機物と考えられたので赤外分光光度計で分析した。その結果、プラスチック系統だった。製造加工で用いられる資材や装置から考えられる物と比較検討したところ、同じ物が判明し確認が取れた。</p>	

分野	食品・バイオ
課題	体臭や微生物・カビの悪臭を調べたい
微生物・カビや体臭のいわゆる悪臭を低減する材料を開発している、匂いの成分を測定し、匂いをおさえる効果を評価したい	
<p>対応</p> <p>典型的な悪臭成分の中から性質の異なる化合物を対象として選び、試験・測定の計画についてアドバイスをを行った。また、できるだけ現場での頻回測定、評価を希望されることから、比較的安価で測定操作が簡便なガス検知管の利用を提案し、まずはモデルとなる臭気成分の定量的な測定を一度センターで行い、以降は自社で実施することができるようになった。</p>	

分野	無機材料
課題	印刷物の耐久試験について
樹脂上の文字盤等印刷の摩耗試験を行いたい	
<p>対応</p> <p>樹脂上の文字盤等の印刷において、耐久性評価として消しゴムでの往復運動による摩耗試験がある。当センターには往復運動タイプの摩耗試験があるが、専用の治具では試験は行えなかった。そのため、試料の固定治具や消しゴム固定治具を工夫することにより、往復摺動摩耗試験ができた。</p> <p>これらのように、治具を改良等することにより目的の摩耗試験が行える場合がある。</p>	

分野	無機材料
課題	金属材料の熱処理（水素化）について
100vol%水素雰囲気の高温熱処理を実施したい	
<p>対応</p> <p>該当する熱処理炉は、雰囲気式超高温電気炉（(株)モトヤマ AM-2025D）で水素化処理を実施することができた。最高温度や昇温条件、炉内寸法には制限がある。また、容器や治具も用意いただく必要がある。その他の熱処理炉には、窒素やアルゴン、真空などの雰囲気に対応した装置（真空熱処理炉や酸化還元雰囲気制御炉）がある。</p>	

分野	無機材料
課題	部材の成分分析について
部材の材質の違いを簡易的に知りたい	
<p>対応</p> <p>センターで鋼材や部材の材質の違いについての多数の相談事例があり、その対応で利用している蛍光 X 線分析装置での検査を提案した。その結果、非破壊で短時間に、個々の部品の検査を行うことができ、2種類の材質が判定でき、在庫の部品の整理ができた。</p>	

分野	無機材料
課題	表面分析
フィルム表面の状態を分析したい	
<p>対応</p> <p>パウチ袋の外装どうしが低温で接着する不具合が発生し、フィルム表面に何か変化が無いか確認したいとの相談があった。X 線光電子分光分析装置 (XPS、ESCA) では数 nm の最表面の分析が可能で、パウチ袋の外装と加工前のフィルムを分析し比較したところ、樹脂の劣化によるものと思われるピークが見られた。コーティング層を塗布する際に行うプラズマ処理の影響が、外装側にも及んだものと考えられ、工程の見直しにつながった。</p>	

分野	窯業
課題	強制燃焼式ガス窯について
強制燃焼式のガス窯の仕組みを教えて欲しい	
<p>対応</p> <p>強制燃焼式のガス窯を使用しているが、前任者 (退職) から製品を焼成するための手順は聞いていたが、設備や仕組みが分からないまま操作していたとのことで、現地においてベンチュリー式と強制燃焼式の違い、バーナー、ブロアー等の付帯設備、プログラマブルコントローラーでの制御等についての説明を行った。</p>	

分野	窯業
課題	肉厚製品の焼成について
焼成時に発生する不良を減らしたい	
<p>対応</p> <p>大物や肉厚製品の焼成～冷却時に注意すべき温度帯とその理由を説明。焼成パターン例を示し、これに沿って焼成を行ってもらったところ、焼成による不良の発生は無かった。</p>	

分野	窯業
課題	銅釉上への金彩について
金液の焼付けによる銅釉の変色を抑えたい	
<p>対応</p> <p>焼付け時に窯内部の酸素（空気）が不十分なため、金液中に含まれる樹脂成分から還元性のガスが発生し、銅を変色させたと考えられた。500℃ぐらいまで空気が入るように窯を密閉させずに焼成するように指導したところ、銅釉の変色が抑えられた。</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29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28年度設備機器利用状況>

使用機器件数	6,865 件
延使用時間数	50,115 時間
実企業数	619 社

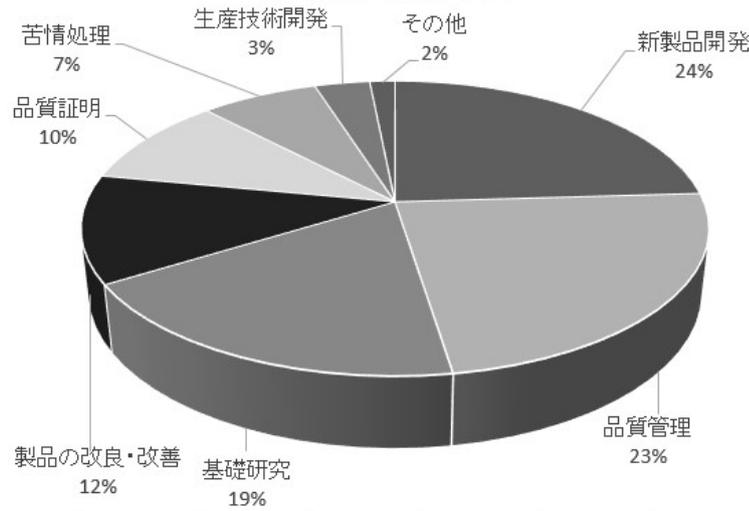
使用目的別件数

使用目的	新製品開発	品質管理	基礎研究	製品改良	品質証明	苦情処理	生産技術開発	その他	合計
件数	1,651 24.0%	1,612 23.5%	1,280 18.6%	812 11.8%	678 9.9%	494 7.2%	232 3.4%	106 1.5%	6,865

主な利用機器

No	平成28年度		平成19年度～平成28年度	
	機器名	件数	機器名	件数
1	赤外分光光度計 (FT-IR)	467	赤外分光光度計 (FT-IR)	6,290
2	走査型電子顕微鏡	407	走査型電子顕微鏡	4,240
3	SEM用分析装置	367	SEM用分析装置	2,962
4	前処理装置	321	万能材料試験機 (50kN)	2,415
5	イオンコーティング装置	240	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	2,205
6	万能材料試験機 (50kN)	229	熱分析装置	1,982
7	大変位振動衝撃試験機	221	前処理装置	1,888
8	電子天びん	205	イオンコーティング装置	1,865
9	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	201	振動試験機	1,830
10	三次元測定機	183	三次元測定機	1,705
11	ICP発光分析装置	181	電子天びん	1,610
12	熱分析装置	168	ICP発光分析装置	1,588
13	X線光電子分光分析装置	132	放射電磁界測定システム	1,254
14	マイクロフォーカスX線透視装置	123	電波暗室	1,131
15	電波暗室	119	万能材料試験機 (500kN)	1,103
16	放射電磁界測定システム	116	動的粘弾性測定装置 (常温)	1,053
17	非接触三次元測定機	115	非接触三次元測定機	1,037
18	落下衝撃試験機	110	X線光電子分光分析装置	1,024
19	万能材料試験機 (500kN)	109	熱分析ガスクロマトグラフ質量分析装置	946
20	低荷重物性試験機	90	波長分散型蛍光X線分析装置	884

## 設備使用目的



## 使用機器件数・実企業数の年度別推移



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

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

年度	使用機器件数	延使用時間数	実企業数
13	5,324	28,025	394
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
合計	153,759	1,012,466	-

## B 信楽

### 主な利用機器

No.	平成28年度		平成19年度～28年度	
	機器名	件数	機器名	件数
1	走査型電子顕微鏡	140	粒度分析装置	1195
2	前処理装置	124	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	642
3	粒度分析装置	118	走査型電子顕微鏡	615
4	SEM用元素分析装置	114	前処理装置	553
5	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	60	SEM用元素分析装置	424
6	電子天びん	54	電子天びん	330
7	マッフル雰囲気炉	51	サンドブラスター	324
8	乾燥機	44	シリコニット電気炉	314
9	電気炉9キロワット素焼	39	電気炉9キロワット素焼	301
10	万能材料試験機(5kN)	38	万能材料試験機(5kN)	276
11	電気炉20キロワット素焼	31	乾燥機	269
12	電気炉9キロワット本焼	27	電気炉9キロワット本焼	267
13	シリコニット電気炉	23	X線回折装置	260
14	サンドブラスター	20	熱分析装置	225
15	振動ミル	19	電気炉20キロワット本焼	218
16	電気炉20キロワット本焼	19	振動フルイ	204
17	真空土練機	18	スクリーン印刷装置	188
18	熱分析装置	18	ポットミル回転台	187
19	ポットミル回転台	17	電気炉45キロワット素焼	182
20	X線回折装置	17	ガス窯0.4立方メートル本焼	163

参考 年度別使用機器件数・延使用时间数・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	延使用时间数	実企業数
14	571	1,623	96
15	513	1,104	107
16	604	1,327	140
17	594	1,316	130
18	761	1,890	136
19	849	1,783	156
20	940	1,798	167
21	1,180	2,372	173
22	967	1,922	175
23	914	1,738	166
24	1,103	2,313	204
25	1,003	2,241	195
26	1,368	3,674	195
27	1,528	3,762	205
28	1,374	3,067	229

## (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28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	26	236	試料
	疲労試験	0	0	時間
	硬さ試験	4	4	試料
環境試験	振動試験	0	0	試料条件時間
定量分析	成分	0	0	
デザイン指導	デザイン指導	49	361	時間
その他	成績書の英文作成	1	1	通
合 計		80	602	

#### 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)
計	106 (1,219)	1,266 (9,836)	13 (143)	428 (6,065)	573 (4,669)	55 (163)	377 (4,275)	169 (421)	2,987 (26,791)

## B 信楽

### <平成28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	10	29	時間
曲げ強度試験	1	2	試料
オートクレーブ試験	7	26	試料
耐薬品試験	8	134	試料
吸水率試験	1	2	試料
熱衝撃試験	8	27	試料
定量分析（無機物）	1	9	成分
Pb、Cdの溶出試験	6	8	試料
合 計	42	237	

### 年度別依頼試験分析実施件数・単位

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

### (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28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	1	2
滋賀県酵母 B	9	54
滋賀県酵母 C	1	3
滋賀県酵母 D	2	3
合計	13	62

#### 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
19	33	94	11
20	35	90	9
21	33	78	11
22	28	73	8
23	21	67	9
24	26	88	9
25	28	95	9
26	24	75	7
27	21	80	7
28	13	62	5

## B 信楽

### ■ 製版印刷

生 産 品	受 払 件 数	実 企 業 数
フィルム出力	23	16
感光性樹脂製版	7	6
スクリーン製版	13	10
合 計	43	32

### 参考 年度別生産物受払件数・実企業数

年度	件数	実企業数
19	96	40
20	92	35
21	62	28
22	43	28
23	76	27
24	71	31
25	79	38
26	69	36
27	56	28
28	43	32

### 3. 研究開発・産学官連携

#### 3.1 研究概要

当センターでは、平成22年度に策定された「滋賀県産業振興戦略プラン」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27年度は、県内企業、県内大学との共同研究プロジェクト事業等に積極的に取り組みました。

##### (1) 平成28年度センター単独研究テーマ

研究テーマ	担当者
EMC 試験における基準信号発生器の開発	川口和弘
非酸化物セラミックスの合成とその応用に関する研究	中島 孝
液相合成法による機能性無機顔料の研究 －錯体重合法による Pr-ZrSiO <sub>4</sub> 系顔料の合成－	前川 昭
信楽焼の特性を活かした坪庭用資材の開発	西尾隆臣 高畑宏亮 山内美香 植西 寛
地域産原料を利用した白信楽土の開発	高畑宏亮
陶器製品の加飾技術に関する開発	山内美香
信楽産長石を活用した照明用資材の開発	植西 寛
薪窯の窯変に関する研究	川澄一司
海外産粘土質原料を用いた新陶土の開発	安達智彦 山本和弘 三浦拓己
多孔質吸着材料の合成に関する研究	三浦拓己

(2) ①共同研究

No.	機 関 名	区分		共 同 研 究 テ ー マ	予定研究期間	担当
		継続	産官			
1	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業1社	継続	産官	切削加工プロセスと電気分解を組み合わせた人工骨表面への多孔質加工法の開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H23. 4. 1～H30. 3. 31	岡田太郎
2	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業1社	継続	産官	次世代絆創膏に不可欠な軟質複合化フィルム成形技術の開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H24. 2. 24～H30. 3. 31	中島啓嗣
3	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 中島啓嗣 田中喜樹
4	企業1社	継続	産官	清酒製造過程から分離した微生物(乳酸菌)の選抜と新製品の開発	H24. 7. 2～H29. 3. 31	岡田俊樹
5	企業1社	継続	産官	清酒製造過程から分離した微生物(硝酸還元菌)の選抜と新製品開発	H24. 7. 2～H29. 3. 31	岡田俊樹
6	東北部工業技術センター 企業1社	継続	産官	水中放電殺菌技術の性能向上および殺菌性能・水質安全性の評価方法に関する研究	H25. 12. 12～H29. 3. 31	山本典央 安達智彦 山中仁敏 岡田俊樹
7	企業1社	継続	産官	全固体リチウムイオン二次電池の作製および評価に関する研究	H25. 7. 2～H28. 3. 31	山本典央 所敏夫 山本和弘 田中喜樹
8	東北部工業技術センター 企業1社	継続	産官	口腔粘膜貼付フィルムの開発	H26. 1. 9～H31. 3. 31	白井伸明 中島啓嗣 大山雅寿 中居直浩
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 【研究成果展開事業マッチングプランナープログラム】	H26. 11. 15～H28. 3. 31	山下誠児
10	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 東京医科歯科大学 企業1社	継続	産学官	国民病「顎関節症」の治療に最適な革新的次世代型開口訓練システムの開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H26. 9. 24～H29. 3. 10	木村昌彦 山下誠児
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～H28. 3. 31	山本典央
12	企業1社	新規	産官	シャワーキャリア「U-CLE」の実用化	H27. 10. 1～H29. 3. 31	山下誠児
13	(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3社	継続	産官	高機能薄膜製造における高粘度スラリー液用極低脈動移送ポンプの開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H27. 11～H28. 9. 30	今田琢己
14	長浜バイオ大学 東北部工業技術センター 企業2社	継続	産学官	「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) 【研究成果展開事業マッチングプランナープログラム】	H27. 12. 1～H28. 9. 30	白井伸明 岡田俊樹
15	企業1社	新規	産官	匠の技とレーザー加工機の融合による「扇骨」の新提案	H27. 12. 14～H29. 2. 28	小谷麻里
16	滋賀医科大学 東北部工業技術センター	新規	学官	新規化合物の作成によるMRI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. 3. 1～H29. 3. 31	白井伸明
17	企業2社	新規	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. 4. 1～H28. 3. 31	白井伸明 岡田俊樹

	機 関 名	区分	共 同 研 究 テ ー マ	予 定 研 究 期 間	担 当	
18	大阪産業大学 東北部工業技術センター 企業1社	継 続	産 学 官	キャピテーション低減パタフライ弁の開発	H27.4.1~H29.3.31	深尾典久
19	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業1社	新 規	産 学 官	高密度高集束水を用いたウォータージェット加工技術の高度化に関する研究開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業(補完研究)】	H27.4.1~H32.3.31	深尾典久 所敏夫 今田琢巳
20	企業1社	新 規	産 学 官	小型ゆるみ止めナットの開発に関する研究	H27.6.1~H28.3.31	柳澤研太 深尾典久 今田琢巳 岡田太郎
21	龍谷大学	新 規	学 官	スポーツ・健康器具用の小型ひずみ測定システムの開発と疲労試験機を用いた寿命予測	H27.8.1~H29.3.31	岡田太郎
22	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業1社	新 規	産 学 官	ナノカーボンファイバーを用いた電気自動車用キャパシタ電極の開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H27.9.16~H29.3.31	安達智彦 田中喜樹
23	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業1社	新 規	産 学 官	厚板小物高精度絞り部品の製造を可能とする工程独立式可変速押し込み複動機を用いた押し込み絞りプレス加工技術の確立 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H27.9.7~H30.3.31	深尾典久 岡田太郎 所敏夫 田中喜樹
24	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業1社	新 規	産 学 官	革新的巻線技術による在宅用人口呼吸器向けマイクロモータの開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H27.9.7~H30.3.31	木村昌彦 川口和弘 山本和弘
25	龍谷大学 東北部工業技術センター 企業2社	継 続	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~H29.3.31	今田琢巳
26	滋賀県立大学 東北部工業技術センター	新 規	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~H29.3.31	大山雅寿 中島啓嗣
27	京都大学	新 規	学 官	新しい食品機能性に関する研究開発	H28.4.1~H30.3.31	白井伸明
28	企業1社	新 規	産 学 官	バイオマスからの電気二重層キャパシタ用活性炭の開発 【中堅・中小企業への橋渡し研究開発促進事業】	H28.4.1~H30.3.31	田中喜樹
29	企業3社	継 続	産 学 官	ペーパーヤーンを使用した高付加価値テキスタイルの開発	H28.6.1~H29.3.31	小谷麻里
30	(独) 産業技術総合研究所、他 設試	継 続	官 官	分析技術共同研究 庵治石 (Ig loss, Si, Al, Fe, Mn)	H28.6~H28.12	中島孝 安達智彦 山本和弘 田中喜樹 三浦拓巳
31	龍谷大学 企業3社 東北部工業技術センター	新 規	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	H28.9~H31.3.31	今田琢巳
32	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 産業技術総合研究所 企業1社	新 規	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	岡田太郎
33	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 関西大学 企業1社	新 規	産 学 官	水素混合燃料焼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
34	企業1社	継 続	産 学 官	全固体電池・燃料電池向け固体電解質の交流インピーダンス測定治具・システムの開発	H26.8.10~H30.3.31	山本典央 中島孝

②外部競争的資金導入型研究開発 参加状況

	研究テーマ	研究期間	連携先	担当者
<b>経済産業省 戦略的基盤技術高度化支援事業</b>				
1	国民病「顎関節症」の治療に最適な革新的次世代型開口訓練システムの開発	H26～H28	山科精器(株)、東京医科歯科大学	木村昌彦、山下誠児
2	高機能薄膜製造における高粘度スラリー液用極低脈動移送ポンプの開発	H26～H28	ヘイシンテクノベルク(株)、兵神装備(株)、中川加工技術研究所、東北部工業技術センター	今田琢巳
3	革新的巻線技術による在宅用人工呼吸器向けマイクロモータの開発	H27～H29	草津電機(株)、ケーピーエス工業(株)、信越電線(株)	山本和弘、木村昌彦、川口和弘
4	厚板小物高精度絞り部品の製造を可能とする工程独立式可変速押し込み複動機構を用いた押し込み絞りプレス加工技術の確立	H27～H29	日伸工業(株)	所敏夫、深尾典久、岡田太郎、田中喜樹
5	ナノカーボンファイバーを用いた電気自動車用キャパシタ電極の開発	H27～H29	大木工藝(株)、京都工芸繊維大学、関西オートメ機器(株)、龍谷大学	安達智彦、田中喜樹
6	メディカルマイクロニードルパッチ製造のための微細精密加工の研究開発	H28～H30	近畿精工(株)、(株)カフィール、日本写真印刷(株)、龍谷大学、東北部工業技術センター	今田琢巳
7	水素混合燃料焚き小型高性能ボイラの開発	H28～H30	(株)ヒラカワ、関西大学、東北部工業技術センター	所敏夫
8	骨格構造に最適な大腿骨骨折治療用BHA人工股関節システムの開発および実用化	H28～H30	(株)オーミック、(国研)産業技術総合研究所	岡田太郎
9	実車環境を模擬する電動車両用台上モータ駆動システム評価装置の開発	H28～H30	スマック(株)、大阪府立大学	深尾典久
<b>JST 研究成果展開事業 スーパークラスタープログラム</b>				
10	地産地消型スマートグリッドを実現する分散型で高効率なエネルギー開発と多様化された供給システムの構築	H25～H29	滋賀県立大学、立命館大学、(株)麗光、(株)プロマティック、東北部工業技術センター	所敏夫、山本和弘、田中喜樹
<b>NEDO 中堅・中小企業への橋渡し研究開発促進事業</b>				
11	新規リチウムイオン二次電池用バインダーの開発	H28～H29	センカ(株)、東北部工業技術センター	所敏夫、中島啓嗣、田中喜樹
12	バイオマスからの電気二重層キャパシタ用活性炭の開発	H28～H29	湖北工業(株)、東北部工業技術センター	田中喜樹
<b>JST 研究成果展開事業 マッチングプランナープログラム</b>				
13	スマートフォンを光源に和紙を主材とする新型和風照明の開発	H27～H28	滋賀大学、(株)太陽	山下誠児
14	蛍光1分子測定法による簡便で迅速な微生物検出技術の開発	H27～H28	長浜バイオ大学、(株)テクノサイエンス	白井伸明、岡田俊樹
<b>JKA 機械工業振興補助事業 若手研究</b>				
15	走行中の自転車部品のひずみ測定と疲労寿命予測	H28	龍谷大学	岡田太郎

### (3) 研究発表等

#### ① 学会誌等発表

発表題名	学会誌	発表者 (連名含む)
Amyloid imaging using fluorine-19 magnetic resonance imaging ( <sup>19</sup> F-MRI).	Ageing Res Rev. 2016 Sep;30:85-94.	N. Shirai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 (連名含む)
F-methyl-curcumin-1 is a potential diagnostic and therapeutic agent for Alzheimer's disease	第57回日本神経学会学術大会	神戸国際会議場	H28. 5. 19	N. Shirai他
Application of double MR imaging to detect amyloid oligomers in the brain of APP/PS1 transgenic model mice.	Alzheimer's Association International Conference	Metro Tronto Convention Center(トロント / カナダ)	H28. 7. 24 ~28	N. Shirai他
アルミナセラミックスのMQL研削加工 ダイアモンド軸付砥石を用いた形状創成における、研削速度の影響	2016年度砥粒加工学会学術講演会 (ABTEC2016)	兵庫県立大学	H28. 9. 2	今田琢巳 他
アルミナセラミックスのMQL研削加工における、研削抵抗と工具摩耗	2016年度精密工学会春季大会学術講演会	茨城大学	H28. 9. 8	今田琢巳 他
走行中の自転車ペダルに発生するひずみの測定と疲労寿命の予測	(公社)日本材料学会 疲労部門委員会 第33回疲労シンポジウム・第1回生体・医療材料シンポジウム	赤穂ハイツ	H28. 11. 12	岡田太郎 他
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	(公社)電気化学会 電池技術委員会 第57回電池討論会	幕張メッセ国際会議場	H28. 11. 29	田中喜樹、 中島啓嗣、 所敏夫 他
固体電解質に適した交流インピーダンス測定治具および測定システムの開発2	(公社)電気化学会 電池技術委員会・第57回電池討論会	幕張メッセ国際会議場	H28. 12. 1	山本典央 他

500℃超での高精度測定が可能な交流インピーダンス測定システムの開発	(公社)電気化学会 電池技術委員会・第57回電池討論会	幕張メッセ 国際会議場	H28.12.1	山本典央 他
極小径エンドミル加工における切削現象についてー仕上げ加工における左ねじれ工具の効果ー	2017年度精密工学会春季大会学術講演会	慶応義塾大学 矢上キャンパス	H29.3.14	今田琢巳 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 (連名含む)
いまさら聞けないEMC ～似て非なる2つの試験～	(公財)かがわ産業支援財団 かがわEMC技術研究会	香川県産業頭脳化センター	H28.6.10	山本典央
信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発	産業技術連携推進会議 ナノテクノロジー・材料部会セラミックス分科会 第47回デザイン担当者会議	瀬戸蔵	H28.7.7	植西寛 高畑宏亮
超低EMIディスプレイシステムの開発、実用化および商品化	産業技術連携推進会議 知的基盤部会 第21回電磁環境分科会 第25回EMC研究会	くにびきメッセ(島根県立産業交流会館)	H28.11.10	山本典央
信楽焼に新しい機能を加えた陶器	近畿建材産業局 産官金ネットワークによる産総研・公設試の橋渡し機能強化事業 第1回公設試等シーズ発表会	マイドームおおさか	H28.11.10	高畑宏亮、 川澄一司、 西尾隆臣 他
ヤシ殻活性炭の高純度化による高付加価値化	近畿地域部会セラミックス分科会第20回窯業研究会	福井県工業技術センター	H28.11.25	安達智彦
1粒子検出による高感度迅速インフルエンザウイルス検査法の開発	滋賀県試験研究8機関発表会	琵琶湖博物館	H28.11.27	白井伸明
コモンモード・ノーマルモード切り替え出力可能なコムジェネの開発	産業技術連携推進会議 近畿地域部会情報・電子分科会 研究交流会	奈良県産業振興総合センター	H28.12.9	川口和弘

廃液からの貴金属回収を目的としたリユース可能な新規吸着材	近畿建材産業局 産官金ネットワークによる産総研・公設試の橋渡し機能強化事業 第2回公設試等シーズ発表会	大阪府立男女共同参画・青少年センター	H29. 1. 20	中島啓嗣
3D3 プロジェクトへの取組（地域課題）	国立研究開発法人産業技術総合研究所・産総研地域連携戦略予算プロジェクト「3D計測エポリユーション」	産業技術総合研究所つくばセンター	H29. 3. 6-7	深尾典久, 山下誠児, 今田琢巳 他

#### ④ その他職員派遣

派遣先	講座名等	年月日	派遣者
大阪国税局	平成28年度 全国市販酒類調査における品質評価	H29. 2. 16	岡田俊樹
滋賀県酒造組合	新酒きき酒評価会	H29. 3. 14	岡田俊樹
大阪国税局	平成28年度 大阪国税局新酒研究会	H29. 3. 16	岡田俊樹

<表彰>

岡田太郎：第33回疲労シンポジウム・第1回生体・医療材料シンポジウム 優秀研究発表賞

(表彰式 H29. 3. 10)

#### (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

水生植物からのセルロースナノファイバー創製と複合材料化に関する研究

大山 雅寿

匠の技とレーザー加工機による「扇骨」の新提案

小谷 麻理

###### ・研究終了

低膨張セラミックスの研究

三浦拓巳 坂山邦彦 中島孝

開催日	平成28年7月27日（水）滋賀県庁東館 2A会議室
委員 (敬称略)	山口 知之 商工観光労働部・次長 月瀬 寛二 商工観光労働部・技監 浅見 裕見子 商工政策課・課長 富家 信次 モノづくり振興課・課長 小川 栄司 モノづくり振興課・参事 横井川正美 工業技術総合センター・参事 山中 仁敏 工業技術総合センター・参事 阿部 弘幸 東北部工業技術センター・所長 松本 正 東北部工業技術センター・参事

##### ② 外部評価委員会

###### ・研究企画

水生植物からのセルロースナノファイバー創製と複合材料化に関する研究

大山 雅寿

###### ・研究終了

低膨張セラミックスの研究

三浦拓巳 坂山邦彦 中島孝

開催日	平成28年10月4日（火）滋賀県庁東館 2A会議室
委員 (敬称略)	栗田 裕 滋賀県立大学 工学部機械システム工学科教授（機械） 和田 隆博 龍谷大学 理工学部物質化学科教授（無機化学） 亀井 且有 立命館大学 情報理工学部知能情報学科教授（情報） 石川 泰史 成安造形大学 空間デザイン領域教授（プロダクトデザイン） 石川 一彦 産業技術総合研究所関西産学官連携センター 連携主幹 西村 清司 高橋金属(株) 執行役員 商品企画部長 林 義夫 (株)ヒラカワ 常務取締役 中村 吉紀 滋賀県産業支援プラザ 常務理事

外部評価委員会で出された指導改善事項、総評について以下に示します。

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・・・研究企画

- ①基礎研究としての意義は高いと思います。
- ②水生植物のCNF化による高付加価値が期待されます。本研究の目標と3つの実施項目の展開について挑戦し頑張ってください。
- ③県として、水生植物処理は大きな問題で有ることは、理解している。そういった意味で、何とか解決して行かねばならない事は大いに理解しているので、期待はしている。  
その用途として、時代を考えての物になっているように思うが、もう少し身近な、我々の身の回りにあるものへの展開を検討した方が、容易に適用されるのではないだろうか。自動車、飛行機となると採用の基準も高度化となってしまうような気がする。
- ④CNF原料としての水生植物について、メリットと合わせてデメリットについても説明が望まれる。
- ⑤CNFの複合化の研究は、水生植物原料であることとは分けて考えることもできる。CNFの化学修飾や改質は競争の激しい分野でもあるので、研究効率の観点からも大学等との共同研究を検討されることが望まれる。

低膨張セラミックスの研究・・・研究終了

- ①低膨張セラミックス素地において、低膨張性と比較的吸水性の少ない素地改良ができた点は素晴らしいと感じる。成形性と焼成時の軟化変形については少し残念であると感じる。
- ②耐熱フィルターの試験結果の話があったが、これなど面白いと思う。どのような所へ利用されるか、調査すればもっと利用価値があるのではないだろうか。
- ③研究の成果が地域の企業群に利活用されるよう引き続き努力されることが望まれる。
- ④本研究の独自性、新規性については、窯業（セラミックス）技術分野全体における位置づけについても説明があるとよかった。
- ⑤特許についての検討はもう少し早い段階から始めることが望まれる。

## (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28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。

#### [主催事業]

月日	事業名	事業内容	参加者	会場
5月23日	第101回運営委員会	議題：27年度事業・決算報告(案)、28年度事業計画・予算(案)、役員の変更について、上半期事業について	20名	当センター
	平成28年度総会 第88回例会 (講演会)	内容：27年度事業・決算報告(案)、28年度事業計画・予算(案)、役員の変更等 講演：「新規な熱膨張耐火材料」 積水化学工業株式会社 高機能プラスチックカンパニー 開発研究所 開発管理部長 沼田憲男氏 「セラミックスの加工法についてー粉体の成形法と焼成品の研削加工を中心にー」 株式会社三友 代表取締役 北村治雄氏 「センターの新装置の紹介」 顕微ラマン分光装置、高速X線回折装置 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 21名 例会 27名	当センター
7月12日	第72回研修会★ (企業見学会)	見学会：(株)ダイフク 日に新た館 マテリアルハンドリングシステム・機器を展示する総合展示場 東洋化学(株) 医薬品・医療機器・医薬部外品等の製造など	15名	見学先
9月27日	第102回運営委員会	内容：28年度上半期事業報告・下半期事業計画	18名	龍谷大学
	第89回例会 (技術セミナー)	内容：「振動分光(赤外、ラマン) および固体NMRの基礎および高分子材料解析への応用」 龍谷大学理工学部物質化学科 教授 中沖 隆彦氏	36名	
10月25日	第73回研修会 (技術研修)	内容：センター新規導入機器(顕微ラマン分光装置)の原理と実用事例の紹介および実習 ナノフoton株式会社 山中 貴裕氏	3名	当センター
11月24日 ～25日	第29回FC関連団体 交流会議	内容：関係団体の活動状況と地域賞の表彰 特別講演：(株)ニッカトー 大西 宏司氏 見学先：・(地独)大阪府立産業技術総合研究所 ・中超住江デバイス・テクノロジー株式会社0 ・日立造船株式会社 堺工場 Hitz防災ソリューションラボラトリー	運営委員長	(地独)大阪府立産業技術総合研究所
1月24日	第74回研修会★ (企業見学会)	見学先： (1)京都機械工具(株)ものづくり技術館 自動車・一般特殊工具 (2)松栄堂 長岡京工場 お香の老舗 (3)(株)村田製作所 長岡事業所内 電子部品の技術開発等	17名	見学先
3月27日	第103回運営委員会	議題：28年度事業について、次年度事業について 等	18名	龍谷大学

★共催事業(デザインフォーラム SHIGA)への開放事業

## 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28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19日	平成28年度総会 第1回品質工学特別講演会 (兼 第262回定例会)	平成27年度事業&決算報告、監査報告 平成28年度事業計画、予算、役員会員異動 講演会：講師・芝野 広志氏（TM実践塾代表） 『機能性評価とパラメータ設計-成功のポイント』	17名 計36名 (滋賀16名)	センター
5月17日	QE相談会 第263回定例会	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、グループ討議	3名 8名	センター
5月18日	品質工学入門集中講座	『品質工学概論』	16名	東北部工業技術センター
5月25日	品質工学入集中門講座	『パラメータ設計の基礎』	17名	東北部工業技術センター
6月21日	第264回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、グループ討議	20名	センター
7月19日	第265回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、グループ討議	12名	センター
8月5日	四研究会合同研究会 (兼 第266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20日	QE相談会 第267回定例会	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、グループ討議	3名 14名	センター
10月6日	品質工学シンポジウム 2016in おおさか (兼 第268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95名 (滋賀22名)	エル・おおさか（大阪市）
11月15日	第269回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、グループ討議	19名	センター
12月20日	第270回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、グループ討議	15名	センター
1月17日	第271回定例会および 第2回品質工学特別講演会	会員企業の取り組み等紹介事例 講演会「エネルギー比型SN比」について 講師：鶴田 明三氏（株式会社ジェダイト）	20名	センター
2月21日	第272回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議	14名	センター
3月21日	第273回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議	14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14名、法人会員3社の計17名となっています。

#### <活動内容>

平成28年度は以下の活動を行いました。

開催日	内容	参加者	場所
6月17日	・第1回運営委員会 総会開催、見学研修事業、3Dプリンタ活用推進について検討しました。	3名	工業技術総合センター
8月6日	<ul style="list-style-type: none"> <li>・見学会 (オプション)</li> <li>・例会 (総会)</li> </ul> 	6名	かばた
		6名	高島市観光物産プラザ (高島市)
9月10日	<ul style="list-style-type: none"> <li>・見学会</li> <li>・交流会</li> </ul>	5名	阿蔵 (高島市)
		3名	国立博物館、京都府立植物園 (京都市)
10月15日	 <ul style="list-style-type: none"> <li>・見学会 (オプション)</li> <li>・交流会</li> </ul>	5名	in THE GREEN (京都市)
		6名	京都迎賓館
11月5日	 <ul style="list-style-type: none"> <li>・見学会</li> <li>・交流会</li> </ul>	6名	淡路夢舞台
		6名	明石市内

#### 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28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27日	第32回 運営企画委員会	平成27年度事業と決算報告および 平成28年度事業計画、予算案作成等	6名	センター
6月7日	第64回例会	勉強会の開催 研修テーマ：「オゾン発生装置による 蔵の殺菌について」 講師：株式会社IHIシバウラ 研 究員 宮下剛氏 研修テーマ：「迅速アルコール測定システムについて」 講師：京都電子工業株式会社 研究員 松岡武志氏	23名	センター
6月7日	平成27年度 総会 (第16回)	平成27年度事業・会計報告、 平成28年度事業・予算計画、役員の改正等	22名	センター
8月5日	第65回例会	勉強会の開催 研修テーマ：「酒づくりの注意点につ いて」 講師：大阪国税局 主任鑑定官 岩田知子氏	27名	コラボしが
9月4日	第10回滋賀地酒の祭典	一般参加による滋賀の地酒のきき酒（評価）会を開催 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
10月1日	第10回滋賀地酒の祭典	一般参加による滋賀の地酒のきき酒と需要促進ピーア ールイベント等を開催 滋賀県酒造組合主催、滋賀県酒造技術研究会主幹	37名 一般参加	大津市
1月10日	臨時運営企画委員会	酒造技術における技術的課題に係わる工業セ ンター施設の利用について	9名	センター
2月	第33回 運営企画委員会	平成28酒造年度新酒きき酒会の開催につい て協議、平成29年度事業計画、役員の改正等		ネット開催
3月14日	新酒きき酒会 (第66回例会)	平成28酒造年度新酒きき酒評価会開催	89名	大津市

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

## ⑤屋上緑化用陶製品開発研究会

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、大きな市場が見込まれています。そこで信楽焼をはじめ、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。研究会では、屋上緑化に求められる陶磁器製品を開発することにより、産地業界の活性化と県内の環境関連産業の競争力の向上に寄与することを目的とし情報交換、講演会、見学会、製品開発等を行っています。

これまでの実績としては、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」の施工においても研究会メンバー3社の製品が採用されています。

○会員数：企業14・大学1・公設試1

平成27年度より屋上緑化用陶製品開発研究会の今後の新たな事業として、東京農業大学名誉教授 近藤三雄氏の指導の下、信楽焼における坪庭用陶製品の開発を進めています。平成28年度においては、信楽窯業技術試験場が実施する海外展開技術支援事業「信楽坪庭」の開発に研究会メンバー10社が参加しています。

また、横浜で開催された2016フラワー&ガーデンショウには、3社の製品が展示され造園関係企業より良好な評価を得ることができました。

### ○研究会参加企業の出展製品

照明器具3点・床タイル36枚  
水鉢・傘立・置物



目黒区役所屋上庭園



首都高速大橋グリーンジャンクション  
屋上庭園



## ⑥TEIBAN商品開発研究会

本研究会は平成28年6月、信楽焼産地および関連業界の定番商品を開発するために、会員相互の研究、技術交流、技術情報の交換ならびに講演会、勉強会および見学会等を行うことにより信楽焼産地および関連業界の振興、発展に寄与することを目的として信楽陶器工業協同組合を中心に設立しました。

今年度、専門家の指導のもとブランド構築のブラッシュアップミーティングを重ね、都市部のファンを獲得するため、東京都新宿区「リビングデザインセンターOZONE」で展示会を開催しました。

この展示は、年1回の開催で即興の展示になるため、事業者の個性的なスタイルを確立するには時間がかかる。そこで身近なところに店舗をイメージできる空間があれば、空間づくりを十分に模索して繰り返しブラッシュアップする事が可能になるということで、シンプルな空間をイメージできる、当場の一室を店舗に見立てた、会員らによる空間づくりの実験の場として「nest滋賀」が誕生しました。ここでの実験により、空間のしつらえをどのようにするか、また何を置くかなどをブラッシュアップすることで、事業者の個性的なスタイルの確立を加速させることを目的としています。



## (6) 産業財産権

平成28年度末現在の保有状況は次のとおりです。

特許権 20件（内、平成28年度中新規登録件数 3件）

名称	登録日	登録番号	発明者	備考
栗東				
1 締結具	H22. 12. 10	4639291	藤井利徳、月瀬寛二、他	
2 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	
3 リグノセルロース分解作用を有する白色腐朽菌及びその利用	H23. 8. 5	4793781	白井伸明、岡田俊樹、他	H29. 8. 5放棄
4 ポリマーブレンドを含んでなる液中物質捕集材料	H24. 4. 27	4981671	中島啓嗣、他	
5 掲示具	H24. 10. 26	5114613	野上雅彦、他	
6 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	
7 生分解性エラストマー及びその製造方法	H25. 5. 10	5263471	平尾浩一、山中仁敏、那須喜一、他	
8 柔軟性に富む生分解性材料とその製造方法	H25. 9. 20	5366068	平尾浩一、山中仁敏、那須喜一、他	
9 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	
10 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	
11 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	
12 曲げ変形を受ける対象物に貼付して用いる貼付材用フィルム	H28. 9. 23	6009777	平尾浩一、那須喜一、他	
13 曲げ変形を受ける対象物に被覆して用いる被覆材用複合フィルム	H28. 11. 25	6045892	平尾浩一、那須喜一、他	
14 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	
信楽				
15 電磁波吸収体及びその製造方法	H15. 7. 4	3448012	宮代雅夫*、他	
16 持続的泡模様を液面に形成する容器	H16. 8. 13	3584976	中島孝、高畑宏亮、高井隆三*、他	
17 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	
18 水琴窟装置	H22. 5. 21	4514129	西尾隆臣	
19 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*	
20 透光性陶磁器用練り土および透光性陶磁器	H25. 8. 30	5352035	川澄一司	

\*は元職員

商標権 1件

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

特許出願中の件数 3件（内、平成28年度中新規出願件数 1件）

発明の名称	出願日	出願番号	発明者	備考
栗東				
1	測定システムおよび測定方法	H27. 9. 2	173223	山本典央、平野真、他
2	リチウムイオン二次電池負極用バインダー、リチウムイオン二次電池負極用スラリー組成物、リチウムイオン二次電池負極及びリチウムイオン二次電池	H27. 11. 5	217331	田中喜樹、所敏夫、中島啓嗣、他
3	神経難病の画像診断薬及び体外診断薬	H29. 3. 10	046350	白井伸明、平尾浩一、他

特許権の実施許諾 17件（内、平成28年度中新規契約件数 1件）

発明の名称	契約者数	実施料	備考
栗東			
1	締結具	1	5,443円
2	揭示具	1	5,179円
信楽			
3	持続的泡模様を液面に形成する容器	3	615円
4	セラミックス多孔質体	1	46,656円
5	水琴窟装置	1	4,309円
6	多孔表面陶磁器	2	15,391円
7	透光性陶磁器用練り土及び透光性陶磁器	8	90,997円
計		17	168,590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
新しい食品機能性について	京都大学大学院 農学研究科	H28. 4～H29. 3 (週1日)	白井 伸明

### 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
危険物取扱者保安講習	滋賀県防火保安協会	H28. 7. 13	岡田 俊樹
公設試研究者研修会	産業技術連携推進 会議近畿地方部会	H28. 10. 7	田中 喜樹
地域ブランド戦略による地域活性化(2)	中小企業大学校	H28. 11. 16～11. 18	植西 寛
公設試験研究機関研究職員研修(座学)	中小企業大学校	H29. 1. 10～1. 13	岡田 太郎
公設試験研究機関研究職員研修(現場実習)	中小企業大学校	H29. 1. 16～1. 20	中島 啓嗣

## (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
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29日	月瀬
		10月12日	月瀬 山中
技術開発室入居審査会	モノづくり振興課	11月14日 3月22日	月瀬
部内研究評価委員会	モノづくり振興課	7月27日	月瀬 横井川 山中
外部研究評価委員会	モノづくり振興課	10月 4日	月瀬
滋賀発成長産業発掘・育成事業企画・運営業務 公募型プロポーザル審査会	モノづくり振興課	5月27日	月瀬
近江の地場産業および近江の地場製品の振興に 関する実態調査プロポーザル審査会	モノづくり振興課	6月27日	月瀬
産業立地促進助成金等交付審査会	企業誘致推進室	6月30日 9月 1日 11月24日 12月26日 2月14日	月瀬
異業種連携イノベーション創出支援事業補助金審査会	商工政策課	6月23日	月瀬
経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	5月26日	山中
		7月26日	月瀬
		9月14日	
		10月20日	
		11月15日	
		1月31日	
3月23日			
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20日	月瀬
民間事業者省エネ・ピーク対策設備導入加速化事 業補助金交付審査	エネルギー政策課	7月25日	月瀬

滋賀県産業廃棄物減量化支援事業費補助金審査会	循環社会推進課	11月11日	山中
低炭素社会づくり賞表彰候補調査委員会	温暖化対策課	1月26日	月瀬
中小企業知的財産戦略支援事業選考委員会	産業支援プラザ	7月 8日	月瀬
高度専門人材確保支援事業審査会 新規事業展開トライアル支援事業審査会	産業支援プラザ	7月20日	月瀬
県立テクノファクトリー入居審査会	産業支援プラザ	1月16日	山中
ものづくり・商業・サービス新展開支援補助金地域採択審査委員会	中小企業団体中央会	5月16日	月瀬
地場産業支援補助金審査会	中小企業団体中央会	5月17日	月瀬
全国少年少女チャレンジ創造コンテスト滋賀地区大会審査会	滋賀県発明協会	8月26日	小谷 岡田太 山内
滋賀県発明くふう展備審査会 滋賀県未来の科学の夢絵画展予備審査会	滋賀県発明協会	9月26日	山下 小谷 山内
滋賀県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	滋賀県発明協会	9月27日	月瀬
滋賀県福祉用具センター運営委員会	滋賀県社会福祉協議会	2月17日	山下

## 4. 人材育成事業

### (1) 窯業技術者養成事業

本事業は、県内窯業技術の振興を図り、陶器業界の経営改善に資するために必要な窯業技術者の養成を目的とします。これまでに527名（練習生を含む）の研修生が県内窯業関連業者に就業し、企業の中核的人材として活躍しています。

#### ○平成28年度研修生選考について

平成27年11月6日	平成24年度滋賀県窯業技術者養成研修実施公告
平成28年 1月12日～1月29日	願書受付
2月 4日	選考試験
2月18日	選考委員会
3月1日	合格通知発送

平成28年度は、9名の応募があり9名が受験し試験の結果7名を合格としました。研修については、1名が途中辞退し、6名が研修を修了しました。

研修生氏名	研修科目	修了後の進路
飯田 萌子	小物ロクロ成形	平成29年度研修生
川口 知枝	小物ロクロ成形	県内製陶業
戸田 歩	小物ロクロ成形	県内製陶業
中尾 浩揮	小物ロクロ成形	平成29年度研修生
水杉 幹治	小物ロクロ成形	平成29年度研修生
野口 功嗣	デザイン	県内製陶業

#### 研修生の進路状況

6名中3名が産地内で製陶業社に就職し、3名は当試験場における研修を受講しています。

(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	分光分析（赤外・ラマン）装置による 樹脂材料の熱処理効果の測定評価	龍谷大学 理工学部 3 回生	H28. 8. 29 ～H28. 9. 9
	金属材料の各種材料試験機（引張・ひ ずみ・硬さ等）による特性評価	龍谷大学 理工学部 3 回生	H28. 8. 29 ～H28. 9. 9
信 楽	低熱膨張セラミック素地の調合試験 （成形性試験）	龍谷大学 理工学部 3 回生	H28. 8. 29 ～H28. 9. 9
	低熱膨張セラミック素地の調合試験 （特性評価試験）	龍谷大学 理工学部 3 回生	H28. 8. 29 ～H28. 9. 9

### (3) 信楽窯業技術試験場研修生OB会

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

今年度も甲賀市の協力のもと7月9日から8月2日までの期間、甲賀市信楽伝統産業会館にて作品展を開催しました。出展者25名、32作品のオブジェや器、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活かしています。

