

ANNUAL REPORT  
OF  
THE  
INDUSTRIAL  
RESEARCH  
CENTER  
OF  
SHIGA  
PREFECTURE

平成27年度 業務報告

ANNUAL REPORT  
OF  
THE  
INDUSTRIAL  
RESEARCH  
CENTER  
OF  
SHIGA  
PREFECTURE

滋賀県工業技術総合センター

平成27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	16

## 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	17
(2) モノづくり技術人材育成事業	18
(3) 主な技術相談事例	19
2. 試験・分析	
(1) 開放試験機器の提供	29
(2) 依頼試験分析	32
(3) 生産品受払	34
3. 研究開発・産学官連携	
(1) 研究概要	36
(2) 共同研究	38
(3) 研究発表等	41
(4) 重点研究の評価委員会	43
(5) 研究会活動の推進	45
(6) 産業財産権	51
(7) 職員の研修	53
(8) 審査会等への出席	54
4. 人材育成	
(1) 窯業技術者養成事業	56

(2) 学外実習生の受け入れ	57
(3) 信楽窯業技術試験場研修生OB会	58
5. 情報提供等	
(1) 刊行物の発行	59
(2) 研究成果報告会	60
(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」	61
(4) ホームページによる情報提供	62
(5) 産業支援情報メール配送サービス	62
(6) 工業技術情報資料等の収集・提供	62
(7) センター一般公開の開催	62
(8) 見学者等の対応	63
(9) 報道関係機関への資料提供	64
6. その他	
(1) 技術開発室の管理運営	65
(2) 企業・大学等訪問事業	66
(3) 信楽焼生産実態調査結果	67

### III 研究報告

平成27年度研究報告一覧	69
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1報）	70
液相合成法による機能性無機顔料の研究（第1報）	73
－錯体重合法による $ZrSiO_4$ 粉末の合成－	
電極の密着強度評価方法の確立	76
（新規リチウムイオン二次電池用バインダーの開発）	
光機能性薄膜の創製に関する研究（第3報）	78
清酒製造における酒母（しゅぼ）の安定製造法の開発	82
－分離硝酸還元菌および乳酸菌を用いた小仕込み試験－	
加熱加湿法によるサンプリングバッグの高効率洗浄法の開発（第1報）	85
新規導電性高分子粒子の開発（第3報）	89
信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発（第1報）	93
炭素材料の高純度化に関する研究（第1報）	97
低膨張セラミックスの開発研究（第2報）	104

# I 運営概要

## 1. 設置の目的

本県の工業は、昭和30年代後半から新規工場立地の進展に伴い大きく発展し、従来は繊維工業が中心でしたが、一般機器、輸送用機器、電気機器等の加工組立型産業が中心を占めるようになり、産業構造は大きく変化してきました。こうした状況の中にあって、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：「(財)滋賀県産業支援プラザ」）が昭和60年3月に設立されました。

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

平成9年4月には、

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

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

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

## 2. 沿 革

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

### 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）

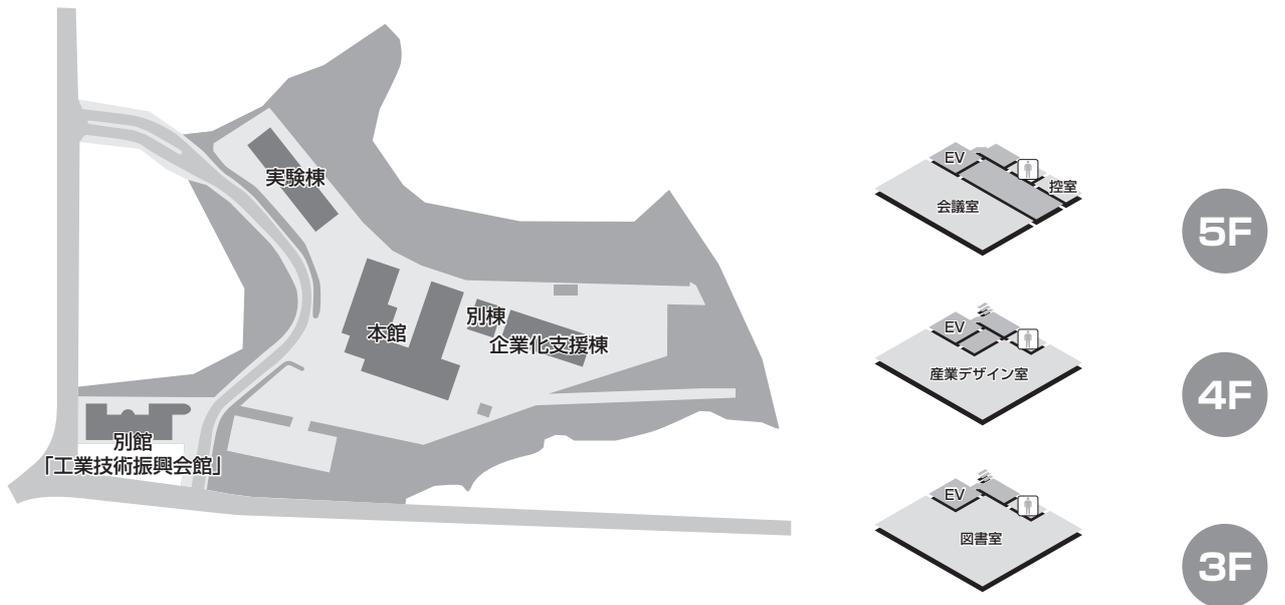
### 3. 敷地および建物

所在地 〒520-3004 滋賀県栗東市上砥山232番地

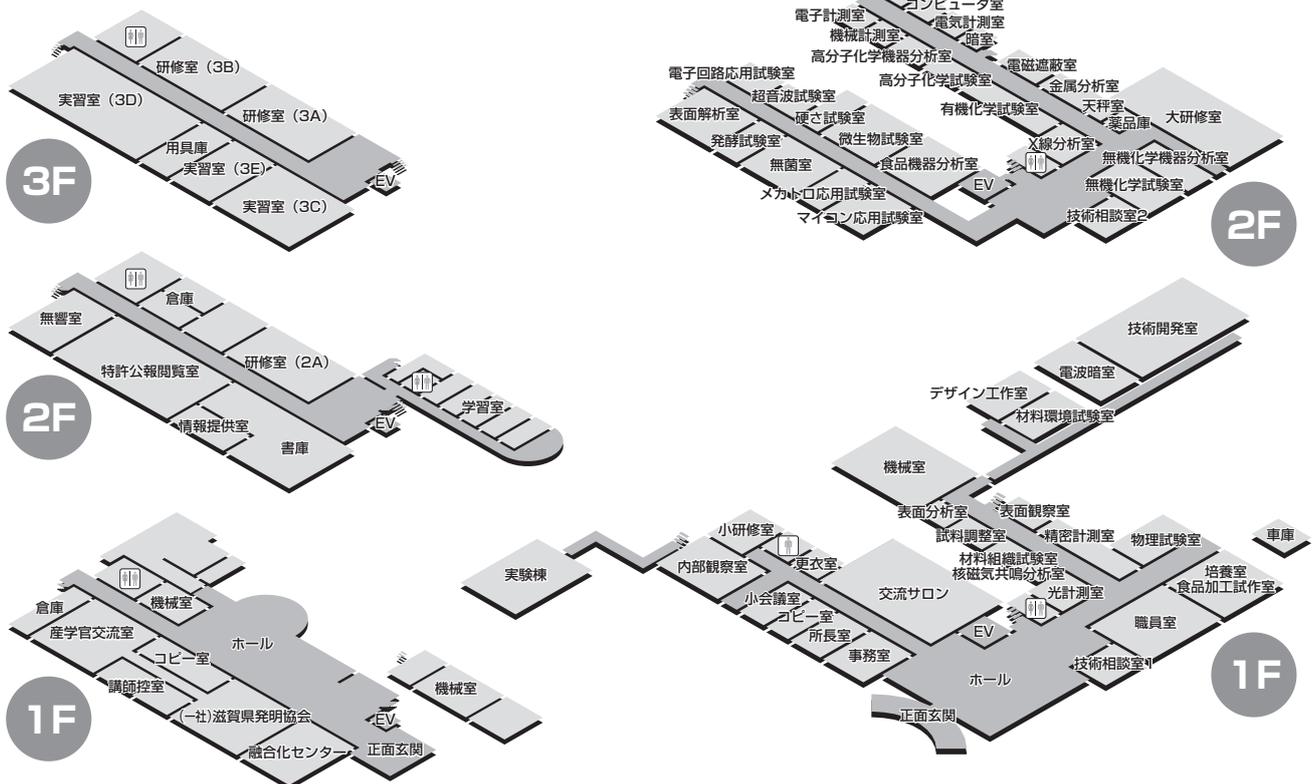
土地 35,350.14m<sup>2</sup> (登記面積) (実測面積 36,610.88m<sup>2</sup>)

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



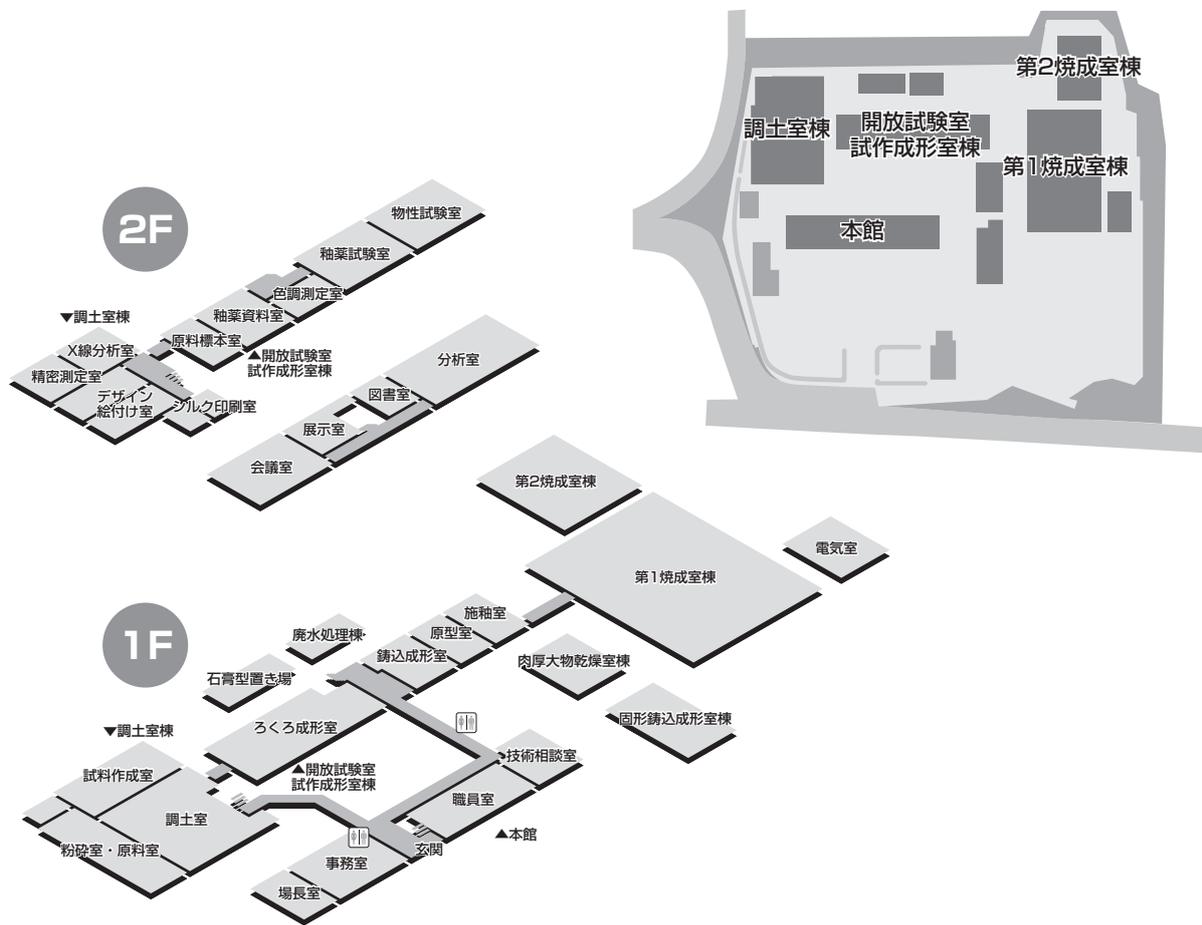
・信楽窯業技術試験場

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>

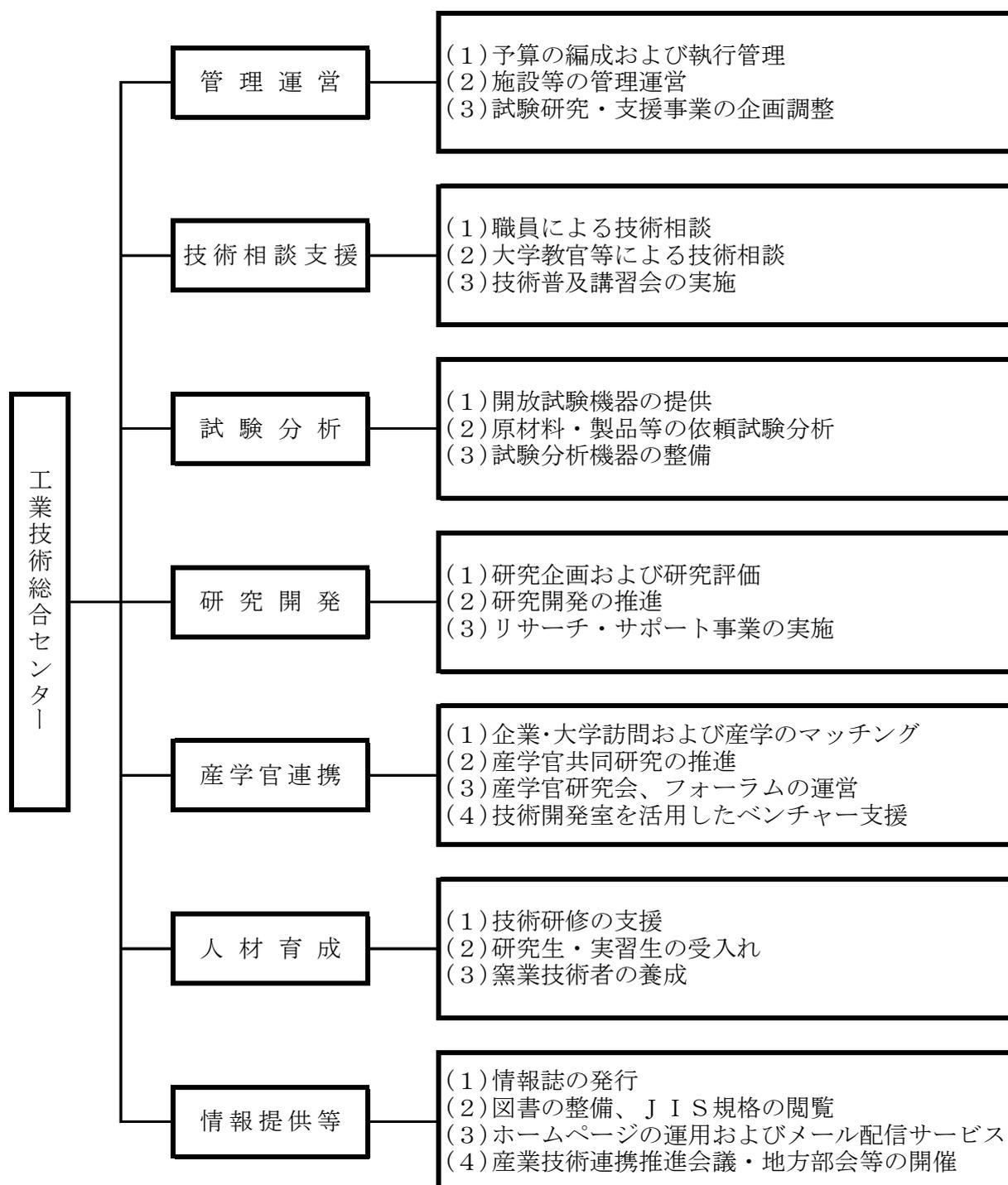
本館	(鉄筋コンクリート 2 階建)	608m <sup>2</sup>
開放試験室・試作成形室棟	(鉄筋コンクリート 2 階建)	576m <sup>2</sup>
固形鑄込成形室棟	(鉄筋コンクリート平屋建)	91m <sup>2</sup>
肉厚大物乾燥室棟	(鉄骨スレート平屋建)	63m <sup>2</sup>
調土室棟	(鉄筋コンクリート 2 階建)	698m <sup>2</sup>
第 1 焼成室棟	(鉄骨スレート平屋建：国庫補助)	612m <sup>2</sup>
第 2 焼成室棟	(鉄骨スレート平屋建：国庫補助)	201m <sup>2</sup>
その他	(車庫、電気室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



## 4. 組織および業務内容

### (1) 機能と事業

(平成28年3月31日現在)

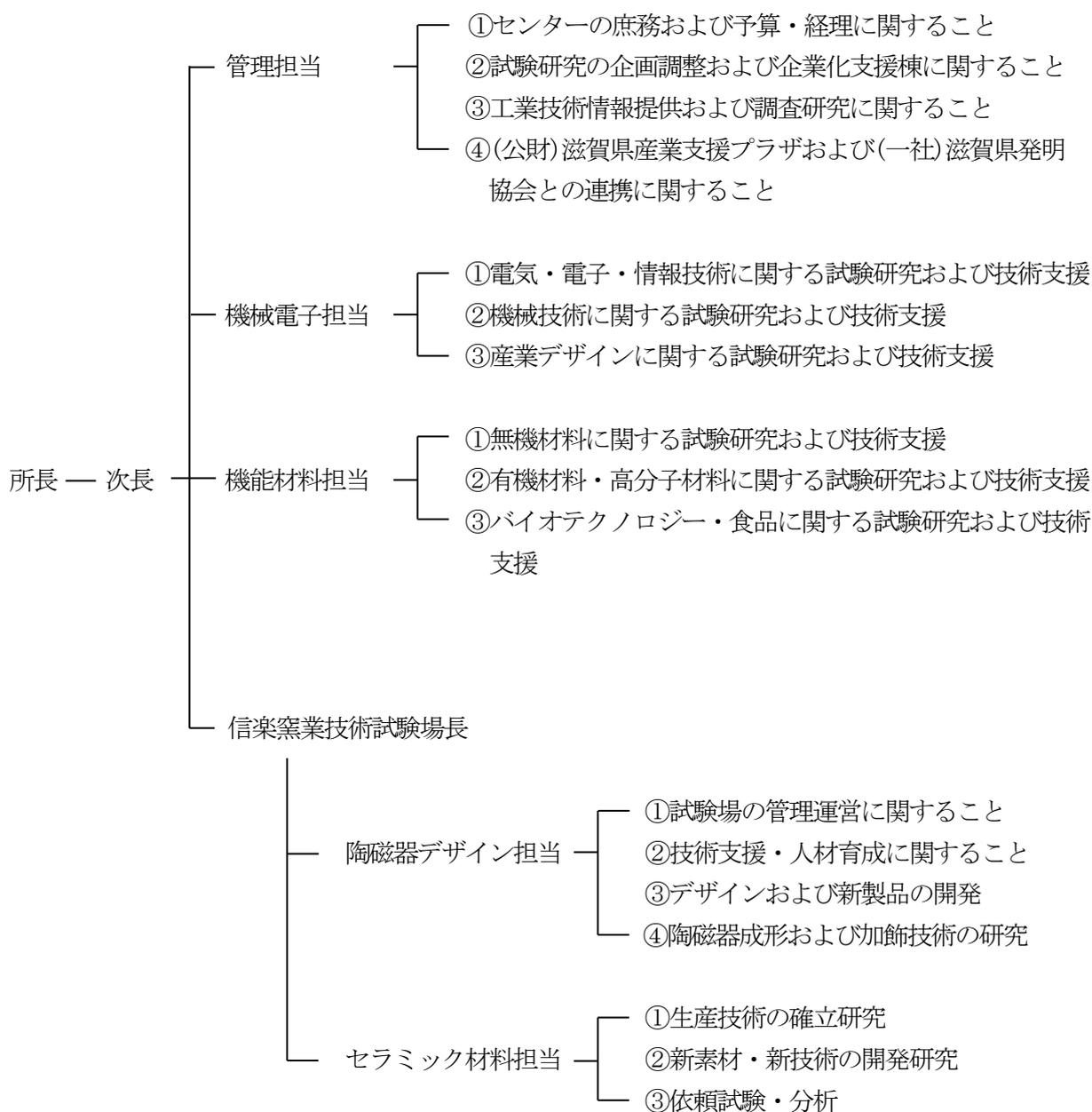


## (2) 機構および業務内容

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、管理担当、機械電子担当、機能材料担当、陶磁器デザイン担当およびセラミック材料担当を設けています。

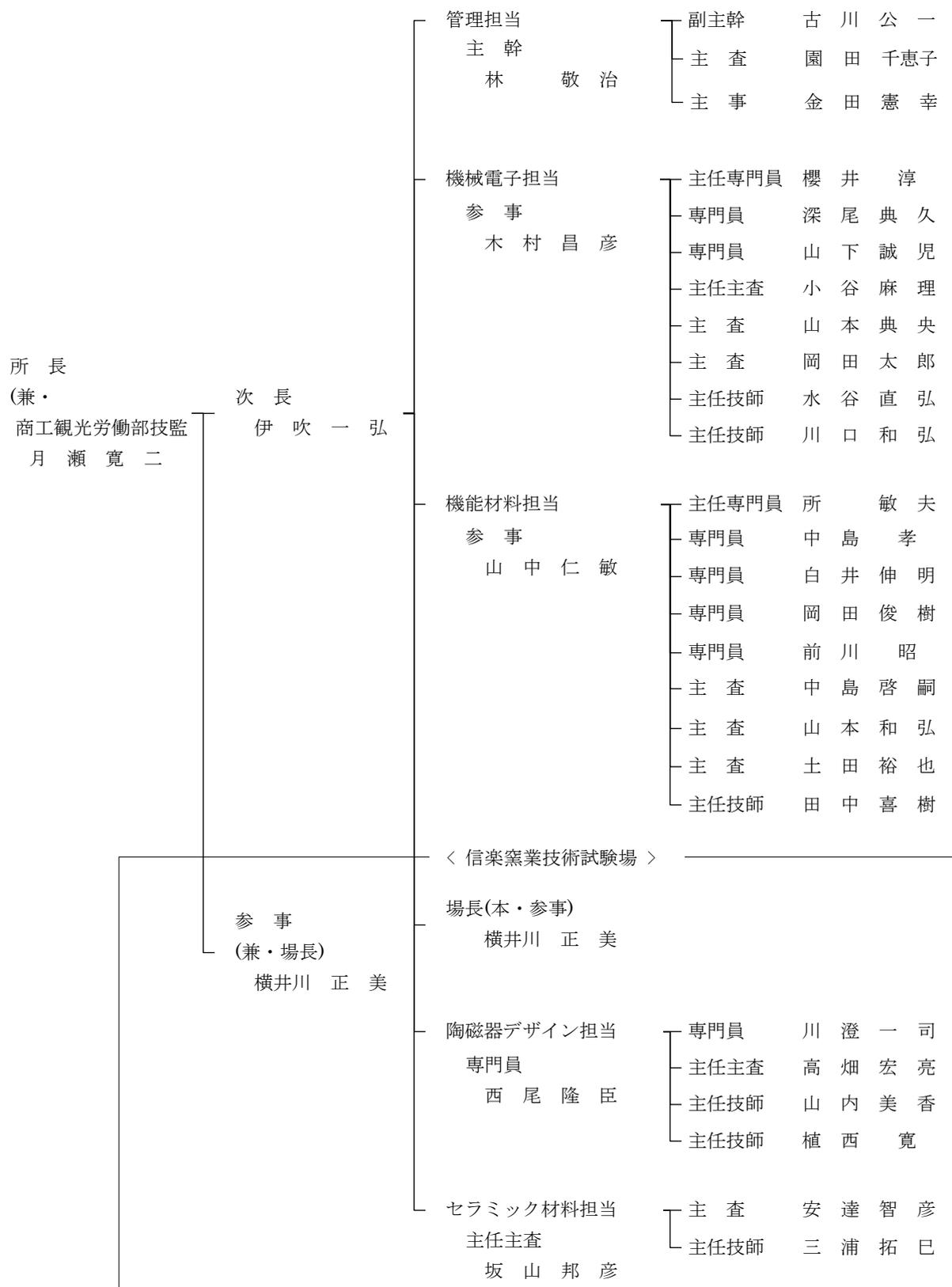
そして、(公財)滋賀県産業支援プラザおよび(一社)滋賀県発明協会と連携を図りながら、効果的な活動を推進しています。

(平成28年3月31日現在)



### (3) 職員

(平成28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27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		284,550,149	
	運 営 費	企業化支援棟推進費		6,056,000
		庁舎整備事業費		0
		無体財産(特許権)維持管理費		1,478,000
		庁舎管理費		52,544,608
		小 計		60,078,608
	試 験 研 究 指 導	ものづくり支援開放機器整備推進事業		24,748,742
		技術相談指導事業費		3,125,900
		共同研究プロジェクト事業費（研究連携推進法）		28,000
		”（伝統食品の機能性評価に関する研究）		31,000
		”（新規リチウムイオン二次電池用バインダーの開発）		2,602,760
		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）		1,564,170
		”（低膨張セラミックスの開発研究）		640,000
		地域連携型モノづくり人材育成事業		489,760
		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）		853,135
		”（ ” ） （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）		3,301,051
		”（ ” ） （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）		8,153,110
		”（ ” ） （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）		1,052,164
		指 導 費	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）	
	” ” ” ” ” （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）			440,000
モノづくり技術人材育成事業			2,428,308	
イノベーション推進設備整備事業			25,984,800	
再生可能エネルギー技術革新事業			7,704,100	
費	技術情報サービス事業費		3,936,190	
	開放機器維持管理事業		38,446,442	
	学会連携事業費		493,380	
	一般研究事業費		2,269,758	
	地域産業育成指導事業費		4,923,557	
	小 計		133,476,327	
	工業技術総合センター費合計		478,105,084	
そ の 他 経 費	その他経費	東北部工業技術センター 試験研究指導費	174,960	
		中小企業技術指導員研修事業等	415,562	
		中小企業技術支援情報ネットワーク推進事業	1,414,800	
		地方営繕工事	1,110,348	
		その他事業(企画調整需用費、国勢調査費旅費)	32,356	
	小 計		3,148,026	
	合 計		481,253,110	

## (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	73,380,019	試験分析機器等設備使用料(栗東) 試験分析機器等設備使用料(信楽) 技術開発室使用料 技術開発室電気料金 別館共益費 別館使用料 自動販売機使用料 自動販売機電気料金 ケーブルテレビ線用コンクリート柱使用料	63,741,270 5,444,580 3,279,720 543,619 302,533 0 25,313 41,484 1,500
	手数料	商工観光労働手 料	3,505,850	試験等手数料(栗東) 試験等手数料(信楽)	2,968,890 536,960
国庫支出金	国庫補助金	商工観光労働費国 庫支出金	1,942,000	戦略産業雇用創造プロジェクト補助金	1,942,000
財産収入	財産運用収入		6,994	無体財産権	6,994
	財産売払収入	生産物売払収入	242,060	生産物売払収入(栗東) 生産物売払収入(信楽)	107,200 134,860
繰入金	基金繰入金	産業廃棄物発生抑 制等推進基金	28,107,800	製品部材等リサイクル推進支援事業(産 廃税充当事業)	2,123,000
		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	25,984,800
諸収入	受託事業収入	商工観光労働受託 事業収入	700,000	試験研究事業費受託事業	700,000
	雑入	雑入	26,843,480	JKA機械工業振興事業費交付金 自動販売機納付金 借受機器使用料(栗東) 試験研究事業費補助金 広告掲載料 複写サービス	10,656,000 172,200 2,635,670 13,359,460 20,000 150
合 計			134,728,203		

## 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	13,897,933
			給料	143,984,340
			職員手当	89,609,616
			共済費	52,933,795
			災害補償費	301,831
			賃金	1,746,450
			報償費	747,500
			旅費	2,900,120
			需用費	68,639,790
			役務費	5,402,461
			委託料	26,953,137
			使用料および賃借料	431,665
			工事請負費	0
			原材料費	757,319
			備品購入費	69,254,547
			負担金補助および交付金	503,980
			公課費	40,600
			設計管理費	0
			東北部工業技術センター費	需用費
	(中小企業費) 小 計			478,280,044
商工業費	工業振興費	旅費	160,562	
		役務費	1,414,800	
		負担金補助および交付金	255,000	
(商工業費) 小 計			1,830,362	
(商工観光労働費) 小 計			480,110,406	
総合政策費	総合政策企画費	計画調査費	需用費	31,536
総合政策費	統計調査費	労働統計費	旅費	820
土木交通費	建築費	建築総務費	需用費	1,110,348
合 計			481,253,110	

