

6 無機材料・セラミックス分野

(1) 含浸法による特性改善（昭和61～63年）

昭和50年代後半から、ファインセラミックスについて国の大きなプロジェクトが推進され、大きな進展が見られた。この中で、セラミックスの母相中にジルコニアを分散させることによる、靱性や強度の著しい向上が報告され、学術的・技術的に多大な関心が寄せられた。これらジルコニア分散セラミックスにおいては、ジルコニアを正方晶系のまま母相中に封じ込め、単斜晶系への転移に伴う体積膨張によりクラックの進展を抑えマイクロクラックの状態に留める。このため、ジルコニア微粒子を、いかに均一に分散させるかが製法上のキーポイントであり、多くの方法が研究された。

このような中、昭和61(1986)から63年(1988)にかけて、最も一般的なファインセラミックスであるアルミナを対象として、その予備焼結体（多孔質）にオキシ塩化ジルコニウム（ $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ）水溶液を含浸後、焼結するという簡便な手法により ZrO_2 分散アルミナの作製法について検討された。以下に、研究の成果を概説する。

1) 研究の内容及び成果

研究では、図6-1に示す含浸法により調整した $Al_2O_3-ZrO_2$ 複合体（AZC）の微構造と機械的性質・靱性・耐エロージョン性について調べている。

すなわち、一軸プレス成形品を1000℃で仮焼後、仮焼体をオキシ塩化ジルコニウム水溶液に浸漬、本焼成を行った。

得られた焼結体の強度は、未研磨のまま、スパン距離20mm、クロスヘッドスピード0.5mm/min、室温大気中で3点曲げ試験法により評価した。また、焼結体の微構造は、試料の長軸に垂直方向に切断し、研磨後、1500℃×5minでサーマルエッチングし、走査型電子顕微鏡により観察した。AZCのジルコニア結晶相の同定は、X線回折装置によった。

この結果、ジルコニアは表面層ほど多く（図6-2）、また、アルミナ結晶粒の3重点に分散し平均粒径が0.1～1μmであること、ジルコニアは正方晶系が主体であることを示した。

さらに、予め10mass%の ZrO_2 （平均粒径0.2μm）を添加したアルミナ（AZ）も用いて、含浸法の効果を確認した。これらの材料の曲げ強さとインデンテーション・フラクチャー法により求めた破壊靱性値を表6-1にまとめた。

曲げ強さは、アルミナへのジルコニア含浸で35%、10mass%ジルコニア添加アルミナへの含浸で15%向上した。また、靱性値も前者では25%、後者では50%も増加し、含浸の効果は明確である。

従来、アルミナの強靱化には、ジルコニアの5～15mass%添加が必要であり、t- ZrO_2 からm- ZrO_2 への転移が認められている。今回の含浸法では、添加ジルコニア量が少なく、t- ZrO_2 からm- ZrO_2 への転移が認められない。このため、AZCの特性向上の原因は、応力誘起変態やマイクロクラックによる破壊エネルギーの吸収によるものではなく、表面圧縮応力等別の要因によるものと推察している。また、ジルコニア含浸・10mass%ジルコニア添加アルミナの強靱化では、表面

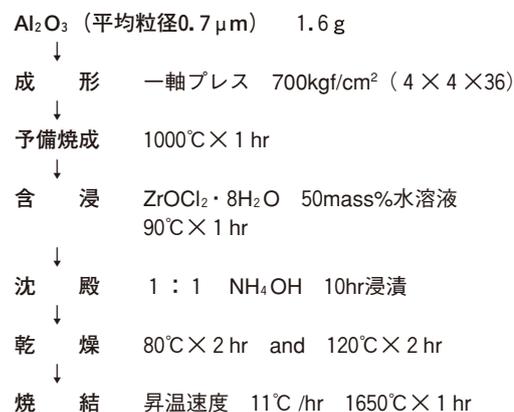
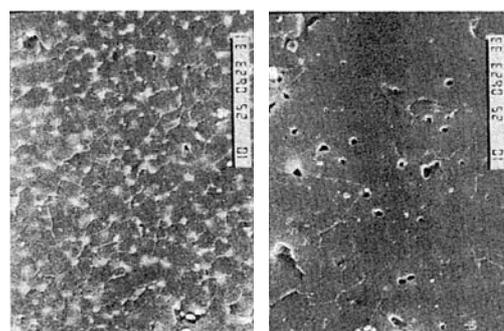


図6-1 含浸法の流れ



(a) AZC表面部 (b) AZC内部

図6-2 AZCの断面のSEM写真

表6-1 含浸法により作製したセラミックスの破壊靱性値

	強度 (MPa)	破壊靱性値 (MPa√m)
アルミナ(A)	329	3.8
ジルコニア含浸アルミナ(AZC)	451	5.2
ジルコニア10mass% 添加アルミナ(AZ)	448	6.3
ジルコニア含浸・AZ(AZI)	518	9.1

圧縮応力+マイクロクラック+応力誘起変態の相乗効果によるものと考えている。

高靱性セラミックスは、耐エロージョン性も良いことが知られており、これを実験的に確認した。アルミナ (A)、10mass%ジルコニア添加アルミナ (AZ)、そして、ジルコニア含浸・10mass%ジルコニア添加アルミナ (AZI) を用い、サンドブラスト後の重量変化から耐エロージョン性を評価した。その結果、図6-3のような結果を得ている。Aでは、ブラスト直後からほぼ直線的に増加し、AZでは、40sまではゆっくりと増加するが、それ以降の増加の傾きはAと同じとなった。AZIでは、途中から多少摩耗重量の増加速度は増えるが、他の2つよりは小さい。この傾向は、試料の断面微構造を良く反映している。

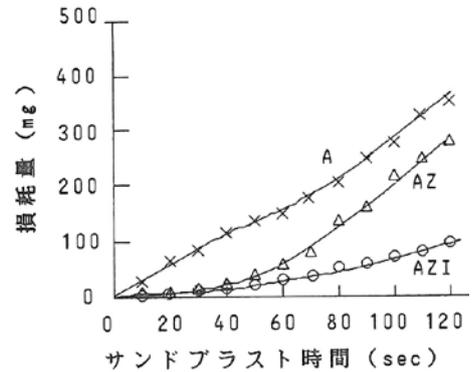


図6-3 含浸による耐エロージョン性の改善

(2) ファインセラミックスの分析技術の研究 (昭和62～平成元年)

ファインセラミックス製品の高性能化には、ファインセラミックス材料の開発も重要だが、原料粒子の製造、成形、焼成、そして、加工の全工程に関する技術改善が必要である。原料粒子は、無機塩の中和・沈殿の生成・洗浄・熱処理等により製造され、この粒子に、成形用の有機系助剤（結合材、滑剤など）や焼結用の助剤が添加され、成形される。成形品は次の工程で焼成されるが、焼成により成形助剤は燃焼し殆ど製品には残らない。一方、焼結助剤は、セラミックスの母粒子中や粒界に残存し、その特性に大きな影響を与えることが知られている。

このように、製品製造工程は何段階にも渡るため、製品特性の安定化には、各段階での品質管理が重要であり、分析技術が必要となる。

そこで、昭和62(1987)から平成元年(1989)まで、いろいろな分析技術について検討された。

セラミックス中の希土類元素の分析については、昭和62から63年(1988)の間に異なる手法で検討され、アルミナ原料粒子に含まれる陰イオンの分析については昭和62年に、また、プレス成形用アルミナ顆粒材の成形用助剤の分析技術については平成元年に検討された。以下に、それぞれの分析方法の研究で得られた結果を概説する。

1) 研究の内容及び成果

昭和62年(1987)には、アルミナ粉末中の塩化物イオンの測定について調べている。セラミックス原料には、その製造工程上陰イオンを不純物として含むものもあり、それらイオンは焼結後も残存し、焼結体の機械的・熱的・電気的機能に影響を与えることが多い。

そこで、セラミックス製品としての用途が広いアルミナを対象として、アルミナ原料粉末（平均粒径：0.6 μm）を純水中に分散・振とう後、遠心分離することによりアルミナ粉を沈殿させ、その上澄み液をイオンクロマトグラフにより分析している。その結果、アルミナ中の塩化物イオン濃度はこの方法で十分に分析できることを示し、供試アルミナ中の含有量が0.037mass%であると求めている。

昭和63年(1988)に、希土類元素の分析について、セラミックスパウダーに四ホウ酸リチウム粉末を混合し、高温で溶融・ガラス化した材料を用いて、有色の希土類元素（Nd, Sm, Pr, Dy, Er）を対象として、吸光光度分析について検討された。また、同年に、ガラス化試料を塩酸に溶かしグラファイト炉を用いた原子吸光光度法により、翌平成元年(1989)には、ICPによる分析が試みられた。

前者の吸光光度法では、透明ガラスにすることで高額な設備を用いずに、0.1～10mass%程度の範囲で吸光度が濃度に対して直線的に変化するので精度良く分析可能であるが、分析可能な元素が限られることという欠点があることを示している。一方、後者では、グラファイト炉、ICPとも良好に分析できることを示している。注意点としては、前者がグラファイトキュベットへのメモリー効果と、後者が四ホウ酸リチウムを含み塩濃度が高くなるためトーチが詰まりやすくなることを挙げている。

また、セラミックス粒子に成形助剤として添加されている有機材料の分析を平成元年(1989)に試みている。すなわち、プレス成形用アルミナ顆粒を用いて、水→メタノール→エタノール→クロロホルム→ベンゼン→ヘキサン→THFの順に顆粒状アルミナから有機材料の抽出を行い、抽出液を薄層クロマトグラフで分離し、赤外分析により同定している。その結果、PVA、澱粉、カルボン酸塩、界面活性剤、ローカストビンゴム、シリコン油、マイクロワックスの含有を認めた。

(3) セラミックスの成形技術の研究(昭和62~平成10年)

アルミナには、 α -、 γ -、 θ -等と呼ばれる結晶構造の異なるものが知られている。その中に、殆どアモルファスである ρ -アルミナがある。 ρ -アルミナのX線回折チャートには、酸素原子の最密充填間距離の1/2に対応する1.40Åに相当する回折線が現れるのみである。そして、何よりも、 ρ -アルミナの他の結晶系アルミナに無い特徴は、水と反応して水硬性を示すことで、例えば、 ρ -アルミナを含む水系のアルミナスラリーは時間の経過に伴い硬化する。この硬化体は、加熱により、水を放出しながら相変態し、最終的には α -アルミナ焼結体となる。

ここで、 ρ -アルミナの製造方法について紹介する。 ρ -アルミナの製造方法には二種類知られており、一つは、水酸化アルミニウムの減圧熱処理法であり、均一性の高い粉末は得られるがバッチ処理で大量生産はできない。もう一つは、フレーム熱分解法であり、水酸化アルミニウム粉末をフレーム中に投入し急激に熱分解させた後、急冷・捕集する方法である。この方法で得られる ρ -アルミナは、温度分布の不均一さから特性が不均一であったり、 ρ -アルミナ以外の結晶相が共存したりする。しかしながら、連続処理であり大量生産が可能で、市販の ρ -アルミナはこの方法による。

ρ -アルミナをセラミックス用の結合材として用いようとする試みが、昭和62年(1987)の研究を発端に平成8年(1996)までの10年間に渡り行われた。そして、硬化に関する基本的な特性評価から複雑形状品や大型成形体の製造に関する応用研究まで多岐に渡り取り組まれた。特に、平成3(1991)から5年(1993)までの3年間においては、広域共同研究の中のサブテーマ：「無機バインダーを用いたセラミックス射出成形技術の開発」で国の補助金を受けて取り組んだ。さらに、硬化体その物を特性改善して利用しようとする試みが、平成9(1997)から10年(1998)まで行われている。以下に、研究の成果を概説する。

1) 研究の内容及び成果

安価に複雑形状のセラミックスが作製できユーザー要望に対してフレキシブルに対応可能なことなどから、鑄込み成形法に着目し、水硬性セラミックスを用いた固形鑄込み成形について検討した。この方法では、従来のスラリーを石膏型に流し込む鑄込み成形で問題の、離型時間が長い、肉厚品の成形が困難である、石膏型の乾燥時間が長い等の欠点を克服できる可能性が大きい。そして、肉厚製品の鑄込み成形技術の確立を目指し、市販 ρ -アルミナを含むスラリーを吸水性のないプラスチック製の型に流し込む固形鑄込み方法を試みた。

まず、 α -アルミナ(平均粒径0.4 μ m)と ρ -アルミナ(平均粒径:12 μ m)の重量比90:10の混合物を、ポリアクリル酸系分散剤を含むイオン交換水に分散し、分散剤濃度とスラリー粘度の関係を調べ、分散剤濃度3mass%程度が適する事を明らかにしている。引き続き、このスラリーを直径30mm×高さ50mmのプラスチック型に流し込み、70℃で保持し、30分で硬化することを示した。成形体の圧縮強さは6MPaであり、相対密度は α -アルミナの70%程度であった。また、硬化体をX線回折により調査し、硬化体に擬ベーマイトやパイライトの生成を認めている。成形体を、1450℃~1550℃で焼成したところ、強度は320MPaであり、相対密度は96%であった。

このように、 α -アルミナの結合材としての応用可能性が明確になったことから、これをより生産向きに改善するための試みとして、平成3(1991)から5年(1993)の3年間にわたり技術開発研究費補助事業(広域共同研究)の中小企業庁補助金を受けて、「新素材粉末の射出成形法による複合化焼結材料の研究開発」(参画機関:名古屋工業研究所、愛知県工業技術センター、岐阜県金属試験場、長野県工業試験場、名古屋市工研、富山県工業技術センター)の中の「無機バインダーを用いたセラミックス射出成形技術の

開発」の研究を受け持った。

この研究では、開発した ρ -アルミナを含む熱硬化性スラリーを加熱した金型やシリコンゴム型へ射出し硬化させることで、成形品を得る技術について検討を加えた。マトリックスのセラミックスとしては、アルミナの他にジルコニアや窒化珪素についても検討している。金型内への射出成形では、単純な角棒の成形でも、成形体に割れが生じた。この原因は、スラリー固化時に収縮すること、及び、固化スラリーが脆弱なためだと考えている。すなわち、金型の突き出しピンなどのわずかな起伏に固化体が引っかかり、この状態で固化収縮が進むため、収縮応力に耐えきれず成形体が破断してしまう。そこで、固化体の収縮を吸収できるような可とう性のあるシリコンゴム型へ射出することにより、健全な成形品を得ることができた。

成形体を焼成して得た焼成品の特性は、アルミナやジルコニアでは相対密度95%程度であった。窒化珪素では ρ -アルミナの添加量が多いとガラス化し発泡するため、曲げ強度との関係から ρ -アルミナの添加量は20%が上限であり、焼結体強さは、400MPa程度であった。

平成6年(1994)には、固化収縮割れを防ぐために、スラリーへの有機化合物の添加が試みられている。そして、カードランやアガロースゲルといった吸水膨潤性の高い有機化合物で効果を認めている。

また、スラリーの自硬性と固化体の強さを生かして、平成4(1992)から8年(1996)には、複雑形状セラミックス(剣山、ターボチャージャー、セラミックスハニカム など)の成形技術の開発や大型成形体の開発について取り組んだ。

剣山、ターボチャージャーやセラミックスハニカムの成形では、ゾル-ゲル転移する寒天等の多糖類ゲルを型に用いることで、従来、成形不可能と言われた複雑なこれら成形体を固形鑄込みで作製できることを示した。多糖類ゲルは、水分を多く含むために水系スラリーとのなじみが非常に良く、細部までスラリーを流し込むことができ、転写性は非常に良好であった。さらに、スラリーにアガロースゲルを加えることで、成形時の割れが抑えられ、寸法安定性の優れた固化体を得られた。

大型成形体では単純な大型の円管や円柱体を成形した。このような大型成形体では、固化体作製の面ではあまり問題がないが、むしろその後の乾燥が問題となる。乾燥が進行すれば固化体は収縮するため、単に乾燥すると表面に割れが発生してしまう。すなわち、成形体の内部・表面のほぼ均一な乾燥進行が重要である。

そこで、成形体を底に水を張ったデシケーター(上部に孔のあるもの)に入れ、外部から徐々に加熱をする方法を採用した。この方法では、初期には、底部の水の蒸発によりデシケーター内の空気を追い出し、その後試料は飽和水蒸気中に保持された状態で乾燥が進む(100℃以上では、過熱蒸気乾燥となる)。これにより、成形体内外部の乾燥程度にあまり差が付かないので、割れない肉厚乾燥体を得ることができた。

乾燥が終わると焼成であるが、 ρ -アルミナの固化は擬ペーライトの生成によるため、その分解温度付近をゆっくりと昇温・焼成することで、最終的に密度3.68 g/cm³、曲げ強さ260MPaの焼成品を得ている。

これらの ρ -アルミナを用いて作成・焼結した試作品の写真を、図6-4にまとめる。

一方、平成9(1997)から10年(1998)にかけての、固化体を未焼成で利用しようとする検討の中で、固化体強度がセメントの場合と同様にエイブラムの法則に従い水/ ρ -アルミナの比率に左右されることを明確にしている。また、硼酸を含浸し乾燥することで、固化体中のマクロな欠陥を軽減することで強度が向上できることも見出している。

また、平成9(1997)から13年(2001)にかけて、 ρ -アル



図6-4 試作品の見本

ミナ添加アルミナスラリーの固化挙動について詳細に検討し、 ρ -アルミナの比表面積や粒度、固化温度の影響などを調べている。

そして、固化の進行には誘導時間があり、誘導時間の間は目に見える変化は無いが、これが終わると擬ペーマイトの析出がアルミナ粒子上に認められるようになり、この析出を起点として擬ペーマイトの生成が進行することで固化することを示した。このため、アルミナの表面状態が固化の進行に大きく影響することをつかんだ。

また、誘導時間は温度の逆数に対して片対数紙上で良好な直線関係を示し、この傾きから求められる見かけの活性化エネルギーは約79kJ/molであり、同じく非晶質である陽極酸化皮膜の溶解の活性化エネルギーとほぼ同じであることから、 ρ -アルミナの溶解性が律速であることがわかった。実際に、 ρ -アルミナの作製温度は、固化速度に大きな影響を与える（作製温度により溶解速度が変わる）ことや、原料水酸化アルミの添加が固化時間に影響することを把握している（この理由として、擬ペーマイトが析出し始める液中のAl濃度が、水酸化アルミがあると低くなるのではないかと考えている）。

(4) 合成カオリナイトの水熱合成技術の開発（重要地域技術開発研究）

中部地域のセラミックス製品生産高は国内の約70%に達しており、この背景の一つに、瀬戸や東濃地方の良質な粘土を産出する鉱床の存在が挙げられる。この良質な粘土資源は、陶磁器産業のみならず、不純物が少ない無機可塑剤として半導体基板、ハニカムセラミックス、電気絶縁碍子などのファインセラミックス製品にとっても不可欠となっている。

しかし、近年有力な鉱床の枯渇化と宅地化にともなう新しい鉱床開発の遅滞化により、セラミックス産業の将来に多大な危惧の念を抱かせる事態になっている。

このような事態に対処するため、平成元(1989)から5年(1993)までの5年間の計画で、人工粘土合成技術研究組合（東ソー(株)、東洋電化工業(株)、日研化学(株)、ニッコー(株)、日本ガイシ(株)）や国・地方公設研究機関（名古屋工業技術研究所、滋賀県立信楽窯業試験場、三重県窯業試験場、名古屋市工業研究所、愛知県瀬戸窯業技術センター、岐阜県陶磁器試験場、福井県工業技術センター、石川県工業試験場、富山県工業技術センター）で合成カオリナイトの水熱合成技術について、重要地域技術開発研究として共同研究を行った。

特に富山県においては、人工原料を用いた人工カオリナイトの合成研究を分担し、コロイダルシリカ・アルミナゾル仮焼物を $AlCl_3$ 水溶液中で水熱処理し、溶液濃度のカオリナイト化への影響、原料の種類がカオリナイトの形態へ及ぼす影響、得られたカオリナイトのインターカレーション挙動等について検討を加えた。

一般に、コロイダルシリカとアルミナゾル混合仮焼物を水熱処理すると比較的容易にカオリナイトは生成するが、凝集が強く一次粒子にまで分散できない等の問題があった。また、得られるカオリナイトの結晶度はヒンクレイの指数が0.9以下であり、高結晶度のものは合成が難しかった。

塩化アルミニウムは、カオリナイトの生成を阻害することが報告されているが、高濃度の塩化アルミニウム水溶液を水熱処理溶液として用いることにより、分散性の良好な高結晶度カオリナイトが生成することを見いだしたのでその結果を中心に報告する。

1) 研究の内容及び成果

○カオリナイトの合成

日産化学(株)製の塩酸安定化アルミナゾルにイオン交換水を10重量部添加・希釈し、超音波分散+機械攪拌しながら同社製コロイダルシリカを30重量部滴下した。これを砂浴上で乾燥し、600℃で1時間仮焼後、100メッシュ以下に粉碎し出発原料とした。出発原料2gに塩化アルミニウム水溶液を8ml加え、テフロン製密閉容器を内容器（内容積50ml）とするオートクレーブに入れ、水熱処理した。尚、圧力は設定温度の飽和蒸気圧である。得られた反応生成物は、遠心分離・水洗を4回繰り返した後、風乾し評価用とした。

X線回折による生成相の同定では、スキャン速度 (2θ) 5 deg/minの条件で測定した。結晶子サイズを求める場合は、0.5deg/minでスキャンし、シェラーの式(係数: 1)を用いて求めた。なお、高純度Si粉末を基準とし、ピーク形状がガウス分布に従うものとして装置補正を行った。赤外線吸収スペクトルはKBr錠剤法により、熱分析は試料20mg、昇温速度10°C/minの条件で行った。粒度分析は、トリポリ燐酸ソーダ水溶液中に75Wの超音波洗浄器を用いて5分間分散し、レーザ粒度分析計により測定した。形態は、走査型電子顕微鏡により観察した。

表6-2は、出発原料を種々の濃度の塩化アルミニウム水溶液中で水熱処理(230°C×5日間)した場合の生成物の概要をまとめたものである。

塩化アルミニウム濃度が0.5mol/l未満では、強く凝集した短冊状の生成物が容器の底にたまり、カオリナイト(ヒンクレイの結晶度指数が1以下)も認められた。

0.5mol/lではペーマイトのみが認められ、全体に硬く固化し中間部に割れを生じた。

0.75mol/l以上では、均一なクリーム状で、カオリナイト(ヒンクレイ指数: 1.2以上、C軸方向厚: 350Å程度、不定形板状、平均径0.5~0.6μmで単分散を予想)が認められた。これは、反応初期に原料中のγ-アルミナと塩化アルミニウム溶液の反応により $Al_{24}O_{11}(OH)_{44}Cl_6$ が生成する時、シリカ源・アルミナ源が均一に分散、この状態で立体規制を受けずにカオリナイトが生成するため高結晶化度になるものと考えられる。

BET吸着法で求めた比表面積は、1 mol/lの場合は19.6m²/gであった。ここで、X線回折やSEM観察で得られた結果を基に、粒子形状を四角板状として体積を計算すると0.6×0.6×0.035μm³となり、粒子密度を2.6g/cm³と仮定するとその比表面積は約24.5m²/gと計算でき、19.6m²/gに近い値である。そして、アモルファス部が少ないこと、及び、単分散されていることが示唆される。このことは、熱分析や粒度分析の結果とも一致した。