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



作品展の様子



小学生への指導の様子

## 5. 情報提供等

### (1) 刊行物の発行

#### ① 技術情報誌

『テクノネットワーク』

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

号 数	発 行 月	発行部数
1 1 6	平成 2 8 年 7 月	2, 0 0 0 部
1 1 7	平成 2 8 年 1 0 月	2, 0 0 0 部
1 1 8	平成 2 9 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 1	平成 2 9 年 3 月	1, 0 0 0 部

#### ② 業務報告書

平成 2 7 年度の工業技術総合センター業務活動の年報として、第 3 0 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 0	平成 2 8 年 1 2 月	6 5 0 部

## (2) 研究成果報告会

### ① 栗東

センター「一般公開」の一環として、平成27年度に取り組んできた研究成果について、県内企業の方々に広く知っていただくとともに、新たな連携を図るため報告会を開催しました。

日 時：平成28年11月18日（金） 10：00－11：45  
場 所：滋賀県工業技術総合センター 2階 大研修室  
参加者：14名

#### ○研究発表

- (1) 流体解析によるバルブキャビテーション低減性能の評価  
機械システム係 主任専門員 深尾典久
- (2) 和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究  
電子システム係 専門員 山下誠児
- (3) 薄膜形状の緑色発光体および粉末赤色蛍光材料原料の創製  
セラミック材料係 主査 山本和弘
- (4) 清酒製造における酒母（しゅぼ）の安定製造法の開発  
有機材料係 専門員 岡田俊樹
- (5) 低膨張セラミックスの開発研究  
セラミック材料係 主任技師 三浦拓巳
- (6) 信楽焼の特性を活かした坪庭用資材の開発  
陶磁器デザイン係 主任主査 高畑宏亮

### ② 信楽

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

日 時：平成29年3月3日（金） 13：30～15：45  
場 所：信楽窯業技術試験場 2階会議室  
参加者：23名（18社）

#### ○技術講演

「新商品コンセプト創出の方法論」  
滋賀大学 社会連携研究センター 山本 卓 客員教授

#### ○研究報告

「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 主任専門員 西尾 隆臣

#### ○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 主査 安達 智彦

#### ○事業紹介

「しが新事業応援ファンド助成金ほか」  
滋賀県産業支援プラザ 参与 長谷川 正幸 氏

### (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 2016」

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。また、この作品展によって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 10 機関

#### ○ 会期・会場

本 展 平成 28 年 7 月 7 日～11 日 瀬戸蔵 (瀬戸市)

岐阜展 平成 28 年 10 月 8 日～11 日 セラミックパーク MINO (多治見市)



信楽窯業技術試験場出展作品

#### (4) ホームページによる情報提供

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

#### (5) 産業支援情報メール配送サービス

当センター、東北部工業技術センター、(公財)滋賀県産業支援プラザ、(一社)滋賀県発明協会および商工観光労働部内の関係3課が共同で、平成12年8月からサービスを開始しています。従来から県内の企業に対しては、技術情報誌やダイレクトメールにより各種の情報を届けていましたが、このサービスはこれまでの方法と並行して、セミナー・研修および講習会などのイベント情報や、産業振興施策に関する情報を、予め登録されたメール配送希望者に電子メールでタイムリーに届けるサービスです。随時登録を受け付け、平成29年3月末の登録数は1,177件となっています。

#### (6) 工業技術情報資料等の収集・提供

工業技術に関する図書、雑誌および資料を備えています。

日本工業規格(JIS)を公開しています。

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

#### (7) センター一般公開の開催

センターが保有する設備や技術を県内企業の方や一般の方々に、広く知っていただくことを目的に、平成20年度よりセンター一般公開を開催しています。平成28年度は、海外輸出(国際規格対応)に役立つセミナー2題、それに関連した保有機器の見学ツアーを2ルート企画し、開催しました。

また、センターが取り組んできた平成27年度の研究成果について、県内企業の方々に広く知っていただき、新たな連携を図るため、研究成果報告会を同日開催しました。

開 催 日 参加者 (のべ人数)	内 容
H28年11月18日 53名	○研究成果報告会 ○海外輸出に役立つセミナー ○センター見学ツアー

## (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28年度の見学者数は延べ200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
独立行政法人国際協力機構 (JICA)	1 6	H28. 9. 13
小谷部市商工会議所	2 2	H28. 10. 21
近畿経済産業局地域経済部	4	H29. 2. 17
合 計	4 2	

〈信 楽〉

所 属	見学者数(名)	見学日
信楽高校	7	H28. 5. 25
県議会議員	2	H28. 7. 27
滋賀県立大学人間文化学部生活文化学科	3 0	H28. 9. 29
甲賀市立信楽小学校 六年生	5 4	H28. 12. 12
甲賀市立雲井小学校 四年生	2 0	H29. 2. 14
甲賀市立信楽小学校 三年生	4 5	H29. 2. 23
合 計	1 5 8	

(9) 報道関係機関への資料提供

媒体	日付	掲載紙等	内容
テレビ	2016/4/2	テレビ朝日	東京応援宣言 和紙素材ジャケット 実は、素材に秘密があるんです・・・！
	2016/5/1	NHK	おうみ630 信楽焼で使用している大物用素材の説明
	2016/5/2	NHK	ニュースホット関西 信楽焼で使用している大物用素材の説明
	2016/5/31	NHK	NHKBS プレミアム 信楽焼の特徴や性質についての実験と観察
	2016/5/31	読売テレビ	「す・またん ZIP」 紙素材ジャケットの紹介
	2016/6/2	NHK	NHK おはよう日本 信楽焼で使用している大物用素材の説明
	2016/6/24	毎日放送	Voice 戦中の陶器製地雷について
	2016/7/21	NHK	ペーパーヤーンの研究開発
	2016/9/9	NHK	ニュースほっと関西 伝統生かし 企業再生 和紙素材ジャケット
	2016/9/16	NHK	陶芸館ギャラリー アート&デザイン×信楽 「信楽透土がプロダクト製品になる…あかりのデザイナー 落合勉」展示会 について
	2016/9/16	NHK	陶芸館ギャラリー アート&デザイン×信楽 「信楽透土がプロダクト製品になる…あかりのデザイナー 落合勉」展示会 について
	2016/9/21	NHK	陶芸館ギャラリー アート&デザイン×信楽 「信楽透土がプロダクト製品になる…あかりのデザイナー 落合勉」展示会 について
	2017/3/20	テレビ東京系	歴史の道 歩き旅 歴史の道 歩き旅 伊賀～彦根
ラジオ	2016/9/21	NHK	陶芸館ギャラリー アート&デザイン×信楽 「信楽透土がプロダクト製品になる…あかりのデザイナー 落合勉」展示会 について

媒体	日付	掲載紙等	内容
新聞	2016/5/1	織研新聞	ペーパーヤーンを使用した高付加価値織物素材の試作と物性評価に関する研究に係る成果
	2016/5/2	日本経済新聞	電気不要の加湿器
	2016/5/26	電子デバイス工業新聞	産官学のフューチャープランセンターの事業紹介
	2016/7/7	毎日新聞	信楽焼の陶器風呂 人気
	2016/8/3	日刊工業新聞	モノづくり技術人材育成事業(セミナー、講習会、実習)年間計画 第1回セミナー「最新金属材料の科学と金属トラブル解決の実際」の開催
	2016/9/16	京都新聞	光通す陶器 信楽の新たな道
	2016/10/12	日刊工業新聞	公設試が研究発表 関西広域連合
	2016/10/21	中日新聞	関西広域連合の研究機関が発表
	2016/11/22	京都新聞	栗東に日本酒試験設備 滋賀県議会に予算案
	2017/1/3	京都新聞	合格切符デザイナー新 信楽高原鉄道
	2017/1/5	読売新聞	絵馬形の切符 信楽高原鉄道
	2017/1/10	読売新聞	買うエコ大賞 信楽焼加湿器
	2017/3/15	京都新聞	近江の新酒 出来評価
専門誌	2016/5/1	グリーン情報	信楽坪庭の海外展開 新たな緑花ビジネス「信楽坪庭」の展開と可能性
	2016/5/21	セラミックスジャパン	セラミックスジャパン展 信楽焼の収蔵品が収録
	2016/9/1	グリーンニュース	グリーン考現学(30) 新たな造園ビジネス「信楽坪庭」の提唱 ー伝統的技芸の坪庭と焼き物の融合ー
	2016/9/6	第3回信楽まちなか芸術祭公式ガイドブック	第3回信楽まちなか芸術祭公式ガイドブック
	2016/9/15	INDUSTRIAL ART NEWS + 産業工芸研究	「滋賀小紋」柄の開発と支援事例
	2017/1/1	湖国と文化	湖国と文化 平成29年1月 特集 滋賀の地酒

媒体	日付	掲載紙等	内容
ネット	2016/6/24	NHK	「とと姉ちゃん」紹介コーナー「昔生活ページ」 昭和初期の汽車土瓶
	2016/11/22	NHK	NHK滋賀県のニュース 博物館改装などに補正予算案
	2017/1/3	京都新聞	滋賀ニュース 合格切符デザイナー新 信楽高原鉄道

## 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、たくましい経済県づくりを県政の柱に、活力に満ちた新産業の創出支援に取り組んでいますが、その一環として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を促進するため、平成11年2月に当センターに企業化支援棟を設置しました。

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28年度の入居率は、75.0%で、延べ3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 <sup>2</sup> (1000kgf/m <sup>2</sup> )
	2階 4.9kN/m <sup>2</sup> (500kgf/m <sup>2</sup> )

#### 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 <sup>2</sup>	92,310円
4号室	2階	51m <sup>2</sup>	92,310円
5号室		50m <sup>2</sup>	90,500円
6号室		50m <sup>2</sup>	90,500円

(平成29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	8
	草津市	3
	守山市	6
	野洲市	2
	栗東市	4
甲賀地域	甲賀市	3
	湖南市	4
東近江地域	東近江市	3
	近江八幡市	3
	日野町	1
湖東地域	彦根市	1
	愛荘町	1
	甲良町	1
	多賀町	1
湖北・高島地域	高島市	1
合計		42

### (3) 平成28年 信楽焼生産実態調査結果

2017年2月2日

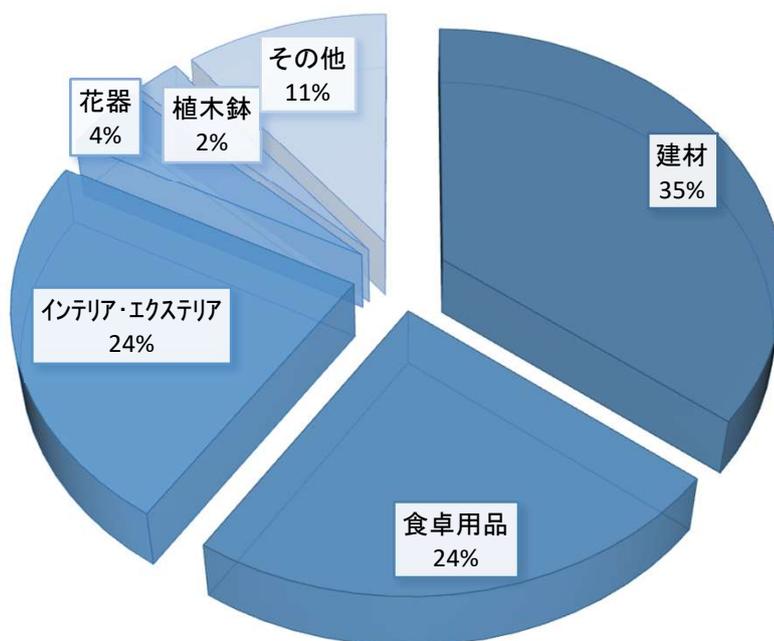
調査:信楽陶器工業協同組合

対象期間:平成28(2016)年1~12月 調査対象:信楽陶器工業協同組合員

集計:信楽窯業技術試験場

生産額 (万円)	平成27年	平成28年	前年比(%)
	349,059	347,191	99.5
調査回収企業数	77	76	98.7
調査対象企業数	79	80	101.3
回収率	97.5%	95.0%	97.5

品目 (万円)	平成27年	平成28年	前年比(%)
建材	144,887	123,128	85.0
食卓用品	76,270	82,780	108.5
インテリア・エクステリア	86,489	81,576	94.3
花器	14,392	14,691	102.1
植木鉢	9,061	8,276	91.3
その他	17,960	36,740	204.6



#### 従業員数(人)

	平成27年	平成28年	前年比(%)
男	254	266	104.7
女	94	106	112.8
パート・その他	115	114	99.1
計	463	486	105.0

#### 窯の種類・数(基)

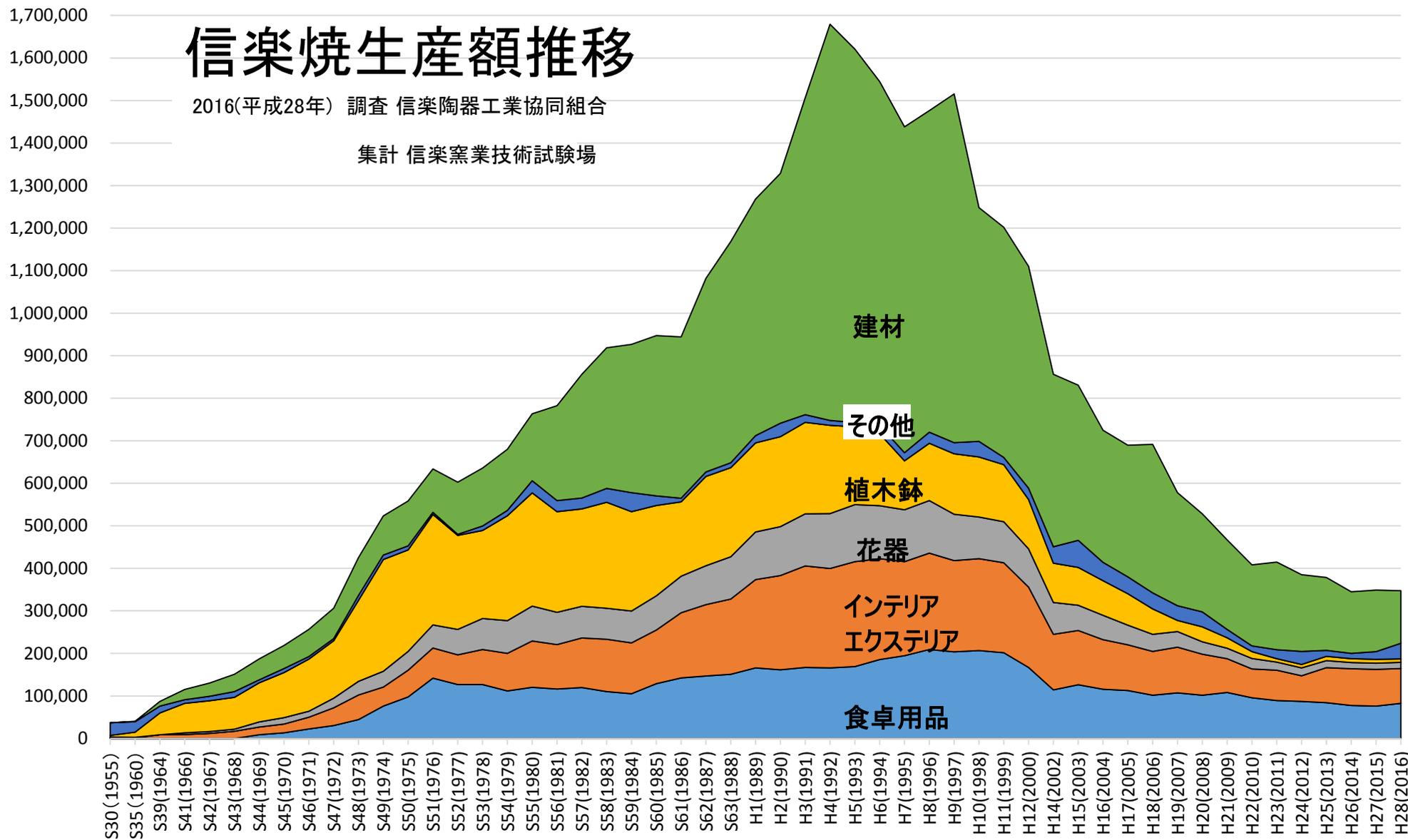
	平成27年	平成28年	前年比(%)
ガス	158	149	94.3
電気	47	45	95.7
灯・重油単	9	10	111.1
トンネル	3	3	100.0
穴窯	23	23	100.0
登窯	4	4	100.0
計	244	234	95.9

(万円)

# 信楽焼生産額推移

2016(平成28年) 調査 信楽陶器工業協同組合

集計 信楽窯業技術試験場



# 平成28年度 研究報告

# 平成28年度研究報告一覧

No	研究内容	報告者	頁
1	流体解析によるキャビテーション低減バルブ設計手法の開発 (第1報)	深尾典久	77
2	スポーツ・健康器具用の小型ひずみ測定システムの開発と疲労試験機を用いた寿命予測 (第2報)	岡田太郎	83
3	CAEを用いたゆるみ止めナットのワッシャ形状最適化に関する研究 (第1報) - 解析環境の構築 -	柳澤研太 深尾典久 今田琢巳 岡田太郎	87
4	固体電解質のインピーダンス測定に関する研究 (第1報) - 全固体リチウムイオン二次電池用硫化物系固体電解質に適したインピーダンス測定治具の開発 -	山本典央	90
5	固体電解質のインピーダンス測定に関する研究 (第2報) - 全固体リチウムイオン二次電池用硫化物系固体電解質に適したインピーダンス測定システムの開発 -	山本典央	94
6	固体電解質のインピーダンス測定に関する研究 (第3報) - 固体電解質に適したインピーダンス測定システムの実用化に向けた改良 -	山本典央	98
7	EMC試験における基準信号発生器の開発	川口和弘 山本典央	103
8	和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究 (第3報)	山下誠児	106
9	非酸化セラミックスの合成とその応用に関する研究 - 還元法による非酸化セラミックスの合成 -	中島孝	109
10	液相合成法による機能性無機顔料の研究 (第2報) - 錯体重合法によるPr-ZrSiO <sub>4</sub> 顔料粉末の合成 -	前川 昭	113
11	電極の密着強度評価方法の確立 - 新規リチウムイオン二次電池用バインダーの開発 -	田中喜樹 所 敏夫 中島啓嗣	117
12	超高感度蛍光検出法の応用技術開発 (第1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	120
13	清酒製造における酒母 (しゅぼ) の安定製造法の開発 - 乳酸菌を用いた高温糖化酒母の検討 -	岡田俊樹	124
14	生体組織接着性を有する医療用有機複合材料の開発 (第2報)	中島啓嗣	127

15	信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発（第2報）	西尾隆臣 川澄一司 高畑宏亮 山内美香 植西 寛 宮本ルリ子	131
16	薪窯の窯変に関する研究（第1報）	川澄一司	134
17	炭素材料の高純度化に関する研究（第2報）	安達智彦 山本和弘	138
18	海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発（第1報） －信楽焼陶土の分析と原料構成の変化－	安達智彦 山本和弘 三浦拓巳 川澄一司	144
19	多孔質吸着材料の合成に関する研究	三浦拓巳	149

# 流体解析によるキャビテーション低減バルブ設計手法の開発

## (第1報)

深尾 典久\*  
FUKAO Norihisa

井上 栄一\*\*  
INOUE Eiichi

橋岡 由男\*\*\*  
HASHIOKA Yoshio

掛川 光彦\*\*\*  
KAKEGAWA Mitsuhiko

千野 一広\*\*\*  
CHINO Kazuhiro

小川 和彦\*\*\*\*  
OGAWA Kazuhiko

**要旨** バルブを用いて流量を絞った際に発生するキャビテーションによる破壊を防止するため従来から、キャビテーションの発生を抑制する弁体の開発が行われている。その過程では、形状の異なる多くの試作に対して実流実験を行う必要があり、その時間・コストの削減が課題となる。本研究ではこの問題に対処するため、流体解析を用いて試作・実験の回数を大幅に削減する新しい評価法を提案するとともに、バタフライ弁を用いた解析結果を示すことで提案する手法の有効性を確認する。本年度は、キャビテーション定量化の手法を提案し、実験及び解析によりその効果を確認した。

## 1 はじめに

バルブを調整弁として利用する場合、低開度での使用時に発生するキャビテーションは、振動や騒音ばかりでなくエロージョン（壊食）による破壊の原因となる。したがって、キャビテーションの抑制はバルブにおける重要な課題となっている。

これについて、東北部工業技術センターの前身である滋賀県立機械金属指導所では、昭和63年度から平成7年度に実施した「彦根バルブの性能向上に関する技術会議」において地場企業と共同で低キャビテーションバルブの開発研究に取り組み、数社で製品化を行った<sup>1)</sup>。

その後もさらなる性能向上と低コスト化が求められており、現在でもキャビテーション対策は重要な課題である<sup>2)</sup>。

バルブのキャビテーション抑制には、多段階減圧や整流機構などの方法が考えられるが、多数の形状を設計試作し実験を行うなど多くのコストを要する。この点に関して、近年では流体解析技術の発達により、一般的なPCを用いて直接キャビテーションを模擬することが可能となってきた。

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

本年度は、キャビテーション定量化の手法を提案し、実験及び解析によりその効果を確認した。

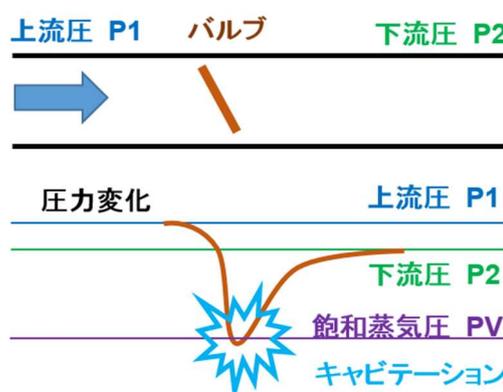


図1 キャビテーション

## 2 キャビテーション低減性能評価方法

### 2.1 問題の整理（バルブにおけるキャビテーションの発生原因と低減対策）

バルブを絞り流量制御を行う場合、流速の上昇に伴って生じる圧力低下の結果、局所的に飽和蒸気圧を下回る場合に沸騰減少すなわちキャビテーションが発生することがある（図1）。キャビテーションは、騒音振動の原因となるばかりでなく、壊食による破壊の原因となるため対策が求められている。

キャビテーションの抑制原理には、図2に示す「多段階減圧」や「弁体形状による整流（大きな渦の抑制）」

\* 機械システム係

\*\* 東北部工業技術センター

\*\*\* 株式会社清水合金製作所

\*\*\*\* 大阪産業大学工学部交通機械工学科

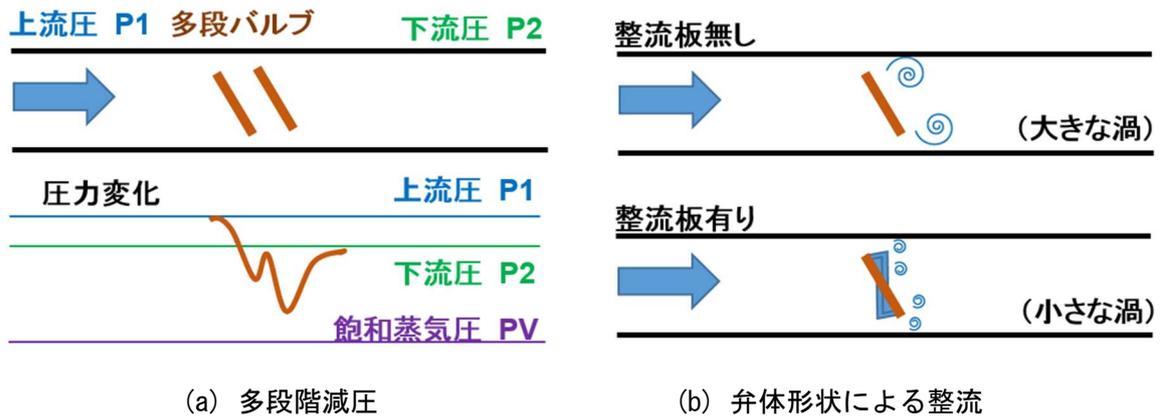


図2 キャビテーションの抑制原理

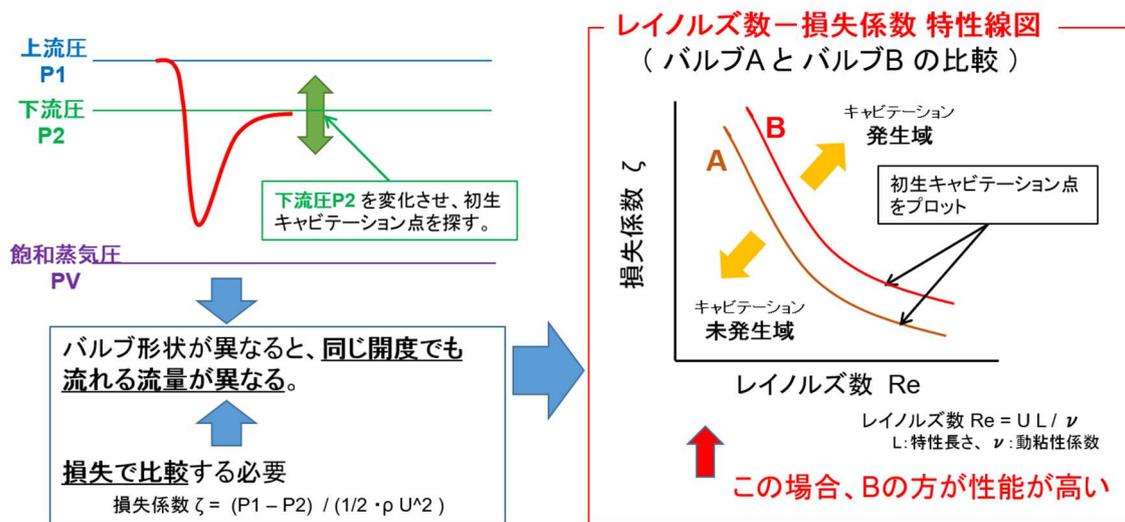


図3 キャビテーション低減性能の評価法

などがあるが、工業的に最適な設計を行うためには、局所的な流体の流れ、圧力、乱流の強さに基づくキャビテーション低減性能の評価が必要である。

## 2.2 評価方法

特定のバルブ開度で上流圧を固定し下流圧を変化させたとき、キャビテーションが発生し始める点を初生キャビテーション点とする。初生キャビテーション点における下流圧が低い、すなわち差圧が大きいほど、キャビテーションが起り難いといえる。

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

すなわち、異なるバルブの比較を行う場合には、同じ損失の開度での比較を行う必要がある。本研究ではこの点に注目して、一般化した平均流速であるレイノ

ルズ数  $Re$  とバルブの損失係数  $\zeta$  の線図 ( $Re-\zeta$  線図) 上に初生キャビテーション点をプロットして性能評価を行う新たな手法を提案する<sup>3)</sup>。ここで、提案する手法の概要を図3に示す。

ここで、レイノルズ数  $Re$  および損失係数  $\zeta$  は次式で与えられる。

$$Re = UL / \nu$$

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

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

レイノルズ数  $Re$  および損失係数  $\zeta$  は、いずれも大きくなるほどキャビテーションが起りやすくなるため、異なる複数の開度における初生キャビテーション点は、 $Re-\zeta$  線図上で左上から右下に至る曲線(初生キャビテーション曲線)上にプロットされる。この初生キャビテーション曲線が右上側(レイノルズ数、損失係

数が大きい領域)となるほど低減性能が高いといえる。

### 2.3 評価対象

本研究では 150A バタフライ弁において、図 4 に示す (A), (B) 2 種類の弁体を用いた比較を行う。これらはともに従来から用いられており、(A)は標準型、(B)は耐キャビテーション型の弁体で、(B)の方が(A)に比べてキャビテーション低減性能が高いことが既知である。したがって、本報告において、前節で示した評価方法を用いた結果これと同様の結果が得られるなら、提案するキャビテーション低減性能評価手法の妥当性を示す根拠となる。本報告では、実験および解析で評価を行うことにより、手法の妥当性と共に解析の有効性を確認する。

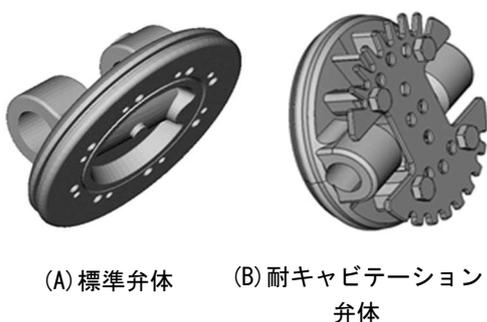


図 4 評価対象弁体



図 5 バルブ性能試験装置



図 6 評価実験  
(バルブおよび加速度ピックアップ)

## 3 評価実験

実験には、東北部工業技術センターに設備するバルブ性能試験装置を用いた。装置の外観を図 5 に示す。本装置では、流量計および上下流に備える圧力計により、平均流速  $U$ 、上流圧  $P1$  および下流圧  $P2$  を測定する。さらに、上流側には送水量が調節可能なポンプ、下流には流量が調節可能なバルブを備えることで、 $U$ ,  $P1$ ,  $P2$  のうち 2 つに目標値を設定することができる。本実験では  $P1$  の目標値を 300kPa に固定し、 $P2$  の目標値を変化させながら  $U$  を計測することで損失係数  $\zeta$  を求める。

また、バルブ下流部に図 6 示す加速度ピックアップを取り付け振動の変化量を測定し、振動が増加し始める点を初生キャビテーション点とする<sup>4)5)</sup>。

本実験では、(A)標準弁体における開度  $2.5^\circ$  から  $20^\circ$ 、(B)耐キャビテーション弁体における開度  $2.5^\circ$  から  $60^\circ$  の範囲について、2.2 節の方法を用いて初生キャビテーション点を  $Re-\zeta$  線図上にプロットした。その結果を図 7 に示す。この図において、(B)が(A)より右上に位置することから、耐キャビテーションバルブの方がノーマルバルブよりキャビテーション低減性能が高いと言える。

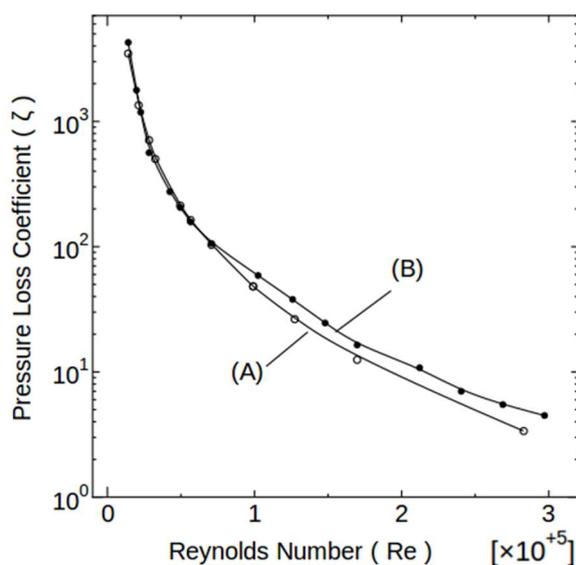


図 7  $Re-\zeta$  線図 (実験結果)

## 4 流体解析

### 4.1 解析環境および解析方法

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

表 1 解析システム

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

解析対象の外観を図 8 に示す。配管は内径 0.154m の 150A 管を用い、解析長さは弁体回転軸を原点とし上流側 0.4m、下流側 0.6m の計 1.0m とする。なお、計算時間を考慮して、解析には弁棒垂直面を対称面とする 1/2 カットモデルを用いる。

弁体は、図 4 で示した (A) 標準弁体、(B) 耐キャビテーション弁体の 2 種類として、上流圧 P1 および下流圧 P2 を拘束条件として解析を行う。

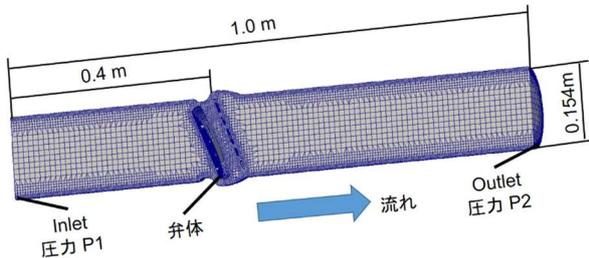


図 8 解析対象

#### 4.2 予備解析

本節では解析の概要を示すため、(B) 耐キャビテーション弁体を用いバルブ開度 20° での解析を行う。

上流圧 P1 を 300kPa とし、下流圧 P2 を 100, 140, 180kPa すなわち、差圧 P1-P2 を 200, 160, 120kPa とした 3 種の場合の解析結果画像を図 9 に示す。流体の流れは左から右の方向であり、図中の雲状領域は蒸気を含む領域すなわちキャビテーションを表す。差圧 P1-P2 が 200kPa の場合には弁体下流側に大きなキャビテーションが、また 160kPa では弁体周りにわずかなキャビテーションが見られる。これに対して差圧 120kPa では、図中からはキャビテーションは見られない。このことから、初生キャビテーション点は概ね差圧 120 から 160kPa の範囲にあると考えられる。

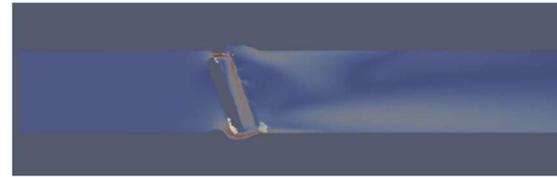
#### 4.3 初生キャビテーション点の検出

前項 3 の評価実験では、初生キャビテーション点の検出に下流側配管の振動を用いた。ところが、本解析では配管を剛体としてモデル化しており、検出に振動を用いることはできない。一方本解析では、解析に用いたセル(微小領域)ごとの蒸気濃度を、そのセルの中心座標および体積と共に保存できることから、これを用いて部分領域ごとの平均蒸気濃度を直接計算することができる。

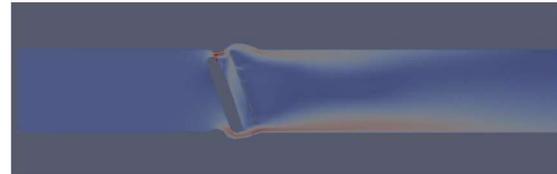
そこで本節では解析領域を、図 10 に示す配管軸(X



(1) P1:300kPa, P2:100kPa (, P1-P2:200kPa)



(2) P1:300kPa, P2:140kPa (, P1-P2:160kPa)



(3) P1:300kPa, P2:180kPa (, P1-P2:120kPa)

図 9 解析結果画像

軸)方向 0.1m 刻みの部分領域に分割し、各々の領域での蒸気濃度を計算した。

領域のうち、

- (a)  $-0.1 < X \leq 0$ ,
- (b)  $0 < X \leq 0.1$ ,
- (c)  $0.1 < X \leq 0.2$

の各領域における差圧-蒸気率の関係を、差圧-損失係数  $\zeta$  の関係と併せて図 11 に示す。

まず、領域 (a), (b), (c) について比較を行う。蒸気濃度立上がり点の差圧は、(a):160kPa, (b):180kPa, (c):200kPa でありそれぞれ異なる。これは、初生キャビテーション点の検出に蒸気濃度の立上がり点を用いる場合、着目する領域により値が異なることを意味する。

また、前節図 9 に示した解析結果画像では差圧 160kPa ですでにキャビテーションが見られるにもかかわらず (a)~(c) の線図では顕著な立ち上がりが見られない。これは、キャビテーションの起こり始めでは全体積に占める蒸気の割合がごく僅かであるため、蒸気濃度としては誤差のオーダーで、線図の上からは読み取ることが難しいためであると考えられる。

以上を勘案すると、蒸気濃度を初生キャビテーション点の検出に用いることは難しいと考えられる。

一方、図 11 で同時に示した差圧-損失係数線図では、差圧 120kPa を境に損失係数が上昇している。これは、「通常の乱流域で流量は、差圧の平方根と比例するが、キャビテーションが起こると流れが阻害される」との知見<sup>7)</sup>から説明できる。また、初生キャビテーション点の差圧 120kPa は、前節 4.2 における予備解析の結果とも整合が取れる。

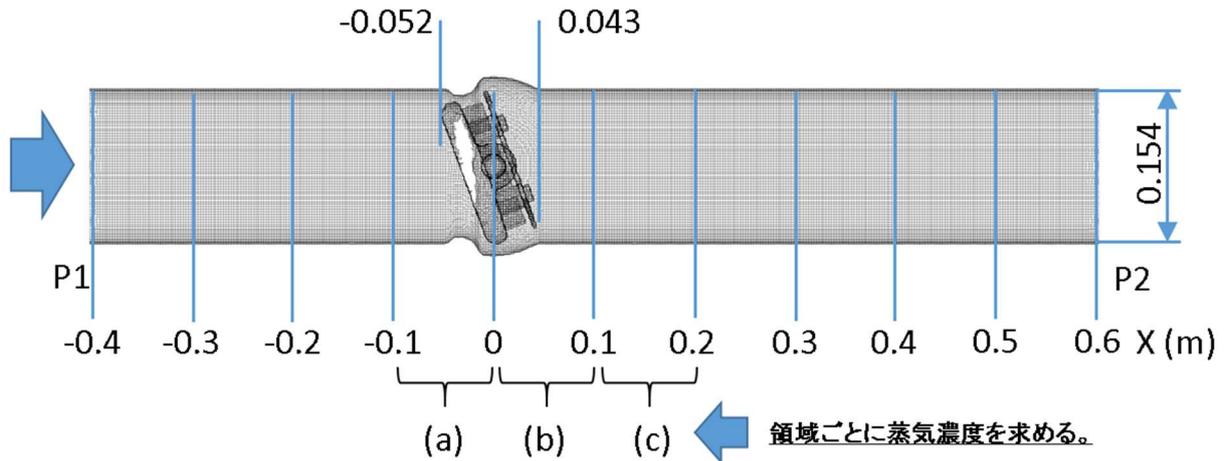


図 10 蒸気濃度計算のための部分領域

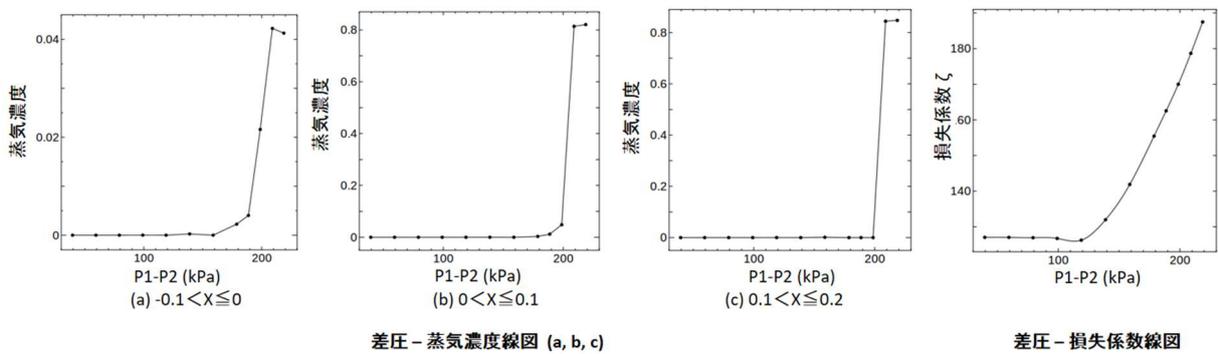


図 11 差圧－蒸気濃度線図 および 差圧－損失

さらに、横軸の差圧をレイノルズ数で置き換えると、 $Re$  と線図に直接プロットすることができ、初生キャビテーション点の検出とキャビテーション低減性能の評価が同一の線図により見通し良く示すことができる。

以上を勘案して本研究では、流体解析における初生キャビテーション検出に、損失係数の増加点を用いることとする。

#### 4.4 評価解析

本節の目的は、図 4 に示した(A)標準型および(B)耐キャビテーション型 2 種類の弁体について、2 章で提案した方法によりキャビテーション低減性能を評価することである。

解析環境は 4.1 節に示したものである。本評価解析の条件を表 2 に示す。開度条件は(A)4 種、(B)7 種の計 11 種であり、その各々について、単位解析ループ、すなわち上流圧を 300kPa に固定し下流圧を 12 種の圧力に変化させての繰り返し解析を行った。すなわち総解析回数は、132 回である。

作成した  $Re$ - $\zeta$  線図を図 12 に示す。図中 ‘○’ は弁体 (A) 、 ‘●’ は弁体 (B) についての 1 回の解析結果である。それぞれのマークは、損失係数  $\zeta$  が、レイノルズ数  $Re$  が低い範囲では一定値であるが、あるレイ

ノルズ数  $Re$  を境に急激に増加する部分点列を構成している。この部分点列は、単位解析ループ、すなわち同一の開度で上流圧を固定し下流圧を減少させながら繰り返し解析を行った一連の結果を示す。図 12 の  $Re$ - $\zeta$  線図における単位解析ループの点列は、図 11 における差圧－損失係数線図の差圧を  $Re$  で置き換えたものである。

表 2 評価解析の概要

開度条件

(A) 標準弁体	13° 15° 20° 30°
(B) 耐キャビテーション弁体	15° 17° 20° 25° 30° 35° 40°

各々の開度における解析(単位解析ループ)

上流圧 (kPa)	300 (固定)
下流圧 (kPa)	80, 90, 100, 110, 120, 140, 160, 180, 200, 220, 240, 260
解析時間 (sec)	1.0

ここでは、前節 4.3 での結論に従い、単位解析ループ点列において  $\zeta$  が増加し始める点を初生キャビテー

ション点とする。図 12 において、左上から右下にかけての 2 本の実線は、バルブ(A)および(B)の初生キャビテーション点を結んだ曲線、すなわち、初生キャビテーション線である。

図において、(B)すなわち耐キャビテーション弁の方が、(A)すなわち標準弁より初生キャビテーション点が右上にあることから、キャビテーション低減性能が高いと言える。これは、3 章で示した評価実験の結果とよく一致する。

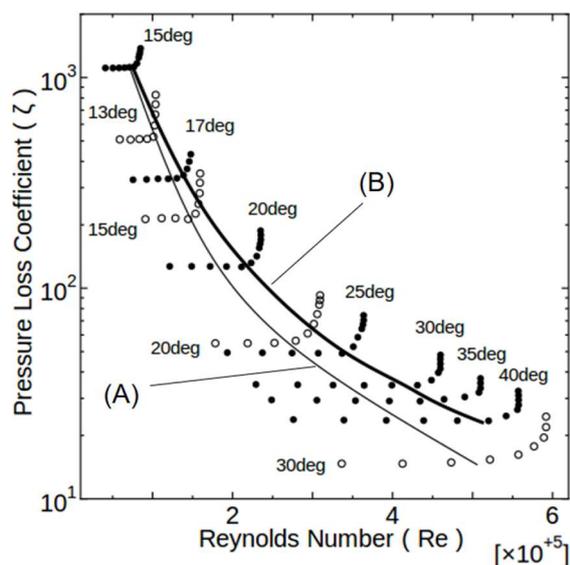


図 12 Re- $\zeta$ 線図 (解析結果)

## 5 まとめ

バルブのキャビテーション低減性能を評価する新しい手法を提案するとともに、既存の 2 種類の弁を用いた実験および解析でその効果を確認した。本報告ではバタフライ弁を対象としたが、この手法は他の弁種にも適用可能であると考えられる。

流体解析について今回は、乱流モデルやメッシュサイズなどについて特定のパラメータを用いたが、今後、信頼性を高めこの手法を実用的なものとするためには解析パラメータを変化させた場合の影響について、確認する必要がある。

## 参考文献

- 1) 滋賀県立機械金属指導所業務報告書 (1988-1995), <http://www.hik.shiga-irc.go.jp/info/publication/>
- 2) 小川和彦 他：バタフライ弁のキャビテーション現象の抑制, 日本機械学会論文集 B-73-726 (2007)

- 3) 深尾典久 他：流体解析によるバルブ キャビテーション低減性能の評価, オープン CAE シンポジウム 2015 (2015.11.28 富山)
- 4) 酒井一昭 他：キャビテーション現象の簡易的測定法の研究開発, 滋賀県東北部工業技術センター 研究報告書 (2009, 2010)
- 5) 水山成郎 他：配管外部に取り付けた加速度センサによるキャビテーション検知, 日本機械学会論文集 C-74-743 (2008)
- 6) The OpenFOAM Foundation, <https://openfoam.org/>
- 7) 例えば「JIS B2005-2-3 工業プロセス用調整弁-第 2 部:流れの容量- 第 3 節:試験手順 解説書」における解説図 2

# スポーツ・健康器具用の小型ひずみ測定システムの開発と

## 疲労試験機を用いた寿命予測(第2報)

岡田 太郎\*  
Okada Taro

田原 大輔\*\*  
Tawara Daisuke

要旨 運動中のスポーツ用品に発生するひずみを測定し、疲労試験によって製品寿命を評価するフローの構築を目指し、小型のひずみ測定装置の製作を行った。疲労試験を行う上で重要な最大負荷の測定に問題なく使用できることが確認されたため、競技用自転車の走行試験でペダルに発生する負荷を測定し、それを基にペダルの疲労試験を行った。疲労試験の回数が充分ではないため精度は粗いが、製品寿命の評価フローの基礎を構築することが出来た。

### 1 はじめに

昨年度に構築した小型ひずみ測定システムについて、ロードバイクと競技用自転車に搭載しやすいように形状の最適化を行い、走行中のペダルシャフトに発生する曲げモーメントの測定を行った。

ロードバイクにおける測定では、錘による校正を行った後に、荷重感知性能について市販されているパワーメータとの性能比較を行い、測定データの信頼性評価を行った。

競技用自転車における測定では、低負荷・高負荷の繰り返しトレーニングにおいて発生する曲げモーメントを測定した。このときの測定結果を基にペダルへの疲労試験を行い、製品寿命を評価するフローの構築を試みた。

このとき負荷荷重はクランク回転における接線荷重と法線荷重に分割して検討を行う(図2)。なお、正の接線荷重のみが自転車の推進力として有効であり、それ以外の負荷荷重はペダリング効率を低下させる無駄な荷重となる。