(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

注 1. 財産収入・・・工業技術振興基金運用収入他  
 2. 繰入金・・・工業技術センター施設整備基金取崩 他  
 3. 諸収入・・・日本自転車振興会（JKA）補助金、外部競争的資金他  
 \*1 寄付金 5,100,000円を含む  
 \*2 寄付金 700,000円を含む  
 \*3 寄付金 9,000,000円、県債 270,000,000円を含む  
 \*4 寄付金 5,100,000円を含む  
 \*5 寄付金 360,000円を含む  
 \*6 寄付金 360,000円、県債 90,000,000円を含む  
 \*7 平成9年度分には平成9年度繰越分を含む  
 \*8 緊急雇用特別対策基金繰入金  
 \*9 平成9年度以降は信楽窯業技術試験場との合計額  
 \*10 県産業廃棄物発生抑制等推進基金  
 \*11 地域活性化・経済危機対策臨時交付金  
 \*12 緊急雇用創出事業臨時特例基金繰入金  
 \*13 関西広域連合に係る減免の適用開始  
 \*14 関西広域連合に係る減免の適用開始  
 \*15 工業技術振興基金繰入金、県産業廃棄物発生抑制等推進基金

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

注 1. 建設費・・・調査等事務費を含む

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

\*3 翌年度繰越工事請負費 14,490,000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

2. 平成9年度分には、平成9年度繰越分を含む

\*2 平成9年度以降は、信楽窯業技術試験場との合計額

\*4 翌年度繰越工事請負費 14,000,000円を含む

## 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27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28年3月1日(火) 14:00～17:00

【開催会場】工業技術総合センター信楽窯業技術試験場

### 【委 員】

座長

中谷吉彦 立命館大学 グローバル・イノベーション研究機構 教授

委員

和田隆博 龍谷大学理工学部 教授

稲垣篤郎 センカ株式会社 執行役員技術部門部長 (欠席)

清水貴之 日伸工業株式会社 代表取締役社長

大原耕造 信楽陶器工業協同組合 理事長

平田省司 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 (中谷委員)
- (4) センターの運営、業務等の説明
  - ①センターの概要
  - ②業務別の説明
    - ・機械電子担当業務
    - ・機能材料担当業務
    - ・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) 座長からの総括
- (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. 支援体制

	意見・提言	対応状況
1	<p>陶器は、生活様式の変化などにより、市場の要求は変化しており、新しい市場に対応した開発を進めていく必要がある。</p> <p>信楽発のアイデンティティが出てくるよう、県として支援をされたい。</p>	<p>市場ニーズについては日頃から色々なメディアから収集に努め、展示会や大消費地にあるショップなどからも得ています。</p> <p>今後は地域の関係機関との連携をさらに深め、海外展開も視野に入れ、独自の機能を付加した製品などで市場の拡大を目指します。特に、便利な機能や洗練されたデザインで新たな信楽ブランドの立ち上げなど、従来の信楽焼のイメージからの脱皮が今後重要と考えています。</p>
2	<p>企業との共同研究は、外部資金を取り入れることなどにより積極的に進められたい。</p>	<p>共同研究は組織目標のひとつに掲げており、目標を達成するため、積極的に実施しています。</p> <p>特に公的外部資金を財源とした企業との共同研究を進め、積極的に実施していきたいと考えています。</p>
3	<p>センターは技術相談や機器開放、研究成果の普及などにより企業支援をされている。今後の企業に対する支援の方針・方向性を示されたい。</p>	<p>センターでは、定常的に企業からの技術相談や開放機器を活用した測定技術向上のための支援をしているところです。更に滋賀県産業振興ビジョンに定める「重点的に取り組むイノベーション」の創出に向けて、エネルギー関連技術や医工連携による機器開発、高度モノづくり産業の競争力強化などに対する共同研究や技術支援を行い、研究成果等は、研究発表会や環境ビジネスメッセなどの展示会等を通じて広報しています。</p>

4	<p>センターは具体的な機器使用・試験を通じて、企業の人材を育ててもらえるところが大きな利点であるが、センターを知らない企業もあると考えられるので、人材の育成についてもより周知・促進されたい。</p>	<p>これまでから企業訪問することで直接紹介したり、新聞やテレビなどにセンターの関連記事を掲載することなど、あらゆる方法によりセンター業務の周知に努めてきました。</p> <p>これからもセンターをご存じない企業の方々に対しては、センターの一般公開により活用を検討いただくことや、商工会議所や経済団体の見学受入れ、更に産業支援プラザが主催するセミナーや説明会、環境ビジネスメッセや関西広域連合等での展示会などでセンターの広報に努めます。</p>
---	--	--

## 2. 製品開発

	意見・提言	対応状況
5	<p>県外の試験研究機関や大学との連携について促進されたい。</p>	<p>センターの共同研究数は年間25件を超え、国立研究開発法人産業技術総合研究所とも共同研究しているところです。</p> <p>これからも、大学や公設試験研究機関に対して、情報交換や共同研究で連携を深めていきます。</p>

## 7. 設備・機器

平成27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	インピーダンス・アナライザ	KEYSIGHT TECHNOLOGIES E4990A	3,815,640円	H27.4.21	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
	光沢計	日本電色工業 VG7000	847,350円	H27.5.29	東北部工業技術センターから管理換
	真空攪拌装置	シンキー ARV-310	1,836,000円	H27.10.5	
	密度計	カンタクロームほか Ultrapyc 1200eUpycほか	4,752,000円	H27.11.30	
	高速X線回折装置	Bruker AXS D8 DISCOVER	25,984,800円	H27.12.4	イノベーション推進設備整備事業
	ラマン分光システム	ナノフォトン RAMANtouch VIC-ICS-S	16,200,000円	H27.12.18	自転車等機械工業振興事業
	インパルス巻線試験機	Leaptronix IWT-5000A	756,000円	H27.12.24	戦略的基盤技術高度化支援事業
	万能材料試験機 (500kN) 油圧源・伸び計	島津製作所 負荷用油圧装置 (300kN/500kN形 1.5kw 4P) ほか	2,143,800円	H27.12.25	
	試料調製システム	ストルアス Secotom-50 Tegramin-25	6,199,200円	H28.2.17	戦略的基盤技術高度化支援事業
	回転粘度計	英弘精機 LVDV1MK DVP-94Y ULA-EKZY	706,860円	H28.3.8	再生可能エネルギー技術革新推進事業
カールフイッシャー水分測定装置	平沼産業 AQ-2200ASほか	1,280,880円	H28.3.8	再生可能エネルギー技術革新推進事業	
信 楽	赤外線サーモグラフィ	日本アビオニクス InfReCR500Pro	1,623,942円	H27.10.21	
	小型攪拌機	MHT-10-10L-2型	374,760円	H27.11.26	
	電気マッフル炉	ヤマト科学 F0-310型	418,770円	H27.12.18	
	高性能小型高温電気炉	丸洋電器 SUPER MINI (V) SPM65-16V	2,419,200円	H28.2.12	戦略的基盤技術高度化支援事業

## Ⅱ. 業務概要

### 1. 技術相談支援

平成27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	5,466件	958件	6,424件
リサーチサポート制度の利用	7件	9件	16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：7件

実施日	分野	内容
H27. 4. 20 H27. 8. 18 H27. 11. 17	技術工学	品質工学を用いた実装技術の汎用開発について MTシステムについて バーチャル設計・近直交表・欠番直交表について
H27. 9. 9	デザイン	製品の効果的な撮影について
H28. 1. 4	材料	電池材料の評価について
H28. 2. 24 H28. 3. 25	バイオ	最新の食品科学、生命科学について バイオマス利用・リファイナリー技術の動向について

[信楽] 件数：9件

実施日	分野	内容
H27. 5. 18 H27. 7. 30 H27. 7. 31 H27. 9. 4 H27. 10. 15 H27. 10. 16 H27. 10. 22 H28. 3. 15	窯業 (デザイン)	デザインについて 試作品のデザインについて 京都の坪庭の構成要素・作庭作法等について インテリア製品のデザインについて 坪庭陶製品の開発の方向性について 試作品の講評と指導について 試作品のデザインについて 坪庭製品の開発について
H28. 2. 17	経営	経営戦略およびイノベーションについて

(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	講習【振動の基礎と振動試験方法】 実習【振動試験装置の操作実演、試験治具の特性】	27.8.5	振動試験の概要をわかりやすく、事例交えて解説し、実習では振動試験装置の操作実演、試験治具の特性を紹介	9名 7名
	講習【製品開発における熱分析の基礎と応用】 実習【熱分析装置の操作実習】	27.8.20	熱分析の基礎から物性評価の応用を、事例を交えて説明し、サンプリングのコツ、製品の寿命予測や劣化評価を解説	7名 5名
	講習【X線光電子分光分析装置を用いた表面分析への適用と実例】 実習【X線光電子分光分析装置の操作実習】	27.10.27	X線光電子分光法の基礎・原理から分析法の応用例について説明し、測定したデータの解析・解釈方法や実製品への適用例を紹介	10名 9名
	講習【EMI測定技術】 実習【EMI測定実習】	27.10.27	電機機器からの電磁波ノイズを評価するための技術を説明し、Hz帯EMIとGHz帯EMIの違いや規格の動向について紹介	13名 12名
	講習【製品評価のための疲労試験の基礎ちしき】 実習【疲労試験機の基本操作（試験の実演と操作実習）】	27.12.4	製品の信頼性を調べるために疲労強度の基本的な評価方法を説明し、実習では、当センターの3台の疲労試験機での操作演習を実施	11名 7名
	講習【ラマン分光分析法による非破壊微小空間分析と適応例】 実習【ラマン分光分析装置の操作実習】	28.2.3	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、実習では今回新規に導入した最新機器の特徴、測定の注意点を解説	13名 7名
	講習【最新-X線回折装置の特徴と基本操作】 実習【X線回折装置の操作演習】	28.2.23	X線回折装置により材料の結晶構造を調べるための原理と今回新規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	14名 9名
	セミナー「最新のモノづくりを支える材料開発と分析技術」 実習「走査型電子顕微鏡と元素分析装置、分光計・蛍光分光計」	27.9.17	最新の発光性材料やナノ結晶体の合成や理論研究の第一人者である北海道大学長谷川先生を迎え、材料開発や応用にとって分析技術の重要性を紹介	20名 11名
	セミナー「X線による製品内部の観察および構造解析の最新技術」 実習「卓上型マイクロフォーカスX線CTシステム、マイクロフォーカスX線透視装置」	27.11.13	X線により製品の内部を非破壊で観察する技術やCTを使用した構造解析の実例を紹介し、実習では最新X線内部観察装置のデモンストラーションを実施	15名 15名
栗東計	18コース		194名	
信 楽	講習【光で測ろう！粉・微粒子の大きさ】 実習【レーザー回折式粒子径分布測定装置の操作実習】	28.2.5	粒子径分布の基礎や光を用いた粒子計測の原理を説明し、実習では正確な測定を行うための前処理方法や様々なサンプル測定を実施	15名 10名
	信楽計	2コース		25名
モノづくり技術人材育成事業 合計		20コース		219名

### (3) 主な技術相談事例

分野	機械
課題	プラスチック成型品の温度ひずみの測定
車載プラスチック成型品の温度による変形を測定したい。	
対 応	車載用の成型品について、温度による変形を測定したいとの相談に対して、注目する箇所に歪ゲージを貼り恒温槽内で温度を変化させ、温度と歪の関係を測定した。フレームの微小部に貼る必要があること、温度範囲が-20℃～50℃と広いことから、温度補償ゲージの入手が困難であった。そこで、プラスチックの線膨張係数が金属（ステンレス）と比較して4倍以上大きいことを用いて、ダミーゲージを同一温度の金属片に貼りアクティブダミー法で測定することとした。

分野	機械
課題	動力シャフト連結部へのねじり試験
接続方法を変更した連結部が、以前と同じトルクに耐えるか確認したい	
対 応	軽量化のために細くしたシャフトが、接続部において規定のトルクで空転する現象が発生したため、改良を行った新型のねじり試験を行った。何度か試験が行われたが、最終的にはシャフトの材質の変更と工作精度を向上させることで解決された。

分野	金属
課題	大型ギアの焼き入れ状態の確認
研削後の直径300mmのギアの歯の焼きの入り具合を確認したい。	
対 応	表面の機械油の除去、ナイタールによるエッチング、洗浄、塩酸による脱色、洗浄という一連の流れを行い、エッチングによる焼き入れ具合の確認を行った。直径300mmの製品を十分に浸漬できるような容器と、浸漬に必要な大量のエタノールは弊所では持ち合わせていなかったため、企業の方が持参することでなんとか行うことができた。

分野	電子
課題	方形波インパルス試験とバースト試験の相違点
<p>方形波インパルス試験とバースト試験の違いについて知りたい。</p>	
<p>対 応</p> <p>電気・電子機器の電源線から混入するノイズに対する耐性試験として、国際規格である IEC61000-4-4「ファースト・トランジェント／バースト試験」が行われている。しかし、日本国内では、それ以前から、方形波インパルス試験が行われてきており、現在でも特に家電機器やFA 機器メーカー等で実施されている。この2つの試験は共に電源線にノイズを重畳させる試験であるが、各々の試験器で発生させる波形の立上り時間、印加周期、電源重畳させるモードに違いがある。具体的には、方形波インパルスの立上り時間は1ns 以下で、バーストの5ns に対して非常に速いため、その波形には高い周波数成分が含まれることになる。また、印加周期は、方形波インパルスでは最大100Hz に対して、バーストでは5kHz ないしは100kHz と非常に速い。さらに、電源重畳の際、方形波インパルスではノーマルモードとコモンモードがあり、また、コモンモードの場合、印加相は1 相ずつであるが、バーストの場合はコモンモードしかなく、また規格では全相一括での印加となっている。このような違いから、方形波インパルスとバーストのどちらが供試機器に対して誤作動を起こさせやすいかということは一概には言えないが、同じ電圧値で印加した場合、方形波インパルス試験の方が誤作動を起こさせやすい傾向にある。但し、USB で制御する供試機器の場合は、バースト試験の方が誤作動の発生する確率が高い場合もある。なお、方形波インパルス試験は国際規格にはなっていないが、(一社)日本電気制御機器工業会のNECA TR-28 等で規格化されているので参照されたい。</p>	

分野	電子
課題	振動試験機利用における治具について
電子部品や電気製品の振動試験を行いたい。	
<p>対 応</p> <p>電子部品や電気製品の振動試験を行うためには、振動試験機の加振テーブルに試験品を取付け、固定する必要があります。振動試験機の加振テーブルには、試験品取付け用のボルト穴がありますが、試験品がそのボルト穴を使って直接加振テーブルに固定出来ない場合、別途、取付け治具を作製していただく必要があります。この作製していただく取付け治具を使用して、試験品を加振テーブルに固定することになります。なお、取付け治具を作製する場合、その取付け治具自体が、試験条件の振動数範囲内で共振しないように、十分な剛性を確保する必要があります。</p>	

分野	デザイン
課題	3Dプリンタの利用
3Dプリンタを利用して試作したい。	
<p>対 応</p> <p>3Dプリンタでの試作には、stl形式の3DCADデータが必要です。それをメール等で担当職員へ送ってもらえると、試作費用と試作時間をお知らせします。</p> <p>試作は職員が行い、サポート材を除去してお渡しします。</p>	

分野	デザイン
課題	ブースデザイン
素材をどのように展示するのが良いか検討している	
<p>対 応</p> <p>昨年度の展示状況と、今回PRしたい素材の特徴を聞き取り、課題の絞り込みを行った。結果、同業種が参加する展示会に於いてバイヤーの記憶に残り、素材特徴が伝わりやすいブースにするために次の提案を行った。壁面には会社紹介や製品説明のパネル類を一切展示せず、光を反射し、素材の軽さや透け感をより際立たせるホワイトで統一。さらにバイヤーが手にしやすく、ドレープ性、高級感を感じやすくするために、素材を通常の倍の長さにし、やや高い位置から展示する事などを提案した。</p>	

分野	無機材料
課題	成膜部材の品質評価
アスペクト比が高い孔内部に成膜されているかどうか、調査したい。	
<p>対 応</p> <p>アスペクト比が1:5の孔がある基板内に成膜を行った。孔内部までコーティングされているか、断面をFE-SEMにより観察し調査した。成膜条件を検討することで、孔内部まで成膜されていることを確認できた。</p>	

分野	無機材料
課題	溶接部材の健全性評価
溶接が設計した工程とおりに行われているか、調査したい	
<p>対 応</p> <p>溶接構造用圧延鋼材の溶接を何段階かで行うことになっている。</p> <p>溶接部材の断面を切断・研磨してナイトールエッチングして溶接マクロ組織を観察した。溶接部材のマクロ組織は、工程設計とおりの回数溶接されており、溶接溶け込み深さも十分にあることが確認できた。</p>	

分 野	無機材料
課 題	食品製造工程における微小異物の簡易分析について
ビニール袋中の複数の金属状微小異物の定性分析を迅速に行いたい。	
<p>対 応</p> <p>通常、微小異物の観察や元素分析には分析装置付き走査型電子顕微鏡を使用するが、試料を真空にするため、試料洗浄や乾燥などが必要となり、時間と手間が必要となる。本件では、概ね金属状異物であることから、試料をビニール袋に入れたまま大気観察でき、透過性のある蛍光X線により分析できるX線顕微鏡（堀場製作所製 XGT-5200WR）を活用し観察と元素分析を行った。この装置の利用により、試料の前処理無く迅速に形状の確認と素材の特定（ステンレス）を行うことができた。</p>	

分野	無機材料
課題	微量サンプルのX線回折（XRD）測定について
少量サンプル（数mg）の無機粉末顔料の定性分析を行いたい。	
<p>対応</p> <p>通常、粉末X線回折では、ガラス製の試料ホルダーに約 0.2～0.5 g の粉末を充填する必要があるが、石英製かシリコン製の無反射試料ホルダーに粉末を置くか固定して測定することで、試料板ホルダーの影響（非晶質ガラスのブロードなピーク）の少ない測定ができた。さらに平成 27 年度導入の高速X線回折装置（ブルカー・エイエックスエス株式会社製 D8 DISCOVER）では、二次元検出器と 1mm 以下のコリメーターの組み合わせにより、少量サンプルや分離が難しい微小部分の測定が可能となった。</p>	

分野	無機材料
課題	端材の材質の推定
鋼材中に端材が混ざってしまったので、材質を調査したい。	
<p>対応</p> <p>蛍光X線分析装置で、端材の元素分析を行った。成分的に特徴的な元素が検出され、F P 定量値も加味して推定した結果、2 種類のステンレスである可能性が高いことが分かった。</p>	

分野	無機材料
課題	薄膜試料の成膜厚さと成分について
ナノメートルオーダーの薄膜の厚さと構成される元素を測定したい	
<p>対応</p> <p>元素分析が可能な機器は複数あるが、ナノメートルオーダーの薄膜中の元素分析を行うには、X線光電子分光分析装置が有効である。本件では、フィルム上に成膜した金属酸化膜の深さと、一定間隔ごとに元素分析を行いたいとのことで、スパッタを用いて深さ分析を行い製品の品質向上に貢献できた</p>	

分野	無機材料
課題	異物分析
製品中に含まれる異物が何か知りたい	
<p>対 応</p> <p>液状製品の製造工程で異物混入による製品の変色が発生した。異物の分離が難しいものの測定を行いたいと相談があった。</p> <p>エネルギー分散型蛍光X線分析装置を用いて正常品と変色品の元素分析を実施して比較したところ、ステンレスのような元素が含まれており、製造工程で用いる容器の摩耗により変色したと推定された。</p>	

分 野	有機材料
課 題	ソフトマテリアルの力学物性評価
非常に柔らかいゲル状材料の物性評価を行いたい。	
<p>対応</p> <p>高分子材料の力学物性評価としては、万能材料試験機による引張/圧縮試験、動的粘弾性測定装置による粘弾性評価などがある。しかし、これらの機器は低荷重の制御が難しく、非常に柔らかい試料は機器の最低荷重でも潰れてしまう。</p> <p>熱機械測定（TMA）は、一般的には試料に弱い荷重を加えた状態で温度を変化させ、線膨張係数や軟化温度等を測定する。TMA は非常に弱い荷重の制御が可能であり、一定温度下で荷重を変化させる測定も可能であるため、TMA による物性評価法を提案・実施し、有用なデータが取得できた。</p>	

分 野	有機材料
課 題	美容クリームの物性評価について
美容クリームの塗り心地がロットによって異なるように思うが、機器による客観的評価を行いたい。	
<p>対応</p> <p>美容クリームを肌に塗布する場合、クリームにはせん断方向の力が加わる。動的粘弾性装置は、2枚の円盤に試料を挟み、一方を回転（往復振動）させることによりせん断方向の力を加えた際の物性を評価できる。往復させる周波数を固定し、変形（歪み）量を変化させる測定を行い、ロット間の物性の違いを数値化することができた。</p>	

分野	有機材料
課題	熔融混練による樹脂の変化の把握
<p>温度やローター速度等、混練条件によって、樹脂がどのように変化するか調べたい。</p> <p>樹脂の混練装置を製造している。混練条件によって、樹脂がどのように変化するのか教えて欲しい、との要望が製品ユーザーからあった。どのように対応できるのか？</p> <p>ユーザーが用いる樹脂の分子量変化を評価することを提案した。混練条件の異なるサンプルを作成し、GPC（ゲル浸透クロマトグラフィー）により分子量および分子量分布を測定し、混練条件との関連を調べた。その結果を基にユーザーへ説明を行い、納得いただいた。また、混練条件と樹脂劣化の関係を把握できたことで、新たな混練機開発の材料データとして活用することができた。</p>	

分野	有機材料
課題	布の粗密の定量評価
<p>不織布、織布の粗密程度を目視により行っているが、定量的に評価したい。</p> <p>同じ太さ・色の糸で様々な織り密度の布を試作しているが、目視での評価しかできていない。特許化に伴って、織り密度を定量的に評価したい、とのことであった。</p> <p>織り密度が異なることで、布に対する可視光線透過率が異なるのではないかと提案を行った。ヘーズメーターを用いて、織り密度と全光線透過率、拡散光線透過率、平行光線透過率、ヘーズ値との関係を比較し、定量評価に用いることができた。</p>	

分野	有機材料
課題	PET成形品中の変色部
<p>PBTを原料として成形品を製造しているが、変色部があり、原因を調べたい。</p> <p>PET成形品は白色であり、変色部はグレーであった。FT-IR（赤外分光光度計）で該当部を測定したが、PET由来の吸収ピークしか見られなかった。また、元素分析においても、異常を示す元素は検出されなかった。そこで、変色部を反応熱分解GC-MS法により分析したところ、ブチレングリコールを示唆する成分が検出された。これはPBT（ポリブチレンテレフタレート）が含まれることを示す結果であり、同成形機で以前に使用していた黒色PBTの残骸が成形品中に混入した可能性を示すものであった。</p>	

分野	食品・バイオ
課題	清酒製造における粕歩合の低減について
清酒造りにおいて全般的に粕が多い、粕の割合を減らしたい。	
<p>対 応</p> <p>酒粕が多い理由は、蒸米の溶解が低いのか、あるいは醪を搾る時に圧搾が弱いかが考えられる。蒸米の溶解が低い場合の要因は、麴の酵素力価が低いこと、原料米の浸漬で吸水が不十分だったり、米の蒸煮後の冷却で時間がかかり老化した等が考えられる。</p> <p>粕の多寡は、溶解が多いと酒質に影響し、一方少ないと原料効率、経済的に影響する。したがって、これらの見直しや酵素剤の利用等の検討を伝えた。</p>	

分野	食品・バイオ
課題	製造部品に付着の異物の同定
食品製造用金属部品に付着の赤褐色部が塗料か血液か調べたい	
<p>対 応</p> <p>顕微鏡観察と過酸化水素での発泡試験、赤外分光スペクトル（FT-IR）測定をおこなった。顕微鏡観察の結果、わずかに血球状の粒子痕が観察され、過酸化水素で活発な発泡があった。また、光沢のある金属表面に付着していたことから反射法による FT-IR 測定を実施することができ、タンパク質様のスペクトルであったことから、ほぼ血液と推定された。また、付着物が血液である可能性がある場合には直接触れずに、オートクレーブ滅菌処理による安全な廃棄を行うことについても十分な説明を行った。</p>	

分野	食品・バイオ
課題	レトルト食品など用の包材の強度
丈夫に改良した包材の突き刺し試験、接着部の強度試験をしたい	
<p>対 応</p> <p>低荷重物性試験装置を利用して「フィルムの突き刺し試験」と「剥離強度試験」を行うこととした。改良前と後で強度向上していることが確認できたが、接着部分の剥離強度については繰り返し試験のなかで接着ムラがあることがわかり装置メーカーと協力して課題を解決することとなった。</p>	

分野	窯業
課題	快削性素地の調合について
陶印を作成するに当たり、素焼の状態で彫刻ができる素地の調合を知りたい。	
<p>対 応</p> <p>粒度が細かい半磁器質の坏土に中空の樹脂粉末を数パーセント添加した素地を紹介する。可燃物質の消失により多孔質となるため素焼の状態では快削性を有し、本焼後は実用的な強度に変化する。朱肉が付きやすいという特徴を備え、通常の釉薬により加飾することもできる。</p>	

分野	窯業
課題	製品開発
(県内異業種より) 自社製品に合うオリジナル陶製品を開発したい	
<p>対 応</p> <p>開発したい製品の市場を調査、ポジショニングマップを作成した後、デザイン提案を行った。デザイン提案には、石膏モデルを作成した。釉薬の色見本を作成後、製品のカラーバリエーションを決定した。窯業関係企業との連携により、製品化された。</p>	

分野	窯業
課題	釉面のぶくの対処方法について
黒マット釉で発生する釉の煮えを解消したい。	
<p>対 応</p> <p>亜鉛華を含んだマット釉に黒顔料を添加して焼成したところ、釉面にぶくが発生した。使用した黒顔料は亜鉛華に対する安定性が低いため、釉面にぶくが発生したと考えられた。</p> <p>亜鉛華を含まないマット釉への調合変更もしくは亜鉛華に対して安定性の高い黒顔料に原料を変更するように指導した。勧めた黒顔料に変更したところ釉の煮えが収まった。</p>	

分野	窯業
課題	緑色系の顔料の変色について
化粧土に添加した緑色系顔料が焼成すると青色に変色した。	
対 応 黄色系の顔料は還元焼成すると消色されやすい。緑色系の顔料についても、還元焼成により黄色分のみ消色し、青色に変色することがある。これらの顔料を焼成する際は、焼成雰囲気注意到注意するように指導した。	

## 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28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27年度設備機器利用状況>

使用機器件数	7,009 件
延使用時間数	56,241 時間
実企業数	569 社

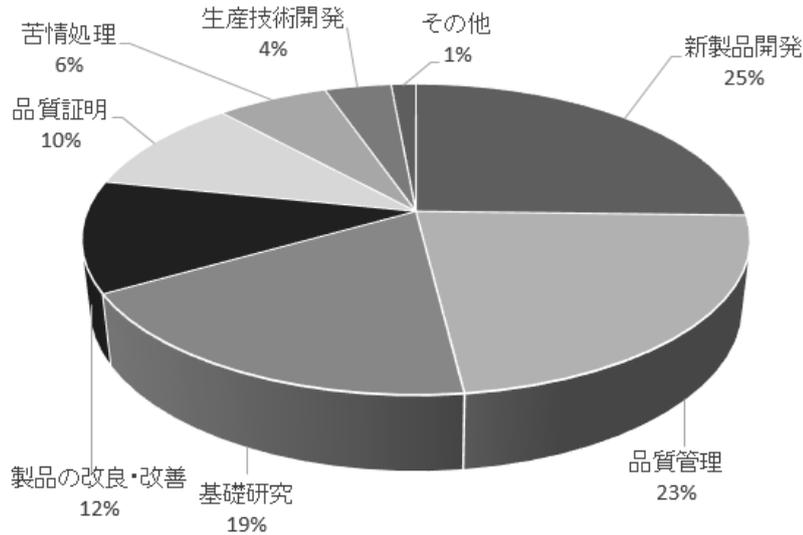
使用目的別件数

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	1,781	1,588	1,303	812	707	450	268	100	7,009
	25.4%	22.7%	18.6%	11.6%	10.1%	6.4%	3.8%	1.4%	

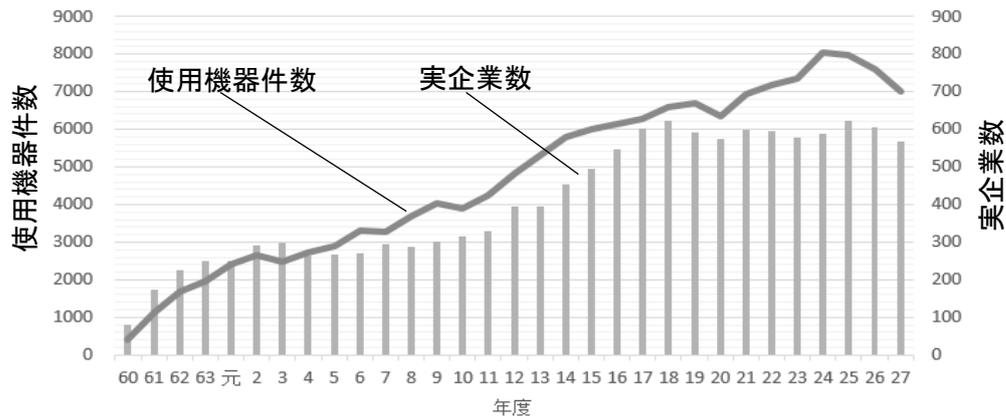
主な利用機器

No	平成27年度		平成18年度～平成27年度	
	機器名	件数	機器名	件数
1	赤外分光光度計 (F T - I R)	563	赤外分光光度計 (F T - I R)	7,070
2	走査型電子顕微鏡	392	走査型電子顕微鏡	4,838
3	S E M用分析装置	368	S E M用分析装置	2,704
4	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	293	万能材料試験機 (50 k N)	2,625
5	前処理装置	287	熱分析装置	2,179
6	イオンコーティング装置	226	振動試験機	2,142
7	万能材料試験機 (50 k N)	214	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	2,004
8	大変位振動衝撃試験機	184	イオンコーティング装置	2,002
9	三次元測定機	181	I C P 発光分析装置	1,821
10	熱分析装置	166	三次元測定機	1,818
11	非接触三次元測定機	152	電子天びん	1,807
12	I C P 発光分析装置	142	前処理装置	1,567
13	電子天びん	135	波長分散型蛍光X線分析装置	1,510
14	X線光電子分光分析装置	124	放射電磁界測定システム	1,351
15	熱分析ガスクロマトグラフ質量分析装置	123	万能材料試験機 (500 k N)	1,183
16	電波暗室	120	電波暗室	1,173
17	放射電磁界測定システム	119	非接触三次元測定機	1,145
18	万能材料試験機 (500 k N)	111	X線回折装置	1,080
19	動的粘弾性測定装置 (常温)	94	X線光電子分光分析装置	1,014
20	低荷重物性試験機	92	X線テレビ検査システム	1,011