○高結晶化度カオリナイトの生成機構

塩化アルミニウム濃度1 mol/lの溶液中、220°C、及び、230°Cで水熱処理した時の、処理期間と生成物の関係について検討した結果、処理温度は230°C以上が必要であり、まずクリーム状の $Al_{24}O_{11}(OH)_{44}Cl_6$ が生成し、カオリナイトの生成へと進むことを示した。クリーム状では、シリカ源・アルミナ源が高濃度で均一分散された状態にあり、ここから一定の誘導期間を経てカオリナイトが急速に生成してくることが観察された。

すなわち、シリカやアルミナ源が、コロイドとして液中に均一分散された状態では、原料の溶解やカオリナイトの生成が立体規制を受けずに自由に行えるので、結晶度が極めて高い単分散のカオリナイトが生成したものと推定される。しかし、

220°C以下の温度や230°Cでも2日以内ではカオリナイトの生成が認められなかったことから、この時のカオリナイト生成の活性化エネルギーは極めて高いものと判断され、この原因として、固液比の高いことやシリカの溶解が遅いこと等が考えられる。

表6-2 オートクレーブ生成物の性状

Kao: カオリナイト Boe: ペーマイト

AlCl ₃ 濃度	0 mol/l	0.1mol/l	0.5mol/l	0.75mol/l以上
XRD	Kao+擬Boe	Kao+擬Boe (Boe強度増加)	Boe	回折線はシャープなKao+ $Al_{24}O_{11}(OH)_{44}Cl_6$
赤外分析	Boeのピークが濃度と伴に増加		KaoのOH伸縮振動 ピークなし	KaoのOH伸縮振動ピーク+ Si-O骨格振動の鋭いピーク
DTA	100°C以下の吸熱ピーク=吸着水の脱水、0.5mol/lまで 吸熱ピークが大きくなる傾向			1 mol/l: 100°C以下の吸熱少 →アモルファス部少 450°C付近の吸熱ピーク= $Al_{24}O_{11}(OH)_{44}Cl_6$ の熱分解
結晶子 サイズ	204Å~325Å 濃度と伴に増加			約350Å
ヒンクレイ 指数	0.85			0.75mol/l: 1.23 1 mol/l: 1.38
SEM	凝集板状結晶		板状結晶を認めず	1 mol/l: 凝集の少ない0.3~ 1μmの不定形平板状粒子
粒度分布	強い凝集 ボールミル粉碎 8h: 分布広 平均径4.9μm			1 mol/l: 平均径0.5~0.6μm、 最大径が1.69μm SEM結果と一致 一次粒子として完全に分散
比表面積	48.7m ² /g			1 mol/l: 19.6m ² /g

○インターカレーション挙動

一般にカオリナイトの結晶度が高いほど、また結晶子サイズが大きいほどインターカレーション反応を起こしやすいことが知られている。しかし、コロイド系原料を用いて人工的に水熱合成したカオリナイトでは、インターカレーション反応が起き難いことが報告されている。今回、結晶度が高く単分散されたカオリナイトが合成できたので、そのインターカレーション挙動についても調査した。

すなわち、1 mol/l の高濃度塩化アルミニウム系水溶液で水熱合成した高分散・高結晶度カオリナイト（ヒンクレイ指数:1.29）に抱水ヒドラジンを滴下し密閉容器で所定時間放置し、X線回折によりインターカレーション反応を評価した。カオリナイトの001面の回折強度を I_k 、カオリナイト-ヒドラジン層間化合物の001面の回折強度を I_i とし、 $I_i/(I_i+I_k)$ を反応率とした。比較のために、コロイダルシリカ-アルミナゾルの仮焼物を出発原料として合成したカオリナイト（ヒンクレイ指数：0.80）の抱水ヒドラジン処理も行った。

ヒンクレイ指数：0.80のカオリナイトでは、インターカレーション反応は起こらなかった。

5% NaOHで60℃×2hr処理したところ、アモルファス部分が溶解しカオリン化率は向上（82→92%）したが、インターカレーション反応には効果が認められなかった。

高分散・高結晶度カオリナイト（ヒンクレイ指数:1.29）は、インターカレーション反応を起こし、 $I_i/(I_i+I_k)=65\%$ となった。従来、結晶度が高いものほど、また一次粒子の大きいものほどインターカレーション反応が起き易いとされていたが、今回の実験では、結晶度よりも一次粒子径の要因が大きいことが明らかとなった。このことは、カオリナイトを構成するSi四面体層とAl八面体層のディメンジョンのミスマッチに基づく内部応力がインターカレーション反応を促進することを示唆しているものと思われる。

(5) 均一沈殿法・ゾルゲル法の応用

様々な機能を備えたファインセラミックス材料はエレクトロニクス分野、フォトニクス分野、エネルギー分野等で重要な役割を担っており、多くの場合、何種類かのセラミックス材料が添加されている。そして、その製造では、セラミックス原料粉の混合→仮焼→粉碎を均質になるまで繰り返し、最終的に目的形状に成形・焼結しており、このため、時間がかかることや粉碎時に異物が混入し易いなどの問題がある。

一方、セラミックスを作製する比較的新しい方法として、均一沈殿法やゾルゲル法があげられる。これらの方法では、出発原料に塩やアルコキシドを用い、これら原料を有機・無機溶媒に溶解する。そして、溶液段階で均一に混合し、中和や加水分解、縮重合などの化学反応を経て、ゾルゲルを作製し、そのまま熱処理をすることによりセラミックス粉末を、或いは、コーティングし熱処理することでセラミックス薄膜を得ている。この為、他の一般的な方法と比較して低温で作製することができる。また、化学反応を利用し低温で作製することが可能となることから、比較的熱に弱い有機物と無機物の複合化も可能となる。さらに、出発原料が溶液であるために、繊維状にも制御することができる。

これらの方法を用いて、昭和59年(1984)には部分安定化ジルコニア（PSZ）超微粉末の合成、平成4(1992)から5年(1993)には酸化チタン粉末の合成、平成9年(1997)には固体イオン電解質の作製、平成11年(1999)には強誘電体薄膜の作製、平成10(1998)から11年には反射防止膜の作製について検討されている。以下に、研究の成果を概説する。

1) 研究の内容及び成果

PSZ

部分安定化ジルコニウムの超微粉末の合成においては、まず、オキシ塩化ジルコニウムと塩化イットリウムを $ZrO_2-3mol\% Y_2O_3$ となるように所定量混合した水溶液を超音波攪拌しながらアンモニアをpHが7となるまで滴下し、白色ゲルを調整した。これを乾燥し、850℃で熱処理した。これをTEM観察したところ、40~60nmの超微粉よりなり、また、X線回折試験を行ったところ、正方晶系の回折パターンを示し（斜方晶の回折線も認められたが小さい）、目的どおりの微粉が得られることがわかった。試みに、ホットプレス成形を行い、曲げ強さを測定したところ、60~80kgf/cm²の強さを示した。この値は、文献値の半分

程度であるが、破面に気孔が多く認められることから、成形条件・焼成条件が原因だと考えている。

TiO₂

酸化チタン粒子のゾルゲル法による作製では、市販のチタンテトライソプロポキシドのエタノール溶液に所定量の水を添加・加水分解し、遠心分離、凍結乾燥、熱処理を行った。そして、得られた微粉末に対して、結晶性、微構造、比表面積、そして、エタノールの光酸化特性を調査した。光酸化特性の評価は、作製酸化チタン粉末1gを、エタノール0.5mol+水100ml溶液に分散し、ここへ酸素をバブリングしながら100Wの高圧水銀灯により光照射した。

添加水量がチタンテトライソプロポキシドに対してモル比で100の場合の加水分解生成物を、600℃から800℃で熱処理して得た酸化チタンを用いた場合、エタノールは2時間後に100%酸化された。水添加量が多くても少なくても、及び、熱処理温度が高くて低くても、得られた酸化チタンによるエタノールの酸化効率率は低下した。これらの結果から、光触媒特性は、結晶子サイズと微構造が大きく影響することを示した。

さらに、このように有機化合物を酸化分解する特性を利用した廃水処理を念頭に、エタノール以外の化合物として、フェノール、エチレングリコール、ポリビニルアルコール (n=500、2000) の酸化分解について検討した。CODで評価したところ、フェノールでは7時間後に、エチレングリコールでは5時間後に、ポリビニルアルコール (n=500、2000) では3時間後にCODが0となり、完全に酸化分解されることがわかった。

また、この実用化を目指すために、多孔質のアルミナ-シリカ系焼結体の円筒への酸化チタンの固定と特性評価を試みた。この場合、多孔質焼結体をチタンテトライソプロポキシドのエタノール溶液に浸漬した状態で水を添加・加水分解し表面へ固定した後、乾燥・熱処理した。試作品の写真を図6-5に示す。

この場合、チタンテトライソプロポキシドのエタノール溶液の濃度が1 mol/lでは、マイクロポアが目詰まりが生じ、また、水を添加しないで乾燥・熱処理した場合は、膜状となった。添加水量がチタンテトライソプロポキシドに対してモル比1000以上で固定化された酸化チタンは非常に微細な粉末となり、エタノールの光酸化分解能を有することを確認した。

光機能膜

コストの安い反射防止膜の作製を目的に、多孔性などの構造制御による屈折率調節シリカ薄膜を形成し、薄膜の屈折率と微構造について検討した。また、赤外線反射の目的で、Al添加ZnOやCuAlO₂の薄膜形成と光特性について検討した。

前者は、オルト珪酸テトラエチルの溶液 (TEOS : EtOH : 水 = 1 : 20 : 4) を先ずアンモニア触媒下70℃で3～15時間加水分解反応させ、そこへTEOSと水を追加し塩酸触媒下でさらに3時間加水分解させる、2ステップ触媒による方法を行った。得られた溶液にガラスを浸漬し、0.5mm/sの速度で引き上げた後、120℃で1時間乾燥し450℃で30分間焼成した。得られた薄膜の屈折率は、エリプソメータにより測定し、SEMにより微構造を観察した。エリプソメータで測定した屈折率は、アンモニア触媒下での反応時間の影響を受け、1.45～1.31まで変化し、この間で調整可能なことがわかった。表面の微構造は、反応時間9時間までは滑らかであったが、12時間では100nm程度の孔が多数観察された。

他に、コロイダルシリカを含む膜も検討したが、調節可能な屈折率の範囲に変化は見られなかった。

後者のAl添加ZnO薄膜は、塩化亜鉛の2-メトキシエタノール溶液とアセチルアセトン添加アルミニウムトリイソプロポキシドの2-メトキシエタノール溶液を混合攪拌して調整した前駆体溶液をガラスにディップコーティングし、乾燥・熱処理することにより作製した。CuAlO₂は、塩化亜鉛の2-メトキシエタノール溶液の代わりに塩化銅の2-メトキシエタノール溶液を用いることにより調整した。

熱処理後の薄膜には、Zn系ではZnOが認められ白く見えるが透明であり、Cu系では黒く見えるが透明であった。それぞれの、400nm～1800nmまで (可視域から近赤外領域) の透過率を調べたが、赤外線の顕著な反射機能は認められなかった。

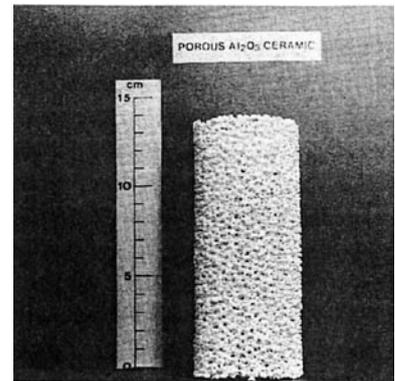


図6-5 酸化チタン固定多孔質アルミナ-シリカ焼結体

固体イオン電解質

セラミックスの固体電解質は、例えば、ジルコニアでは酸素ガス濃度センサとして広く使用されており、また、最近、エネルギー変換効率上の利点から、盛んに燃料電池用の材料としての研究が行われている。しかしながら、作動温度が800℃以上と高く、より低温化（600℃程度）が望まれている。そこで、低温動作電解質として期待されているセリア上へのジルコニア膜のコーティングを目的に、それぞれの原料調整を試みた。

Ce-Ca-O系の混合粉末の作製は稀酸エタノール共沈法により作製した。すなわち、硝酸Ceと硝酸Caをそれぞれエタノールに溶解し、Ce:Ca=0.8:0.2となるように混合、この溶液を金属に対して当量比で1.2となるように調整した稀酸エタノール溶液に滴下した。沈殿物は、濾過後120℃で真空乾燥し、400℃で仮焼した。生成物は、X線回折の結果、回折ピークはブロードであったが、セリアの単相であった。

Zr-Ca-O系コーティング用ゲル溶液の作製を行った。ゲル溶液は、オキシ塩化ジルコニウムと塩化カルシウムのエタノール溶液を90℃ 24時間還流させることで作製した。溶液は、途中無色透明になったが、その後、白濁ゲル化した。このゲルを120℃で乾燥後、800℃で熱処理し、X線回折試験を行った。その結果、CaドープZrO₂の単相であることを認めた。

(6) 酸化チタン薄膜のスパッタリング法による作製と応用

酸化チタン (TiO₂) は、白色顔料や紫外線吸収材としてペンキや化粧品に広く使われている。一方、昭和42年(1967)に東大院生であった藤島昭氏やその教官の本多健一教授らにより、光触媒性（水の酸素・水素への光分解）を有することが示され、いわゆる、ホンダ・フジシマ効果がそれである。以降、酸化チタンについて詳細な検討がなされ、光触媒効果に伴う特性として、抗菌・脱臭・防汚特性が明確にされている。また、これとは異なる作用で、光触媒表面が照射されると、徐々に水との接触角が減じ最後には全く水をはじかなくなり、超親水性にいたることが示されている。この酸化チタンの超親水性は、曇り防止や降雨によるセルフクリーニング等、広い応用が期待される。

このような光触媒材料を薄膜化して種々の材料にコートすることができれば、酸化チタンの特性を材料に付与することができる。そこで、スパッタリング法を用いて酸化チタン膜を形成し、平成12(2000)から18年(2006)の間は、色素の脱色や屈折率・水接触角について、平成14(2002)から18年(2006)の間は滑雪板としての応用について、平成13(2001)から22年(2010)の間は太陽電池をターゲットとして研究された。以下に、研究の成果を概説する。

1) 研究の内容及び成果

基板材には、ガラス（スライドガラス等）、樹脂板（ポリカーボネート）、金属板（SUS、Al）の3種を用いており、それぞれの上へ反応性マグネトロンスパッタにより酸化チタン膜形成と特性評価を試みた。

〈光触媒特性の付与〉

ガラス基板

ガラス基板上へ、反応性マグネトロンスパッタにより約500nm厚さの酸化チタン膜を形成した。引き続き、150℃～350℃の温度で熱処理し、表面状態、結晶構造、光学的特性、光触媒性能について評価した。

熱処理しない場合は非晶質であったが、200℃以上でアナターゼ型の結晶が、より高温ではルチル型の結晶も現れた。アナターゼ型の結晶の生成に伴いメチレンブルーの分解特性が向上し、ルチルの出現に伴い若干であるが分解特性は低下した。屈折率は処理温度が高いほど低下し、2.55から2.3まで変化した。

さらに、SiO₂膜と組み合わせることにより、低反射光触媒膜の形成も試みている。この場合、TiO₂ (100nm)/SiO₂ (100nm) では、可視光反射率をガラス並みの8%に押さえることが可能であった。また、TiO₂上のSiO₂膜はTiO₂の柱状構造を残した状態で成長すること、表面SiO₂膜からTiO₂層まで微細な通気孔が形成されていることが分かった。このため、表面にSiO₂を形成したTiO₂膜でも光触媒特性は示すが、SiO₂膜が100nmと厚い場合には光触媒特性は低下した。

樹脂基板：ポリカーボネート

ポリカーボネート基板上へ反応性マグネトロンスパッタにより酸化チタン膜を直接形成させた場合、酸素プラズマにより樹脂表面がエッチングされ失透してしまう。これを抑えるために、スパッタにより予め100nmのSiO₂膜の形成を行ったところ、失透は抑えられた。

膜厚と光触媒効果の関係をメチレンブルーの脱色能より調べたところ、酸化チタン膜厚75nmでは殆ど触媒効果はないが、より厚くなると光触媒効果が見られるようになり、膜厚とともにメチレンブルーの脱色速度が向上した。しかし、300nmより厚くなると触媒効果の増加は見られなくなった。300nmの試料でゾルゲル法によるものや市販品と比較したところ、試作品の光触媒効果は非常に大きいことがわかった。この原因を調べるためにSEM観察をしたところ、試作品は起伏が大きく、比表面積が大きいものと予想された。

酸化チタン膜上へ、超親水性を維持するためにSiO₂膜を形成し、その効果を調べた。SiO₂膜は、2.5～20nmである。SiO₂膜が厚くなるに従ってSiO₂粒子の凝集が見られた。SiO₂膜の無いものは1ヶ月後には紫外線照射前の水接触角値に戻ったが、SiO₂膜を形成したものは1ヶ月後も超親水性を維持した。

酸化チタン膜形成ポリカの実用化のために、①膜の密着性、②ポリカの耐紫外線性の改善を試みた。①に対応するために、5μm厚さのシリコン系ハードコート層を、また、②のために、2μm厚さのUV吸収層を導入した。すなわち、図6-6の構造になる。その上で、このプロセスの中で最も生産性に影響を及ぼす、酸化チタン層形成条件と密着性等について調べた。その結果、高電圧-小電流での成膜では成膜速度は大きい(150nm/hr)が、表面温度が160℃以上に達するためシリコン系ハードコート層と思われる部位からクラックの発生を認め、耐摩耗性も小さい。低電圧・大電流では、成膜速度は小さい(60nm/hr)が密着性・テーパー摩耗性も良好であった。

酸化ケイ素(100nm)
酸化チタン(100nm)
酸化ケイ素(100nm)
シリコン系ハードコート層(6μm)
UV吸収剤(2μm)
ポリカーボネート基材

図6-6 コーティング膜構造の模式図

低電圧-大電流でも成膜速度を大きくするために、磁場強度の高いカソードを用いた。その結果、成膜速度が600nm/hrと飛躍的に向上した。表面温度の増加も130℃に抑えられ、密着性・テーパー摩耗性は良好であった。光触媒効果は、磁場強度がひくい60nm/hrのもの半分程度まで低下したが、市販品との比較では遜色はない。

〈滑雪板への応用〉

表面状態の異なるSUS板(鏡面処理、TiN処理、TiAlCN処理)上に月星アート工業社内スパッタリング生産機で成膜速度を変えて異なる膜厚のTiO₂膜を成膜(図6-7)し、その特性をメチレンブルー脱色法により調べた。その結果、いずれの素地においても良好な密着性を示し、光触媒効果も十分であった。膜が厚い場合、分解速度は大きいことがわかった。また、TiO₂膜上にSiO₂膜を積層したものは優れた親水性を示し、6ヶ月後も親水性を保ち・防汚効果も維持した。



図6-7 試作した滑雪板

この特性の滑雪板への応用を検討した。積雪寒冷地においては、道路標識板や橋梁アーチ部などの屋外構造物に着雪して成長した雪氷塊の落下により、走行車両に被害が出ている。本研究では、Al板上へTiO₂膜を成膜することで、滑雪性が付与できないか検討した。比較のために、撥水板(撥水塗料塗布板)、及び、陽極酸化板についても検討した。-3℃以下の乾き雪に対する滑雪順位は、撥水板>スパッタ板>陽極酸化板であった。-3℃以上の湿り雪(北陸地域に多く見られる)に対しては、スパッタ板>陽極酸化板>撥水板の順であり、スパッタ板は北陸地域に有効であることがわかった。また、表面粗さの影響が大きく、5μm以上の粗さの板では、滑雪性は大きく低下した。

このように効果が認められたので、城端町大鋸屋地区国道304号線交差点や平村(国道160号線スノー

シェード壁面)への敷設による実試験を行った。その結果、滑雪性で良好な特性が得られ、今後は民間企業の量産技術を指導する必要があるとしている。

〈太陽電池への応用〉

基板には、FTO(フッ素ドープ酸化スズ)導電膜付きのガラス基板を用い、反応性スパッタリング法によりTiO₂膜を成膜した。この成膜材をルテニウム錯体アルコール溶液に16時間浸漬・色素を表面に吸着させた。引き続き、このガラスをアノード、白金薄膜をカソードとして、ヨウ素系電解液を介して対向させAM1.5のキセノンランプで光照射した。入射光強度は、100,000lxである。開放電圧0.64V、短絡電流4.57mA、フィルファクター0.586、光電変換効率1.7%が得られた。また、膜厚の条件を変化させて光電変換効率を調べたところ、膜厚4.1μmで2.4%の値が得られた。フレキシブル化をめざし、ITO膜付きのPETフィルムを用いて同様のセルを作製し試験を行ったところ、光電変換効率は、ガラス基板の場合に比べて小さく0.4%であった。沃素溶液を用いずに、海洋深層水を用いた太陽電池も試作した。その結果、モーターの回転を確認している。

(7) アルミニウム陽極酸化皮膜の用途開発

アルミニウムは金属の中では軽量、かつ、軟らかく展性も高いなど加工しやすい性質を持っているが、使用に際しては陽極酸化処理が施される場合が多い。

この処理の一つに硫酸や酢酸などの酸性水溶液で陽極酸化(アルミニウムを陽極として電解)する方法があり、アルミニウム表面には多孔質なアルミナ(酸化アルミニウム)皮膜が生成する。すなわち、皮膜はアルミニウム表面に垂直な孔のある蜂の巣状である。そして、通常、数μm~数十μm厚の皮膜を形成した後、沸騰水または酢酸ニッケルなどの高温水溶液、加圧水蒸気中で水和させ孔内にアルミナ水和物を生成させることで孔を封じ(封孔処理という)耐食性を向上させている。封孔処理には、化学反応による不活性化、高分子などにより孔を埋めるなどの技法もある。また、多孔質皮膜の孔に金属塩や有機染料などを吸着させたり、電気化学的に金属などを析出させたりして着色したカラーアルマイトも実用されている。電解着色については、工業試験場時代の昭和49(1974)から50年(1975)にかけて取り組まれている。さらに耐食性が必要な場合、電着塗装を施した陽極酸化塗装複合皮膜が用いられている。

また、ホウ酸アンモニウムなどの中性でアルミナの溶解力の低い溶液を用いる方法もあり、この場合には、陽極酸化電圧に比例して数十nm~数百nmの薄いアルミナ皮膜(多孔質ではない:バリア皮膜)が生成する。

主に、前者は、耐摩耗皮膜として鍋やサッシ等に、後者は、絶縁性・誘電特性を生かして電解コンデンサーに使用されている。

近年、アルミニウムは軽量性やリサイクル性を生かした省エネルギー・環境負荷低減の目的で、或いは、多孔質陽極酸化皮膜の特異的な構造を用いたテンプレートとしての応用など、その用途が広がってきている。

そして、陽極酸化皮膜の用途開発研究において、平成11(1999)から16年(2004)には封孔処理技術を改善し耐食性の改善について、平成17(2005)から19年(2007)には陽極酸化皮膜と金属の超音波接合について、平成18(2006)から19年には陽極酸化皮膜をテンプレートとして利用した樹脂製ナノ構造体の作製を、平成21(2009)から23年(2011)には陽極酸化皮膜と樹脂の接合について検討した。

以下に、研究の成果を概説する。

1) 研究の内容及び成果

陽極酸化皮膜の耐食性改善

アルミニウムが軽量な材料であり、より過酷な環境での使用の増大を考え、アルマイト皮膜の耐食性の向上について検討した。平成11(1999)から13年(2001)は、陽極酸化皮膜上への耐食性の高い結晶性化合物の生成を目的に、酢酸亜鉛や酢酸イットリウムを含むジオール水溶液中でオートクレーブ処理を行い、アルミン酸亜鉛やイットリウム・アルミニウム・ガーネットの生成を認めている。平成15(2003)か