図1 再設計した小型ひずみ測定システム

## 2 ロードバイクを用いたひずみ測定システムの性能試験

### 2.1 ひずみ測定システム

ひずみ測定システムの基板形状を、前年度のものよりもロードバイクのクランクに装着しやすいように再設計を行った(図1)。ペダルに100Nの錘を下げクランクを1回転させ、その際にペダルシャフトに発生した曲げひずみを用いてシステムの荷重校正を行った。

実走行試験を行い、市販のパワーメータ(株式会社パイオニア SGY-PM910H2)によって測定されるクランク基準での負荷荷重と、ひずみ測定システムによって測定されるペダル基準での負荷荷重を比較し、構築したシステムの測定能力についての検討を行った。

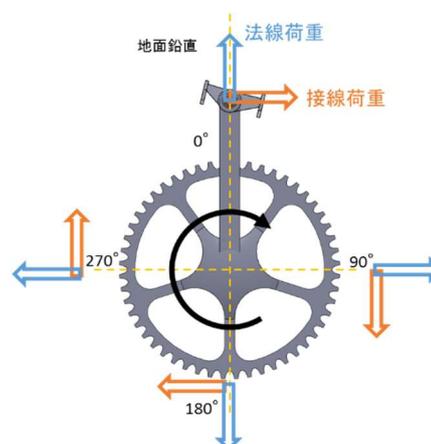


図2 接線荷重・法線荷重の概念図

\* 機械システム係

\*\* 龍谷大学理工学部

## 2.2 市販品との性能比較

市販のパワーメータはクランク 1 回転中 30° ごとに計 12 点で荷重測定が行われる。ひずみ測定システムにおいては、10ms に 1 点の測定が行われる。それぞれの測定された荷重情報を接線方向・法線方向でプロットして比較を行った(図 3,4)。接線・法線の双方でクランク角 180° 以降においては荷重感知にズレが発生していることがわかる。一方で荷重のピークである 90° ~120° のエリアにおいてはほぼ一致しており、ペダルに発生している最大負荷の測定能力は、市販品を基準として遜色ないことが確認された。また、30° ごとの接線・法線方向の合成荷重をクランク角度と合わせて図示したところ(図 5)、やはり 180° 以降で荷重ベクトルのズレが発生していたが、最大荷重と比較して非常に小さなベクトルであり、以降の疲労試験のための負荷の測定に用いるには問題ないレベルと判断した。

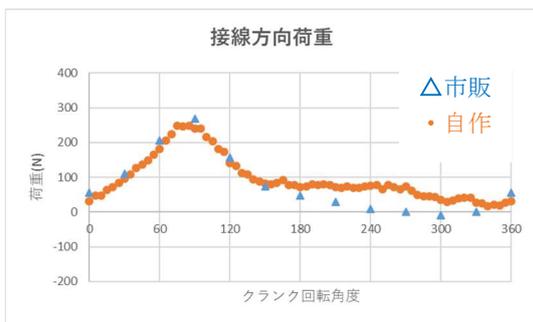


図 3 クランク 1 回転中の接線荷重の変化

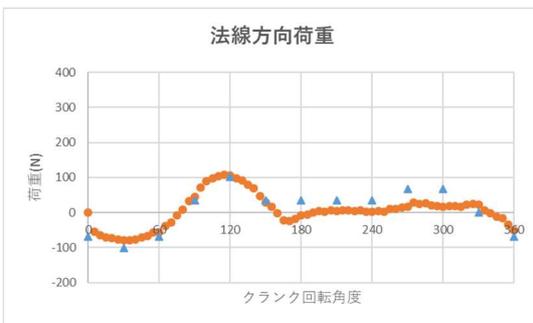


図 4 クランク 1 回転中の法線荷重の変化

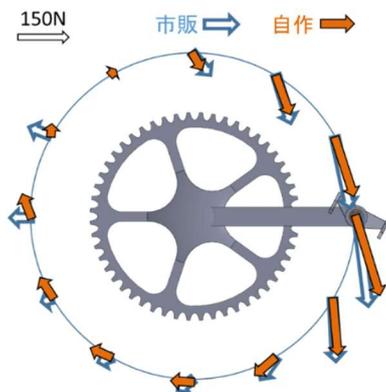


図 5 クランク 1 回転中の荷重ベクトルの変化

## 3 競技用自転車のペダルシャフトの曲げモーメントの測定

### 3.1 競技用自転車の走行練習の測定

ロードバイクと同様のシステムを競技用自転車のクランクに装着できるように形状を整え(図 6)、競輪選手がバンクで走行練習を行う際にペダルシャフトに発生している負荷の測定を行った。

選手は各個人でペダルを踏む位置が微妙に異なり、同じ荷重で踏み込んだとしても、ペダルの外側で踏んだほうがシャフトに発生する曲げモーメントが大きくなり、曲げひずみも増大する。そこで、以降はペダルに発生している負荷は荷重(N)単位ではなく、ペダルの根本の取付部に発生している曲げモーメント(Nm)単位での検討を行った。

通常の練習メニューのひとつである 900 秒間の走行練習の測定を行った。高強度負荷と低強度負荷を交互に繰り返し、瞬間的には 100Nm を超える曲げモーメントが発生していた(図 7)。



図 6 競技用自転車に装着したひずみ測定システム

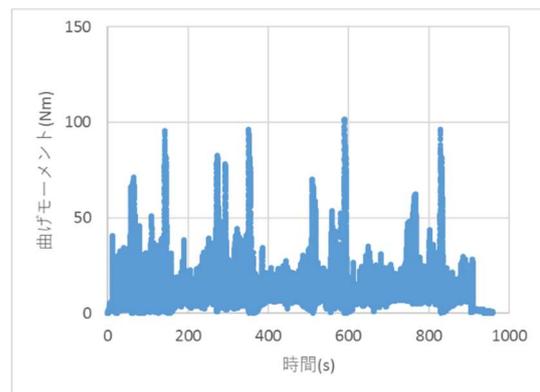


図 7 走行練習時に発生した曲げモーメント

### 3.2 疲労試験の負荷方向の検討

このモーメントの 1 周期の変化を、視点をペダルシャフト基準に固定した状態で表記した(図 8)。ペダルシャフトに加わる合成曲げモーメントのベクトルは多少水平方向にブレるが、常に下向きで増減を繰り返すことが判明した。このことから、ペダルの踏み込みによ

って発生するペダルシャフトへの負荷を疲労試験機で再現する場合、回転曲げや両振りではなく、片振りの曲げ疲労試験が最も適切と考えられる。

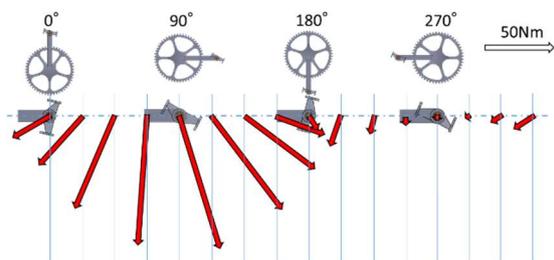


図8 ペダルシャフト固定視点での負荷ベクトル

## 4 疲労試験に基づく製品寿命の予測

### 4.1 疲労試験

荷重によってペダルシャフトが屈曲しても追従できるよう球座面ジグを作成し、片当たりを防ぎつつ踏み板に均等に荷重が加わる状態で片振りの疲労試験を行った。荷重条件の範囲は、ペダル取付部における曲げモーメント 60~140Nm の範囲で、応力比は 0.1 で行った(図9)。

疲労試験を開始する事前の構造解析において、ペダルシャフトの段差部が応力集中によって最も高い応力が発生する部分であると判明しており(図10)、そこが折損すると予想したが、実際にはアルミ鋳物製の踏み板部で破損が発生して、シャフトでの折損は発生しなかった(図11)。

曲げモーメント-サイクル図が示すとおり、60Nm においても 150 万サイクル程度での破損が発生しており、疲労限となる曲げモーメントは 60Nm よりさらに低いと判明した。



図9 疲労試験の様子

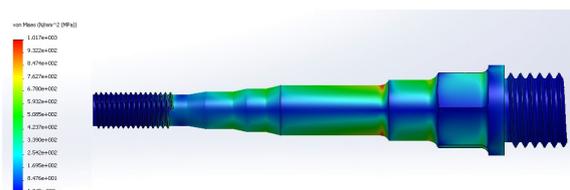


図10 構造解析による応力集中部の特定



図11 踏み板の破損

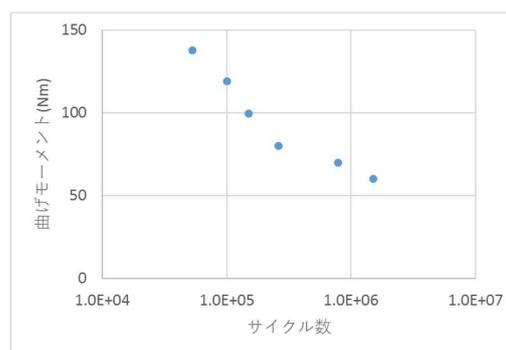


図12 疲労試験による曲げモーメント-サイクル図

### 4.2 製品寿命の評価について

900 秒間の走行練習において、曲げモーメントが 100Nm を超える踏み込みは 10 回行われていた。そして、同様の練習は一日に 6 本ほど行われる。100Nm の疲労試験で踏み板の破損は 15 万回で発生していたため、単純計算では 15 万回/(6×10 回/日)=2500 日間の練習で踏み板が破損すると予想される。

一方、100Nm には達さずとも 60Nm 以上の負荷はかなりの頻度で発生している。一旦高い負荷に晒されることで発生した微小亀裂は、それより低い負荷においても進展する。実際の疲労限は 60Nm よりも低いことが判明しているが、仮に 60Nm を疲労限として修正マイナー則を用いた負荷の再計算を行うと<sup>1)</sup>、900 秒間に 100Nm 相当の負荷が 43 回発生していたという結果が得られる。そのため低負荷による亀裂の進展を考慮すると実際には、15 万回/(6×43 回/日)=581 日間という早期での破損が予想される。

なお、短時間の走行練習においては 100Nm よりさらに大きな曲げモーメントが発生する事例も確認され

ている。加えて踏み板はアルミ鋳物であり、内部欠陥が無数に点在している可能性があることから、これまでと同負荷の疲労試験を行っても破断サイクル数に大きなバラツキが発生することが予想される。そういった点を考慮すると前述の製品寿命の精度は高くはなく、精度の向上には今後相当数の疲労試験を繰り返す必要がある。

## 5 まとめ

作製した小型ひずみ測定システムの性能試験を行ったところ、低荷重域の測定は完全ではないものの、疲労試験を行う上で重要な最大負荷の測定は充分行えることがわかった。そのシステムを用いて競輪選手の走行時のペダルシャフトへの負荷の解析を行ったところ、ペダルに対する疲労試験は回転曲げや両振りではなく片振り試験が適当であると判明した。

測定された曲げモーメントを基に片振りの疲労試験を行ったところ、100Nm では 15 万回で踏み板に破損が発生した。900 秒の走行練習の際に発生する負荷から、製品寿命は 580 日程度という予測が得られたが、精度の向上には更なる追加の疲労試験が必要である。

## 謝辞

本年度の研究は、平成 28 年度 JKA 若手研究補助(田原大輔講師が獲得)によって大きく進めることが出来ました。公益財団法人 JKA に御礼申し上げます。

## 参考文献

1) 堀川武・中村宏 (2008) 金属疲労の基礎と疲労強度設計への応用 コロナ社

# 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 —解析環境の構築—(第1報)

柳澤 研太\*  
YANAGISAWA Kenta\*

深尾 典久\*  
FUKAO Norihisa\*

今田 琢巳\*  
IMADA Takumi\*

岡田 太郎\*  
OKADA Taro\*

中上 輝夫\*\*  
NAKAGAMI Teruo\*\*

**要旨** これまで有限会社ウェジコとは、共同研究等により、大径(M6～M30)のゆるみ止めナットの開発を支援してきた。本研究では小径(M3～M5)のゆるみ止めナットの製品化を目指し、CAEを用いてワッシャの最適形状を探る。本年度は、解析環境の構築・CAEによるゆるみ止めのメカニズムの再現・解析と実物との比較を行った。

## 1 はじめに

ボルトやナットを用いるネジ締結は建造物や機械など、様々な場所で頻繁に用いられる一方で、緩みという問題は、避けて通ることが出来ない。例えば、2008年のボルトの緩みによるエスカレーターの逆走事故では、10人の負傷者が出ている。このように広く利用されるからこそ、一本のボルトの緩みでさえ、大きな事故につながる事になりかねない問題である。そのため、一般的には定期的に点検や増し締めを行うが、そのコストは点検頻度が多くなればなるほど増加する。しかし、点検頻度を少なくすれば、当然事故のリスクが高まってくる。その両方を解決することを目指し、近年、多くのメーカーがゆるみ止め効果のあるボルトやナットを開発・販売している。

ゆるみ止めナットは鉄道や高速道路関係等の大型の設備に利用されることが多く、大径(M6～M30)のゆるみ止めナットは多くのメーカーにより製品化され、普及が進んでいる。しかし、ボルト・ナットはあらゆる機器で利用されるため、小型の機器においてもその需要は見込まれるものの、それ程、小径(M3～M5)のゆるみ止めナットは普及していない。

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も行われているが、シミュレーション解析(CAE)による理論検証は少ない。

そこで、焦点を当てたのが、これまで当センターが共同研究等<sup>2)</sup>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<sup>3)</sup>」である。これまでの共同研究では大径のゆるみ止めナットのみであったが、ゆるみ止め性能に加え、コスト面・作業面でも優れるウェジコナットの特長を生かした小径のゆるみ止めナットの開発を行い、その需要への対応を目指す。

このゆるみ止めナットは、偏心穴をもつドーム状のワッシャをボルトに楔状に食い込ませることによりゆるみ止め効果を得る構造である。大径のウェジコナットの形状をそのまま小径に適用した場合には、締め付けトルクや軸力が小さ

く、ワッシャが十分に变形せず、ゆるみ止め効果が不十分である。本研究では、ウェジコナットの小径への適用のために、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。

## 2 解析

### 2.1 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するため、現状のウェジコナットの形状を用いて解析を行った。解析に用いたソフトを表1に示す。

表1 解析に用いたソフト

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

### 2.2 解析モデル

SOLODWORKS 2012を用いて3次元CADモデルを作成した(図1、2)。ねじはM5としている。

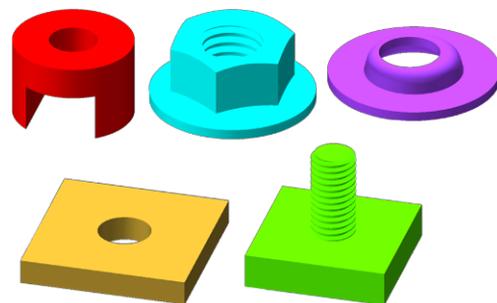


図1 解析モデル部品(左上から右へ、レンチ、ナット、ワッシャ、プレート、ボルト)

\* 機械システム係

\*\* 有限会社ウェジコ

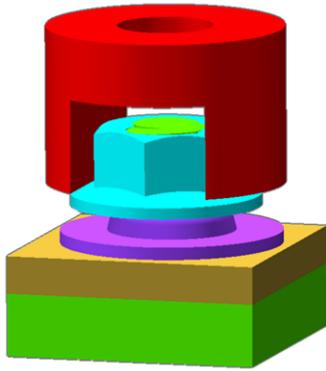


図2 解析モデル全体図

### 2.3 解析条件

レンチを回転させることで、ナットはねじ山に沿って締め込まれていくようにした。プレートはナットを締め込んでいった際に、ナットとともにワッシャが回転してしまうことを防ぐために入れており、摩擦係数を高く設定した。今回、摩擦係数は、ナット、ワッシャ、ボルトは0.1に<sup>4)</sup>、レンチは解析上での治具であるため0に、プレートはナット等よりも高い0.8とした。

今回用いたナット・ボルトのねじ山の寸法は公差が最大となるように設定した。

表2に解析対象の変形の性質を示す。

表2 解析対象の変形の性質

ナット、ワッシャ、ボルト	可塑性体
レンチ、プレート	剛体

## 3 解析結果

### 3.1 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<sup>3)</sup>。

図3にウェジコナットのメカニズムを示す。

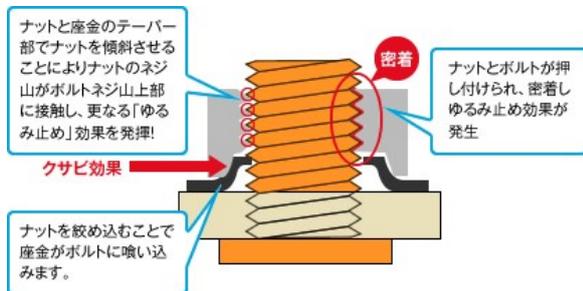


図3 ウェジコナットのメカニズム

### 3.2 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4に示す。応力が高い部分がゆるみ止め効果に寄与していると考えられることから、ウェジコナットの3つのゆるみ止め効果のメカニズム「ナットの傾斜・ナットとボルトの

密着・ワッシャによるクサビ効果<sup>3)</sup>が再現できていると考えられる。

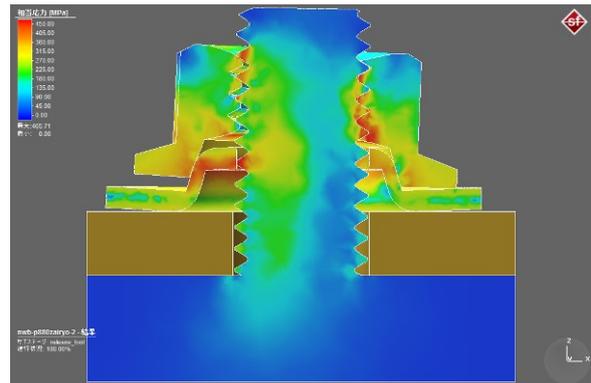


図4 解析結果の相当応力分布

### 3.3 締め付け後のナットの傾斜角度

ウェジコナットのゆるみ止め効果の一つであるナットの傾斜について、その傾斜角度を解析結果と実物とで比較した。実物のウェジコナットの締め付け後をX線CTシステムで撮影したものを図5に、左右を反転させた解析結果図を図6に、図5と図6を重ね合わせたものを図7に示す。図6の解析結果のナットの傾斜角度は約2.6°であった。図7より、ナットの傾斜角度は良好に一致していることがわかる。

この傾斜角度はねじ山の寸法公差など、製造時の誤差によって変動することが考えられるため、厳密な比較というわけではないが、定性的な評価としては良好な結果が得られていると考えられる。

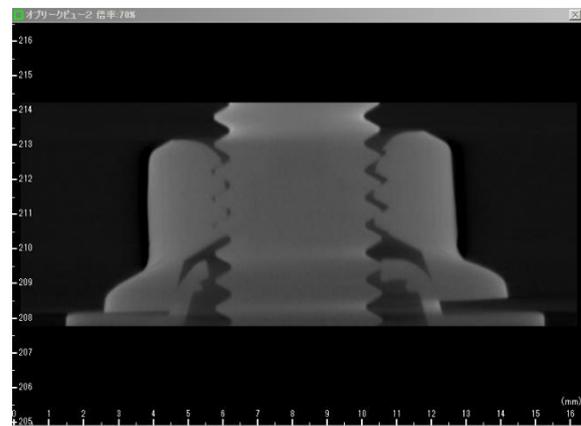


図5 CT画像

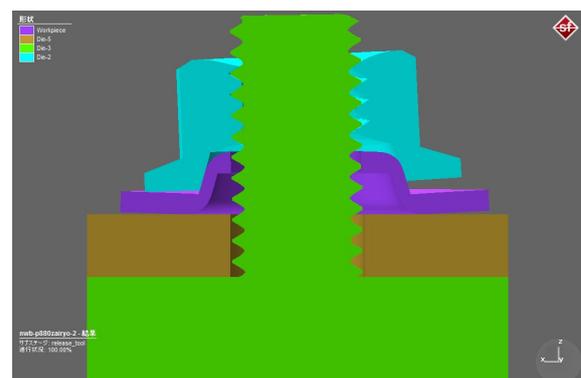


図6 解析結果

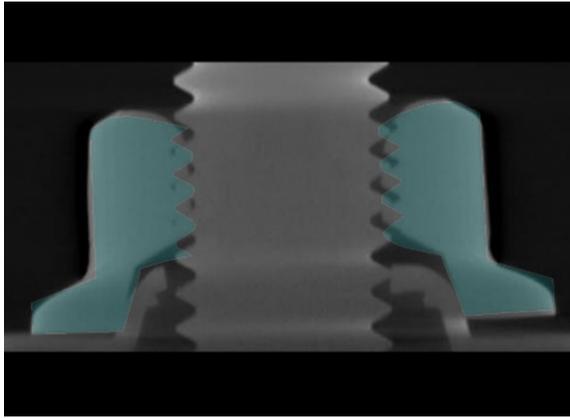


図7 解析結果とCT画像との比較

### 3.4 ボルトのねじ山の変形

ナット締付後のボルトのねじ山の変形(ワッシャの接触による変形)を、実物と解析結果で比較した。実物の写真と解析結果をそれぞれ図7、8に示す。この結果より、解析でねじ山のつぶれが再現できていることがわかる。

また、実物の変形後のねじ山形状を輪郭形状測定機で測定した結果を図9に、解析結果のねじ山形状を図10に、図9と図10の結果を重ね合わせたものを図11に示す。図9～11の縮尺は、変形していないねじ山の外径と谷径を基準として、輪郭形状測定機の結果に合わせて調整した。図11より、ねじ山の潰れた高さは同程度であることがわかる。しかし、ねじ山先端部の変形の仕方は二つの結果で異なっているため、その原因を明らかにする必要がある。

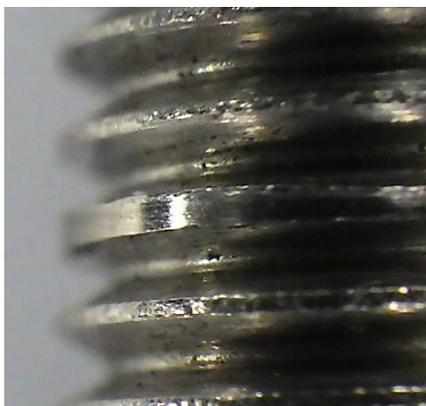


図7 ボルトのねじ山の実物写真

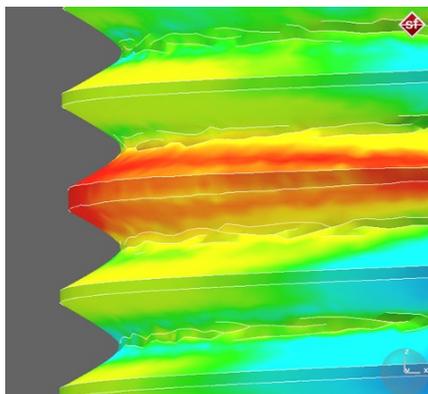


図8 ボルトのねじ山の解析結果

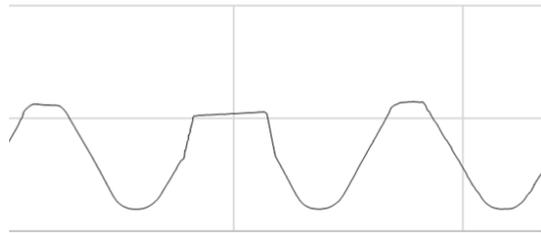


図9 輪郭形状測定機によるねじ山形状



図10 解析によるねじ山形状

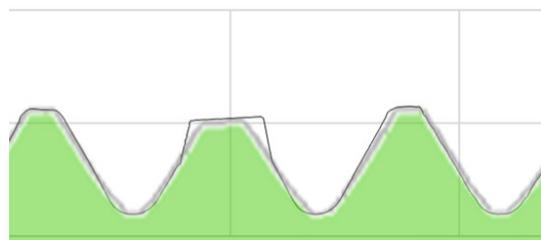


図11 実物と解析結果のねじ山形状の比較

## 4 まとめ

ウェッジナットのゆるみ止め効果メカニズム、ナットの傾斜角度、ねじ山の変形について、今回の解析は定性的に良好な結果が得られたと考えられる。

本年度は研究の1年目であり、解析の定性的な評価を実施した。次年度以降は、ワッシャ形状最適化に向けて、摩擦係数等の未確定のパラメーターの決定や、定量的な評価方法を検討する。

また、本年度の解析は、解析時間が2週間/回ほど要しており、パラメーターを変更しながら、様々なパターンで定量値の検証を行っていくことは難しい。そのため、解析結果のどの値をゆるみ止め効果の指標とするかを検討し、簡易的な解析を試みることも必要である。

### 参考文献

- 1) [http://www.nikkei.com/article/DGXLASDG18HDT\\_Z10C15A1CR0000/](http://www.nikkei.com/article/DGXLASDG18HDT_Z10C15A1CR0000/)
- 2) 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)
- 3) <http://www.wedgeco.jp/>
- 4) 正司康雅, 澤俊行: 軸直角荷重のねじ緩みのメカニズムに関する研究, (2005)

# 固体電解質のインピーダンス測定に関する研究(第1報)

—全固体リチウムイオン二次電池用硫化物系固体電解質に適したインピーダンス測定治具の開発—

山本 典央\*      平野 真\*\*      中島 稔\*\*\*  
YAMAMOTO Norio\*      HIRANO Makoto\*      NAKAJIMA Minoru

**要旨** 現在、開発が盛んに行われている全固体リチウムイオン二次電池には、セラミック製の固体電解質が用いられており、この固体電解質の評価を行うためには、10MHz以上の交流インピーダンス測定が必要となる。しかし、このような高周波領域で使用出来る測定治具は市販されていない。そこで、本研究では、電気化学分野の交流インピーダンス測定で使用されている代表的な測定器であるSolartron Analytical社製1260と組み合わせて、測定上限周波数10MHzを可能にする測定治具の試作およびその試作治具のインピーダンス測定可能範囲の検証を行い、10MHzにおいて測定精度±5%の測定範囲2Ωから1kΩを実現する測定治具を開発した。

## 1 まえがき

現在、二次電池分野ではリチウムイオン二次電池が市場を牽引しており、スマートフォンやタブレット等の携帯端末はこのリチウムイオン二次電池がなければこれほど普及しなかったと言っても過言ではない。このリチウムイオン二次電池の優れている点として、他の二次電池と比較して小型・軽量でかつ高容量、1セルの電圧が高いため高電圧化が容易等が挙げられ、この特長を活かして最近では航空機搭載用やハイブリッド／電気自動車搭載用のリチウムイオン二次電池バッテリーモジュールが登場している。今後、このリチウムイオン二次電池の市場は、大容量バッテリーモジュールを必要とする航空機や車載用が牽引するとされている。

しかし、現状のリチウムイオン二次電池には、主に可燃性液体(有機系電解液)が使用されているため、液漏れや高温時の発火・爆発等の危険性が課題となっており、航空機や車載用等の安全性および耐高温性が強く求められる市場からは、液漏れや発火等の危険性がない方式のリチウムイオン二次電池が求められている。

そこで、現在各研究機関やメーカ等では、全固体リチウムイオン二次電池の開発が盛んに行われている。この全固体リチウムイオン二次電池には、液漏れの心配が無く、高温にも耐えるセラミック製の固体電解質が用いられる。また、有機系固体電解質が用いられる場合もある。

一般的に電気的特性を調べる手段として、交流インピーダンス測定が用いられており、従来の電解液の評価であれば、測定周波数の上限は高くても数100kHzまでで十分である。しかし、セラミック製の固体電解質の評価のためには、測定周波数の上限は少なくとも10MHz以上は必要とされているが、このような高周波領域で測定可能な測定治具や測定システムは市販されていない。

そこで、本研究では、固体電解質の特性評価に必要な測定可能周波数が10MHz以上の測定治具およびその測定治具を用いた測定系を開発することを目的とする。

## 2 インピーダンス測定器と測定可能範囲

交流インピーダンス測定で用いられる測定器の代表的な機種はSolartron Analytical社製インピーダンスアナライザ1260(以後、1260とする)であり、本研究で開発する測定治具は、この1260と組み合わせて使用することが大前提となり、1260の特性に合わせたものを開発することが必須となる。1260の測定周波数範囲は、仕様では10μHzから32MHzとなっている。1260の測定可能インピーダンス範囲の周波数特性の概略図を図1に示す。

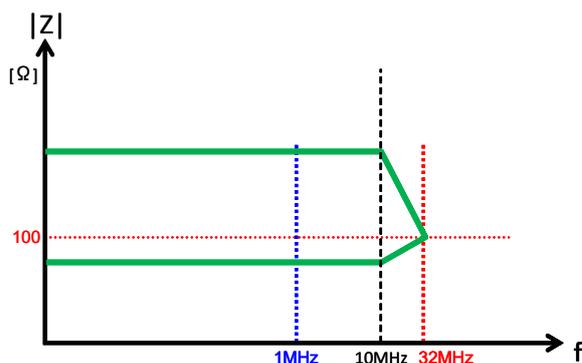


図1 Solartron 1260 のインピーダンス測定範囲の周波数特性の概略図

図1のように、1260の最大測定周波数の仕様が32MHzであっても、測定可能なインピーダンス範囲(図1の縦軸)は、10MHzを越えたあたりから急激に狭くなり、32MHz付近では100Ω付近しか測定出来なくなるため、電解質の交流インピーダンスの評価のため使用出来る周波数範囲は、1260の場合、最大10MHzまでが現実的な使用範囲で

\*電子システム係    \*\* 現滋賀県モノづくり振興課  
\*\*\* (株)クオルテック

ある。なお、図1のインピーダンス測定範囲は、あくまで測定治具と1260を物理的に最短の長さの測定ケーブルで接続した場合のものであり、測定ケーブル長が長くなればなる程、インピーダンス測定範囲が狭まることに注意が必要である。

### 2.1 市販測定治具の測定範囲の検証

インピーダンス測定器用の市販の測定治具であるAgilent Technologies社製16034Gを用いて、1260と16034Gとの組み合わせた場合のインピーダンス測定範囲の検証実験を実施した。Agilent 16034Gを図2に、1260とAgilent 16034Gとの接続の様子を図3に示す。また、インピーダンスの絶対値 $|Z|$ の周波数特性を図4に、位相 $\theta$ の周波数特性を図5に示す。

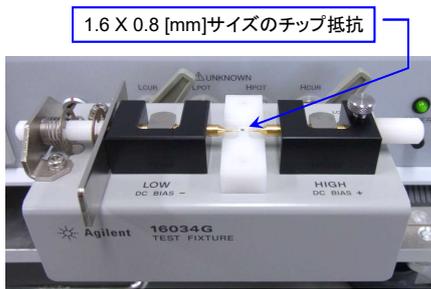


図2 Agilent 16034G



図3 1260とAgilent 16034Gを組み合わせ

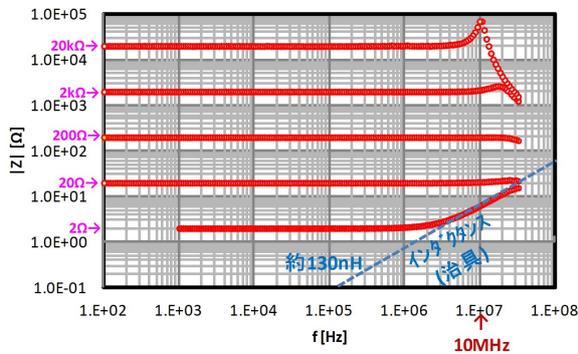


図4 1260とAgilent 16034Gを組み合わせた場合のインピーダンス  $|Z|$  の測定範囲検証結果

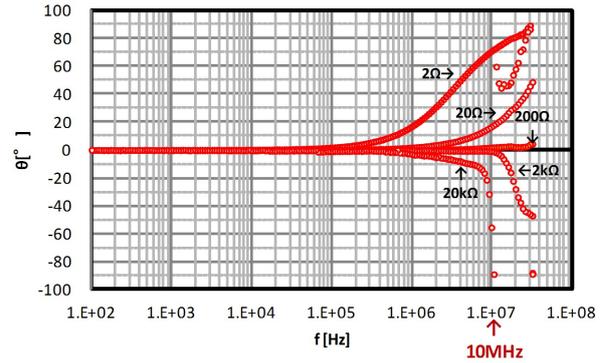


図5 1260とAgilent 16034Gを組み合わせた場合の位相 $\theta$ の測定範囲検証結果

図4より、Agilent 16034Gでは、 $2\Omega$ チップ抵抗測定時のデータトレースから分かるように、約 $130\text{nH}$ に相当するインダクタンス分が観測される。また、図5より、 $2\Omega$ チップ抵抗測定時には、 $10\text{MHz}$ での位相が $+70$ 度にまで変化している。これは、この測定治具内配線の影響によるものであると考えられる。また、 $20\text{k}\Omega$ チップ抵抗測定時には、 $10\text{MHz}$ を中心とした共振が観測された。これは測定治具およびチップ抵抗の寄生容量と測定治具内配線の寄生インダクタンス分との共振ではないかと思われる。

この測定治具では、その構造上、寄生インダクタンス分が低インピーダンス測定時に出現するため、低インピーダンス測定範囲が狭まってしまうことが分かった。

### 2.2 測定治具1号機の測定範囲の検証

測定治具1号機は、(株)クオルテックで独自に開発されたものである。この測定治具内配線図および1260との結線図を図6に示す。なお、腐食性の高い硫化物系固体電解質に対応出来るように、測定治具内部の金属部材は可能な限りステンレス鋼を使用している。

この測定治具を用いて1260との組み合わせた場合のインピーダンス測定範囲の検証実験を実施した。

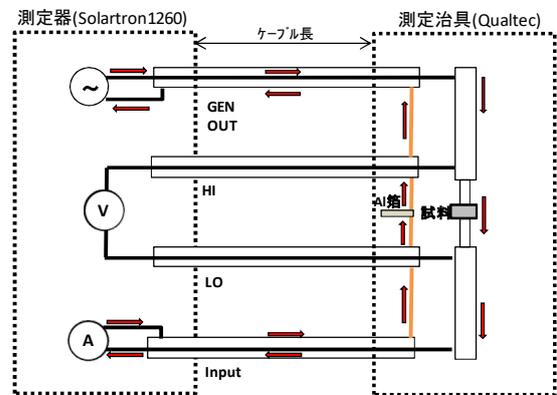


図6 測定治具1号機の測定治具内配線図および1260との結線図

この時のインピーダンスの絶対値 $|Z|$ の周波数特性を図7に、位相 $\theta$ の周波数特性を図8に示す<sup>1)</sup>。

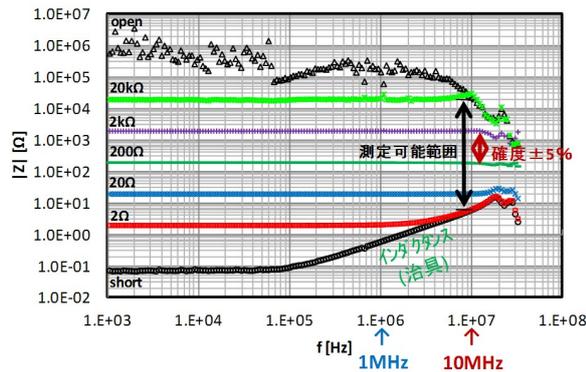


図7 測定治具1号機と1260を組み合わせ場合のインピーダンス  $|Z|$  の測定範囲検証結果

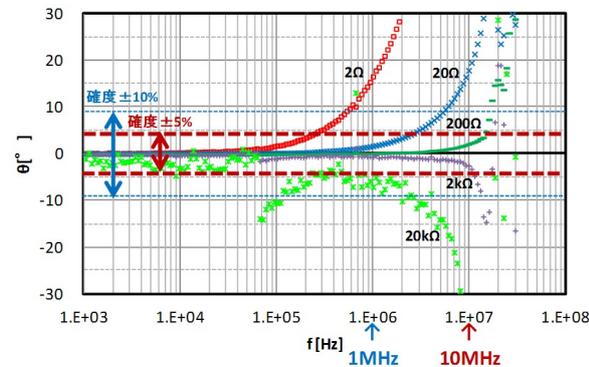


図8 測定治具1号機と1260を組み合わせ場合の位相 $\theta$ の測定範囲検証結果

図7より $2\Omega$ チップ抵抗および測定電極を短絡(Short)した場合に、測定治具内配線の寄生インダクタンス分の影響によるインピーダンス値の上昇が観測される。これは、Agilent 16034Gと同様の傾向である。なお、 $20k\Omega$ チップ抵抗測定時には、Agilent 16034Gのような共振による著しいインピーダンス値の増加は見られない。

この測定治具の $10MHz$ における $|Z|$ の測定可能範囲は、図7の結果から $10\Omega$ 弱から $20k\Omega$ までの範囲となる。しかし、測定精度 $\pm 5\%$ の範囲は、図7および図8の結果から、 $200\Omega$ 弱から $2k\Omega$ あたりの範囲となること分かる。

### 2.3 測定治具2号機の試作と測定範囲の検証

測定治具2号機の測定治具内配線図と1260との結線図を図9に示す。なお、1号機と同様に内部の金属部材は可能な限りステンレス鋼を使用している。

この測定治具を用いて1260との組み合わせた場合のインピーダンス測定範囲の検証実験を実施した。この時のインピーダンスの絶対値 $|Z|$ の周波数特性を図10に、位相 $\theta$ の周波数特性を図11に示す<sup>1)</sup>。

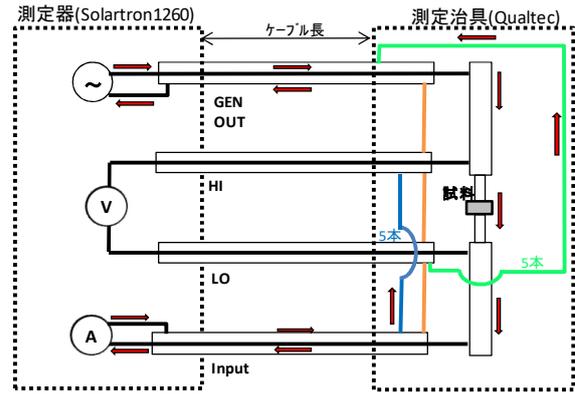


図9 測定治具2号機の測定治具内配線図および1260との結線図

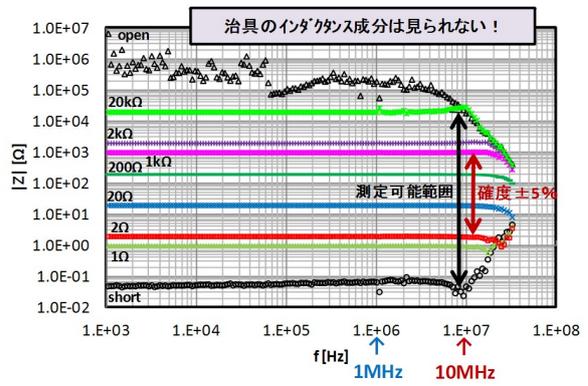


図10 測定治具2号機と1260を組み合わせ場合のインピーダンス  $|Z|$  の測定範囲検証結果

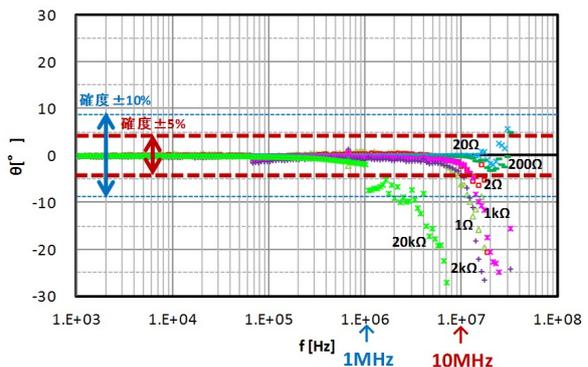


図11 測定治具2号機と1260を組み合わせ場合の位相 $\theta$ の測定範囲検証結果

図9のような内部配線に変更することで、図10のようにインピーダンスの絶対値 $|Z|$ の周波数特性にはインダクタンス成分が見られなくなり、測定可能範囲は、 $0\Omega$ (短絡)から $20k\Omega$ と大幅に拡張された。

また、図10および図11より、測定精度±5%の測定可能範囲は、2Ωから1kΩと低インピーダンス側に大幅に拡張されることが分かる。

### 3 まとめ

本研究は、全固体リチウムイオン二次電池用固体電解質の交流インピーダンス測定に必要となる測定可能周波数が10MHz以上の測定治具およびその測定治具を用いた測定系を開発することを目的とし、インピーダンス測定器としての代表機種である1260に適合する測定治具を試作し、そのインピーダンス測定範囲の検証を行った。その結果、測定周波数上限が10MHzを有する測定治具の開発に成功した。

### 4 今後の展開

今後は、測定治具内にヒータを配置し、測定試料の温度特性の測定を可能なものに改良を施す。まずは硫化物固体電解質の使用上限温度である300℃を目標とする。

また、さらなる測定周波数の拡張のために、インピーダンス測定器を実質的な上限周波数が10MHzである1260とともに、Agilent Technologies社製インピーダンスアナライザ4294A(上限周波数110MHz)およびその後継機種であるE4990A(上限周波数120MHz)への適用も検討する。ただし、Agilent社のインピーダンスアナライザは1260のような周波数応答解析(FRA:Frequency Response Analysis)法ではなく自動平衡ブリッジ法であるため、本研究で開発した測定治具がそのままの内部配線で自動平衡ブリッジ法の測定器に適用可能かについては、現段階では不確定である。

### 参考文献

- 1) 中島稔, "交流インピーダンス測定用治具の開発," 株式会社クオルテック広報誌「hq」Vol.1, pp.22-24, 2013

# 固体電解質のインピーダンス測定に関する研究(第2報)

—全固体リチウムイオン二次電池用硫化物系固体電解質に適したインピーダンス測定システムの開発—

山本 典央\*      平野 真\*\*      中島 稔\*\*\*  
YAMAMOTO Norio\*      HIRANO Makoto\*\*      NAKAJIMA Minoru\*\*\*

**要旨** 現在、液漏れや発火・爆発の心配が無く安全性が高い全固体リチウムイオン二次電池の開発が盛んに行われている。この電池にはセラミック製の固体電解質が用いられており、この固体電解質の評価を行うためには、100MHzまでのインピーダンス測定が必要となる。しかし、このような高周波領域で使用出来る測定システムは市販されていない。そこで、本研究では、最大測定周波数が10MHzまでであるSolartron Analytical社製1260に加えて、最大測定周波数が100MHzであるKeysight Technologies社製4294AまたはE4990Aと組み合わせて、測定周波数範囲が10mHzから100MHzの非常に広範囲での測定を可能にするインピーダンス測定システムを開発した。

## 1 まえがき

近年、ハイブリッド／電気自動車の普及に伴い、車載用の大容量リチウムイオン二次電池バッテリーの開発・生産競争が激しく、今後、リチウムイオン二次電池の市場は、大容量バッテリーモジュールを必要とする航空機や車載用が牽引するとされている。

しかし、現状のリチウムイオン二次電池は、主に液体が使用されているため、液漏れや高温時の発火・爆発等の危険性が課題となっており、航空機や車載用等の安全性および耐高温性が強く求められる市場からは危険性が無い構造のリチウムイオン二次電池が強く求められている。

そこで、現在各研究機関や大学およびメーカ等では、液漏れの心配が無く、また高温にも耐えるセラミック製の固体電解質を用いた全固体リチウムイオン二次電池の開発が盛んに行われている。

電气的特性を調べる手段として、交流インピーダンス測定が用いられており、従来の電解液の評価であれば、測定周波数上限は高くても数100kHzまでで十分である。しかし、セラミック製の固体電解質の評価のためには、測定周波数の上限は少なくとも10MHz以上は必要とされており、固体電解質の特性によってはさらに高い100MHzでの測定が必要であるが、このような高周波領域で測定可能な測定治具や測定システムは市販されていない。

そこで、本研究では、固体電解質の評価に必要な最高測定周波数100MHzを実現するインピーダンス測定システムを開発することを目的とする。

## 2 インピーダンス測定システム

### 2.1 従来のインピーダンス測定器の問題点

現在、電解質のインピーダンス測定で用いられる測定器の代表的な機種はSolartron Analytical社製インピーダ

ンスアナライザ1260(以後、1260とする)であり、多くの研究機関や大学等で測定に使用されている。1260の測定周波数範囲は、仕様では10μHzから32MHzとなっている。1260の測定可能インピーダンス範囲の周波数特性の概略図を図1に示す<sup>1)</sup>。

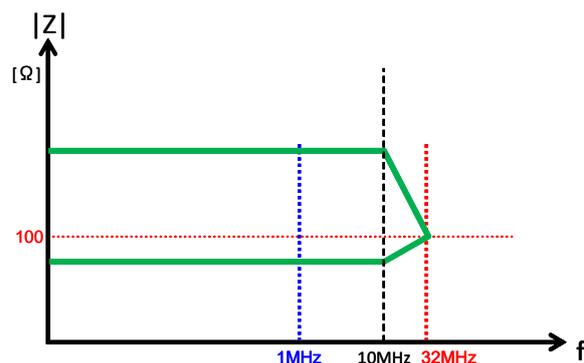


図1 1260 のインピーダンス測定範囲の周波数特性の概略図

図1のように、1260の最大測定周波数の仕様が32MHzであっても、測定可能なインピーダンス範囲(図1の縦軸)は、10MHzを越えたあたりから急激に狭くなり、32MHz付近では100Ω付近の非常に狭いインピーダンス範囲しか測定出来なくなるため、交流インピーダンスの評価のため使用出来る周波数範囲は、1260の場合、最大10MHzまでが現実的な使用範囲である。そのため、固体電解質の評価に必要なとされる10mHzから100MHzまでのインピーダンス測定を行う場合、1260のみでは測定出来ない。従って、10MHz以上の周波数領域を測定するためには、1260とは別のインピーダンス測定器を併用することが必要となる。

### 2.2 100MHzで測定可能なインピーダンス測定器

100MHzでの測定を可能にするための測定器として、Keysight Technologies社製4294Aおよび同社製E4990Aを

\*電子システム係    \*\* 現滋賀県モノづくり振興課  
\*\*\* (株)クオルテック

用いた。4294Aは発売されてから約20年経過し、主にチップ抵抗やチップコンデンサ、チップインダクタ等の電子デバイスの特性評価用測定器として広く使用されてきた。E4990Aは4294Aの後継機種である。我々が開発する測定システムでは、これまでの圧倒的な普及台数を誇る4294Aおよび今後普及していくであろうE4990Aの両機種に対応することを開発目標とした<sup>2)</sup>。