## 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
合計	146,894	962,351	-

## B 信楽

主な利用機器

No	平成27年度		平成18年度～平成27年度	
	機器名	件数	機器名	件数
1	前処理装置	188	粒度分析装置	1,180
2	粒度分析装置	147	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	594
3	走査型電子顕微鏡	99	走査型電子顕微鏡	564
4	乾燥機	97	前処理装置	429
5	SEM用元素分析装置	76	SEM用元素分析装置	386
6	ガス窯0.4立方メートル素焼	52	サンドブラスター	343
7	スクリーン印刷装置	45	シリコニット電気炉	318
8	エネルギー分散型蛍光X線分析装置	41	X線回析装置	311
9	ラックドライヤー	39	電気炉9キロワット素焼	289
10	電子天びん	37	電子天びん	287
11	電気炉9キロワット本焼	35	電気炉9キロワット本焼	260
12	電気炉9キロワット素焼	33	電気炉20キロワット本焼	255
13	サンドブラスター	28	万能材料試験機(5kN)	246
14	ガス窯0.2立方メートル本焼	27	波長分散型蛍光X線分析装置	230
15	X線回析装置	25	乾燥機	227
16	循環式混練機(150kg)	22	熱分析装置	220
17	万能材料試験機(5kN)	21	振動フルイ	218
18	マッフル雰囲気炉	19	電気炉45キロワット素焼	240
19	ポットミル回転台	18	スクリーン印刷装置	189
20	電気炉20キロワット本焼	18	ポットミル回転台	189

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
13	402	1,090	85
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	2,327	173
22	967	1,922	175
23	914	1,738	166
24	1,103	2,313	204
25	1,003	2,346	195
26	1,368	3,949	195
27	1,528	4,124	205
合計	13,297	30,650	-

## (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27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	539	試料
	疲労試験	2	15	時間
	硬さ試験	2	3	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	52	449	時間
合 計		82	1,006	

#### 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)
計	106 (1,219)	1,236 (9,596)	13 (143)	428 (6,065)	573 (4,669)	55 (163)	328 (3,914)	168 (420)	2,907 (26,189)

## B 信楽

### <平成27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	1	10	時間
曲げ強度試験	1	1	試料
摩耗試験	1	2	試料
オートクレーブ試験	6	13	試料
凍害試験（1試料10回まで）	3	3	試料・10回
耐薬品試験	6	65	試料
吸水率試験	3	3	試料
熱衝撃試験	8	15	試料
定性分析	1	1	全成分
定量分析（無機物）	2	17	成分
Pb、Cdの溶出試験	4	9	試料
衝撃試験	2	3	試料
合計	38	142	

### 年度別依頼試験分析実施件数・単位

年度	件数	単位数
17	76	262
18	37	64
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

### (3) 生産品受払

当所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。

#### A 栗東

##### <平成27年度生産品受払状況>

##### ■清酒

生産品	受払件数	単 位
滋賀県酵母 A	2	6
滋賀県酵母 B	13	55
滋賀県酵母 C	2	7
滋賀県酵母 D	4	12
合 計	21	80

##### 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
18	23	83	10
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

## B 信楽

### <平成27年度生産品受払状況>

#### ■製版印刷

生産品	受払件数	実企業数
フィルム出力	28	14
感光性樹脂製版	15	6
スクリーン製版	13	8
合計	56	28

#### 参考 年度別生産物受払件数・実企業数

年度	件数	実企業数
18	31	21
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

### 3. 研究開発・産学官連携

#### (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。

#### 平成27年度研究テーマ

研 究 テ ー マ	研 究 者
流体解析によるキャビテーション低減バルブ設計法の開発	深尾典久
和紙とエレクトロニクスとの融合による新商品創出に関する研究	山下誠児
機能性繊維素材の開発と活用研究	小谷麻理
リチウムイオン二次電池用固体電解質の特性評価に関する研究	山本典央
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器を用いた寿命予測	岡田太郎
ゆるみ止めナットの開発	水谷直弘
清酒製造における酒母（しゅぼ）の安定製造法の開発	岡田俊樹
液相合成法による機能性無機顔料の研究	前川昭
生体組織接着性を有する医療用有機複合材料の開発	中島啓嗣
光機能性薄膜の創製に関する研究	山本和弘
新規導電性高分子粒子の開発	土田裕也
電極の密着強度評価の確立	田中喜樹
信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発	西尾隆臣 川澄一司 高畑宏亮 山内美香 植西寛 宮本ルリ子
薪窯の窯変に関する研究	川澄一司

研 究 テ ー マ	研 究 者
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調査研究	山内美香
低膨張セラミックスの開発研究	坂山邦彦 三浦拓巳
窯業材料の分析評価技術の研究	坂山邦彦
多孔質吸着材料の合成に関する研究	三浦拓巳 坂山邦彦

## (2) 共同研究

	機 関 名	区分		共 同 研 究 テ ー マ	予定研究期間	担当
		継続	官 産			
1	(独) 産業技術総合研究所他公設試	継続	官	分析技術共同研究	H27. 6. ～H27. 12	安達智彦 山本和弘 田中喜樹 三浦拓巳
2	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業 1 社	継続	産	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
3	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業 1 社	継続	産	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	土田裕也
4	企業 1 社	継続	産	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	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	企業 1 社	継続	産	リチウムイオン 2 次電池電極（負極）用バインダーの開発 【電池産業支援拠点整備事業】	H24. 4. 24～H28. 3. 31	所敏夫 中島啓嗣 田中喜樹
7	龍谷大学 東北部工業技術センター 企業 1 社	継続	産 学 官	新規低温拡散表面処理による高耐久性アルミニウムダイカスト用金型の開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H23. 9. 13～H30. 3. 31	山本和弘
8	企業 1 社	継続	産	全個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 【電池産業支援拠点形成事業】	H25. 7. 2～H28. 3. 31	山本典央 所敏夫 山本和弘 田中喜樹
9	東北部工業技術センター 企業 1 社	継続	産	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
10	企業 1 社	継続	産	画像処理検査用の強制空冷型超高輝度 LED照明の開発に関する研究	H26. 1. 22～H28. 3. 31	水谷直弘 山本典央
11	東北部工業技術センター 企業 1 社	継続	産	蒸留塔などに用いるプラスチック製充填物の開発	H26. 2. 3～H28. 3. 31	土田裕也
12	企業 2 社	継続	産	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	H26. 2. 3～H28. 3. 31	小谷麻里 土田裕也
13	東北部工業技術センター 企業 1 社	継続	産	口腔粘膜貼付フィルムの開発	H26. 1. 9～H28. 3. 31	白井伸明 中島啓嗣 土田裕也
14	東北部工業技術センター 企業 1 社	継続	産	磁界励起型 IP法の薄膜を用いた電池ケース成型用高離型金型の開発	H26. 8. 10～H28. 3. 31	田中喜樹

	機関名	区分	共同研究テーマ	予定研究期間	担当
15	企業1社	継続 産官	全固体電池・燃料電池向け固体電解質の交流インピーダンス測定治具・システムの開発 【NEDO新エネルギーベンチャー技術革新事業】	H26.8.10～H28.3.31	山本典央
16	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～H28.3.10	木村昌彦 櫻井淳 山下誠児
17	成案造形大学 滋賀県立成人病センター 企業2社	継続 産学官	老眼鏡のように気軽に使用できる補聴器の開発 【課題解決型医療機器等開発事業】	H26.8.8～H28.3.31	木村昌彦 櫻井淳 山下誠児
18	企業1社	継続 産官	二次電池の高容量化を実現する負極の開発 【電池産業支援拠点形成事業】	H26.10.1～H28.3.31	田中喜樹 所敏夫
19	滋賀大学 企業1社	継続 産学官	和紙とエレクトロニクスの融合による新商品創出に関する研究	H26.11.15～H28.3.31	山下誠児
20	企業1社	継続 産官	調理用陶器製品の開発研究	H26.12.1～27.11.30	中島孝 三浦拓巳 高畑宏亮
21	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
22	企業1社	新規 産官	サンプリングバック用加熱加湿洗浄装置の高機能化	H27.4.1～H28.3.31	土田裕也
23	(公財)滋賀県産業支援プラザ 企業1社	新規 産官	「高機能化複雑形状加工に対応可能な汎用プレス機を用いた精密三次元形状プレス複合化技術の開発」 【戦略的基盤技術高度化支援事業（補完研究）】	H27.4.1～H28.3.31	木村昌彦 櫻井淳
24	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
25	企業1社	新規 産官	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	水谷直弘
26	(公財) 滋賀県産業支援プラザ 企業1社	新規 産官	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
27	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MRイメージング等の画像診断技術、体外診断技術、および治療効果確認に関する基礎研究および応用研究	H27.4.1～H28.3.31	白井伸明
28	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～H28.3.31	岡田太郎
29	企業1社	新規 産官	厚板小物高精度絞り部品の製造を可能とする工程独立式可変速押し込み複動機を用いた押し込み絞りプレス加工技術の確立 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H27.9.7～H28.3.31	深尾典久 岡田太郎 所敏夫 田中喜樹

	機 関 名	区分	共 同 研 究 テ ー マ	予 定 研 究 期 間	担 当
30	企業 1 社	新規 産官	革新的巻線技術による在宅用人口呼吸器 向けマイクロモータの開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H27. 9. 7～H28. 3. 31	木村昌彦 櫻井淳 山本和弘
31	企業 1 社	新規 産官	ナノカーボンファイバーを用いた電気自 動車用キャパシタ電極の開発 【戦略的基盤技術高度化支援事業】	H27. 9. 16～H28. 3. 31	安達智彦
32	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～H28. 3. 31	山下誠児
33	企業 1 社	新規 産官	乾式法により得られるバイオディーゼル 燃料の低含水率化に関する研究	H27. 12. 7～H28. 3. 31	土田裕也 中島啓嗣
34	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
35	大阪産業大学 東北部工業技術センター 企業 1 社	継続 産学官	キャビテーション低減バタフライ弁の開 発	H27. 4. 1～H28. 3. 31	深尾典久

### (3) 研究発表等

#### ① 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
信楽陶器産地における技術支援と環境浄化セラミックスの研究開発	(公社) 日本セラミックス協会 関西支部	メルパルク大阪	H27. 4. 22	中島孝
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	(公社) 電気化学会 電池技術委員会・第56回電池討論会	愛知県産業労働センター(ウインクあいち)	H27. 11. 12	山本典央 他
コア-コロナ型微粒子をバインダーとして用いた炭素系負極のレート特性に及ぼす影響	(公社) 電気化学会 電池技術委員会・第56回電池討論会	愛知県産業労働センター(ウインクあいち)	H27. 11. 13	田中喜樹 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	(一社) オープンCAE学会「オープンCAEシンポジウム2015」	富山国際会議場	H27. 11. 28	深尾典久 他

#### ② 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
地域産業におけるデザインの活用 - 滋賀小紋の事例より -	産業技術連携推進会議 繊維分科会デザイン研究会	愛媛県産業技術研究所繊維産業技術センター	H27. 7. 9	小谷麻理
多孔質材料を生かした生活陶器の開発	第46回デザイン担当者会議	瀬戸蔵	H27. 7. 9	高畑宏亮
陶器製薪ストーブの開発	関西広域連合による研究成果発表	京都府中小企業技術センター	H27. 8. 3	川澄一司
陶器製薪ストーブの開発	びわこ環境ビジネスメッセ	長浜ドーム	H27. 10. 21	川澄一司
耐熱性素地の高品位化の研究	近畿地域部会セラミックス分科会第19回窯業研究会	滋賀県陶芸の森	H27. 10. 27	坂山邦彦
低温拡散表面処理による高耐久性アルミニウムダイカスト用金型の開発	近畿経済産業局 産官金ネットワーク構築による公設試の橋渡し機能強化事業シーズ発表会	ナレッジキャピタルコングレコンベンションセンター	H27. 12. 2	山本和弘

試料中の蛍光物質と結合したウィ ルス検出技術	近畿経済産業局 産官金ネットワーク構築に よる公設試の橋渡し機能強 化事業シーズ発表会	大阪府立男女 共同参画・青少 年センター	H28. 1. 22	白井伸明 他
---------------------------	--	----------------------------	------------	-----------

### ③ 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27年度 全国市販酒類調査における品質評価	H28. 2. 17 -H28. 2. 18	岡田俊樹
滋賀県酒造組合	新酒きき酒評価会	H28. 3. 16	岡田俊樹
大阪国税局	平成27年度 大阪国税局新酒研究会	H28. 3. 18	岡田俊樹

<表彰> 中島孝：第69回日本セラミックス協会功績賞（表彰式 H27. 6. 5）

[業績] 信楽陶器産地における技術支援と環境浄化セラミックスの研究開発

#### (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。

平成27年度に評価対象となった研究テーマは、次の4テーマです。なお、東北部工業技術センターの研究テーマは除いています。

##### ① 研究企画

- ・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 水谷 直弘
- ・海外産粘土質原料を用いた新陶土の開発 安達 智彦

##### ② 研究終了

- ・キャパシタ用炭素材料の高純度化に関する研究 安達 智彦
- ・多孔質材料を生かした生活陶器の開発 西尾 隆臣

#### 部内評価委員会

開催日	平成27年8月4日（火）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 東 勝 商工政策課・課長 谷口 義博 モノづくり振興課・課長 小川 栄司 モノづくり振興課・参事 木村 昌彦 工業技術総合センター・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 宮川 栄一 東北部工業技術センター・所長 阿部 弘幸 東北部工業技術センター・参事

#### 外部評価委員会

開催日	平成27年9月28日（月）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。

#### 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・・・研究企画

- (1) 実験も研究に含め、実験で検証すべき項目を明らかにするとよい。
- (2) 既存競合メーカーの技術的動向と市場予測についてのさらなる調査が必要です。
- (3) 予算の大部分を占めるソフトウェアは、他の運用方法についても検討すべきです。
- (4) ナット締め付け時に、設けたスリットが破断する恐れがあります。破断の可能性とそれが及ぼす影響についても押さえておく必要があります。
- (5) 小径緩み止めナット (M3～M5) の開発におけるスリットの設計パラメータが構築できれば、技術移転が可能性でしょう。
- (6) 重点研究とした理由、本研究の「意義」のもう少し深い説明がほしい。

#### 海外産粘土鉱物を用いた新陶土の開発・・・研究企画

- (1) 新陶土の特徴・成分は、本来の信楽陶土をベースにするのか。
- (2) 研究を海外産粘土の使用による開発に限定するだけでなく、海外産粘土鉱物の利用はブレンド・評価システムの構築のためのあくまでも一例として研究してはどうか。
- (3) 海外産原料についてはその素性或信頼性について十分な吟味と、採用時の質・量の保証を担保する手立ても考えておく必要がある。
- (4) 国内の他産地も同様な問題があるのであれば、海外産粘土のデータベースの作成段階までは、連携・共同して取り組むことが合理的ではないか。(国のリーダーシップのもとで進める方法も考えられる。)

#### キャパシタ用炭素材料の高純度化に関する研究・・・研究終了

- (1) どこでも模倣できそうな技術なので早急に権利化する必要がある。
- (2) コスト低減と量産化技術の確立を共同研究相手とともに鋭意進めてほしい。
- (3) 共同研究先に技術供与するというのもいいが、今後は特許化を目指すべきである。
- (4) ノウハウ開発のため、特許回避は妥当だと考える。
- (5) 低純度のヤシ殻原料でも化学処理において、活性炭を高純度化する技術の開発が確立できれば、キャパシタへの活用が見えてくるため、技術移転の見込みを感じる。
- (6) 「炭素材料の高純度化」と言う初期の目標は達成できたと感じられる。
- (7) 後日、作製した炭素材料のキャパシタ性能としての評価結果も報告してほしい。

#### 多孔質材料を生かした生活陶器の開発・・・研究終了

- (1) 今後、各試作品ともコスト的な検討が必要であろう。
- (2) 電気を使用しない陶器製加湿器の開発において業界への技術移転を達成できた点が素晴らしいと感じる。
- (3) 信楽焼の新しい商品の位置づけが可能となったと感じる。
- (4) 各サブテーマについては以前にも同様のテーマの報告と思う。今回の報告がそれらとどこが違うのか、どの部分が新しい知見なのか整理して報告してほしい。
- (5) 野菜保存容器については、食品保存の学識者など専門家の指導、アドバイスなどが必要ではないか。

## (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27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
6月11日	第98回運営委員会	議題：26年度事業・決算報告(案)、27年度事業計画・予算(案) 役員の交代、運営委員について 上半期事業について	18名	当センター
	H27総会 第85回例会 (講演会)	内容：26年度事業・決算報告(案)、 27年度事業計画・予算(案)、役員交代等 講演：「環境調和を意識した高分子/無機ハイブリッド微粒子材料」 滋賀県立大学 工学部 材料科学科 准教授 谷本智史 氏 「センター新規導入設備紹介」 ・ X線光電子分光分析装置(ESCA, XPS) ・ X線分析顕微鏡(XGT) ・ 熱伝導率測定装置(レーザーフラッシュ法、 キセノンフラッシュ法) 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 23名 講演会 24名	龍谷大学
7月16日	第86回例会★ (企業見学会)	見学会：国立印刷局 日本銀行券(紙幣)の製造 ダイニック(株) ブッククロス、通帳用クロス等の製造	17名	見学先
9月30日	第99回運営委員会	内容：27年度上半期事業報告・下半期事業計画	18名	龍谷大学
	第69回研修会 (技術セミナー)	内容：X線分析の基礎と応用 -X線回折法・蛍光X線分析法・X線光電子分光法を中心に- 龍谷大学理工学部物質化学科 教授 藤原 学 氏	36名	
10月27日	第87回例会 (技術講演会)	内容：製品開発におけるX線光電子分光法(XPS, ESCA)の応用 アルバック・ファイ(株) 間宮 一敏 氏	5名	当センター
	第70回研修会 (技術研修)	内容：X線光電子分光分析装置の操作演習(デモ) アルバック・ファイ(株) 間宮 一敏 氏	3名	
10月29日 ~30日	第28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 講演：経済産業省の施策について 経済産業省 非鉄金属課長 井上幹邦氏 見学先：(一財)日本ファインセラミックスセンター (株)リクシル榎戸工場 I N A Xライブミュージアム	運営委員長 事務局	(一財)日本 ファインセ ラミックス センター
2月16日	第71回研修会★ (企業見学会)	見学先： (株)ジーエス・ユアサ コーポレーション： 自動車用鉛蓄電池の製造 (株)島津製作所： 創業記念資料館 理化学機器など歴史的な資料を展示 (株)島津製作所： 分析計測機器などの開発製造	22名	見学先
3月23日	第100回運営委員会	議題：27年度事業について、次年度事業について 等	17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 27 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20日	平成 27 年度総会 第 1 回品質工学特別講演会 (兼 第 250 回定例会)	平成 26 年度事業&決算報告、監査報告 平成 27 年度事業計画、予算、役員会員異動 講師：平野正夫氏（リサーチデザイン研究所代表） 『品質工学を用いた実装技術の汎用開発』	13 名 計 43 名 (滋賀 15 名)	センター
5月12日	品質工学入門集中講座	『分散分析、パラメータ設計の基礎 その 1』	5 名	センター
5月19日	品質工学入集中門講座 第 251 回定例会	『分散分析、パラメータ設計の基礎 その 2』 会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議	10 名 14 名	センター
6月12日	第 252 回定例会 (第 13 回関西地区 品質工学シンポジウム)	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 103 名 (滋賀 17 名)	キャンパス プラザ京都
6月16日	品質工学入門集中講座	『MT システムの基礎』	5 名	センター
7月21日	第 253 回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、グループ討議	10 名	センター
8月18日	第 2 回品質工学特別講演会 (兼 第 254 回定例会)	講師：長谷川良子氏（長谷川技術士事務所） 『長谷川良子氏が語る“MT システムの魅力”について』	計 59 名 (滋賀 19 名)	センター
9月15日	第 255 回定例会	会員企業の取り組み等紹介事例、全体討議	11 名	センター
10月20日	QE 相談会 第 256 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 10 名	センター
11月17日	QE 相談会 第 257 回定例会	研究会幹事及び芝野氏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 講師：芝野広志氏（TM 実践塾）『バーチャル設計、 誤圧、欠番直交表、近直交表』	6 名 14 名	センター
12月15日	QE 相談会 第 258 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	7 名 12 名	センター
1月19日	QE 相談会 第 259 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	8 名 10 名	センター
2月16日	第 260 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
3月9日	QE 相談会 第 261 回定例会	研究会幹事及び松坂氏による相談企業への指導 講師：松坂昌司氏（松坂ティエムコンサルタンツ(株)） 『欠番直交表を用いたソフトウェアのバグ取り について』	4 名 18 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15名、法人会員3社の計18名となっています。

#### <活動内容>

平成27年度は以下の活動を行いました。

開催日	内容	参加者	場所
8月4日	<ul style="list-style-type: none"> <li>・第1回運営委員会</li> </ul> 見学研修事業や3Dプリンタ活用推進のための3Dラボについて検討しました。  ▲ デザインフォーラムSHIGA所有の3Dプリンタ	5名	工業技術総合センター
9月8日	<ul style="list-style-type: none"> <li>・例会（総会）</li> </ul>  <ul style="list-style-type: none"> <li>・交流会</li> </ul>	7名  7名	コラボしが21（大津市）  アンチョビ（大津市）

#### ④滋賀県酒造技術研究会

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

現在の会員数は、企業会員27社、公設試関係者12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27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16日	第30回 運営企画委員会	平成26年度事業と決算報告および 平成27年度事業計画、予算案作成等	7名	センター
6月10日	第60回例会	勉強会の開催 研修テーマ：「老ね香とその生成要因 について」講師：独立行政法人酒類総合研究所 品質・ 評価研究部門 藤井力氏	31名	センター
6月10日	平成27年度 総会 (第15回)	平成26年度事業・会計報告、 平成27年度事業・予算計画、役員の改正等	21名	センター
8月4日	第61回例会	勉強会の開催 研修テーマ：「乳酸菌酒母について」 講師：笑四季酒造株式会社 竹嶋充修氏	23名	コラボしが
9月12日	「第9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	31名 一般参加	大津市
9月18日	第62回例会	勉強会の開催 研修テーマ：「吟醸酒について」講師： 酒造コンサルタント 藤本修志氏	26名	センター
10月11日	「第9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	32名 一般参加	大津市
2月16日	第31回 運営企画委員会	平成27酒造年度新酒きき酒会の開催につい て協議、平成28年度事業計画、役員の改正等		ネット開催
3月17日	新酒きき酒会 (第63回例会)	平成27酒造年度新酒きき酒評価会開催	80名	大津市

・例会の開催は、研究会会員が4部会に所属して、各部会で研修内容等を計画し開催運営しています。

## ⑤屋上緑化用陶製品開発研究会

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」の施工においてにも研究会メンバー3社の製品が採用されました。



東京都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

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、信楽焼における坪庭用陶製品の開発を進めるため以下の内容を踏まえ準備を行いました。

1. 信楽窯業技術試験場で開発を行っている坪庭用機能性材料の活用。
2. 信楽産地が保有する大物技術の活用。
3. 日本文化が世界で認められる中、国外における市場性が大きい。また、東京オリンピック開催による国内市場の拡大

この事業全体について、指導および監修を東京農業大学名誉教授近藤氏に依頼し計画を行い次年度から実施します。

信楽坪庭イメージ図



会員数：企業14・大学1・公設試1

## ⑥信楽陶製照明器具開発研究会

本研究会は平成 19 年 8 月、照明に関する陶製品の開発をするために、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および見学会等を行うことにより滋賀県内セラミック産業および照明関連産業の振興、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と共催し設立しました。

照明関連業界では、省エネという時代の流れにより、白熱電球から低電力、長寿命の LED へと変換され、当研究会ではいち早く LED を使用した照明器具を開発し都心などで展示発表を行い当初の目的は達成しました。

しかし、商品化につながらなかったものが多く、開発時の企画力不足、専門家（デザイナー）との相違の違ひなどの課題が見つかりました。

そこで次年度は、付加価値の高い産地ブランドを育て上げるため、「TEIBAN 商品開発研究会」と名称を発展的に変更し滋賀県内の地場産業の振興を図ります。

現在の会員は、陶器メーカー7社、陶土メーカー2社の計9社です。



平成 20 年度「LED・Shigaraki2009 展」  
東京都ビックサイト



平成 21 年度「LED・Shigaraki2010 展」  
東京都青山の中小企業基盤整備機構アンテナショップ「Rin」

## (6) 産業財産権

平成27年度末現在の保有状況は次のとおりです。

特許権 18件（内、平成27年度中新規登録件数 1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	
4	ポリマーブレンドを含んで成る液中物質移動材料	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	
信楽					
12	電磁波吸収体及びその製造方法	H15. 7. 4	3448012	宮代雅夫*、他	
13	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	
14	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	
15	水琴窟装置	H22. 5. 21	4514129	西尾隆臣	
16	断熱容器及びその製造方法	H22. 12. 10	4644435	横井川正美、中島孝、高畑宏亮	
17	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*	
18	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 7件（内、平成27年度中新規出願件数 2件）

発明の名称	出願日	出願番号	発明者	備考	
栗東					
1	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	H24. 2. 21	34840	平尾浩一、那須喜一、他	審査請求中
2	リグノセルロース含有材料からの機能材料の製造方法	H24. 9. 6	196271	白井伸明、松本正、他	審査請求中
3	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	H24. 11. 30	261928	平尾浩一、那須喜一、他	審査請求中
4	インプラントおよびその製造方法	H25. 2. 25	35185	岡田太郎、他	
5	制振合金を基盤に用いた研磨用回転砥石及びその製造方法	H25. 3. 26	83356	山本典央、平野真、他	
6	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	
7	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	

特許権の実施許諾 28件（内、平成27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	126円
2	掲示具	2	1,503円
信楽			
3	持続的泡模様を液面に形成する容器	4	7,177円
4	セラミックス多孔質体	1	46,656円
5	水琴窟装置	3	19,602円
6	多孔表面陶磁器	2	97,517円
7	透光性陶磁器用練り土及び透光性陶磁器	15	88,772円
計		28	261,353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
無機多孔体に関する研究	京都工芸繊維大学 工芸科学部物質工学課程	27.5.11～27.7.10 27.11.2～28.2.1 (週1日)	三浦 拓巳

### ② 中小企業大学校派遣研修、その他

研 修 テ ー マ	期 間	派遣者名
近畿産技連公設試研究者研修会	27.10.15	土田 裕也 三浦 拓巳
地域ブランド戦略による地域活性化	27.11.4～27.11.6	山下 誠児
公設試験研究機関研究職員研修（座学）	28.1.12～28.1.15	土田 裕也
公設試験研究機関研究職員研修（現場実習）	28.1.18～28.1.22	山本 和弘

## (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
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 8日	月瀬
地場産業支援補助金審査会	滋賀県中小企業団体中央会	5月12日	月瀬 木村
経営革新計画承認審査会	中小企業支援課	6月 1日 7月31日 10月 2日 11月26日 2月 3日 3月10日	月瀬
ものづくり・商業・サービス革新補助金地域採択審査委員会	滋賀県中小企業団体中央会	6月 2日 9月 7日	月瀬
中小企業新技術開発プロジェクト補助金審査会	モノづくり振興課	6月15日	月瀬
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18日	月瀬
ピーク対策・省エネ設備導入加速化事業補助金審査会	エネルギー政策課	7月15日	月瀬
県立テクノファクトリー入居審査会	滋賀県産業支援プラザ	7月17日	月瀬
中小企業知的財産戦略支援事業選考委員会	滋賀県産業支援プラザ	7月24日	月瀬
部内研究評価委員会	モノづくり振興課	8月 4日	月瀬 木村 横井川 山中
新規事業展開トライアル支援事業審査会	滋賀県産業支援プラザ	8月25日	月瀬
高度専門人材確保支援事業審査会	滋賀県産業支援プラザ	8月25日 10月29日	月瀬
全国少年少女チャレンジ創造コンテスト滋賀県大会審判員	滋賀県発明協会	8月27日	櫻井 深尾 山下