ら16年(2004)にかけては、陽極酸化皮膜の耐食性について、陽極酸化時間、陽極酸化溶液中での浸漬時間、水中封孔処理条件(温度が100℃を越える場合は、オートクレーブ中での処理)を変えて、皮膜の組織とJIS法により求めた耐アルカリ性時間の関係について詳細な調査を行っている。

後者の水中封孔処理皮膜断面をSEM観察した結果、小野らが示しているように3層(水和外層、水和内層、酸化物層)に別れることを確認し、水和内層厚は、陽極酸化時間と浸漬時間の合計時間(以下、合計時間と略す)が同じ場合は、同じ値になることを示した。また、酸化物層厚さは、酸化物層が消失する(厚さ=0 μm)領域I、合計時間の増加に従い厚くなる領域II、合計時間によらず一定となる領域IIIがあることを見出した。

図6-8は、合計時間の変化に伴う、皮膜の耐アルカリ性時間の変化を示す。アルカリ耐食時間は、合計時間に対して、領域Iでは減少し、領域IIでは増加し、領域IIIでは減少することがわかる。すなわち、領域IIの皮膜では、溶液に浸けておくだけで皮膜の耐食性は増加することがわかる。逆に、それ以外の領域の皮膜では、陽極酸化直後に速やかに皮膜を洗浄した方がよい。

また、平成11(1999)から13年(2001)に検討された、皮膜にアルミン酸亜鉛が生成した皮膜では、水中封孔により擬ペーマイトが生成した皮膜と比べて、数倍～10倍の耐アルカリ性を示すことを確認した。

陽極酸化皮膜と金属の超音波接合

陽極酸化皮膜は、アモルファスであるがアルミナからなり絶縁性が非常に高く硬度も十分であることから、セラミックス薄膜と見なせる。一方、アルミナ等セラミックスは、その絶縁性や熱伝導性を生かして電気基板として用いられており、電気製品の軽薄化に伴い基板材料も薄くなっている。また、使用温度の高温化や安定化のためには、はんだを使用しないような接合が要求される。これらのことから、厚みの調整が容易な陽極酸化アルミを用いて、セラミックスと金属の超音波接合性について検討した。

研究では、厚さ1mmのA1050材をシュウ酸中で陽極酸化した板材を固定し、その上にAlシート(5mm×50mm×0.5mm³)をローレット加工を施してあるホーン(面積:4mm×4mm)で押しつけ、振動数15kHz振幅30μmでこすりつけた(接合圧力 5MPa～30MPa、接合時間 0.01s～5s)。インサート材を用いた接合では、各種Al合金をインサート材として陽極酸化皮膜上に蒸着した。いずれの場合も、接合時のAlシートと陽極酸化材Al素地との電気抵抗を測定することで、皮膜の健全性を評価した。皮膜破損とともにAl素地とAlシートが短絡し抵抗は0Ωになる(以下、0Ωを示した時間を破損時間と示す)。

40℃ 4%シュウ酸水溶液中25V×1時間の陽極酸化材(膜厚13μm、HV:390)上への5N-Alシートの直接接合では、皮膜の破損時間は接合圧力が高いほど短くなる傾向が見られ、双方は両対数紙上で直線的に変化した。また、その傾きは、厚いアルミナとAlの超音波接合の場合とほぼ同じ傾きになり、界面の擦動状態が同じであることを示唆している。なお、破損時間より短時間での接合材は得られていない。このような陽極酸化材でも、インサート材として、A2017、A6061、A7075を表面に蒸着すると容易に接合でき、接合時間が0.1s以下でも接合材は得られる。接合材の剪断引張強さは、接合時間が0.2s以上で安定になるが、5sを越えると逆に低下した。0.2s以下では、界面剥離となったが、0.2s以上では、5N-Alシート材が破断した。5s以上での低下は、Alシート材へのひずみ蓄積による脆弱化に伴う破損による。

直接接合は、溶液温度3℃ 4%シュウ酸水溶液中、70V～80V×1時間の陽極酸化皮膜(膜厚13～25μm、HV470～510)とA1050-H18材シートの接合で可能となった。この時の接合可能最短時間は、厚いアルミナとAlの超音波接合の場合と比べて短く、また、接合可能最短時間と接合圧力との関係の直線の傾斜は小さい。このことより、Alシートと陽極酸化皮膜への接合では、例えば、Alシート材の皮膜孔内への侵入等、別の機構による接合が考えられた。剪断引張強さは、Alシート母材強さとほぼ同じであった。

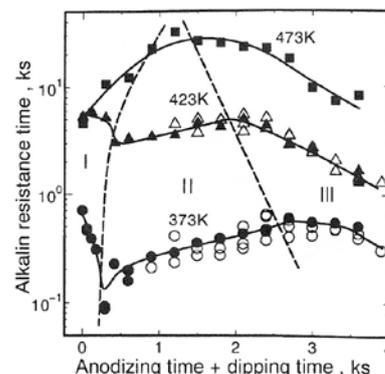


図6-8 皮膜の耐アルカリ性

陽極酸化皮膜を用いた樹脂製ナノ構造体の作製

陽極酸化皮膜は、表面に垂直にナノサイズの孔のある多孔質アルミナ皮膜であり、また、この皮膜はアルカリ溶液によって容易に溶解できる。すなわち、陽極酸化皮膜孔内に樹脂が注入できれば、その後にアルカリ溶液で素地・皮膜を溶解することで、陽極酸化皮膜孔を転写したナノサイズの径の樹脂製柱よりなる構造体が作製できる。本研究では、この特性を用いて、DNAを電気泳動分離するためのナノ構造体の作製を試みた。電気泳動には、通常はアガロースゲルが用いられ、アガロースゲルの網目構造内をDNAが電気泳動により移動した時に、サイズによって分離される。このアガロースゲルの代わりにナノ構造体を用いようというものである。

実験にはA1050材のリン酸陽極酸化皮膜を用い、熱硬化性樹脂の減圧下での注入、或いは、熱可塑性樹脂の熱プレス圧入後、皮膜等をアルカリ溶解した。作製したリン酸皮膜をそのまま用いた場合、孔径が細かいこと、及び、開口率（孔の面積が表面積に占める割合）が1割に満たないために、樹脂の柱は乾燥時の水の表面張力により傾倒して互いにより沿った状態となり自立していない。表面張力の影響なく乾燥するために、凍結乾燥を試みたが大きな効果は見られなかった。そこで、柱の自立を目指し、その径を太くするためにポアワイドニング処理（硫酸水溶液への浸漬処理）を行った。この結果、A1050材では、孔径の増大とともに孔の側壁にランダムにくぼみが生成することがわかった。そして、適当なポアワイドニング処理時間では、生成したくぼみが隣接する孔の表面にまで達するようになる。このような皮膜に樹脂を入れた場合、皮膜溶解後の樹脂柱は、くぼみに入った樹脂が突起となり隣接する柱との間のスペーサーの役割を成すため柱の傾倒が防止され、自立した構造体を得ることができた。この自立構造体の上に樹脂性の蓋をかぶせ、サイズの異なる数種のDNAを混ぜた液の電気泳動分離試験を行い、分離を確認した。

陽極酸化皮膜と樹脂の射出成形接合

身の回りには、樹脂と金属を一体化した製品を多く見かける。殆どの場合、双方の構造部材を、かしめ・ねじ止め・ボルト止めといった機械的な接合や、金属を樹脂でくるむインサート成形などによる場合が多い。平成15年(2003)頃から、陽極酸化Al材に樹脂を射出成形し、樹脂を表面の微細な孔に侵入させアンカー効果によって接合できるという報告が見受けられるようになった（詳細な条件等は、不明である）。また、ナノ構造体作製研究の中で、熱可塑性樹脂が熱プレスによって孔内に侵入することは確かめてはいるが、射出成形では、陽極酸化基板温度が低いことやゲートシールのため保圧時間が短いなど、射出成形の方が孔内への樹脂侵入が困難であるものと予想される。

平成21(2009)から23年(2011)にかけての研究（共同研究で実施）では、PPSやエラストマーを、リン酸陽極酸化や硫酸陽極酸化したAl基板上に射出成形し、せん断引張り試験によって接合性を確認している。

PPSの場合は、孔径の小さい硫酸皮膜への接合性は悪い。リン酸皮膜においても、ポアワイドニング処理により孔径を拡幅しないと接合性が悪い。ポアワイドニング処理を行うと接合性は大きく改善されるが、ポアワイドニング処理時間が長すぎると、皮膜が脆くなり接合強さは低下した。すなわち、PPSにおいては、アンカー効果の接合への寄与が大きいものと考えられた。

一方、エラストマーでは、硫酸皮膜においても接合性は良好であるが、陽極酸化液温度を高くした（皮膜生成とポアワイドニングを同時に行った）基板でも、強さに変化は見られなかった。リン酸皮膜では、低い液温で陽極酸化したAl材では接合強さは硫酸皮膜より弱かったが、液温を高くして作製した皮膜では強度が増加し硫酸皮膜より大きくなった。剥離後のエラストマー面をSEM観察したところ、液温が高い場合には少しではあるが孔内へのエラストマー侵入による突起が見受けられ、これにより強さが増加したものと考えている。すなわち、硫酸皮膜との接合性は、化学的な結合によるところが大きく、リン酸皮膜との接合はアンカー効果の寄与が大きいと予想された。

(8) マグネシウムのウェットプロセスによる表面改質

マグネシウムは、実用金属の中で最も密度が軽くFRPと同程度の 1.8 g/cm^3 であり、鉄の1/4、アルミニウムの2/3に当たる。また、比強度、比剛性は、鉄やアルミニウムより優れており、振動吸収性は実用

金属中で最大である。他にも、耐くぼみ性、切削性、寸法安定性などの面で優れている。また、リサイクル性は良好である。一方、マグネシウムは耐食性が乏しいという欠点を有する。このため、マグネシウムの使用に際して、基本的には、化成処理、陽極酸化処理、めっき、そして、塗装処理、或いは、これらを組み合わせた表面処理がなされている。特に、塗装処理の場合には、その下地処理として、化成処理や陽極酸化処理は必ずといっていいほど行われている。

化成処理や陽極酸化処理法については、詳細が、JIS H8651 “マグネシウム合金防食処理方法”に記載されている。JIS記載の方法では、クロム酸といった重金属塩が溶液に含まれており、皮膜が有色であること、また、環境負荷が大きいなどの欠点がある。また、他にも多くの、陽極酸化処理方法が提案されているが、火花放電を伴うものが多く、このため、皮膜は不透明・不均質な多孔質であり緻密性には欠ける(アルミニウムの多孔質皮膜とは異なり、均質性が乏しく、金属素地まで貫通した気孔も認められる。)先にも示したように、比重がFRPと同程度であり、塗装されてしまうと母材がマグネシウムなのかFRPなのか区別が付かなくなるのも問題で、特にリサイクルの現場から指摘されている。

そこで、マグネシウムに耐食性の高い透明な陽極酸化皮膜の生成を目的に、平成18(2006)から22年(2010)に研究された。平成20(2008)から21年(2009)までの間は、企業との共同研究である。以下に、研究の成果を概説する。

1) 研究の内容及び成果

マグネシウムの透明な陽極酸化皮膜を得るための陽極酸化条件として、

- ① 溶液がアルカリ性である。
- ② 溶液中に、Mgと不透明な化合物を作るアニオンを含まない。
- ③ 陽極酸化時に放電しない電圧を選ぶ。 の三つの条件を考慮した。

①②を満足するものとして、アルカリ・アルカリ土類金属の水酸化物、すなわち、水酸化アルカリ(NaOH、KOHいずれも0.1mol/l)と水酸化アルカリ土類(4g/lのCa(OH)₂、2g/lのSr(OH)₂、2g/lのBa(OH)₂)水溶液を用いた。これらの溶液中での陽極酸化では、生成する化合物としてMgOやMg(OH)₂が予想される。③の条件について調べるために、電圧を段階的に上げながら電流変化やMg表面の状態を調べた。連続放電がある場合には、Mg表面でオレンジ色の火花放電が確認され、また、電流値は低下しない。得られた皮膜に対して、赤外吸収スペクトルの測定、及び、繰り返し陽極酸化時の電流密度を測定した。繰り返し陽極酸化では、陽極酸化したMg板を電圧0Vで同液中に浸漬しておき、再度電圧を印可した時の電流密度の変化を調べた。Alの陽極酸化では、緻密なバリア層が膜に形成されるため、再陽極酸化時の開始電流は前陽極酸化時の最終電流とほぼ同じであった。

5種類の液中でAZ31を陽極酸化したところ、生成した皮膜のFTIRスペクトルはほぼ同じであり、放電は150V～200Vで始まる。また、陽極酸化電圧を60Vとし、3分間の陽極酸化と1分間の浸漬処理を繰り返したところ、陽極酸化時には電流密度が0A/m²近くまで低下するが、浸漬処理後の再陽極酸化では初期の電流密度と同程度まで回復することを示した。この現象は、合金種がAZX311、AZ61、純Mgでも確認でき、溶液中でのわずか1分間の浸漬によりMgの陽極酸化皮膜に変化が生じたことを示している。また、耐食性の高い透明皮膜では、放電開始電圧が高くなるものと予想される。そこで、溶液濃度を変化させて放電開始電圧を調べたところ、濃度が低いほど放電開始電圧は高くなることが明らかであった。しかしながら、放電開始電圧を高くしても、電流回復現象は抑制できていない。

(9) 無機系廃棄物の有効利用

無機系廃棄物の応用に関する研究は古くから行われており、昭和20年代末から50年代半ばにかけて、鉍滓の釉薬への応用、アルミニウム表面処理工程から排出される水酸化アルミニウムの耐火物への応用、シリカ粉塵とリンスラグを原料とした発泡体の作製が試みられている。

平成に入っても無機系廃棄物の有効活用への要望は多く、アルミニウムの表面処理工程から排出される副生物の有効活用に関する企業との共同研究や、富山県経営者協会と共同で進めた鋳物工場粉塵の有効利

用に関する研究等を行った。

以下、これら研究の成果について概説する。

1) 研究の内容及び成果

〈アルミニウムの表面処理工程から排出される副生物の調湿材への活用〉

アルミニウムの表面処理工程では、陽極酸化処理の前に行われる水酸化ナトリウム溶液中でのエッチング工程廃液と、硫酸によるスマット除去処理後の廃液や電解着色後の水洗水など硫酸を含む廃液に大別される。前者の廃液には、結晶性水酸化アルミニウム（ギブサイト）を種として水酸化アルミニウムを析出させることでアルミニウムを除去し、残液は中和等に再使用される。後者の廃液は、アルカリで中和され、生成するゲル状水酸化アルミニウムはフィルター分離される。残液（硫酸ナトリウムを含む）は、環境上問題が無いいため排出される。前者からの水酸化アルミニウム（以下、ATHと略す）は、種と同じく結晶性が高く・純度の良い水酸化アルミニウム（ギブサイト）である。後者からのものは、アモルファスでありNi等の不純物が含まれる（以下、AHG と略す）。

ATHは、 ρ -アルミナの原料であり、その応用に関してはセラミックスの成形技術の研究を見ていただきたい。

平成10(1998)から14年(2002)の研究では、AHGの調湿材への応用について検討した。AHGは立山アルミニウム工業（現 三協立山アルミ）より供給を受け、これを種々の温度で乾燥し使用した。乾燥した物は、粗い粉末状で、図6-9に、乾燥温度と比表面積の関係を示した。図より、乾燥のみで $200\text{m}^2/\text{g}$ と大きな比表面積になることがわかった。水酸化物であることもあり、水との親和性の高いことが期待できることから、調湿材への応用を考え、調湿特性の測定を行った。調湿特性の測定では、 70°C での乾燥品を、 $25^\circ\text{C} \cdot 50\text{RH}\%$ の状態ですぐに重さを測定した後、 $90\text{RH}\%$ まで湿度を上昇させ重さの変化を調べた。その結果、 $90\text{RH}\%$ では $50\text{RH}\%$ での重量の20%近くの重量増があり、また、湿度の繰り返しに伴い、重量も対応した変化を示すことから調湿性のあることを確認した。

また、この材料の用途として、床下調湿剤や壁材への応用を考えた。床下調湿材への応用では、乾燥した物を透湿性のある袋に詰め（図6-10）床下へ敷設し、敷設していない場所との比較を行った。試験場所は、“高岡おとぎの森公園－森のふれあい館”の床下とし、パーティションでほぼ同面積の区画をつくり、一方は調湿材を敷設し、一方は対象区として調湿材を敷設しなかった。温度・湿度の変化を2年間近くにわたり測定したところ、施工区では湿度変化が抑えられ、特に対象区が $100\text{RH}\%$ に達しても施工区は $100\text{RH}\%$ に達しておらず、すなわち、結露防止への効果は十分に認められた。

〈鋳物工場粉塵の有効活用〉

用いた鋳物工場の粉塵は、主に後処理工程粉塵である（主成分が石英、他にファイアライト、金属鉄を含有。平均粒子径： $10\mu\text{m} \sim 150\mu\text{m}$ 。成形性・焼結性が乏しい。）。研究では、水質浄化材を目指して粉塵に和田川廃泥を成形・焼結助剤として添加し焼成品の試作、及び、粉塵ビーズをセメントで結合させた透水タイルの試作、及び、透水タイルの NO_x 浄化材への応用を検討した。

焼成品では、粉塵に和田川廃泥を混合・ペレタイザーで押し出し成形し、これを 1100°C で焼成し

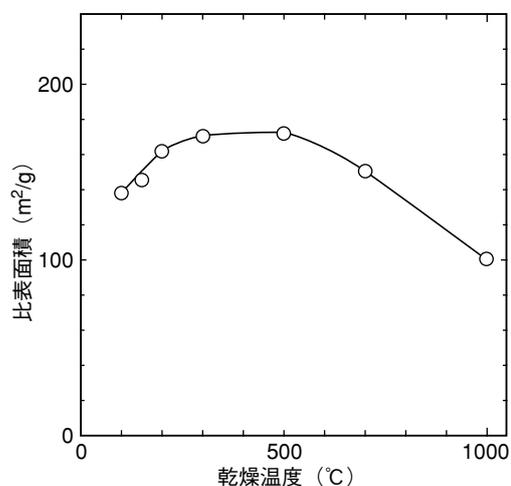


図6-9 乾燥温度と比表面積

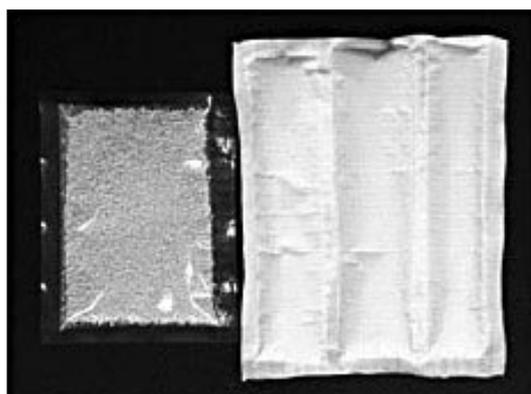


図6-10 床下調湿材
(左：調湿材 右：透湿性袋に入れた状態)

た。得られた成形品は、吸水率28%、比重1.58、曲げ強さ5MPaであった。焼成品の水質浄化材への応用を考え、重金属(Hg、Cr、Cd、Pb)の溶出について調べた。その結果、いずれの重金属も溶出しないことを確認した。

粉塵ビーズは、粉塵に普通ポルトランドセメントを重量比で10、20、30%混ぜ、水を噴霧しながらパン造粒を行うことで作製した(ビーズ径：6～8mmφ)。粉塵ビーズの圧壊荷重はセメントの添加量により異なり、10%では約150N、20%では約250N、30%では約500Nであった。

透水タイルの試作では、このビーズ65gに結合材粉(ポルトランドセメントと粉塵、及び、セルロースエーテルの重量比で20：30：0.2の混合粉)12.5g、25g、37.5g、50gを加え、水を噴霧しながら混ぜ、型に入れ軽く突き締めた。これを、80℃の飽和水蒸気中で24時間養生後脱型し、得られた硬化体の透水係数、曲げ強さを測定した。その結果、50g添加では、曲げ強さは4.3MPaと通常のコンクリートと同程度であったが透水性は無く、12.5g添加では、透水性は1.42cm/sと非常に大きい(図6-11は、透水状態を示す写真)曲げ強さは0.18MPaと実用上不十分な硬化体となった。25gと37.5gでも透水性は規格値の数十倍と良好だが、曲げ強さは1.5MPa前後と規格値を下回っている。結合材粉の添加量を工夫することで、透水係数、曲げ強さともに規格値をクリアする条件の模索が必要だと思われる。

NO_x浄化材としての応用では、40gのビーズを内径45mmφのアクリルパイプに入れ、NO₂の除去特性を調べた。NO₂の除去率は、ビーズとガスの接触時間の影響を強く受けること、また、濃度が薄いほど除去率が高くなった。使用が、例えば排ガス処理のような場合は、ビーズが湿潤状態になることも考えられる。そこで、湿潤状態での性能を測定したところ、除去率は大きく低下することがわかった。



図6-11 ビーズ成形品の透水性

7 化学・バイオ分野

(1) 産学官共同研究開発プロジェクト推進事業

(触媒機能及び分離機能を有する機能性高分子材料の開発：平成元～2年度)

かつて鉄素材が材料の中心を占めてきたが、昭和62年(1987)にプラスチックの生産量が鉄を超え、プラスチックが材料の中心に移りかわってきた。分析設計技術を中心に特性の高度化が進み、エンジニアリングプラスチックといった従来のプラスチックよりはるかに耐久性の優れた高分子材料が市場に大量に出始めたのもこの時代である。一方、金属に有機化合物が配位してできる高分子金属錯体は分離、触媒、電子機能を持つ機能材料として注目を集めていた。工業技術センターにおいても、遷移金属錯体触媒を用いたアルコールの酸化反応(昭和62年度)の研究を開始し、翌年度にはアミン類の酸化反応、ニトリル類の合成反応、スチレンのエポキシ化へと研究を進めていた。これらの研究を基礎に「触媒機能及び分離機能を有する機能性高分子材料の開発」というテーマで国の産学官共同研究開発プロジェクト推進事業に採択され、大阪工業大学、富山化学工業(株)、住友化学工業(株)、(株)タカギセイコーとともに、ファインケミカル合成用の高分子担持ニッケル錯体触媒やコバルトシッフ塩基錯体を活用した酸素富化膜といった機能性高分子材料の開発に取り組むことになった。

1) 研究の内容及び成果

①触媒機能を有する機能性高分子材料の開発(平成元～2年度)

錯体触媒は温和な条件下で高活性、高選択性を有する優れた触媒であるが、生成物の分離、回収の困難性といった欠点がある。それを解決するために高分子錯体触媒の開発が行われていたが、コストが高いこと、活性が低いこと、耐久性が低いこと等の欠点が克服されず、実用化には至っていなかった。そこで、本研究では高活性、高耐久性の高分子錯体触媒の開発を目的として、高分子金属錯体の合成法について検討するとともに、合成した高分子錯体触媒の触媒活性について詳細な検討を行った。

その結果、ポリスチレン担体に種々の側鎖を介して配位子であるピピリジン結合させた高分子の合成法を開発するとともに、ニッケルを金属として結合させた高分子金属錯体(図7-1)が、オレフィン類のエポキシ化反応の触媒として機能することを見出した(図7-2)。また、同様に2,2-ピピリジン配位子やジアミン配位子を有する高分子銅錯体が、ビタミンE合成中間体の合成方法として重要であるトリメチル-p-ベンゾキノンの合成に有効な触媒であることを見出した。