### 2.3 インピーダンス測定システムの構成

1260と4294AおよびE4990Aのインピーダンス測定範囲を重ねた図を図2に示す。

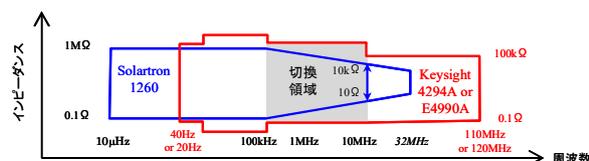


図2 1260と4294AおよびE4990Aのインピーダンス測定範囲

図2から、10mHzから100MHzまでの周波数帯域を測定可能にするためには、10MHz以下の周波数で1260と4294A(もしくはE4990A)を切り替える必要がある。しかし、測定器と測定治具間の同軸ケーブルは4本必要であるために、測定器を切り替える度に4本の同軸ケーブルを接続し直すという煩雑な作業が必要となり、作業ミスが発生も懸念される。そこで、測定治具と2台の測定器間のケーブルを自動で切替可能な装置を開発し、それを用いたインピーダンス測定システムを構築することとした。図3に開発したインピーダンス測定システムの構成図を示す。

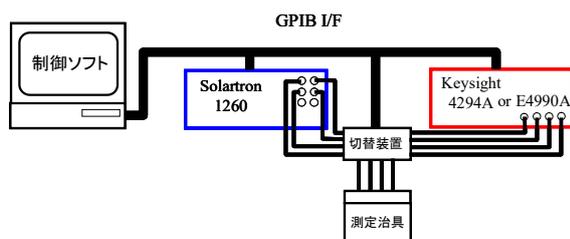


図3 開発したインピーダンス測定システムの概念図

図3に示す様に、測定治具と2台の測定器の間には、同軸ケーブルの切り替えを行う装置(切替装置)を配置し、測定周波数に応じて測定治具に接続する測定器を自動的に切り替える仕様とした。なお、本測定システムでは、PC画面により2台の測定器毎に測定周波数範囲を入力しさえすれば、その周波数範囲を自動的に測定可能とするために制御ソフトウェアも併せて開発した。

### 2.4 測定システム制御ソフトウェア

電気化学インピーダンス測定分野におけるインピーダンス測定器は1260がデファクトスタンダードであるが、この1260を使用する場合、Scribner社製測定ソフトウェア「Zplot<sup>®</sup>」で測定条件等を入力しPC制御にて測定されている。しかしながら、このZplot<sup>®</sup>は4294AおよびE4990Aに対応しておらず、また我々が独自に開発した切替装置の制御も不可能である。

そこで、本研究では1260とともに、4294A、E4990Aおよび切替装置を一括制御可能なソフトウェアを開発した。図4に測定システム制御ソフトウェアの画面を示す。



図4 測定システム制御ソフトウェアの画面

開発した制御ソフトウェアは、画面の左半分が各種測定条件設定入力画面で、右半分が測定データ表示画面という構成とした。測定条件設定画面では、10mHzから10MHzまでの低周波数領域の測定を担う1260と、100Hzから100MHzの高周波数領域を担当する4294A(またはE4990A)の各々の測定器の測定周波数範囲の入力欄を同一タブに設けた。これにより、例えばタブ内で4294A(またはE4990A)の測定周波数範囲を100MHzから100kHz、また、1260を10MHzから10mHz(電気化学分野でのインピーダンス測定の際には高周波数から低周波数へ掃引する:逆掃引)と入力することで、自動的に2台の測定器と測定治具との接続を切替装置にて自動的に切替え、最大100MHzから最小10mHzまでの測定器2台分のデータを一括して取得することを可能とした。なお、測定点数の設定方法は、電気化学分野でのインピーダンス測定で多く使用されている「Steps / decade」(周波数変化1桁あたりの測定点数)で入力する方式を採用した。

### 2.5 開発したインピーダンス測定システム

図5および図6に本研究で開発したインピーダンス測定システムの外観を示す<sup>2)</sup>。図5は、インピーダンス測定器に1260と4294Aを採用したType Iで、図6は1260とE4990Aを採用したType IIである。なお、両タイプとも切替装置および測定器架台は共通のものを使用可能な仕様とした。また、測定システム制御ソフトウェアについても同様に、4294AおよびE4990Aのどちらにも対応する仕様とした。



図5 1260と4294Aを使用したインピーダンス測定システム (Type I)

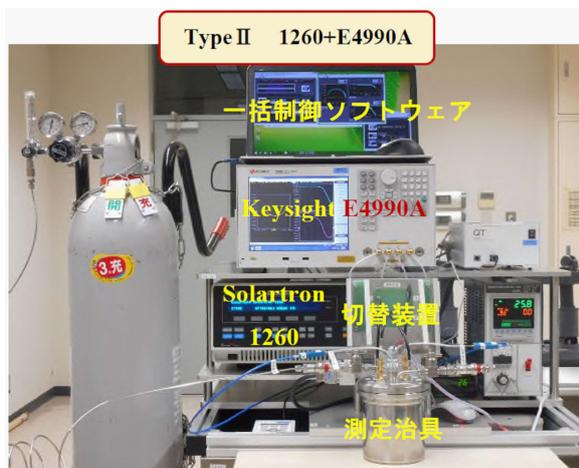


図6 1260とE4990Aを使用したインピーダンス測定システム (Type II)

本測定システム (Type I) を使用して、 $100\ \Omega$  のチップ抵抗と  $6.8\text{k}\ \Omega$  のチップ抵抗を直列接続し、さらに  $6.8\text{k}\ \Omega$  のチップ抵抗に  $68\text{pF}$  のチップコンデンサを並列接続した RC 回路 ( $100\ \Omega + 6.8\text{k}\ \Omega // 68\text{pF}$ ) の周波数特性を  $100\text{MHz}$  から  $1\text{kHz}$  まで周波数掃引させて測定した結果を図7に示す<sup>2)</sup>。また、この測定結果を Scribner 社製データ解析ソフト「ZView<sup>®</sup>」によりフィッティングさせた結果を図8に示す。

図7に示す通り、最大測定周波数の  $100\text{MHz}$  において、ナイキストの結果は虚数軸のプラス側 (このグラフでは0より下側) にはなることがなく、本来存在しないはずのインダクタンス成分が出現していないことが分かる。これは、測定治具を含めた測定系全体が  $100\text{MHz}$  の周波数に対応していることを表している。また、4294A と 1260 と測定周波数がオーバーラップしている領域 ( $10\text{MHz}$  から  $10\text{kHz}$ ) のデータが非常に一致していることも分かる。これは、測定原理の異なる2台の測定器 (4294A は自動平衡ブリッジ法、1260 は周波数応答解析法:FRA法) であっても、同一測定周波数

では同一の測定値が得られる測定システムを実現したことを意味する。

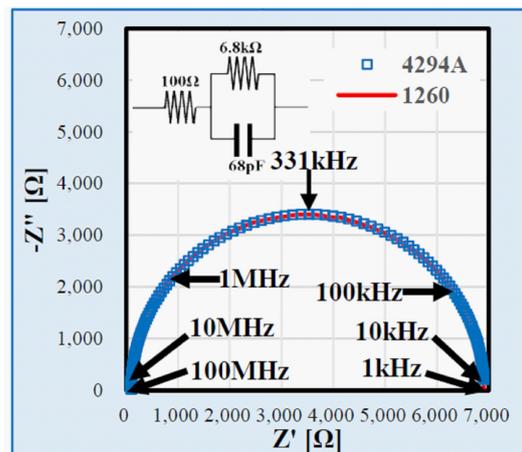


図7 インピーダンス測定システム (Type I) を使用して RC 回路 ( $100\ \Omega + 6.8\text{k}\ \Omega // 68\text{pF}$ ) の測定結果 (ナイキスト線図)

ZVIEW<sup>®</sup> によるフィッティング結果 (注) <内の数字はエラー>

	4294A (10kHz~100MHz)	1260 (1kHz~10MHz)
R1 [Ω]	99.65 <0.018%>	94.78 <0.357%>
R2 [Ω]	6803 <0.012%>	6802 <0.043%>
C [F]	$7.009 \times 10^{-11}$ <0.011%>	$7.071 \times 10^{-11}$ <0.057%>

図8 図7の結果のZView<sup>®</sup>によるフィッティング結果

図8より、上限周波数が  $100\text{MHz}$  の 4294A は上限周波数が  $10\text{MHz}$  の 1260 に比べて、RC 回路の各定数 ( $R1 = 100\ \Omega$ ,  $R2 = 6.8\text{k}\ \Omega$ ,  $C = 68\text{pF}$ ) により近い値となり、またフィッティング精度も高いことが分かる。なお、この RC 回路の各定数は、実際の固体電解質の値に近いものを採用している。

### 3 まとめ

本研究は、全固体リチウムイオン二次電池用固体電解質の評価に必要な周波数  $100\text{MHz}$  までのインピーダンス測定を実現する測定システムを開発することを目的とし、インピーダンス測定器として代表機種である 1260 と、1260 単体では測定不可能な  $10\text{MHz}$  以上の周波数領域の測定を可能にする 4294A あるいは E4990A と組み合わせた測定システム (2タイプ) を開発した。このシステムの開発に際し、2台の測定器と測定治具の接続を自動的に切替可能な切替装置と、2台の測定器と切替装置を一括制御するソフトウェアも開発した。その結果、1260 と 4294A および 1260 と E4990A の使用する2台の測定器本体の操作ボタンに触れることなく、PC 画面上の制御ソフトウェアに測定条件を入力することのみで  $10\text{mHz}$  の極低周波数から  $100\text{MHz}$  の高周波数までの広い周波数範囲を容易にかつ高精度に

測定することを可能した。なお、現時点において、少なくとも国内では同様なシステムは市販されていない。

#### 4 今後の展開

今後は、同軸ケーブル切換装置と測定治具間の同軸ケーブルの長さを、現状の最短30cmから10cm短縮することを目指す。これは、測定ケーブルが長くなるに従ってインピーダンスの絶対値 $|Z|$ の測定可能範囲が、狭くなるため、インピーダンス測定範囲のさらなる拡大を図るための改良策である。

また、測定精度の向上のために、開発した制御ソフトウェアに新たな機能(例えば、印加電圧や測定電圧レンジ、測定電流レンジの切換周波数の段数を増やす)の追加をする予定である。

#### 謝辞

この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)「新エネルギーベンチャー技術革新事業」の委託事業の結果得られたものである。ここに記して深謝の意を表す。

#### 参考文献

- 1) 山本典央, 平野真, 中島稔, "固体電解質のインピーダンス測定に関する研究(第1報)", "滋賀県工業技術総合センター研究報告, 2016
- 2) 中島稔, 山本典央, 平野真, "固体電解質に適した交流インピーダンス測定治具および測定システムの開発", "第56回電池討論会, 2F01, 2015

# 固体電解質のインピーダンス測定に関する研究(第3報)

—固体電解質に適したインピーダンス測定システムの実用化に向けた改良—

山本 典央\*      平野 真\*\*      中島 稔\*\*\*  
YAMAMOTO Norio\*      HIRANO Makoto\*\*      NAKAJIMA Minoru\*\*\*

**要旨** 近年、液漏れや発火・爆発の心配が無く高い安全性を実現する全固体リチウムイオン二次電池の開発が盛んに行われている。この電池にはセラミック製の固体電解質が用いられており、この固体電解質の評価を行うためには、100MHzまでのインピーダンス測定が必要となり、我々はそれを実現するインピーダンス測定システムVer.1を開発した。本研究では、そのシステムの測定精度および使い勝手をさらに向上させるべく、測定ケーブルを延長することなく測定治具の加熱・冷却を可能にし、また、測定器の校正・補正を制御ソフトウェアから実施可能にする等の改良を行い、これまで困難とされてきた最高100MHzまでのインピーダンス測定をより簡便に、かつ精度良く測定可能にする測定システムVer.2を開発した。

## 1 まえがき

近年、ハイブリッド／電気自動車の普及に伴い、車載用の大容量リチウムイオン二次電池バッテリーの開発・生産競争が激しく、今後、リチウムイオン二次電池の市場は、大容量バッテリーモジュールを必要とする航空機や車載用が牽引するとされている。しかし、現状のリチウムイオン二次電池には、可燃性の電解液(有機系電解液)が使用されているため、液漏れや高温時の発火・爆発等の危険性が課題となっており、航空機や車載用等の安全性および耐高温性が強く求められる市場からは危険性がない構造のリチウムイオン二次電池が強く求められている。

そこで、現在各研究機関や大学およびメーカー等では、液漏れの心配が無く、また高温にも耐えるセラミック製の固体電解質を用いた全固体リチウムイオン二次電池の開発が盛んに行われている。電気的特性を調べる手段として、交流インピーダンス測定が用いられており、従来の電解液の評価であれば、測定周波数の上限は高くても数100kHzまでで十分である。しかし、セラミック製の固体電解質の評価のためには、測定周波数の上限は少なくとも10MHz以上は必要とされており、固体電解質の特性によってはさらに高い100MHzでの測定が必要であるが、このような高周波領域で測定可能な測定治具や測定システムは市販されていない。

本研究では、固体電解質の評価用に開発したインピーダンス測定システムの測定精度および使い勝手の向上を目的とし、ハードウェアおよびソフトウェア両面の改良を行った。

## 2 インピーダンス測定システム

### 2.1 インピーダンス測定システムVer.1<sup>1)</sup>

\*電子システム係    \*\* 現滋賀県モノづくり振興課  
\*\*\* (株)クオルテック

図1に開発した固体電解質向けインピーダンス測定システムVer.1を示す。このシステムは、Solartron Analytical社製インピーダンスアナライザ1260(以後、1260とする)とKeysight Technologies社製インピーダンスアナライザ4294Aまたは同社製E4990Aの2台の測定器で構成されており、10mHzから100MHzまでの広い周波数範囲のインピーダンス測定を可能にした。

このシステムでは、指定した周波数で自動的に測定器の切替えを行う切替装置を備えており、ユーザーは各々の測定器で測定する周波数範囲を指定するだけで、その全周波数範囲を自動的に測定可能である。これにより、ユーザーは測定器—測定治具間の4本の同軸ケーブルの着脱操作から解放されるだけでなく、各同軸ケーブルの配置の変化に伴う測定データの変化が極力抑制されるために、測定データの精度および再現性の向上が図れる。

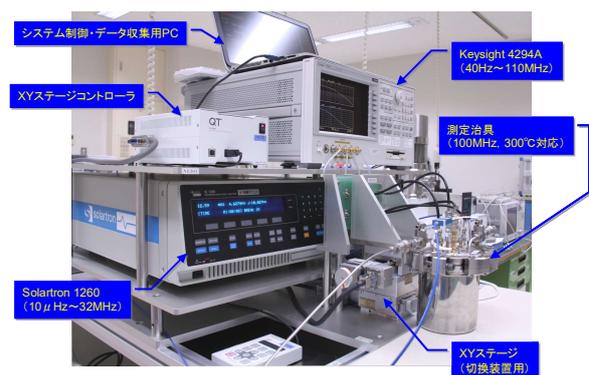


図1 インピーダンス測定システムVer.1の全景

このシステムにより、10mHzから100MHzという広範囲なインピーダンス測定を簡便に、かつ高精度に行うことを実現したが、測定治具をデューワー瓶等で冷却する際には、測定ケーブルを長くする必要があり、その長さによっては高精度に測定可能なインピーダンス範囲が狭くなる場合があ

る。そこで、より測定ケーブルを短縮する方法を検討する必要が生じた。

## 2.2 インピーダンス測定システムVer.2<sup>2)</sup>

図2にインピーダンス測定システムの測定器—測定器具間の測定ケーブルを短縮するために、測定器切替装置の前面をフラットな形状に変更したインピーダンス測定システムVer.2を示す。

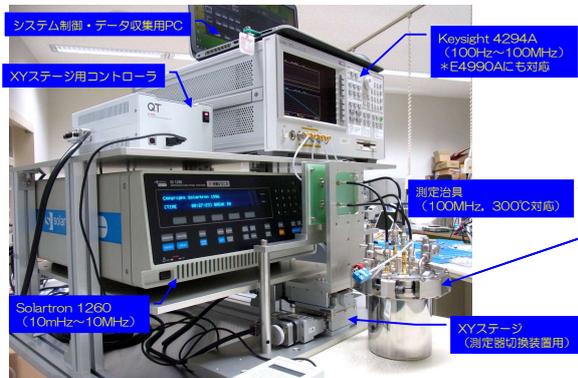


図2 インピーダンス測定システムVer.2の全景

インピーダンス測定システムVer.1では、測定ケーブルの最長は30cmであり、測定器具の冷却時にはさらに長くする必要があったが、Ver.2では最短25cmの測定ケーブルの使用が可能となり、さらにデューワー瓶等での冷却時には測定ケーブルを延長することなく測定可能となった。

図3にインピーダンス測定システムVer.1およびVer.2の測定器切替装置の形状比較を示す。

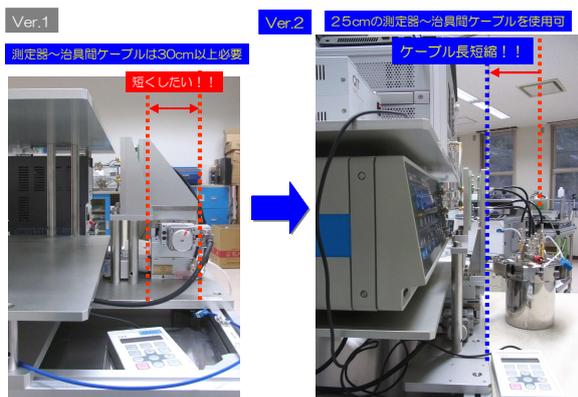


図3 インピーダンス測定システムVer.1およびVer.2の測定器切替装置の形状比較

## 2.3 インピーダンス測定システム制御ソフトウェアVer.1<sup>1)</sup>

本測定システムでは、各測定器の測定周波数範囲や測定電圧、測定点数および各測定器の測定平均化回数等を開発した制御ソフトウェアで設定することが可能であり、それらの設定を行ったあとはスタートボタンを押すだけで

全周波数範囲の測定データを自動取得することが可能である。図4にインピーダンス測定システム制御ソフトウェアVer.1の画面を示す。



図4 測定システム制御ソフトウェアVer.1の画面

制御ソフトウェアVer.1は、1260単体では性能的に測定不可能である10MHz以上(最高100MHz)の測定を念頭に置いて開発したため、必ず2台の測定器を使用する仕様としていた。しかしながら、測定によっては、必ずしも1260の測定範囲である低周波側の測定が必要でない場合があり、その場合は4294AあるいはE4990A単体での測定のみで良く、また逆に、1260単独で繰り返し測定を行いたい場合も少なくない。

そこで、2台の測定器のいずれか片方のみでも使用可能とする機能を追加することを検討した。さらに、新たに制御ソフトウェアを開発するにあたり、4294AやE4990Aを使用する際に必ず実施しなければならない補正および校正作業をソフトウェアから実施可能とする機能、また、1260および4294A(あるいはE4990A)の2台の測定器のデータを1つのトレースデータに結合し、そのデータをScribner社のデータ解析ソフト「ZView<sup>®</sup>」で読み込み可能な形式で保存する機能の追加も併せて検討した。

## 2.4 インピーダンス測定システム制御ソフトウェアVer.2<sup>2)</sup>

制御ソフトウェアVer.2では、様々な機能を追加するにあたり、それらの機能を選択可能にするメニュー画面を新たに設け、本ソフトウェア起動時にそのメニュー画面が表示されるような仕様とした。図5にそのメニュー画面を示す。

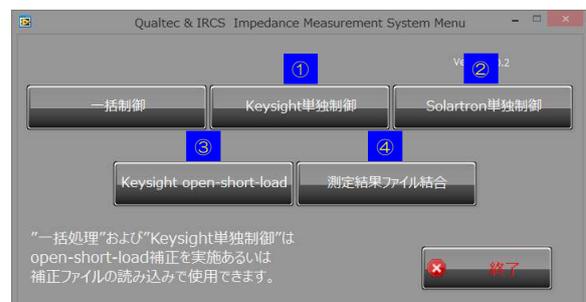


図5 測定システム制御ソフトウェアVer.2のメニュー画面

メニュー画面にはVer.1ですでに実現済みであった、2台の測定器を自動的に切り替えて全測定周波数範囲を測定する「一括制御機能」の他に、4294AあるいはE4990Aのみを使用して測定するための「Keysight 単独制御機能」①、1260のみを使用して測定するための「Solartron 単独制御機能」②、4294AあるいはE4990Aの校正・補正作業を実施するための「Keysight open-short-load機能」③および2台の測定データを結合するための「測定結果ファイル結合機能」④の各ボタンを設けた。

図6に一括制御時の制御ソフトウェアの測定画面を示す。なお、単独制御時は、選択した測定器のみの設定しか行えない仕様とした以外は、測定画面構成は基本的には変わらない。



図6 一括制御時の制御ソフトウェアの測定画面

制御ソフトウェアVer.1では、測定条件設定画面と測定データ表示画面が個別のウィンドウとなっていたが、Ver.2では測定条件設定エリアと測定データ表示エリアを1画面構成となっている。さらに測定時にユーザーが最も関心があり、注視するであろうナイキスト線図表示用のグラフを可能な限り大きくした。また、各測定器の測定周波数やインピーダンスおよび位相の値を表示し、それらをリアルタイムに更新する機能を追加した。

図7にE4990A (あるいは4294A) の設定タブ画面を示す。

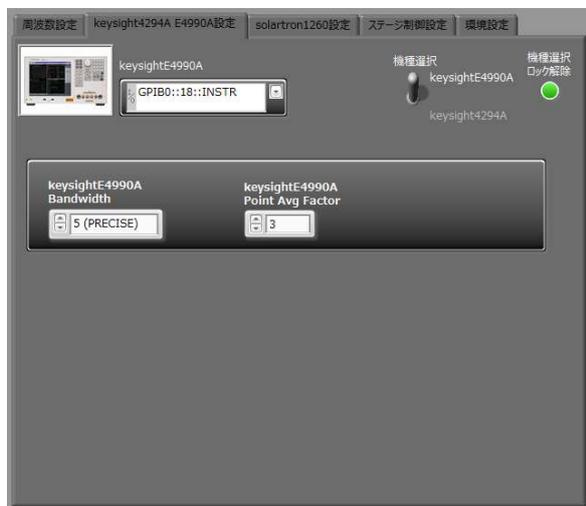


図7 4294A(あるいは4990A)の設定タブ画面

この設定タブ画面では、Keysight社製インピーダンスアナライザに装備されているポイントアベレージの平均化回数 (Auto Integration機能) の設定および中間周波数の帯域幅設定を行う。これらの機能は共に高精度に測定を行うために欠かせない機能である。なお、Keysight社製インピーダンスアナライザは周波数掃引型のアナライザであるが、測定点1点毎にアベレージ (平均化) 処理を行うポイントアベレージ機能を備えており、高速掃引が適さない電気化学の分野でのインピーダンス測定において高精度測定を行う際には非常に重要な機能であることを付け加えておく。

図8に1260の設定タブ画面を示す。

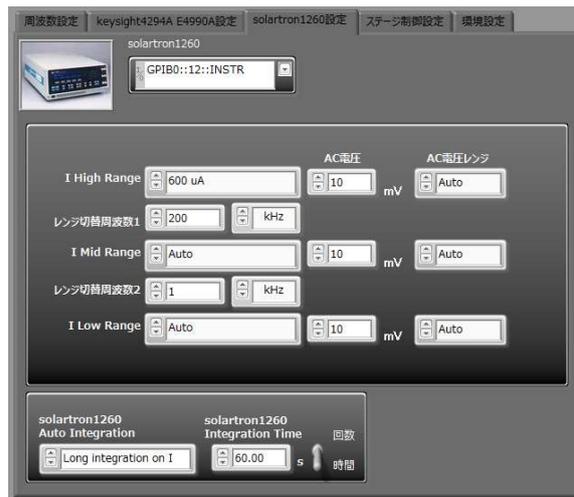


図8 1260の設定タブ画面

この設定タブ画面では、測定データの自動平均化機能 (Auto Integration機能) の設定と自動積分処理がうまく機能しなかった際に、強制的に積分を実施する時間 (Integration Time) の設定および電流アンプのレンジの設定およびレンジを切り替える周波数の設定を行う。

1260の自動平均化機能 (Auto Integration機能) は非常に優秀で、規定された測定精度に測定データが収束すれば、測定周波数が自動的に次の周波数に移動し、逆に収束しなければ、収束するまで同じ周波数を指定した時間まで測定しつづける。しかしながら、何らかの原因で、自動平均化機能がうまく機能せず、かつ強制的に平均化を行う時間が短い場合、測定データに著しい“飛び”が発生することがある。この測定データの著しい“飛び”を抑制するためには、強制的に平均化を行う時間を60秒以上にしておくことが効果的であることが分かった。なお、この時間を長くすればするほど、データの“飛び”を抑制出来る確率は上がるが、それと同時に測定時間が長くなってしまふことも考慮しなければならない。

また、1260に備わっている自動平均化機能には、「Long Integration」と「Short Integration」の2種類あるが、高精度な測定を行う際には、「Long Integration」に設定すべきである。その理由は、「Long Integration」時の測定データ収束条件は、その測定値の誤差が読み値の $\pm 1\%$  + 各電流レ

レンジのフルスケールの±0.001%で、一方「Short Integration」時の測定データ収束条件は、その測定値の誤差が読み値の±10%+各電流レンジのフルスケールの±0.01%であり、これらのことから、「Short Integration」に設定して測定した場合は、1260の仕様上、測定値の誤差が最大±10%となることがあり得ることに注意が必要である<sup>3)</sup>。そのため、本制御ソフトウェアでは、「Long Integration」を初期設定とした仕様になっている<sup>3)</sup>。

また、電流レンジの設定は、一般的には「Auto」設定のまま測定している場合が多く、数100kHz以下の周波数であればその設定でも大きな問題は無いが、1MHzを超える周波数で測定する場合は、電流レンジを適切に設定しなければ、1MHzを境に測定データに段差が出来る場合が多い。それを回避するために、例えば200kHz以上の周波数では電流レンジを使用できる最小レンジである600μAレンジに固定をし、200kHz以下ではAutoレンジに設定する等の方策がある。但し、設定する周波数はいくらが最適かは、1260の個体差(特性の違い)によって多少異なるため、繰り返し測定することでその測定データから最適な周波数を割り出す必要がある<sup>3)</sup>。

図8に4294AあるいはE4990Aの校正・補正作業を実施するための「Keysight open-short-load機能」の画面の一例を示す(測定治具のロード補正準備作業指示画面)。



図8 「Keysight open-short-load機能」の画面の一例(測定治具のロード補正準備作業指示画面)

この校正・補正は、その実施手順ごとに画面を用意しており、全18枚の画面で構成している。この実施手順は測定器と測定治具を接続する測定ケーブルの校正を行うための「ケーブル長校正」と、測定治具そのものの補正を行うための「測定治具補正」の大きく2つに分類される。

4294AあるいはE4990Aは、基本的には測定器本体に測定治具を直付けして使用することが多く、その際にはケーブル長校正は不要である。しかしながら、電気化学の分野でのインピーダンス測定の場合、測定治具が測定器本体に直付けすることは、その測定治具構造や測定環境からほぼ不可能であるため、測定ケーブルは必須となる。また、測定治具補正は、数MHz以上の測定を高精度に行う際には必須である。

通常この校正および補正作業を実施する際には、測定器本体のボタンを駆使し、画面に表示される階層メニューを見ながら操作する必要がある。この操作は、電子計測器に慣れ親しんだ電子分野の技術者・研究者であれば、それほど苦痛を感じないレベルであるが、普段電子計測分野に馴染みでない、あるいはそれが本業ではない電気化学分野の技術者・研究者にとっては、この作業は非常に煩雑に感じるレベルの作業である。

そこで、制御ソフトウェアVer.2では、図8のような画面が表示されるの「Keysight open-short-load機能」を追加した。

この画面は、各校正・補正時に必要な準備作業が画面上に写真とともに表示・指示され、その準備作業が完了した時点でOKボタンをクリックすると、校正・補正作業が自動的に実行される仕組みである。通常であれば、測定器の階層メニューから選択して実行しなければならない各校正・補正作業が、画面に表示される指示どおりに準備作業をし、そしてOKボタンを押すことで実行される仕様は、電気化学分野のみならず、万人にとって非常に使いやすい仕様である。

図9に測定結果ファイル結合機能の画面を示す。

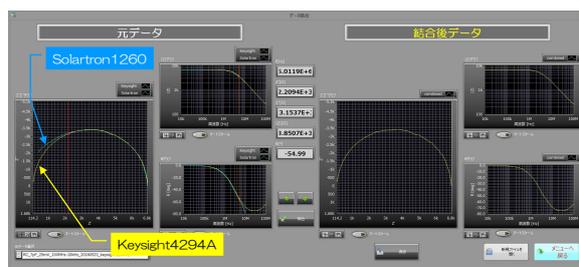


図9 測定結果ファイル結合機能の画面

この画面の左側に2台の測定器の測定データが表示され、右側に1つのトレースとして結合されたデータが表示される仕様とした。

本測定システムでは、例えばE4990Aで100MHzから100kHzの測定を、また1260では10MHzから10Hzの測定を行うという、2台の測定器で測定周波数をオーバーラップさせて測定する仕様になっている。これは、上記測定周波数条件の場合、E4990Aの測定データのうち、100MHzからどの周波数までを採用し、また1260の測定データのうち、どの周波数から10Hzまでを採用するのかが、測定試料毎に異なるため、オーバーラップして測定する仕様としている。

しかし、一般的に測定データは、Scribner社のデータ解析ソフト「ZView<sup>®</sup>」を使用して等価回路解析等を行うことが多いが、この「ZView<sup>®</sup>」では、2つのトレースはあくまで別々のデータとして扱われるため、「ZView<sup>®</sup>」で全測定周波数範囲のデータとして解析するためには1つのトレースデータにする必要がある。

制御ソフトウェアVer.1では、この結合機能がなかったため、汎用のソフトウェア(例えば、Microsoft社Excel等)を使用しマニュアルで結合していたが、この場合、どの周波数

で結合させればナイキスト線図上で見た場合に、トレースデータに段差(“飛び“)がなくデータが結合出来ているのかをリアルタイムに把握することが困難であった。

そこで、本結合機能では、結合前のデータおよび結合後のデータを各々ナイキスト線図上に表示させ、段差のない結合データの作成を容易にする仕様とした<sup>2)</sup>。これにより、測定後のデータ処理に要する時間と手間を大幅に改善した。

### 3 まとめ

本研究は、全固体リチウムイオン二次電池等に使用される固体電解質の評価に必要となる周波数100MHzまでのインピーダンス測定を実現するために開発した測定システムVer.1の測定精度および使い勝手の向上を目的とし、ハードウェアおよびソフトウェア両面の改良を行った。ハードウェア面では、測定器切替装置の形状および配置を改良し、測定治具冷却時においても測定ケーブル長を長くする必要がなくなり、測定精度および使い勝手の向上を実現した。また、ソフトウェア面では、Ver.1で実現していた「一括制御機能」の他に、4294AあるいはE4990Aのみを使用して測定するための「Keysight 単独制御機能」、1260のみを使用して測定するための「Solartron 単独制御機能」、4294AあるいはE4990Aの校正・補正作業を実施するための「Keysight open-short-load機能」および2台の測定データを結合するための「測定結果ファイル結合機能」追加し、様々な測定場面に適した最適な測定条件を設定可能になり、さらに測定後のデータ処理においてもそれに係る手間と時間の大幅な短縮を実現した。これらの仕様・機能により、これまで困難とされてきた10MHzを超える高周波数の領域における電気化学の分野でのインピーダンス測定を、より簡便にかつ精度良く測定可能にする測定システムを開発した。なお、現時点において、少なくとも国内では同様なシステムは市販されていない。

### 4 今後の展開

今後は、本測定システムを使用して様々な形状や種類の固体電解質を測定し、測定システムおよび測定治具の耐久性評価を行うとともに、本測定方法について改良を重ね、外部の研究機関等の意見をもとに標準化等を目指していきたい。

### 謝辞

この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)「新エネルギーベンチャー技術革新事業」の委託事業および助成事業の結果得られたものである。ここに記して深謝の意を表す。

### 参考文献

- 1) 山本典央, 平野真, 中島稔, "固体電解質のインピーダンス測定に関する研究(第2報)," 滋賀県工業技術総合センター研究報告, 2016
- 2) 山本典央, 中島稔, 平野真, "固体電解質に適した交流インピーダンス測定治具および測定システムの開発 2," 第57回電池討論会, 3G06, 2016
- 3) 中島稔, 山本典央, 平野真, "固体電解質のACインピーダンス測定時の注意点," 全固体電池のイオン伝導度向上技術と材料、製造プロセスの開発, pp.466-475, 技術情報協会, 2017

# EMC試験における基準信号発生器の開発

川口 和弘\*  
KAWAGUCHI Kazuhiro\*

山本 典央\*  
YAMAMOTO Norio\*

藤本 正克\*\*  
FUJIMOTO Masakatsu\*\*

**要旨** 本研究ではEMC (Electromagnetic compatibility: 電磁両立性) 試験のうち、雑音端子電圧測定と呼ばれる伝導性の電磁ノイズを測定する試験について、その測定再現性の向上を目指すためにコモンモード、ディファレンシャルモードの二つの伝播モードが支配的な信号を出力できる信号発生器を作製した。作製した信号発生器を用いて雑音端子電圧測定を行い、電源ケーブルの長さや束ね方など取り扱いの違いによって各モードの電磁ノイズ強度の変化を測定した。ディファレンシャルモードでは電源ケーブルの束ね方が変わっても電磁ノイズ強度に変化は見られなかったが、コモンモードでは束ね方によって高い周波数で電磁ノイズの強度が変化する結果を得られた。

## 1 はじめに

現在私達が日常的に使用する電子機器は、パソコンやスマートフォン、テレビ、オーディオ機器など非常に多くなっている。これらの機器は、電磁ノイズを出して他の機器へ障害を引き起こす、他の機器から電磁ノイズを受けて機能に不具合が生じるなど、電磁ノイズへの対策が不十分であると問題が生じる。このような問題を引き起こさないために、国際規格等でEMC試験が定められている。

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

図1に示すように、雑音端子電圧測定は電気製品から電源ケーブルを伝導する電磁ノイズを測定する試験である。雑音端子電圧測定は規格の要求に、電源線の長さを100cmとされており、それよりも長い場合は長い部分ができるだけ前後に折り曲げて、長さが40cmを超えない束にするよう規定されている。しかし、100cm以上のケーブルを40cm以下に折りたたむことを繰り返した時、同じ人が行った場合でもその測定結果に違いが生じる事が知られている。このような測定の再現性への影響は、製品が規格に適合しているかを判断する場合に大きな問題となる。

したがって、この測定結果の違いが、どのような電磁ノイズによって引き起こされているのか調べることで、雑音端子電圧測定の測定再現性を向上させることができる。また、電磁ノイズの成分を切り分けて測定できるLISN (擬似電源

回路網) は規格で指定されておらず、規格に準拠したLISNを使用し切り分けて測定するのは難しい。そこで本研究では、ケーブル長さを変え雑音端子電圧測定を行い各モードによる変化を測定し、測定の再現性を向上させることを目的に、電磁ノイズのモードを切り分けて出力できる基準信号発生器の作製を行った。

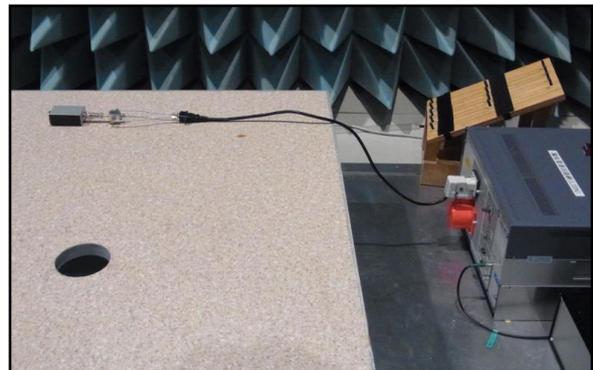


図1 雑音端子電圧測定の様子

## 2 実験

### 2.1 基準信号発生器の作製

電磁ノイズはアースと電源線間で伝播するコモンモード、電源線間で伝播するディファレンシャルモードの二つがあり<sup>1)</sup>、それぞれのモードで信号を出力させられるような基準信号発生器の作製を行った。信号の発信源としてコムジェネレータ(テクノサイエンスジャパン製)を使用した。コモン、ディファレンシャルモードの各モードで信号を出力させるために、 balan (平衡-不平衡回路) といわれる信号分配器を使用した。<sup>2)</sup> 信号の発信源にそれぞれ同相の分配器、180°異相の分配器を接続しモードの切り分けを行った。実際に試作した基準信号発生器を図1に示す。

\* 電子システム係

\*\* (地独) 山口県産業技術センター

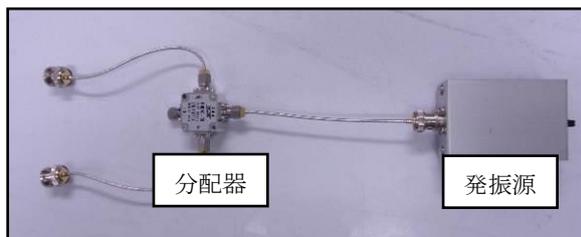


図2 試作した基準信号発生器

## 2.2 雑音端子電圧測定

作製した基準信号発生器を用いて、雑音端子電圧測定を行った。雑音端子電圧測定は、発生器に接続するケーブルの長さを80cm、200cmと変えて行った。また200cmのケーブルは、40cmで折り返す、折り返さずに3周巻くと束ね方を変えて測定を行った。また、測定した周波数範囲は150kHzから30MHzで行った。

## 3 結果と考察

### 3.1 ディファレンシャルモードの雑音端子電圧測定

まず、ディファレンシャルモードの信号を出力させた基準信号発生器を使用して雑音端子電圧測定を行った。ディファレンシャルモードにおける80cmケーブルと200cmケーブルの測定結果を図3に示す。測定周波数の範囲では、2種類のケーブル長さで信号強度の違いはほとんど見られなかった。束ね方を変えても測定した信号強度は、測定周波数の全範囲において大きな違いが見られなかった。したがって、ディファレンシャルモードの信号は、ケーブルの長さによって大きく変化を受けないということが分かった。

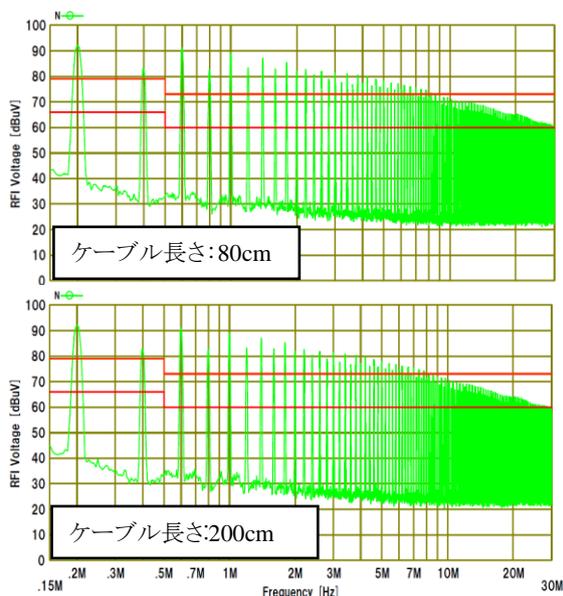


図3 ディファレンシャルモードの雑音端子電圧測定結果

### 3.2 コモンモードの雑音端子電圧測定

次に、コモンモードの信号を発振させ、その雑音端子電圧測定を行った。図4にコモンモードで発振した基準信号発生器の測定結果を示す。コモンモード発振の測定結果では、ディファレンシャルモードの測定結果で見られなかったようなケーブル長さの違いによる信号強度の変化が20MHz以上の周波数で見られた。また、200cmの長さのケーブルを40cm以内で折りたたんで束ねた場合と、3周巻いた場合の測定結果においても、20MHz以上の周波数で信号強度の変化が見られた。以上の結果から、コモンモードの信号はケーブルの長さによって高周波側の強度に変化を生じてしまうことが分かった。したがって、ケーブルの束ね方によって生じる測定結果の違いは、コモンモードの電磁ノイズ成分による可能性が高いことが分かった。

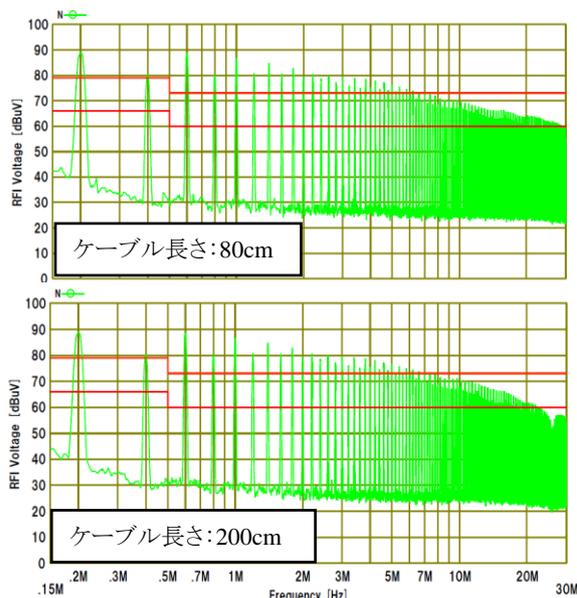


図4 コモンモードの雑音端子電圧測定結果

### 3.3 各モードにおける測定結果のちがいについて

今回の測定結果から、雑音端子電圧測定においてディファレンシャルモードの信号は、ケーブルの長さや束ね方に影響を受けにくく、コモンモードはケーブルの長さや束ね方に影響を受け20MHz以上の周波数で信号強度が変化することが分かった。ディファレンシャルモードの信号が変化しない理由としては、電源ケーブル内で往復する信号のペアがそれぞれの電磁界を打ち消しあうためと考えられる。コモンモードの信号がディファレンシャルモードに比べ変化する理由としては、電源線間を伝播するのではなく電源線とアース間を伝播するので、信号の電磁界をそれぞれが打ち消す事がないためと考えられる。

## 4 まとめ

本研究では、コモンモードとディファレンシャルモードを切り替えられる基準信号発生器を作製し、雑音端子電圧測定を行う際に問題となりうるケーブル長さや束ね方によ

る測定結果の変化が、どのような電磁ノイズの成分であるのかを測定し測定の再現性向上を目指した。作製した基準信号発生器を用いて雑音端子電圧測定を行った結果、ディファレンシャルモードの信号ではケーブルの長さや束ね方を変えても測定周波数の範囲では信号強度の変化は見られなかった。しかし、コモンモードの信号ではケーブルの長さや束ね方によって20MHz以上の周波数に信号強度の変化が見られた。これらの結果より、雑音端子電圧測定時のケーブルの取り回しなどがコモンモードの電磁ノイズに影響を与えることがわかった。測定の再現性向上へ向け今回の実験結果から、測定時にコモンモードの電磁ノイズへ影響を与えないようにケーブルの配線方法などを考慮しなければならない知見が得られた。今後は、測定器の機種によって違いはあるか、再現性良く測定が可能な配線方法などを調べる予定である。

### 参考

1. TDK-Lambda : 技術解説資料 ( [http://www.tdk-lambda.co.jp/products/sps/catalog/jp/jtl\\_emc\\_10-30\\_tec.pdf](http://www.tdk-lambda.co.jp/products/sps/catalog/jp/jtl_emc_10-30_tec.pdf) )
2. 森栄二 : マイクロウェーブ技術入門講座 基礎編 (2003)

# 和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究 (第三報)

山下誠児\*  
YAMASHITA Seiji

山本 卓†  
YAMAMOTO Takashi

中川寛之‡  
NAKAGAWA Hiroyuki

要旨：本研究は、スマートフォンのディスプレイを光源とし、それを和紙で覆い、ほのかで柔らかな光によって癒しを提供できるような照明器具の開発である。フレーム素材の選定とスマートフォンのアプリケーションの開発を行った。なお、平成 27 年 10 月 1 日より JST マッチングプランナーの委託を受け実施した。

## 1. はじめに

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

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

ユーザー像は、20 代から 30 代前半のスマートフォンユーザーで、一定収入があり子育てや家事に追われることがない女性（男性でも可）としている。

平成 27 年 10 月 1 日から平成 28 年 9 月 30 日まで JST マッチングプランナーに採択されたため、委託研究として取り組むこととなり、改めて下記のとおり、4 つの課題を抽出した。

平成 28 年度は課題 3 と課題 4 について取り組んだ。平成 27 年度に取り組んだ課題 1 と課題 2 と合わせて報告する。

- 課題 1：光透過に最適な和紙の選定や製造
- 課題 2：形状、柄などのデザイン
- 課題 3：フレームなどの材料の選定
- 課題 4：スマートフォンのアプリケーションの開発  
(光、音、タイマー設定など)

## 2. 課題 1 と課題 2

### 2.1 光透過に最適な和紙の選定や製造

まず共同研究先である株式会社太陽が取り扱う和紙の中からランダムに 64 枚抽出し、それを 3D プリンタで製作したフレームに装着し、実際に光を透過させて、その中でほのかで癒しの効果がある和紙

を上位から 16 点選定した。なお、順位づけは図 2 のアンケートにより行った。



図 1 フレームに和紙を取り付け点灯



-3 -2 -1 0 1 2 +3  
暗い-----明るい  
ほのかな-----眩しい  
不快-----癒される

図 2 アンケート

### 2.2 形状、柄などのデザイン

光が透過する和紙をシェードといい、このシェードのデザインをスタンド型と展開型のアイデア出しを行った。スタンド型は 1 点と展開型 2 点を決定した。一方、柄については 5 点を作成し、六角形の柄を選んだ。