審査会等名称	所管	開催日	職員
滋賀県産業廃棄物減量化支援事業費補助金審査会	循環社会推進課	8月27日 1月26日	山中
産業立地促進助成金等交付審査会	企業誘致推進室	9月15日 11月17日 2月19日	月瀬
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16日	山下 小谷
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18日	月瀬
外部研究評価委員会	モノづくり振興課	9月28日	月瀬
滋賀クリエイティブ・ビジネスアイデア・アワード審査会	商工政策課	11月18日	月瀬
しがニュービジネスプランコンテスト・プレゼンテーション審査会	中小企業支援課	12月20日	月瀬
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 5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 5日	山下
低炭素社会づくり審査会	温暖化対策課	3月10日	山中

## 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521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27年度研修生選考について

平成26年10月31日	平成24年度滋賀県窯業技術者養成研修実施広告
平成27年 1月13日～1月30日	願書受付
2月 5日	選考試験
2月19日	選考委員会
3月 2日	合格通知発送

平成27年度は、7名の応募があり5名が受験し試験の結果5名を合格としました。研修については、5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
中浜 駿	大物ロクロ成形	(株)三彩
桜井 周輝	小物ロクロ成形	就職活動中
田中 優次	素地釉薬	(株)釉陶
水杉 幹治	デザイン	平成28年度研修生
榎 涼子	デザイン	艸方窯

#### 研修生の進路状況

5名中3名が産地内で自営および製陶業社に就職し、1名は当試験場における研修を受講しています。また、1名については、就職先を検討しています。

## (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	非酸化物セラミックスの合成に関する研究	龍谷大学 理工学部 3 回生	H27. 8. 24 ～H27. 9. 4
	デザイン分野における 3DCAD と 3Dプリンタの活用	龍谷大学 理工学部 3 回生	H27. 8. 24 ～H27. 9. 4
信楽	何度で焼いたら粘土は水に溶けなくなるのか	龍谷大学 理工学部 3 回生	H27. 8. 24 ～H27. 9. 4
	低膨張セラミック素材の開発	龍谷大学 理工学部 3 回生	H27. 8. 24 ～H27. 9. 4

### (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11日から8月4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23名、28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生かしています。

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



作品展の様子



小学生への指導の様子

## 5. 情報提供等

### (1) 刊行物の発行

#### ① 技術情報誌

『テクノネットワーク』

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

号 数	発 行 月	発行部数
1 1 3	平成 2 7 年 7 月	2, 0 0 0 部
1 1 4	平成 2 7 年 1 0 月	2, 0 0 0 部
1 1 5	平成 2 8 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 0	平成 2 8 年 3 月	1, 0 0 0 部

#### ② 業務報告書

平成 2 6 年度の工業技術総合センター業務活動の年報として、第 2 9 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
2 9	平成 2 7 年 1 0 月	6 5 0 部

## (2) 研究成果報告会

### ① 栗東

滋賀県工業技術総合センターの開設30周年記念事業「一般公開」の一環として、当センターと東北部工業技術センターの合同で平成26年度に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、研究成果4テーマの報告を行いました。

日 時：平成27年11月19日（木） 10：40～11：40

場 所：滋賀県工業技術総合センター 2階 大研修室

参加者：35名

#### ○研究発表

(1) 新規レアメタルフリー化合物太陽電池に関する研究

東北部工業技術センター 機械・金属材料担当  
専門員 ○佐々木 宗生

(2) 鉛フリー青銅鋳物合金「CAC411」とその腐食特性について

東北部工業技術センター 機械・金属材料担当  
主査 ○安田 吉伸  
参事 阿部 弘幸

(3) 小型ひずみ測定システムと疲労試験機を用いたスポーツ用品の寿命予測

工業技術総合センター 機械電子担当  
主査 ○岡田 太郎

(4) 高耐熱性を有する微粒子ポリマーの開発

－導電性微粒子の創成をめざして－

工業技術総合センター 機能材料担当  
主査 ○土田 裕也

### 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28年2月17日（水） 13：30～16：15

場 所：信楽窯業技術試験場 2階会議室

参加者：27名（15社）

#### ○特別講演

「中小企業のための経営戦略論」

立命館大学大学院テクノロジーマネジメント研究科 品川 啓介 氏

#### ○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

#### ○研究報告

「信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発」

陶磁器デザイン担当 専門員 川澄一司

#### ○研究報告

「低膨張セラミックスの研究」

セラミック材料担当 主任主査 坂山 邦彦

#### ○機器紹介

「サーモグラフィカメラ」

セラミック材料担当 主任技師 三浦 拓巳

### (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」

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・関係団体 11 機関

#### ○ 会期・会場

本 展 平成 27 年 7 月 9 日～15 日 瀬戸蔵 (瀬戸市)  
岐阜展 平成 27 年 10 月 17 日～19 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・技術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28年3月末の登録数は1,229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(30周年記念事業)の開催

センターでは平成20年度より夏休み期間中の小学生やその家族を対象に一般公開を開催してきました。平成27年度は、当センターが開設30周年を迎えたことから研究成果報告会と同時に30周年記念行事として「まいど1号からまなんだ人づくり」(宇宙開発協同組合SOHLA理事長杵本日出夫氏)と、「研究が明らかにする運動と栄養摂取の相乗効果」(立命館大学スポーツ健康科学部藤田聡氏)の特別講演を開催しましたところ、企業関係者をはじめ多くの一般県民の方々に参加いただきました。

開 催 日 参加者 (のべ/実人数)	内 容
H27年11月19日 156名/102名	○センター見学ツアー ○合同研究成果報告会 ○30周年特別講演会 ○センターとの連携で開発された製品の展示紹介、 (一社)滋賀県発明協会、信楽窯業技術試験場コーナー

## (8) 見学者等の対応

センター開設以来、施設、機器、運営等について、海外を含め、県内外から、技術者、経営者、行政関係者等の多数の視察、見学があります。この他にも、県内外の企業からの試験機器の見学対応を行っています。平成27年度の見学者数は延べ188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)	10	H27. 10. 22
合 計	10	

〈信 楽〉

所 属	見学者数(名)	見学日
甲賀市立信楽小学校 六年生	48	H27. 10. 19
甲賀市立雲井小学校 四年生	22	H28. 2. 16
甲賀市立信楽小学校 二年生	2	H28. 2. 18
甲賀市立信楽小学校 三年生	42	H28. 2. 25
その他	64	
合 計	178	

(9) 報道関係機関への資料提供

1. 報道関係機関への取材対応

〈栗東関係分〉

媒体	内容	掲載紙等	掲載日等
T V	ほっこり和む 普段使いの木工品～滋賀の木工（仮）～	NHK BSプレミアム 「イッピン」	27. 6. 30
			27. 7. 6 再

〈信楽関係分〉

媒体	内容	掲載紙等	掲載日等
新聞	モダン信楽焼海外飛躍挑む 県窯業試験場3年計画坪庭向け	京都新聞	28. 1. 15
	日本の伝統「坪庭」と「焼物」の融合で新たな事業	環境緑化新聞	28. 1. 15
T V	一体なぜ？ネットで売られる手りゅう弾（信楽焼製地雷薬筐 試験場収蔵品）	NHK総合 所さん！大変ですよ	27. 9. 3
	近江鉄道 信楽高原鐵道の旅（信楽焼の狸と昭和天皇の関係について）	BSジャパン 聞きこみ！ローカル線気まぐれ下車の旅	27. 9. 21
	県水産課委託事業として信楽の窯元が琵琶湖産真珠貝の貝殻を試験場の技術指導により粉碎・分級し陶器製品開発	NHK総合 「おうみ発630」	27. 12. 11
	とびだせ！わくわく学習室6年生社会「信楽焼の始まり」（教育番組）	びわこ放送	27. 12. 14

## 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27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28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」とされていますので、昨年度同様、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
南部地域	草津市	2
	守山市	2
	野洲市	2
	栗東市	1
甲賀地域	甲賀市	1
	湖南市	1
東近江地域	東近江市	1
	竜王町	1
湖東地域	彦根市	4
	愛荘町	1
湖北地域	長浜市	1
合計		17

### (3)信楽焼生産実態調査結果

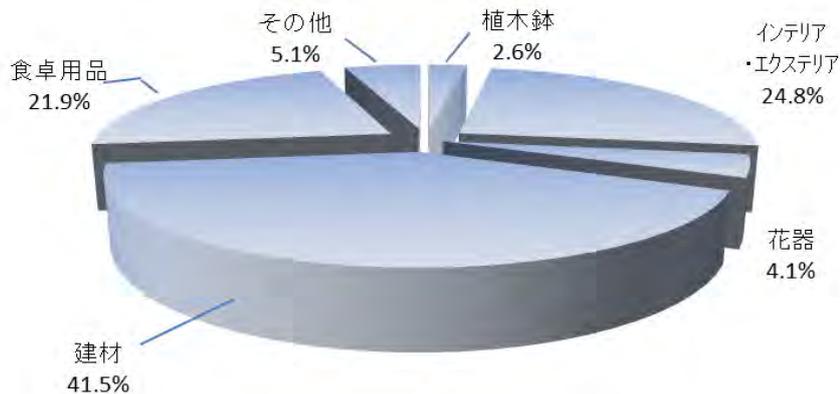
	平成27年	前年比(%)
生産額 (万円)	349,059	101.2
調査回収企業数	77	92.8
調査対象企業数	79	94.0
回収率	97.5%	98.6

平成26年
345,043
83
84
98.8%

対象期間：平成27年1～12月 調査対象：信楽陶器工業協同組合員

品目	平成27年	前年比(%)
植木鉢	9,061	105.3
インテリア・エクステリア	86,489	100.1
花器	14,392	95.9
建材	144,887	100.1
食卓用品	76,270	98.5
その他	17,960	140.6

平成26年
8,601
86,426
15,005
144,793
77,448
12,770



※構成比は小数点以下第1位を四捨五入しているため、合計しても必ずしも100とはならない。

#### 従業員数 (人)

	平成27年	前年比(%)
男	254	94.8
女	94	98.9
パート・その他	115	96.6
計	463	96.1

平成26年
268
95
119
482

#### 窯の種類・数 (基)

	平成27年	前年比(%)
灯・重油単	9	90.0
トンネル	2	66.7
ガス	159	94.6
電気	47	94.0
登窯	4	133.3
穴窯	23	88.5
その他	0	0.0
計	244	93.5

平成26年
10
3
168
50
3
26
1
261

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27年度 研究報告



# 平成27年度研究報告一覧

No	研究内容	報告者	頁
1	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1報）	岡田太郎	70
2	液相合成法による機能性無機顔料の研究（第1報） —錯体重合法によるZrSiO <sub>4</sub> 粉末の合成—	前川 昭	73
3	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	76
4	光機能性薄膜の創製に関する研究（第3報）	山本和弘 安達智彦	78
5	清酒製造における酒母（しゅぼ）の安定製造法の開発 —分離硝酸還元菌および乳酸菌を用いた小仕込み試験—	岡田俊樹	82
6	加熱加湿法によるサンプリングバッグの高効率洗浄法の開発（第1報）	土田裕也	85
7	新規導電性高分子粒子の開発（第3報）	土田裕也	89
8	信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発（第1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	93
9	炭素材料の高純度化に関する研究（第1報）	安達智彦 山本和弘	97
10	低膨張セラミックスの開発研究（第2報）	三浦拓巳 坂山邦彦 中島 孝	104

# 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1報)

岡田 太郎\*  
Okada Taro

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。2方向のひずみを同時に測定できるようにしたことで、走行中の自転車のペダルから、クランク1回転中に刻々と変化する踏力の大きさと力の方向を測定することができた。

スポーツ用品の製品寿命の評価をメインターゲットとして研究を進めているが、今後は県内企業に対し、これまで測定が難しかった移動体のひずみ測定が可能になったことを周知し、搬送機器の製品寿命評価といった用途開拓も進めていく予定である。

## 1 はじめに

2020年の東京オリンピックを控え、また健康福祉や予防医療の観点からも近年はスポーツに対する注目が非常に高まっている。どのようなスポーツにおいても器具の軽量化は、負荷の低減や成績の向上に直結する大きな課題である。最近では選手以外の一般競技者が趣味で用いる器具でも、高級品にはチタンやアルミニウムのような軽金属に加えCFRPが用いられるようになり、軽量化が行われている。

しかしながら、器具の軽量化に反して日本人の平均的な体格は大型化が進んでおり、従来の認識を超える負荷によって事故が発生する可能性が高まっている。競技選手に限らず、肥満体型の人が健康のために運動を始めようという際も同様である。

そこで、器具に実際に加わる負荷やひずみを測定するための小型のデバイスを作製し、得られたデータから負荷状況を再現した疲労試験を行い、製品寿命を予測するプロセスの構築を目指す。本年度は、小型デバイスの構築に注力し、従来では難しかった回転移動するような器具に加わる負荷の測定を行った。

## 2 小型ひずみ測定システムについて

### 2.1 従来システムからの改良

当センターが所有するひずみ測定システムとして最も基本的なものは、被測定物にひずみゲージを貼り付け、ブリッジ、アンプを経由して記録計に接続するというものである。精度よくひずみを測定できるもの

の、記録計や動ひずみ計の重量が重く、100V電源が必要な上にケーブルが絡まるため、移動体や回転体のひずみ測定に用いることはできない。

そこで、可搬性を重視して従来よりも小型かつ電池駆動するひずみ測定システムの構築を目指した。サイズの見積りは名刺サイズである90mm×50mm以下とし、厚みは20mm以下、1時間以上駆動できることを条件とした。

### 2.2 パーツの選定と構築

前述の条件を満たすべくパーツの選定を行った結果、記録計として非常に小型である株式会社ATR-PromotionsのTSND121<sup>1)</sup>を用いた。動ひずみ計として駆動するアンプには、記録計とは別に電源が必要であるためラジコン用の7.4V充電電池を選定した。ひずみゲージの接続パターンを複雑に組み替えることはできないため、ブリッジの構造は簡略化し、基板上に120Ωの抵抗を配置した。なお、後述の実験の性質上2箇所以上のひずみを測定する必要があるため、ひずみゲージを接続する端子とアンプ2つを配置した。

各パーツを接続するための電子基板をCircuitCAMで設計し、LPKF Laser & Electronics株式会社のProtoMat S100<sup>2)</sup>で加工した。その後選定したパーツを実装し、サイズ・駆動時間共に条件を満たすシステムを構築した(図1,2)。

\* 機械電子担当

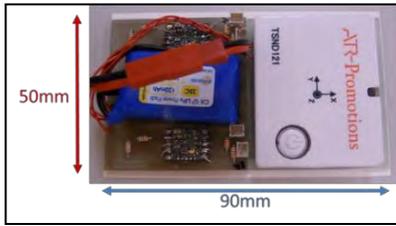


図1 小型ひずみ測定システム



図2 従来システムとのサイズ比較

### 3 測定対象の選定

#### 3.1 測定対象の選定

構築した測定システムの性能評価を行うために、回転運動しながら移動する器具として、大きさ、パーツ入手の容易さ、近年の競技としての人気の上昇といった点を考慮して、自転車を選定した。

#### 3.2 測定箇所について

走行中の自転車において回転運動している箇所として、ホイールとクランク周辺部がある。独立行政法人国民生活センター<sup>3)</sup>を参照すると、自転車における事故や破損といった案件は、ホイールよりはクランク周辺、特にペダルで多く報告されている。そこで、クランク周辺にひずみ測定システムを装着し、ペダルシャフトに貼り付けたひずみゲージが感知する曲げひずみから、走行中のペダルに加わる負荷の方向の変化と最大値の測定を試みた(図3)。



図3 ひずみ測定システムを装着したクランク

#### 3.3 測定する2箇所の位置関係

今回の負荷測定に用いたペダルにおいて、ひずみゲージはペダルシャフトを取り付けたときのクランク端面から14mmの位置に貼り付けた(図4)。前述のと

おり同時に2箇所のひずみが測定できるため、2箇所目(センサー2)は、1箇所目(センサー1)からシャフトの円周方向に角度が90°となる位置に貼り付けた。なお、地面鉛直に対してクランク角が3時の位置において、センサー1は反時計回りに30°の位置となる(図5)。

測定した曲げひずみから算出される負荷をベクトル合成することで、負荷の方向と最大値を算出することが可能となる。

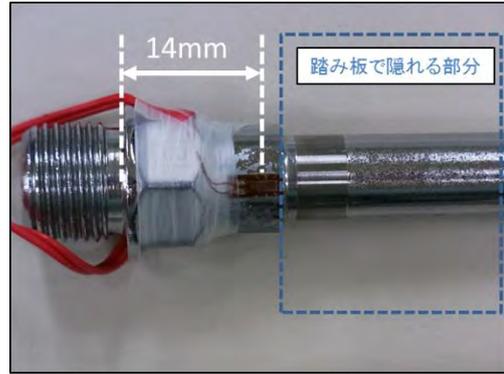


図4 ひずみゲージの貼り付け位置

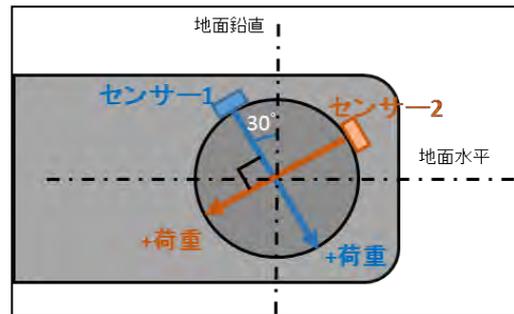


図5 ひずみゲージの円周方向位置関係

### 4 特性値の測定

#### 4.1 ひずみと曲げモーメントの関係

万能材料試験機を用い、ペダルの踏み板の中心(取り付け部から50mm)に荷重を加え、1kNごとに試験機を停止して、ひずみゲージに発生する電圧変化を測定した。3kNまでの荷重においては1kNあたり(曲げモーメントとしては50N・mあたり)約300mvという比例関係が得られた(図6)。

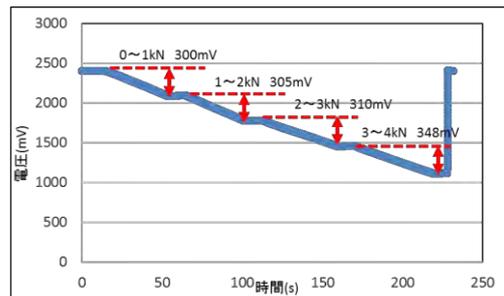


図6 ひずみゲージに発生する電圧と荷重の関係

## 5 走行中のひずみ測定

### 5.1 定常走行中にペダルに加わる負荷

走行中の自転車のペダルシャフトに発生するひずみの測定を行った。測定箇所 1,2 の電圧変化を荷重に変換し、ベクトル合成した負荷を 50mm 位置換算の踏力としてグラフに図示した (図 7)。

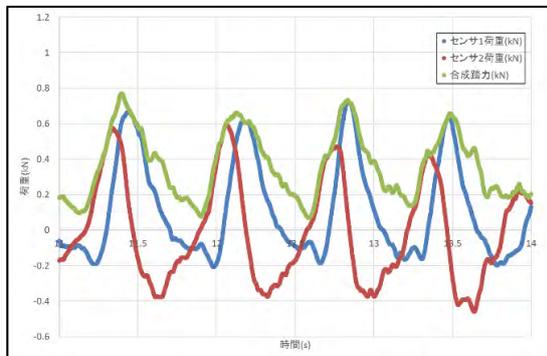


図 7 50mm 位置換算の荷重グラフ

### 5.2 クランク位置と踏力の方向の関係

一般的にペダルをこぐ際の踏力は、クランクが 3 時の位置において最大値が発生していると言われる。そこで、3 時の位置を基準として各ひずみセンサーが感知した荷重のベクトルから、 $22.5^\circ$  毎に合成踏力の方向関係を図示した (図 8)。

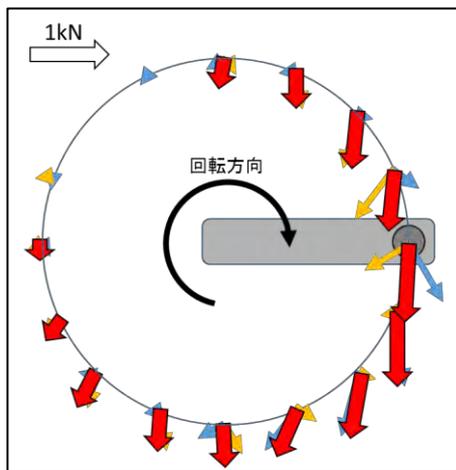


図 8 クランク角度と合成踏力の方向

## 6 今後の方針

今回の実験から、小型のひずみ測定システムを用いることで、回転しながら移動する物体のひずみを測定して、各部に加わる負荷が測定できることを確認した。また、測定位置の工夫によりベクトル合成から最大荷重の大きさと方向を特定できることを確認した。

次年度は、測定された実荷重条件をフィードバックした疲労試験を行い、製品寿命を評価するフローの構築を行う。

県内企業に対しては、これまで測定が難しかった移動体の負荷測定を行えるようになったことを周知し、搬送機器等の分野での製品寿命評価を促し、製品開発を支援したいと考える。

### 参照リンク

- 1) <http://www.atr-p.com/products/TSND121.html>
- 2) <http://jp.lpkf.com/index.htm>
- 3) [http://www.kokusen.go.jp/ncac\\_index.html](http://www.kokusen.go.jp/ncac_index.html)

# 液相合成法による機能性無機顔料の研究(第1報)

## 錯体重合法によるZrSiO<sub>4</sub>粉末の合成

前川 昭\*  
MAEGAWA Akira\*

**要旨** すぐれた顔料の原料である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。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、プラセオジムイエロー(ZrSiO<sub>4</sub>-Pr)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。

これまでの研究において、低温合成法については、ゾルーゲル法での報告例があるだけであり、種々の元素を導入しやすい錯体重合法でのジルコン粉末の合成を試みた。

### 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)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、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、ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>前駆体試料を作成した。

#### 2.2 フラックスの添加

研ゾルーゲル法では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と報告されていることから、本実

験ではフラックスの添加を検討した。フラックスとしては、LiClとB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を使用した。フラックスはクエン酸溶液に加えた。

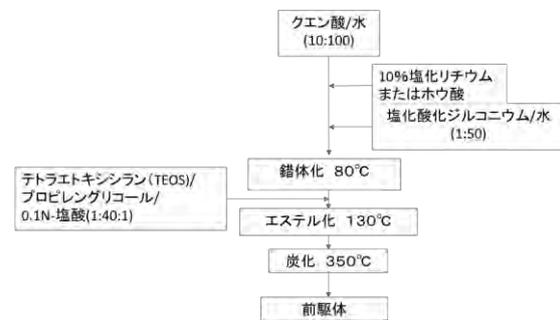


図1 ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>前駆体の合成フローチャート

#### 2.2 焼成方法

前駆体の焼成は、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。

#### 2.2 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>1)</sup>の報告をもとに計算した。X線回折パターン<sup>1)</sup>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。

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

### 3 結果と考察

#### 3.1 ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>高分子ゲルの作成

錯体重合法とは、金属塩に水中でクエン酸を加えて金属クエン酸錯体をつくり、そこにグリコールを加えエステル重合させて高分子ゲルを得、この高分子ゲルを仮焼、本焼して酸化物を得る方法である。このため、水に可溶性化合物がないケイ素のような元素は、この方法は適用できな



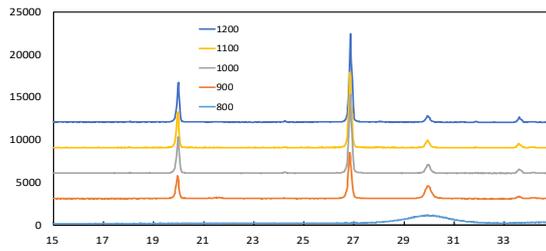


図6 LiCl : 0.1mol添加のZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>試料の種々の焼成温度でのX線回折パターン

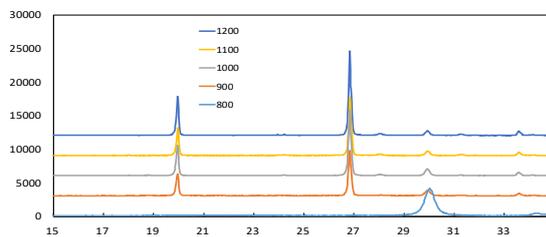


図7 LiCl 0.2mol添加のZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>試料の種々の焼成温度でのX線回折パターン

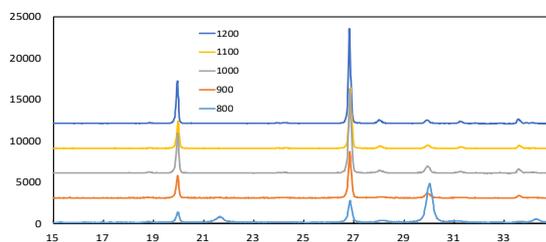


図8 LiCl 0.3mol添加のZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>試料の種々の焼成温度でのX線回折パターン

次に、図9にLiCl添加量別に各焼成温度における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1100°Cで生成率が80%以上となったがLiCl添加量が0.2や0.3molの試料については1200°C焼成で、焼成容器のアルミナルツボの底に、少量の融着が見られた。

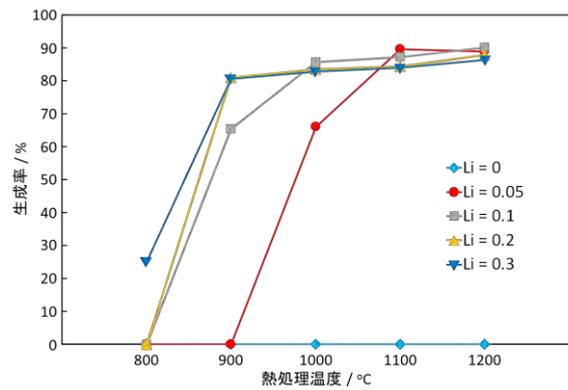


図9 LiClの変化によるZrSiO<sub>4</sub>の生成率

これらのZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>試料の結晶化挙動は、庄山と同じ出発原料を使用したゾルゲル法でのZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>試料の結晶化挙動とほぼ同じであり、今回作製した前駆体はゾルゲルで作製されたゲル試料と同様の状態でケイ素やジルコニウムが分布した状態となっていたと考えられる。

#### 4 まとめ

従来の錯体重合法では困難であったジルコンの合成において、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、クエン酸とジルコニウムの錯体を含むエステルを形成し、これを炭化し前駆体が得られた。この前駆体を焼成し、1000°C程度で80%以上の高収量のジルコンが得られ、この結果はゾルゲル法と同様であった。

これらの結果から、ジルコンなどのケイ酸塩化合物の合成にはグリコール修飾シランを用いた錯体重合法が有効であることが分かった。今後この方法を用いることにより、これまで不可能であった成分の導入が可能になることが予想されることから、あらたなケイ酸塩顔料の合成の可能性が広がるものと思われる。

#### 参考文献

1. 小林秀彦他、セラミックス論文誌、98、p.1109(1990)
2. 庄山昌志、三重県窯業試験場年報 Vol.29,52～56(平成6年度)

# 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、電極合剤(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、集電体と電極合剤間が剥がれやすくなる。そのため、新規に電極部剤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。

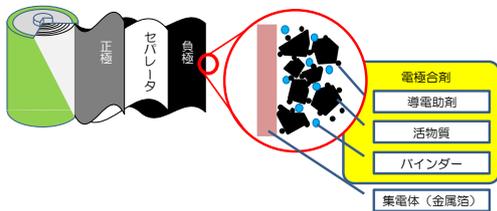


図1 リチウムイオン二次電池の構造

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、電極合剤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無い。

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の検討を実施し

た。本年度は万能材料試験機を用いた評価方法を検討した。また、バインダー間での比較を実施した。

## 2 実験

### 2.1 万能材料試験機を用いた評価方法の検討

本試験では株式会社島津製作所の低荷重物性試験機EZ-Sを用い、市販の電極(負極、電極合剤厚:50 $\mu$ m)での評価を行った。

図2に示す治具( $\phi$ 9.5mm円板)と電極を両面テープで接着したものをクランプで固定し、一定速度(10mm/min.)で引張を実施した。

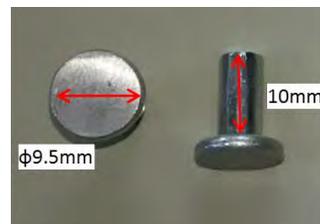


図2 使用治具

### 2.2 異なるバインダーを用いた電極の密着強度評価

水系バインダー2種、および非水系バインダーの計3種の剥離強度についてスクラッチ試験機を用いて測定した。

活物質、導電助剤、バインダーを一定の比率になるように量り取り、株式会社シンキー製の真空攪拌脱泡装置ARV-310を用いて電極合剤を作製した。作製した電極合剤を、電極塗工機(ベーカー式アプリケーション)を用いて銅箔に塗工し乾燥、電極を作製した。測定条件を表1に示す。

表1 測定条件

圧子先端径	800 $\mu$ m
測定荷重	0.03~5.0 N
測定距離	10 mm
移動速度	10 mm/min
負荷速度	4.97 N/min

\* 機能材料担当

\*\* 東北部工業技術センター

### 3 結果と考察

#### 3.1 万能材料試験機を用いた評価方法の検討

測定結果を図3、4に示す。試験後の電極は治具全体で銅箔・電極間で剥離していた。また、図4の測定結果より、0mm(試験開始)から約0.1mmまでが負の値(圧縮の力)を示していた。これは、図5に示すように、クランプにセットする際にクランプを固定するネジの軸よりも治具の全長が短いため、クランプのネジを締めると治具が動いて圧縮方向の力が働いたと考えられる。電極の剥離時に試験力が最大値に到達し、その値は平均で43.77N(n=10)であった。