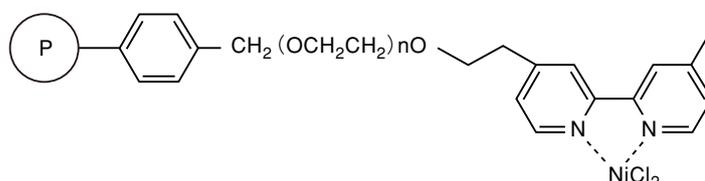


図7-1 開発されたニッケル-ピピリジン高分子錯体

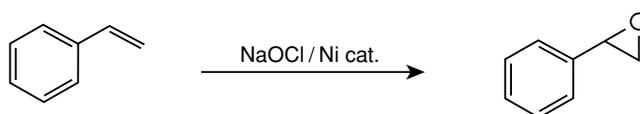


図7-2 オレフィンのエポキシ化反応

②分離機能を有する機能性高分子材料の開発(平成元～2年度)

高分子膜による空気中の酸素の分離法は従来の深冷分離法に比べ省エネルギー型の技術であり、経済性や安全性から工業用、医療用を中心に研究が進められてきたが、分離性と透過性がともに優れた膜は開発されていなかった。本研究では、この分離性と透過性を向上させるため、高分子内に酸素配位能のあるコバルト錯体を導入した酸素富化膜を開発した。

高分子金属錯体としてメタクリル酸ステアリル-ビニルイミダゾール共重合体-コバルトジプロピレントリアミン錯体(I)を合成し、それを多孔質高分子支持膜上にキャストイングして製膜した。この高分子金属錯体膜は分離係数2.1であり、ポリジメチルシロキサン等の通常の酸素富化膜に近い値を示した。また、高分子金属錯体の膜厚を薄くして透過性の向上を図り、かつ、分子配列を制御して酸素選択性を高めるために、高分子金属錯体のLB膜化を試みた。オクタデセン-無水マレイン酸共重合体-コバルトジ

プロピレントリアミン錯体 (II) を合成してLB膜化したところ、製膜されていることが赤外スペクトルから観察された。さらに酸素透過性を評価したところ、Iからなるキャスト膜に比べ、分離係数は変わらなかったが、酸素透過率はほぼ2倍の値を示した。

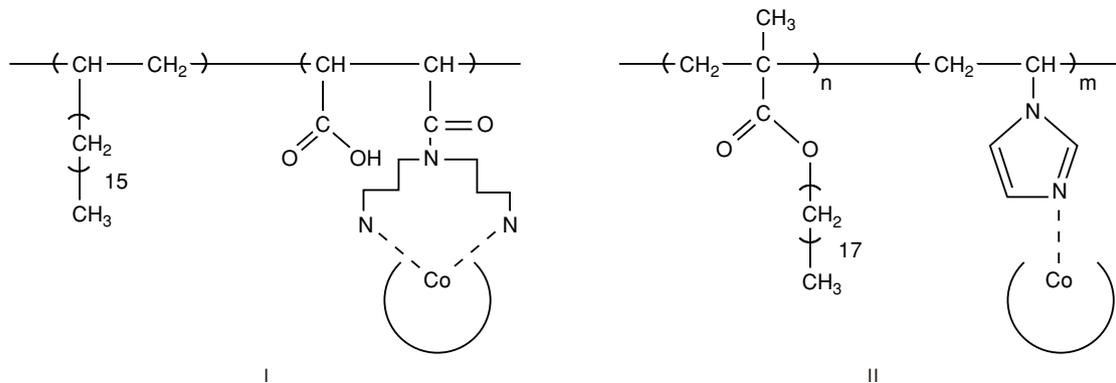


図7-3 開発されたコバルト含有高分子錯体

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

本事業は、通産省の産学官共同研究開発プロジェクト推進事業において県内外の企業も加わって実施された。参加した大学、企業は分担研究に取り組み、高分子金属錯体の合成方法や製膜法、あるいは評価技術等に関して多くの技術を得た。

(2) メッキの品質向上に関する研究

1990年代以降、携帯電話、デジタルカメラ、パソコン等電子機器の小型化はめざましく、それに伴って電子部品も小型化・複合化が図られた。メッキ技術は、これらエレクトロニクス分野においてなくてはならない技術としてICチップのリードフレームやコネクタピン、プリント基板に多く使われた。当初メッキには、電気抵抗や接触抵抗が低く、はんだ付け性も良いことから、スズが多用されてきた。しかし、スズメッキは表面から細くて鋭いウィスカーと呼ばれる髭状結晶が成長し、これが微細回路等のショートの原因となることから、高密度化で細かいはんだ接合が要求される電子部品関係で、スズと鉛の合金からなるはんだメッキ法が多用されるようになっていた。はんだメッキ法にはほうふっ酸浴と有機酸浴があり、ほう素やふっ素による環境汚染や排水処理の難しさから有機酸浴が主流になっていたが、浴の添加剤管理が難しくメッキ業界で苦慮している状態であった。

そこで、工業技術センターでは、平成4(1992)年度からはんだメッキ液の添加剤濃度とメッキの特性について研究を開始した。翌年からは地域研究者養成事業を活用し、県内メッキ企業とともにメッキ条件による光沢はんだめっきの外観変化や特性変化について研究をおこなった。

一方、エレクトロニクス機器が廃棄された後に、はんだに含まれている鉛が環境中に溶け出し、河川や地下水を汚染する可能性が論じられ、鉛含有はんだに対する法的規制が平成2年(1990)にアメリカで始まり、鉛を含まない鉛フリーはんだの開発が行われるようになってきていた。そこで、平成6(1994)から7(1995)年度は、同じく地域研究者養成事業で鉛を使用しないビスマスや銀を用いた新規なはんだメッキの開発を県内メッキ企業と実施した。

1) 研究の内容及び成果

①はんだメッキ液の品質管理に関する研究(平成4～5年度)

光沢はんだメッキは、メッキ浴、特に添加剤の濃度によって光沢具合やはんだ付け特性が変化するため、メッキ業界は大変難しい浴管理を迫られていた。そこで、管理基準を明確化するため、添加剤の濃度が及ぼすメッキへの影響を調べた。光沢はんだの場合、添加剤であるビスマスが電解によってメッキ皮膜中にスズや鉛と共析して光沢を出すことから、ビスマス濃度とメッキ特性について評価した。ビスマス濃度

を100ppm～500ppmまで変化させた場合、ビスマス濃度が大きくなるとメッキ皮膜中の鉛量が多くなり、ビスマスが200ppm以上になると、鉛の(220)面が大きき配向し、光沢が悪くなることがX線回折により確かめられた。また、融点も低くなり、はんだのぬれ性も悪化した。このように、添加剤であるビスマスの濃度によってメッキの特性が変わることから、ビスマスの管理が重要であることがわかった。

さらに、液温や電流密度といったメッキの作業条件とメッキ皮膜の特性についても調べたところ、液温によってスズ、鉛、ビスマスの析出合金比率は変化しないことがわかった。また、液温が高い場合と電流密度が低い場合にメッキ皮膜の光沢が悪くなる原因は、鉛の結晶構造の(111)から(220)、(311)への変化であることが確認された。

②鉛フリーはんだメッキに関する研究(平成6～7年度)

環境面を重視して、従来のはんだに代わる鉛を含有しない低融点合金メッキの開発を地域研究者養成事業で行った。平成6(1994)年度は、スズと低融点合金を作るビスマスを鉛代替金属として検討したところ、はんだメッキに比べてぬれ特性等が劣ることがわかった。銀を代替金属とした場合は、電流密度が高くなるとスズの析出比率が高くなり、図7-4に示したように析出粒子が小さくなった。また、電流密度2A/dm²で析出合金比率が一定となり、はんだぬれ性もスズ-鉛はんだと同等となることから、スズ-銀メッキがはんだの代替メッキとして使用できることがわかった。

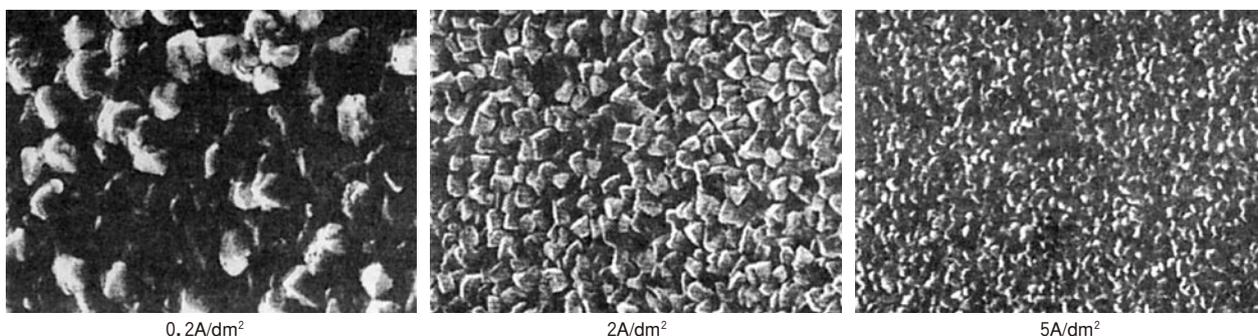


図7-4 スズ-銀はんだメッキの表面形態に及ぼす電流密度の影響

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

1980年代後半から1990年にかけて、県内メッキ業界は防錆・装飾関連から電子部品のメッキへと移行してきた。それにとまらずメッキに代わりはんだメッキが主流となり、環境問題のため、ほうふつ酸浴も有機酸浴へと移行変わり、メッキ業界は生産管理・品質管理に大変な苦勞をしていた。これに追い打ちをかけるように、鉛の使用規制が唱えられ、新たなメッキの開発が世界的に行われた。

本研究は、これらの世界的な流れの中で県内業者とともに、いち早くメッキの品質管理、鉛フリーはんだの開発を行ったもので、業界の知識、技術の向上に多に役立ち、半導体、電子機器関係への更なる進出に繋がった。

(3) 抗菌材料の開発(平成6～9年度、平成19～21年度)

抗菌加工の原点は約4000年前の古代エジプトのミイラを包む布であり、布を保護するために特殊な薬草で抗菌処理が施されたと言われている。近代的な抗菌加工としては第二次世界大戦において、ドイツ軍が軍服に第四級アンモニウム塩等の抗菌剤をしみこませた例があり、戦傷後の二次感染が減少したと言われている。

日本では、国民の清潔志向が高く1970年ごろから、安全性の高い薬剤の開発により生活関連製品に応用されはじめ、衛生加工した繊維製品や家庭用浄水器、掃除機や洗濯機などの家電製品へと市場を拡大していった。昭和60年(1985)には抗菌靴下が大ブレイクし、平成4年(1992)に「MRSAによる院内感染」の問題がマスコミをにぎわしたことを発端に、抗菌加工製品は繊維、家電、住宅設備、建材、日用雑貨品や台所関連用品など非常に多くの分野に展開されるようになった。

繊維やプラスチックへの抗菌性付与には、大別して有機系と無機系の抗菌剤が用いられる。有機系抗菌剤は即効性があり多くの菌に有効であるが、耐熱性が低いため高い加工温度に耐えられないものが多く、また、抗菌効果の持続性が短いという欠点を有す。一方、無機系抗菌剤は有機系抗菌剤に比べ効果は高く、抗菌効果は半永久的である。一般に無機系抗菌剤には銀や亜鉛などの金属や光触媒機能を利用した酸化チタンなど金属酸化物があり、通常は繊維やプラスチックに練り込まれて使用されている。

当センターでは平成6(1994)から9(1997)年度にかけ、スパッタリング法という手法によって金属や金属酸化物を繊維やプラスチック表面に付着させ、抗菌性を発現させる新たな技術開発を進めた。

また、平成18(2006)から21(2009)年度では、ナノレベルの大きさのセラミック担体表面に抗菌性を発揮する金属を付着させた新規なコア・シェル型構造体を作製し、抗菌剤や脱臭剤として応用する研究開発を行った。

1) 研究の内容及び成果

①スパッタリングによる抗菌繊維や抗菌フィルムの開発(特定中小企業集積支援技術開発他：平成6～9年度)

抗菌作用のある金属や金属酸化物を繊維やプラスチック表面に付与する方法としては、樹脂をバインダーとしてコーティングする方法が一般的であるが、薄膜化が困難であり繊維特有の表面特性を損なうという問題があった。この問題を解決するために、スパッタリングによって繊維表面に金属や金属酸化物被膜を形成させる方法について検討を行った。マグネトロン型のスパッタリング装置の基盤に冷却水を流すことによってスパッタリング中に繊維やプラスチックの温度上昇を抑えるようにしたところ、繊維の熱変形を防ぎながら銀、銅、アルミニウムをスパッタすることに成功した。また、前処理としてボンバード処理を施すことによって密着性を高めることができた。これら銀、銅をスパッタしたポリエステル布は極めて高い抗菌性を示した。しかし、金属を直接スパッタしてコーティングした場合、腐食・変色の可能性があるため、安定な金属酸化物として繊維表面にスパッタリングすることを試みた。酸素-アルゴン雰囲気下での反応スパッタリング法で、酸化銀、酸化銅、酸化チタンをコートし、その薄膜厚さと抗菌性について評価したところ、図7-5に示すように、酸化銀薄膜は膜厚によらず非常に高い抗菌性を示した。また、洗濯に対する抗菌性の耐久性については、銀をコートした場合は低くなったが、酸化銀の場合は耐久性を示すことも分かり、実用化に近い加工が可能であることが分かった。

さらに、マグネトロンスパッタリング手法を用い、PETフィルムへ銀、銅、チタンの金属薄膜をコートして抗菌性の付与を試みたところ、銀の場合が最も薄い膜で高い抗菌性能を示すことが明らかとなった。

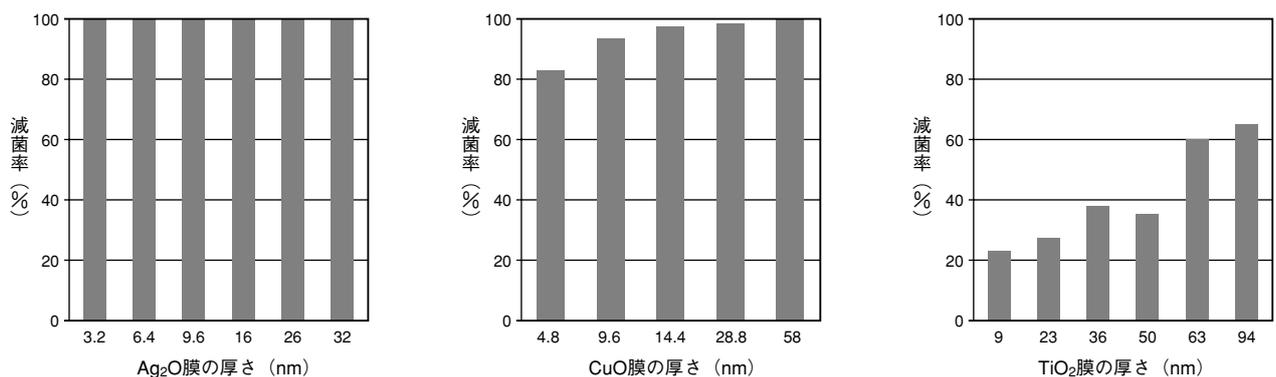


図7-5 PETタフタにコーティングされた金属酸化物膜の厚さと減菌率の関係

②無機ナノ粒子の作製と抗菌剤等への応用研究(フロンティア研究推進事業他 平成19～21年度)

ジルコニアセラミック等のナノ粒子をコア材とし、その表面の一部に抗菌性の金属を付着させたコア・シェル構造のナノ粒子(図7-6)は金属の質量当たりの表面積が大幅に増大することから、抗菌性能が高くなるとともに、高価な材料の使用量を減らすこともでき、材料の低価格化も実現しえる。

そこで、平成19(2007)年度は富山県衛生研究所と共同で銀を付着させた銀コアシェル型構造体をCSD(Chemical Solution Deposition)法で作製する技術を開発するとともに、この構造体の脱臭・抗菌性能を評価した。その結果、通常の銀イオンに対して100倍以上の性能を持つことを確認した。また、その応

用例として、岩盤浴で検証したところ、生菌数が0の非常に高い抗菌性能を示すことが分かった。また、脱臭性能も高く、岩盤浴ベッドを無臭にすることができた。

コア・シェル型ナノ構造体は、数十nmの一次粒子であるが実際には凝集しやすく、大きな二次粒子を形成する傾向があり、良好な抗菌性を得るにはこの二次粒子径を制御する必要が生じた。そこで、平成20(2008)、21(2009)年度は、富山県農林水産総合技術センター、富山大学等とともに、高圧湿式ジェットミル法によって二次粒子を粉碎し、粒子径を制御する方法を開発した。この方法によれば、粒子径を約40nmまで減少させることができ、人に生息する黄色ブドウ球菌、MRSAや建材や壁などに発生する黒カビなどに対して優れたMIC（発育最小値）を示した（表7-1）。また、安定した単分散状態の実現により、抗菌性能のみならず塗膜や木材などへ応用する場合に生ずる、つや、むら、注入量などの問題も解決できた。

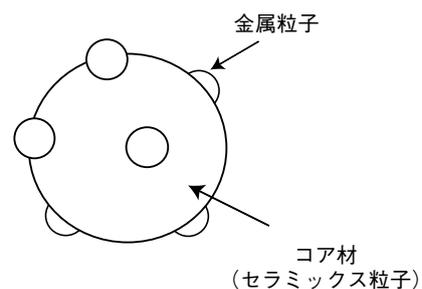


図7-6 コア・シェル型ナノ構造体

表7-1 ナノ構造体の最小発育阻止濃度（MIC）

	種 類	銀系ナノ粒子のMIC (ppm)	銅系ナノ粒子のMIC (ppm)
細 菌	黄色ブドウ球菌	5.6	3.5
	MRSA	4.5	28.3
	肺かん菌	4.5	28.3
	大腸菌	4.5	113.1
	緑膿菌	4.5	113.1
黴	黒黴	9.0	282.8
	黒麹黴	18.0	282.8
木材関連	オオウズラタケ	>500	—
	カワラタケ	500.0	—

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

従来の無機化合物による抗菌性付与の方法はプラスチックや繊維に直接練り込む方法が主流であったが、本研究開発はスパッタリングによって金属薄膜や金属酸化物薄膜を繊維やフィルム上にコートする手法であり、全国的にも優れた研究開発であった。本研究成果は県内アルミ建材への抗菌性付与に関する研究に発展するとともに、この金属のスパッタリング技術をもとにすけ防止水着素材の開発や日光遮蔽スクリーンの開発へと繋がっていった。

コア・シェル構造を持つナノ粒子については、企業と共同研究を実施し繊維製品用の抗菌剤や切り花用の延命剤を開発するにいたった。また、平成22年(2010)からは、微粒子化技術を応用し、富山県農林水産総合技術センターと共同で銅微粒子を用いた環境にやさしい木材保存剤の開発を実施し、粒子径を1000nm以下、最小で160nmまで小さくできる技術を開発した。本技術で作製した銅系微粒子は木材に注入処理することにより、大変優れた防腐防蟻性を示した。

(4) 金属材料の微生物腐食のメカニズム解明と防止技術の開発（平成10～12年度）

微生物腐食とは金属材料が微生物の存在下で直接的あるいは間接的な影響を受け、激しい腐食を受ける現象である。古くから土壌環境における嫌気性菌である硫酸塩還元菌（sulfate-reducing bacteria, SRB）による炭素鋼の腐食がよく知られており、腐食生成物として硫化鉄が検出される。また、ステンレス鋼の海水及び河川水のような淡水中における好気性菌による局部腐食、航空機燃料中のカビ及びバクテリアによるアルミニウム合金の腐食なども知られている。

最近の研究ではプラント配管溶接部等に微生物による腐食が多数発生していることが報告され、国際的に注目されていたが、国内ではそうした認識は未だ一般的ではなく、その挙動も十分理解されない状況に

あった。

こうした中、県内でもビルの熱交換器内の銅パイプにおいて微生物腐食と思われる事例が発生したため、本センターにおいても微生物腐食のメカニズム解明とその防止技術について研究することになった。

1) 研究の内容及び成果

実際に微生物腐食が発生したと推定された地下水を用いて、実験室レベルの再現試験を行なったところ、この事例では、地下水自体が腐食性を有し、更に微生物が関与して腐食が促進されることがわかった。さらに地下水中から5種類の微生物を単離し、銅板を用いて各々の微生物による腐食試験を行った結果、*Corynebacterium urealyticum*が図7-7に示すように銅を腐食することが明らかとなった。この菌はウレアーゼを産生し、尿素を二酸化炭素とアンモニアに分解する性質があることから、銅板に付着してコロニーを形成し、尿素の加水分解で生成したアンモニアによって電気化学的に腐食が発生したものと推定された。

また、微生物腐食を防ぐには、抗菌性能を持った金属材料であることが必要と考えられたため、アルミニウムに無機系抗菌剤を添加した抗菌アルミニウム材料の製造法について検討を行った。

原料粉末として水アトマイズ法によって作成されたアルミニウム粉末(粒径100~150 μm)とMg-Zn-O系抗菌剤(ZO)を用い、固相状態で分散する粉末冶金法、なかでも、難焼結性材料であるアルミニウム粉末を短時間で高密度に成形できるパルス通電加圧焼結法を用いて抗菌性アルミニウム材料を製造した。

抗菌剤の添加量の異なる焼結体を用い、大腸菌に対する抗菌性能をフィルム密着法で調べたところ、図7-8に示すように抗菌剤を0.5%以上添加することで抗菌性を発現することが確認された。また、この焼結体の引張り強さは純アルミ焼結体を上回り、伸びも同程度の優れた材料であることもわかった。

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

微生物腐食は県内ではほとんど知られていない現象で、研究を行った当時は(社)腐食防食協会が微生物腐食分科会が設置されたところであり、全国的にも漸く微生物腐食というものがあるということが認知され始めたという状況であった。これらの研究は金属を腐食する微生物を分離したもので、腐食メカニズムは詳細には明らかにできなかったが、アルミニウム材料に対して、その腐食防止技術を開発することができたのは特筆すべきものであった。また、研究発表や研究報告書等により、いろいろな業界に微生物腐食の可能性を知らしめることができたことで、有意義な研究であったと言える。

(5) 海洋深層水の有効利用に関する研究

(NEDO委託事業「エネルギー使用合理化海洋資源活用システム」：平成11~15年度)

石油危機への対応として、海洋深層水の低温安定性を利用した温度差発電や冷房への利用研究を行うため、昭和56年(1981)にハワイで海洋深層水の大規模な取水施設が初めて整備された。これをきっかけに