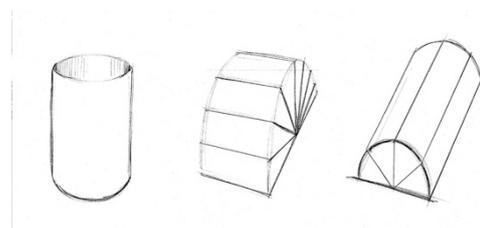


図 3 決定した形状

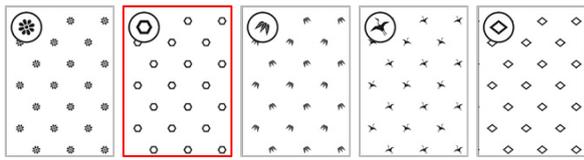


図 4 検討した展開型

### 3. 課題 3 と課題 4

#### 3.1 フレームなどの材料の選定

フレームの材料については、3DCADを使って紙や木材、金属の疑似材料をマッピングして検討することとした。CGによって生成された画像でアンケートを行ったが、差が出なかったため、共同研究先と相談し、紙素材で試作を進めることにした。

	スタンド型	展開型 1	展開型 2
フレーム紙			
フレーム木			
フレーム金属			

図 5 材料の検討

#### 3.2 スマートフォンのアプリケーションの開発

スマートフォンのアプリケーション開発については、プログラムを外部へ委託した。外部委託にあたり、インターフェースの骨格を作成し、光の効果を選択する方法、光の強弱を変化させる方法、音の効果を選択する方法、音量を調整する方法、タイマーの設定方法などを盛り込んだ。そのデザインは委託したプログラマーと打ち合わせを重ねて図 6 のようになった。



図 6 インターフェースのデザイン

図 6 ①が iPhone6s の画面である。右から 2 番目

が開発したアプリケーションのアイコンであり、それをタップするとアプリのホーム画面になる。光の効果はろうそく、ほたる、にじ、清流の 4 種類を選択できるようにした。アイコンをタップすると設定画面が現れ、任意の設定で実行させれば、癒しの光と音の演出が始まる。さらに、初めてでも使いやすいようにヘルプ画面を作成した。



図 7 iPhone6s にインストール

### 4. まとめと課題

下記の 49 点を試作し、規定の画像を表示した iPhone6s をセットし光らせ写真を撮影した。この写真を用いてアンケート評価し、評価の高い試作品を商品の候補として 10 点選択した。スタンド型が 7 点、展開型が 3 点となった。

結果として、試作品でのアンケートでは、大きな差が出なかった。課題 1 のアンケートで癒しを感じるものを選定済みだったためと推察できる。それでも、課題 1 のアンケートで上位の和紙を使った試作が、同様に上位となっていることから、癒しを感じる要素は、照明の形より和紙の素材が大きく影響していることがわかった。

今後の課題はフレームの製造方法、パッケージなどがあるが、(株) 太陽と検討を重ね、適切な支援策を利用するなどして、商品化につなげたい。

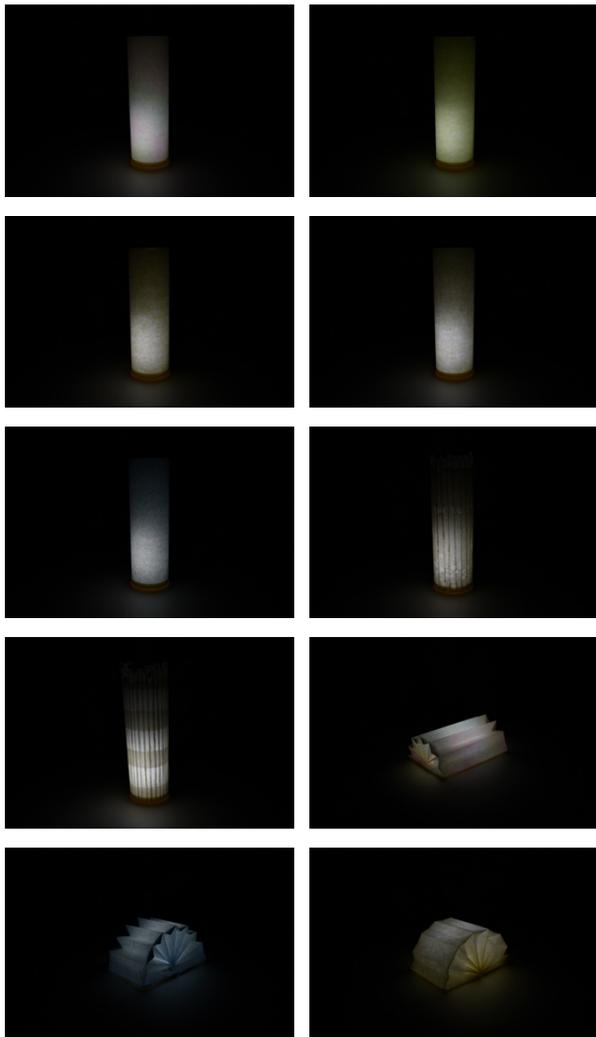
スタンド型試作数：無地 16 点、柄 11 点

展開型 (1) 試作数：無地 11 点

展開型 (2) 試作数：無地 11 点



図 8 スタンド型の台に iPhone を乗せたところ



#### 参考文献等

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

---

\* 工業技術総合センター電子システム係

† 滋賀大学社会連携研究センター

‡ 株式会社太陽

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

中島 孝\*  
Nakajima Takashi\*

**要旨** 窒化珪素や炭化ケイ素、窒化アルミなどの非酸化物セラミックスには、優れた性能(耐熱、高強度、熱伝導など)や機能(蛍光など)があり、多方面で使われている。そこで比較的安価で入手が容易な原料である珪石やアルミナ、粘土鉱物等の酸化物セラミックスを出発原料にカーボンブラックなどの炭素系原料を還元剤に使用し、雰囲気焼成による非酸化物セラミックスの合成の基本条件を検討した。さらに天然原料の籾殻と葦の炭化物や陶磁器素材についても比較検討した。

## 1 はじめに

一般に窒化珪素や炭化ケイ素、窒化アルミなどの非酸化物セラミックスには、優れた性能(耐熱、高強度、熱伝導など)や機能(蛍光など)があり、今後も耐火物や研磨材、高熱伝導フィラーやなど多方面での需要がある。そこで技術シーズ充実の取り組みのひとつとして、本報告では比較的安価で入手が容易な原料である珪石やアルミナ、粘土鉱物等の酸化物セラミックスを出発原料に、カーボンブラックなどの炭素系原料を還元剤に使用し、窒素やアルゴンガスの雰囲気焼成による非酸化物セラミックスの合成の基本条件を検討した。

さらに天然原料の有効活用として籾殻や滋賀県特有の素材で茅葺屋根にも使われる葦の炭化物、地域素材の応用として信楽焼陶土の非酸化物セラミックス化についても比較検討した。

## 2 検討1

### 2.1 実験方法

表1の各種酸化物セラミックス原料と炭素系材料、天然原料について、後の表3の配合割合で各2gをメノウ乳鉢で十分に混合粉砕し試料とした。

表1 使用原料

原料名	品名・メーカー等
シリカ	インド産珪石:M・福島窯業
アルミナ	A42-2・昭和電工
カオリン	ニュージーランド産
カーボンブラック	MA600B・三菱化学
籾殻炭	燻炭・ホームセンター・コメリ
葦炭	滋賀県:琵琶湖岸(試作品)

本実験では数種類の配合を同時に焼成するために最小限の試料量で検討した。さらに焼成時に酸化分解しないようにするために、図1のように各試料約0.3~0.5gを筒状に加工し両端に切り込みを入れたグラファイトシートを容器にしてアルミナ管(長さ約15×外径17:内径13mm)に入

れ、さらに角型のアルミナ容器(10×10×5cm)にグラファイトシートを上下に施し、フタに隙間を開け焼成した。

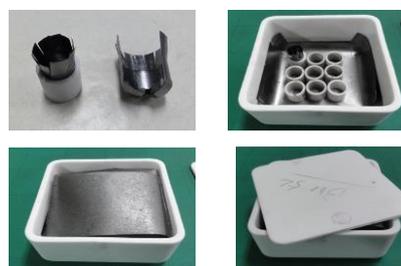


図1 各試料の詰め方

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

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

表2 焼成条件

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

酸化処理	700°C	10°C/min	3h	大気
------	-------	----------	----	----

### 2.2 結果と考察

各焼成条件の結果について、生成した鉱物組成をX線回折装置の解析ソフトによる(1)プロファイルフィッティング(結晶構造情報のある場合:DIFFRAC.TOPAS)法、または(2)参照強度比(RIR:Reference Intensity Ratio:DIFFRAC.EVA)法を使用し、簡易定量結果を整数に丸め表4に示すとともに、数試料の回折チャートを図2に示す。

\*無機材料係

表3 配合割合 (wt%)

原料名	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
シリカ	100	--	--	--	--	75	50	25	--	--
アルミナ	--	100	--	--	--	--	--	--	50	--
カオリン	--	--	100	--	--	--	--	--	--	50
カーボンブラック	--	--	--	--	--	25	50	75	50	50
靱殻炭	--	--	--	100	--	--	--	--	--	--
葦炭	--	--	--	--	100	--	--	--	--	--

表4 簡易定量結果 (wt%)

(焼成条件 1-1: 最高温度 1500°C、保持時間 5h、雰囲気 N<sub>2</sub>)

鉱物名等	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
クリストバライト	97	--	6	1	2	13	5	5	--	1
α 石英	1	--	--	1	2	8	8	7	--	--
α 窒化珪素	2	--	--	83	67	79	87	88	--	--
β 窒化珪素	0	--	--	15	29	0	0	0	--	--
コランダム	--	98	--	--	--	--	--	--	71	--
窒化アルミニウム	--	2	--	--	--	--	--	--	29	--
ムライト	--	--	86	--	--	--	--	--	--	48
β サイアロン	--	--	8	--	--	--	--	--	--	51
定量方法	(1)	(1)	(2)	(1)	(1)	(1)	(1)	(1)	(1)	(2)

(焼成条件 1-2: 最高温度 1500°C、保持時間 2h、雰囲気 N<sub>2</sub>)

鉱物名等	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
クリストバライト	--	--	--	1	2	50	48	41	--	8
α 石英	--	--	--	2	3	35	36	43	--	--
α 窒化珪素	--	--	--	71	51	15	16	17	--	--
β 窒化珪素	--	--	--	27	44	0	0	0	--	--
コランダム	--	--	--	--	--	--	--	--	100	--
窒化アルミニウム	--	--	--	--	--	--	--	--	0	--
ムライト	--	--	--	--	--	--	--	--	--	50
β サイアロン	--	--	--	--	--	--	--	--	--	42
定量方法	--	--	--	(1)	(1)	(1)	(1)	(1)	(1)	(2)

(焼成条件 1-3: 最高温度 1500°C、保持時間 2h、雰囲気 Ar)

鉱物名等	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
クリストバライト	--	--	--	22	27	65	0	0	--	1
α 石英	--	--	--	0	0	25	0	0	--	--
コランダム	--	--	--	--	--	--	--	--	100	20
窒化アルミニウム	--	--	--	--	--	--	--	--	0	--
ムライト	--	--	--	--	--	--	--	--	--	19
SiC(六方晶)	--	--	--	45	43	7	66	65	--	36
SiC(立方晶)	--	--	--	33	31	4	34	35	--	24
定量方法	--	--	--	(2)	(2)	(2)	(2)	(2)	(1)	(2)

窒素雰囲気の焼成条件1-1の結果より、試料1、6、7、8では還元剤(カーボンブラック:以下CB)の添加により、主にα窒化珪素(Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)を生成し、その添加割合に比例し多く生成した。

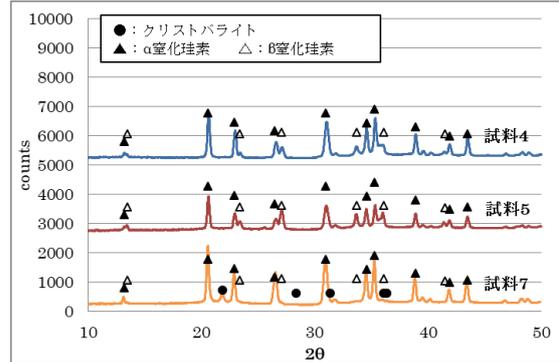
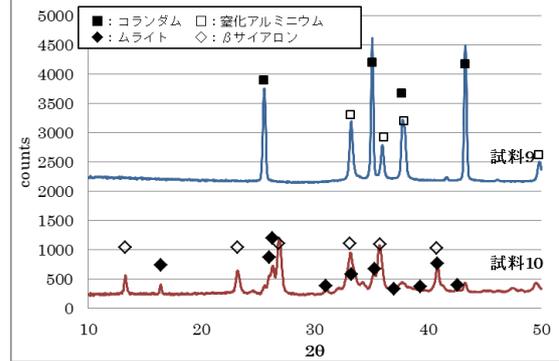
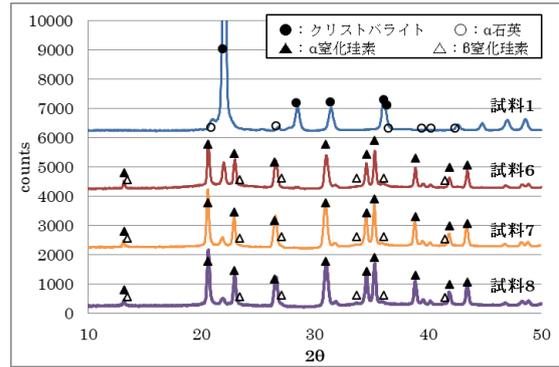
また、試料9(アルミナ+CB)では29%と少ないが窒化アルミニウム(AlN)を生成し、試料10(カオリン+CB)では、ムライト、クリストバライト以外に51%のβサイアロンが生成した。シリカとアルミナの窒化の度合いがサイアロンの生成に関係しているものと考えられる。

さらに、試料4(靱殻炭)と試料5(葦炭)については、いずれもαとβの窒化珪素を生成した。参考に靱殻炭と葦炭の蛍光X線分析(株式会社島津製作所:エネルギー分散型蛍光X線分析装置EDX-800)による簡易定量と強熱減量(Ig.loss:1050°C)を表5に示す。

表5 簡易定量 (wt%)

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	K <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	Ig.loss
靱殻炭	83.1	1.0	2.8	9.9	0.5	1.0	0.7	1.0	74%
葦炭	76.7	1.1	4.5	12.5	0.6	0.5	0.7	3.5	70%

(焼成条件1-1: 最高温度1500°C、保持時間5h、雰囲気N<sub>2</sub>)



(焼成条件1-3: 最高温度1500°C、保持時間5h、雰囲気Ar)

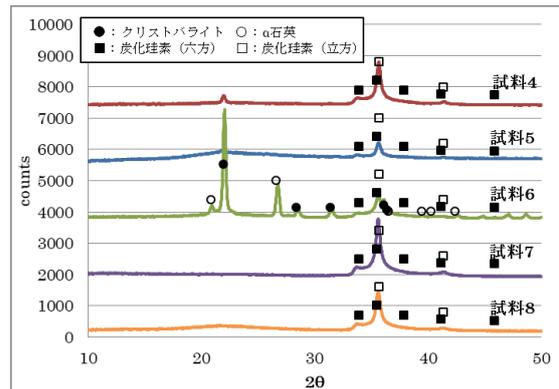


図2 X線回折チャート

いずれも無機の酸化物成分としてはシリカ(SiO<sub>2</sub>)が多く、製造熱処理条件によって異なるが強熱減量も70wt%以上の割合であり、その多くの炭素分が還元剤として働いており、その他の成分も窒化の度合いやαとβの生成の違いに影響しているものと考えられる。

また、最高温度の保持時間を短くした焼成条件1-2では、どの試料も窒化物の生成割合は大きく減少した。

窒化には一定の以上の保持時間が必要であり、還元後に窒化が進むものと考えられる。

アルゴン雰囲気での焼成条件1-3の結果では、試料6、7、8(シリカ+CB)では、CBの増加により、炭化珪素の十分な生成が確認できた。しかし、試料4(籾殻炭)、5(葦炭)では、炭素量は十分であるが逆に炭化珪素の生成は進まなかった。シリカ以外の成分の影響と考えるが、その理由は不明である。

次に焼成条件1-1のいくつかの試料について、試料のSEM(走査型電子顕微鏡:株式会社日立サイエンスシステムズSEMEDX3TypeN)画像:2000倍を観察した。

試料7(シリカ+CB)のものは、混合粉末試料と、別に試料を入れたグラファイトシートの内面に綿状生成物があり、図3に示す。

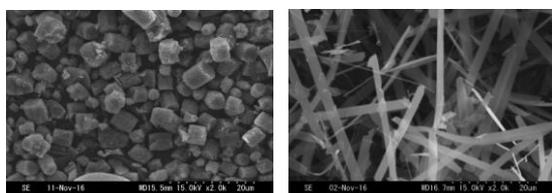


図3 試料7(粉状と綿状)

試料7では約2~4 μmの揃った六方晶系の結晶粒子が確認できた。また、綿状試料では太さ約0.1~3 μmの針状結晶が確認でき、還元され気化した珪素(Si)が針状結晶の成因になるものと考えられる。

また、図4に示す試料4(籾殻炭)と5(葦炭)では、どちらも微細な六方晶系の結晶粒子と針状結晶を含み、大きさはバラツキを持つことを確認した。

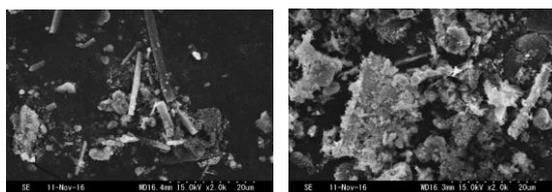


図4 試料4(籾殻炭)と5(葦炭)

さらに図5に示す試料9(アルミナ+CB)では、数 μmの大きさに幅を持つ粒子からなり、試料10(カオリン+CB)では、サブミクロンの微細粒子と針状結晶を含む試料となった。出発原料の粉碎状況や形状などとの関係あるもの考える。

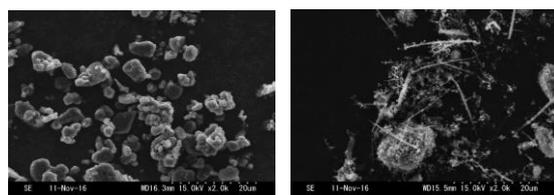


図5 試料9(アルミナ+CB)と10(カオリン+CB)

### 3 検討2

#### 3.1 実験方法

次に出発原料と籾殻炭の還元剤利用を検討するために、表6の原料を追加し、最高温度の影響の確認のために表7の焼成条件で表8の配合割合の追加実験を行った。

表6 使用原料

原料名	品名・メーカー等
シリカゲル	サイシリア550・富士シリシア
水酸化アルミニウム	H-32・昭和電工
信楽陶土	1号土・信楽陶器工業協同組合

表7 焼成条件

焼成条件	最高温度	昇温	保持時間	雰囲気ガス
2-1	1500°C	10°C/min	5h	N <sub>2</sub> : 1L/min
2-2	1400°C	10°C/min	5h	N <sub>2</sub> : 1L/min
2-3	1300°C	10°C/min	5h	N <sub>2</sub> : 1L/min
酸化処理	700°C	10°C/min	3h	大気

#### 3.2 結果と考察

各焼成条件の簡易定量結果を表7に示すとともに、数試料の回折チャートを図6に示す。

焼成条件2-1の結果より、試料7(シリカ+CB)と11(シリカゲル+CB)の比較、試料9(アルミナ+CB)と試料12(水酸化アルミニウム+CB)の比較では、試料11や試料12で窒化が進んだ。これは出発原料または昇温途中の分解生成物の比表面積が影響しているものと考えられる。また、検討1と同じ配合条件もあるが、少量実験であるためか再現性にはある程度のばらつきが生じる結果となった。

試料10(カオリン+CB)と試料13(信楽陶土+CB)の比較では、試料13で窒化珪素やβサイアロンの生成量が増加した。これは、信楽陶土のシリカやナトリウムカリウム成分が影響しているもの考える。

さらに、CB50wt%を籾殻炭75wt%に置き換えた、試料7(シリカ+CB)と試料14(シリカ+籾殻炭)の比較では窒化珪素が増加し、試料10(カオリン+CB)と試料15(信楽陶土+籾殻炭)では窒化珪素やβサイアロンが増加した。これも籾殻炭のシリカ成分やその他の成分が影響したもの考える。

また、最高温度の違いでは、温度が低い条件では、顕著に窒化物の生成は低下した。

### 4 まとめ

今回、炭素系原料を使った還元法による非酸化物セラミックスの合成の検討では、炭素原料の添加量や焼成条件、出発原料の違い、さらに天然原料の籾殻炭や葦炭、地域素材の信楽陶土など検討を行うことで各合成条件の傾向把握とそれら出発原料の有効性が確認できた。

今後さらに、他の酸化物セラミックス等を出発原料に還元法による合成を検討する予定である。

表8 配合割合 (wt%)

原料名	7	9	10	11	12	13	14	15
シリカ	50	--	--	--	--	--	25	--
アルミナ	--	50	--	--	--	--	--	--
カオリン	--	--	50	--	--	--	--	--
カーボンブラック	50	50	50	50	50	50	--	--
靱殻炭	--	--	--	--	--	--	75	75
シリカゲル	--	--	--	50	--	--	--	--
水酸化アルミ	--	--	--	--	50	--	--	--
信楽陶土	--	--	--	--	--	50	--	25

表9 簡易定量結果 (wt%)

原料名	7	9	10	11	12	13	14	15
シリカ	50	--	--	--	--	--	25	--
アルミナ	--	50	--	--	--	--	--	--
カオリン	--	--	50	--	--	--	--	--
カーボンブラック	50	50	50	50	50	50	--	--
靱殻炭	--	--	--	--	--	--	75	75
シリカゲル	--	--	--	50	--	--	--	--
水酸化アルミ	--	--	--	--	50	--	--	--
信楽陶土	--	--	--	--	--	50	--	25

(焼成条件 2-1: 最高温度 1500°C、保持時間 5h、雰囲気 N<sub>2</sub>)

鉱物名等	7	9	10	11	12	13	14	15
クリストバライト	24	--	1	1	--	1	0	2
α 石英	4	--	--	3	--	--	1	--
α 窒化珪素	72	--	18	96	--	32	92	22
β 窒化珪素	0	--	--	0	--	--	6	--
コランダム	--	73	--	--	8	--	--	--
窒化アルミニウム	--	27	--	--	92	--	--	--
ムライト	--	--	42	--	--	14	--	17
β サイアロン	--	--	39	--	--	53	--	59
定量方法	(1)	(1)	(2)	(1)	(1)	(2)	(1)	(2)

(焼成条件 2-2: 最高温度 1400°C、保持時間 5h、雰囲気 N<sub>2</sub>)

鉱物名等	7	9	10	11	12	13	14	15
クリストバライト	3	--	1	81	--	1	25	1
α 石英	94	--	--	9	--	--	41	--
α 窒化珪素	3	--	8	9	--	19	24	24
β 窒化珪素	1	--	--	0	--	--	9	--
コランダム	--	86	--	--	71	--	--	--
窒化アルミニウム	--	14	--	--	29	--	--	--
ムライト	--	--	41	--	--	21	--	20
β サイアロン	--	--	50	--	--	59	--	54
定量方法	(1)	(1)	(2)	(1)	(1)	(2)	(1)	(2)

(焼成条件 2-3: 最高温度 1300°C、保持時間 5h、雰囲気 N<sub>2</sub>)

鉱物名等	7	9	10	11	12	13	14	15
クリストバライト	0	--	1	84	--	1	36	1
α 石英	98	--	57	9	--	77	60	85
α 窒化珪素	1	--	(1)	8	--	(2)	(3)	(1)
β 窒化珪素	1	--	--	0	--	--	0	--
コランダム	--	100	--	--	100	--	--	--
窒化アルミニウム	--	0	--	--	0	--	--	--
ムライト	--	--	35	--	--	12	--	7
β サイアロン	--	--	6	--	--	9	--	7
定量方法	(1)	(1)	(2)	(1)	(1)	(2)	(1)	(2)

参考

1. 宗宮重行ら共編、内田老鶴圃、新素材シリーズ「窒化珪素セラミックス」
2. ティー・アイ・シー、「炭化ケイ素と窒化ケイ素およびセラミックス繊維強化」

(焼成条件2-1、2-2: 最高温度1400°C、1500°C、保持時間5h、雰囲気N<sub>2</sub>)

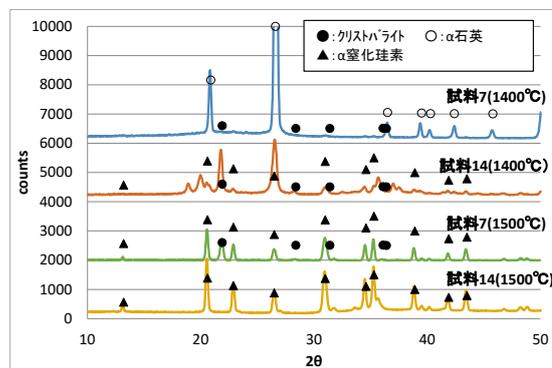
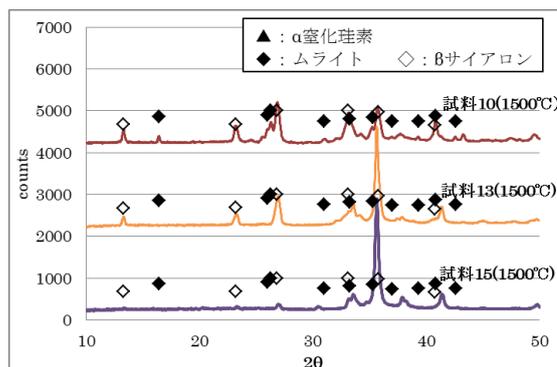
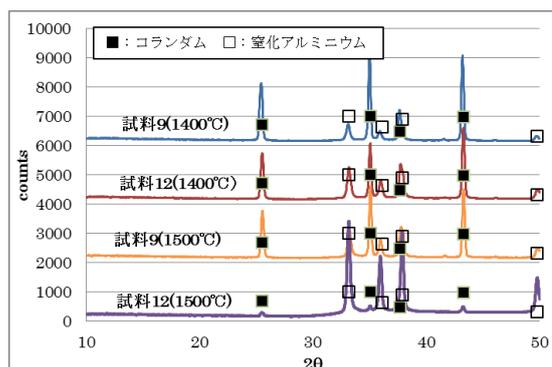
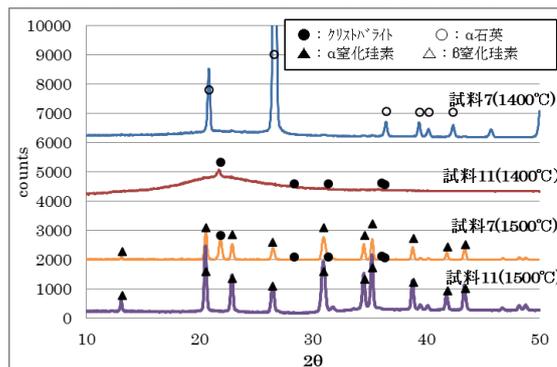


図6 X線回折チャート

# 液相合成法による機能性無機顔料の研究(第2報) 錯体重合法によるPr-ZrSiO<sub>4</sub>顔料粉末の合成

前川 昭\*  
MAEGAWA Akira\*

**要旨** すぐれた黄色顔料であるPr-ZrSiO<sub>4</sub>粉末を、液相合成法を用いて1000℃で合成することを目標として研究を行った。Pr-ZrSiO<sub>4</sub>の合成は従来の錯体重合法では困難であったが、グリコール修飾法とフラックスを用いた錯体重合法でPr-ZrSiO<sub>4</sub>粉末が1000℃程度で80%以上の高収量で合成できた。

## 1 はじめに

ZrSiO<sub>4</sub>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、ZrSiO<sub>4</sub>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-ZrSiO<sub>4</sub>、V-ZrSiO<sub>4</sub>などが実用化されているが、ZrSiO<sub>4</sub>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<sup>1)</sup>があるだけであった。そこで、これまでの研究<sup>2)</sup>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、1000℃以下で80%程度の高効率の合成で見出した。

本研究は、これまでの研究結果をふまえ、錯体重合法でのPr-ZrSiO<sub>4</sub>顔料の合成を試みた。

## 2 実験方法

### 2.1 前駆体の合成

図1. に前駆体作製のフローチャートを示す。主な原料としては、塩化酸化ジルコニウム(ZrOCl<sub>2</sub>・8H<sub>2</sub>O: 和光純薬、特級)、オルトケイ酸テトラエチル(Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>: 和光純薬、特級)、無水クエン酸(C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>: 和光純薬、特級)、プロピレングリコール(C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>: 和光純薬、特級)、酢酸プラセオジウム(Pr(CH<sub>3</sub>COO)<sub>3</sub>: 和光、特級)をそれぞれ使用した。

ビーカーでC<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> 10molを水100molにホットスターラーを用いて80℃で溶解し、LiCl(0～0.3mol)とZrOCl<sub>2</sub>・8H<sub>2</sub>O 1molを水50molに溶解したものを加え、さらにPr(CH<sub>3</sub>COO)<sub>3</sub>をPr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>濃度として0.005、0.01、0.03、0.05、0.10molを水50molに溶解したものを加え、1時間攪拌した。C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub> 40molにSi(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub> 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、Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>前駆体試料を作成した。

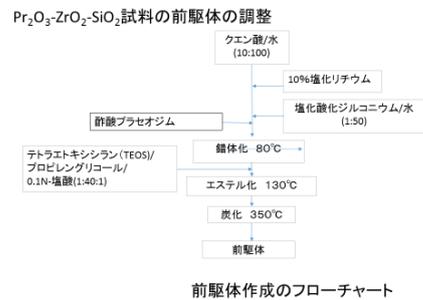


図1 Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>前駆体の合成フローチャート

### 2.2 フラックスの添加

これまでの研究においてZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>試料のみでは低温でジルコンの結晶化は困難であるため、本実験ではLiClをフラックスとして添加した、フラックス濃度を0.05、0.10、0.15molに変化し、ジルコンの結晶化を検討した。フラックスはクエン酸溶液に加えた。

### 2.3 熱処理方法

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

### 2.4 結晶相の同定

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

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

\*無機材料係

## 2.5 L\*a\*b\*表色系の座標と反射スペクトル

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

## 3 結果と考察

### 3.1 Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>試料の結晶化挙動

Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加濃度を変化させた試料を熱処理したX線回折パターンを図2~6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-ZrO<sub>2</sub>のピークのみが観察されるが、900℃以上では $2\theta = 20^\circ$  と $29^\circ$  付近にシャープなZrSiO<sub>4</sub>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-ZrO<sub>2</sub>のピークの強度が低下していく。また、1200℃では、 $28^\circ$  と $31.4^\circ$  付近にm-ZrO<sub>2</sub>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<sub>2</sub>のピークおよびPr化合物のピークも認められなかった。

図7にPr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加量別に各熱処理温度におけるZrSiO<sub>4</sub>生成率の変化を示す。この図からいずれの添加試料でも900℃以上でZrSiO<sub>4</sub>生成率が0.5を越え、1200℃では、0.10molの試料を除いて、0.8を越えていた。

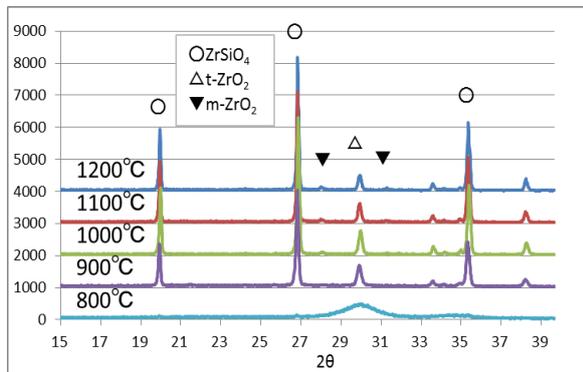


図2 Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>(Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:0.005,LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

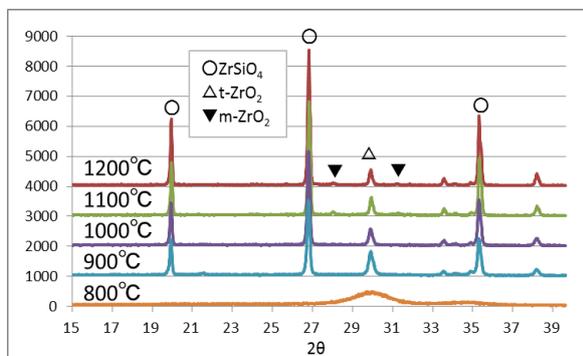


図3 Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>(Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:0.01,LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

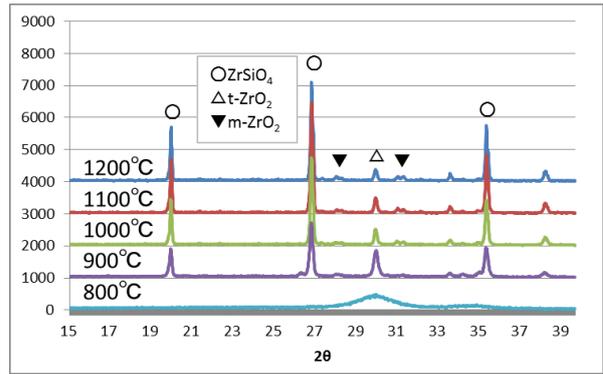


図4 Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>(Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:0.03,LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

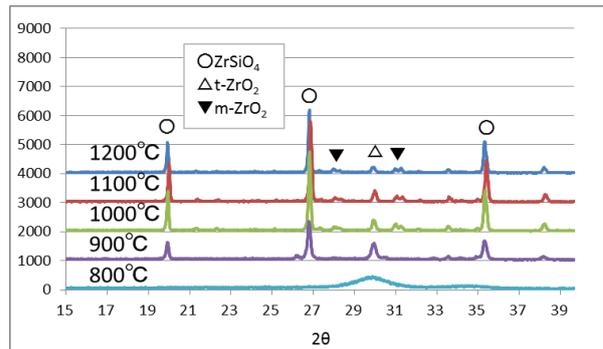


図5 Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>(Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:0.05,LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

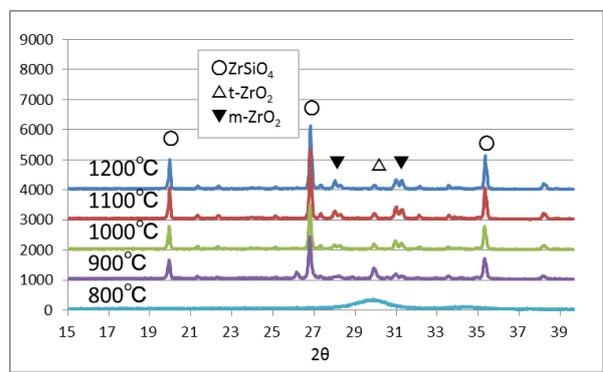


図6 Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>(Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:0.10,LiCl:0.1)の熱処理後のX線回折パターン

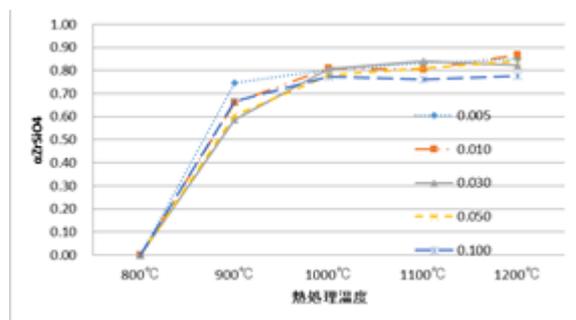


図7 Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加量別に各熱処理温度におけるZrSiO<sub>4</sub>生成率の変化

### 3.2 フラックスの影響

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

これらの試料を熱処理したX線回折パターンを図8～9に示した。LiCl:0.05molでは、1000℃でZrSiO<sub>4</sub>のピークが観察され始めるが、LiCl添加量が増加するほど、900℃程度の低い熱処理温度でのZrSiO<sub>4</sub>ピークが観察された。次に、図10にLiCl添加量別に各熱処理温度におけるZrSiO<sub>4</sub>生成率の変化を示す。この図からLiClの添加量が多いほど、ZrSiO<sub>4</sub>の結晶化が促進され生成率が上昇していく傾向が見られ、いずれの添加試料でも1200℃で生成率が0.8以上となった。

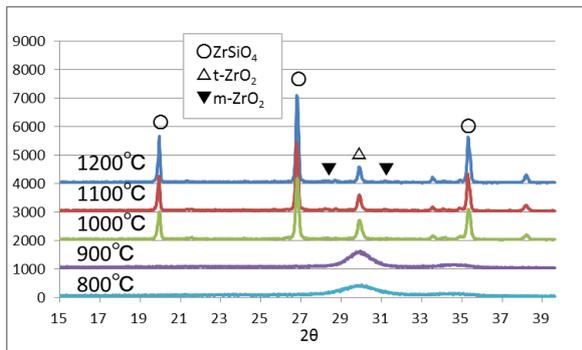


図8 Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>(Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:0.03,LiCl:0.05)の熱処理後のX線回折パターン

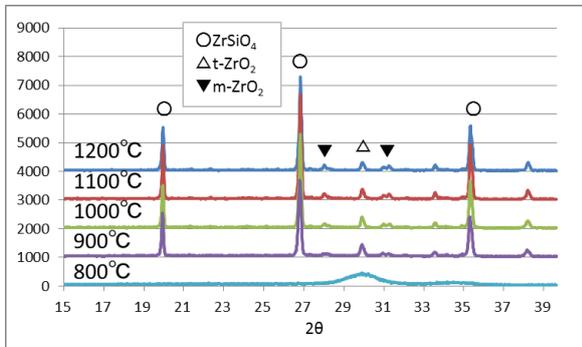


図9 Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>(Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:0.03,LiCl:0.15)の熱処理後のX線回折パターン

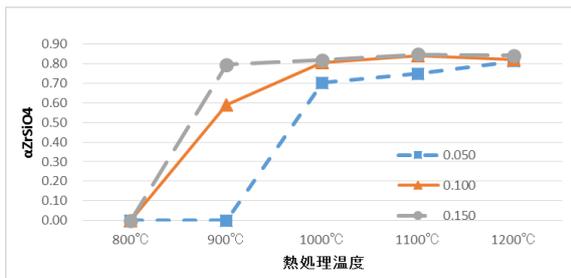


図10 LiClの変化によるZrSiO<sub>4</sub>の生成率

### 3.3 L\*a\*b\*表色系の座標

表1に異なるPr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>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-ZrSiO<sub>4</sub>を表に示す。

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

表1 1000℃で熱処理した試料のL\*a\*b\*値

添加Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 濃度	L*	a*	b*
0.005	89.05	-7.08	55.71
0.01	87.84	-6.50	63.67
0.03	85.54	-3.18	69.79
0.05	84.46	-5.04	66.79
0.10	84.20	-7.35	55.67
市販プラセオジムイエロー顔料	82.01	2.48	68.49

この表から作成した試料のb\*は、Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の添加濃度が0.03molまでは増大し、それ以上の添加で減少することが分かった。また、添加濃度0.03molの試料は市販窯業原料とほぼ同じb\*:黄色度を持っていることが分かる。

また、緑色を示すa\*はb\*の傾向とは逆に、0.03molまでは減少し、それ以上は増大することが分かった。

さらに、作成した異なったPr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の添加濃度試料の各熱処理温度でのb\*を図11に示す。この図から、0.05molまでの試料は、1000℃まではb\*が増大し、その後緩やかに、減少することが分かった。

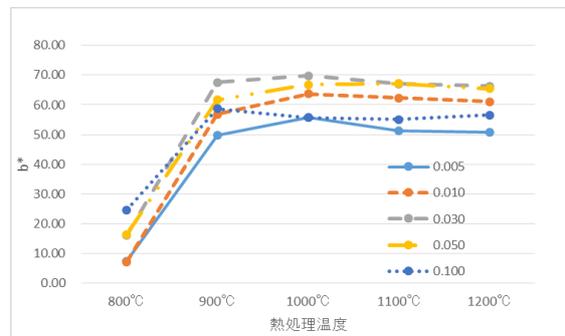


図11 熱処理によるPr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>試料のb\*値の変化

このため、今回作成したPr-ZrSiO<sub>4</sub>系ではPr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の添加濃度を0.03mol、熱処理温度1000℃で、最も大きいb\*を得られることが分かった。

### 3.4 反射スペクトル

次に図12にPr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の添加濃度を0.03mol試料の各熱処理温度での反射スペクトルを示した。900℃以上の試料については波長400～500nmの青色領域に相当する可視光を吸収しており、このため、青色と黄色は補色の関係にあるので、鮮やかな黄色を呈色したと考えられる。また、600nm付近に吸収ピークがあり、これが緑色の原因と考えられる。

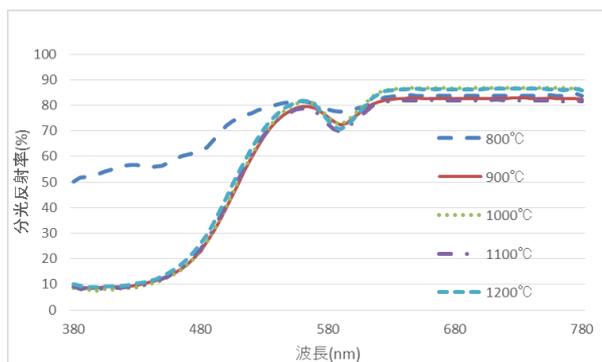


図12 Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の添加濃度を0.03mol試料の各熱処理温度での反射スペクトル

#### 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、Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>試料を合成し、熱処理でPr-ZrSiO<sub>4</sub>が作成できた。作成した試料は市販のプラセオジムイエローの黄色度b\*とほぼ同等の黄色度であった。

Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>試料のPr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の添加量が0.03molを超えると黄色度b\*が低下し、黄色度b\*は熱処理温度1000℃まで増加し、1200℃でやや低下した。

#### 参考文献

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

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

田中 喜樹\*  
TANAKA Yoshiki\*

所 敏夫\*  
TOKORO Toshio\*

中島啓嗣\*  
NAKAJIMA Keiji\*

脇坂 博之\*\*  
WAKIZAKA Hiroyuki\*\*

佐々木 宗生\*\*  
SASAKI Muneo\*\*

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

## 1 緒言

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

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

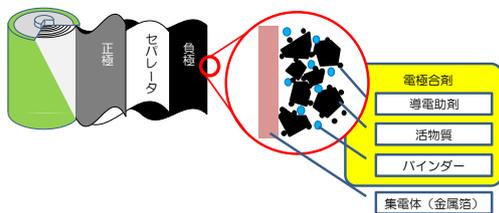


図1 リチウムイオン二次電池の構造

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

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

本研究では、これらの評価方法を用いて電極の密着強度評価の確立を試みた。

既報<sup>3)</sup>でスクラッチ試験機を用いた評価や万能材料試

験機を用いたプルオフ試験の検討を実施し、スクラッチ試験の有用性を確認した。本年度はピール剥離試験との比較し、プレス方法による密着強度の評価を実施した。

## 2 実験

### 2.1 ピール試験とスクラッチ試験の比較

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

活物質、導電助剤、非水系バインダーを一定の比率(1,2,4,8wt%)になるように量り取り、真空攪拌脱泡装置(株式会社シンキー製、ARV-310)を用いて電極合材を作製した。作製した電極合材を、電極塗工機(バーカー式アプリケーション)を用いて銅箔に塗工し乾燥、プレス機によるプレスを実施し、電極を作製した。

ピール試験はJIS K0237に準拠して実施した。25mm幅に切断した電極をアルミ板に貼付け、電極合材面に20mm幅のポリイミドテープを貼り、試験片とした。試験片は、図2に示すようにテープの背面同士が重なるように、低荷重物性試験機(株式会社島津製作所製、EZ-S)に取り付けた。100mm/分の速度で100mm引っ張り、25mm~75mmの距離の平均荷重をテープ幅で除算したものをピール強度とした。



図2 低荷重物性試験機への取り付け

スクラッチ試験は、電極をガラス板上に載せ一辺をテープで固定し、電極とガラス板間を水でガラス板に固定したものを試験片とした。試験片は、AEセンサー付自動スクラッ

\* 無機材料係

\*\* 東北部工業技術センター

チ試験機(CSEM Instruments製、Micro Scratch Tester)で表1に示す条件で試験を実施した。

表1 スクラッチ試験条件

圧子先端径	200 $\mu$ m
測定荷重	0.03~3.0 N
測定距離	10 mm
移動速度	10 mm/min
負荷速度	2.97 N/min

## 2.2 プレス方法の違いによる密着強度評価

ロールプレス機や、平板プレス機等、プレス方法はいろいろある。プレス方法の違いで剥離強度への影響について評価した。

活物質、導電助剤、水系バインダーを一定の比率になるように量り取り、真空攪拌脱泡装置を用いて電極合材を作製した。作製した電極合材を、電極塗工機を用いて銅箔に塗工し、乾燥、電極を作製した。作製した電極プレス機や、圧力等の条件を変えてプレスし、表1に示す条件でスクラッチ試験を実施した。また、プレス前後の厚さを測定し、電極合材の圧縮率を求めた。

## 3 結果と考察

### 3.1 ピール試験とスクラッチ試験の比較

ピール試験結果を図3に、試験後の電極の状態を図4に示す。

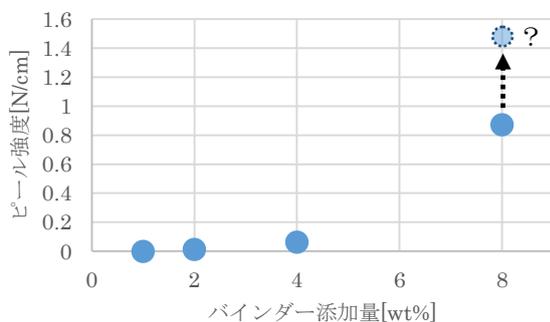


図3 ピール試験結果

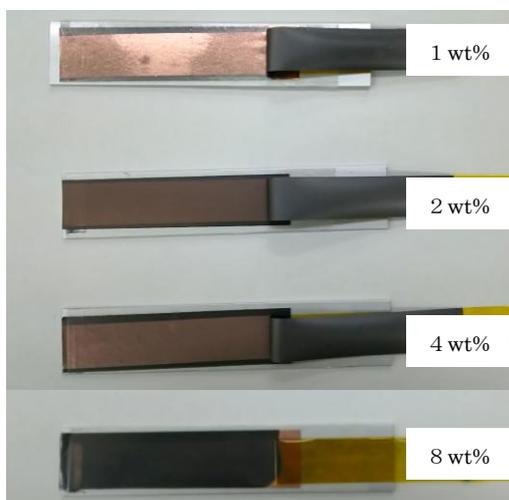


図4 ピール試験後の電極の状態

バインダー添加量に従い、ピール強度は増加した。電極の状態より4wt%までは電極合材と集電体間での剥離であったが、8wt%では電極合材表面での剥離状態であった。電極合材と集電体間の接着力が、ポリイミドテープと電極合材との接着力に勝ったためと考えられる。粘着力の強いテープを用いた場合、図中の点線矢印に示すようにピール強度は増すと考えられる。