次年度以降でスクラッチ試験機での評価結果との相関性等を検討する。



図3 試験後の電極状態

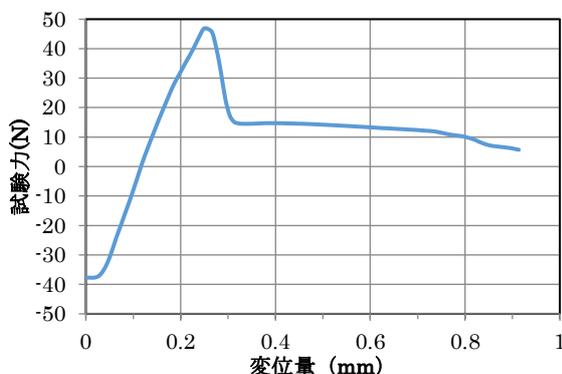


図4 測定結果

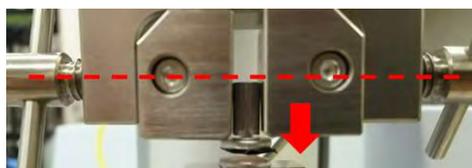


図5 クランプに固定した治具の状態

#### 3.2 異なるバインダーを用いた電極の密着強度評価

測定結果を図6に示す。水系バインダーが非水系よりも密着強度が強かった。これは接着機構が異なる<sup>4)</sup>事に起因する。水系バインダーは活物質を点で接着するのに対し、非水系バインダーは、バインダーが作る網の中に活物質を保持するようにして接着している。そのため、添加割合を一定にして比較すると、密着強度は水系バインダーが強くなる。2種の水系バインダー間の密着強度を比較すると、大きな差はなかった。

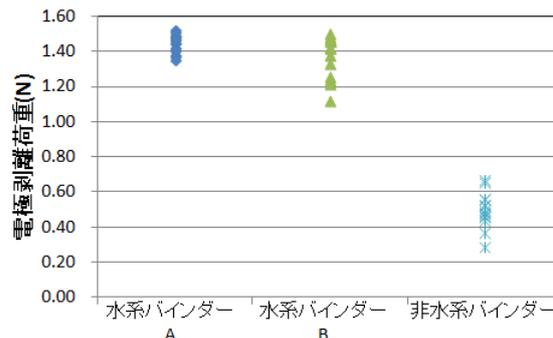


図6 バインダー間の比較

### 4 まとめ

万能材料試験機を用いた電極の密着強度評価が可能であった。異なるバインダー間での密着強度を比較すると水系バインダーの強度が非水系よりも強いことがわかった。

#### 参考文献

- 1). 芳尾真幸 小沢昭弥 編、リチウムイオン二次電池 第二版—材料と応用—、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)
- 4). 吉野彰 監修、二次電池材料の開発、シーエムシー出版 (2009)

# 光機能性薄膜の創製に関する研究（第3報）

山本和弘\*  
YAMAMOTO Kazuhiro\*

安達智彦\*\*  
ADACHI Tomohiko\*\*

眞田智衛\*\*\*  
SANADA Tomoe\*\*\*

小島一男\*\*\*  
KOJIMA Kazuo\*\*\*

**要旨** 本研究では、液相法により粉末状の赤色発光材料を作製し、従来の方法よりも低温で熱処理を行うことを可能とした。発光中心として Mn を添加することで赤色の蛍光を確認することができた。Mn の添加量に対する蛍光強度の依存性をさらに詳細に調査するために、蛍光量子効率の測定を行った。その結果、蛍光量子効率測定の結果と蛍光光度計を用いて算出した蛍光強度の結果は類似した傾向を示した。また、蛍光色度測定の結果から市販の蛍光体と近い色度をしめした。粒子径を制御するために、液相におけるかく拌温度を変化させた。その結果、かく拌温度を上昇させるにつれて凝集が抑制され、粒子径が小さくなる傾向にあることを確認した。

## 1 緒言

照明、ディスプレイ、表示灯、夜光塗料などは様々な場面で使用されており、その分類としては白熱灯、蛍光灯、LED、冷陰極管、無機 EL、有機 EL などが挙げられる。これらの部材には蛍光体を使用されており、大きく無機材料と有機材料に分けることができる。無機材料の特徴として、環境によって劣化されにくいこと、長期にわたって安定性が確保しやすいことなどが挙げることができ、活用の幅が広い。

無機蛍光材料はホストとなる材料と発光中心となる材料により構成させることが一般的であり、これまでにマンガンを発光中心とした MgO-GeO<sub>2</sub> 系ホスト材料の赤色蛍光体について報告がなされている<sup>(1,2)</sup>。

光の三原色（青、緑、赤）のひとつである赤色の蛍光体には少量ではあるが、希土類元素であるユウロピウムなど高価で希少な元素が使用されることがある。しかし、希土類元素は一般にコスト、資源的な問題を抱えており<sup>(3)</sup>、本研究では発光中心としてマンガンに注目をした。

試料の作製方法としてゾル-ゲル法を使用するが、ゾル-ゲル法の利点として出発原料が粉末であっても溶媒に溶かし込むことができれば、原子・分子レベルで混合ができることが挙げられる。原料としては各種の塩やアルコキシドなどが用いられ、溶液中での加水

分解や重縮合を経て連続ネットワークを形成することができる<sup>(4,5)</sup>。また、溶液が反応場となるため、試料形態を制御（微粒子化）できる可能性もある。

これまでにゾル-ゲル法により作製された Mn 含有 MgO-GeO<sub>2</sub> 系ホスト材料では結晶構造、結晶子サイズ、マンガンの配位状態などによる発光特性の変化が報告されているが、その主な結晶相は MgGeO<sub>3</sub> である。このホスト材料中ではマンガンは 2 価で 6 配位の局所構造をとっており、その発光波長は 660nm 付近であるため、演色性が高い。一方、マンガンの価数は 2 価以外にも 4 価も広く知られており、この場合の発光波長は 620~680nm の範囲にあるとされている。Mg<sub>4</sub>GeO<sub>6</sub> 結晶中でマンガンは 4 価で存在すると考えられているが、固相反応による Mg<sub>4</sub>GeO<sub>6</sub> 結晶の作製には 1400℃ 程度の高温が必要とされている。

本研究ではより低温での熱処理を可能とすることおよび粒子形状の制御を目指して、溶液原料の組成比の検討、熱処理時の温度の影最適化、ドーパント添加量の最適化、蛍光強度測定による評価、溶液かく拌時の温度が凝集を抑える効果を確認してきた<sup>(6)</sup>。今回、蛍光量子効率による材料評価、発光色度の評価と、溶液攪拌時の温度が粒子形状に与える効果の詳細を検討する。

## 2 実験

### 2.1 蛍光体粉末作製

（蛍光量子効率・色度の検討）

量子効率・色度の測定には、前回の報告で作製した試料を用いた<sup>(6)</sup>。Mn の添加量は 0.05~1mol%、熱処

\* 機能材料担当

\*\* 信楽窯業技術試験場

\*\*\* 立命館大学 生命科学部

理条件は 1200 および 1400°C、1 および 5 時間の試料を用いた。また、溶液のかく拌は室温で行った。

### (溶液温度依存性の検討)

試料作製は既報の手法と同様に行った<sup>(6)</sup>。出発原料としてテトラエトキシゲルマニウム、硝酸マンガ六水和物、酢酸マンガ四水和物、エタノールを用いた。出発原料のカチオン (Ge、Mg)、エタノール (EtOH)、H<sub>2</sub>O の比率を Ge : Mg : EtOH : H<sub>2</sub>O = 1 : 4 : 20 : 1 となるように秤量し、Mn の添加量はホストに対して 0.1 mol% とした。

作製手順は、エタノールに硝酸マンガ六水和物を加え、そこにテトラエトキシゲルマニウムを加えて攪拌した。別途エタノールに酢酸マグネシウム四水和物を加えて攪拌した溶液と前述の溶液を合わせて、密閉系において各温度 (室温、50°C および 80°C) でかく拌を行った。得られた溶液を 80°C、100°C で乾燥を行い、昇温速度 10°C/分、1200°C で 5 時間の熱処理を行った。

## 2.2 評価測定

発光量子効率および発光色度は、発光効率測定装置 (浜松ホトニクス製、C9920) を用いて、励起波長 254 nm で測定を行った。蛍光の取り込み範囲は 400~720 nm とした。結晶構造の評価には、X 線回折装置 (リガク製、RINT2500V) を用いて、Cu 管球出力は 40 kV、40 mA で測定を行った。形状観察を行うために、電界放射型電子顕微鏡 (日立製作所製、S-4200) を用いた。

## 3 結果および考察

### 3.1 蛍光体粉末の発光量子効率と色度

図 1 に発光量子効率測定時のスペクトル例を示す。発光量子効率はリファレンスに対してサンプルが吸収した励起光のフォトン数と、発光されたフォトン数の割合から算出される。図 1 では 254 nm の励起光の強度差の分だけサンプルがフォトンを吸収している。その後、約 600~700 nm の範囲で Mn から蛍光が生じている。これらの比をとることで、測定した材料の励起光に対する発光の効率 (発光量子効率) を評価することが可能となる。前報では発光強度の評価に蛍光スペクトルから算出した積分強度を用いたが、発光量子効率による評価を行うことで、さらに正確な蛍光材料評価を行うことができる。

各種の熱処理条件における Mn 添加量に対する発光量子効率をプロットしたものを図 2 に示す。どの熱処理条件でも Mn の添加量が 0.1 mol% 前後で発光量子効率の極大を示しており、そのなかでも 1200°C、5 時間の熱処理を行った試料が最も大きな発光量子効率を示した。この結果は、前報の積分強度の測定結果と類似している<sup>(6)</sup>。そのため蛍光積分強度からでも発光効率

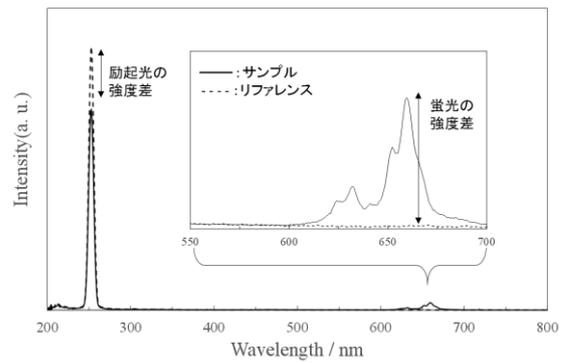


図 1 発光量子効率の測定スペクトル例。

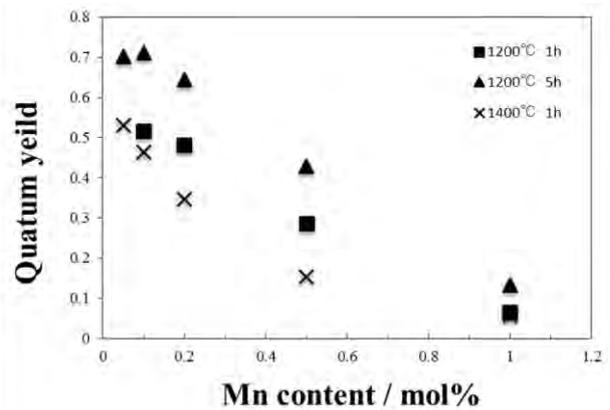


図 2 発光量子効率と Mn 含有量のプロット。

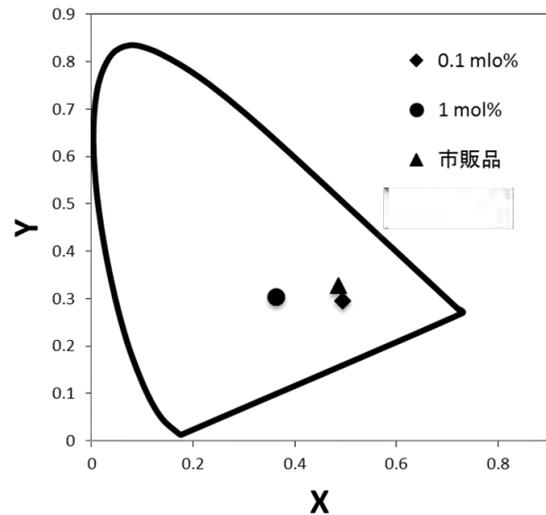


図 3 各 Mn 含有量における蛍光色度。

の傾向をある程度定量的で簡易に掴むことができると考えられる。本サンプルにおける最大の発光量子効率は 0.711 であった。市販の赤色蛍光材料は 0.9 を超えておりこの値には及ばないが、後述するようにかく拌溶液作製などの条件によって改善の余地がある。また、図 3 に CIE<sub>x</sub>y 色度図上に今回測定した試料の座標値をプロットしたものを示す。1 mol% の Mn 添加量



## 4 まとめ

液相から作製した赤色発光材料として Mn 含有  $\text{Mg}_4\text{GeO}_6$  の蛍光量子効率、色度などの蛍光特性の検討および試料作製時のかく拌温度が粒子形状などを与える影響の調査を行った。

蛍光量子効率は最大で 0.711 であり、色度は市販の赤色蛍光体に近いものであった。また、試料作製時のかく拌温度を  $80^\circ\text{C}$  まで上げると試料の凝集を抑制することができ、粒径も小さくすることが可能であった。

本研究の一部は、科学技術振興機構の研究成果展開事業 研究成果最適展開支援プログラム フィージビリティスタディの助成を受けております。

### 参考文献

- 1) T. Sanada, et al., J. Sol-Gel Sci. Techn., 41, 237 (2007).
- 2) M. Iwasaki, et al., Sci. Technol. Adv. Mater., 4, 137 (2003).
- 3) 和田憲幸：セラミックス, 317 (2016) No.5.
- 4) 作花済夫：ゾルーゲル法のナノテクノロジーへの応用, (2005).
- 5) 作花済夫：ゾルーゲル法の応用, (1997).
- 6) 山本和弘ほか：滋賀県工業技術総合センター業務報告, 79-82 (2008).

# 清酒製造における酒母（しゅぼ）の安定製造法の開発

## — 分離硝酸還元菌および乳酸菌を用いた小仕込み試験 —

岡田 俊樹\*  
OKADA Toshiki

**要旨** 清酒製造において、酵母の大量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はある。そこで、製造過程から分離した微生物を利用して製造が可能となれば、安定した製造が可能となり、新製品開発へ繋げることができる。本試験は、分離微生物を利活用して実際に酒母製造が可能か検証する。今回は、製造で利用可能と考えられた乳酸菌等を用いて実験室レベルでの小仕込み製造試験を実施した。

## 1 はじめに

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ため酒母が製造される。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（速醸系酒母）。

一方、明治頃までの酒母の製法は、硝酸還元菌や乳酸菌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約1ヶ月を要した（生もと系酒母）。しかしながら、この製法は、多くの経験が必要で、不安定なことがあるので安定した製法の開発が求められている。

清酒業界は、個性的で、差別化がされた清酒が求められている。生もと系酒母は、芳醇で濃厚な清酒の製造が可能なることから、製造企業は、生もと系酒母での製品開発に期待している。また、製造企業は、自社に棲み付いた微生物で製造する要望がある。そのため、当センターでは、実際の製造現場から硝酸還元菌および乳酸菌を分離、収集を行い、製造に活用できないか検討してきた。本報は、前報<sup>1)</sup>で記載した選抜株を用いて小規模のスケールで試験を実施した。

## 2 実験方法

### 選抜微生物を用いた小規模製造試験

#### 1) 総米 250g での小仕込み試験(硝酸還元菌、乳酸菌同時添加)

1L のトルビーカーに、 $\alpha$  化米(徳島精工製)175g、冷凍麹(県内企業製)75g、蒸留水(硝酸カリウムを蒸留水 1L あたり 0.1g 添加)475ml を混合して、前報<sup>1)</sup>で選出した各硝酸還元菌(N 液体培地の培養液 2.5ml) および乳酸菌(MRS 液体培地の培養液 2.5ml) を同時に接種した。接種は、蒸留水の一部に混合して行った。その後、12°C で 11 日間、亜硝酸反応および酸の生産(酸

度)を確認した。なお、攪拌は、1 日 2 回行った。供試菌株は、前報<sup>1)</sup>で選抜された硝酸還元菌 3 種類、乳酸菌 4 種類で 6 試験区を設定して実施した。また、ブランク試験として、硝酸還元菌および乳酸菌を添加しない区分を併せて実施した。

#### 2) 総米 150g での小仕込み試験(硝酸還元菌、乳酸菌時差添加)

500ml のトルビーカーに、 $\alpha$  化米(徳島精工製)105g、冷凍麹(県内企業製)45g、蒸留水(硝酸カリウムを蒸留水 1L あたり 0.1g 添加) 285ml を混合して、各硝酸還元菌(N 液体培地の培養液 2ml) および乳酸菌(MRS 液体培地の培養液 2ml) を接種した。接種は、硝酸還元菌は蒸留水の一部に混合して行い、乳酸菌は、4 日目に添加した。試験は、12°C で開始して 15°C までの昇温で 15 日間行い、亜硝酸反応および酸の生産(酸度)を確認した。なお、攪拌は、1 日 2 回行った。供試菌株は、前述の 1) で選抜された硝酸還元菌 3 種類、乳酸菌 2 株で 3 試験区を設定して実施した。

#### 3) 総米 600g での小仕込み試験(硝酸還元菌、乳酸菌同時添加)

4L 容量の瓶に、 $\alpha$  化米(徳島精工製)420g、冷凍麹(県内企業製)180g、蒸留水(硝酸カリウムを蒸留水 1L あたり 0.1g 添加)1,140ml を混合して、各硝酸還元菌(N 液体培地の培養液 20ml) および乳酸菌(MRS 液体培地の培養液 20ml) を接種した。接種は、蒸留水の一部に混合して行った。その後、12°C で 15 日間、亜硝酸反応および酸の生産(酸度)を確認した。また、アルコール発酵酵母の添加は、日本醸造協会の協会 9 号を用い 4 日目に行った。なお、攪拌は、1 日 2 回行った。供試菌株は、前試験までに選抜された硝酸還元菌 2 種類、乳酸菌 2 種類で 2 試験区を設定して実施した。また、併せて速醸系酒母を比較試験として実施し

\* 機能材料担当

た。使用酵母は、日本醸造協会の協会9号を用いて仕込み時に添加した。

### 3 結果と考察

#### 1) 総米 250g での小仕込み試験(硝酸還元菌、乳酸菌同時添加)

本試験は、硝酸還元菌と乳酸菌を酒母製造の仕込み時に同時に添加して、亜硝酸反応が出現して消失するとともに、酸生成が進行するかの確認である。また、酸生成において *Leuconostoc* 属と *Lactobacillus* 属の両菌が必要なのか検討した。試験の様子を図1に、結果を表1に示した。亜硝酸反応は、6試験区とも2日目もしくは3日目から出現し4日目まで続いた。中でも KBS-3 の反応が最も高かった。酸生成は、4日目に3~4mlを生成し、11日目には6ml以上に達した。*Leuconostoc* 属と *Lactobacillus* 属の両菌を用いた場合と *Lactobacillus* 属単独とでは、酸生成は同程度か単独の方が若干多い傾向だった。そのため、今後は、*Lactobacillus* 属単独の使用とした。なお、KAL-26は、*Lactobacillus curvatus* で、UCL-101は、*Lactobacillus sakei* であることから UCL-101の *Lactobacillus sakei* が酸の生産性が高く、これまでの試験と同様の結果だった。

#### 2) 総米 150g での小仕込み試験(硝酸還元菌、乳酸菌時差添加)

本試験は、酒母の製造で硝酸還元菌と乳酸菌を時差で添加(亜硝酸反応の確認後乳酸菌を添加)と同時添加との異同、亜硝酸反応の出現と消失、酸生成が進行するか確認した。結果を表2に示した。試験は、3試験区で、硝酸還元菌 KBS-3 は、2日目から強い発色を示し、5日目をピークに減少していった。他の2試験区(KAS-3, UCS-11)は、2日目ないし3日目に出現し、5日目には消失した。この両菌は、亜硝酸反応が弱い。弱いながらも亜硝酸反応が確認出来たことから、4日目に乳酸菌を添加した。その後順調に酸生成は進み、15日目には、6~8mlに達した。酸生成量は、これまでの試験と同様な傾向だった。先の1)の結果と併せて、酸生成は6ml以上行われていることから、時差添加をすることはないと考えられた。ただし、同時添加は、

乳酸が早くから生成されることから、亜硝酸の消失が早く、雑菌抑制に影響すると推察した。硝酸還元菌と乳酸菌の添加時期は、今後の試験で検討することにした。また、アミノ酸量も順調に生成されていた。

#### 3) 総米 600g での小仕込み試験(硝酸還元菌、乳酸菌同時添加)

本試験は、これまでの試験結果を受け、さらに、酵母添加を行い、微生物添加による製造に実現性があるか試験した。試験の様子を図2、3に、結果を表3に示した。2試験区と速醸系酒母(比較)で行った。2試験区とも亜硝酸反応は、2日目に出現して5日目には消失し、発色の強弱も先の1,2)の試験同様 KBS-3 は強い。酸生成は、順調に進み、15日目には9ml以上と実際の微生物添加無しでの生もと製造と遜色はなかった。また、速醸系酒母の試験では、酸生成、アミノ酸生成とも生もとよりも少なく、本試験は、濃厚な酒母の製造が可能であると示唆した。アルコール発酵酵母の添加は、酸度が4mlを超えた時点を計画していたため、4日目に行い、15日目にはアルコール分10%を超えた。

以上の結果から、本試験から微生物添加で酒母を製造することが可能であると確認ができ、実際に行われている生もと系酒母の製造日数が半分程度の2週間と短縮できる可能性を示唆した。今後は、さらに小規模試験を実施して、次いで現場での試験製造を実施していく予定である。



図1 総米 250g での小仕込み試験(硝酸還元菌、乳酸菌同時添加)の様子

表1 総米 250g での小仕込み試験(硝酸還元菌、乳酸菌同時添加)の結果

硝酸還元菌	乳酸菌	亜硝酸反応					酸生成量(ml)			
		2日	3日	4日	6日	7日	4日	7日	9日	11日
KAS-3	KAL-20 KAL-26	±	±	±	—	—	3.3	5.2	6.0	6.3
KBS-3	KAL-20 KAL-26	±	±	+	—	—	3.6	5.1	6.0	6.3
UCS-11	UAL-5 UCL-101	—	±	±	—	—	4.3	5.6	6.5	7.1
KAS-3	— KAL-26	±	±	±	—	—	3.1	5.4	6.1	6.4
KBS-3	— KAL-26	—	±	+	—	—	4.0	5.5	6.2	6.4
UCS-11	— UCL-101	—	±	±	—	—	4.3	6.8	7.4	8.1
Blank		—	±	±	—	—	0.1	2.0	2.5	3.0

表2 総米 150g での小仕込み試験(硝酸還元菌、乳酸菌時差添加)の結果

硝酸還元菌	乳酸菌	亜硝酸反応									酸生成量(ml)				アミノ酸量(ml)		
		2日	3日	4日	5日	6日	7日	8日	9日	10日	4日	8日	11日	15日	8日	11日	15日
KAS-3	KAL-26	±	±	+	±	-	-	-	-	-	0.1	4.5	6.3	7.3	3.0	3.8	4.2
KBS-3	KAL-26	±	+2	+2	+2	+	±	±	±	-	0.1	4.0	5.7	6.2	2.8	3.7	4.4
UCS-11	UCL-101	-	±	±	±	-	-	-	-	-	0.1	5.0	7.0	8.3	3.2	5.0	5.0

\* 4日目に乳酸菌添加



図2 総米 600g での小仕込み試験(硝酸還元菌、乳酸菌同時添加)の様子



図3 KBS-3, KAL-26 の9日目の様子

表3 総米 600g での小仕込み試験(硝酸還元菌、乳酸菌同時添加)の結果

硝酸還元菌	乳酸菌	亜硝酸反応									酸生成量(ml)				アミノ酸量(ml)			アルコール(%)
		2日	3日	4日	5日	6日	7日	8日	9日	10日	4日	8日	11日	15日	8日	11日	15日	
KBS-3	KAL-26	±	+	+	-	-	-	-	-	-	4.3	8.9	9.4	9.5	2.6	1.8	2.0	10.6
UCS-11	UCL-101	±	±	±	-	-	-	-	-	-	4.0	9.8	9.7	9.8	2.6	1.8	2.6	11.2
	速醸系酒母	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4.8	6.0	6.2	6.3	1.2	1.2	1.5	12.8

\* 4日目に酵母菌添加、速醸系酒母は仕込み時に酵母添加

## 4 まとめ

生もと系酒母の安定製造や製造日数の短縮を目的に、製造過程中的生もと酒母から乳酸菌等の分離を試み、実験室レベルで小規模製造試験を実施した。その結果、亜硝酸反応および酸生産が確認でき、アルコール生産も確認することができた。

今後は、さらに小規模試験を実施して製造に用いられるか検討していく予定である。

## 参考文献

- 岡田俊樹：滋賀県工業技術総合センター研究報告，93-98(2014)

# 加熱加湿法によるサンプリングバッグの高効率洗浄法の開発(第1報)

土田 裕也\*  
TSUCHIDA Yuya\*

服部 良平\*\*  
HATTORI Ryohei\*\*

**要旨** 自動車室内の揮発性有機化合物(VOC)の放散試験に用いるサンプリングバッグの洗浄において、加熱加湿法による検討を行った。一般的に広く使用されているサンプリングバックでは、潜在的に含有されるフェノールとジメチルアセトアミドについて、現行法と比べて同等以上の洗浄効果が確認でき、それにかかる時間も大幅に短縮された。この成果を基にし、より高機能化した「サンプリングバッグ全自動洗浄装置」の開発に繋げる予定である。

## 1 はじめに

揮発性有機化合物(以下、VOC)は光化学オキシダントや浮遊粒子状物質の二次生成粒子の主たる原因物質となり、大気・水質など、環境に影響を及ぼす可能性のあり、厚生労働省は「シックハウス(室内空気汚染)問題に関する検討会」において、ホルムアルデヒドをはじめとする13物質の室内濃度指針値を策定している<sup>1)</sup>。自動車分野においてもVOC方法の問題は積極的に取り組まれており、2007年以降、「車室内VOC試験方法」と「車室内VOC低減に対する自主取り組み」が策定されている。

また、車室内VOCを管理するためには、材料や部品のVOC低減が重要であり、日本自動車技術会規格(以下、JASO)では、自動車部品・内装材からのVOC放散試験がJASO M902:2011として制定されている。本法では樹脂フィルム製サンプリングバック(10L)を用いて自動車室内部材から気相へ放散するVOC等を測定する方法について規定されており、ガスクロマトグラフにより測定を行う。この際、サンプリングバッグは、樹脂フィルム原料由来のVOCを含んでおり分析に悪影響を与えるため、使用前に洗浄する必要があるが、現行法(窒素ガスを充填後、加熱し、窒素ガスを除去)では時間がかかるために改善が求められている。ましてや、JASO M903:2015で制定されたように、サンプリングバッグの大型化(20~2000L)が進む中、この課題解決は急務である。

そこで、我々は加湿窒素を吹き込んで洗浄する加熱加湿法に注目し、温度・湿度条件によるバッグ洗浄効果への影響を検討し、洗浄時間を短縮できる「サンプリングバッグ洗浄法」の開発を目的とした。

## 2 試験方法

### 2.1 機器・器具

洗浄試験はサンプリングバック全自動加湿洗浄装置(SHC-3、(株)テクロム製)を用いた。本装置は独自のガス導入アタッチメント(実登3178212)を備えており、バッグ内部のガスを一定量排出しながら、洗浄用ガスをバッグ内に流入させ続けることができる特徴を有している。サンプリング

バックは10Lテドラーバック(近江オドエアサービス(株)製)をそのまま用いた。バッグ内に導入するガスは高純度窒素をそのまま用いた。

バッグ内の湿度は、温湿度ロガー(SHTDL-3、有限会社シスコム)を用いて測定した。また、バッグ内に残留する有機ガスの定量は、加熱脱着装置(TurboMatrix350、(株)パーキンエルマー・ジャパン)を備えたガスクロマトグラフ質量分析装置(Claruss600、(株)パーキンエルマー・ジャパン)を用いた。

Tenax吸着管は、チューブコンディショナー(TCS-20)を用いて洗浄した(図1)。その際、大型ユニバーサルトラップ(RMSH-2、アジレントテクノロジー(株))で精製した高純度ヘリウムを用いた。



図1 Tenax吸着管の洗浄に用いたチューブコンディショナー(TCS-20)

### 2.2 加湿方法の検討試験

図2に示すようなモデルにおいて、サンプリングバックを80℃の恒温槽内に入れ、加熱加湿洗浄装置を用いた。バッグ内に導入する加湿窒素ガスの流量は0.5L/minとした。また、洗浄装置に備えられるバブラー(加湿器)の温度を25℃、80℃および95℃とした。

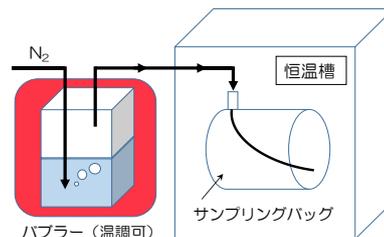


図2 加湿法によるサンプリングバッグの洗浄モデル

\* 機能材料担当

\*\* 株式会社 テクロム

### 2.3 バッグ洗浄試験

下記条件で洗浄試験を行った。その様子を図3に示す。

#### <加熱洗浄試験>

サンプリングバッグに乾燥窒素ガス4Lを充填し、80℃恒温槽内に30分間静置した後、アスピレーターを用いて窒素ガスを完全に抜き取った。この操作を3回繰り返した。本条件は一般に実施されている加熱洗浄法のものと同等であると考えられる。