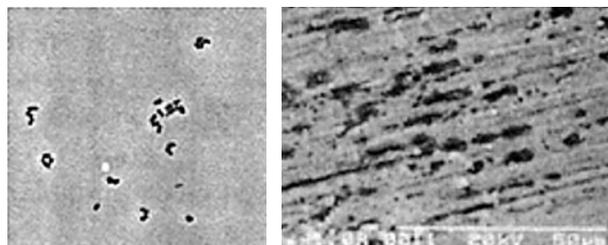


図7-7 *Corynebacterium urealyticum*と同菌による銅板の腐食

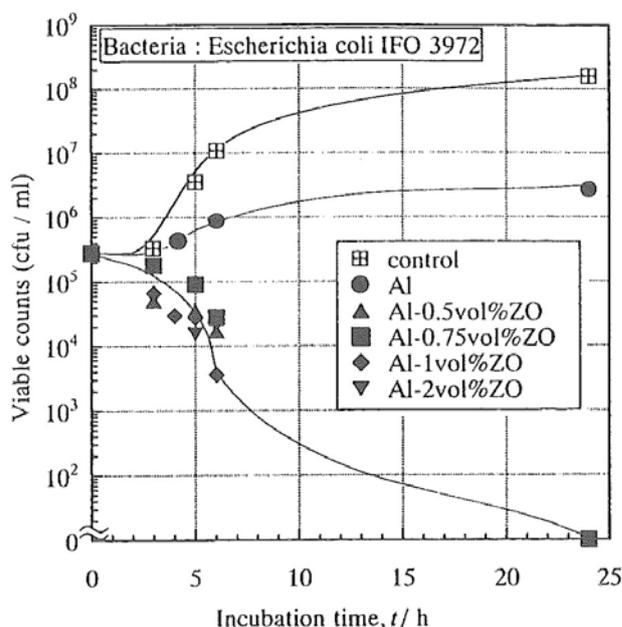


図7-8 培養時間と生菌数の関係

日本においても科学技術庁(現文部科学省)が実施した「海洋深層資源の有効利用技術の開発に関する研究」(昭和61～平成元年実施)の中で、平成元年(1989)に我が国初の海洋深層水取水施設が高知県室戸市に整備された。富山県においても、平成6年(1994)に水産分野の利用を目的に滑川市の水産試験場(現水産研究所)に約11億円をかけて海洋深層水取水施設が整備された。

海洋深層水は水温2～3℃の低温という特徴のみならず、豊富なミネラル分を含み、清浄性、富栄養性とも優れているという特徴を有しており、日本ではヒラメやサクラマス、あるいはバイ貝やアワビなどの深海性や冷水性魚介類の養殖といった水産分野の利用から、清涼飲料水や漬物、パン、豆腐、かまぼこ、塩、ビールといった食品や化粧品、入浴剤などの他分野の産業利用にも活発に用途展開が図られた。さらに富山県滑川市では健康増進のための深層水体験施設「タラソピア」が日本で初めて平成10年(1998)にオープンした。

当センターにおいても、水産分野以外の有効利用のため、「深層水からの海水氷の製造」(平成8年)、「深層水の成分分析」(平成8年)、「凍結法による濃縮深層水の製造」(平成9～10年)、「海洋深層水を蓄熱材料とした蓄冷材の開発」(平成11～12年)の研究開発を行った。

こうした中、海洋深層水のさらなる用途展開を行うには、海洋深層水から用途に応じた塩分濃度の水を製造することが必要と考え、NEDOの委託事業である「エネルギー使用合理化海洋資源活用システム」において、平成11(1999)から12(2000)年度は凍結法による脱塩水や濃縮深層水の製造研究を実施し、平成13(2001)から15(2003)年度は新日本製鐵(株)、富山県食品研究所と共同で膜分離法を用いて脱塩水や濃縮深層水を製造する研究開発が進められることになった。以下、凍結法と膜分離法を用いた脱塩水や濃縮深層水の製造研究について示す。

1) 研究の内容及び成果

①凍結法による濃縮深層水と脱塩深層水の製造(平成11～12年度)

過去の海洋深層水の研究は、深層水の特性把握や水産養殖、食品加工などを対象とした小規模用途がほとんどであった。しかしながら、深層水から脱塩水や濃縮深層水を製造することにより、さらに多目的・多段階利用が行える可能性があった。低温な脱塩深層水は、工業用冷却水、あるいはハウス農業用の温度調整用冷却水、空調用冷却水として、温度の高くなった脱塩水はボイラー水、農業用水、飲料水に、そして濃縮深層水は味噌、醤油、塩等の食品原料、あるいは化粧品の原料やタラソピアなどの健康・アメニティー産業への利用も期待できた。

本研究では、海洋深層水の低温性に着目し、凍結法によって濃縮深層水と脱塩水を同時に、かつ、連続的に製造することを試みた。これは図7-9に示したようなスラリ発生装置と氷柱生成装置からなる凍結濃縮装置を用い、海洋深層水を冷却して、真水の氷を氷柱として連続的に取り出し、深層水を濃縮するとともに、氷柱を融かして脱塩水を同時に得るものであった。NaClからなる人工海水では20%までの濃縮が可能であったが、深層水を用いた場合、濃縮が進むと氷結晶が小さくなって氷柱が形成されず、7%の濃縮深層水しか得られなかった。

②膜分離法を用いた濃縮深層水と脱塩深層水の製造(平成13～15年度)

平成12(2000)年度までの結果を受け、平成13(2001)から15(2003)年度は新日本製鐵(株)、富山県食品研究所と共同でRO膜を用いて濃縮・脱塩を行うことを試みた。過去の事例として深層水から脱塩水を得る工程の副産物として5%の濃縮深層水は製造されていたが、塩分濃度が



図7-9 凍結濃縮装置と本装置でできた氷柱

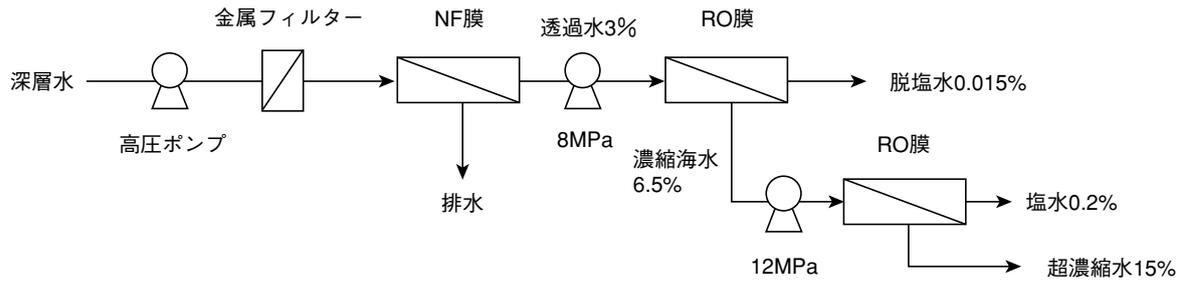


図7-10 膜を使った濃縮・脱塩プロセス

20%という高濃縮された深層水の製造を目的とした研究は国内外でも初めての試みであった。本研究では、今までにない多段膜処理による濃縮・脱塩装置を開発し、濃縮・脱塩を行った。

図7-10に濃縮・脱塩装置のプロセス図を、図7-11に実際の装置の外観写真を示す。装置は、NF膜、RO膜、RO膜の3つのろ過膜を有している。1段目のRO膜に8Mpa、2段目のRO膜に12Mpaの圧力を加えて運転することで、1段目の透過水は0.03%の脱塩水、濃縮水は6.4%のものが得られ、2段目の透過水は2.2%の塩水、濃縮水は15%のものが得られた。本装置は5ヶ月間連続運転させたときも濃縮水濃度が一定で、ポンプの圧力変動も認められず安定に作動することが確かめられた。

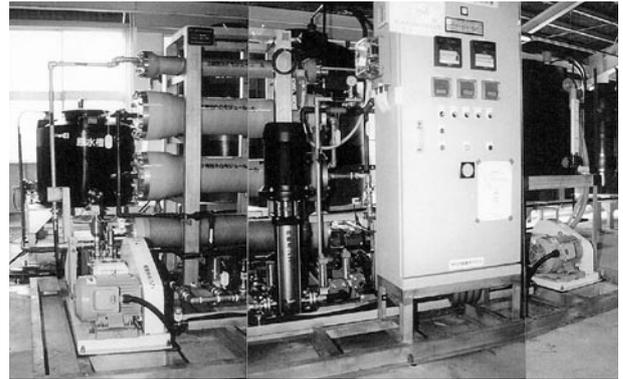


図7-11 開発された濃縮脱塩装置

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

15%の濃縮海水をRO膜で製造する方法は試されたことがなかったが、長期的に安定性が評価されたことから、本装置は平成17年(2005)に滑川市の深層水取水施設「アクアポケット」に整備され、濃縮水、高濃縮水、脱塩水の供給装置として長年にわたり使用されている。平成15年(2003)の夏に行われた滑川海洋深層水フェアでは、濃縮深層水を使った浮遊浴体験のプールが設営され人気を博し、また、富山医科大学保健医学教室、富山県衛生研究所が共同で、本濃縮海水を使った「濃縮海洋深層水温浴によるリラックス・リフレッシュの方法に関する研究」も開始され、富山県における深層水の普及や研究活動に波及した。

(6) バイオチップの研究(平成13～23年度)

富山県は300年の歴史を持つ売薬業やそれに関わる和漢薬や医薬品などの製造業が産業クラスターを形成し、「とやまの薬」という地位を築き上げてきた。この薬を中心とした産業ポテンシャルは、21世紀の社会を支える先端バイオテクノロジーの開発推進への大きなアドバンテージであった。富山県では、バイオテクノロジーを核とした新産業の振興を図るため、いち早くバイオ産業振興協会やバイオテクノロジー推進懇談会、バイオバレー研究会を組織するとともに、平成12年(2000)に医薬バイオを中心とした研究・産業集積を構築する「富山バイオバレー構想」を打ち出した。

当センターにおいても、本構想を推進するため、平成13(2001)年度からバイオテクノロジーの分野への研究を開始することになる。医療等の分野においてバイオテクノロジーとエレクトロニクス技術の一体化を図り、アレルギーや生活習慣病になりやすい体質診断に関連した各種バイオセンサーと測定装置の開発を目的に、平成13年度は科学技術振興機構の地域研究開発促進拠点支援(RSP)事業で「糖尿病診断DNA、タンパク質チップの開発」を実施した。また、抗原抗体反応の検出を目的として、QCM方式を活用した微小免疫センサの研究を開始した。

こうした中、平成14年(2002)4月には文部科学省が実施した「知的クラスター創成事業」に、富山バイオバレー構想の中核事業である「とやま医薬バイオクラスター」が試行地域として認定され、さらに平成15年(2003)2月には実施地域に選定され、平成15年度から当センターもその研究機関の一つとして本格的にバイオ関係の研究を開始することになった。

「とやま医薬バイオクラスター」は、富山医科薬科大学(現 富山大学)、富山県立大学等が展開している漢方や免疫・酵素反応の医薬バイオ分野の技術と、富山大学、工業技術センターが有するエレクトロニクス技術を融合することにより、産学官連携体制のもと富山オリジナルの診断機器や医薬品を創出することを目的とした。当初、北陸先端科学技術大学院大学を中心とする「超集積・高機能化チップデバイスの開発」、富山大学工学部による「免疫マイクロアレイチップの開発」、富山医科薬科大学による「免疫機能を活用した診断・治療システムの開発」や「漢方方剤テーラーメイド治療法の開発」、富山県立大学による「遺伝病早期診断のための酵素チップの開発」の共同研究が始まった。当センターでは「DNAチップ、細胞チップの実用化研究」(平成15~16年度)、「DNAチップ、遺伝子解析チップの実用化研究」(平成17~19年度)に取り組み、肥満などの生活習慣病になりやすい体質診断を事例として、電気的に測定可能なDNA・タンパクチップの開発や免疫機能研究のための細胞チップ、転写シーケンス法を活用した遺伝子解析チップの開発を進め、交流インピーダンス法によるDNAチップやシリコンや樹脂製の細胞チップの実用化、さらに温度応答性樹脂による細胞包摂・開放型細胞チップの開発を行った。

また、知的クラスター事業以外でも、磁気のパワーを活用してマイクロサイズの磁気スポットに細胞を捕捉する磁気チップの開発が進められ、「チップの磁気を用いた単一細胞レベルでの細胞間相互作用の網羅的解析法の開発」(平成17年度 科学研究費補助金 富山医科薬科大学)、「単一細胞間相互作用解析用磁気操作デバイスの開発」(平成18年度 科学技術振興機構 シーズ発掘試験研究)等で研究が実施された。以下、これらの研究について記述する。

1) 研究の内容及び成果

① DNA・タンパク遺伝子チップの実用化研究(知的クラスター創成事業他:平成13~19年度)

当時、遺伝的疾患等をDNAを用いて調べるシステムとしては、ガラス基板等に数千から数万個のオリゴDNAを植え付け、そのDNAをハイブリダイズしたものの蛍光発光を検出して遺伝的情報を得ようとするDNAチップが世界の主流であった。DNAのハイブリダイズから電気化学的に遺伝的疾患や体質を診断するDNAチップの開発は、世界の中でも(株)東芝が先駆的に実施したが、これは2本鎖DNAに特異的に結合し電気化学的反応を示すインターカレータと呼ばれる色素を用いるもので、色素の耐久性や繰り返し測定ができないなど問題が多かった。そこで、本研究では1本鎖DNAを固定した電極界面において、1本鎖DNAが相補的DNAとハイブリダイズしたときの電極界面のインピーダンス変化を交流で測定するインピーダンス測定法により、体質などの診断ができる新しい測定方法を確立することを目的とした。また、具体的には、若年性の生活習慣病を予防するという観点から、糖尿病などの生活習慣病になりやすい体質を診断するDNAチップをターゲットにし、安価で簡単な診断装置を開発することを目指した。

まず、交流インピーダンス測定法によるDNA検出の高感度化と測定安定化のため、金電極の構造の最適化を図り、図7-12に示すDNAチップを開発するとともに、DNAチップのインピーダンス変化を連続的に測る測定装置を試作した。この装置により1塩基のみ異なるDNA(SNP)を検出することが可能となり、さらに、DNAリガーゼ

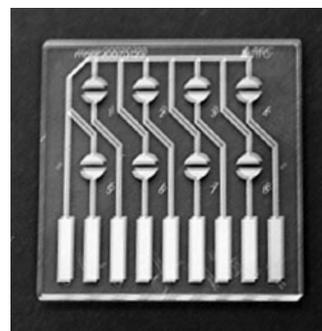


図7-12 DNAチップの外観

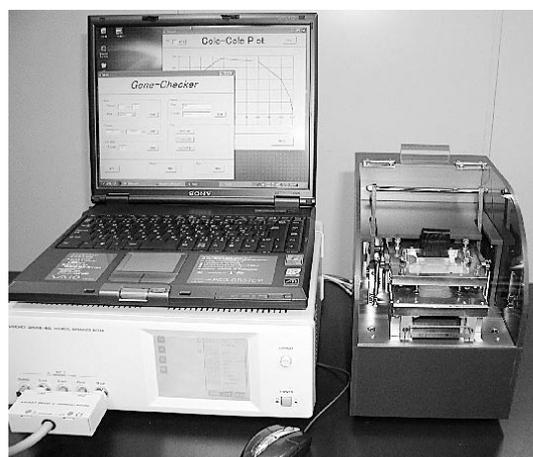


図7-13 開発したDNA診断装置「Gene-Checker」

を用いてDNAを連結するライゲーション反応を利用することで検出感度が格段に向上することを見出し、その手法を取り入れたDNA診断装置「Gene-Checker」を開発するに至った(図7-13)。本装置は、4種類のSNPタイプの有無が同時に確認できるほか、タンパク質の反応である抗原抗体反応にも利用可能であった。

②遺伝子解析チップの実用化研究(知的クラスター創成事業他：平成17～19年度)

μ TASチップ(Micro Total Analysis System)は、実験室で行うような生化学・化学操作(混合、反応、分離、検出)を1枚のチップ上に集積化・小型化したものであり、従来の分析装置と比較して試料、試薬、廃液等の少量化、測定時間の短縮、システム全体の消費電力の低減、低コスト化が可能であることから、本研究では μ TASチップを遺伝子解析チップへ応用することを試みた。

最初に μ TASの要素技術として、混合・反応を行うマイクロミキサの開発を行った。開発したマイクロミキサは図7-14に示すように3次元らせん構造を持つ流路からなり、層流状態下で混合を促進させる構造である。そのため、生体材料へのダメージが小さく、対象とするDNA診断用 μ TASチップに有用であると考えられた。さらに研究を発展させ、基礎的なDNA操作実験の一つである制限酵素によるDNAの切断処理と分離検出操作システムの開発を目標とし、マイクロポンプ、マイクロミキサ、ヒーター、マイクロ電気泳動法の要素技術について検討し、それぞれの要素をマイクロ流路で連結した μ TASチップを試作した(図7-15)。その結果、1枚のチップ上で一連の実験操作を行うことができるようになり、また、試薬量、検出時間を1/10以下とすることができた。

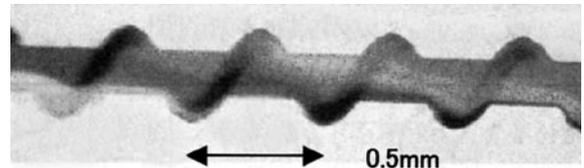


図7-14 3次元マイクロミキサ

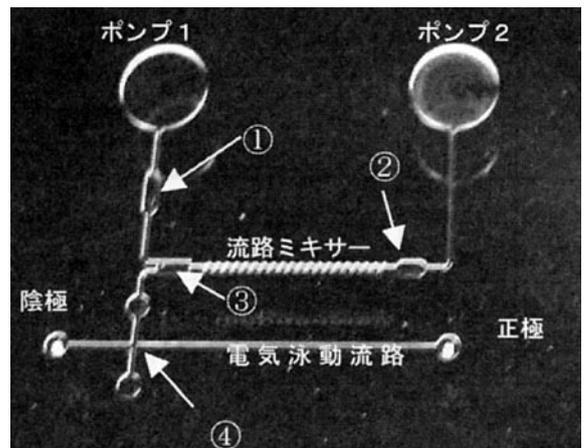


図7-15 試作した μ TASチップ

③シリコン細胞チップの開発(知的クラスター創成事業他：平成15～19年度)

先端医療の分野においては、DNAやタンパクの解析に続き、再生医療や抗体医薬品開発に向けて細胞の状態を網羅的に解析する技術が注目され、細胞を一つずつ明確に区分して解析、処理するための細胞チップの開発が必要となっていた。細胞チップは微小な穴(ウェル)を規則正しく配置したチップであり、ウェルの大きさや形状を変えることによって様々な細胞を保持できる。

細胞チップの有効な利用法としては、特定の病原菌に有効なリンパ球の探索がある。病原菌に有効なリンパ球を見つけ出すためには、数十万種類あるリンパ球を個々に調べ、特定のリンパ球を回収する必要がある。そのため、リンパ球とほぼ同じ大きさのウェルが多数配列され、リンパ球の出し入れが可能な細胞チップの開発が求められていた。細胞チップの研究は、世界各国の研究機関などで進められていたが、ウェルの直径が数十ミクロンと大きくリンパ球が数個も入ってしまうものが多かった。本研究では、1cm角のシリコン基盤上に、リンパ球とほぼ同じ大きさの直径10ミクロン、深さ15～20ミクロンのウェルを数十万個配列することに世界

で初めて成功(図7-16)し、さらに、超親水性の表面処理技術によって、1つのウェルにリンパ球を1つだけ収めることを可能にした(図7-17)。

さらに、位置検出用の蛍光マーカーをチップ上に配置することにより、数十万個のウェ

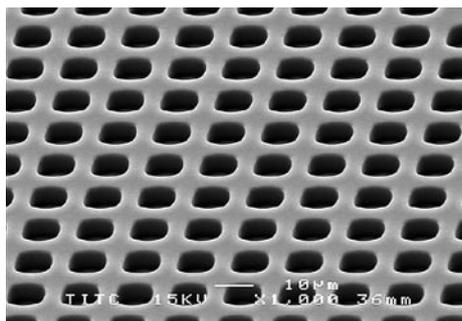


図7-16 シリコン細胞チップ

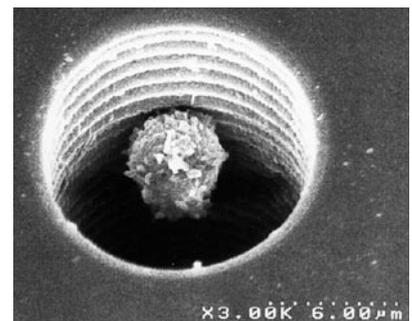


図7-17 ウェルに捕捉されたリンパ球

ルを番地化し、スキャナーで読み取れるようになった。

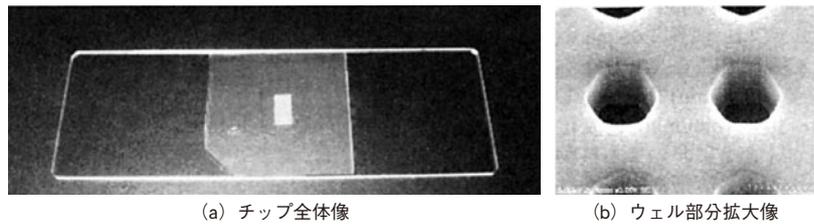
④樹脂製細胞チップの開発（知的クラスター創成事業、JSTシーズ発掘試験他：平成15～20年度）

半導体集積回路を製造するためのシリコン微細加工技術で作製されたシリコン細胞チップは、研究段階では利用しやすいものの、工業化や製品化においてはコストや生産性の点で検討余地が大きい。そこで、細胞チップを安価で大量に生産する方法として、樹脂を原料に射出成形で製造する方法について検討した。

射出成形法は一定の品質のものを安価に提供できるという特徴があるが、金型を使用する関係上、離型性や流動特性が良い樹脂を使用する必要がある。また、高価なシリコン製のスタンプは破損しやすいため、低い射出圧で成形できる樹脂の開発が望まれた。そこで、本研究では、通常の射出成形の温度及び圧力以下で成型でき、スタンプの微細加工（微細な凸凹パターン形状）や金型形状を精密に転写することができるポリプロピレン系樹脂を開発した。この樹脂は、ポリプロピレンとエラストマー（スチレン系ブロック共重合体の熱可塑性エラストマー）からなり、この樹脂が開発されたことで量産性に優れた低コストな樹脂製細胞チップの製造が可能となった。

また、熱可塑性樹脂による射出成形ではなく、光硬化性樹脂を用いたマイクロチップの製造方法についても検討した。これは、シリコンや金属の鋳型に液体状の光硬化性樹脂を流し込み、光を照射し、硬化後、鋳型から剥がして微細構造を持ったチップを作製する方法である。しかしながら、一般に、光硬化性樹脂の成分として用いられるエポキシ系化合物やアクリル系化合物は鋳型の材料である金属やシリコンと密着性が高く、はく離の際に微細構造の変形や破壊、あるいは鋳型の破壊が生ずる。そこで、粘着接着力が小さくて適度な弾性を持ち、はく離性に優れた光硬化性樹脂素材を開発することで、チップ化に成功した。さらにその素材にカルボキシル基やアミノ基、コハク酸イミドエステル基といった官能基をグラフト重合で導入することにより、樹脂表面に抗体を固定化できるチップを開発した。

図7-18は本技術を応用したBリンパ球のスクリーニング用チップであり、Bリンパ球のサイズに適合するよう内径10 μ m、深さ10 μ mのウェルを有する。このウェルの周りにはグラフト重合で官能基が導入してあり、これを介して抗IgG抗体が固定してある。特定の抗原に対しBリンパ球が生産する抗体が抗IgG抗体に捕捉され、さらに蛍光分子を標識した抗原と抗体に捕捉されることによって、特定のBリンパ球の入ったウェルの周りのみ蛍光が検出され、スクリーニングが可能となる（図7-19）。