スクラッチ試験結果を図5に示す。

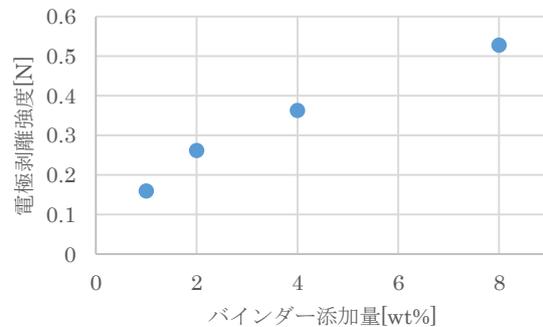


図5 スクラッチ試験結果

スクラッチ試験でもバインダー添加量に従い、電極剥離強度は増加した。ピール試験とスクラッチ試験の測定結果を比較すると、スクラッチ試験では直線的な増加に対し、ピール試験では二次関数的な増加である。スクラッチ試験機では電極合材と集電体間の剥離は圧子の先端が接触する点状での剥離であるのに対し、ピール試験では電極合材と集電体間での剥離は平面状での剥離であるため剥離強度が二次関数的に増加すると考えられる。

### 3.2 プレス方法の違いによる密着強度評価

プレス方法の違いによる測定結果を表2に示す。

表2 プレス方法による剥離強度比較

プレス方法	電極厚さ変化(集電体含む)			電極剥離強度 [N]	
	前 [ $\mu$ m]	後 [ $\mu$ m]	圧縮率 [%]		
平板プレス(20MPa)	59.2	48.4	24.4	0.23	
ロールプレス	0.1MPa	57.3	30.9	62.5	0.42
	0.3MPa	65.3	33.2	63.8	0.66
	0.5MPa	64.1	33.1	63.1	0.82

平板プレスよりもロールプレスが、またプレス圧の増加に従い剥離強度が増加した。ロールプレス機は線接触でのプレスであるため、平面に推定した際平板プレス機よりもプレス圧が大きくなるため、プレス圧に従い剥離強度が増加したと考えられる。また、電極厚さ変化に関しては、ロールプレスのプレス圧と圧縮率の相関性は無く、ほぼ一定の厚さに圧縮されている。集電体は15 $\mu$ m、活物質の平均粒子径は約21 $\mu$ mであるため、ロールプレス後の電極は集電体上に活物質がほぼ一粒ずつ並んでいる状態であると考えられる。

## 4 まとめ

電極剥離強度評価に関して、バインダー添加量の異なる電極を用いてピール試験とスクラッチ試験の剥離強度比較を実施したところ、ピール試験では二次関数的、スクラッチ試験では直線的に増加した。また、プレス方法によって剥離強度は変化した。

### 参考文献

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

# 超高感度蛍光検出法の応用技術開発

## 食品分析などに活用するためのFCS測定法の応用技術開発(第1報)

白井 伸明\*  
SHIRAI Nobuaki\*

岡田 俊樹\*  
OKADA Toshiki\*

**要旨** これまで、蛍光相関分光(FCS)測定装置を応用する計測技術開発として、溶液中の低濃度の蛍光分子を超高感度に検出する技術や、インフルエンザウイルス等の粒子性成分を1粒子毎に計測する技術開発に成功している。本研究では、ウイルス粒子に比べて小さなタンパク質やペプチドを対象とした場合に蛍光シグナルが小さく、ノイズ除去が困難となるFCS測定において、抗原-抗体反応により溶液中での見かけの分子サイズが変化すること高感度に検出するためのモデル材料調製や測定・評価条件の検討を行った。

### 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<sup>1)</sup>。また、近年では質量分析装置について、分子サイズの測定精度、検出感度の向上が急速に進んでおり超高感度での検出が可能対象が増えている<sup>2), 3)</sup>。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法が一般的である。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。ライフサイエンス分野での基礎研究や食品分野でのアレルギー食材や混入異物の特定、環境分野では環境ホルモンや界面活性剤の検出などの応用分野で多様に用いられている。ELISA法は特定成分に対して抗体が特異的に結合する性質を利用し、最終的な検出には抗体に結合した酵素(多くはフォスファターゼ[ALP]かペルオキシダーゼ[HRP])との反応で生じる色素化合物の吸光度を測定する。よって、検出対象成分-抗体-酵素の結合体の存在量がわずかでも酵素反応により増感反応を行っている。さらに、高感度化するために酵素反応で蛍光や化学発光を示す化合物となる基質が開発・販売されるようになり、基礎研究などで広く利用されている。多くの改良高感度化法があるが、一般的には96穴プレートを使用するため0.1~0.2mLの少量のサンプルで多検体を同時に測定できる。しかし、ここでの課題は約半日から1日程度の操作時間が必

要で、しかも自動処理装置を導入しない限りある程度の熟練を要する多くの手作業があり、測定者による分析精度に影響が表れる。

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

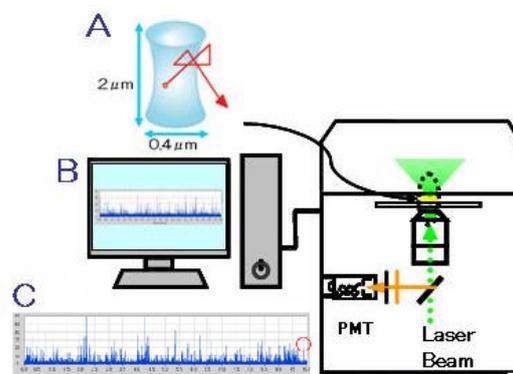


図1 蛍光相関分光(FCS)測定系の構成と高感度な蛍光分子の検出、測定のための基本的なポイント 固体レーザー光源、ダイクロイックミラー、対物レンズ、カットオフフィルター、ピンホールとPMT(光電子増倍管)から構成される共焦点光学系(B)により、対物レンズ近くのサンプル中の共焦点領域(A)を通過する1分子の蛍光発光を超高感度に測定する。

この他にも微量成分の検出技術の高度化のニーズは多様であり、分光法、蛍光、pH、質量、屈折率、電気特性など光学・化学・物理的な様々な方法に着目した測定法の開発が行われている。最近では、ナノテク技術の急速な発展から微粒子や超微細加工、表面処理技術を利用した新しい技術の利用も積極的に行われており、理論的な限界が高く、高精度の検査・分析装置の実用化が期待されている。

\* 有機材料係

ライフサイエンスや医療分野では高感度で安定な分析技術が求められる場面は多いが、食品や環境の安全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。

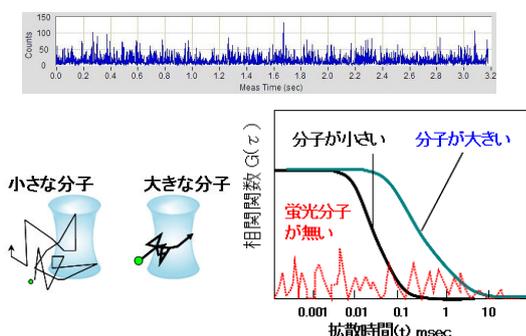


図2 小型FCS装置を用いて一定濃度の蛍光溶液をFCS測定した「蛍光ゆらぎ」を自己相関関数により解析を行うことで、蛍光分子が小さい場合、大きい場合、あるいは蛍光分子が存在しない場合が判別できる。また、自己相関関数から求められる並進拡散時間(DT)は、共焦点観察領域を蛍光分子が通過する平均時間となる。

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<sup>4, 5, 6)</sup>、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(光電子増倍管)やコンピュータの高性能化・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<sup>7)</sup>。本研究では最終的には、抗原抗体反応や酵素-基質の結合を小型のFCS測定装置を利用した超高感度な分析技術を開発するための基本的な技術検討を行った。ここで、必要な材料としてタンパク質あるいは、ペプチドに蛍光分子を結合した材料を調製し、FCS測定条件や測定データの解析方法の検討を行った。

## 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(Molecular Probes社、米国CA)を使用し、緩衝液の調整には Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>、NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>、Triton X-100(和光純薬工業㈱、大阪)、Tween®20(東京化成工業㈱、東京)、NaCl(ナカライテスク㈱、京都)を使用した。

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

### 2.2 蛍光相関分光(FCS)測定装置と解析

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

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

測定法としては、この蛍光強度の時間変化を自己相関関数と呼ばれる解析法を行うことで、並進拡散時間(DT; Diffusion Time)を求め<sup>6, 7, 9)</sup>。FCS測定と解析法とその利用については金城らの総説に明解な解説があるので参照されたい。

本研究では、小型FCS測定装置(浜松ホトニクス)を使用し、その共焦点光学系と高感度な蛍光検出システムを利用して「蛍光1分子検出」技術と「抗原-抗体反応」による見かけの分子サイズの変化を調べるための条件検討を行った。まず、蛍光相関分光法(FCS)測定装置のシステムと原理を概説すると、図1のようにレーザー光が対物レンズを通して少量の溶液中に照射され、加えてダイクロイックミラーとカットオフフィルター、ピンホールから構成される共焦点光学系により極めて小さな空間(図1A共焦点領域)に存在する蛍光分子から発生するフォトンレベルの蛍光を光電子増倍管(PMT)により増幅し高感度でなおかつ、高い時間分解能で連続的に測定するものである。通常FCS測定では、得られた時系列の蛍光強度の変化が自己相関関数によって解析され、微小な時間差でシグナルがどれだけ変化するかを相関性を求めるグラフを画く。その関数式から並進拡散時間(DT)を求め、蛍光分子が共焦点領域を通過する平均時間、つまり分子の大きさを調べることになる<sup>7, 9)</sup>。共焦点領域に注目した観察では、溶液中で分子はブラウン運動により高速で動き回り、微小時間で微小領域を観察した場合にのみ、この出入りを観察できる。溶液中の共焦点領域の大きさは、レーザー光源からの共焦点光学系に対応して円柱状になる。今回のシステムでは、そのサイズは直径が0.4 μm程度、軸長が2 μm程度(図1A)、したがって容積はフェムトリットル以下の大きさとなる。例えば、溶液に含まれる蛍光色素の濃度が10 nM、共焦点領域の測定体積を0.1フェムトリットルとすると平均0.6個が存在する計算となり<sup>7, 9)</sup>、これより低濃度では分子1個が通過する状況となる。

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

### 2.3 蛍光結合タンパク質の調製

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

## 3 結果と考察

### 3.1 蛍光検出に適した蛍光分子と測定条件

蛍光化合物を $10^{-8}\text{M}$ から $10^{-9}\text{M}$ あるいはそれ以下の低濃度でも安定に検出するためには、量子効率が高く(蛍光発光が強く)、レーザー光源の強い励起光でも退色しにくい化合物を用いる必要がある。また、最終的に食品や環境、臨床検査、ライフサイエンス基礎研究などの分析技術として応用する為には、水溶液中で利用できることも重要な条件となる。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。本研究で使用する小型FCS測定装置のレーザー光源波長(473nm)に適した化合物の中から、水溶液とPBS中での一定濃度の調製しやすさや、溶液中での安定性、蛍光強度・蛍光スペクトルを測定、比較した。その結果、FCS測定装置が検出に利用できる蛍光強度(カットオフフィルターを通過する500nm以上の波長域)が最大であるAlexa Fluor®488を利用することとした。このAlexa蛍光化合物は、アミノ基などを介して他の化合物に結合することが出来る誘導体として市販されている。次に蛍光物質が一定濃度で示す蛍光スペクトルを測定するためにDMSO溶液を $10^{-8}\text{M} \sim 10^{-11}\text{M}$ となるように蒸留水に希釈し、蛍光分光光度計(日立F-7000)により蛍光測定を行った。同じサンプルを用いてFCS測定を行った。使用したFCS装置は、対物レンズ水浸40倍( $\text{NA}=1.15$ )、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フィルターを置いて $35\text{-}100 \mu\text{W}$ とし、蛍光化合物が平均1分子ずつに通過する際の蛍光強度の変化を200nsecの時間分解で測定した。結果、 $10^{-8}\text{M}$ から $10^{-9}\text{M}$ までの一定濃度での比較を行う事が安定に分子サイズの比較を行う条件となる事が確認できた。

### 3.2 蛍光結合タンパク質のFCS測定

FCS測定技術についてモデルとなるタンパク質として蛍光分子を結合した抗体材料を調製した。タンパク質のアミノ基に蛍光ラベル化合物Alexa488の実験プロトコルを参照に濃度を変更してタンパク質に平均1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と緩衝液交換のため冷暗所で透析を行った。得られたモデル蛍光ラベルタンパク質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わせて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を有意に評価することができることを確認した(図3)。

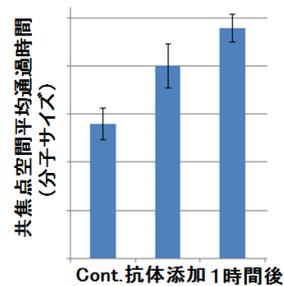


図3 小型FCS装置を用いた測定により、蛍光結合タンパク質と抗体との結合の検出は、自己相関関数の解析から共焦点空間を通過する平均時間を求め、抗体との結合により見かけの分子サイズが大きく測定される。

### 3.2 FCS測定の安定性・再現性の課題

FCS測定を繰り返した場合の再現性を評価すると同日の測定でも検出値が30%以上も低下する現象が散見された。蛍光強度の低下に対応するためレーザー光の強度を高めて測定値を確保するとノイズレベルも同時に高まるため低濃度での測定の解析を困難にする。このような測定感度の急低下が頻発したことで、測定データを解析以前にその測定が設定した測定条件で正しく測定ができているのか、つまり解析に利用できるかを疑うことが必要となった。そこで、光学系と光検出センサー部を中心に感度変動の発生箇所を調査した。装置の特定部位の温度変化による光学焦点の相対位置がずれていることを明らかにし、対策として温度センサーを追加し一定以上の温度変化があれば光学調整を行うことで感度変化を避け、安定性を維持することが出来る。

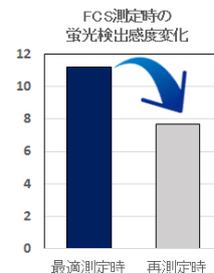


図4 小型FCS装置での測定感度再現性 1日の測定操作の中で測定感度が30%を超えて低下する現象が何度も発生した。その原因と対策について検討を行い装置に温度センサーを追加し、一定以上の温度変化により光学系のズレが発生していることが推定された。

## 4 まとめ

本研究では、小型FCS(蛍光相関分光法)測定装置を用いてタンパク質が特異抗体と結合することを超高感度、微量、迅速、簡便に検出する技術開発を目指した材料の調製と測定条件の基礎検討を行った。利用した小型のFCS測定装置での測定に必要なサンプル調製、測定時の材料および測定条件を選ぶことでサンプル中の蛍光分子が $10^{-8}\text{M}$ から $10^{-9}\text{M}$ 程度の低濃度での測定に成功した。過去の研究で、装置の光学系の工夫と測定条件の最適化により測定された時系列データからサンプル量がわずか $10\ \mu\text{L}$ でも $10^{-12}\text{M}$ 程度までの極めて低濃度の蛍光物質を定量検出することに成功している<sup>9)</sup>。この技術をさらに取り入れることにより、今後さらに10倍以上の低濃度までFCS測定法でのノイズの低減と測定・解析方法の確立を目指す。

今後は、食品や環境分析での実用的な技術とするため濃度や測定に影響する因子を調べ、食品素材が混ざることでの妨害成分の影響を調べるとともに、抗体などに蛍光物質をラベルしたものをプローブとして、抗原-抗体反応を利用した特定成分の存在を評価するための応用技術を開発し、最終的には食品や環境分析に利用できる微量分析技術の確立をめざす。

## 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) 白井伸明, 岡田俊樹, 川崎雅生 微量分析技術のための超高感度蛍光測定技術の開発(1) 滋賀県工業技術総合センター研究報告. (2008)
- 9) 金城政孝 蛍光相関法によるタンパク質の機能解析 生化学, 第82巻 第12号, p1103-1116, (2010)

# 清酒製造における酒母（しゅぼ）の安定製造法の開発

## 一 乳酸菌を用いた高温糖化酒母の検討一

岡田 俊樹\*  
OKADA Toshiki

**要旨** 清酒製造において、酵母の大量純粋培養に硝酸還元菌と乳酸菌を利用してアルコール発酵酵母を醸成する製法（生もと系酒母）がある。これは微生物を自然界から寄せ付け、自然に微生物を増殖させるため製造は不安定なことがある。そこで、製造過程から分離した微生物を利用して製造ができれば、安定した製造が可能で新製品開発へ繋がり開発を進めてきた。本報では、生もと系酒母の製造現場から分離した乳酸菌を利用して、小規模の高温糖化酒母の製造試験を行い、製造が可能なことを確認した。

## 1 はじめに

県内清酒業界は、ここ数年吟醸酒等の特定名称酒の製造数量は漸増である。これは多様な食生活に消費者の本物志向や差別化商品への要望によるものと考えられる。造り手も消費者も味や香りに特徴や個性が豊かな商品の開拓は活発で、新製品開発の動きはますます加速するものと思われる。

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

一方、酒母の製法に、製造初期に糖化を急速に行い酒母を製造する高温糖化酒母がある。これは、温暖な地域で開発され発展してきた手法であるが、短期間に純粋な酵母を培養できることから取り入れる醸造所も見られる。

今回は、高温糖化法で製造する時に添加する醸造用乳酸の工程を、これまで生もと系酒母から分離した乳酸菌<sup>1)</sup>を用いて乳酸生産を行い、乳酸生成で安定したところに酵母添加を行い酒母が製造できるか検討を行った。

## 2 実験方法

### 1) 高温糖化小規模製造試験（酒母総米 300g）

#### ①供試菌株

乳酸菌は KAL (*Lactobacillus curvatus*) および UCL (*Lactobacillus sakei*)<sup>1,2)</sup> を用いた。酵母は協会9号を用いた。

#### ②操作

α化米(50%日本晴 徳島製麹製) 200g、水 450g、麴(70%玉栄 県内醸造所製) 100g を 1000ml のトルビーカーで 55℃、8 時間以上糖化した。糖化後、35℃と 15℃まで冷却して乳酸菌を接種し、それぞれの温度で酸生産を続け、酸度が 3.0ml 以上を目処に培養を行った。その後酵母添加を行い、酵母添加後は 15℃以上で保った。なお、経過分析は、酸度、CO<sub>2</sub> の減少を計測した。

### 2) 高温糖化小規模製造試験（酒母総米 750g）

#### ①供試菌株

乳酸菌は KAL (*Lactobacillus curvatus*)<sup>1,2)</sup> を用いた。酵母は協会9号を用いた。

#### ②操作

α化米(50%日本晴 徳島製麹製) 500g、水 1,125g、麴(70%玉栄 県内醸造所製) 250g を 2000ml のトルビーカーで 55℃、8 時間以上糖化し、糖化後、35℃と 15℃まで急冷して乳酸菌を接種してそれぞれの温度で酸生産を続け、酸度が 3.0ml 以上を目処に培養を行った。その後酵母添加を行い、酵母添加後は 15℃以上で保った。なお、経過分析は、酸度、CO<sub>2</sub> の減少を計測した。また、市販の乳酸を添加した高温糖化酒母も併せて試験した。

## 3 結果と考察

### 1) 高温糖化小規模製造試験（酒母総米 300g）

試験は、原料を混合後、糖化・冷却を行い、①35℃で乳酸菌 (KAL) を接種、②35℃で乳酸菌 (UCL) を接種、③15℃で乳酸菌 (KAL) を接種、④15℃で乳酸菌 (UCL) を接種の 4 試験を実施した。それぞれの乳酸

\* 有機材料係

菌添加前の Brix. は、①18.9, ②18.4, ③19.1, ④18.1 だった。各試験の酸度の経過を図 1 に、CO<sub>2</sub> 発生による重量減少の経過を図 2 に示した。

35℃で乳酸菌を接種して培養した試験は、24 時間後に KAL が 3.5ml、UCL が 3.4ml と 3ml を超えた。したがって酵母の添加を行い試験を進めた。一方、15℃で乳酸菌を接種して培養した試験は、KAL が 0.5ml、UCL が 0.7ml と低かった。その後 48 時間目に両菌とも 2.7ml となり 3.0ml に達しないものの酵母を添加した。その後、酸度は生成を続け、14 日目には 35℃の KAL が 7.2ml、UCL が 7.4ml、15℃の KAL が 12.0ml、UCL が 9.3ml で、乳酸菌を 15℃で培養していた方が酸度は高かった。初期は 35℃培養の方が高かったが、その後、7 日目には逆転して 15℃培養の方が最終的には高くなった。この理由は現在のところ不明である。

## 2) 高温糖化小規模製造試験 (酒母総米 750g)

試験は、原料を混合後、糖化・冷却を行い、①35℃で乳酸菌 (KAL) を接種、②15℃で乳酸菌 (KAL) を接種、③市販乳酸を添加する高温糖化の試験である。それぞれの乳酸菌添加前の Brix. は、①18.5, ②16.4, ③17.2 だった。各試験の酸度の経過を図 3 に、CO<sub>2</sub> 発生による重量減少の経過を図 4 に示した。

35℃で乳酸菌を接種して培養した試験は、24 時間後に 3.6ml と 3ml を超えたので酵母の添加を行った。

一方、15℃で乳酸菌を接種して培養した試験は、1.7ml でこの時点では低かった。48 時間後には 3.2ml となり 3.0ml に達したので酵母を添加した。市販乳酸添加の試験は、2.8ml だった。その後酸は生成を続け、11 日目には 35℃が 9.0ml、15℃が 12.0ml で、15℃で培養していた方が酸度は高くなった。初期から 7 日目手前までは 35℃の方が高かったが、その後逆転して 15℃の方が最終的には高かった。

また、11 日目のアルコール濃度は、①35℃の乳酸菌が 13.5%、②15℃培養の乳酸菌が 11.0%、③市販乳酸が 13.7%だった。アルコール濃度は、35℃で乳酸菌を培養した方が高く図 3 の CO<sub>2</sub> の減少の値と傾向は一致した。酸度の値が低い方が CO<sub>2</sub> の減少は多かった。

15℃で乳酸菌を培養した方が最終的に酸度が高くなる結果は、前述の試験結果でも同様であった。これは、酵母添加が 1 日遅い分アルコール生産が遅く、その間に乳酸菌の増殖と乳酸生成が進むことが考えられたが、今後の検討課題である。

また、できあがった酒母を火落菌検出培地で培養試験した結果、増殖は確認されなかった。

さらに、14 日目の酒母を用いて乳酸菌の増殖試験を MRS 培地等で出現試験を実施したが増殖は確認されなかった。

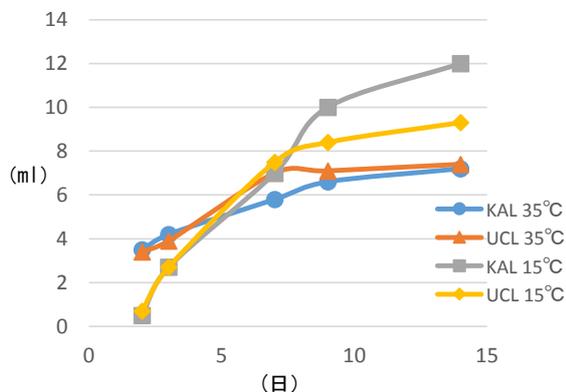


図 1 酸度の変化(総米 300g)

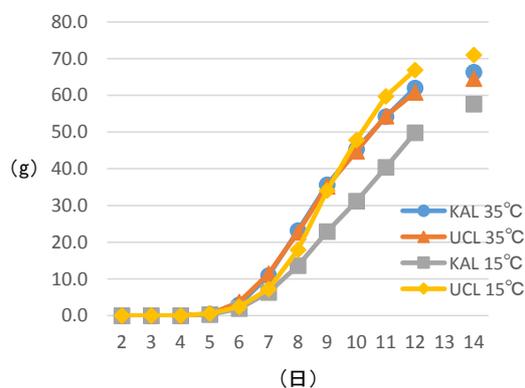


図 2 重量減少の変化(総米 300g)

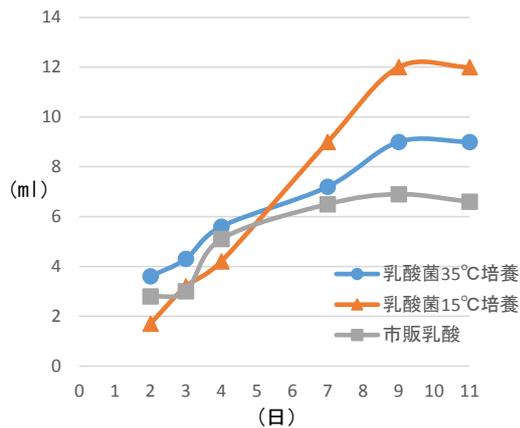


図3 酸度の変化(総米 750g)

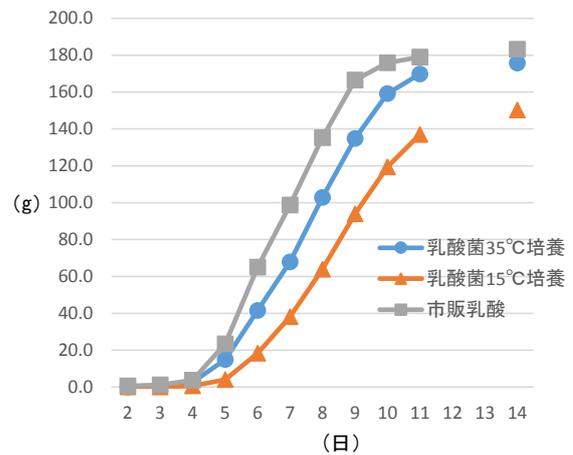


図4 重量減少の変化(総米 750g)

#### 4 まとめ

生もと系酒母の安定製造と製造日数の短縮を目的に、製造過程中的生もと酒母から分離した乳酸菌の利活用として、高温糖化酒母で乳酸生成が可能で酒母が製造できるのか試験した。その結果、高温糖化後、乳酸菌を添加して 35℃での培養は 24 時間後に、15℃での培養は 48 時間後に酸度は 3ml を超えた。その後酵母を添加して製造試験を進めたところアルコール生産も確認することができた。

今後は、さらにスケールアップした小規模製造試験を実施し、実際の現場製造に用いられるか検討していく予定である。

#### 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, 93-98(2014)
- 2) 岡田俊樹：滋賀県工業技術総合センター研究報告, 82-84(2015)

# 生体組織接着性を有する医療用有機複合材料の開発 (第2報)

中島 啓嗣\*  
NAKAJIMA Keiji\*

外科手術に用いるシート状組織接着剤への応用を目標とし、Carbopol (CP) およびエチルセルロース (EC) の複合材料について検討した。試料作製時におけるポリマー濃度および溶媒の構成比による相分離発現の有無を調べ、相図を作成した。また、分散液作製時の熱処理の影響、フィルム化後の熱処理の影響について調べた。分散液を100℃で熱処理することにより、CPのエチルエステル化が進み、膨潤時にスポンジ状構造をとることがわかった。また、加湿処理とフィルム化後の熱処理を組み合わせることにより、数～200倍の範囲で体積膨潤度が制御できることがわかった。

## 1 はじめに

外科手術では、患者や術者の体力的な負担低減のために手術時間の短縮が求められている。外科手術における止血には従来通りの縫合が主流であるが、液状組織接着剤やシート状組織接着剤が開発され、一部使用されつつある。しかし、液状組織接着剤は、即効性はあるが動脈性の出血には止血効果が不十分であり、シート状組織接着剤は止血および接着効果の発現に時間を要するというデメリットがある。

本研究では、上記シート状組織接着剤のデメリットを補う性質を有するシート基材を、既存の有機材料の複合化により達成することを目的とする。具体的には、高い吸水性と接着性を有するポリアクリル酸ポリマーと適度な強度と親水性を有するセルロース誘導体を材料に用いる。これら2種のポリマーはエタノールに均一分散し、分散液を乾燥することにより透明な複合フィルムが得られる。

前報では、この分散液を加湿状態に保持して水を添加することにより、セルロース誘導体が析出し相分離構造となり、乾燥後に得られるフィルムの膨潤性が非常に高くなることを報告した<sup>(1)</sup>。

今年度は、ポリマー濃度および溶媒の構成比による相分離発現の有無について調べた。また、分散液調整時および乾燥後のフィルムに及ぼす熱の影響についても調べたので報告する。

## 2 実験

### 2.1 ポリマーおよび試薬

原料として用いたポリマーおよび溶媒等は前報のとおりとした。

### 2.2 作製方法

Carbopol (CP) 18.75mg、エチルセルロース (EC) 6.25mg およびエタノール250mLを500mLのセパラブルフラスコに入れ、常温にて攪拌機を用い10時間以上攪拌して均一な

分散液を作製した。この分散液をエタノールで適宜希釈して用いた。

### 2.3 評価

加湿処理には恒温恒湿器IW242(ヤマト科学(株))を使用した。

分散液の水分量評価にはカールフィッシャー水分計AQ-2200Aおよび水分気化装置EV-2000(平沼産業(株))を用いて電量滴定法より求めた。対極液、発生液にはそれぞれアクアライトCN、アクアライトRS-A(関東化学(株))を使用した。水分気化装置における加熱温度は120℃とした。

液体粘度の評価には動的粘弾性測定装置AR2000(テイ・エイ・インスツルメント・ジャパン(株))を用いた。コーンプレート(40mmφ 4°)を用い、25℃で測定した。周波数は10Hz、ひずみは1%とした。

フィルムの断面観察には走査型電子顕微鏡(SEM) SEMEDX3TypeN((株)日立サイエンスシステムズ)を用いた。フィルムは凍結割断し、金蒸着を施した断面を観察した。加速電圧は15kVとした。

熱抽出によるガスクロマトグラフ質量分析(GC/MS)はパイロライザーPY-2020iDおよびクライオ・トラップMJT-1030E(フロンティア・ラボ(株))を備えたGCMS-QP2010 Plus((株)島津製作所)により行った。キャピラリーカラムはUltra Alloy-5(MS/HT)(フロンティア・ラボ(株))を用い、インターフェイス温度は320℃とした。オープン温度40℃で2分間保持後、10℃ / min.で320℃まで昇温し、320℃で30分間保持した。パイロライザーの温度は300℃とし、抽出時間は30秒とした。

示差走査熱量計測定(DSC)にはDSC2500SR、熱重量測定(TGA)にはTGA Q500SR(テイ・エイ・インスツルメント・ジャパン(株))を用いた。DSC測定は30℃から150℃まで加熱後、30℃まで冷却し、再度150℃まで加熱した。昇温および降温速度はともに10℃/min.とした。TGA測定は室温から550℃まで10℃/min.で測定した。DSCおよびTGA測定はいずれも窒素中で測定した。

\* 有機材料係

### 3 結果および考察

#### 3.1 加湿処理における溶液組成

2.2にて作製した分散液を60mm φのシャーレに分取し、40℃、95%の恒温恒湿槽内に入れ加湿処理を行なった。分散液量は2.5、5.0、7.5mLとし、処理時間は5分、30分の2水準とした。同一条件のシャーレを2つ並べて同時に処理し、各々を次の水分量測定および乾燥重量測定に用いた。

加湿処理後の一方のシャーレを取り出し、速やかに分散液重量 $W_1$ を秤量、カールフィッシャー水分計で水分濃度 $C_{H_2O}$  (wt%)を測定した。もう一方のシャーレは加湿処理後、乾燥(40℃で12時間後、室温で真空乾燥12時間以上)し、重量 $W_2$ を秤量した。加湿処理直後の分散液中の各成分の重量は下記の通り計算できる。

$$\begin{aligned} \text{総ポリマー重量} &: W_2 \\ \text{水重量} &: C_{H_2O} \times W_1 \\ \text{エタノール重量} &: W_1 - W_{H_2O} - W_2 \end{aligned}$$

加湿処理直後のポリマー濃度 $C_{\text{polymer}}$  (wt%)およびエタノール重量 $W_{\text{EtOH}}$ と水重量 $W_{\text{H}_2\text{O}}$ の比を次式で算出した。

$$C_{\text{polymer}} = W_2 / W_1 \times 100$$

$$W_{\text{EtOH}} / W_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{W_1 - W_{H_2O} - W_2}{C_{H_2O} \times W_1}$$

加湿処理により一定量以上の水分を添加した系はECの不溶性に伴う相分離を起こす。また、水を添加しない均一構造の系は乾燥時に透明であるのに対し、相分離したものは凝集した球状のECの影響で白化する<sup>(1)</sup>。

今回の実験で得られた真空乾燥後の試料の状態を次の3段階に分類し、 $[C_{\text{polymer}}]$  -  $[W_{\text{EtOH}} / W_{\text{H}_2\text{O}}]$ の相図を作成した(図1)。

- : 白化(相分離状態)
- ▲: 一部白化(一部相分離状態)
- ◆: 透明(均一状態)

$W_{\text{EtOH}} / W_{\text{H}_2\text{O}}$ が2以上においては、同一の溶媒構成の分散液では、 $C_{\text{polymer}}$ が低いほど相分離状態であり、高くなるに伴い均一状態であることがわかった。 $C_{\text{polymer}}$ の値によ

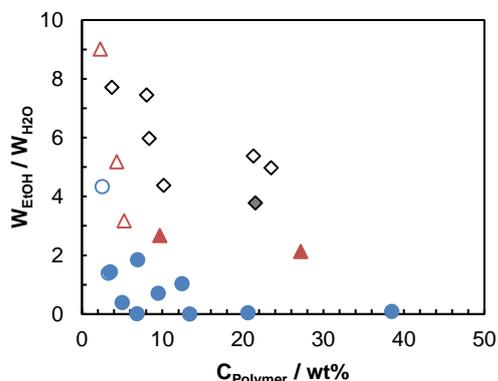


図1 加湿処理後のポリマー濃度および溶媒構成と相分離状態

(●:白化 ▲:一部白化 ◆:透明 (Open:5min. Close:30min.))

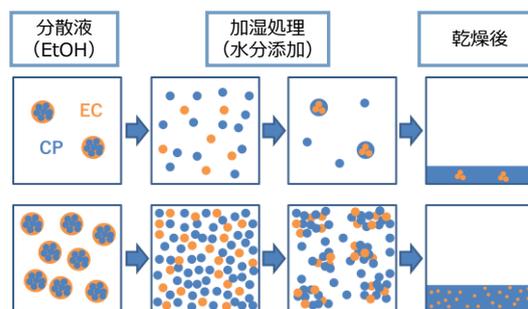


図2 加湿処理時の凝集イメージ (上段:低濃度 下段:高濃度)

り、真空乾燥後の試料の状態に違いがでるのは分散液粘度が影響していると予想される。加湿処理前のCP/EC混合分散液では、CPはエタノールへの溶解性が低く、ECが溶解した溶液にCPが分散した状態であるため白濁している。加湿処理ではCP/EC混合分散液に $H_2O$ が添加され、親水性の高いCPが溶解、疎水性の高いECが不溶化すると考えられる。 $C_{\text{polymer}}$ が低い試料では、加湿処理中の分散液粘度が低く、ECの析出・凝集が起こる。一方、 $C_{\text{polymer}}$ が高い試料においても、 $C_{\text{polymer}}$ が低い試料同様に水分添加によりCPの溶解およびECの不溶化が起こっているが、分散液粘度が高くECが析出・凝集が起こりにくいと予想される。そのため、EC凝集体が一定以上のサイズに成長しないまま固化し、乾燥後の試料は均一構造をとると考えられる(図2)。

また、溶液作製時に水分を添加した混合液は加湿処理を行わなくても相分離構造をとる。この初期添加系も図1に示した相図に適合することがわかった。

#### 3.2 分散液熱処理の影響

先にも述べたが、調製後の分散液はECが溶解、CPが分散しており白濁している。この分散液を密閉容器に入れ、50℃および100℃の熱処理を施した。熱処理後の外観を図3に示す。



図3 熱処理後分散液 (左:50℃ 右:100℃)

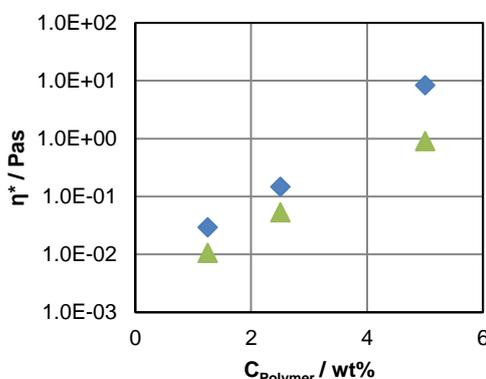


図4 熱処理後分散液の複素粘度 (▲50℃ ◆100℃)

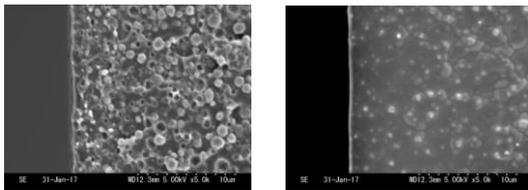


図5 乾燥フィルム断面SEM観察画像  
(左:L50-Hum 右:L100-Hum)

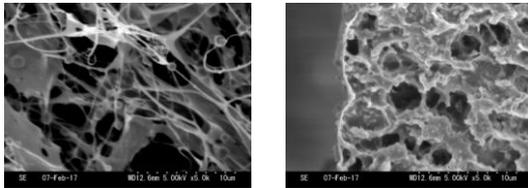


図6 膨潤フィルム断面SEM観察画像  
(左:L50-Hum 右:L100-Hum)

50℃熱処理分散液は白濁しているのに対し、100℃熱処理分散液は透明となった。また、熱処理温度により、粘度が上昇し、特に100℃では3倍程度粘度が上昇することがわかった(図4)。

分散液熱処理試料に加湿処理(40℃ 95%RH 1hr)を施してフィルムを作製した。以降、50℃熱処理分散液から作製したフィルムをL50-Hum、100℃熱処理分散液から作製したフィルムをL100-Humと呼ぶ。これらフィルムの断面SEM画像を図5に示す。L50-Humは前報の報告同様に0.5~1μm程度の粒子が観察され、界面が明確な海島構造(海:CP、島:EC)を示した。一方、L100-Humは、同程度の粒子が観察されるものの、海島の界面が不明確であった。

このフィルムを水に浸漬すると、L50-Humは大きく膨潤したが、L100-Humはほぼ膨潤しなかった。膨潤状態のフィルムを凍結乾燥し、SEM観察を行なった(図6)。L50-Humは非常に空隙が多く、ゲル構造に由来する0.1mmφ程度の網目構造が観察された。L100-Humでは2~5mmφ程度の連続孔が確認されスポンジ状構造をとっていることがわかった。

これらフィルムについて熱抽出GC/MSを用いて分析した。その結果、L100-Humは保持時間3.4分に見られるエチルエステル化合物由来のピークが、L50-Humに比べ大きい結果が得られた(図7)。このことはL100-Hum中のCPのカルボン酸がエタノールと反応しエチルエステル化していることを示唆している。

エチルエステル化したCPはもとのCPに比べ疎水性が高まると考えられる。そのため、比較的疎水性であるECとの親和性が高まり、相分離時の界面が不明確になったと推察される。

L100-Humのスポンジ構造形成の原因は明確になっていないが、壁面にECと考えられる粒子の存在が多く認められることから、加湿処理の際に疎水性であるエチルエステル化したCPとECが析出し、スポンジ構造を形成したと考えられる。

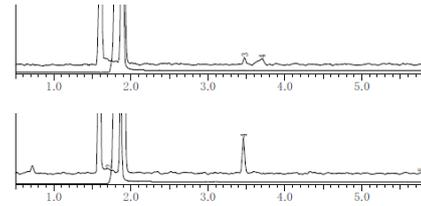


図7 熱抽出GC/MS分析結果  
(上段:50℃熱処理 下段:100℃熱処理)

### 2.3 フィルム熱処理の影響

L50-HumについてのDSC測定結果を図8に示す。1回目の昇温過程では60℃付近でベースラインが大きく変化し、その後80~140℃にブロードな吸熱ピークがみられた。60℃付近のベースラインの変化は残留水分により低下したCPのTgに由来するものと考えている。

TGA測定では、昇温に伴い150℃までに約4.5wt%の重量減少が観察された(図9)。ポリマーは約180℃以上で熱分解し、その際にポリマー側鎖の脱水反応が起こる。しかし、それ以下の温度では分解に由来する水分の発生が起こらないことをカールフィッシャー測定およびGC/MS測定で確認している。以上の点から、DSC測定で観察された80~140℃のブロードな吸熱ピークは残留水分の揮発に起因するものと考えられる。また、2回目の昇温過程では、130℃付近にCPのTgのみが現れ、これは他の報告とよく一致する<sup>(2)</sup>。1回目および2回目のDSCカーブが大きく異なる

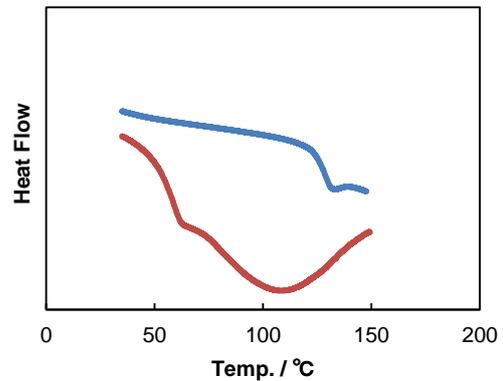


図8 L50-HumのDSCカーブ

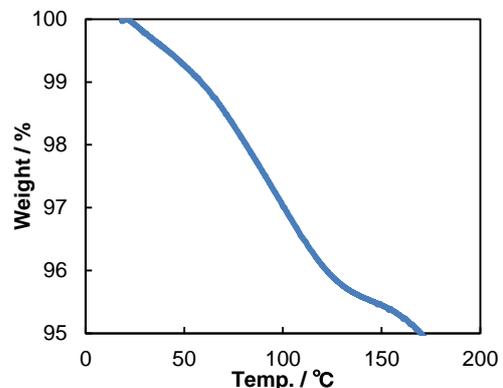


図9 L50-HumのTGAカーブ

## 参考文献

- 1) 中島啓嗣: 滋賀県工業技術総合センター, (2016)
- 2) Luiz A. Kanis et al., Polymer 41 (2000) 3303–3309

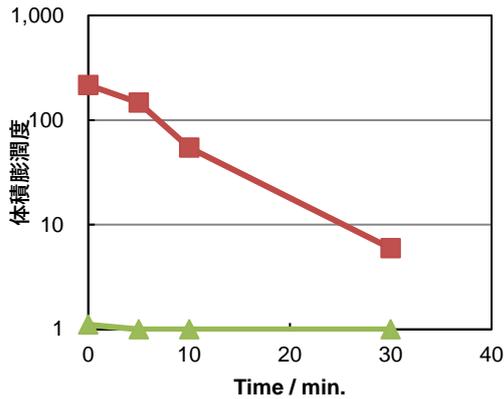


図10 150°C加熱処理時間による体積膨潤度の変化 (■L50-Hum ▲L100-Hum)

ことから、熱履歴により構造変化が生じると推察される。

そこでフィルムの体積膨潤度に及ぼす150°C熱処理の影響を調べた。体積膨潤度は次式で算出した。

$$\text{体積膨潤度} = (L/L_0)^3$$

ここで、 $L_0$ は乾燥時フィルム断片の1辺の長さ、 $L$ はフィルム断片を水中に浸漬し膨潤飽和後の同辺の長さとした。熱処理時間による体積膨潤度の変化を図10に示す。L100-Humは熱処理の有無に関わらず、ほぼ膨潤しないことがわかる。一方、L50-Humについては加熱処理時間増加に伴い、体積膨潤度は直線的に低下した。

以上のことからL50-Humについては、熱処理時間により体積膨潤度を数倍～200の程度の範囲での制御できることがわかった。体積膨潤度が高いものは水浸漬時に非常に柔軟なゲル状であり、低いものは比較的硬い。つまり、体積膨潤度の100程度は膨潤状態での固さと相関がある。また、体積膨潤度が高いということは吸水性が高いことを表す。生体組織への接着メカニズムは明らかにはなっていないが、材料の吸水性が重要な因子の一つであると考えている。膨潤時の材料強度、組織への接着性のバランスを考えた製品の性能制御に、溶媒への水分添加およびフィルムの熱処理は重要であると考えられる。

## 4 まとめ

外科手術に用いるシート状組織接着剤への応用を目標とし、Carbopol (CP) およびエチルセルロース (EC) の複合材料について検討した。試料作製時におけるポリマー濃度および溶媒の構成比による相分離発現の有無を調べ、相図を作成した。また、分散液作製時の熱処理の影響、フィルム化後の熱処理の影響について調べた。分散液を100°Cで熱処理することにより、CPのエチルエステル化が進み、膨潤時にスポンジ状構造をとることがわかった。また、加湿処理とフィルム化後の熱処理を組み合わせることにより、数～200倍の範囲で体積膨潤度が制御できることがわかった。

# 信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発(第2報)

西尾隆臣\*  
NISHIO Takatomi\*

高畑宏亮\*  
TAKAHATA Hiroaki\*

山内美香\*  
YAMAUCHI Mika\*

植西寛\*  
UENISHI Hiroshi\*

宮本ルリ子\*\*  
MIYAMOTO Ruriko\*\*

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

## はじめに

本研究は平成27～29年度にわたり実施し、本年度は2年目である。過去に実施した屋上緑化・多孔質陶器・透光性陶器の研究により蓄積してきた素材と技術を生かした和風モダンな坪庭用資材を開発することを目的としている。