#### <加熱加湿洗浄試験>

サンプリングバッグを80℃の恒温槽内に入れ、加湿瓶(25℃)を通した窒素ガスを流速0.5L/minでバッグ内へ4時間導入した。その後、乾燥窒素ガスを流速0.5L/minで30分間導入した。本条件は一般に実施されている加熱加湿洗浄法のものと同等であると考えられる。

#### <高加湿加熱洗浄試験>

サンプリングバッグを80℃の恒温槽内に入れ、加熱加湿洗浄装置を用いた。バッグ内に導入する乾燥・加湿両窒素ガスの流量は0.5L/minとした。また、加湿器の温度は80℃および95℃で行った。

乾燥窒素を30分導入したあと、加湿窒素を120分間導入し、乾燥窒素を30分間導入した。



図3 洗浄試験に用いた全自動加湿洗浄装置と恒温槽(左)および洗浄中の恒温槽内の様子(右)

なお、サンプリングバッグはテドラーフィルムをはじめ、他のフィルム素材も用いられるが、テドラー以外は耐熱性の問題が指摘されている。バッグは「洗浄」と「放散試験」で2回の熱履歴を受ける。特に洗浄時に高い熱が加えられるため、フィルムの層間や溶着部がダメージを受けることで、測定ガスを吸引する際にバッグが破れる恐れがある。また、これらバッグは高価であり、安定して複数回の使用に耐えることができることが望ましい。よって、よりマイルドな条件での洗浄が望ましく、洗浄温度を80℃として検討を行った。

### 2.4 放散試験

2.2により洗浄したバッグに、4Lの乾燥窒素ガスを充填し、65℃で2時間加熱後(図4)、バッグ内ガス100 mLをTenax 捕集管にサンプリングし、加熱脱着(TD)-GC/MSにて測定を行った。

TD-GC/MS 分析条件は以下のとおりである。

<TD>

desorb流量:20mL/min

加熱脱離温度、時間:280℃、10分

入口スプリット:40mL/min

出口スプリット:40mL/min

<GC>

Heガス圧力:12psi

昇温条件:40℃(5分間保持)-4℃/min-80℃(10分間保持)-10℃/min-280℃(20分間保持)

カラム:Agilent Technologies製DB-1(30m, 0.25mm, 0.25um)

<MS>

取込みモード:scan(30-500)



図4 放散試験中の恒温槽内の様子

## 3 結果と考察

### 3.1 加湿方法の検討試験

前述のとおり、車室内VOCを測定する際に用いるサンプリングバッグを洗浄する必要があり、一般に「加熱洗浄法」と「加湿洗浄法」が用いられている。加湿洗浄法においては、加湿ガスにより高い洗浄効果が期待され、湿度の上昇に伴い、その洗浄効果が大きくなることが予想される。よって、予備試験として、加湿機構であるバブラーの温度とバッグ内のガスの湿度の関係について検討した。その結果を図5に示す。

一般的な加湿洗浄法においては、バブラーは25℃程度で用いられており、その際の洗浄ガスの湿度は約5%RHであることがわかる。バブラーの温度を高くすると湿度も高くなり、95℃では約60%RHとなることがわかった。なお、80℃で2つのバブラーを直列に接続すると、1つの場合と比べて高湿度のガスが得られた。様々なパラメータを最適化することで、より高湿度のガスが得られ、より高い洗浄効果が期待できると考えられる。

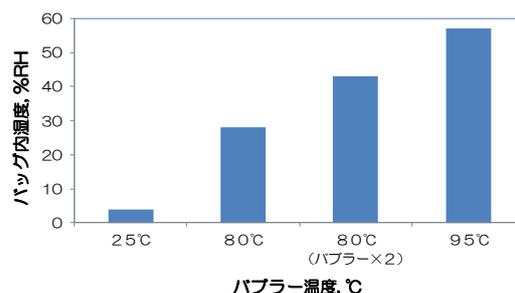


図5 バブラーの温度とバッグ内のガスの湿度の関係

sample1273

Scan EI+

100

TIC

5.00e8

3.2未洗浄サンプリングバッグに含まれるVOCの確認

購入したサンプリングバッグをそのまま放散試験に供した。その結果(クロマトグラム)を図6に示す。高濃度のN,N-ジメチルアセトアミド(DMAc)とフェノールが検出されることを確認した。これはサンプリングバックから一般的に検出されるものであり、製造工程における溶媒、原料等に由来すると推定される。なお、少量のアセトンやエタノール、トルエン等も検出されているが、他の試験も含め、使用した器具や試験環境の雰囲気によるブランク成分と考えられる。

以上の結果から、この2成分についての洗浄効果を検証した。

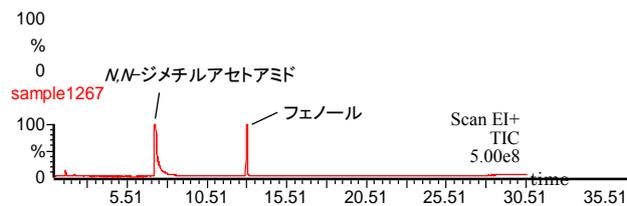


図6 未洗浄バッグの放散試験におけるGC-MS測定におけるメチルイオンクロマトグラム

3.3加湿洗浄の効果について

一般に、洗浄したサンプリングバッグ内には上記汚染ガスが残留しているが、その濃度は小さいため、Scanモードでのメチルイオンクロマトグラムでは明確なピークが確認できない場合が多い。よって、m/z=87 (DMAc由来)とm/z=94 (フェノール由来)を加算したマスプロットにより、洗浄したサンプリングバックから検出されたDMAcとフェノールのピーク面積を100とした場合のそれぞれの面積比から洗浄効果を評価した。以降、他の条件での測定においても同様の解析を行った。

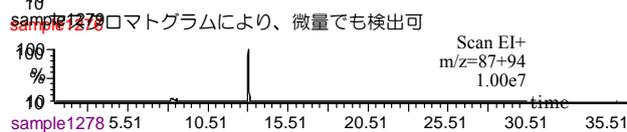


図7 マスクロマトグラムの一例:加熱洗浄(乾燥N<sub>2</sub>流量

0.5L/min, 洗浄時間 2時間)したバッグの放散試験

sample1277

100

%

10

1

0.1

0.01

0.001

0.0001

0.00001

0.000001

0.0000001

0.00000001

0.000000001

0.0000000001

0.00000000001

0.000000000001

0.0000000000001

0.00000000000001

0.000000000000001

0.0000000000000001

0.00000000000000001

0.000000000000000001

0.0000000000000000001

0.00000000000000000001

0.000000000000000000001

0.0000000000000000000001

0.00000000000000000000001

0.000000000000000000000001

0.0000000000000000000000001

0.00000000000000000000000001

今回、一定の洗浄効果が確認できたものの、加熱洗浄法は複数回のガスの出し入れが必要であり手間を要すること、また、加熱加湿洗浄法はバッグ内の乾燥工程が必要で所要時間が長いこと、などから改良の必要があり、また、バッグが大型化した際に対応できないと思われる。

表1 各方式により洗浄したサンプリングバッグ放散試験における残留VOC量とその洗浄に要した時間

条件	所要時間	DMAc	フェノール
加熱洗浄	1時間30分	1.5	10.5
加熱加湿洗浄	4時間30分	N.D.	1.3

3.4加熱洗浄における、時間とガス流量と影響について

「2 試験方法」にも記載したように、本装置は独自のガス導入システム(実登3178212)を備えており、バッグ内部のガスを一定量排出しながら、洗浄用ガスをバッグ内に流入させ続けながら洗浄を行う方式を採用している。よって、洗浄時のガス流量とその時間の影響を検討した。なお、加湿機構は用いず、加熱洗浄法により行った。その結果を表2に示す。

結果は一次速度論による計算値と概ね一致(時間、流量が2倍になると、残留VOCが1/10)、洗浄時間、ガス流量共に洗浄効果への影響が大きいことを確認できた。

表2 加熱洗浄における、洗浄時間とガス流量の影響

洗浄時間	N <sub>2</sub> 流量	DMAc	フェノール
2時間	0.5L/min	1.8	50.4
2時間	1.0L/min	N.D.	3.6
4時間	0.5L/min	N.D.	1.9

3.5加熱加湿洗浄における加湿度の影響について

前述のとおり、加湿ガスを用いることで高い洗浄効果が確認しているが、加湿度の影響を検討した。加湿度のコントロールはバブラーの温度を変えて行った。その結果を表3に示す。

両条件ともに洗浄効果は高く、より高加湿ガスを用いることでより高い洗浄効果を得られていることがわかる。これは、事前の予想と一致しており、更に高湿度のガスを用いることで、より効率的に洗浄できることを示している。

表3 加熱加湿洗浄における加湿度の影響

加湿温度	DMAc	フェノール
80°C	N.D.	2.1
95°C	N.D.	0.7

## 4 まとめ

自動車の車室内にある様々なパーツから揮発するVOCの検査法として、サンプリングバッグを用いた方法が広く採用されており、その試験中において、用いる新品のサンプリングバッグを洗浄する工程がある。本研究では、この洗浄を効率的に行う技術の開発を行った。

温水をバブリングして加湿したガスをサンプリングバッグに導入し、洗浄効果の確認を行った。その結果、95℃の温水でバブリングして発生させたガスの湿度は約60%RHであり、この加湿ガスを連続的にバッグ内に導入することにより、内部に残存するVOC(今回の評価はDMAcとフェノール)を99%以上除去できることを確認した。

なお、現在一般に行われている洗浄処理に大きな工数が取られていることはあまり知られておらず、今後、サンプリングバッグが大型化すると想定されている中で、「大型のバッグを効率的に洗浄」する技術の開発が望まれている。

一方、近年、諸外国において、このサンプリングバッグ方式によるVOC検査方法の国際規格化に向けた取り組みが始まっている。他国が主導する形で規格化が進むと、これまでに国内企業が蓄積したVOC低減に関するノウハウ、データが活用できなくなる恐れがあり、その損失は計り知れない。今後、「オールジャパン」での検討が継続され、国際規格化も念頭においた形で、車室内のVOC評価方法の規格化が進むことを期待したい。また、その中で今回開発している、高加湿加熱法によるサンプリングバッグの洗浄法が前処理方法として一翼を担うことができるよう、今後も開発を進めていく予定である。

## 参考

1. 一般社団法人自動車工業会 HP  
(<http://www.jama.or.jp/index.html>)
2. 古賀賢一 他:福岡県工業技術センター研究報告,  
(2009) 69-76

# 新規導電性高分子粒子の開発(第3報)

土田 裕也\*  
TSUCHIDA Yuya\*

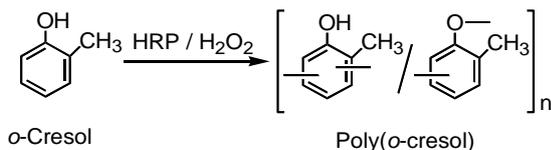
**要旨** 電子機器およびその周辺部品、搬送用保護材等において、帯電防止目的で導電性材料が添加されるが、用いられる材料の多様化に伴い、成型時の加工性や熱安定性、耐薬品性なども備えた次世代導電性粒子が求められている。本研究では酸化カップリング法によりフェノール類の重合条件を検討し、100-200nmの高分子微粒子が得られることを見出した。また、汎用樹脂に添加した際、熔融粘度は上昇することなく、得られたフィルムの表面抵抗が減少することが確認された。上記性能を有する導電性粒子状添加剤としての応用が期待される。

## 1 はじめに

導電性材料は電子材料分野を中心に様々な分野で広く使用され、今日の産業にとって欠くことの出来ない材料の1つである。この材料はインク状にしてプリント基板に使用したり、樹脂に添加して、帯電防止効果や導電性、電磁シールド性などを付与する目的で用いられる。現在は無機系導電材料が主流であるが、有機系導電性材料は官能基を比較的容易に導入できるため、相溶性や接着性をコントロールできること、軽量で比較的柔軟であること、懸濁液や溶液にすることで、プリントなどへの応用が容易であること、インジウム等の希少金属を必要としない、などの特徴を有しており、今後期待される材料の1つである。

一方、プラスチックは成形性、軽量性、電気絶縁性など優れた特性を有するものの、その絶縁性のために表面が帯電しやすく、静電気に由来する問題が生じることが知られており、特にエレクトロニクス分野においては、電子部品・デバイス等の微細化、高密度化に伴い、静電気による電子機器の誤作動や故障が問題となっている。よって、電子機器およびその周辺部品、搬送用等保護材について、製品を保護するために帯電防止性能を付与する必要がある、より少量で効果があり、より持続性が高い(耐ブリードアウト)帯電防止材が求められている。また、電子材料に用いられる材料が多様化していることから、樹脂成型時の加工性や熱安定性、耐薬品性なども備えた、次世代導電性粒子の期待が高まっている。

本研究では、このような要求を満たす新規の導電性高分子粒子の開発を目指し、本研究では、フェノール類を「酸化カップリング法」による高分子粒子の合成を検討した(Scheme 1)。



Scheme 1

本法により得られる高分子は、分子構造中に $\pi$ 共役構造を有しており、高分子化することで共役系を成長させるため、導電性を示す可能性を有するため、この高分子を用いて導電性高分子粒子を得ることを目的としている。これまでに、重合系を検討することで粒子径やその分布を制御したフェノール系高分子微粒子が合成でき、さらに、特異な条件下で、凝集を抑えながら100-200nmの微粒子が合成できることを報告している<sup>2)</sup>。また、この手法で合成した高分子粒子について、5%重量減少温度が300℃以上であり、十分な耐熱性を有することも確認している。

本粒子は真球に近い球状であるため、熔融した樹脂に添加された際にはスムーズに流動すると想定され、その樹脂の加工性への影響は少ないと期待される。また、フェノール骨格由来の耐熱性や耐薬品性・機械物性を有し、更に官能基を付与することで、添加する樹脂に応じて相溶性を持たせることもできる。

これらの性能を有することで、これまでは十分に対応できなかったエンプラ等にも、十分な加工性を保ったまま導電性や帯電防止効果を付与でき、電池や電気材料の付加価値向上にも資する材料となることを期待し検討を行った。

## 2 試験方法

### 2.1 溶媒・試薬

西洋わさび由来ペルオキシダーゼ,HRP (和光純薬工業(株)製)、0.1mol/Lリン酸緩衝液 (pH 7) (ナカライテスク(株)製)、30%過酸化水素水 (ナカライテスク(株)製)、エタノール,EtOH (和光純薬工業(株)製)、フェノール (和光純薬工業(株)製)、*o*-クレゾール (和光純薬工業(株)製)、これらは全て市販品を精製せずにそのまま用いた。また、サンプルフィルム作成には直鎖状低密度ポリエチレン,LLDPE (東ソー(株)製、ニポロンZ)をそのまま用いた。

### 2.2 酸化触媒重合条件

<水(緩衝液)系での重合>

HRPは西洋わさびから抽出され、基質特異性を持つ酵素である(基質として過酸化水素)。これを緩衝液もしくは

\* 機能材料担当

緩衝液と有機溶媒の混合溶媒中に分散させ、フェノール系モノマーも重合検討を行った。モノマーとしてフェノールと*o*-クレゾールを用いた。なお、本触媒による重合は複雑な工程や有機溶媒を必要とせず、容易に進行することが知られており、近年グリーンケミストリーとして注目され<sup>3)</sup>、様々な方面での応用が検討されている<sup>4,5)</sup>。

例として緩衝液を媒体に用いた*o*-クレゾールの酵素触媒重合について述べる。*o*-クレゾール (0.324g, 3mmol) をリン酸緩衝液10mlに分散させ、HRP (10mg, 1000unit) と混合した。この懸濁液をスターラーチップにより400rpmで攪拌しながら、酸化剤として30%過酸化水素水67μlを添加することにより反応を開始した。開始後、系内は速やかに茶褐色に変化し、重合が進行した。過酸化水素は10分ごとに合計5回添加した。また、反応は室温、大気下で2時間行った。反応終了後、50mlの純水を投入し、懸濁状のポリマーを遠心分離(3000rpm, 30min)により回収したあと、終夜減圧乾燥した。なお、エタノールを20%,40%それぞれ含む混合溶媒と、アセトンを10%,20%,40%,60%それぞれ含む混合溶媒を用いた場合も、同様の操作によりポリマーを得た。

### 2.3混練サンプル作成

LLDPEに対し、精製した各ポリマーを2wt%となるよう添加し、加熱ミキサーIMC-1652型(株井元製作所製)にて、混練温度140℃、ブレード回転数100rpmにて3分間混練し、混練サンプルを得た。また、加熱プレスにより、厚さ200μmのフィルムを作成した。

### 2.4測定

走査型電子顕微鏡観察、SEM

Au-Pdターゲットによりスパッタリングを行った後、S-3000N (株日立ハイテクノロジーズ製) により、加速電圧25kVにて観察した。

メルトフローレート、MFR

メルトフローインデクサ F-F01 (株東洋精機製作所) を用い、JIS K6922-1(条件T(190℃, 5kg)) により行った。試料は2.3にて作成したフィルムを短冊状に切断したものを用いた。

表面抵抗測定

ハイレジスタンスメーター 4339B (アジレント・テクノロジー製) を用い、JIS K6911 により行った。試料は2.3にて作成したフィルムを用いた。

接触角測定

全自動接触角計 DM-701 (協和界面科学(株)製) を用いて行った。液滴法により行い、着液後速やかに測定を行った。

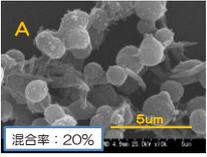
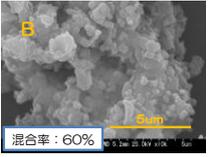
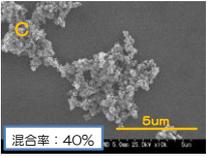
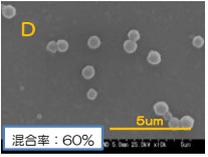
## 3 結果と考察

### 3.1緩衝液/EtOH混合溶媒および緩衝液/アセトン混合溶媒での重合

両混合溶媒中で、フェノールと*o*-クレゾール両モノマーにおいて、速やかに反応が進行し、系内は生成したポリマーにより濁った。得られた懸濁液は遠心分離により重合物が概ね沈降し、デカンテーションにより単離できた。

本重合法では、フェノール部のオルト位とパラ位で優勢的にカップリングが起こることが知られている<sup>5)</sup>。したがって、その重合物は三次元網目を形成しやすく、一般に可溶性ポリマーを得ること困難である。この性質のため、ポリマーが成長して溶媒に不溶になる際、表面張力により粒子形状で沈殿すると想定される。しかし、実際はその粒子同士が凝集し、一定の形状(粒子状態を留めるなど)のまま回収できることは容易ではない。本研究で得られたポリマーの一部のSEM観察画像を表1に示す。

表1 得られた代表的なポリマーのSEM観察画像

モノマー	エタノール	アセトン
フェノール		
<i>o</i> -クレゾール		

多くの条件では、直径100nmほどの一次粒子が凝集した形状で得られた(B, C)。また、特異な条件において、大きな一次粒子が凝集した形状で得られた(A)。特に、緩衝液/アセトン=4:6の混合溶媒で*o*-クレゾールをモノマーとして用いた場合、凝集を抑えながら直径200nmほどに揃った粒子状ポリマーを得ることができた。

このように、条件を整えることにより、粒子径や凝集等を制御して粒子状ポリマーを得られることを見出した。

次に、得られたポリマーの外観を図1に示す。混合溶媒におけるアセトン比率が高くなるほど、色が茶褐色から黄土色に変化していることがわかる。これは、混合溶媒比率により、ポリマーの分子量や分岐の様子が異なるためであると思われる。



図1 緩衝液/アセトン混合溶媒中、モノマーを*o*-クレゾールとして得られたポリマーの外観写真(左から順に、9/1、8/2、6/4、4/6)

### 3.2樹脂へ添加した際の分散性評価

樹脂への分散性を評価するために、汎用樹脂であるLDPEに添加し、得られたフィルムの外観を観察したところ、混合溶媒比9/1のポリマーを添加したフィルムでは、所々に凝集したポリマーが確認された。このポリマーは凝集が強く(SEM観察による)、均一に分散しにくかったと考えられる。一方、その他のポリマーを添加したフィルムにおいては、均一に分散しているように見受けられた。多少凝集していても、混練により粒子状に分散することを示差している。

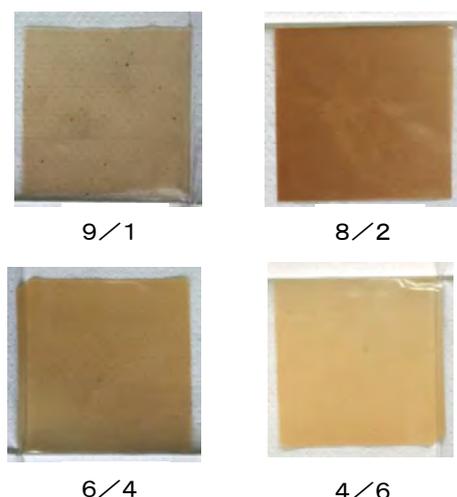


図2 緩衝液/アセトン混合溶媒中、モノマーを $\alpha$ -クレゾールとして得られたポリマーを添加して得られたLDPEフィルム(数字は緩衝液/アセトンの混合溶媒比)

### 3.3樹脂へ添加した際の流動性評価

熔融した樹脂に添加した際の、流動性への影響を検討するために、メルトフローレート(MFR)を測定した結果を図3に示す。

原料ペレットは熔融混練することにより、剪断がかかるために分子鎖切断が起こり、分子量低下に伴い、MFRは上昇した(Blank)。この値に対し、合成したポリマーを添加したサンプルでの値を比較することで、流動性への影響を検討した。その結果、 $\alpha$ -クレゾールをモノマーに用いた系で得られたポリマーについて、混合溶媒比9/1のサンプルで流動性が向上する傾向が確認できた。一方、他の混合溶媒比で得られたポリマーでは流動性が悪くなる結果となった。混合溶媒比9/1のサンプルは凝集が強く、添加された樹脂の流動性を悪くすると想定されたが、逆の結果となった。詳細については検討できていないものの、合成したポリマーが大きく流動性を損ねることが無いことは確認できた。フェノールをモノマーに用いた系で得られたポリマーにおいても、強く凝集しているものの、流動性を損ねることが無いことが確認できた。

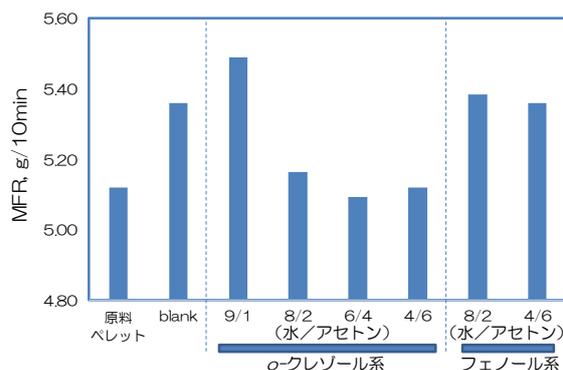


図3 各サンプルのメルトフローレート(横軸の数字は混合溶媒比)

### 3.4帯電防止剤としての可能性

合成した各ポリマーの帯電防止効果を検討するために、添加剤として用いて得られたフィルムの表面抵抗測定を行った。結果を図4に示す。

合成したポリマーを含まないサンプル(Blank)は、 $10^{17} \Omega/\square$ であり、静電気が蓄積する状態である。ここに合成したポリマーを加えることで、表面抵抗値は2~3乗ほど低下できることが確認できた。特に、凝集が抑えられているポリマーを添加した場合には、その程度が大きい傾向にあった。これは前述の分散性と一致するものであり、より高分散する場合に、表面抵抗は低くなることを示している。

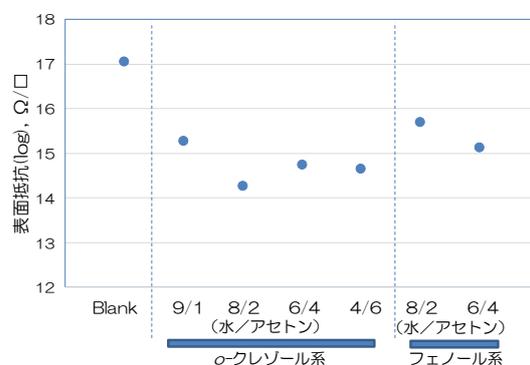


図4 合成した各ポリマーを添加して得られたフィルムの表面抵抗測定結果(横軸の数字は混合溶媒比)

しかし、帯電防止という観点からすると、 $10^{10} \Omega/\square$ 以下が求められ、十分な結果ではない。

一般に、樹脂への添加により表面抵抗を調整する方法は2種類ある。1つは界面活性剤であり、樹脂表面に空気中の水分を吸着させ、それを通して静電気を漏れいさせるものである。もう1つは導電性物質を添加し、静電気を漏れいさせるものである。今回のポリマーを添加して得たフィルムサンプルの表面接触角測定において、全てのサンプルで同程度の接触角となる結果を得ており、界面活性効果によるものではないことを確認している。つまり、今回の表面抵抗の低下は添加したポリマーの導電性に起因するものと考えられ、

導電性材料としての可能性が示差されたことになる。  
十分な導電性を得るために、官能基の導入や重合法を  
検討し、導電性を得られる工夫が必要である。

## 4 まとめ

本テーマには2つの課題があった。1つ目は形状が制御された高耐熱性粒子の合成であり、2つ目はそれらの導電性評価である。

前項:各モノマーにおいて、アセトンを一定の割合含む混合溶媒中で、100-200nmの微粒子が得られ、更に特定の割合の混合溶媒において凝集が抑えられた分散状粒子が得られた。また、これらの粒子は多くが比較的高い耐熱性(5%重量減温度350℃以上)を示した。

後項:ポリエチレンに2wt%添加して溶融混練し、添加効果を確認したところ、*o*-クレゾールから得られたポリマーは良分散性を示すことを確認できた。また、フィルム状に成形したものにおいて、帯電防止効果を期待するには十分ではないものの、表面抵抗の低下が確認できた。

制御された粒子径、高耐熱性、高機械物性、導電性(帯電防止性)、これらを全て併せ持つポリマー粒子はこれまでに無く、耐薬品があり、官能基の導入などにより表面改質も可能であることから、エンブラ等に使用する高機能性添加剤として期待できる。

## 参考

1. 土田裕也:滋賀県工業技術総合センター研究報告, (2014) 99-102
2. 土田裕也:滋賀県工業技術総合センター研究報告, (2015) 90-93
3. 小林四郎, 酵素触媒重合—新しい高分子合成手法, 万有シンポジウム(2004)
4. 特開2006-304708
5. 特開2008-285458

# 信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発(第1報)

西尾隆臣\*  
NISHIO Takatomi\*

川澄一司\*  
KAWASUMI Kazushi\*

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ます。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します。そして、建物の外構や前庭、屋上、室内のすき間空間を信楽焼で構成された坪庭で彩ることを提案します。

## はじめに

本研究は平成27～29年度にわたり実施し、本年度は初年です。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ます。

具体的には、苔の生育に適した陶器の開発、陶器製飛び石、灌水用陶器、信楽透器製灯籠を開発することを目標としています。今年度は10月に中間的な試作品展を開催しました。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ます。

## 1 重点研究に関する試作品

### 1-1 苔が育つ陶器『陶苔(とうけ)』

坪庭において苔は重要な役割を担っています。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いました。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ます。今回は、苔の生育が困難と思われる円柱形で試作を行いました。

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ます。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します。その結果、周辺の湿度が上がって苔の生育に良い環境となっています。現在屋外に設置し、生育状況を経過観察中です。

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

\*信楽窯業技術試験場陶磁器デザイン担当

\*\*同囑託職員

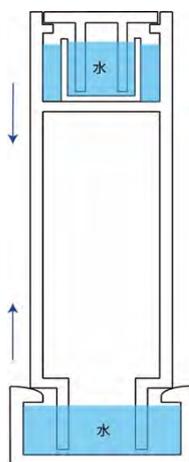


図1 陶苔の構造



図2 苔が育つ陶器『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ました。ブロック全面に苔、上部にその他の植物を植えます。多孔質素材と組み合わせて、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ます。

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ます。苔で模様を描くようなデザインにしました。現在、苔の生育状況を経過観察中です。



図3 苔ブロック

### 1-3 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ました。容器内部でLEDライトを灯せば庭園灯にもなります。

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、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ます。



図4 多孔質素材を利用したTSUKUBAI

### 1-4 水を吸い上げるCONE POT

水やりの手間を軽減する小型植木鉢<sup>2</sup>の提案です。陶製容器に植栽し、底の部分を水を貯めた下部容器に入れて使用します。陶器の特性である吸水性や浸透性を利用して、下部容器から水を植物に供給できる構造です。

陶土に粗粒炭素系原料を混ぜ込み、吸水性や浸透性を高めました。下部容器に透明なアクリル容器を使うことにより一目で水の量が分かります。



図5 水を吸い上げるCONE POT

### 1-5 透光性陶器を利用した垣根『陶透垣』

周りを建物などに囲まれた庭を坪庭と呼びますが、垣根には外界と庭を区切ったり、目障りな背景を隠したりする役割があります。信楽透器<sup>3</sup>(透光性陶器)の土を押し出し成形した角径陶管を並べることで透垣を試作しました。夜間