(a) チップ全体像 (b) ウェル部分拡大像
図7-18 樹脂製細胞スクリーニングチップ

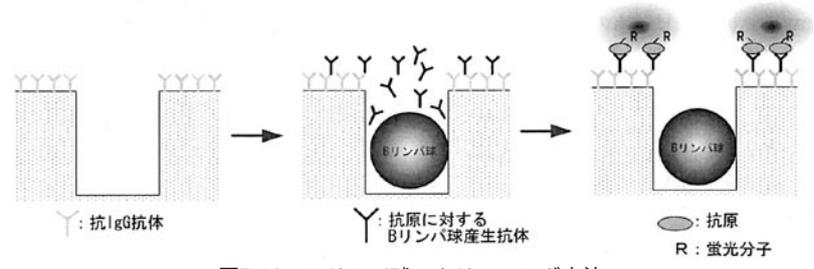


図7-19 Bリンパ球スクリーニング方法

⑤温度応答性樹脂を用いた包接型細胞チップの開発（平成16～23年度）

温度応答性樹脂であるN-イソプロピルアクリルアミドポリマー（pNIPAAm）は、体温付近の温度を境に疎水性から親水性へと極性が変化し、それに伴う水の脱吸水によって膨張・収縮する。この温度応答性樹脂の体積変化を利用して、細胞を自由に且つ確実に掴んだり放したりできる全く新しい包接型細胞チップを開発した。

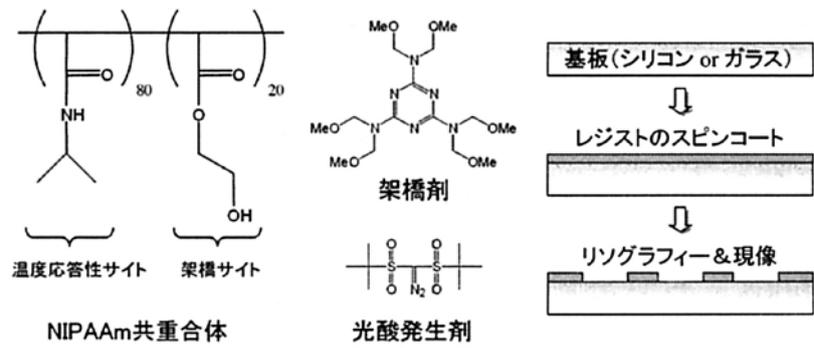
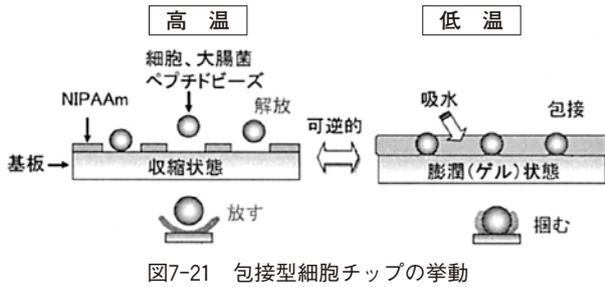


図7-20 光架橋型温度応答性樹脂組成とリソグラフィプロセス



この基礎となるのが、pNIPAAmをベースポリマーとし、架橋反応が行えるようにヒドロキシエチルアクリレートを共重合させた新規なpNIPAAm共重合体の開発であった。この共重合体に架橋剤と光酸発生剤を加えることにより、光硬化が起こるフォトレジストとすることが可能となり、このレジストを用いてリソグラフィーでネガ型パターン転写することによって、直径10 μm の孔パターンを約40万個有するマイクロウェルアレイチップを作製することができた(図7-20)。このチップは、低温(20 $^{\circ}\text{C}$)にするとチャンバー(孔)を形成しているNIPAAmが膨潤し、孔の直径が狭まることによって、細胞を包接・固定化することができる。チップ温度を高温(36 $^{\circ}\text{C}$)にするとNIPAAmが収縮し、再び細胞を外部に取り出すことができる(図7-21)。

また、光架橋性に代えて熱架橋性をpNIPAAmに新たに付与し、熱ナノインプリント法によって直接加工できるpNIPAAmレジストの開発を試みた。架橋剤としてクエン酸を加えて調整したpNIPAAmレジストは、シリコン製モールドを用いたナノインプリントが可能で1 μm ~90nmの微細なパターンを転写することができた(図7-22)。これらの方法によって作られたチップは、架橋密度を変更して体積変化量を調整することで、細胞をしっかり包み込みながらも細胞を破壊しない最適な包接細胞チップとすることができた。

さらに、近赤外レーザースポット加熱を利用して、特定の1細胞の出し入れが可能になるチップや細いキャピラリーの突き刺しによる1細胞への試薬の注入機能などを付加したチップの開発など、従来の包接型細胞チップを高機能化することにも成功した。

⑥磁気チップの開発(科学研究費補助金、地域イノベーション戦略支援プログラム他：平成17~23年度)

従来の細胞チップは重力による自然沈降によってマイクロウェルに細胞を導入しており、アレイ率(細胞の入ったウェル数/全ウェル数)は、10~30%程度と効率が悪かった。能動的に細胞を取り込む手段として真空吸引などの方法が検討されてきたが、細胞にダメージを与えたり、構造上数十万個というウェルを並べるような細胞チップの実現は難しかった。本研究では、ナノ磁気ビーズによって細胞を修飾し、その細胞をメッキによって作製した磁性膜に能動的に固定させるという磁気を利用した2種類の細胞チップの開発を行った。一つは、従来のマイクロウェル型でマイクロウェルの底に磁性膜を有する構造であり、細胞を再現性よく配列することが可能である。磁性膜の材料及び厚さ等を検討した結果、このチップではアレイ率を90%まで高めることができた。

もう一方は、マイクロウェルを有さない磁気スポット型であり、マイクロウェル型より低コストで製作可能である。磁気スポット径が大きいと複数の細胞がトラップされるが、5 μm 程度の大きさにすることによって1細胞を捕獲することが可能となった。

⑦マイクロ流体チップの開発(科学研究費補助金、大学連携先端研究事業：平成22~23年度)

これまで工業技術センターで開発した樹脂製細胞チップの技術を発展させ、血液から癌細胞を単離するマイクロ流体チップの開発を富山大学と共同でおこなった。

血液から癌細胞を単離する方法は図7-23に示すように、癌細胞表面に存在する特異な

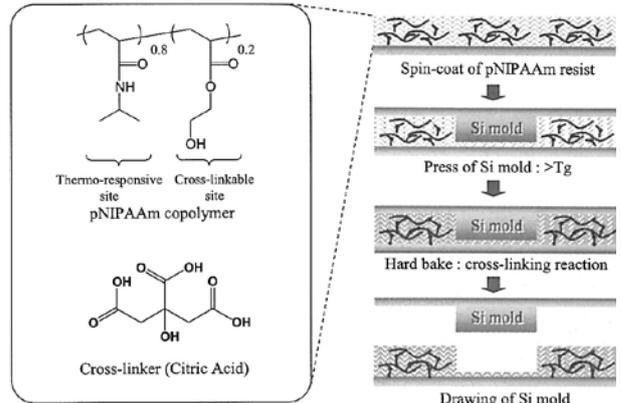
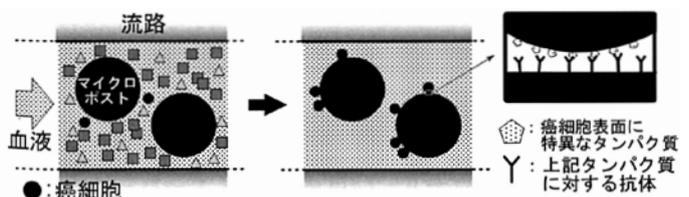


図7-22 熱架橋型温度応答性樹脂と熱ナノインプリント法によるパターンニングプロセス



タンパク質の抗体をチップ中のマイクロポストに固定化しておき、血液中の癌細胞を抗原抗体反応でマイクロポストに捕捉する方法である。従来、シリコンウェハを加工したマイクロチップの研究が行

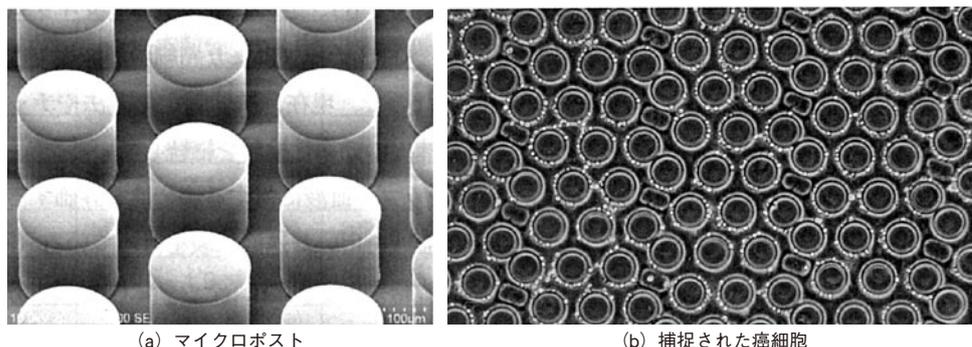


図7-24 マイクロ流体チップのマイクロポストと捕捉された癌細胞

われていたが、本研究では、チップの大量供給・コストダウンを図るためシリコンに代わる樹脂製のマイクロ流体チップを作製することにした。シリコン鑄型を用い、センターで開発した光硬化性樹脂及び成形法を駆使して細胞捕捉のためのマイクロポストを作製した(図7-24)。これに癌細胞捕捉用の抗体として抗EpCAM抗体を固定化したところ、癌細胞がマイクロポストの周囲に多数捕捉されることが確かめられた。また、捕捉率は約85%となり実用化できる十分な性能を有することが分かった。

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

知的クラスター創成事業として平成14(2002)年度から始まった「とやま医薬バイオクラスター」は、県内外の大学、研究機関、企業の参加のもとで実施され、強力な研究開発ネットワークが構築されるに至った。このネットワークの下、当センターでは世界にも通用する各種バイオチップが多数開発され、それらを利用した免疫診断機能に関連する研究も大学や企業を中心に実施された。富山大学とエスシーワールド(株)は共同で開発したシリコン製マイクロアレイチップを応用して血液中に極めて稀に存在する抗原特異的抗体産生細胞を網羅的かつ迅速に検出する方法を開発し、わずか1週間で肝炎ウイルスやトリインフルエンザウイルスに対する複数の抗体を得ることに成功した。本成果は、米国科学誌「Nature Medicine」にも掲載されるとともに、本方法を実現する細胞検出・回収装置(図7-25)は県内工作メーカーと共同開発され、システム並びに抗体はエスシーワールド(株)で製品化された。これらの技術シーズを求めて、海外企業の県内進出にも貢献したことは特筆に値する。



図7-25 開発された細胞検出・回収装置(セルポーター)

樹脂製細胞チップについては、マイクロ・ナノレベルの微細な形状を正確に射出成形できる熱可塑性樹脂や光硬化性樹脂の開発に成功した。この技術を共同研究先である(株)リッチェルに技術移転したところ、幅広い分野への応用展開が始まり、新たにマイクロチップ開発室が設置されるなど、大いにビジネス展開が図られた。この技術をもとに、さらに、マイクロ流体チップ製造技術へと展開されている。

温度応答性樹脂を用いた包接型細胞チップについては、開発した温度応答性樹脂を企業と共同で冷却シートやスキンケア用シート剤の原材料として利用する開発を進めている。磁気チップについては、まだまだ新しい分野ではあるが、一部企業と連携して量産化に向けた技術開発を始めている。また、メッキ技術など県内企業の技術を活用するところがたくさんあることから、ますます、成果の波及が期待される場所である。

このように、バイオチップの開発は、電機、機械、プラスチックをはじめ、医薬など幅広い分野の産学官連携を深めながら行われてきたが、これからさらに国の研究機関や興味を持った企業との共同研究、事業化に向けた取り組みが始まりつつあり、広域連携が本格化してきている。そういう意味においても、本研究開発は波及効果の大きかった事業と言える。

(7) 温度応答性樹脂の医薬応用に関する研究（平成20～23年度）

温度応答性樹脂であるN-イソプロピルアクリルアミドポリマー（pNIPAAm）を3次元架橋させて得られるハイドロゲルは、一定温度以上でゲル内部に吸蔵した水分を構造変化により放出して縮み、温度が下がると水を再び吸蔵して膨張する。この鋭敏な温度応答特性を利用して、細胞回収の容易な細胞シートや薬物を水分と一緒に放出するドラッグデリバリー等の医用材料として注目を浴びている。当センターでも、温度応答性樹脂を微細加工にも使えるように改良し、温度応答性の包接型細胞チップを開発してきたが、さらなる用途開発として、医療分野に着目し、スキンケア用シート剤や冷却シートの開発を大学や企業と共同で実施した。

1) 研究の内容及び成果

温度応答性樹脂を用いた含水ゲルは、体温付近の一定温度以上でゲル内部に大量に吸蔵した水分や薬剤を構造変化により放出する特徴を有する。本研究は、この温度応答性樹脂からなる含水ゲルを医薬・スキンケア用のシート剤に応用し、高熱時には強く冷却できる（逆に体温が低下した場合は冷却作用が弱くなる）冷却シートや、有効成分の経皮吸収量（薬剤放出量）の高いフェースマスク・目元シートなどの化粧品シートを開発した。従来の冷却シートは冷却作用が弱くインフルエンザなどの高い発熱には効果がなかったが、開発した冷却シートは高熱時に多くの水を放出することから冷却作用が強いと考えられ、サーモグラフィーによる皮膚温度の測定、体感試験の結果から市販品より高い冷却・徐放が得られることが実証された。

化粧品シートについては、従来のものは有効成分がゲルシート内部に溜まり続けることから、経皮吸収量が高くない欠点があったが、本研究で開発したビタミンCや白金・銀ナノコロイドなどの薬剤を含有した目元シートは、それら有効成分を強制的に多く放出することが確かめられた。

また、平成23(2011)年度は冷却シートの製品化を視野において温度応答性樹脂の合成コストの低減を図るとともに、温度応答性樹脂の水の放出温度のコントロールと速度を高めるための粒子の微粒化を試みた。その結果、樹脂組成を変化させることによって図7-26のように放出温度を変えることに成功し、50nm程度まで微粒化することで大幅に放水速度を速めることに成功した。

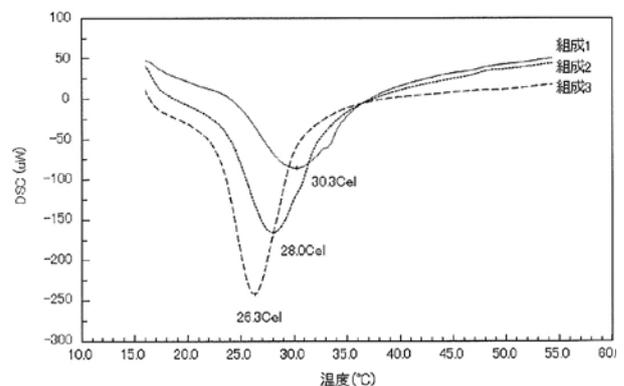


図7-26 開発されたゲルシートの放出温度特性

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

この研究は温度応答性を持つ特殊な樹脂を医療分野に応用する研究であり、企業や大学の医学部と共同で実施された。冷却シートや化粧品シートとして性能的には優れた効果を示していることから、企業によって製品化に向けた取り組みが行われているところであり、センターにおいても、樹脂の合成法の改良等でコスト低下の研究を継続している。

(8) 酵母菌を利用した和漢薬薬理機能計測デバイスの開発（平成19～22年度）

和漢薬の薬効が見直されて研究が盛んになってきているが、そもそも自然物であり多数の化学成分が混在しているため、詳細な薬理効果が明らかになっていないものが多い。また、これまで和漢薬の薬効を評価するために小動物実験が行われていたが、評価に多大な時間と労力を要する上に、動物実験は禁止される方向にあり、これに代わる和漢薬の評価法が必要となってきている。そこで、小動物の代わりとして、高等生物細胞と生命機能の共通性が高く、生理活性物質とその分子標的の特異的關係にも高い共通性がある

る酵母が着目され、和漢薬の酵母の活性に及ぼす影響を調べれば、小動物を利用するより遥かに迅速かつ効率的であると考えられるようになってきている。

一方、工業技術センターでは平成15(2003)年度から開始された知的クラスター事業のDNA・タンパクチップの開発において、交流インピーダンス法でDNAやタンパクを検出する手法を開発していた。そこで、この交流インピーダンス法を用いて和漢薬が酵母に及ぼす活性状態の変化を調べ、和漢薬の薬理機能を評価する手法を富山大学や民間企業と共同で開発することになった。

1) 研究の内容及び成果

平成19(2007)年度のバイオクラスター形成促進事業や平成20(2008)年度の若手研究者養成事業において、電極チップによる交流インピーダンス法を用いたCole-Coleプロットから、電荷移動抵抗 R_{ct} を求めることで酵母の増殖過程をとらえることに成功した(図7-27)。また、この方法により和漢薬のカンゾウエキスやオウレンが0.2mg/ml以上の濃度において、電荷移動抵抗が大きくなり、酵母の増殖を抑えることが確かめられた。さらに酵母の増殖を電荷移動抵抗の増加、及び溶液抵抗の減少としてとらえることができた。

平成21(2009)、22(2010)年度は科学技術振興機構ニーズ即応型研究において、さらに深く交流インピーダンス測定法について検討し、酵母の増殖を電荷移動抵抗の増加、及び溶液抵抗の減少としてとらえることができた。この中で、電荷移動抵抗の増加は酵母の吸着性代謝物の増加により、そして、溶液抵抗の減少は酵母のイオン性の代謝物の増加によることが推定された。

また、酵母の増殖を正確にリアルタイムで測定するため、電極に白金を使うことでインピーダンスの安定化を図るとともに、酵母細胞活性測定システムとして、リアルタイムに酵母の増殖過程を計測する装置を開発した。

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

今後ますます動物実験ができなくなる傾向にあり、細胞を用いた薬評価方法は重要になってくると考えられる。細胞増殖の過程を交流インピーダンス法でとらえる本研究は、この薬の効能を迅速に評価するための強力なツールに成りうると考えられる。研究には企業も参画し装置も完成するに至っている。今後は、製薬業界も加わって、装置の実証試験、そして新薬開発に利用されることを期待するものである。

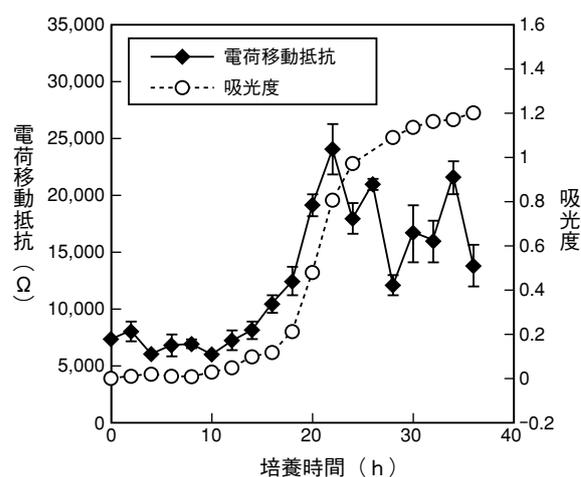


図7-27 酵母の増殖過程における電荷移動抵抗(R_{ct})の変化

この中で、電荷移動抵抗の増加は酵母の吸着性代謝物の増加により、そして、溶液抵抗の減少は酵母のイオン性の代謝物の増加によることが推定された。

8 環境・エネルギー分野

(1) 水素吸蔵合金を用いた水素の貯蔵法に関する研究（平成4～6年度）

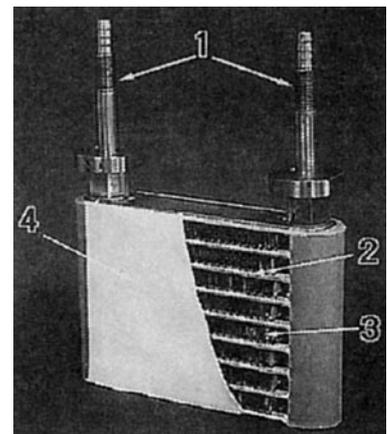
昭和48年(1973)に発生した第1次オイルショックを契機に、エネルギー問題と関連する環境問題の解決を目指して、日本においては、通商産業省（現経済産業省）とその外郭団体であるNEDOが主導となってサンシャイン計画（1974～1992）、ニューサンシャイン計画（1993～2000）と呼ばれる研究開発プロジェクトが進められた。これらの計画では、「ポスト化石燃料」が叫ばれる中、石炭の液化、地熱利用、太陽光発電、水素エネルギーの各技術開発に重点が置かれていた。

その中の一つである水素エネルギーの技術開発では、水素エネルギーとしての水素を可逆的に吸蔵や放出可能な水素吸蔵合金の開発が活発に行われた。それは、水素吸蔵合金は、液体水素・高圧水素ガスに比べ、安全で高密度な貯蔵が可能であることから、一時貯蔵・分散貯蔵に適した材料と考えられたからである。こうした背景のもと、平成4(1992)から6(1994)年度の3年間、水素吸蔵合金を用いた高性能な水素貯蔵容器の開発を目的として、富山県経営者協会 水素エネルギー利用技術研究会とともに共同開発を進めた。

1) 研究の内容及び成果

水素吸蔵合金は冷却すれば水素を吸蔵し、加熱すると水素を放出し、かつ吸蔵・放出速度が非常に速く、水素の貯蔵量が非常に大きいという特徴を有している。この優れた水素の吸放出特性を生かすには、水素吸蔵合金を効率よく加熱冷却できるシステムが必要になる。本研究では、プレートフィンタイプの熱交換器を水素吸蔵合金貯蔵用容器として活用することで、水素貯蔵容量 1.2Nm^3 の大型貯蔵容器の充填時間をわずか2分で完了することが可能となった（図8-1）。また、水素吸蔵合金は水素ガスの吸蔵・放出を繰り返すと微粉化し、見かけの体積が膨張し、容器の変形を起こすことが問題であったが、摩擦係数の小さな窒化ホウ素、炭化珪素、窒化珪素、アルミナなどの無機系粉末、フッ素樹脂などの有機系粉末を水素吸蔵合金に3～30%混合することによって合金用容器の変形を緩和できることを見出した。

また、水素の吸放出を利用した水素アクチュエータの試作も行い、10gの水素吸蔵合金で60kgfの付加を40mm持ち上げることに成功した（図8-2）。

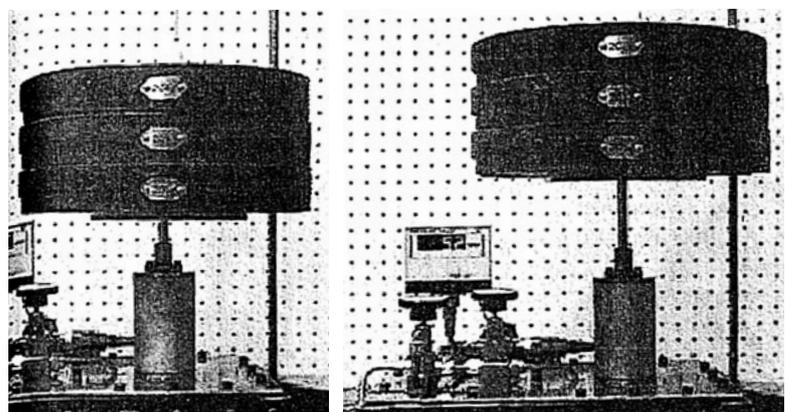


1：熱媒管 2：プレート状熱媒管
3：熱交換フィン 4：布フィルター

図8-1 開発されたプレートフィン型水素吸蔵合金貯蔵容器

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

この研究は、富山県経営者協会の水素エネルギー利用技術研究会を構成する6つの会社との共同研究を中心にして行われたものであり、県内における水素エネルギー利用に関する初の取り組みであった。県内業界等における水素吸蔵合金に関する取り組みは本研究で終了することになったが、以後、水素をエネルギー源とする燃料電池への研究へと発展することになる。