具体的には、苔の生育に適した陶器の開発、陶器製飛び石、水やりを軽減する陶器、信楽透器製灯籠を開発することを目標としている。今年度は10月に中間的な試作品展を開催した。展示会場において来客を対象にアンケートを実施しており、その結果を次年度以降の試作に役立てている。

## 1 苔の生育に適した陶器の開発

### 1-1 陶苔(とうけ)

坪庭において苔は重要な役割を担っている。そこで、やきものと苔を融合し新たな坪庭のシンボルとなる製品の開発を行った。やきものは、様々な形状が容易に作れることから坪庭のデザインに幅広く対応できる。今回の試作は、銀閣寺向月台をモデルに試作を行った。現在屋外に設置し、生育状況を経過観察中である。

この試作品は、苔への水の供給を1週間程度自動で行えるよう設計している。上部と下部に貯水容器があり胴体部分は多孔質素材により水が上下に移動する。その結果、周辺の湿度が上がり苔の生育に良い環境となっている。

上部容器に入れた水はサイフォンにより下降する。また下部容器に溜まった水も毛細管により上昇し、苔に水を供給する。下部容器は地中に埋めて使用することを想定している。

\*信楽窯業技術試験場陶磁器デザイン係

\*\*同嘱託職員

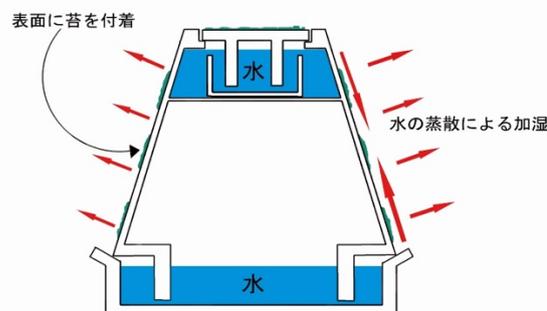


図1 陶苔の構造



図2 陶苔

### 1-2 苔ブロック

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

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

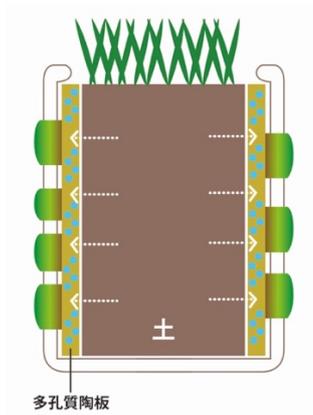


図3 苔ブロックの断面図



図4 苔ブロック

## 2 陶器製飛び石の開発

坪庭は、夏場打ち水を行うことにより、家屋の冷却装置の役割を果たしている。今回展示している陶器製敷石（敷陶器）は、長時間打ち水効果が持続する試作品である。

安価であり豊富に産出する信楽産長石を90%以上使用した坏土を使用している。長石の粒度を荒くすることにより、素材が多孔質になり保水する構造とした。

地中に埋め込んだ容器に水をため、上部の敷陶器が水を吸い上げ蒸発効果によって周辺を冷却する。屋外での試験では、レンガに比べて12.3℃の温度低下を確認している。

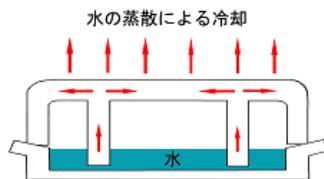


図5 陶器製飛び石の構造



図6 陶器製飛び石

## 3 水やりを軽減できる植栽容器の開発

### 3-1 水やりを軽減できる植木鉢

多孔質陶器製の植木鉢が下部容器の水を吸い上げ、水やりを軽減することができる植木鉢の提案である。

水の吸い上げ試験では、素地の一端を水につけ5cmの高さまで水を吸い上げる時間を計測した。従来の大物製品用坏土は吸い上げに37分46秒かかったが、今回使用した多孔質陶器は16分48秒で吸い上げることができた。

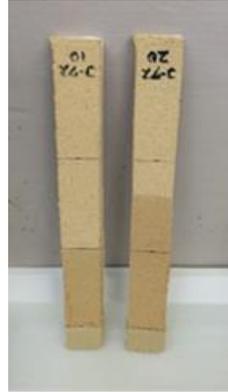


図7 吸い上げ試験の様子

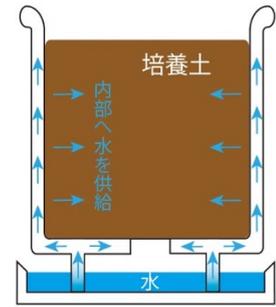


図8 植木鉢の構造



図9 植木鉢から水がしみ出す様子



図9 水やりを軽減できる植木鉢

### 3-2 多孔質素材を利用したTSUKUBAI

陶器の特性である吸水性や浸透性を利用して、湧き水が滴り落ちる様子をイメージしたつくばいを開発した。上容器内部でLEDライトを灯せば庭園灯にもなる。

素地は、陶土に混ぜた粗粒炭素系原料の焼失により多孔質となり、吸水性や浸透性を高めた。また素地に施した多孔質化粧には、連続気孔を有する多孔表面陶器<sup>1</sup>を使用し試作を実施した。

毛細管やサイフォンの現象を組み合わせることにより、水滴を落としたり、水を移動させることができる。



図10 多孔質素材を利用したTSUKUBAI

### 3-3 信楽産長石を活用した坪庭用資材

信楽産長石＋浸透性

「和」の景観に合う小型の鉢を試作した。骨材である長石の熔着にガラスを用いており、低火度による焼成でも形状を保持することができる。長石とガラスの混合比を調整することにより、透光性材料だけではなく多孔質材料としての利用も可能である。この多孔質材料は水の吸い上げと保水性に優れている。



図11 信楽産長石を活用した坪庭用資材  
信楽産長石＋浸透性

## 4 信楽透器製灯籠の開発

### 4-1 透光性陶器を組み合わせたあかり・水鉢ライト

家紋をアレンジし、信楽透器と組み合わせることにより、現代風な日本庭園や玄関先、室内のエントランスなどでも使えるあかりの提案を行った。

シーンにあわせて、天板や内部の差し替えができる構造になっており、好きな武将等の家紋をデザインすることもできる。



図12 透光性陶器を組み合わせたあかり・水鉢ライト

感光性樹脂の型とタタラ成形による天板は、比較的容易にオリジナルのデザインを作成することが可能である。

信楽透器は水を通さないため、汚れにくいという利点があり、水を入れる容器としても活用できる。金魚やメダカの鉢としても利用でき、外側の陶器が保護カバーとなって、気温の変化による水温の変化をやわらげることができる。

外側には、凍害に強い低吸水の素地を使用している。

## 5 試験場展

期間：平成28年10月1日～10月23日

場所：滋賀県立陶芸の森 産業展示館

アドバイザー：元京都女子大学教授 出井豊二氏

試験場展の会期中、見学者120人を対象にアンケートを実施した。調査項目は以下の通りである。

年代 性別 住所 職業 窯業関係者か否か  
興味がある・使ってみたい試作品  
興味がある・使ってみたい試作品を選んだ理由  
試験場に期待すること 感想

来場者は40代、50代、60代が多く、女性が6割、男性が4割であった。「興味がある・使ってみたい試作品は「苔ブロック」が好評であった。新製品や新素材の開発への期待が高いことがわかった。



図13 試験場展の会場の様子

## 6 まとめ

苔ブロックは、製品化に向け業界との調整を図っている。また苔が育つ陶器等の植栽容器は、引き続き経過を観察していく。

平成29年度は飛び石や床材、灯籠等の品目のさらなる開発を目指し、試作品を用いて多様な坪庭の提案を行っていきたいと考えている。

### 参考文献等

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

# 薪窯の窯変に関する研究

## (第1報)

川澄 一司\*  
KAWASUMI Kazushi

**要旨** 信楽陶器工業協同組合員を対象として毎年実施している調査<sup>1</sup>と、試験場の技術相談記録から推算すると、現在信楽では50基ほどの穴窯が稼働している。しかし穴窯は一束900円程度の松薪を数日間焚く必要があり、美しい窯変を得るためには熟練が必要である。本研究は、無償で入手が可能なスギ間伐材等を燃料とする小型のイッテコイ窯を用い、焼成中の窯の中へ炭酸ナトリウム等の塩基を投入することにより人工的な窯変を得る試験である。

## 1 はじめに

近年は二酸化炭素の排出量を抑制するため、欧州を中心として化石燃料の消費に対し炭素税・環境税が課せられている。現在信楽の窯炉の7割<sup>2</sup>がガス・灯油を燃料としているため、仮に将来わが国が炭素税を導入した場合、業界は打撃を被るものと推察される。

バブル経済崩壊後、信楽産地は外装タイル・植木鉢等の大量生産品が激減し、個人作家製の食器・置物等が伸びる傾向にある。間伐材等の再生可能な燃料を用い、小規模な窯により付加価値の高い品物を焼成する技術を研究することにより、時代の要請に応えたい。

## 2 イッテコイ窯

### 2.1 概要

イッテコイ窯は第1図のとおり焚口・燃焼室・焼成室・煙突から構成される。燃焼室と焼成室は焚口に近い部分の大半が棚板等により上下に隔てられており、炎が燃焼室の奥へ向かってから焼成室を手前に戻ってくるためイッテコイと呼ばれる。

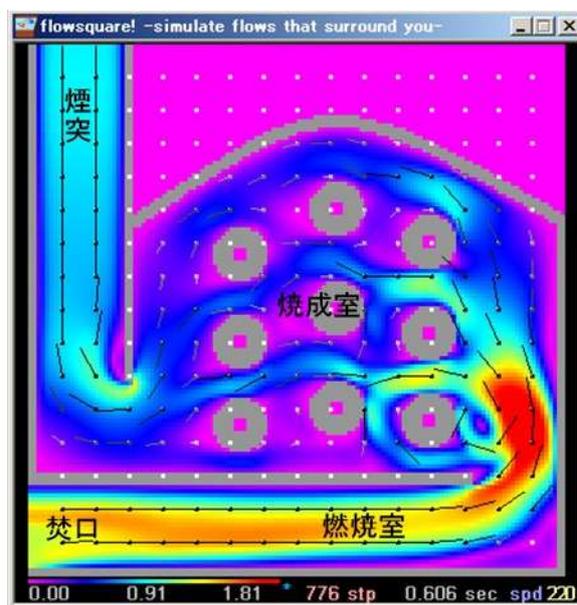
イッテコイ窯の特長は、少ない燃料でも短時間で高温が得られる点である。焚口の真上にレンガ一枚を隔てて煙突があるため、焼成の初期段階から煙突内の空気が温められ、外気との温度差による浮力、いわゆる「引き」が生じる。その結果、焚口に多くの酸素が供給され、加速的な燃焼となる。

また、半倒立式であるため、穴窯よりも炉内温度は均一である。

イッテコイ窯は燃焼室と焼成室が2階建ての構造であり、狭い平地に築くことが可能である。しかも穴窯と比べると必要なレンガの枚数が少なく、低予算で築窯<sup>3</sup>が可能である。

\*信楽窯業技術試験場セラミック材料係

図1 イッテコイ窯の模式図と燃焼初期のガスの流れ  
Free soft “Flow square” 使用



### 2.2 歴史と展開

イッテコイ窯の起源は定かではないが、五条坂の河井寛次郎旧宅に素焼用の実物がアンコウ窯という呼称で現存しており、20世紀前半の京都においては普及していたものと思われる。

イッテコイ窯は中京地方において本焼用に改良されるが、瀬戸のイッテコイは煙突が二本あるためウサギ窯と呼ばれる。

なお海外におけるイッテコイ窯は、米国の Gerry Williams が1978年にニューハンプシャー州ダンバートンのフェニックス・ワークショップで紹介したのが嚆矢であり、Phoenix box kiln<sup>4</sup>と呼ばれる。

1986年から1990年代前半にかけて、国連ボランティアの松本章氏と、数次にわたる青年海外協力隊員がスリランカの村々をまわり、イッテコイ窯を普及させ

る活動を実施した。それまで土器を焼いていた窯元でも陶器の焼成が可能となるため、焼成室の内容積が0.35m<sup>3</sup>の標準的な図面を基に窯のコピーが築かれるようになり、現在では日本式の薪窯として定着している。

信楽窯業試験場においては、1990年代前半に発展途上国から研修生を受け入れた際にイッテコイ窯の築窯実習を実施した。この窯を滋賀県立陶芸の森に移築したところ、従来穴窯を焚いていた信楽や伊賀の伝統工芸士たちがイッテコイ窯の手軽さを認識し、自らの工房に築窯するようになった。さらに陶芸の森へ台湾から訪れていた陶芸家の要請により、2011年には台南芸術大学のキャンパスにイッテコイ窯が築かれた。その後も標準図面に基づくイッテコイ窯が国内外に広がっている。

### 2.3 小型試験窯の製作

平成25年度に0.17m<sup>3</sup>の小型イッテコイ窯を製作した。手押し台車の上に耐火断熱レンガを長手積みし、炉床と炉壁にムライト板を貼った。煙突とアーチ型の上詰め式の蓋は取り外し可能とした。重量は350kgであり、軽トラックによる移動が可能である。

図2 移動式小型イッテコイ窯



## 3 焼成試験

### 3.1 スギ間伐材による焼成

平成25～26年度は、焙りから最高温度である1250℃までと、最高温度の5～6時間にわたる保持に、森林組合信楽事業所より入手したスギと多少のヒノキを含む

間伐材を燃料とした。含水量が30%であると仮定すると、スギ・ヒノキの製材残材の低位発熱量は11.3MJ/kgである<sup>5</sup>。一回の焼成に約200kgを要したため、2260MJを消費している。穴窯用の坏土<sup>6</sup>を用い、陶器製薪ストーブ用の外装タイルを平置きにして焼成したが、移動式イッテコイ窯であっても、火色・蟹の目・石爆ぜ等、穴窯に劣らない窯変が発現した。また、焼成前にクヌギ灰を散布したタイルには良好なビードロが現れた。

図3 陶器製薪ストーブ外装タイルの窯変



### 3.1 灯油バーナの併用試験

平成27～28年度は、使用済みパレット等の廃材を焙りに用い、焚口が温まったところでロータリー式の灯油バーナ<sup>7</sup>を使用し最高温度まで上昇させた。ロータリー式バーナは霧吹きのような構造であり、バーナタイルを赤熱させることにより灯油を気化させる。したがって焚口の余熱が必要である。また、タンクの灯油の残量が少なくなると圧力が下がり燃料の供給量が減るため、リフトにより少しずつタンクを持ち上げ、位置エネルギーを高める作業を要する。

最高温度到達後、スギ・ヒノキ間伐材を投入することにより窯変を得る試験を実施した。窯変が発現するのは1200℃～1280℃であるため、昇温のために薪を投入する労力を削減することを目的とした。

5回にわたる焼成試験における灯油バーナの燃焼時間は毎回3時間30分である。消費量はいずれも35リットルであり、松薪4束以下の価格である。低位発熱量が34.9MJ/Lの灯油を用い最高温度を得るために、およそ1222MJを要した。最高温度到達後に約120kgの間伐材を投入し、1356MJを付加した。穴窯用坏土を用いた円筒形の陶器製スピーカー等を焼成したが、火色・蟹の目は十分に表れたものの、降灰量が少なくビードロの発現は思わしくなかった。ただし送風機<sup>8</sup>を用い燃焼室から焼成室へ強制的に灰を吹き飛ばすことにより、ビードロを生成させることは可能であった。

灯油と間伐材を併用した熱量の総和は2587MJであり、間伐材のみで焼成した際の熱量を少し上回る。

図4 ロータリー式灯油バーナによる昇温



図5 灯油バーナ併用時の温度曲線の例



## 4 Soda Firing

### 4.1 概要と歴史

石英等のケイ酸と塩基が高温で反応するとガラスが生成される。両者をあらかじめ調合したものが釉薬である。古信楽などに見られる自然釉は、薪の灰に含まれるカルシウム・カリウム・ナトリウムが焼成中の素地の表面と反応し生成される。

15世紀ごろ、ドイツのライン地方で塩釉 (Salt Glaze) が開発された<sup>9)</sup>。高温の焼成室中に水で湿らせた食塩を投入すると、塩化ナトリウムは1170~1200°Cで水蒸気と反応し水酸化ナトリウムと塩酸のガスに変化する。水酸化ナトリウムはさらに酸化ナトリウムと水に分解され、無釉の素地表面のケイ酸とナトリウムが反応することにより釉が生じる。また水蒸気には炉圧を高める働きもある。塩釉は陶器製ピアジョッキや常滑焼の陶管などに使われたが、煙突から排出される塩素ガスが環境に悪影響を与えるため1970年代に規制の対象となった。

1970年代にはSoda Glazeが工業的に使われ始める。食塩の代わりに、塩素を含まない炭酸ナトリウム等を投入する手法である。陶芸への応用には英国のRuthanne Tudball 女史が先鞭をつけており、著書の”Soda Glazing<sup>10)</sup>”には、彼女がステンレス製のノズルを取り付けた動力式噴霧器により炭酸ナトリウムの水溶液を焼成中の品物へ直接吹きかける様子が掲載されている。その後、豪州のGail Nichols 女史がSoda

Glazeに窯業計算を応用し、”Soda, Clay and Fire<sup>11)</sup>”を2006年にまとめている。同書の第4章は”Painting with Fire”と題されており、薪窯の窯変と共通するものがある。しかし我が国ではほとんど実施されていない手法である。

### 4.2 Soda Firing 試験

平成28年度後半に移動式イッテコイ窯を用いてSoda Firingを実施した。投入した塩基はGail Nicholsの調合と同じである。炭酸ナトリウムと炭酸水素ナトリウム(重曹)の比率が2対3の粉末はセスキ炭酸ソーダと呼ばれ安価で入手が可能である。表1の調合1kgに対し水500mlを加え塩基性の泥漿を作成した。

最高温度の1250°Cまで灯油バーナにより上昇させた後、スギ間伐材を投入し、1100~1200°Cを保持し、1160°Cの状態では窯の天井後方中心に設けた穴から泥漿を2回に分けて投入した。作業時には防塵めがね・防毒マスク・保護手袋を着用した。投入後1分間ほど、煙突からナトリウムの黄色い炎が吹き上がった。

焼成後の品物には火色とコゲが現れたが、スギ間伐材による保持温度が低かったため、良好なビードロは発現しなかった。しかし、泥漿の投入孔近くの品物には魚々子紋状の白斑が多く現れた。穴窯の焼成では得られない窯変である。EDX<sup>12)</sup>による白斑の簡易定量結果は表2の通りであり、石灰釉の組成に近い。

表1 Gail Nichols による塩基の調合

	Wt. %
炭酸カルシウム	50
炭酸ナトリウム	20
炭酸水素ナトリウム	30

図6 Soda Firing の焼成曲線

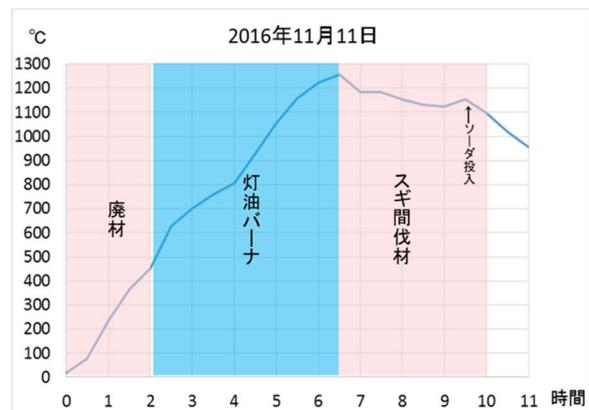


図7 魚々子紋状の窯変



表2 白斑部の組成

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
60.95	19.16	1.08	0.40	7.08	4.77	6.56

## 5 今後の課題

### 5.1 小型イッテコイ窯の設計と施工

平成28年度後半に焼成室の容積が0.25m<sup>3</sup>の小型イッテコイ窯を築いた。標準的な図面よりもレンガ一枚分幅が狭い構造である。SK32の耐火レンガを用い、長手積み層を半枚ずらしたイギリス積みにより施工した。天井と焚口はアーチ式である。Soda Firingを意識した設計とし、燃焼室から焼成室へ炎が吹き上がる部分の左右に泥漿を投入するための開口部を設けた。平成28年度は窯の乾燥のため通常の焼成を実施した。

### 5.2 塩基性泥漿の改良

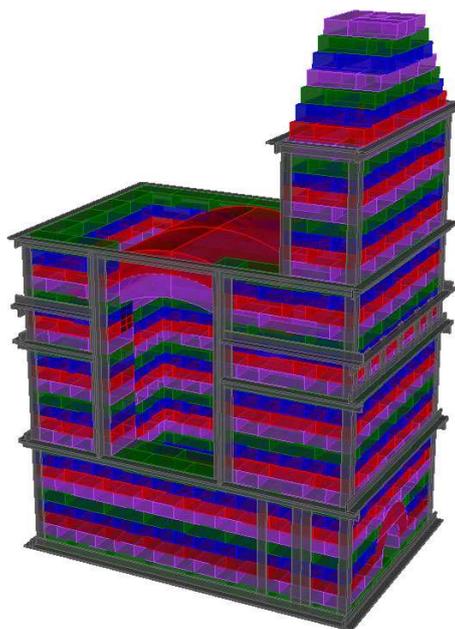
Gail Nicholsによる塩基の調合は単純なものであるが、通常の木灰にはカリウム・鉄なども含まれている。今後は穴窯で焼成した品物のような味を出すため、木灰の組成に近い塩基性泥漿を投入する試験を実施する。

### 5.3 まとめ

平成28年度においては、灯油バーナとスギ・ヒノキ間伐材を併用する安価で作業労力の少ない焼成方法を確立した。

Soda Firingについては、塩基性泥漿の投入孔近くの品物においてのみ良好な結果が得られた。次年度は0.25m<sup>3</sup>の窯を用い、焼成室全体にSoda Firingによる窯変が発現する焼成条件を試験する。

図8 0.25m<sup>3</sup>小型イッテコイ窯の三次元CAD



## 参考文献等

1. 信楽陶器工業協同組合 2016年生産高調査
2. 同上
3. 河村 薫太郎 (1965) 「やきものをつくる」  
美術出版社  
田村耕一(1970)「陶芸の技法」雄山閣
4. Coll Minogue and Robert Sanderson (2000)  
"Wood-fired Ceramics: Contemporary Practices"  
University of Pennsylvania Press
5. 宮崎県ホームページ環境森林部山村・木材振興課  
資-図表1 熱量計算とCO<sub>2</sub>排出係数  
<https://www.pref.miyazaki.lg.jp/sanson-mokuza-i/shigoto/ringyo/documents/000141336.pdf>
6. 信楽陶器工業協同組合 大原土(粗)
7. 日東製作所 HMR202型
8. 日立工機 RB-40VA
9. INAX ライブミュージアム web ページ  
<http://www1.lixil.co.jp/kiln/>
10. Ruthanne Tudball(1995) "Soda Glazing"  
University of Pennsylvania Press
11. Gail Nichols (2006) "Soda, Clay and Fire"  
The American Ceramic Society
12. 島津製作所 EDX-900HS

# 炭素材料の高純度化に関する研究（第2報）

安達 智彦\*  
ADACHI Tomohiko

佐々木 宗生\*\*  
SASAKI Muneo

山本 和弘\*  
YAMAMOTO Kazuhiro

要旨 リチウムイオン電池やリチウムイオンキャパシタに代表される蓄電デバイスの利用は急速に拡大しており、将来にわたり安定した供給が求められている。そのため、これらのデバイスに使用される素材を低コストで安定的に大量生産する技術の確立が急がれている。本研究では、電極材料として使用される代表的な炭素材料であるヤシ殻活性炭を対象とし、天然由来の品質のばらつきを安定化（高純度化技術）させ、大量生産に向けた技術の確立を目指した。本報告では、ヤシ殻活性炭中の不純物元素のうち塩酸洗浄では除去できなかった元素（ケイ素、アルミニウム）を、安全に低コストで洗浄・除去する方法（アルカリ洗浄）について評価を行った。その結果、ケイ素やアルミニウムは水酸化ナトリウム溶液で洗浄・除去できること、効率的な除去には高温、長時間、濃水酸化ナトリウム水溶液を要することが分かった。

## 1 はじめに

近年、リチウムイオン電池やリチウムイオンキャパシタなどの蓄電デバイスの普及が、数・量ともに急速に拡大している。特に近年、これまでの小型の電子機器が中心の用途に加えて、業務用や家庭用蓄電システムなど大容量電池を搭載した機器の普及が進んでいる。今後、全地球的規模で電気自動車やスマートシティなどが普及すると仮定すると、蓄電デバイスの需要は飛躍的に増加すると予想される。将来にわたって蓄電デバイスを安定供給するには、デバイスに使用される様々な素材を大量生産する必要がある。また生産した素材の品質は、電池の性能だけでなく安全性にも影響を及ぼすため、品質を安定化することが求められる。

リチウムイオン電池<sup>1)</sup>を例とすると、電池を構成する素材のうちセパレーターや電解液などは、工業的に生産した高純度なポリオレフィンや有機溶媒を主原料として製造される。従って高純度な原料を量産する技術が確立されており、将来の供給増加に向けての課題は多くない。一方、素材の中でも工業的に量産できない天然由来の原料がある。正極材料に使用されるコバルト酸リチウムは、天然資源であるコバルト鉱石やリチウム鉱石の産地や生産量が限られるため大量生産の面で課題があるが、精錬技術は確立しており高純度のコバルトやリチウムを得ることは難しくない。一方で、同じ天然由来でも電極材料として使用される活性炭は、資源量が多いヤシ殻や石油ピッチから製造できる反面、原料中の不純物元素が生産地等によってばらついており、品質（純度）を一定にすることが課題と言える。

本研究では、数ある素材のうち、天然素材のヤシ殻

から製造される「ヤシ殻活性炭」に着目した。ヤシ殻活性炭は、熱帯地方を中心に地球上に広く繁茂する椰子の木から実の殻の部分を経過処理して製造される。実を食用した後の殻から製造されるために、基本的には廃棄物であり、原料コストは極めて安い。このヤシ殻活性炭はリチウムイオン電池の負極材やリチウムイオンキャパシタの電極材料として使用され、今後の需要の増大が見込まれる。しかし電極材料に使用できるほどの高品質な活性炭の生産は一部であり、大量生産するのは困難である。しかも量産したとしても、生産地によって品質とりわけ不純物の種類と量のばらつきが大きく、安定した品質と生産量を長期に渡って得ることは困難である。一方で、脱臭や吸着用の低品位な活性炭はすでに大量に流通・使用されている。この低品位な活性炭から高純度な電極材料を大量生産できれば、蓄電デバイスの普及に大きく貢献できると期待される。しかし不純物の種類も量もまちまちな低品位な活性炭から不純物を除去し高純度な活性炭を大量生産するには、原料毎に最適な処理の実施が不可欠であり、高コストなプロセスとなってしまう。そこで、できる限り低コストで、安全、シンプルなプロセスを採用し、高純度な活性炭を作製する方法について検討した。

前報<sup>2)</sup>では、ヤシ殻活性炭に含まれる不純物は、ケイ素、アルミニウム、カルシウム、鉄、マグネシウムなどであり、地殻の元素構成比と似ており土壌から吸収された元素であることが分かった。また、これらの不純物元素のうち、ケイ素とアルミニウムを除く元素を除去するには、塩酸による洗浄が有効であることを明らかにした。そして塩酸洗浄における最適条件を検討した結果、カルシウムやマグネシウムは薄い塩酸でも短時間で除去できること、鉄は洗浄温度や時間、塩酸濃度などの洗浄条件を最適化しなければならないこと、ケイ素とアルミニウムが塩酸では除去できないこ

\* セラミック材料係

\*\* 東北部工業技術センター 金属材料係

とが分かった。

そこで活性炭から安全かつ低コストでケイ素とアルミニウムを洗浄除去する方法について検討した。その結果、ケイ素（ケイ酸）除去に一般的に使用されるフッ酸洗浄は、作業に危険を伴うため採用しないこととした。そこでフッ酸に代わり水酸化ナトリウム水溶液による洗浄（以降、アルカリ洗浄と略）を採用することで、ケイ素およびアルミニウムの除去が可能かどうか調査、検討した。また最適なアルカリ洗浄条件を見出すために、洗浄温度、時間などのパラメーターを変えて実験を行い、安全で低コストな洗浄方法について検討を行った。

## 2 実験方法

### 2.1 攪拌洗浄

図 1 に、活性炭中のケイ素およびアルミニウムを「攪拌」によりアルカリ洗浄するための実験模式図を示す。水酸化ナトリウム水溶液はガラス成分を溶かすために、液と接触する洗浄容器にはテフロン製ビーカーや攪拌子、フッ素樹脂製時計皿を用いた。

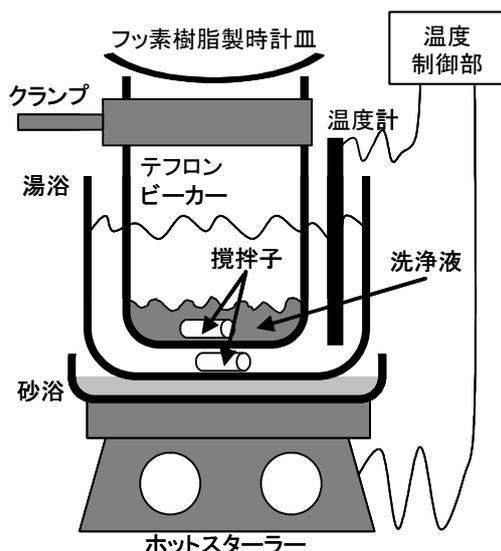


図 1：攪拌（浸置）洗浄の模式図

表 1 に、本研究で検討したアルカリ洗浄の条件（洗浄温度、洗浄時間、水酸化ナトリウム水溶液の濃度ほか）を示す。0.01～4N と濃度を変えた水酸化ナトリウム水溶液 25ml（液量固定）をテフロンビーカーに入れ、そこに活性炭（含有する不純物の種類と量は前報<sup>2)</sup>参照）を 1～5g と量を変えて加えた。洗浄温度の制御（30～90℃）は、反応容器であるテフロンビーカーを湯煎することにより行った。ホットスターラーの測温部を湯浴に浸すことで、湯浴が設定した温度に加熱される。その結果、テフロンビーカー内の水酸化ナトリウム水溶液も設定温度に加熱され、温度を一定に保ちながら洗浄することが可能となった。洗浄時間はこの水酸化ナトリウム水溶液中に活性炭と

攪拌子を加えた瞬間から所定の時間（10～360 分）が経過するまでとした。なお全ての洗浄条件において、洗浄中は攪拌子が十分に液を攪拌していることを確認した。

さらに攪拌の効果を確認するために、溶液の温度管理など上記の実験環境を採用しながらテフロンビーカー中の攪拌子による攪拌だけを行わない浸け置き洗浄（浸置と略す）を行った。

表 1：アルカリ洗浄のパラメーター

洗浄方法	浸置、攪拌、超音波
水酸化ナトリウム水溶液の濃度	0.01, 0.1, 0.5, 1, 4 N
水酸化ナトリウム水溶液の液量	25 ml
活性炭重量	1.0, 2.5, 5.0 g
活性炭の微粉砕	あり, なし
温度	30, 50, 70, (攪拌のみ 90) °C
時間	10, 60, 360 分
繰り返し洗浄回数	洗浄効果の高い条件で 3 回

### 2.2 超音波洗浄

より効率的な洗浄を行うことを目的として、超音波洗浄器による洗浄を実施した。その概要を図 2 に示す。なおアルカリ洗浄の条件を表 1 に示す。

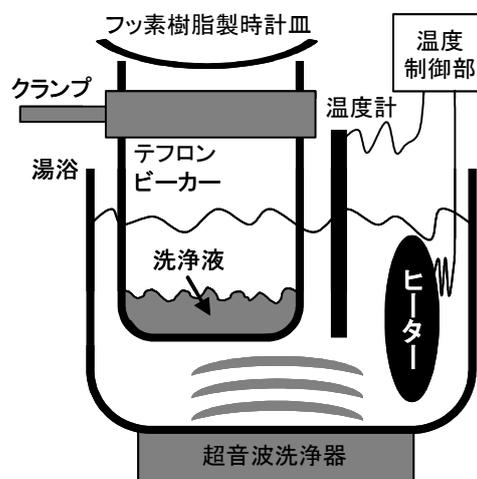


図 2：超音波洗浄の模式図

図 1 のテフロンビーカーを超音波洗浄器に入れ、一緒に温度制御可能な投げ込みヒーターも入れる。ヒーターにより洗浄器内部の水を所定の温度に加熱することで、テフロンビーカー内部の水酸化ナトリウム水溶液の温度（30～70℃）を一定に保つことができた。洗浄時間は攪拌洗浄と同じく、水酸化ナトリウム水溶液中に活性炭を加え、超音波洗浄を開始した瞬間から所定の時間が経過するまでとした。超音波洗浄では、洗浄中は水酸化ナトリウム水溶液の液面に十分に超音波振動が伝わっていることを確認した。また、よ

り効率的に洗浄するために、一部の条件では活性炭を乳鉢と乳棒にて微粉碎し試験に供した。

なお、超音波洗浄で効果の高い洗浄を実施した後の活性炭に対して、再度アルカリ洗浄を実施した。この繰り返し洗浄を最高 3 回まで実施して、洗浄効果の変化を調べた。

### 2.3 ICP 発光分光分析による不純物定量

洗浄後の水酸化ナトリウム水溶液中には活性炭が懸濁しており、洗浄効果を正しく評価するには速やかに活性炭を分離する必要がある。一般的な「ろ紙」を使用した「ろ過」では、細かな活性炭粒子によりろ紙がつまり分離に時間がかかる。その結果、活性炭と洗浄液が完全に分離されるまでの時間、すなわち洗浄時間を正確に管理することができないことが分かった。そこで液中から活性炭を迅速に分離するため「遠心分離」による分離を行った。懸濁溶液を遠心管に移し入れ、遠心分離装置を用い毎分 3000 回転で 10 分間処理を行なうと、上澄液（水酸化ナトリウム水溶液）と沈澱（活性炭）にきれいに分離できた。さらにスポイトを使用することで上澄液のみを迅速に回収することができた。

洗浄後の水酸化ナトリウム水溶液（上澄液）中に含まれる不純物元素の量を測定するために、ICP 発光分光分析によるケイ素とアルミニウムの定量分析を実施した。ただし ICP 発光分光分析装置ではチャンバーやトーチに石英を使用しているために、強アルカリ性の溶液をそのまま測定に使用することはできない。そこで、上澄液に塩酸と過酸化水素水を加えて pH を酸性側に調整して測定に供した。

## 3 結果と考察

### 3.1 アルカリ洗浄の評価

アルカリ洗浄の効果を評価するにあたり、本研究では次式で示す「洗浄度 (%)」を評価方法として採用した。この洗浄度とは、特定の 1 元素についてアルカリ洗浄で洗浄・除去された量（すなわち塩酸中の含有量）を、活性炭中に含まれるその元素の含有量で割った値を 100 分率で表示したものである。この洗浄度が高いほど、活性炭中の元素が水酸化ナトリウム水溶液で効率よく洗浄・除去されていることを示している。以降、この洗浄度を用いて、アルカリ洗浄の効果について評価を行う。

$$\text{洗浄度}(\%) = \frac{\text{塩酸中の含有量}}{\text{活性炭中の含有量}} \times 100$$

### 3.2 アルカリ洗浄における各パラメーターの効果

#### (1) 攪拌洗浄－活性炭重量の影響

図 3 に、一定条件（攪拌洗浄、洗浄液温度 30℃、洗浄時間 60 分、水酸化ナトリウム水溶液濃度 0.1N、活性炭微粉碎なし）において、洗浄液中に入れる活性

炭重量 (x 軸) のみを 1.0, 2.5, 5.0g と変えて洗浄した場合の活性炭 1g あたりのケイ素およびアルミニウムの洗浄度 (y 軸) の変化を示す。

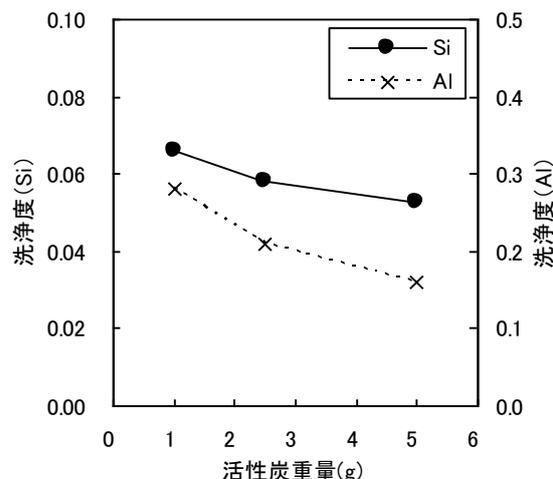


図 3：活性炭重量の影響

炭重量が増えるに従い活性炭 1g あたりの洗浄度は低下した。これは洗浄液の液量に対して活性炭が増えることで汚れ落ちが低下することを意味しており、洗浄液に対して活性炭重量は少ないほど良い結果となった。一方、活性炭重量を 5 倍にしても洗浄度が 1/5 にはならず、せいぜい 1/2 程度であったことから、処理コストを低減するには一度に 5g の活性炭処理が望ましいことが分かった。なお、あまりに多くの活性炭を洗浄すると、洗浄液の粘性が高くなり十分に攪拌できないことも分かった。

#### (2) 攪拌洗浄－洗浄温度

図 4 に、一定条件（攪拌洗浄、活性炭重量 1g、洗浄時間 60 分、水酸化ナトリウム水溶液濃度 0.1N、活性炭微粉碎なし）において、洗浄液温度 (x 軸) のみを 30, 50, 70, 90℃と変えて洗浄した場合の活性炭 1g あたりのケイ素およびアルミニウムの洗浄度 (y 軸) の変化を示す。

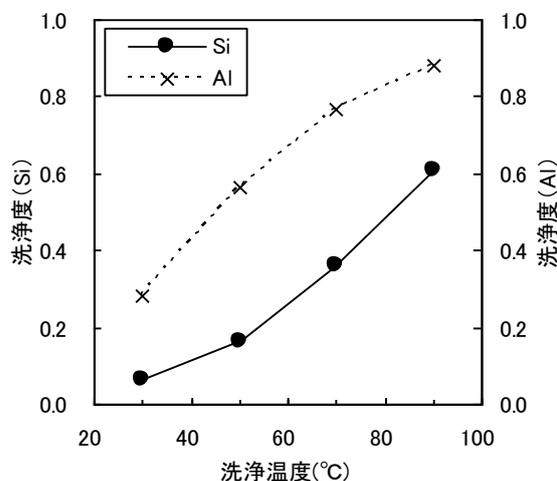


図 4：洗浄温度の影響

洗浄温度が高くなるに従い、ケイ素およびアルミニウムの洗浄度は高くなり効率的に洗浄できることが示唆された。しかしアルミニウムの洗浄度が洗浄温度が高くなるにつれて徐々に低下するのに対して、ケイ素のそれは二次関数的に増加していることが分かった。このことからケイ素、アルミニウムともに実験で実施した 90℃を超える高温での洗浄が適していることが分かった。また、アルミニウムは洗浄度が徐々に低下し飽和に近づいている一方、ケイ素は洗浄度の伸びが大きくなり、本実験条件では飽和になる気配が見られなかった。つまりアルミニウムの洗浄度が 120℃ぐらいで最高に達するが、ケイ素のそれはさらに高温と見込まれ、これら元素の洗浄の最適温度が異なることが示唆された。

### (3) 攪拌洗浄—洗浄時間

図 5 に、一定条件（攪拌洗浄、活性炭重量 1g、洗浄液温度 30℃、水酸化ナトリウム水溶液濃度 0.1N、活性炭微粉碎なし）において、洗浄時間（x 軸）のみを 10, 60, 360 分と変えて洗浄した場合の活性炭 1g あたりのケイ素およびアルミニウムの洗浄度（y 軸）の変化を示す。

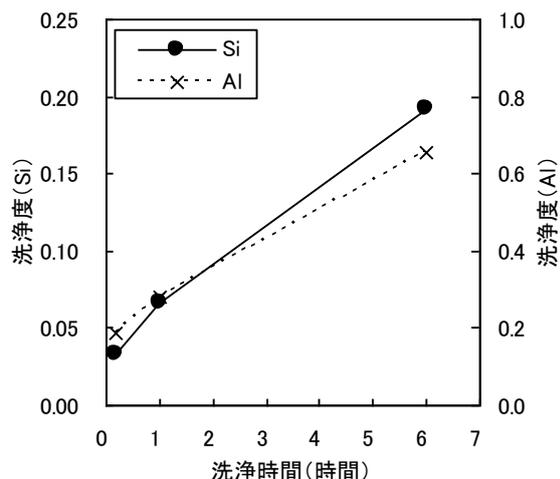


図 5：洗浄時間の影響

ケイ素およびアルミニウムの洗浄度は洗浄時間に対して比例関数的に増加することが分かった。このことから本研究で実施した最長の洗浄時間 6 時間では、十分に洗浄できないことがわかった。これら元素を十分に洗浄するには 6 時間を超える長時間が必要であることが分かった。

### (4) 攪拌洗浄—水酸化ナトリウム水溶液濃度

図 6 に、一定条件（攪拌洗浄、活性炭重量 1g、洗浄液温度 30℃、洗浄時間 60 分、活性炭微粉碎なし）において、水酸化ナトリウム水溶液濃度（x 軸：対数目盛）のみを 0.01, 0.1, 0.5, 1, 4N と変えて洗浄した場合の活性炭 1g あたりのケイ素およびアルミニウムの洗浄度（y 軸）の変化を示す。

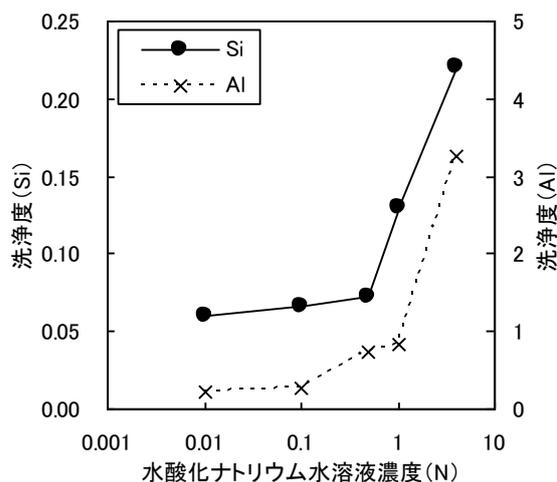


図 6：水酸化ナトリウム水溶液濃度の影響

ケイ素およびアルミニウムの洗浄度は水酸化ナトリウム水溶液の濃度に依存し、0.5N より薄い濃度に関係なく洗浄度は低い値で一定となるが、1N を超えると急激に大きくなり、4N が最も高い洗浄度を示した。このことから効率的に洗浄するには 1N 以上の濃い水酸化ナトリウム水溶液が必要であることが分かった。より濃くなるほど洗浄度が高いと予想できるが、洗浄液の粘性が高くなり攪拌洗浄しにくくなるため本研究では採用を見送った。

なお最適な酸洗浄で出る廃塩酸（12%：前報<sup>2)</sup>参照）と、4N の水酸化ナトリウム水溶液はほぼ同濃度であり、同量の廃液を混合するだけで中和処理できるため廃液処理コストを低減できる。

### (5) 洗浄方法

図 7 に、一定条件（活性炭重量 1g、洗浄液温度 30℃、洗浄時間 60 分、水酸化ナトリウム水溶液濃度 0.1N、活性炭微粉碎なし）において、洗浄方法（漬置、攪拌、超音波）のみを変えて洗浄した場合の活性炭 1g あたりのケイ素およびアルミニウムの洗浄度（y 軸）の変化を示す。

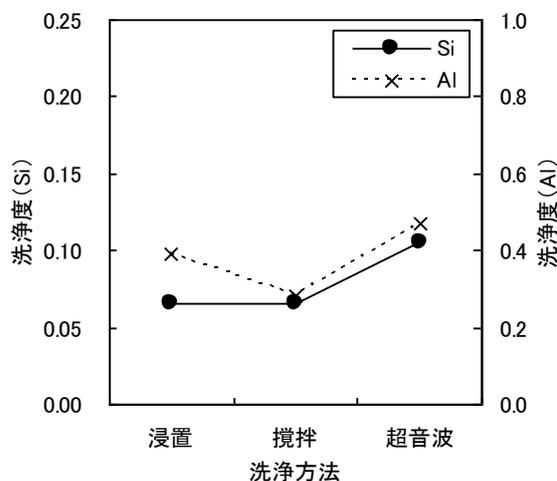


図 7：洗浄方法の影響

浸置洗浄と攪拌洗浄の比較では、一般的な洗浄作業の経験から得られる予想に反して、攪拌の効果は見られなかった。一方、超音波洗浄ではケイ素の洗浄度が大きく増加し有効であることが示唆された。

#### (6) 超音波洗浄—活性炭微粉砕

図 8 に、一定条件（超音波洗浄、活性炭重量 1g、洗浄液温度 70℃、洗浄時間 360 分、水酸化ナトリウム水溶液濃度 4N）において、活性炭の微粉砕の有無のみを変えて洗浄した場合の活性炭 1g あたりのケイ素およびアルミニウムの洗浄度（y 軸）の変化を示す。

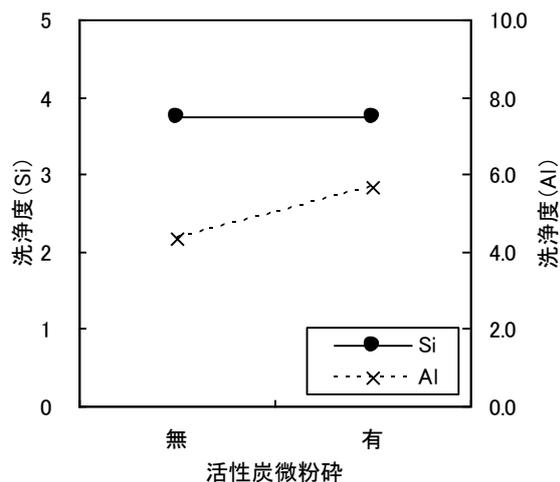


図 8：活性炭微粉砕の影響

活性炭微粉砕の効果は、アルミニウムで洗浄度がわずかに向上したもののケイ素ではほぼ変化が見られなかった。活性炭の微粉砕にかかるコストを考慮すると、微粉砕の効果は極めて限定的であるといえる。