は照明にもなります。焼成後に切断ができるので設置場所に応じて自由に長さの調整が可能です。



図6 透光性陶器を利用した垣根『陶透垣』

### 1-6 薪窯風陶器と透光性陶器を組み合わせた庭園灯および植栽容器

日本庭園の縮小形を現代風にアレンジした庭園灯と植栽容器です。モダンな雰囲気を持つ信楽透器と薪窯で焼き上げた伝統的な雰囲気の天板。これらは取り外しが可能なので、シーンにあわせて取り替えることができます。

凹凸をつけた信楽透器の天板は、感光性樹脂で作成したデザインをタタラ板に押しつけ成形しています。薪窯で焼かれた本体と組み合わせることにより新しい感覚の信楽焼となっています。

植栽容器は多孔質素地を用いており、下部容器の水を植木鉢自体が吸い上げ、鉢の内部を適度に潤し、水やりを軽減することができます。



図7 薪窯風陶器と透光性陶器を組み合わせた庭園灯および植栽容器

### 1-7 信楽産長石を活用した坪庭用資材

#### 1-7-1 ミニ植木鉢

「和」の景観に合う小型の鉢を試作しました。骨材である長石の熔着にガラスの粉を用いているので、低火度による焼成でも形状を保持することができます。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す。この多孔質材料は水の吸い上げと保水性に優れています。



図8 信楽産長石を活用した坪庭用資材 ミニ植木鉢

### 1-7-2 誘導灯

タイルと組み合わせた庭先の誘導灯を試作しました。信楽産長石とガラスを組み合わせた新しい質感の透光性材料です。長石が持つ石の風合いを残しています。立体的な造形やガラスの色を変えることも可能です。



図9 信楽産長石を活用した坪庭用資材 誘導灯

### 1-8 苔行灯

苔と信楽透器を組み合わせた照明を試作しました。外が明るい時には苔を楽しみ、暗い時には照明として使うことができます。



図10 苔行灯

### 1-9 陶製灯籠

坪庭の要素として灯籠があります。灯籠のほとんどが石灯籠であり坪庭の照明として欠かせないものです。今回、和風モダンをイメージとしたやきものによる灯籠を試作しました。陶製灯籠は石灯籠より軽く、設置が容易におこなえます。

現在よく使われている灯籠の光源には、電気が使われています。しかし、設置するためには工事が必要となります。昔は蝋燭を光源とし、揺らめく柔らかい光が癒しの空間を演出していました。そこで本製品は、光源に蝋燭を使用しています。

蝋燭を使用するための下記の二つの点を工夫しました。

1. 3方向に透かし彫りを施しています。
2. 風の影響を受けにくいよう蝋燭を入れる容器を深くし蝋燭が水平を保つよう水に浮かべています。



図11 陶製灯籠

## 2 その他の試作品

### 2-1 FROTH GLASS

泡立ちがよく、薄い呑み口からきめの細かい泡とビールが楽しめるカップを試作しました。信楽透器の陶土を鋳込み成形することにより、薄く成形することができました。ガラス容器のように外から中の容量を確認することができます。また、信楽透器素地は吸水性がほぼ無く、カビの心配もありません。



図12 FROTH GLASS

### 3 信楽窯業技術試験場展の開催

期間:平成27年10月10日～11月8日

場所:滋賀県陶芸の森 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300人を対象にアンケートを実施しました。調査項目は以下の通りです。

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、男女比はほぼ同数でした。興味がある・使ってみたい試作品は「水を吸い上げるCONE POT」「苔ブロック」が好評でした。新製品や新素材の開発への期待が高いことがわかりました。



図13 試験場展の会場の様子

### 4 まとめ

陶製灯籠については既に製品化が実現しています。苔ブロックや透光性陶器を利用した垣根『陶透垣』は、製品化に向け業界との調整を図っています。また苔が育つ陶器『陶苔』等の植栽容器は、引き続き経過を観察していきます。

試作品を用いて多様な坪庭を提案できるよう、平成28年度から29年度にかけ、飛び石や床材といった新たな品目の開発を目指します。

#### 参考文献等

1. 滋賀県特許4976010 多孔表面陶磁器
2. 水を吸い上げる小型植木鉢:滋賀県工業技術総合センター平成26年度研究報告
3. 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

# 炭素材料の高純度化に関する研究（第1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、将来の安定的な需給のためには、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、デバイスの電極材料として使用される炭素材料、とりわけ原料コストが安価なヤシ殻活性炭を研究対象とし、大量生産に向けた品質の安定化技術（高純度化技術）の確立を目指した。そのため、ヤシ殻活性炭を塩酸洗浄し、含有する不純物を安全に低コストで洗浄・除去する方法について評価を行った。その結果、洗浄されやすさが元素毎に違うこと、50℃で1時間の洗浄によって鉄やカルシウム、マグネシウムが効率的に除去できること、洗浄に使用した塩酸は数回の繰り返し洗浄に使用できコストを低減できることなどが分かった。

## 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、数のおよび量的にも急速に拡大している。その理由として、これら電池を搭載した機器の数的増加、電池の大容量化による量的増加が背景にある。そのため将来の蓄電デバイスの需給を満足するには、蓄電デバイスに使用される素材を安定的に大量生産する技術の確立が重要である。

電池に使用される素材は、原料が豊富にあり工業的に量産が可能なもの、原料に制限があり量産に課題を持つものに大別できる。リチウムイオン電池を例とすると、ポリオレフィン原料とするセパレーターや有機溶媒からなる電解液などは、いずれの原料も工業的に量産技術が確立されているので、更なる大量生産へ向けての課題は多くない。一方、正極材料に使用されるコバルト酸リチウムでは、産地や生産量が限定されるコバルトやリチウムが原料であるため大量生産には課題が多い。他に、天然資源を原料とする炭素材料

（例として石油ピッチやヤシ殻を処理して生産する活性炭、負極材として使用）では、資源量が大きく大量生産しやすいが、産地や生産年によって純度や特性が大きく変化する。このことは、蓄電デバイスのように品質（純度、性能など）の安定が極めて重要な場合には特に問題となる。品質のまちまちな天然由来原料を品質の均一な素材として大量生産するには、原料毎に最適な処理工程の実施が不可欠であり、結果的に一貫した処理工程による大量生産を困難にする。以上から、蓄電デバイスの利用・普及を支えるためには、使用される各種素材を低コストで安定的に大量生産する技術

の確立が不可欠である。

本研究では、蓄電デバイスに使用される素材のうち、天然素材のヤシ殻から製造される「ヤシ殻活性炭」を研究対象とした。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、今後の使用の拡大が見込まれる。しかし電極材料に使用できる高純度で高品質な活性炭は限られ入手が困難になりつつある一方で、主として脱臭・吸着用で低品位な活性炭が大量に流通・使用されている。この低品位な活性炭を原料に安価に処理して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。

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熱処理して製造される。食用した後の実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。一方で、椰子の種類や産地によって品質のバラツキ、とりわけ純度の差は極めて大きく、安定した品質で安定した生産量を長期に渡り得ることは困難であり、前述のように処理工程が必要になる。例えば高純度の活性炭を得るには、ヤシ殻活性炭に含まれる不純物の種類と量を把握し、安価で安全な処理工程で不純物を洗浄・除去することが不可欠である。化学分析の結果からヤシ殻活性炭に含有する不純物は生育する土壌中から吸収された元素であり、除去するには洗浄が必要である。不純物のうち、鉄（酸化鉄）やカルシウム（酸化カルシウム）など酸に易溶な元素を洗浄除去するには、酸洗浄が有効である。酸は大別すると無機酸（硫酸や塩酸など）と有機酸（酢酸、クエン酸など）に分類できるが、本研究ではコストや入手性を考慮して無機酸を使うこととした。ただし無機酸の中でも酸化力を有す酸（硫酸、硝酸など）は洗浄中に炭素を酸化し

\* セラミック材料係

\*\* 東北部工業技術センター 金属材料係

て炭酸ガス化する可能性があるために使用せず、還元力を有する塩酸（炭素を酸化する心配がない）を使用することとした。そして様々な洗浄パラメーターを設定してヤシ殻活性炭の塩酸洗浄について検証実験を行い、安全で低コストな洗浄方法について検討した。

## 2 実験方法

### 2.1 活性炭中の不純物元素の分析

塩酸洗浄で活性炭中の不純物の洗浄・除去を行う前に、使用する活性炭に含有する不純物元素（金属元素）の種類と量を知らねばならない。そこで、活性炭に含まれる不純物元素の特定とその定量分析を行った。なお、不純物元素を確実に検出、残さずに定量するために、活性炭の主成分である炭素を酸（硫酸+硝酸）分解により分解（炭酸ガス化）して除去し、含有成分は溶かして酸溶液化した。酸分解で生じた沈澱（主として二酸化ケイ素）は重量法により別に分析を行った。重量法で生じた残渣をも加えた酸溶液を ICP 発光分光分析にて分析した。分析手順を図 1 に示す。

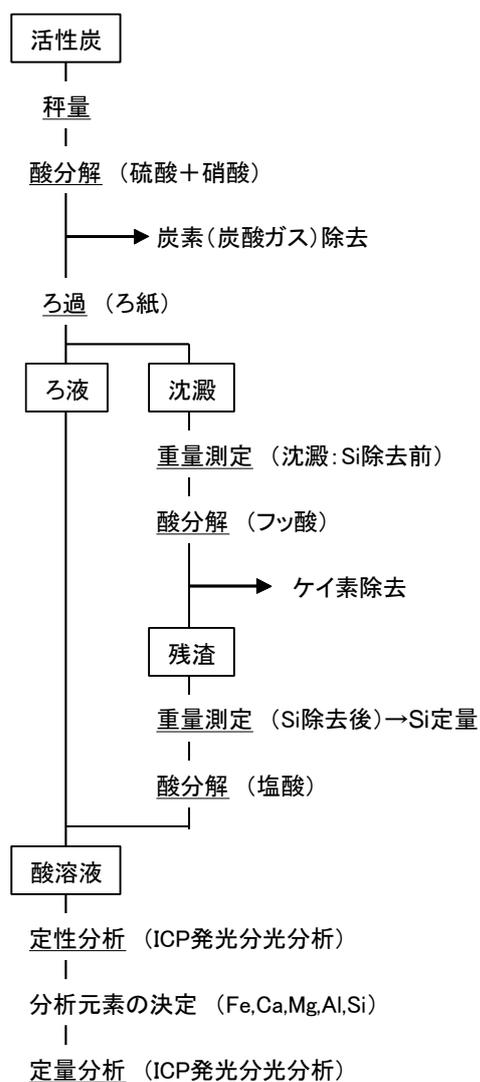


図 1：活性炭中の全不純物元素の分析手順

### 2.2 塩酸洗浄

図 2 に、活性炭の塩酸洗浄を行うための実験器具類の模式図を示す。塩酸洗浄は、パイレックスガラス製のトルビーカー内で行なった。まず、トルビーカーを一回り大きい湯浴に浸し、試験条件に濃度調整した塩酸 25mL を加え、時計皿で蓋をして温度が安定するまで待つ。湯浴の温度は温度計と連動したホットスターラーのヒーターで制御されており、間接的にトルビーカーを暖める構成となっている。塩酸溶液をガラス温度計で測温して設定温度で安定していることを確認して、一定重量の活性炭を加え、決められた時間、テフロン製攪拌子を回転させることで洗浄を行なった。洗浄後の塩酸には活性炭が懸濁しており、速やかに塩酸と活性炭を分離するために「ろ過」ではなく遠心分離を用いた。懸濁溶液を遠沈管に移し入れ、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（塩酸）と沈澱（活性炭）にきれいに分離できた。上澄液を ICP 発光分光分析することで洗浄・除去した不純物元素の定量を行なった。

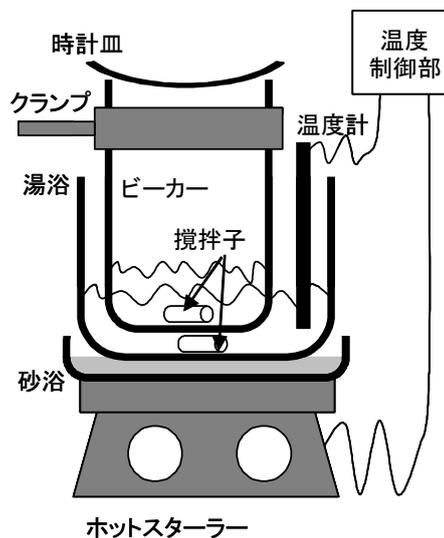


図 2：洗浄実験の模式図

また、この上澄液を活性炭洗浄に再利用することで塩酸の再利用試験を行なった。一方、沈澱した活性炭に新たに塩酸を加えることで活性炭の繰り返し洗浄試験を行なった。図 3 に用いた塩酸洗浄の手順を示す。また本研究で検討した塩酸洗浄のパラメーターを表 1 に示す。

表 1：塩酸洗浄のパラメーター

温度	30, 50, 70 °C
時間	10, 60, 360 分
塩酸濃度	0, 4, 7, 12, 18, 35 %
活性炭重量	1.0, 2.5, 5.0 g
繰り返し洗浄回数	(10分/回で) 1~5 回
再利用回数	0 (再利用なし), 1, 2 回

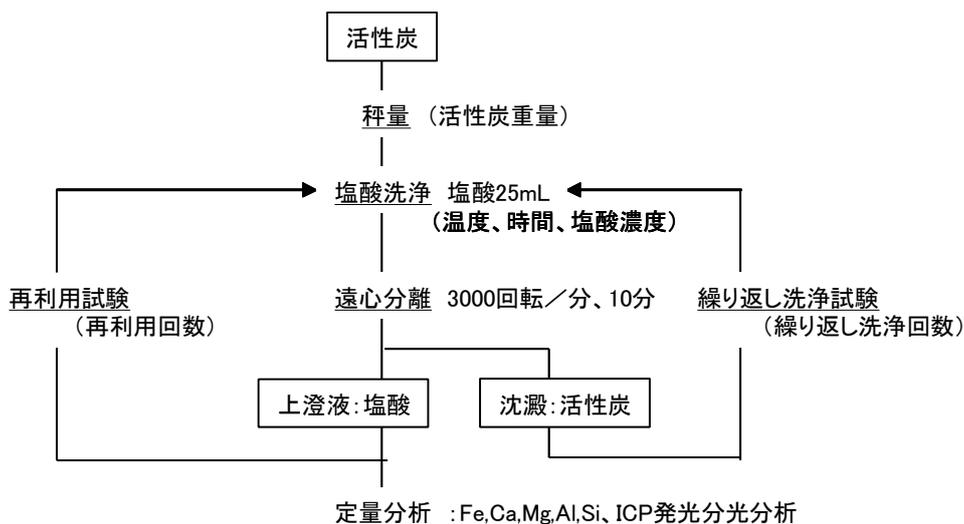


図3：塩酸洗浄の手順

### 3 結果と考察

#### 3.1 活性炭中の不純物元素

塩酸洗浄に使用した活性炭について、ICP 発光分光分析の定性分析で存在の可能性が高い元素を表 2 にリストアップする。元素のリストとともに、低信頼性ながら ICP の定性分析で得られた半定量値と理科年表より転載した「元素の地殻存在度 (Taylor&McLennan,1985) \* 存在度が高い順に記載」も記載する。

表 2：活性炭中に含まれる可能性が高い元素

	ICP 定性値	ICP 定量値	地殻中の存在度
	ppm	%	%
Si	40 (注)	38	27
Al	30	2.7	8.4
Fe	400	0.77	7.1
Ca	1000	1.4	5.3
Mg	60	0.40	3.2
Na	4		2.3
K	40		0.91
Ti	5		0.54
Mn	2		0.14
Mo	0.2		0.10
Sr	3		0.026
Ba	160		0.025
V	3		0.023
Cr	1		0.019
Ni	0.1		0.011
Zr	0.2		0.010
Zn	0.3		0.008
Cu	1		0.008

(注) 重量法の分析値を含まない。

この結果から、地殻中に%オーダーで存在する元素でかつ ICP の定量分析で 10ppm 以上の値が得られた元素、すなわち鉄 (Fe)、カルシウム (Ca)、マグネシウム (Mg)、アルミニウム (Al)、ケイ素 (Si) を活性炭中の比較的多い不純物元素として選出した。

本研究で用いた活性炭はヤシ殻を原料に製造されたものであり、定性分析で検出された元素の多くは、地殻中の存在度の高い元素とよく一致した。このことから、椰子の成長にともなって地殻中の含有元素が吸収され、最終的にヤシ殻に蓄積されたために活性炭からこれらの元素が検出されたと推察される。

活性炭中における各元素の ICP 発光分光分析による定量値 (ただし Si のみ ICP 発光分光分析と SiO<sub>2</sub> の重量法の併用による合算値) は、ケイ素が 38%と極めて多く、次いでアルミニウムの 2.7%、カルシウムの 1.4%、鉄の 0.77%、マグネシウムの 0.40%となった。他の元素に比べケイ素が突出して含有量が多いことから、ヤシ殻中にはケイ素が蓄積されやすいことが推察される。

#### 3.2 塩酸洗浄の効果

塩酸洗浄の効果を評価するにあたり、本研究では「洗浄度 (%)」なる評価基準を規定した。この洗浄度とは、特定の 1 元素について塩酸洗浄で洗浄・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、活性炭中の元素が塩酸で効率よく洗浄・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、塩酸洗浄の効果について評価を行う。

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

(1) 繰り返し洗浄試験

はじめに、本研究で用いた活性炭について、十分に塩酸洗浄するとどれだけの洗浄度が得られるかについて評価を行った。

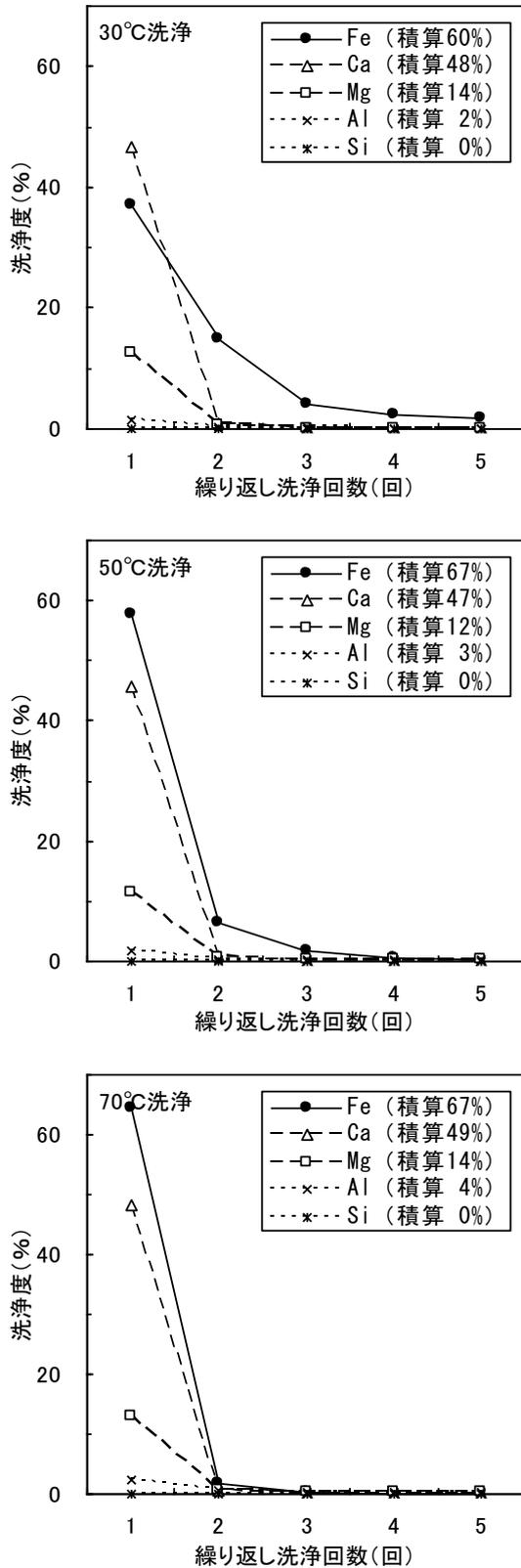


図4：繰り返し洗浄による洗浄度の変化と積算値

そのため一定量 (1.0g) の活性炭に対して、18%塩酸 25mL で 10 分間の塩酸洗浄し、遠心分離と洗浄度の測定の後、この洗浄後の活性炭を新たな塩酸を用いて洗浄を繰り返した (最大 5 回)。こうすると塩酸で除去できる限界まで活性炭中の不純物を洗浄できる。なお洗浄温度は 30、50、70°C と変化させ、洗浄には同じ濃度の新しい塩酸を使用した。図 4 は、繰り返し洗浄回数に対する不純物元素の洗浄度と、5 回の繰り返し洗浄で得られた洗浄度の積算値を示している。

まず、5 回の繰り返し洗浄による洗浄度の積算値を見ると、鉄は約 70%、カルシウムは約 50%、マグネシウムは約 13%、アルミニウムは約 3%、ケイ素はほぼ 0%であった。本研究で用いた活性炭で塩酸洗浄で除去できる積算値 (最大値) は元素毎に大きく異なることが分かった。不純物元素は、ヤシ殻から活性炭を製造する工程で酸化されて酸化物 (酸化鉄、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化アルミニウム、二酸化ケイ素) を形成しており、金属とは異なる状態にある。よって塩酸への溶解度も酸化物を基準にして考慮する必要がある。鉄 (酸化鉄)、カルシウム (酸化カルシウム)、マグネシウム (酸化マグネシウム) については塩酸に易溶であるが、アルミニウム (酸化アルミニウム)、ケイ素 (二酸化ケイ素) の両元素は難溶性元素であるため、塩酸ではほとんど洗浄・除去できないと考えられる。また易溶性元素でも完全に洗浄・除去できない (洗浄度 100%にならない) ことが明らかとなった。その理由として、不純物元素の周囲の空間が活性炭や二酸化ケイ素など不溶性元素等に囲まれており、塩酸と接触ができないことが理由であると思われる。

またグラフには大別して 3 つのパターンが見られた。パターン 1 は、1 回目の洗浄で高い洗浄度を示し、2 回目以降はほとんどゼロとなるパターンで、鉄 (70°C 洗浄)、カルシウム (全温度域)、マグネシウム (全温度域) がこれに相当する。これらは 1 回 (10 分という極めて短時間) の洗浄でほぼ完全に洗浄・除去できることを示している。パターン 2 は繰り返し回数に関係なく洗浄度がほぼゼロとなるパターンで、前述の難溶性のアルミニウム (全温度域)、ケイ素 (全温度域) が相当する。パターン 3 は 30°C と 50°C で洗浄した場合の鉄のパターンで、繰り返し洗浄回数の増加とともに緩やかに洗浄度が下がっており、洗浄に時間がかかることが分かった。

このように洗浄パターンが異なる理由について、それぞれの不純物元素 (が作る酸化物) の塩酸への溶解度が異なるためであると考えられる。さらに、ヤシ殻活性炭は原料の椰子の実が持つ植物組織に由来した微細構造を有していること、不純物元素の分布も一様ではなく偏りがあることによって、塩酸洗浄が阻害された可能性も考えられる。これら両者の結果が、上記の洗浄度の違いとなって現れたものと推察される。

(2) 洗浄温度と洗浄時間の影響

洗浄温度を保ったまま、連続して長時間（最大 360 分=6 時間）の洗浄を行った場合の洗浄度の変化を図 5 に示す。

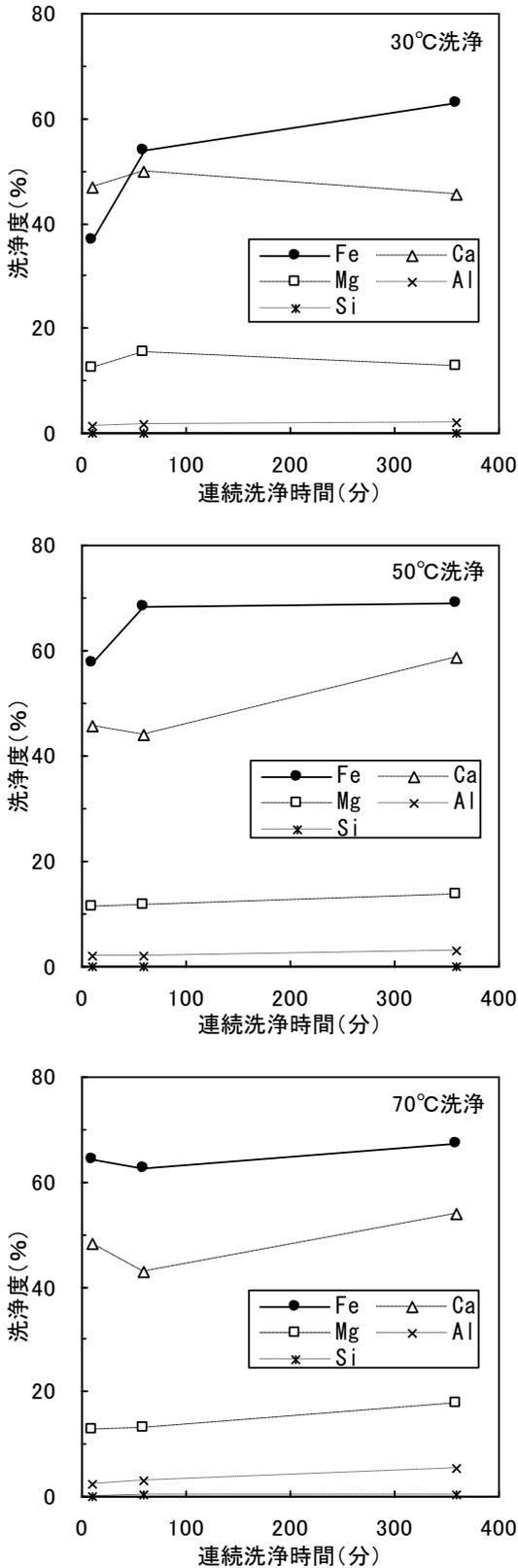


図 5：連続洗浄による洗浄度の変化

洗浄条件は、活性炭量 1.0g に対し 18%塩酸 25mL を加え、洗浄温度を 30、50、70°C、洗浄時間を 10、60、360 分と変化させた。

繰り返し洗浄と同様に、長時間の塩酸洗浄を行っても、活性炭中のケイ素とアルミニウムを除去することが極めて難しいことが分かった。また長時間の洗浄を行っても、鉄やカルシウム、マグネシウムの洗浄度は一定の値で頭打ちとなり、その値は繰り返し洗浄の積算値とほぼ同じであることが分かった。

一方で、洗浄に時間がかかる鉄の洗浄度を見ると、一定の洗浄度（60%以上）に到達するまでの時間は、洗浄温度に大きく依存し、30°Cの場合で 360 分、50°Cで 60 分、70°Cで 10 分というように、高温ほど短時間で洗浄できることが分かった。しかし 70°Cという高温の塩酸を用いると、塩酸洗浄液から塩化水素ガスが多量に発生し、作業環境の安全性が著しく損なわれる。このことを考慮して、以降の実験では洗浄温度を 50°Cとし洗浄時間は 1 時間と固定した。

(3) 塩酸濃度の影響

図 6 に、洗浄に使用する塩酸の濃度を変えたときの不純物元素の洗浄度の変化を示す。試験方法は、一定量（1.0g）の活性炭に対し濃度の異なる塩酸 25mL を用い、50°Cで 60 分間の洗浄条件で行った。なお塩酸濃度は塩化水素の含有量で、0（水 100%）、4、7、12、18、35%（濃塩酸原液）とした。

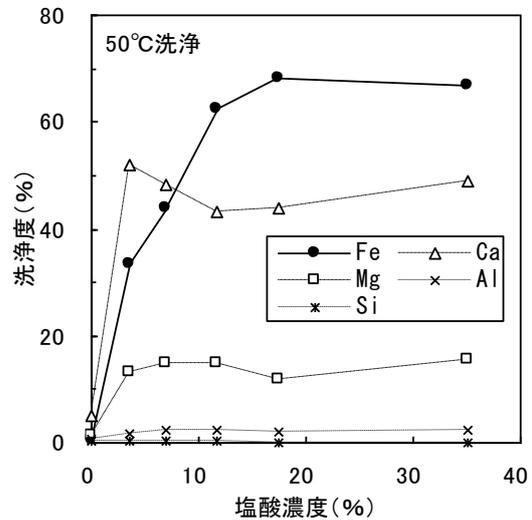


図 6：塩酸濃度による洗浄度の変化

まず塩酸を含まない 0%（水 100%）では、ほとんど洗浄の効果が無いことが分かった。しかし塩酸濃度が 4%と極めて薄い塩酸溶液でも、カルシウムとマグネシウムは十分な洗浄度が得られた。前述したようにこれらの元素が塩酸に極めてよく溶けるためであると推察される。またアルミニウムとケイ素に関しては、塩酸濃度の薄い濃いに関係なく、これまでと同様にほとんど洗浄できないという結果が得られた。一方で鉄

の場合は、洗浄度は塩酸濃度に比例し、60%以上の洗浄度を得るには12%以上の塩酸濃度が必要であることが分かった。

塩酸原液を3倍以内で希釈(12%)して使用することで、酸洗浄の作業安全性の向上と塩酸の使用コスト(薬品代や廃酸処理費用)を低減できることが分かった。

#### (4) 一度に処理する活性炭重量の影響

塩酸の液量に対して処理する活性炭重量を増やしても十分な洗浄・除去ができれば、一度に大量の活性炭を処理できるので洗浄コストの低減につながる。試験方法は、加える活性炭重量を1.0、2.5、5.0gと変えて、18%塩酸25mLで50℃で60分間の洗浄条件で行った。