(a) 加熱前

(b) 加熱後

図8-2 水素吸蔵合金を使用したアクチュエータ

(2) 燃料電池の開発（平成13～15年度）

燃料電池の原理が発見されたのは今から200年あまりも前のことであり、長らく研究が途絶えていたが1960年代にアメリカの宇宙船ジェミニ5号に搭載されて以来、世界各国で研究開発が進められるようになった。国内においても、低いエネルギー自給率や化石燃料の枯渇など、将来へのさまざまな不安が高まりを見せてきた1980年代から、通産省の「ムーンライト計画」に燃料電池の開発が組み込まれ、燃料電池の研究開発が活発化した。昭和62年(1987)、カナダのバラード パワーシステム社が電解質膜にフッ素系樹脂を用いた固体高分子形燃料電池を開発し、この電解質膜の耐久性が優れていたことから、燃料電池が再び注目されるようになり、急激に研究開発が盛んになった。

平成11年(1999)には、米国で燃料電池自動車の実用化を目指した「カリフォルニア州燃料電池パートナーシップ」が結成され、日本では、日本ガス協会とメーカー各社が共同で家庭用燃料電池システムの研究を開始し、平成12年(2000)からはNEDOが「燃料電池普及基盤整備事業ミレニアムプロジェクト」を開始した。

県内企業においても、燃料電池への関心が高まり、工業技術センターにおいても若い研究者を育てる会と共同でダイレクトメタノール型燃料電池の開発に取り組むことになった。

1) 研究の内容及び成果

次世代自動車用電源、家庭用予備電源、また、携帯電話等の超小型電源として期待されるダイレクトメタノール小型燃料電池の開発を目的に、細孔充填電解質膜を用いた固体高分子電解質膜を試作し特性を評価した。細孔充填電解質膜とはナフィオン膜に代表されるパーフルオロスルホン酸膜の空隙をイオン導電性樹脂で満たした膜で、膜の機械強度を高めるとともに、燃料のメタノールによって膜の膨潤変形を抑えることが可能となる。この膜を用いることにより、出力が大幅に向上し10mol%メタノール水溶液を供給時で92mW/cm²の出力密度を得ることができた。

また、燃料ポンプや送気ファンなどを使わず、重力や自然対流のみで燃料や空気を供給する小型パッシブ型燃料電池(図8-3)の開発にも成功した。

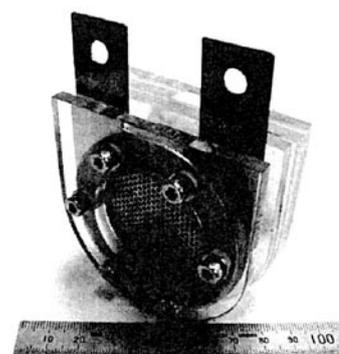


図8-3 試作したパッシブ型燃料電池セル

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

ダイレクトメタノール燃料電池は燃料改質器でメタノールから水素を作らず、メタノールを燃料極で直接反応させる。通常の水素を燃料とする燃料電池よりも電力・発電効率とも低いが、小型軽量のものが作れるという特徴を持つ。本研究では、細孔充填電解質膜を使用することにより高出力の燃料電池を作製することができたが、実用化にはさらに数倍の電力密度が必要と考えられた。本研究の後、企業との共同研究が継続され電解質膜の研究や、さらにこれらの原理を利用した電気化学的水素製造技術の開発へと繋がっていった。

(3) 繊維・高分子材料のリサイクルに関する研究（平成10～20年度）

当時、二酸化炭素による地球温暖化、フロンガスによるオゾン層破壊など地球規模での環境問題がクローズアップされ、さらにプラスチックに代表される高分子材料のリサイクルも世界の先進国の課題となっていた。古くからの材料である金属、紙、ガラスは、そのリサイクルシステムが社会の中に存在し、十分浸透していた。しかし、大量生産・大量消費の技術体系の中から生み出された高分子材料は、廃棄物のリサイクルシステムが十分に確立されないまま社会に急速に普及し、その廃棄物の急激な増大は、埋め立地不足問題となって表れた。また、高分子材料は石油など限りある資源から作られていることから、資源・エネルギーの観点からも大変重要な問題となっていた。

こうした中、日本では平成12年(2000)以降、循環型社会形成推進基本法をはじめ個別物品毎のリサイ

クル法など関連法が制定、施行され、資源をより有効利用するため、高分子材料を中心に廃棄物のリサイクルに加えリデュース、リユースという3Rへの取り組みが強化されるようになった。

高分子を材料とした製品は、原材料及び樹脂の種類、製品の形状、製品構成、使用用途が非常に多岐にわたっており、リユースができる製品は、PETボトルなどごくわずかに限られていた。そのため、リサイクル技術が最も重要な技術として位置づけられ、様々な方法が検討された。なかでも、高分子材料をプラスチック製品や化学工業原料の素材として再利用するマテリアルリサイクル、ケミカルリサイクルが広く研究されるようになっていた。

本センターでも繊維や高分子材料のリサイクルを目指し、平成10(1998)年度からマテリアルリサイクル可能な熱可塑性繊維強化複合材の開発研究に着手し、平成20(2008)年度まで長きにわたり、ポリエステル繊維やアクリル繊維といった繊維材料のケミカルリサイクルやマテリアルリサイクル技術の開発、繊維強化複合材のガラス繊維を再度リサイクルする技術の開発を実施した。

1) 研究の内容及び成果

①熱可塑性繊維強化複合材料に関する研究(平成10年度)

繊維強化複合材料(FRP)は軽量かつ高強度であるなどの優れた性能を有するが、FRPを構成する樹脂の多くは熱硬化性樹脂であることや、強化材とは異なる素材であるため再利用を困難にしている。そこで、マテリアルリサイクルが可能なFRPとして、マトリックス及び強化材ともに超高分子量ポリエチレンからなる単一素材コンポジットの開発を行った。デカリン等の溶媒共存下で高分子の融点が低下することを利用し、融点以下の温度でマトリックスと強化材を融着させたところ、強度低下の少ない熱可塑性FRPを作製できる可能性が示唆された(図8-4)。

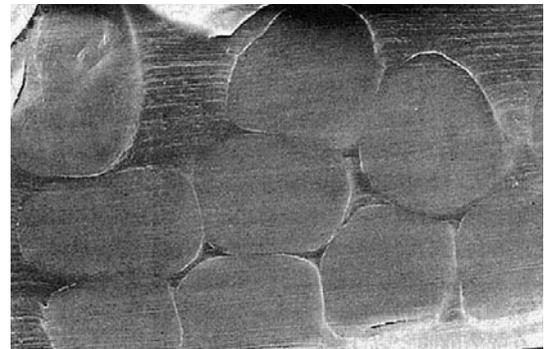


図8-4 高分子量ポリエチレンFRPの断面

②合成繊維のケミカルリサイクルに関する研究(平成11～17年度)

合成繊維の高温高圧水によるケミカルリサイクル法について検討した(平成11～14年度)。高温高圧水環境下ではアクリル繊維は触媒を使用しなくともニトリルを加水分解し、水溶性にすることが可能であることがわかった(図8-5)。また、アンモニア水を添加することにより自重の1,000倍以上の高い吸水率を示す高吸水性樹脂として回収することが可能となった。

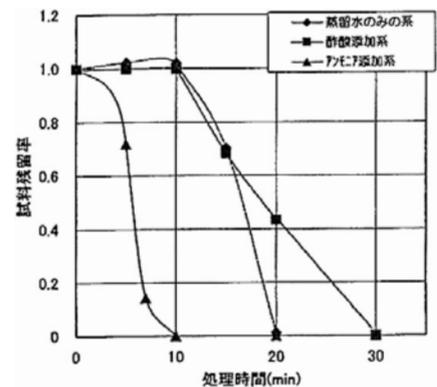


図8-5 アクリル繊維の分解

ポリエステル繊維については、高温高圧(150～250℃、蒸気圧～10MPa)の水またはエチレングリコール中でモノマーに分解することが可能であり、このモノマーを回収することがわかった。

平成15(2003)年度からは、水に代わり、メタノール中での加水分解反応であるメタノリシスについて検討した。ジメチルホルムアミドを混合することにより、ポリエステル繊維の分解反応を高速化できることを見出し、モノマーをジメチルテレフタレートとして回収することに成功した。平成16(2004)年度は、より温和な分解を目指して金属メトキシドを触媒としたメタノリシスを試み、触媒量等の適切な分解条件を見つけ出し、平成17(2005)年度は数種類の触媒を検討し、 K_2CO_3 を用いた場合に分解反応が促進され、より低温での処理が可能であることが分かった。ナイロン6の加水分解では、触媒として酢酸やクエン酸等の酸類、アンモニア、炭酸カリウム等のアルカリ類を用いて分解実験を行った。酸類を用いた場合は分解反応が起こったものの、商業的に利用されているリン酸の場合と比べ、それを上回ることができなかった。

③繊維廃棄物のマテリアルリサイクル(平成15～17年度)

繊維製造工程では、各工程で大量の繊維廃材が発生するが、中小工場においてはコストや人員の制限から、リサイクルに取り組みないでいるところが多い。そこで、中小工場から出る繊維廃材を、自社内だけ

で再利用する小規模なりサイクル方法について研究した。編織工場や縫製工場から発生する繊維廃材をサンプルローカード装置で開織し、ポリエチレンフィルムと熱融着方式で積層することにより擬似ペーパーや板材を作製することができた(図8-6)。また、真空成型により立体形状品も開発できた。

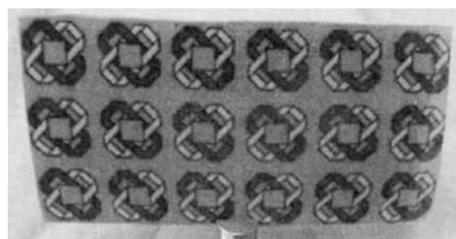


図8-6 繊維廃材から作製した板材

④FRP製品の粉碎・細分化による再原料化及び回収ガラス繊維のFRP補強材への利用技術(平成15～20年度)

環境負荷の低減、資源の有効利用を図るうえで、FRP製品の樹脂とガラス繊維の分離が大きな社会問題となっている。そこで平成15(2003)年度から不飽和PET系CFRPの粉碎物からPETを溶解することにより、ガラス繊維を回収する技術について検討した。高温高压下での処理は多く研究されているが、本研究では開放系(常圧下)での処理の可能性について調べたところ、アルカリ添加有機溶剤による不飽和PETの溶解、ポリスチレンなどの残留樹脂の有機溶媒による溶解、残留炭酸カルシウムの塩酸処理の三工程でガラス繊維を回収することができるようになった(図8-7)。

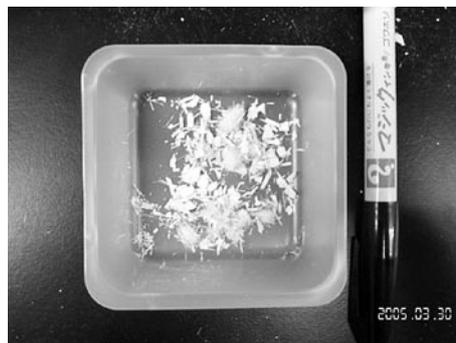


図8-7 FRPから回収されたガラス繊維

しかしながら強度不足のため増量材としての用途に限られたことから平成18(2006)年度からは回収したガラス繊維を再度FRPの強化材として利用する方法について検討した。強化材用途としては、強度アップのためガラスの繊維方向を極力揃えることが重要であり、表8-1に示すように水流法で実用化可能な強度を持つFRPを成形することができた。

表8-1 各種強化材料とFRP曲げ物性

材 料 名	曲げ強度(Mpa)	曲げ弾性率(Gpa)
サンプルローカード法		
(ターカイン255, シリンダ640)	92	2.0
(ターカイン400, シリンダ500)	70	1.8
水流法	141	2.2
バージン材(長繊維)	173	2.6
木材(建築資材用)	144	2.8
樹脂のみ	63	1.6

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

社会的に産業廃棄物処理が大きな問題となっており、その対応のためにいろいろな関連法規が矢継ぎ早に制定されていた。特に高分子材料は自然環境中では分解されないことから、第5章に記されているように、研究において自然界で分解する生分解性プラスチックの開発が世界中で活発に行われていた。当センターにおいても、産学官で生分解性プラスチックを使った製品の開発や分解性評価も実施されていた。しかしながら、分解されても製品として強度が足りない、成形性が悪いなどなかなか実用化までには至らず、既存の高分子材料・プラスチックのケミカルリサイクルへと研究が変わっていった。当然ながら、企業の意識も高く、企業との間でリサイクルガラス繊維から新たにFRPを製造する研究開発が実施されるなど、業界等に大きな波及効果があった。

(4) ポリマーバッテリーの開発

昭和50年代ごろから、携帯電話やノートパソコンなどの携帯情報機器の開発により、高容量かつ小型軽量の高性能二次電池の開発ニーズが高まり、従来のニッケル水素電池に代わる新しい二次電池の開発が求められていた。このような中、リチウムイオン電池が登場してきた。これは、従来の電池に比較して少なくとも2倍程度の電気エネルギーを蓄積することができ、また充放電も可逆的に行え、自己放電も小さ

いたためである。しかしながら、開発当初のリチウムイオン電池は金属リチウムを電極に使用しており、可逆性や反応性に問題があり、さらに発火事故も相次ぎ、なかなか実用化されたとは言い難いレベルであり、広く用いられることはなかった。昭和60年(1980)になり、正極に LiCoO_2 、負極に炭素材料を用いた新しいタイプのリチウムイオン電池が開発され、現在の電池の原型となったが、電気自動車の進展や電力貯蔵の社会的関心の高まりを受けて、大容量化や安全性の確保といった面でさらに大きな改善の余地が残されていた。

一方、高分子材料(ポリマー)を電池に応用することも長年考えられてきた。電池のバインダーやセパレータは高分子材料そのものであり、電池にはなくてはならないものとなっているが、電極材料や電解質材料としても検討されてきていた。リチウムイオン電池においても、事故時の反応が穏やかであることから、リチウムイオン伝導性のゲルポリマーを電解質として利用する研究が開始されていた。

当センターにおいても、平成3(1991)年度から高分子固体電解質の開発に着手し、エポキシ系固体電解質を開発するに至った。また、平成4(1992)年度からは固体電解質を用いたポリマーリチウムイオン電池の研究も開始し、数十W級の大型リチウム電池の開発に成功した。これらの研究成果をもとに平成8(1996)から10(1998)年度の3年間、通商産業省の地域産学官共同事業で「大容量ポリマーバッテリー及び電力貯蔵システムの開発と応用に関する研究」を実施することになった。この事業では、大容量のポリマーリチウムイオン電池の開発はもとより、太陽電池からの充電システム、交流・直流変換システムの開発も行い、実用化に関する技術開発では、国内でもトップレベルであったといっても過言ではない。また、応用面では石油代替エネルギー等技術改善費補助事業研究(平成11～12年度)で本電池を利用した電動車椅子の試作も行った。

民間企業との共同研究も盛んに行われ、大容量タイプのポリマーリチウムイオン電池が企業から販売された。

平成21(2009)年度からは、地球温暖化対策の社会的要求がさらに高まったことを受け、太陽電池で発電した電気をポリマーリチウムイオンバッテリーに効率よく蓄えるシステムの開発を進めた。

1) 研究の内容及び成果

①エポキシ系高分子固体電解質の開発(平成3～7年度)

ポリマーバッテリーの技術開発の中で最大の課題である導電性の高い高分子固体電解質の開発を行った。ポリエチレングリコール/Li反応生成物とジグリシジルエーテル-モノ-シアノエチル化グリセリンからなる高誘電率化特殊エポキシとの反応生成物に LiClO_4 を配合した固体電解質の開発を試みた。樹脂等の改良により LiClO_4 を35%まで添加が可能となり、導電性も $8 \times 10^2 \Omega \cdot \text{cm}$ と大きな値を得ることができた。また、高分子固体電解質は大気中での吸湿が問題となるため、窒素雰囲気中で製造するなどの特殊な装置が必要であるが、高分子固体電解質の防湿とイオン電導性の改善を目的としてPVDF系フッ素ゴムを配合したところ、防湿とイオン電導性に改善が見られた。

②ポリマーバッテリーの開発(平成4～7年度)

高分子固体電解質の開発を進める一方、開発した固体電解質を使用してポリマーバッテリーの開発も並行して進めた。正極には LiCoO_2 セラミック粉末を誘電率が大きく密着性の良いシアノエポキシ樹脂に分散した複合膜電極、負極にはカーボン複合膜、電解質にはエポキシゲル系固体電解質を組み合わせた電池は到達電圧3.4V、放電電流密度 0.55mA/cm^2 が得られた。また、大型のバッテリーを作製するためにドクターブレード法による複合膜正極の作製についても検討した。 LiCoO_2 セラミック粉末は粒径 $2 \mu\text{m}$ 程度のものが最も小さい抵抗を示し、シアノエポキシ樹脂の脂含有量が5%で 7mA/cm^2 が得られた。正極については、バインダーをシアノエポキシ、特殊エポキシ、エンピ系ポリマーを適当な比率で用いることにより、集電体との密着性も高まった。また、充電電圧、放電電流密度を大きく保ちながら、一週間経っても2.5V程度を維持することができ、吸湿を防ぐように注意しながら組み立てることによりさらに3.4Vまで維持できるようになった。この手法を使い $10 \text{cm} \times 5 \text{m}$ のアルミ箔や銅箔に電極を形成させセパレータで巻き取ることで、数十W級の大型リチウム電池を試作することができた。

③大容量ポリマーバッテリー及び電力貯蔵システムの開発と応用に関する研究(平成8～10年度 地域産学官共同事業)

平成7(1995)年度までのポリマーバッテリーの研究成果をもとに、平成8(1996)から10年(1998)まで「大容量ポリマーバッテリー及び電力貯蔵システムの開発と応用に関する研究」というテーマで大容量の液体、高分子固体電解質系リチウムイオン2次電池の開発とこれを利用するための充放電システムの開発を行った。平成8年度の中核技術開発では、150Wh/kgの電池の開発を目標に正極にマンガン酸リチウムを、負極にエポキシバインダを使用した炭素負極を、そして液体電解質を使用することで135Wh/kgの電池の開発に成功した。応用技術開発では、この開発した電池の特性評価とそれを用いた充電システム及び太陽電池に対応した交流・直流交換システム(インバータ)等を設計開発した。

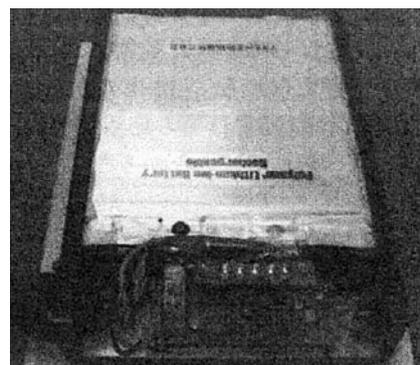


図8-8 開発されたポリマーバッテリー

平成9(1997)年度の中核技術開発では、マンガン酸リチウムを用いた正極材料の大量合成法を確立し45Wh/kgの電池を試作した。応用技術開発では、この電池の充放電特性の評価と、それを用いた充電システム及びシリコン太陽電池と組み合わせた交流・直流交換システム等を設計開発した。また、応用モデルの例に電動車椅子への活用を実験している。

平成10(1998)年度は正極電極材料としてポリアニリンを検討したところ、導電率が $4.9 \times 10^{-2} \text{S/cm}$ 、エネルギー密度が125Wh/kgのものが得られた。また真性ポリマー型固体電解質の開発を行ったところ、フタロシアニン系ではリチウムイオン電導性が $10^{-3} \sim 10^{-5} \text{S/cm}$ 、胆汁酸金属塩系では $4.9 \times 10^{-2} \text{S/cm}$ であり、良好な結果を得ることができた。また、ゲル化高分子固体電解質を用いた電池の性能について検討したところ、充電電流容量が40Ah、放流電流容量が34Ahと液体電解質に匹敵する特性が得られた。

④福祉機器用ポリマーバッテリーの開発(平成11年度 石油代替エネルギー等技術改善費補助事業研究)

平成11(1999)年度は電動車椅子等の福祉関連機器に用いる大容量かつ高性能のポリマーバッテリーの開発を目指し、高いリチウムイオン電導性を持つゲル化高分子固体電解質を新規に開発し、大容量のポリマーバッテリーを試作した。その結果、充放電試験電流が5Aにおいて、放電容量が41Ah、150Wh/kgの電池が得られ、電動車椅子を数時間駆動させることに成功した。

⑤太陽光利用大容量ポリマー電池システム開発事業(平成21～22年度 県地域温暖化対策主要事業)

当センターで開発したフラット型大容量ポリマーリチウムイオンバッテリーと太陽電池モジュールを組み合わせた電池システムの開発を行い、LED小型蛍光灯を組み合わせて小型ソーラー防犯灯を試作した。その回路図を図8-9に示す。太陽光パネルが43W、ポリマーリチウムイオンバッテリーが

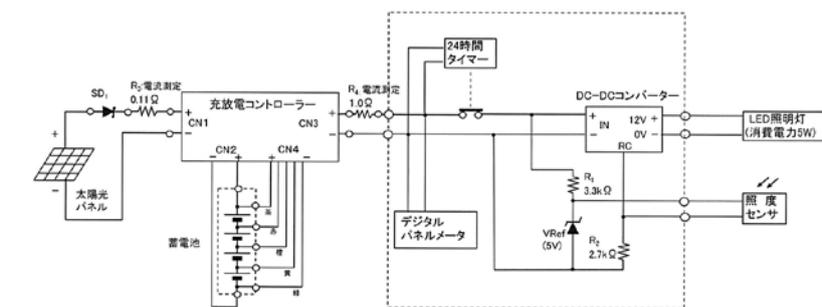


図8-9 ソーラー型LED照明灯回路図

80Ah、LED蛍光灯の消費電力が5Wの場合、夜間の照明時間を午後5時から午後10時30分までの5時間30分に設定したところ、2月から3月の2カ月間、設定どおりの夜間照明を行うことができた。

図8-10には、実証実験結果の一部を示す。リチウムイオンバッテリー電圧が常に14V以上を保っており、照明時間に余裕があり、実用化の可能性が示された。

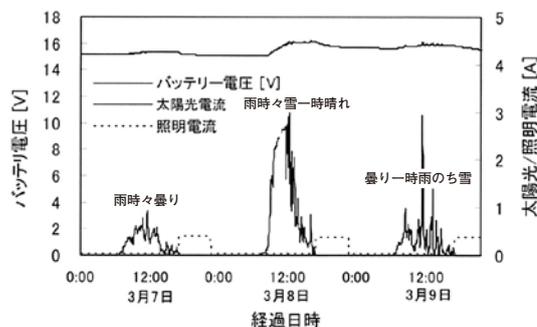


図8-10 実証試験時の各種モニター値

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

リチウムイオン電池の開発は、まさに時代の先端を行く研究開発で電機メーカーや材料メーカーがしのぎを削って競争を行っていた。当センターにおいても早くから研究を進める一方、県内企業とも一緒になって数多くの開発を行ってきた。その結果、当時では最大容量であるポリマーリチウムイオン電池を開発し、企業が市販までこぎ着けるに至ったのは大変大きな成果であったと言える。

また、これらの研究は、以後、燃料電池の開発や色素増感太陽電池の開発へと引き継がれていくことになるが、業界との結び付きもそのまま継続され、新たな技術開発の大きな礎となった。

(5) 色素増感太陽電池の開発

色素増感太陽電池(DSC)は、光エネルギーを電気エネルギーに変換する太陽電池の一種で、原理的には酸化亜鉛などの金属酸化物に光があたると起電力が得られる湿式太陽電池として知られていた。