#### (7) 超音波洗浄—繰り返し洗浄

アルカリ洗浄における各種パラメーターの影響を評価した結果、本研究で実施した高い洗浄度と低洗浄コストを両立できるパラメーターの組み合わせは、「超音波洗浄、活性炭重量 1g、洗浄液温度 70℃、洗浄時間 360 分、水酸化ナトリウム水溶液濃度 4N、活性炭微粉砕なし」となった。

一方、実際の洗浄工程を考慮した場合、不純物の洗浄は 1 回の洗浄処理で完了できることが理想的であり、コスト面でも有利である。そこで、上記条件で洗浄した活性炭に対して、新たに洗浄液を加えて同条件で繰り返し洗浄した場合に、不純物元素の洗浄度の変化を調べた。2 回目以降の繰り返し洗浄において洗浄度が大幅に低下している場合、1 回の洗浄で十分効果が表れていることを示し、逆に 2 回目以降も一定の洗浄度を示す場合は、1 回の洗浄では不十分であることを示している。図 9 に、繰り返し洗浄回数（x 軸）を 1, 2, 3 回と変えて洗浄した場合の活性炭 1g あたりのケイ素およびアルミニウムの洗浄度（y 軸）の変化を示す。

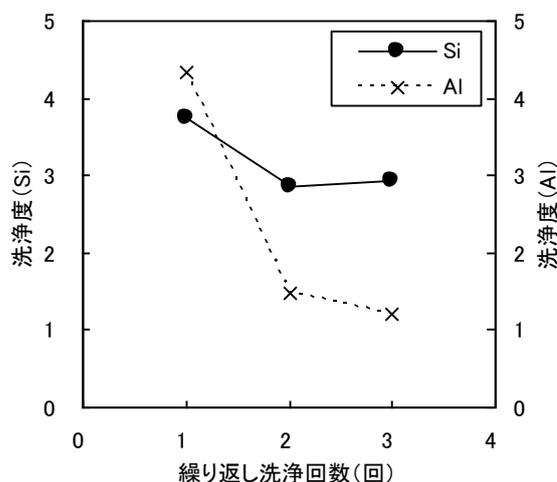


図 9：繰り返し洗浄の影響

その結果、ケイ素は繰り返し回数が 3 回まで増えてもほぼ同じ洗浄度を示し、この研究で最適とみなした洗浄条件では十分にケイ素を除去しきれていないことが分かった。一方、アルミニウムに関しては、繰り返し洗浄が 2 回目以降で急激に洗浄度が減少しており、1 回で十分な洗浄ができていたことが分かった。

なお、最適な洗浄パラメーターを組み合わせで行ったアルカリ洗浄（超音波洗浄、活性炭重量 1g、洗浄液温度 70℃、洗浄時間 360 分、水酸化ナトリウム水溶液濃度 4N、活性炭微粉砕なし）でも、洗浄度の値は数%と予想外に低い値であった。その理由は本研究で使用した洗浄前の活性炭にある。この活性炭は不純物の洗浄・除去を評価するために特に不純物を多く（Si : 38%、Al : 3%）含む低品質なものであり、洗浄度の計算式中の分母（除去前の不純物量）が極端に大きくなるため、洗浄度の値が小さくなっている。従って、洗浄度の数値の大小はあくまでも目安であることを注記しておく。

## 4 まとめ

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

まず、水酸化ナトリウム水溶液でもケイ素およびアルミニウムの洗浄除去を行えることが分かった。ケイ素（ケイ酸）を溶かす薬品としてフッ酸が一般的であるが、極めて腐食性が強い酸であるため使用には特別注意が必要となる。加えてフッ酸は容易にガス化し作

業者が誤って吸引する危険を伴うため、洗浄に使用するには防護マスクやドラフトなど安全対策の整った設備が必要となりコスト負担が大きくなる。もちろん水酸化ナトリウム水溶液も洗浄作業を実施する作業者にとっては危険であるが、安全面やコスト面を考慮するとフッ酸の比ではない。このことから本研究で実施したアルカリ洗浄によって、ケイ素およびアルミニウムを除去できることを明らかにしたことは有意義であるといえる。

ケイ素およびアルミニウムといった酸で除去できない不純物を除去するには、より高い洗浄温度、より長い洗浄時間、より濃い水酸化ナトリウム水溶液濃度で洗浄することが必要であることが分かった。このことからアルカリ洗浄による不純物は除去できるものの、短時間で大量の活性炭を処理には向いておらず、大量生産に耐えられる方法であるとはいえない。今後、より短時間、より低温で除去できるプロセスを開発することが、本方法に求められる課題であり、次年度以降の課題としたい。

#### 参考文献

- 1) 小林哲彦、宮崎義憲、太田璋 編著：図解でナック！二次電池、日刊工業新聞社 (2011)
- 2) 安達 智彦ほか：滋賀県工業技術総合センター研究報告 第30号, 97-103 (2016)

# 海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発（第1報）

## — 信楽焼陶土の分析と原料構成の変化 —

安達 智彦\*  
ADACHI Tomohiko

山本 和弘\*  
YAMAMOTO Kazuhiro

三浦 拓巳\*  
MIURA Takumi

川澄 一司\*  
KAWASUMI Kazushi

要旨 信楽焼で使用される陶土は複数の原土を混合して製造されているが、天然鉱物を由来としており構成成分の含有量にバラツキが生じるおそれがある。こうしたバラツキは陶器製造において不良品の原因ともなりうるため、可能な限り小さいことが望ましい。本研究では、市販されている代表的な陶土である「ロット土」について各種の分析・評価を実施し、主として構成成分のバラツキについて検討した。加えて当試験場が測定した過去のロット土の分析結果と比較することにより、構成成分の変化を評価した。その結果、短期間（1度の製造、年間を通じた製造）でのバラツキは十分に小さいことが分かった。一方で、過去40年間のような長期間では、構成成分の含有量が大きく変化していることを明らかにした。

### 1 はじめに

信楽焼の「土味」は、大きな魅力の一つであり、土味には原料となる陶土の特性が大きく関わっている。

（信楽焼では比較的大きな粒子を含む陶土を使うために、温かみを感じられる土らしさのある陶器を作製できる。また、焼き上がりに「火色」とよばれる赤い色合いが現れるのも陶土に含まれる鉄分が多いことが影響している。）

「ロット土」は信楽焼用として販売される坯土の一つで、粗い粒を含むために土味が表現できる。比較的大きな陶器の作製に使われるだけでなく、他の陶土と混ぜられて幅広く利用されている。ロット土は、木節粘土、蛙目粘土、実土を混合して製造されているが、これら原土は鉱山資源の枯渇や採掘の採算性悪化に伴う閉山などの問題に直面しており、将来の安定的な調達が危惧されている。

こうした産地の状況を踏まえ、本研究では、さまざまな鉱物資源、とりわけ海外産の粘土鉱物について各種の評価を行い、信楽焼の製造に利用する場合の課題について検討する。

本年度は、市場に供給されているロット土について継続的に分析を実施し、構成成分のバラツキを評価した。また、本試験場が測定した過去の分析結果と比較し、長期的な変化について検討・考察を行った。

### 2 実験方法

#### 2.1 分析試料

分析・評価したロット土は、信楽陶器工業協同組合（以下、組合と略す）が製造・市販するものとした。

ロット土の製造工程は、原土である木節粘土、蛙目粘土、実土を屋根付きの原土置き場にて自然乾燥させ、重機を用いた素粉碎を行った後に、インペラーブレイカーにより粉碎する。これら3種類の原土を所定の割合で混合したものに、水と粘土鉱物を溶かした泥漿を加え土練機に通し製造する。

ロット土は組合が生産する陶土の中でも最も量が多く、基本的には1回の製造に丸1日をかけ、その日の中で複数バッチ（通常3バッチ）を製造する。今年度は合計で5回（5/25、7/25、8/25～26、12/1、2/23）の製造がおこなわれた。1バッチあたり7～8トンのロット土が製造されるが、1バッチの中での均質性、1回（3バッチ）での均質性、1年（5回）での均質性のいずれについても、これまで定量的な分析がされたことはなかった。そこで今年度の最初（5/25）の製造の3バッチのそれぞれについて、製造の最初と中頃、最後の合計9個のサンプリング（約2kg）を行い評価した。さらに5回の製造の全てについても評価した。

#### 2.2 評価方法

ロット土の特性は、硬さ、水分量、含有元素の定量分析、ノルム計算により評価した。

\* セラミック材料係

硬さは、NGK 式粘土硬度計（型番：NGK-01）を用い、坏土をほぼ正方形に成形したのち、十分に離れた任意の 5 か所で測定を実施し、その平均値を採用した。

水分量の測定は、成形した塊から偏らないよう無作為に 40 個程度の小片をサンプリング（合計約 20g）し、秤量瓶を用いて 105°C で十分に乾燥させ、乾燥前後の重量変化より計算した。

$$\text{水分量(\%)} = \frac{\text{乾燥前の重量} - \text{乾燥後の重量}}{\text{乾燥前の重量}} \times 100$$

含有元素の定量は、JIS R 2216 : 2005 「耐火物製品の蛍光 X 線分析方法」に従って実施した。分析対象は、強熱減量 (LOI)、SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、MnO、CaO、MgO、Na<sub>2</sub>O、K<sub>2</sub>O、P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> とした。標準物質には、蛍光 X 線分析用標準物質の粘土質標準物質（第 2 種）JRRM121-135（耐火物技術協会）を使用した。また測定には、波長分散型蛍光 X 線分析装置（柵リガク、Primus IV）を用いた。

またロット土には亜炭が含まれているが、強熱減量や蛍光 X 線分析では正確に定量することはできない。そこで、ロット土中の炭素含有量を炭素硫黄分析装置（堀場製作所柵、EMIA-920V）により測定し、分析

された炭素が全て亜炭によりもたらされるものと仮定して含有量を算出した。本研究に先立ち、ロット土の原土となる木節粘土の鉱山から入手した亜炭塊について、上記の装置を用いて炭素含有量を測定した。その結果、亜炭塊に含まれる炭素の含有量は 60% であることが分かった。本研究ではこの 60% を基にロット土中の亜炭含有量を推定した。

上記の元素分析の結果を用いて、ロット土中のノルム計算（元素の含有量から、粘土鉱物および石英、長石の各成分を算出すること）を、次の手順で実施した。分析されたカリウム、ナトリウム、カルシウムの全量が長石（正長石：KAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>、曹長石：NaAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>、灰長石：CaAl<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>8</sub>）に由来するとみなし、それぞれの元素の含有量に応じて各長石の含有量を計算する。次に、分析されたアルミニウムの全量から上記の長石の形成に必要なアルミニウム分を引く。残りのアルミニウムが粘土鉱物（カオリン：Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub>+2H<sub>2</sub>O）に由来するとみなし、粘土鉱物の含有量を計算する。最後に、分析されたケイ素の全量から上記の長石と粘土鉱物の形成に必要なケイ素を引く。残りのケイ素が石英（SiO<sub>2</sub>）に由来するとみなし、石英の含有量を計算する。こうして、長石、粘土鉱物、石英の含有量を計算

表 1：5 月 26 日に製造したロット土（3 回分）の評価結果

5/26製造分		1回目				2回目				3回目				平均
		初	中	終	平均	初	中	終	平均	初	中	終	平均	
NGK式粘土硬度		8.8	7.5	9.3	8.5	8.1	9.5	10.3	9.3	9.7	9.2	7.6	8.8	8.9
粘土中の含水率		24.3	24.6	25.0	24.6	25.9	25.0	23.7	24.9	24.5	24.6	25.8	24.9	24.8
元素分析	強熱減量(LOI)	9.4	9.7	10.2	9.8	10.3	10.1	10.1	10.2	9.8	8.9	10.0	9.6	9.8
	粘土鉱物中の結晶水	5.9	6.0	6.2	6.0	6.2	6.1	6.1	6.2	6.1	6.0	6.2	6.1	6.1
	亜炭(C含有率60%)	3.0	3.0	3.1	3.0	3.6	3.1	3.0	3.3	3.0	3.5	3.2	3.2	3.2
	残	0.5	0.7	0.8	0.7	0.5	0.8	1.0	0.8	0.8	-0.7	0.6	0.2	0.6
	SiO <sub>2</sub>	64.3	64.7	63.4	64.1	63.4	63.4	63.8	63.5	64.3	65.3	63.4	64.3	64.0
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20.8	20.6	21.2	20.9	21.2	21.1	21.1	21.1	20.9	20.8	21.2	20.9	21.0
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.63	1.47	1.52	1.54	1.51	1.51	1.50	1.51	1.49	1.48	1.49	1.49	1.51
	TiO <sub>2</sub>	0.56	0.56	0.58	0.56	0.58	0.57	0.57	0.57	0.57	0.56	0.59	0.57	0.57
	MnO	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01	0.02	0.02
	CaO	0.50	0.49	0.49	0.50	0.49	0.49	0.50	0.49	0.49	0.50	0.48	0.49	0.49
	MgO	0.29	0.27	0.28	0.28	0.29	0.28	0.28	0.28	0.29	0.29	0.29	0.29	0.28
	Na <sub>2</sub> O	0.80	0.67	0.65	0.71	0.66	0.66	0.67	0.66	0.66	0.65	0.64	0.65	0.67
	K <sub>2</sub> O	1.76	1.62	1.61	1.67	1.58	1.65	1.65	1.63	1.62	1.68	1.60	1.63	1.64
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.03	0.04	0.04	0.03	0.03	0.03	0.04	0.03	0.03	0.04	0.03	0.03	0.03
合計	100.1	100.1	99.9	100.1	100.0	99.8	100.3	100.0	100.1	100.1	99.8	100.0	100.0	
ノルム計算	長石	19.7	17.7	17.5	18.3	17.4	17.8	17.9	17.7	17.6	17.9	17.3	17.6	17.9
	正長石(KAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	10.4	9.6	9.5	9.9	9.3	9.7	9.7	9.6	9.6	9.9	9.4	9.6	9.7
	曹長石(NaAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	6.8	5.7	5.5	6.0	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.5	5.4	5.5	5.7
	灰長石(CaAl <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>8</sub> )	2.5	2.4	2.5	2.5	2.4	2.4	2.5	2.5	2.5	2.5	2.4	2.4	2.5
	粘土鉱物	42.2	42.6	44.3	43.0	44.2	43.8	43.7	43.9	43.4	43.0	44.4	43.6	43.5
	石英	32.2	33.8	31.7	32.5	31.8	31.8	32.2	31.9	33.0	34.0	31.8	32.9	32.5
その他	5.9	6.0	6.5	6.1	6.6	6.6	6.2	6.4	6.0	5.1	6.5	5.9	6.2	

した。なお 100%からこれらの含有量を引いた残りを、その他としている。

このほか、計算した粘土鉱物（カオリン： $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7+2\text{H}_2\text{O}$ ）に含まれる結晶水も計算により求めた。通常、強熱減量の内訳を直接測定することは困難であるが、本研究では上記の結晶水と前述の亜炭含有量を足し合わせた値を算出し、強熱減量の内訳を見積もった。

### 3 結果と考察

#### 3.1 1回の製造でのバラツキ

表1に5月26日に製造したロット土の評価結果（3バッチに対して各3試料、合計9試料）を示す。あわせて1バッチの平均値と1回の平均値も記載する。

NGK式粘土硬さは7.5から10.3と比較的大きなバラツキが見られた。数値上の変化量以上に感触の差があった。硬いものは含水率が低く、柔らかいものは含水率が高い傾向が見られたが完全な比例関係にはなく、その差も2%程度と小さかった。

強熱減量はいずれも9~10%程度を示した。乾燥後のロット土を1050℃で1時間熱処理した前後の重量変化により算出している。こうした高温下では粘土鉱物中の結晶水の脱離、含有する有機物の燃焼、炭酸塩

や硫酸塩などの酸化などが起こり、変化の合計が強熱減量として数値化される。こうした現象の中でも、粘土鉱物中の結晶水の脱離と有機物（特に亜炭）の燃焼による重量減少を計算的に求めた。後述するノルム計算により粘土鉱物の含有量は43%程度であり、含まれる結晶水は約6%と計算された。一方、炭素分析による亜炭の含有量は約3%と見積もられた。これらによる計算上の重量減少は9%となり、強熱減量の測定値である10%に近い結果が得られており、結晶水と亜炭による重量減少で強熱減量をほぼ説明できることが示唆された。

蛍光X線分析により実施した分析の結果、元素の含有量に大きなバラツキは見られなかった。また元素分析の結果より求めたノルム計算の結果も同様にバラツキは見られなかった。

#### 3.2 1年間でのバラツキ

表2に1年間（5回製造）のロット土の評価結果を示す。なお1回のロット土の製造に対して複数回の評価と分析を実施しているが、表中には平均値のみを記載する。

含水率は23~25%と比較的安定していたが、粘土硬さは6.4~9.6とバラツキが大きく、必ずしも含水率

表2：1年間に実施した5度のロット土の評価結果

製造日		5/26	7/25	8/25,26	12/1	2/23	全平均
NGK式粘土硬度		8.9	7.0	9.6	6.4	7.6	7.9
粘土中の含水率		24.8	24.7	22.9	25.2	25.0	24.5
元素 分析	強熱減量(LOI)	9.8	10.3	10.2	11.0	11.0	10.5
	粘土鉱物中の結晶水	6.1	6.2	6.2	6.1	6.1	6.1
	亜炭(C含有率60%)	3.5	3.6	3.6	3.7	3.9	3.6
	残	0.6	0.8	0.8	1.5	1.4	1.0
	SiO <sub>2</sub>	64.0	63.9	63.5	63.8	62.5	63.5
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	21.0	20.9	21.0	20.7	20.8	20.9
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.51	1.57	1.61	1.43	1.52	1.53
	TiO <sub>2</sub>	0.57	0.57	0.58	0.60	0.59	0.58
	MnO	0.02	0.02	0.02	0.01	0.01	0.02
	CaO	0.49	0.48	0.51	0.48	0.50	0.49
	MgO	0.28	0.26	0.30	0.29	0.31	0.29
	Na <sub>2</sub> O	0.67	0.53	0.54	0.62	0.61	0.60
	K <sub>2</sub> O	1.64	1.51	1.55	1.45	1.51	1.53
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.03	0.03	0.04	0.04	0.04	0.04
	合計	100.0	100.1	99.9	100.3	99.4	100.0
ノルム 計算	長石	17.9	15.8	16.3	16.2	16.6	16.5
	正長石(KAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	9.7	8.9	9.1	8.5	8.9	9.1
	曹長石(NaAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	5.7	4.5	4.6	5.3	5.2	5.1
	灰長石(CaAl <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>8</sub> )	2.5	2.4	2.5	2.4	2.5	2.4
	粘土鉱物	43.5	44.5	44.3	43.6	43.7	43.9
	石英	32.5	33.3	32.8	33.3	31.8	32.7
	その他	6.2	6.5	6.7	6.9	7.9	6.8

だけで粘土硬さが決まらないことが改めて分かった。

強熱減量は年間の分析を通じて、極めてわずかであるが増加する傾向が見られた。その内訳を調べると、粘土鉱物由来の結晶水が約 6%で安定している一方で、亜炭由来の重量減少が増えており、原料中の亜炭が徐々に増えたために、強熱減量が増加したものと考察される。

蛍光 X 線分析により実施した元素分析とノルム計算の結果、含有元素の大きな変動は見られなかった。

この結果、年間を通じてほぼ均一な組成を示しており、ロット土の成分が安定していることが分かる。従来、原土を屋外で保管する関係から、天候や湿度などによりロット土の成分に変動があるのではないかとの懸念もあったが、本結果からはこうした季節変動の影響を見出すことはできなかった。

### 3.3 過去 40 年間での変動

これまでに試験場が実施したロット土の分析（今回の 5 回を含めて全 18 回）について、分析値の変遷に

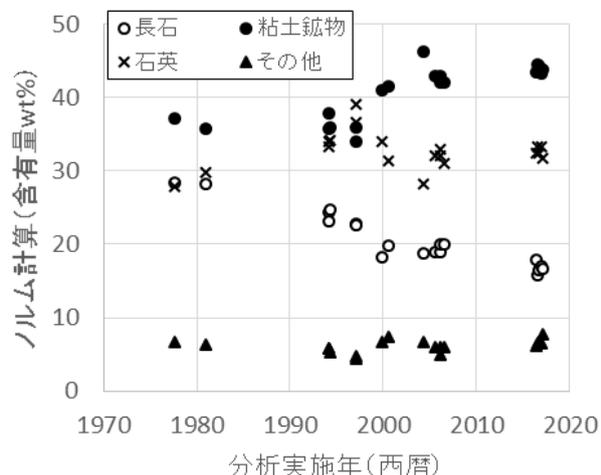


図 1：ロット土中の粘土鉱物と長石、石英の含有量の推移

ついて評価した。記録によれば、当試験場で実施した最初の元素分析が 1961 年であり、ロット土の名称でなされた元素分析の最初は 1977 年となっている。ロット土の分析は定期的には実施されたわけではなく、2 度（1981～1993、2007～2015）にわたり長期間の未実施時期がある。なお過去のロット土の分析については、分析年月の記録はあるものの生産年月の記録はなく、分析実施時期を基準として比較を行った。

ノルム計算により求めた粘土鉱物と長石、石英の含有量を分析時期に対してプロットした結果を図 1 に示す。長石含有量はこの 40 年間で一貫して減少し、現在は以前の 2/3 程度の 17%になっている。その分を補うように粘土鉱物の含有量は徐々に増えている。図 2 に長石の種類別（正長石、曹長石、灰長石）の含有量 (wt%) の変化を示す。最も初期（1980 年頃）のロット土中の長石は、ほぼ同じ比率（13%）の正長石と曹長石が含まれていることが分かる。その後 1980 年代に曹長石が、次いで 1990 年代後半に正長石が大きく減少し、現在まで緩やかに含有量が減少している。

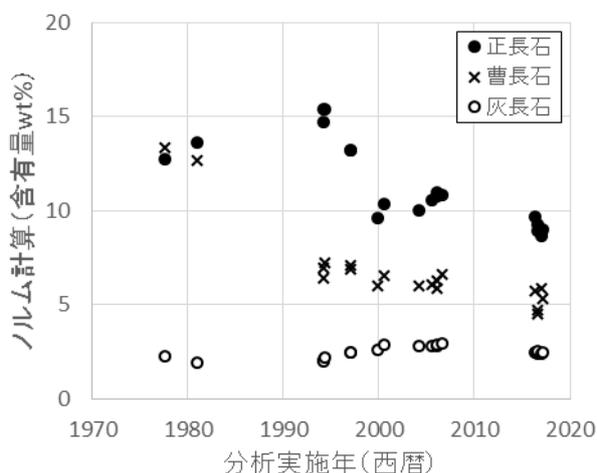


図 2：ロット土中の正長石、曹長石、灰長石の含有量の推移

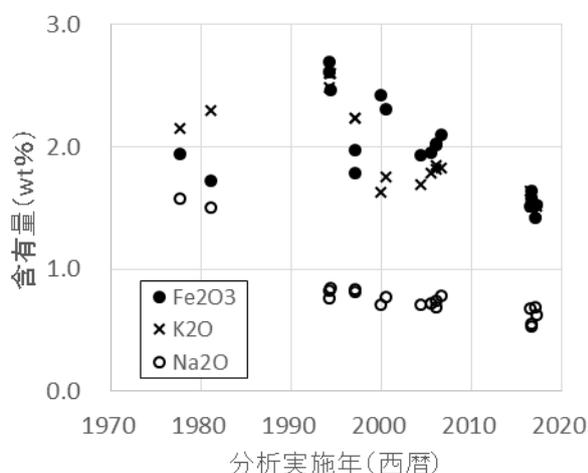


図 3：ロット土中の Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、K<sub>2</sub>O、Na<sub>2</sub>O の含有量の推移

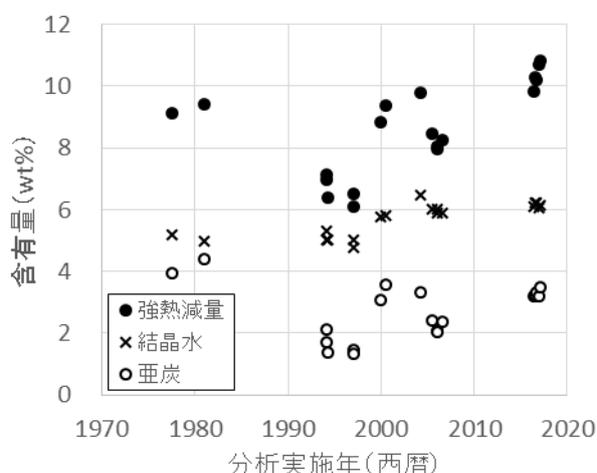


図 4：ロット土の強熱減量と結晶水、亜炭の含有量の推移

## 謝辞

本研究にあたり、信楽陶器工業協同組合よりサンプル提供と情報提供をいただきました。この場を借りてお礼申し上げます。

図 3 に、各種の含有元素の中でも特に量の変化の大きかった元素  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$  について、分析時期と定量値の結果を示す。最近までの 25 年間で、信楽焼の発色に強く影響する鉄 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) の含有量が大きく減少 (約 2.5→1.5%) していることが分かった。また前述のとおり、正長石と曹長石に含まれるカリウム (K) とナトリウム (Na) の含有量も減少している。

図 4 に、ロット土の強熱減量と、ノルム計算で求めた粘土鉱物の含有量から見積もった結晶水の量、炭素の定量分析で見積もった亜炭の含有量の変化を示す。なお過去の元素分析では、亜炭の含有量を見積もっていないために、強熱減量から結晶水を差し引いた量を亜炭と見なしてグラフを作成した。最近 25 年間に強熱減量の値は大きく増加する傾向が見られる。この間、粘土鉱物の含有量がわずかに増えていることから、結晶水の量もわずかであるが増えているが、それ以上に亜炭の含有量が大きく増えている。過去にロット土の製造にかかわった人によれば、当時は原土の粗粉碎を手で実施しており、その際に大きな亜炭塊は取り除いて製造した、とのことである。現在では省力化もあり重機による粗粉碎を実施し、当時ほど亜炭の除去がなされていないために、今回のような結果が得られたと思われる。

## 4 まとめ

本研究では、現在の信楽焼の陶土の原料の枯渇に備え、代替可能な原料の確保について研究することを目的としている。その目的を達成するために今年度は、これまで信楽焼で使用されてきた代表的な陶土である「ロット土」について、現状の構成成分について分析を実施した。結果として、天然由来の原土を使用しているにも関わらず、比較的均一な組成を有す坏土が供給されていることが確認できた。このことは安定した陶器製造の一助となり、利用者にとっては望ましい状況にあるといえる。一方で、過去 40 年を遡って分析値を評価すると、長い時間の中で、徐々に構成成分が変化していることが明らかとなった。信楽焼の発色に関わる鉄分の含有量の変化 (20 年間で半分程度まで減少) と長石の減少は、過去の製品と現在の製品で色味や焼成条件、焼き上がりの状態などが大きく変わることを意味している。残念なことにこうした変化が徐々に起こるために、利用者が長期的な変化に気づくことは難しい。現実的な問題として、当時と現在でロット土の成分構成が変わっており、過去の陶土の調合割合は現在にそのまま適用できない。利用者には、陶土の構成成分が変化する可能性があることを認識し、必要に応じて分析を実施することを勧めたい。

# 多孔質吸着材料の合成に関する研究

三浦 拓巳\*  
MIURA Takumi

**要旨** 信楽長石(大福鉱山産)、木節粘土およびアルミナもしくは水酸化アルミニウムからなる素地を成形・焼成後、水酸化ナトリウム水溶液中に浸漬させることによって、素地表面にゼオライトが析出することを確認できた。また、アルミナ源、焼成温度および水熱処理条件(処理温度、アルカリ濃度、処理時間)を調整することによって、Na-A型ゼオライトのみを析出することができた。

## 1 はじめに

多孔質吸着材料の一つであるゼオライトは結晶性のアルミノケイ酸塩であり、その化学組成は $[M^i, M^{ii}_{1/2}]_m (H_2O)_x [Al_m Si_n O_{2(m+n)}] (\ast M^i : Li^+, Na^+, K^+ \text{ など }、M^{ii} : Ca^{2+}, Mg^{2+}, Ba^{2+} \text{ など})$ で表される。ゼオライトは分子レベルの微細な気孔径を有するため、気孔径より小さなサイズの気体分子の吸着や大きな分子と小さな分子を篩い分ける分子篩作用があり、水や揮発性有機溶剤(VOC)などの除去、分離・精製などに利用されている。また、ゼオライトに存在するカチオン( $Na^+, K^+$ など)は水溶液中に含まれるカチオンをイオン交換により除去することができ、合成洗剤のビルダー(水中に含まれるCa、Mgを除去)など様々な分野で利用されている。【1】

滋賀県を代表する鉱産資源であるアプタイト(珪長石)は、 $Na_2O, K_2O, Al_2O_3$ および $SiO_2$ から形成されており、前述のゼオライトの化学組成と一致する。本研究は信楽産地で産出される大福長石を骨材とし、木節粘土を添加した可塑性成形可能な坯土の成形体からNa-A型ゼオライト $[Na^{+}_{12}(H_2O)_{27}]_8 [Al_{12}Si_{12}O_{48}]_8$ の合成を試み、長石資源の新たな分野への活用を目指した。

## 2 実験方法

### 2.1 原料および成分分析

原料として、信楽長石(大福鉱山産)、本山木節粘土、水酸化アルミニウム(H-32:昭和電工製)、アルミナ(A-42-2:昭和電工製)および水酸化ナトリウム(キシダ化学製、特級)を使用した。信楽長石および本山木節粘土は波長分散型蛍光X線分析装置ZSX Primus IV(Rigaku製)を用いて、ガラスビード法により化学組成を測定した。

表1に各原料の化学分析値を示す。信楽長石はカリ長石、曹長石のほか石英も多く含み、 $SiO_2/Al_2O_3$ モル比は10.9と高い値であった。

表1.原料の化学分析値(wt%)

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	MnO	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Ig.loss
信楽長石	78.73	12.30	0.14	0.06	0.00	0.52	0.07	3.05	4.80	0.02	0.30
本山木節粘土	49.98	34.29	1.30	0.85	0.01	0.22	0.26	0.07	0.68	0.04	12.63

### 2.2 素地調合および試験片の作製

素地調合は本山木節粘土を40wt%とし、これに信楽長石とアルミナもしくは水酸化アルミニウムを用いて素地中のSi/Alモル比が1.0になるように調整した。

表2に素地調合比を示す。各原料を混合し、硬度計CRAY HARDNESS TESTER(日本ガイシ製)による硬度が5~6になるように水を加えて坯土とした。この練土を厚み6 mmの板状に圧延成形し、15×15mm角に切断し、室温で乾燥させた。

表2.素地調合の重量比

原料	調合A	調合B
信楽長石	36.8	30.2
水酸化アルミ(H-32)	29.8	
アルミナ(A-42-2)		23.2
本山木節粘土	40.0	40.0
Si/Alモル比	1.0	1.0

### 2.3 焼成

電気炉を用いて酸化焼成をした。なお、焼成条件は室温から所定温度まで100℃/hで昇温し、所定温度で30分間保持した。焼成終了後、室温まで炉冷した。

### 2.4 水熱処理およびキャラクタリゼーション

素地中の $Na_2O$ 分と合わせてNa/Siモル比が1.0になるように、所定濃度(1M~3M)に調整された水酸化ナトリウム水溶液に焼成した試験片をプラスチックビーカーの中に入れ、密栓した。ビーカーを乾燥機に入れ、50~90℃で12~168時間、水熱処理した。水熱処理中、ビーカーは静置した状態である。水熱処理終了後、ビーカーから試験片を取り出し、洗液のpHが10以下になるまで試験片を蒸留水で洗浄した。

\*信楽窯業技術試験場 セラミック材料係

試験体の結晶構造の解析はX線回折装置RINT2500VHF (Rigaku製)を用い、CuK  $\alpha$ 線出力40kV、40mAの条件により行われた。また、試料の微細構造は走査型電子顕微鏡JSM-6010LA (日本電子製)により観察された。

### 3 結果と考察

#### 3.1 焼成温度の影響

素地調査Aの試験体を400°C、500°C、600°C、700°Cおよび800°Cで焼成した。焼成後の試験体は水酸化ナトリウム水溶液濃度3M、温度70°C、浸漬時間72時間で水熱処理された。

図1は水熱処理後の試験体の写真である。焼成温度が400°Cの時、木節粘土中のカオリナイトがメタカオリンに転移していないため、溶液中で崩壊し泥状化した。500°Cの時、試験体にクラックが発生したが、600°C以上で焼成された試験体に外観上の異常は発生しなかった。

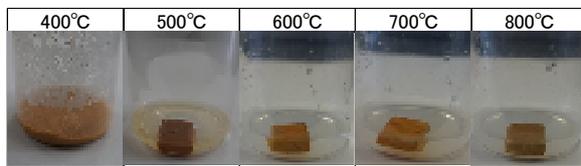


図1.焼成温度の変化による水熱処理後の外観写真

図2は焼成温度の違いによる水熱処理後のX線回折測定結果である。全ての焼成温度において、Na-A型ゼオライトのほかにLOS型ゼオライト[Na<sup>+</sup><sub>12</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>18</sub>][Al<sub>12</sub>Si<sub>12</sub>O<sub>48</sub>]も確認された。また、焼成温度の違いによるゼオライトに由来するピークに違いが認められなかったため、以下600°Cで焼成を行った。なお、 $\alpha$ -石英および曹長石に由来するピークは出発原料の信楽長石および木節粘土によるものである。

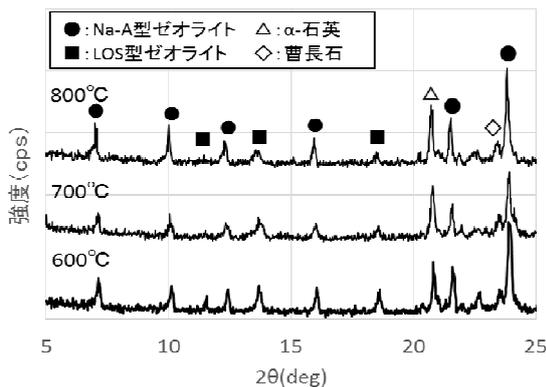


図2.焼成温度毎のX線回折チャート

#### 3.2 Al源による影響

Al源のゼオライト生成に及ぼす影響を調べるために、水酸化アルミニウム(H-32)とアルミナ(A-42-2)との比較を行

った。水熱処理条件は水酸化ナトリウム濃度3M、温度70°C、72時間である。

図3はAl源の違いによる水熱処理後のX線回折測定結果である。Al源として水酸化アルミニウムを選択した場合にNa-A型ゼオライトは確認されたが、アルミナを選択した場合、Na-A型ゼオライトに由来するピークは認められなかった。

図4は各Al源の焼成前後におけるX線回折測定結果である。アルミナは焼成後も結晶性が高いため、アルカリ条件下においても安定し、Na-A型ゼオライトが生成しなかったと考えられる。一方、水酸化アルミニウムの結晶構造は焼成によりギブサイトから非晶質化しているため、アルカリ条件下で反応性が高くゼオライト化が進行したと考えられる。以下、Al源として水酸化アルミニウム(H-32)を選択し

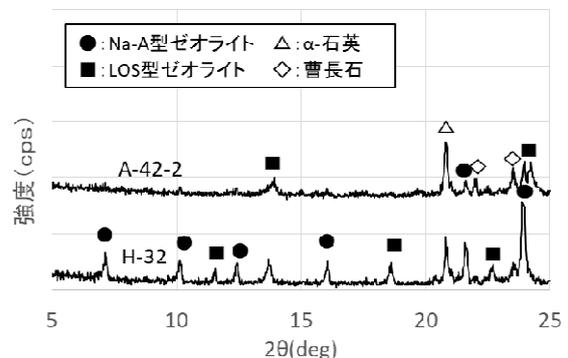


図3.Al源の違いによる水熱処理後のX線回折チャート

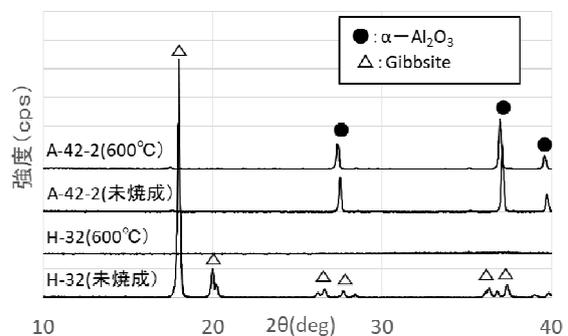


図4.アルミナおよび水酸化アルミニウムのX線回折チャート

た。

#### 3.3 水酸化ナトリウム水溶液濃度の影響

水酸化ナトリウム水溶液の濃度によるゼオライト生成への影響を調べるために、水酸化ナトリウム水溶液濃度1、2、3Mとし、温度70°C、72時間水熱処理を行った。

図5は水酸化ナトリウム水溶液の濃度の違いによる水熱処理後のX線回折測定結果である。アルカリ濃度3Mで水熱処理した際に確認されたLOS型ゼオライトは、2Mで水熱処理した試料から確認されず、ゼオライトの結晶構造に由来するピークはNa-A型ゼオライトのみ確認された。一

方、アルカリ濃度1Mでの条件下においては、ゼオライトに由来するピークはほとんど検出されなかった。これはアルカリ濃度が低いため、試料の溶解が進行しなかったためと考えられる。以下、最適な水酸化ナトリウム水溶液濃度を2Mとした。

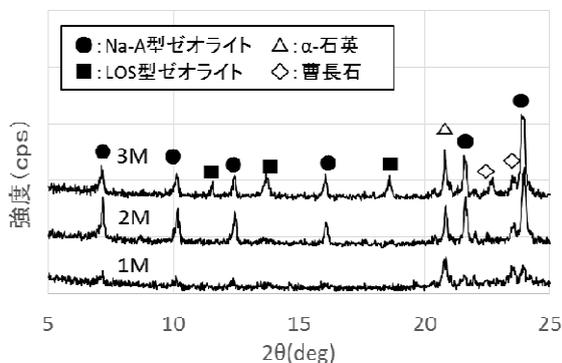


図5. 水酸化ナトリウム水溶液濃度毎のX線回折チャート

### 3.4 水熱処理温度の影響

水熱処理時の温度によるゼオライト生成への影響を調べるために、温度を50℃、60℃、70℃、80℃、90℃とし、72時間水熱処理を行った。

図6は水熱処理温度毎のX線回折測定結果である。処理温度が70℃以下であると、ゼオライトの結晶構造に由来するピークはNa-A型ゼオライトのみ確認された。80℃以上であると、LOS型ゼオライトに由来するピークも確認され、90℃ではNa-A型ゼオライトに由来するピークは見られず、LOS型ゼオライトに由来するピークのみ確認された。

図7は50℃、60℃および70℃で水熱処理した時の試験体表面の電子顕微鏡写真(3,000倍)である。60℃および70℃で処理された試験体表面には、1から3 μm程度の立方体形状をしたゼオライトを確認することができた。しかし、50℃で処理された試験体表面にはゼオライトの結晶が認められないため、60℃から70℃をNa-A型ゼオライト生成の処理温度とした。

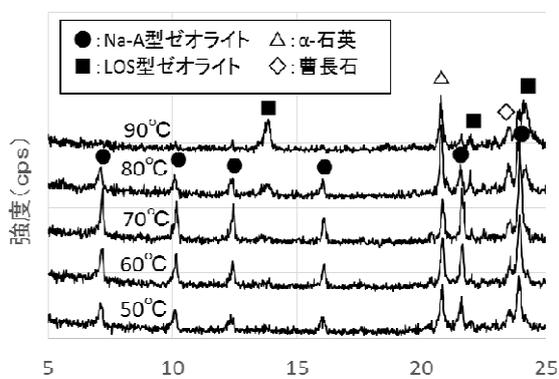


図5. 水熱処理温度毎のX線回折チャート

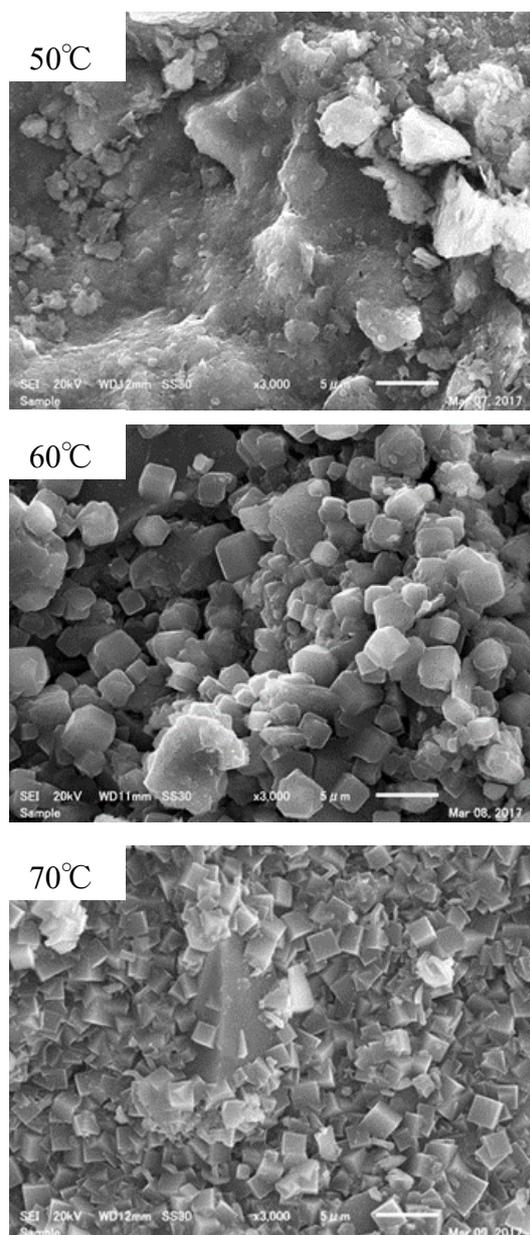


図7. 水熱処理温度毎の試験体表面の電子顕微鏡写真(×3,000)

### 3.5 水熱処理時間の影響

ゼオライトの生成時間を調べるために水熱処理温度を60℃もしくは70℃とし、処理時間を12時間、24時間、72時間および168時間とした。

図8および図9は各水熱処理時間におけるX線回折測定結果である。水熱処理温度が60℃の時、24時間以内ではNa-A型ゼオライトに由来するピークは確認されなかった。一方、70℃の時24時間でNa-A型ゼオライトに由来するピークが確認された。また、168時間処理してもNa-A型ゼオライトに由来するピークのみ確認された。処理温度が70℃の時、ゼオライト生成の誘導期間が60℃と比較して短くなるため、70℃を最適な処理温度とした。

参考文献

【1】菊地英一・瀬川幸一・多田 旭男・服部英・射水雄三：  
新しい触媒化学(三共出版)、164(1988)

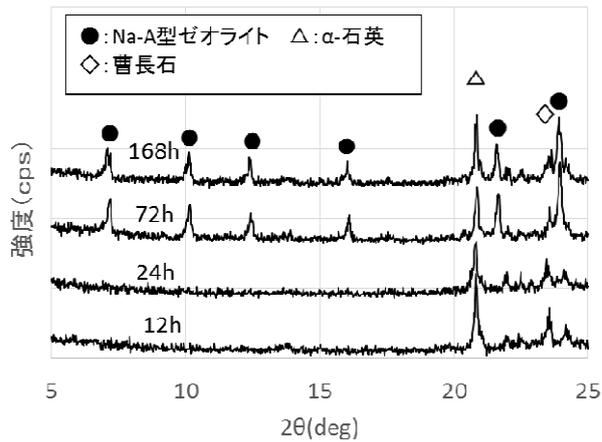


図8. 水熱処理時間毎のX線回折チャート(60°C)

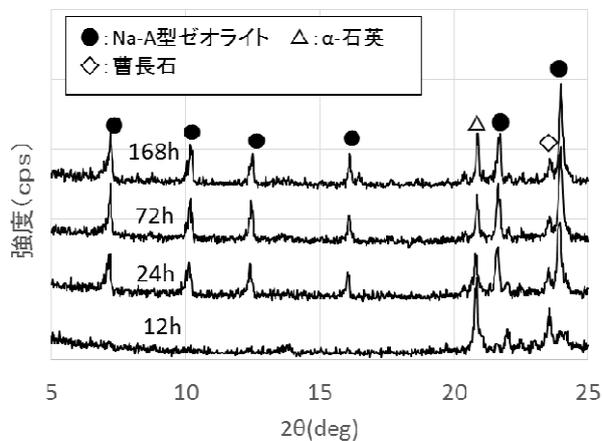


図9. 水熱処理時間毎のX線回折チャート(70°C)

#### 4 まとめ

信楽長石(大福鉱山産)、木節粘土およびアルミナもしくは水酸化アルミニウムからなる素地を水酸化ナトリウム水溶液下でのNa-A型ゼオライトの合成に関して以下の知見を得た。

- (1) 素地を600°C以上で焼成することによって、水酸化ナトリウム水溶液下において崩壊やクラックが発生せず、素地にゼオライトが生成した。
- (2) Al源としてアルミナを選択した場合、Na-A型ゼオライトは生成せず、LOS型ゼオライトのみわずかに生成した。一方、水酸化アルミニウムを選択した場合、Na-A型ゼオライトが優位に生成した。
- (3) 水酸化ナトリウム水溶液濃度2M中で、処理温度70°C以下で処理することによって、Na-A型ゼオライトのみ生成することがわかった。
- (4) 処理温度が70°Cの時、Na-A型ゼオライトは24時間で生成が確認された。

## 滋賀県工業技術総合センター業務報告

第31号

平成29年12月 印刷発行

発行 滋賀県工業技術総合センター

〒520-3004 滋賀県栗東市上砥山232

TEL 077-558-1500

FAX 077-558-1373

(信楽窯業技術試験場)

〒529-1851 滋賀県甲賀市信楽町長野498

TEL 0748-82-1155

FAX 0748-82-1156

印刷 モリワキ印刷