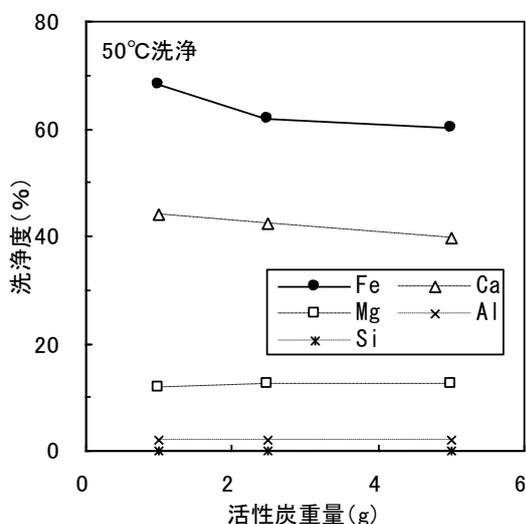


図7：活性炭重量の変化による洗浄度の変化

図7に、加えた活性炭重量を変えたときの不純物元素の洗浄度の変化を示す。鉄以外の不純物元素では、一度に塩酸洗浄する活性炭重量が増えても、洗浄度に大きな違いは見られなかった。鉄は活性炭量が増えるにつれて徐々に洗浄度が低下する傾向が見られたが、活性炭5.0gの洗浄でも60%という高い洗浄度が得られた。活性炭重量を5.0gより多くすることは、洗浄作業(攪拌)がしにくくなるうえに、洗浄度が60%以下となることが予想されるため、実施しなかった。

#### (5) 塩酸の再利用試験

洗浄後の塩酸を繰り返し使用できれば、活性炭の洗浄コストと廃酸の処理コストを大幅に低減できる。活性炭洗浄後の塩酸を再度使用して、新たな活性炭の酸洗浄に使用することで、再利用に対する評価を行った。なお試験方法は、5.0gの活性炭を18%塩酸25mLで50℃、60分間攪拌する洗浄条件を1回もしくは2回繰り返すことで行った。

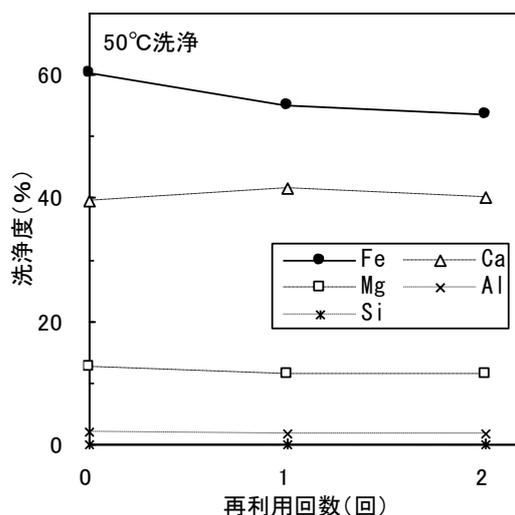


図8：塩酸の再利用回数と洗浄度の変化

図8に再利用回数が0、1、2回の場合の不純物元素の洗浄率の変化を示す。鉄の除去率が60%をわずかに下回るほどまでに低下するものの、全体的に不純物元素の除去率はリサイクルした塩酸を用いても変化は見られなかった。このことから、少なくとも2回までは洗浄に用いた塩酸を再利用できることが分かった。

## 4 まとめ

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、塩酸洗浄によって不純物を除去する方法について、さまざまな洗浄パラメータを変えながら評価を行なった。その結果、不純物元素を大きく3種類に分類できることが分かった。1つ目は、塩酸ではほとんど除去できない不純物元素であり、ケイ素とアルミニウムがこれに相当した。2つ目は、極めて薄い塩酸でも短時間で除去できる元素であり、カルシウムやマグネシウムがこれに相当した。3つ目は洗浄温度や時間、塩酸濃度などの洗浄条件を最適化しなければならない元素であり、鉄がこれに相当した。さらに、塩酸洗浄しやすいにも関わらず洗浄度が低い元素(例：マグネシウム)も存在することが分かった。こういう元素はヤシ殻由来の植物組織のために塩酸と接触しにくい環境下であり、洗浄されにくい(洗浄度が低い)と考えられる。よって不純物が偏在する植物組織のサイズよりも細かく活性炭を粉砕する、といった処理を施すことで洗浄度を向上できる可能性がある。以上のように元素ごとに塩酸洗浄に対する挙動が異なることを理解することは極めて重要であり、活性炭

の品質検査時にどのような元素が多く含まれているかによって、その後の洗浄工程を容易に最適化でき、不純物の少ない活性炭を安定的に大量生産できる。

また本研究により新たな課題として、塩酸ではほとんど除去できないアルミニウムとケイ素の問題も明らかとなった。これらの元素は酸で除去するのは難しいことから、アルカリなどの他の方法での除去が必要である。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) 国立天文台 編纂：理科年表、丸善株式会社

# 低膨張セラミックスの開発研究(第2報)

三浦 拓巳\* 坂山 邦彦\* 中島 孝\*\*  
MIURA Takumi SAKAYAMA Kunihiko\* NAKAJIMA Takashi\*

**要旨** 平成24～25年度に実施した「耐熱性素地の高品位化の研究」において熱膨張係数 $2.0 \times 10^{-6}$ 以下、吸水率3%以下の耐熱素地を開発した。本研究は、より利用分野が広がることを目指し熱膨張係数、吸水率がゼロに近い素地とそれに適した釉薬の開発を目的とした。昨年度の研究においては、低熱膨張原料であるペタライトに可塑原料としてベントナイトと低融点ガラスフリットを組み合わせることで、熱膨張係数がゼロ膨張に近い値をとり、かつ低吸水性化できることが確認できた。

平成27年度は、低膨張素地に防汚性を持たせる無貫入釉を開発した。

## 1 はじめに

セラミック材料の多くは1000℃以上で焼成されており、耐熱性に優れているが、一方で脆く、熱衝撃に対して弱い。しかし、陶磁器分野では、低熱膨張原料であるペタライト(リチウム長石)を用いた耐熱衝撃性に優れた土鍋などの調理用器具がある。ところが、従来のペタライトを用いた耐熱素地は吸水性があるため、ニオイ移りやカビの発生などの課題があり、平成24～25年度は、吸水率3%以下で熱膨張係数 $2.0 \times 10^{-6}$ 以下を目標に研究を行い、ペタライトに焼結材として石灰、長石などを組み合わせることにより、低熱膨張係数と低吸水性の目標値を達成することができた【1】。

本研究は、さらに熱膨張係数 $\pm 1.0 \times 10^{-6}$ 以下、吸水率1.0%以下の低膨張セラミックスを目指しており、より安全な調理用耐熱食器の製作が可能で、耐熱性や耐熱衝撃性を持った機械部品、熱処理治具、触媒担体などにも応用展開できる。昨年度の研究では、低膨張原料であるペタライトに可塑材であるベントナイトと焼結材として低融点ガラスフリットを添加することにより、熱膨張係数がゼロ膨張に近い値をとり、かつ低吸水性化できることを確認した。

一般的に、素地と比較して釉の熱膨張係数が大きければ、釉に貫入が発生する。逆に、素地と比較して釉の熱膨張係数が小さければ、素地の断裂や釉飛びなどの欠陥が発生するため、低膨張素地と熱膨張係数の差が少ない低膨張釉を開発する必要がある。

平成27年度は昨年度得られた低膨張素地との熱膨張係数の差が少ない無貫入釉の開発に取り組んだ。

## 2 実験方法

### 2.1 低膨張釉試験用素地試験体の作製

表1に示した割合で各原料を混合し硬度計CRAY HARDNESS TESTER(日本ガイシ製)に計測値より硬度が5～6になるように水を加えて練土とした。

\*信楽窯業技術試験場 セラミック材料担当

\*\*滋賀県工業技術総合センター 機能材料担当

この練土をセラローラーで厚み5 mmの板状に圧延成形し、30×30mm角に切断し、室温で乾燥後、800℃で素焼した。

表1.低膨張釉試験用素地試験体の割合

原料名	重量比
ペタライト	80
ベントナイト	10
低膨張フリット	10

### 2.2 釉薬調合および焼成

釉薬原料として、ペタライトおよび炭酸リチウム、石灰石、炭酸ストロンチウム、亜鉛華、金剛カオリン、福島珪石を使用した。ゼーゲル式を満たすように上記原料を秤量し、それに沈殿防止のためにベントナイトを外割で2wt%添加した。各原料を秤量後、さらに外割で水を55～65wt%加え、石川式攪拌播潰機で10分間混合・粉碎した後、釉薬泥漿を素焼した素地試験体に浸し掛けした。

施釉後、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900℃まで300℃/h、900℃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。

### 2.3 釉の評価

焼成後の釉表面に筆で墨を塗布し、釉の熔け具合および貫入を目視で観察した。なお、墨を塗布した際に、墨が素地には浸み込まないが洗浄しても釉面に残る場合を半不熔、墨が素地まで浸み込む場合を不熔とした。

釉の熱膨張係数は熱膨張率測定装置TD5000S(マックサイエンス社製)を用い、昇温速度10℃/minで測定した。

X線回折はX線回折装置RINT2500VHF(理学電機製)を用い、CuK $\alpha$ 線出力40kV、40mAの条件により測定し、釉の結晶相を同定した。

### 3 結果と考察

#### 3.1 0.5CaO・0.5Li<sub>2</sub>O・xAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・ySiO<sub>2</sub>組成をした釉の性状および熱膨張と結晶構造との関係

低膨張素地と同様に、釉薬もペタライトを主原料とし、融材に石灰を用いて調査を行った。塩基性成分であるCaO、Li<sub>2</sub>Oは各々モル比0.5ずつで固定し、金剛カオリンと福島珪石の添加により、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>およびSiO<sub>2</sub>の組成を表2のとおりに変化させた。

表2.塩基性成分を0.5CaO・0.5Li<sub>2</sub>Oとした各調査のゼーゲル式

	No	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
ゼーゲル式	CaO	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
	Li <sub>2</sub> O	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.60	0.70	0.55	0.65	0.75	0.60	0.70	0.55	0.65	0.75
	SiO <sub>2</sub>	4.0	4.0	4.5	4.5	4.5	5.0	5.0	5.5	5.5	5.5

図1から図4は、各温度で焼成後の釉の性状を示す。1210℃から1240℃の焼成温度では、おおむね無貫入の失透釉が得られた。ただし、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>分が少なくSiO<sub>2</sub>分の多いNo.8のみ貫入が発生した。これは福島珪石が石英として残留し、これが熱膨張係数を大きくしたためと考えられる。

焼成温度が1180℃以下になると、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>分およびSiO<sub>2</sub>分の多い領域では釉の融けが悪く、1150℃では、全領域において釉の融けが不足した。

つぎに、1180℃から1240℃の焼成温度範囲で釉の性状が良好であったNo.1,3,4,6について、釉の熱膨張係数の測定と結晶相を同定した。

表3は、焼成温度ごとの素地および釉の熱膨張係数測定結果を示す。素地の熱膨張係数と比較して、釉の熱膨張係数はいずれも大きかったが、その差は1.0×10<sup>-6</sup>/K以下であった。

図5から図7は、焼成温度ごとの釉面のX線回折測定結果を示す。釉層に低熱膨張性のβ-spodumene (Li<sub>2</sub>O・Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・4SiO<sub>2</sub>)が晶出することにより、釉の熱膨張係数が低くなり、無貫入で失透していることがわかる。また、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>分が少なくSiO<sub>2</sub>分の多いNo.3やNo.6は福島珪石の添加量が他に比べて多く、石英(Quartz)に由来するピークも確認された。またNo.3について、1240℃で焼成するとβ-石英固溶体(Virgilite)の結晶相に由来するピークも確認できた。通常、β-石英固溶体は1200℃以上の焼成によりβ-spodumeneに転移し結晶相が消失しやすいため、このβ-石英固溶体の生成要因については、今後検討する必要がある。

表3. 素地およびNo.1,3,4,6の釉の熱膨張係数

No	30℃～600℃の熱膨張係数/10 <sup>-6</sup> /K <sup>-1</sup> (素地との熱膨張係数の差)				
	素地	1	3	4	6
1240℃	-0.20	0.56(+0.37)	0.69(+0.50)	0.77(+0.58)	0.54(+0.35)
1210℃	0.19	0.53(+0.34)	0.63(+0.44)	0.9(+0.71)	0.48(+0.29)
1180℃	0.41	1.12(+0.71)	0.73(+0.32)	0.99(+0.58)	0.94(+0.53)

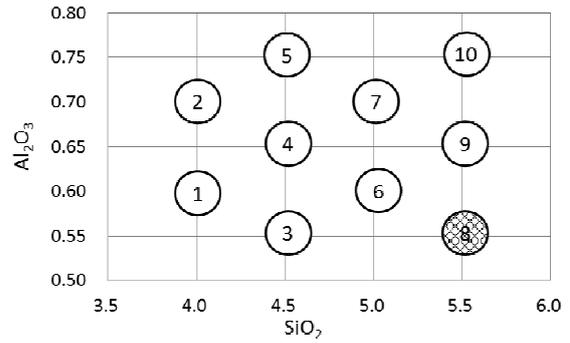


図1. 0.5CaO・0.5Li<sub>2</sub>OのAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>性状図(1240℃焼成)

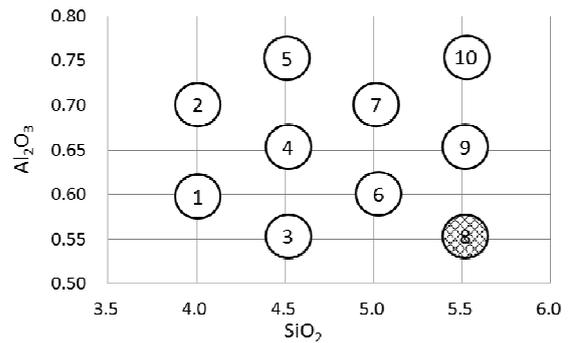


図2. 0.5CaO・0.5Li<sub>2</sub>OのAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>性状図(1210℃焼成)

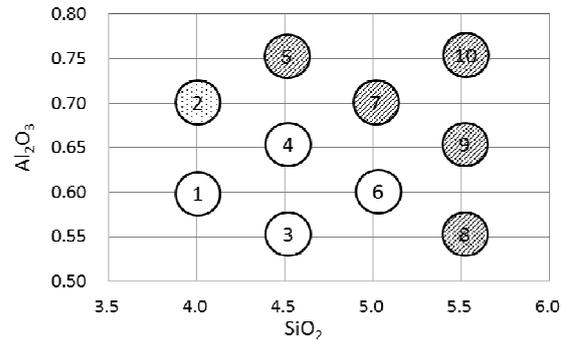


図3. 0.5CaO・0.5Li<sub>2</sub>OのAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>性状図(1180℃焼成)

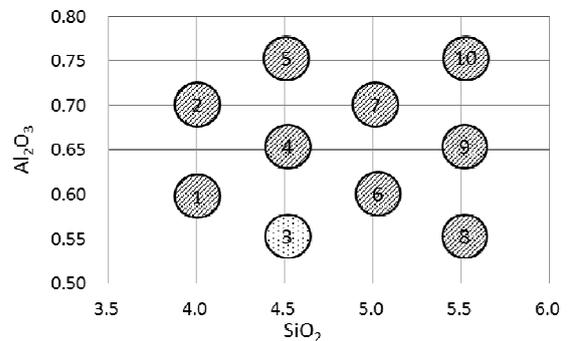


図4. 0.5CaO・0.5Li<sub>2</sub>OのAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>性状図(1150℃焼成)



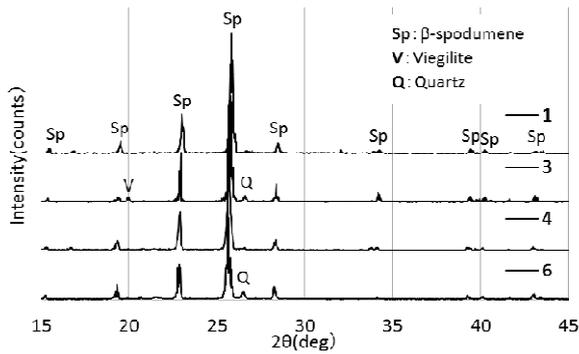


図5. 1,3,4,6軸面のX線回折チャート(1240°C焼成)

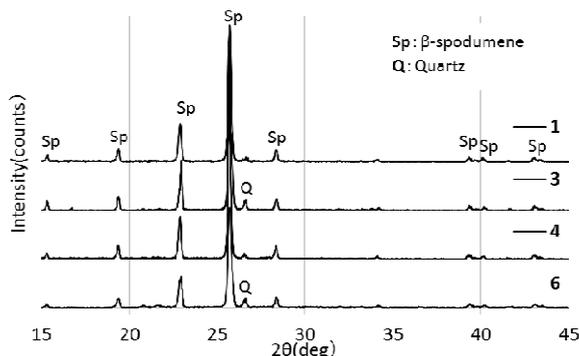


図6. 1,3,4,6軸面のX線回折チャート(1210°C焼成)

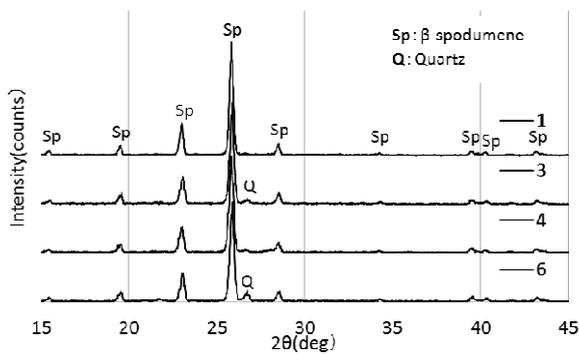


図7. 1,3,4,6軸面のX線回折チャート(1180°C焼成)

### 3.2 塩基性成分の置換による熔融性と熱膨張の変化

1180°Cから1240°Cの焼成温度で、他と比較して熱膨張係数が低く、融けも良好な熔溶性状であるNo.3 (0.5CaO・0.5Li<sub>2</sub>O・0.45Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・5.5SiO<sub>2</sub>) のCaO分を他の塩基性成分を置換し、1180°C以下での釉の溶融性の向上を図った。

各調査は、表5に示すとおりNo.3のゼーゲル式でモル比0.5のCaO分をSrOおよびZnOでモル比0.1ずつ置換した。

図8および図9は、各焼成温度における釉の性状を示す。CaO分をSrOで置換すると、釉の熔融性は向上したが、置換量が多くなるにつれて、貫入が発生した。一般的にガラスの熱膨張係数に関して原子価が同じ場合、イオン半径の大きさに比例して、熱膨張係数が大きくなること

表4. No.3釉の塩基性成分CaOをSrOおよびZnOで置換した各調査のゼーゲル式

	3-1	3-2	3-3	3-4	3-5	3-6	3-7	3-8	3-9	3-10
CaO	0.4	0.4	0.3	0.3	0.3	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1
SrO	0.1	0	0.2	0.1	0	0.3	0.2	0.1	0	0.4
ZnO	0	0.1	0	0.1	0.2	0	0.1	0.2	0.3	0
Li <sub>2</sub> O	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55
SiO <sub>2</sub>	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5
	3-11	3-12	3-13	3-14	3-15	3-16	3-17	3-18	3-19	3-20
CaO	0.1	0.1	0.1	0.1	0	0	0	0	0	0
SrO	0.3	0.2	0.1	0	0.5	0.4	0.3	0.2	0.1	0
ZnO	0.1	0.2	0.3	0.4	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Li <sub>2</sub> O	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55	0.55
SiO <sub>2</sub>	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5

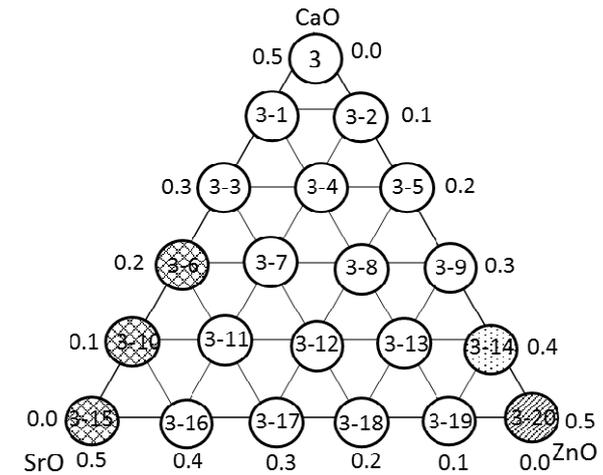


図8. 0.5(CaO-SrO-ZnO)・0.5Li<sub>2</sub>O・0.55Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・4.5SiO<sub>2</sub>の性状図(1180°C焼成)

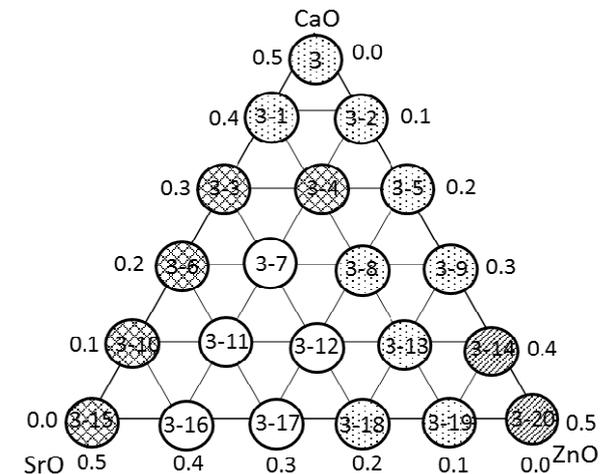


図9. 0.5(CaO-SrO-ZnO)・0.5Li<sub>2</sub>O・0.55Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・4.5SiO<sub>2</sub>の性状図(1150°C焼成)



知られている【2】。2価の陽イオンである各塩基性成分のイオン半径はZnO < CaO < SrOの順に大きくなるため、熱膨張係数もこの順に大きくなる。このため、SrOの置換量に比例して熱膨張係数も大きくなり、貫入が発生したものと考え

られる。CaO分をZnOで置換した場合は、ZnOの置換量の増加とともに、釉の熔融性は悪くなる傾向があった。SrOによる熔融性の向上と、塩基性成分の中ではイオン半径が小さいZnOとの置換により、1150℃から1180℃の焼成温度領域において、 $0.0\sim 0.1\text{CaO}\cdot 0.3\sim 0.4\text{SrO}\cdot 0.1\sim 0.2\text{ZnO}\cdot 0.5\text{Li}_2\text{O}\cdot 0.45\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 5.5\text{SiO}_2$ の領域において、釉の性状は良好であった。

つぎに、1150℃から1180℃の焼成温度範囲で釉の性状が良好なNo.3-7,3-11,3-12,3-16,3-17について、釉の熱膨張係数の測定および結晶構造を解析した。

表5は素地および各釉の熱膨張係数の測定結果を示す。各焼成温度において、釉の熱膨張係数は $1.0\times 10^{-6}/\text{K}$ 以下であり、特に3-17の熱膨張係数は $0.5\times 10^{-6}/\text{K}$ 以下と低い値を示した。

図10および図11は焼成温度ごとの釉面のX線回折測定結果である。各釉層には、残留石英(quartz)と低熱膨張性のβ-spodumene ( $\text{Li}_2\text{O}\cdot \text{Al}_2\text{O}_3\cdot 4\text{SiO}_2$ )が検出された。また、一部の釉からは単斜晶Slawsonite ( $\text{SrO}\cdot \text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$ )も検出された。単斜晶Slawsoniteは熱膨張係数の低い( $2.5\times 10^{-6}/\text{K}$ )結晶であり【3】、3-17はこの結晶に由来する強度が他と比較して高いため、熱膨張係数が小さくなったと考えられる。

単斜晶Slawsoniteの析出の要因を調べるために、図12および図13は $0.5(\text{CaO}-\text{SrO})\cdot 0.45\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 5.5\text{SiO}_2$ および $0.5(\text{SrO}-\text{ZnO})\cdot 0.45\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 5.5\text{SiO}_2$ のX線回折測定結果を示す。CaO-SrO系では単斜晶Slawsoniteに由来するピークは検出されなかった。一方、SrO-ZnO系において、単斜晶Slawsoniteに由来するピークが検出されるため、亜鉛華がSlawsonite生成の鉱化剤として働いているものと考えられる。

#### 4 まとめ

ペタライトを用いた低膨張素地に適した釉として、ペタライトを主原料とし融材として石灰を用いることで、1180℃から1240℃で、β-spodumene ( $\text{Li}_2\text{O}\cdot \text{Al}_2\text{O}_3\cdot 4\text{SiO}_2$ )が晶出した無貫入の釉が得られた。また、炭酸ストロンチウムを添加することにより熔融性が向上し、またイオン半径の小さな亜鉛華を添加することにより1150℃から1180℃の範囲で無貫入の釉が得られた。また、ストロンチウムに亜鉛を共存させることにより、熱膨張の低い単斜晶Slawsonite ( $\text{SrO}\cdot \text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$ )も晶出することがわかった。

#### 参考文献

- 【1】坂山邦彦ら：滋賀県工業技術総合センター研究報告，111-113 (2013)
- 【2】高島廣夫：陶磁器釉の科学，134-138 (1994)
- 【3】Y.P. Fu, et al: 「Solid-state synthesis of ceramics in the BaO-SrO-Al2O3-SiO2 system」, Ceramics International 30, 41-45(2004)

表5. 素地および釉3-7、3-11,3-12,3-16,3-17の熱膨張係数

		30℃～600℃の熱膨張係数/ $10^{-6}/\text{K}$ (素地との熱膨張係数の差)					
No		3-7	3-11	3-12	3-16	3-17	
焼成温度	1180℃	0.19	0.65(+0.46)	0.55(+0.36)	0.52(+0.33)	0.58(+0.39)	0.32(+0.13)
	1150℃	0.41	0.45(+0.04)	0.74(+0.33)	0.67(+0.27)	0.63(+0.22)	0.39(-0.02)

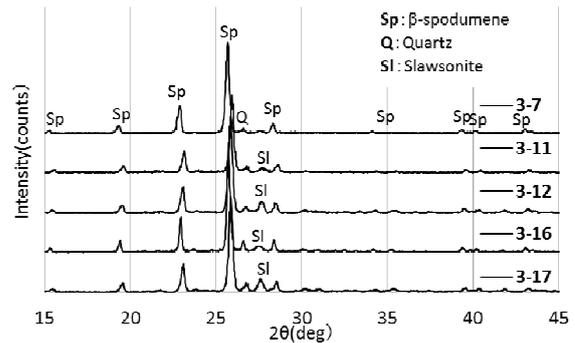


図10. 3-7,3-11,3-12,3-17,3-18釉面のX線回折チャート (1180℃焼成)

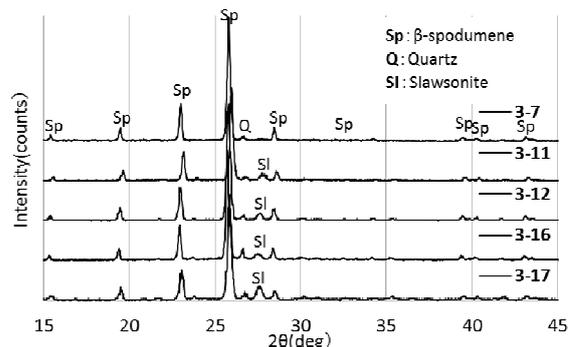


図11. 3-7,3-11,3-12,3-17,3-18釉面のX線回折チャート (1150℃焼成)

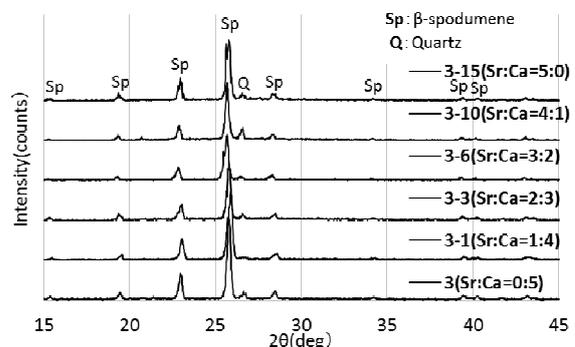


図12. 釉組成のSr、Caモル比を変化させたときの釉面のX線回折チャート(1150℃焼成)

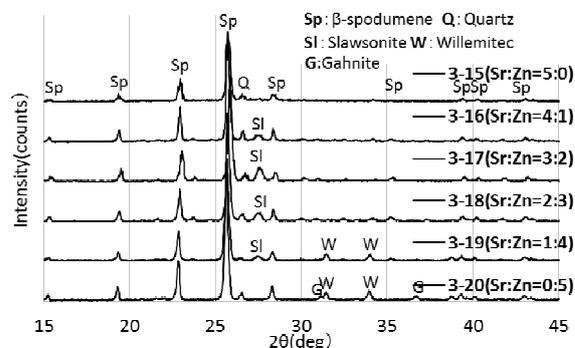


図13. 釉組成のSr、Znモル比を変化させたときの釉面のX線回折チャート(1150℃焼成)



## 滋賀県工業技術総合センター業務報告

第30号

平成28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(有)東呉竹堂 ひがし印刷