平成3年(1991)にスイスのGraetzelが、二酸化チタンに色素を吸着させることで飛躍的に起電力が増加することを発見し、実用的な低コスト太陽電池として注目を浴び、以後DSCの基本構造となっている。

起電効率はシリコン太陽電池に比較すると1/10程度で劣るが、構造が極めて簡単で、1/5程度の低コストで生産できると言われており、また、プラスチックシートを材料とすることで、フレキシブルなセルを製造することができ、透明電極を使用することにより、色素の選択で多彩な色を見せることも可能である。これらのことから、DSCは将来の低コスト太陽電池として有望視されている。

現在の課題は、高効率化と長寿命化である。セル内に有機溶媒系の電解液で満たしているため、液の蒸発による性能低下が問題であり、また、安全性の面から見ても液漏れの不安を解消する必要がある。そのために、電解液の固体化などの技術開発も進められている。

当センターにおいても、次世代のエネルギー供給デバイスの最有力候補として、DSCの開発に着手している。平成10年(1998)からは色素であるルテニウム錯体の合成研究を実施し、平成15年(2003)からは光触媒として開発していた大面積酸化チタン膜の製造技術を活用して、フレキシブルな大面積色素増感太陽電池の開発に着手した。平成21年(2009)からは色素増感太陽電池の低コスト化を目指して、電極をスクリーン印刷で作製する方法、平成23年(2011)からは、従来からの大きな課題であった固体電解質の開発を実施することになった。

1) 研究の内容及び成果

①有機系色素増感剤の合成研究(平成10～12年度)

酸化チタンと有機色素を組み合わせた色素増感太陽電池は、シリコン太陽電池に比べ安価に製造できる可能性がある。最も高い光電変換効率を与える色素としてルテニウム錯体があるが、安価に合成する目的で、ルテニウム錯体の配位子である4,4'-ジカルボキシ-2,2'-ビピリジンに触媒酸化で合成する方法を開発した。また、安価な色素の他の候補としてポルフィリン類を選び、その色素増感太陽電池用色素としての評価を行ったところ、テトラキス(4-カルボキシフェニル)ポルフィリン(TCPP2)の銅、亜鉛及びルテニウム錯体が良好な光電変換効率を示した。

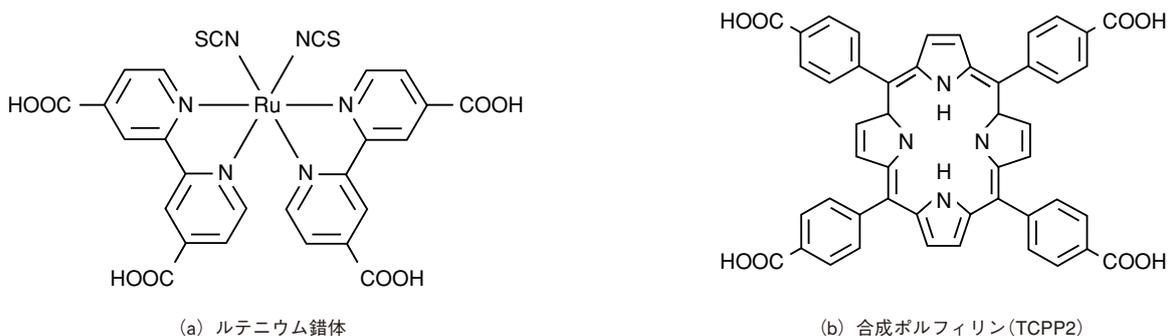


図8-11 色素増感太陽電池に使用される色素

②大面積色素増感太陽電池の開発（平成15～17年度）

従来のシリコン系太陽電池に比べ、カラフルでフレキシブルな形状として利用できる色素増感太陽電池の大型化、フィルム化を目的に、プラスチック基板上に反応性スパッタリング法により酸化チタン電極の形成を試みた。その結果、基板温度上昇が100℃以下でプラスチック基板に適用可能であることがわかった。基板にPETフィルムを用い、100mm□の大面積酸化チタン電極を成膜し、この電極にルテニウム色素を吸着させることによってフレキシブル性を持った大面積色素増感太陽電池を開発した（図8-12）。



図8-12 フレキシブル性色素増感太陽電池

③スクリーン印刷法による色素増感太陽電池の開発（平成22年度：大学連携先端研究推進事業）

製造方法が簡単で低コストが可能な色素増感太陽電池の開発を目的に、白金が使用されている対向電極をカーボン材料で、しかもスクリーン印刷法という簡単な方法で製造する技術について検討した。

電極の作製は、活性炭素や活性炭素にカーボンファイバーやカーボンブラックを混合したものに樹脂と有機溶媒を加えてペースト状にし、そのペーストを金属基板にスクリーン印刷して180℃で硬化させて行った。

表8-2に各種材料で作製された対向電極材料を用いたときのDSCの表面抵抗率と変換効率を示した。電極に使用するカーボン材料の中では活性炭素にカーボンファイバーを混合した場合が、カーボンブラックを混合した場合より、抵抗率が小さくなり変換効率も高くなることが確認された。このときの変換効率は6.1%で白金の場合の9割程度とすることができた。なお、本研究は富山県立大学、富山大学と共同で実施された。

表8-2 各種対向電極材料で作製されたDSCの表面抵抗率と変換効率

対向電極材料	白金	活性炭素 (カーボンファイバー) 10%含有	活性炭素 (カーボンブラック) 10%含有	活性炭素
抵抗率(Ωcm)	1×10 ⁻⁵	17	42	74
変換効率(%)	6.5	6.1	5.3	3.2

④固体電解質を使用した色素増感太陽電池の開発（平成23年度：科学技術振興機構 A-STEP等）

色素増感太陽電池の課題の一つとして電解質の固体化がある。これは、通常、有機溶媒といった液体の電解質を使うため、電解質の揮発による特性劣化が生じやすいためである。そこで、本研究では電解質の固体化を目的に、アセトニトリル-I₂-LiI系の液体電解質にポリフッ化ビニリデンを加えてゲル状にしたもの、粘土を加えたもの、イオン性液体を加えたものを作製し、それらを使用したときの電池特性を評価した。

表8-3に示すように、ポリフッ化ビニリデンを添加して作製したゲル状電解質の場合は、変換効率は6.4%でアセトニトリル標準電解質と同程度の変換効率を得ることができた。さらに、このゲル電解質に直径70nmの酸化亜鉛粉末を加えてチキソ性を改善したものは、変換効率を低下させることもなく、解放電圧を0.81Vに高める結果となった（表8-4）。

表8-3 各種電解質材料のI-V特性

電解質	アセトニトリル 標準電解液	ゲル電解質	粘度電解質	イオン性液体
変換効率(%)	6.7	6.4	4.4	3.5
短絡電流(mA)	13.4	13.0	9.2	9.8
解放電圧(V)	0.76	0.76	0.78	0.63
フィルファクター	0.66	0.65	0.61	0.57

表8-4 酸化物を添加した電解質材料とI-V特性

電解質	擬固体型ゲル電解質				
	なし	ZnO (70)	ZnO (20)	SiO ₂ (15)	TiO ₂ (25)
酸化物粉末 (粒径nm)	なし	ZnO (70)	ZnO (20)	SiO ₂ (15)	TiO ₂ (25)
変換効率(%)	6.4	6.4	6.7	5.9	5.4
短絡電流(mA)	13.0	12.6	8.6	12.7	12.6
解放電圧(V)	0.76	0.81	0.81	0.75	0.75
フィルファクター	0.65	0.63	0.67	0.62	0.57

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

色素増感太陽電池の研究を開始したところから、若い研究者を育てる会のプラスチック企業と大面積色素増感太陽電池について共同研究を実施し、ポリエステル基板からなるフレキシブルな色素増感太陽電池を開発した。また、低コストなスクリーン印刷法を活用した色素増感太陽電池についても、県内電気機器関連企業と共同研究を行っている。また、色素の製造についても、県内化学企業が関心を示し効率的な製造技術について検討を開始するに至っている。現在普及しているシリコン太陽電池はシリコン結晶の製造に大がかりな製造設備を必要とし、電池を生産販売出来るメーカーは限られたものになっている。しかし色素増感太陽電池は既存の太陽電池と比較して、安価で誰もが製造可能であり、その大きな市場からも、技術的イニシアチブをとる必要がある分野といえる。そういう意味でも、業界に関心を持たせ早期に研究開発に取り組ませたということで、社会的波及効果は大きかったと言える。

(6) 微生物を利用した環境有害物質の除去システムに関する研究（平成11～19年度）

バイオレメディエーションとは、バイオテクノロジーを用いた環境修復技術であり、微生物の機能を利用して化学物質を分解・無害化することと定義され、土壌中の生態系が本来有している浄化能力を人為的に強化する方法である。主に、米国において応用実績が多く、我が国においては着手されたばかりで研究段階にあった。バイオレメディエーションは環境修復において多大なエネルギーを必要とせず、また、2次汚染の心配もないことから非常に経済的な環境修復技術といえる。

自然界においては、木材腐朽菌が木材中に存在する難分解性の多芳香族のリグニンを分解することは古くから知られており、その分解作用の解明とそれを環境有害物質へ適用できるかどうかに関心が高まっていた。そのような背景の下、工業技術センターにおいても、いくつかの木材腐朽菌を利用して、環境有害物質である芳香族系の有機化合物やプラスチック等の高分子化合物を分解する研究開発が進められていった。

1) 研究の内容及び成果

①微生物を利用した環境有害物質の除去システムに関する研究（平成11～15年度）

木材腐朽菌である白色腐朽菌は菌体外に分解システムを産生し、毒性の強い物質に対しても感受性が低く生存が可能である。特に外国産の*Phanerochaete chrysosporium*は、優れた分解能力を有しているとされており、本研究ではこの菌を使い、環境や人体に非常に有害であるベンゼンやトルエンなどの芳香族化合物の分解を試みた。その結果、いずれも分解することが可能で、トルエンの場合、10日間で90%分解除去できた。しかし、この菌は国内で使用する場合、植物防疫法により規制を受けるため、国内の白色腐朽菌による分解研究を進めた。その結果、国内白色腐朽菌でも環境ホルモンのビスフェノールAなどを分解することが確かめられ、さらに、高分子材料の分解の可能性について検討した。セルロースを原料とする綿、レーヨンはかなり分解が進んだが、合成樹脂系では、アクリル、ナイロンについては強度低下があり、劣化していることが認められたが、ポリエステルやポリカーボンについては分解は認められなかった（図8-13）。

平成15(2003)年度は、白色腐朽菌の菌体外酵素であるラッカーゼとラッカーゼの作用を媒介する物質(メディエータ)の共役反応により、ビスフェノールAやジグリシジルエーテルの分解及び微生物分解を受けにくいポリアクリル酸やポリエチレングリコールなどの水溶性高分子の分解を試みた。その結果、適当なメディエータを用いることによって、これらを分解することができた。

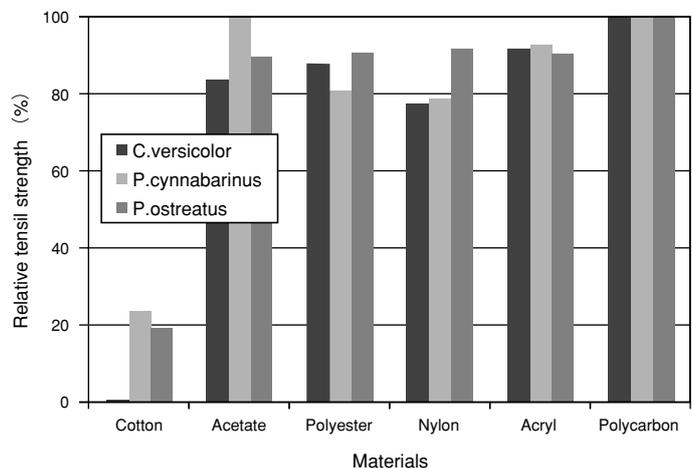


図8-13 白色腐朽菌による高分子の劣化

②セルロース系廃材を用いた環境汚染物質の生物学的分解（平成19年度）

セルロースを餌とする褐色腐朽菌はセルロースの分解の際に、セルロースデビドロゲナーゼという酵素を分泌する。この酵素は有機物を強力に分解するフェントン反応を引き起こす（図8-14）。そこで、褐色腐朽菌を用い、セルロースを餌に難分解性のアゾ染料であるアマランスの分解性を調べたところ、フェントン反応の発生に必要な塩化第二鉄を添加する条件でアマランスを分解することができた（図8-15）。これで廃棄物として問題となっている綿繊維、古紙、廃パルプなどの廃材を褐色腐朽菌で分解処理すると同時に、フェントン反応で有機塩素化合物などの環境有害物質も分解できることがわかった。

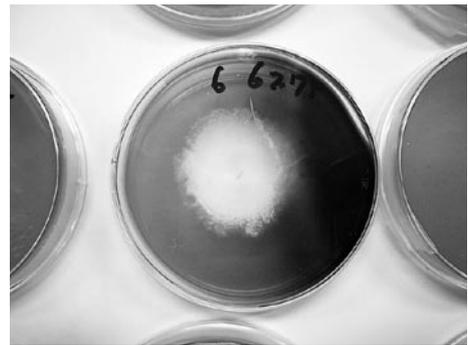


図8-15 褐色腐朽菌による有機塩素化合物の分解（白い部分が分解されている）

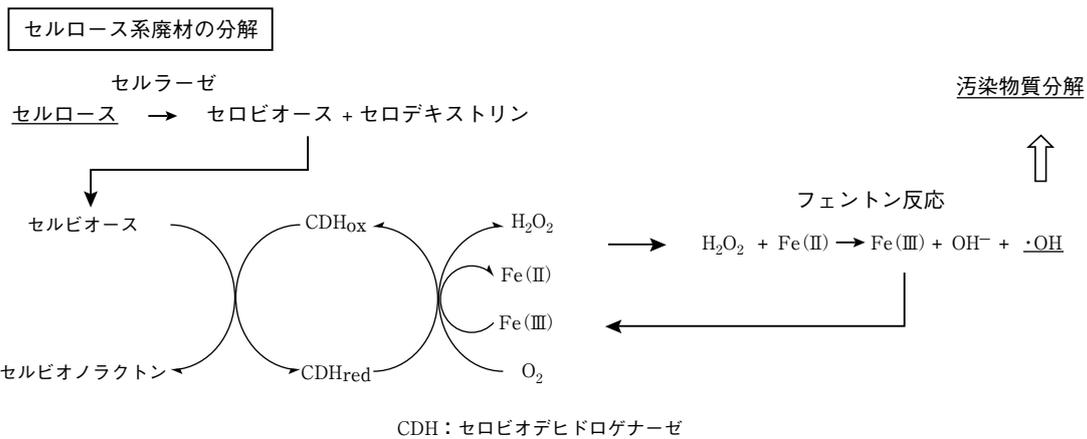


図8-14 褐色腐朽菌の汚染物質分解機構

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

当時、二酸化炭素による地球温暖化、フロンガスによるオゾン層破壊、酸性雨など地球規模での環境問題がクローズアップされており、大量に廃棄されるプラスチックの処理法も大問題になっていた。これら一連の研究は、自然界の有害な物質やプラスチック・繊維などの高分子材料を微生物という自然の力を利用して分解するという地球に優しい環境修復技術の研究であった。このような微生物によるバイオレメディエーション研究は平成9年(1997)に島根県隠岐島沖の日本海で起きたナホトカ号重油流出事故後、重油汚染を修復する方法として特に注目を集め、国内外で研究が盛んになり、県内においても専門業者が起業するにいたった。実際には微生物の環境修復は時間がかかり過ぎることから、爆発的には普及するには至らなかったが、修復する環境や条件に応じて必要な技術として利用されている。

(7) プラスチック環境調和型利用技術の開発研究（技術開発研究 平成11～14年度）

世界でも日本でも、最も早くから工業化された歴史を持っている塩化ビニル樹脂（PVC）は、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレンとともに4大汎用プラスチックの一つであり、建材、家電・自動車部材、電線、農業資材など大変大量に使用されている。PVCは分子中に塩素を含有しているため、難燃性、耐久性、耐油・耐薬品性に優れるという特長を持っているが、成形加工時の熱により分子が分解して塩酸が発生する。そのため、再生時にはこの塩酸に対処するため、PVC用の装置・技術が必要であり、リサイクルが遅れていた。また、廃棄物の焼却処分時にはダイオキシンなどの有害な有機塩素化合物が発生することが指摘されたこと、さらに可塑剤として大量に使用されていたジオクチルフタレート（DOP）が環境ホルモンとして働き、生物に有害であると報告されたこともあり、PVCの使用の中止も叫ばれるようになっていた。

しかし、PVCは材料特性や経済性にすぐれていることから、県内プラスチック成形企業などで工業部品、

日用雑貨、園芸用品、建材などに多く使用されておりリサイクルに関する技術開発は急務であった。そこで、平成11(1999)年度からの技術開発研究では、PVCのリサイクル技術の確立とPVCの環境に対する負荷の低減を図る目的で、県内企業から発生するホースや網戸の網の廃棄物から再成形品を製造する実験を行うとともに、有害なDOPに代わり、生分解性プラスチックが可塑剤として利用できるか検討を行った。また、成形加工時や焼却時の塩素発生を抑える目的で、炭酸カルシウムを添加する手法があるが、この炭酸カルシウム源として、カキやホタテの貝殻を利用するといった中小企業向け手法の確立を行った。

1) 研究の内容及び成果

平成11(1999)年度は、プラスチック成形工程で発生するPVC廃棄物のリサイクル化を目指し、樹脂製網切断片とホース切断片の直接射出成形とペレット化射出成形を行った。成形品は熱履歴や廃棄物中に含まれる綿糸やポリエステル系の形状や分散状態によって物性が変化したものの、十分に性能が保持されており、特に切断片の直接射出成形はリサイクル手法として有用であることがわかった。

平成12(2000)年度は、環境ホルモンと考えられている可塑剤DOPを使用せず、新たに生分解性プラスチックを可塑剤として利用する研究を行った。生分解性プラスチックは分子中にエステル基などの極性基を有し、DOPと類似した構造を持っている。PVCと数種類の生分解性プラスチックを配合し、混練性、弾性率や引っ張り強度等の機械的物性を調べたところDOPとほぼ同様の性能を示すものがあり、生分解性プラスチックの可塑剤としての適用が可能であることが確かめられた。

平成13(2001)年度は、塩素含有化合物の発生を抑える目的で、カキ貝やホタテ貝の貝殻の複合化によるリサイクル材の開発を行った。貝殻の加熱処理及び粉碎条件とPVC複合化成形品の物性及び脱塩酸能力の関係について検討したところ、貝殻を配合することによって高強度になるとともに、熱分解温度が高くなり、かつ、炭酸カルシウムと同様の脱塩酸能力を持つことが明らかになった。

平成14(2002)年度は木粉とPVCの複合材料の開発を射出成形、押出成形技術を用いて行った。射出成形による複合材料の開発では、PVCと各種木粉を配合して試料を作製し、試料の木粉配合量、その種類と試験片強度の関係を求めた。押出成形による開発ではPVC/中質繊維板配合樹脂を用いた複合材料押出材を作製し、その物性を計測した。また、押出材料を用いたディスプレイ台等の試作を行った。

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

これらの研究成果は、県内企業と共同で設立した各種研究会において発表し、企業に対し得られた情報の提供と技術支援を行うことができた。廃プラスチックについては、県内企業と共同で多くの研究開発を実施し、複数の特許出願を行うとともに、「人工砕石」、「透水性舗装材」に関しては、県内企業で実用化が行われ、透水性舗装材料については、その後も吸音性を向上させたり、保水性と透水性を兼ね備えたヒートアイランド対策舗装への応用研究が実施された。

木粉とプラスチックの複合化については、センターで実施するバトンゾーン研究会の高分子・複合材応用研究会で産学官の研究会活動が実施されるに至った。このような取り組みの中から、間伐材や貝殻を利用した高機能木質プラスチックが産学官で開発され、量産化に向けた取り組みが始まった。

(8) 容器包装アルミ系廃棄物における新グリーンエネルギー利用の技術開発(平成20年度)

水素エネルギーは、使用時に二酸化炭素が発生しないため環境負荷が小さいエネルギーとして期待されている。燃料電池は水素と酸素が反応し、水ができるときのエネルギーを電気に変える仕組みであり、燃料として水素が必需品である。

しかし、水素を製造する際に多量のエネルギーを必要とすることや貯蔵時の安全性の確保等が課題となっている。一方、社会的に多量に排出される廃棄物をいかに減少させるかも大きな課題である。アルミニウムは、水酸化ナトリウムと反応すると水素を発生することから、埋め立て処理しかできないジュースや牛乳等のアルミ付包装容器に着目し、そのアルミを水素源として取り出す研究を産学官共同で開始した。こうすることにより、エネルギーの確保と廃棄物の減少が両立できる。本研究は、容器から紙層を回収し

た後の残渣を乾留してアルミを取り出し、さらにアルミを水素源として燃料電池によりエネルギーを得る技術を組み合わせるシステムを構築することを目的とし、このために必要な乾留技術の確立、カートリッジ式水素発生装置の設計について検討した。

1) 研究の内容及び成果

アルミ箔を積層した包装材は、紙層を回収してもアルミ箔にポリエチレン等の接着剤が付着しており、廃棄物として埋め立て処理するしかなかった。本研究では、紙層を回収したアルミニウムを最適な条件で乾留することにより、ポリエチレン等が十分に熱分解しても、アルミニウムが酸化しないことを突き止め、高純度のアルミニウムを回収することが可能となった。このアルミニウムと水酸化ナトリウムを反応させて発生する水素はアンモニア等の不純物が少なく、燃料電池に利用しやすいことが分かった。また、この原理を利用し、原料であるアルミニウムと水酸化ナトリウムの補充がしやすいカートリッジ型水素発生装置を開発した(図8-16)。

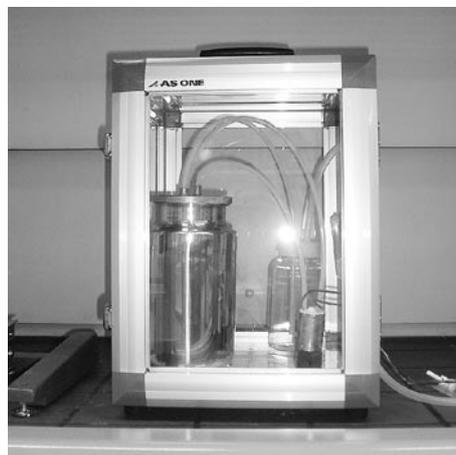


図8-16 開発したカートリッジ型水素発

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

平成21(2009)年度には、共同研究を実施した機関が中心となり「北陸グリーンエネルギー研究会」が発足した。本研究会は、北陸3県(富山、石川、福井)の産・官・学・市民社会が連携し、北陸が蓄積してきたものづくりのノウハウを活用し、「新エネルギー技術の開発、実証、実現」を目的に設立された。本研究会では、本研究成果を踏まえ、アルミ系ごみを使って水素を発生させる装置の開発を進めたところ、環境省の平成21から23(2011)年度地球温暖化対策技術開発事業「アルミ系廃棄物からのアルミ高効率回収技術と、北陸地方に適した水素エネルギー利用システムの開発」の採択を受けるにいたった。本装置を載せた燃料電池車の走行デモンストレーションを行っており、本物の軽トラックを走らせることにも成功している。また、アルミ付きパックを回収するシステム作りの実証試験も環境省「平成21年度 地域における容器包装廃棄物3R推進モデル事業」(受託者:北陸グリーンエネルギー研究会)に採択された。本事業では北陸地域の住民・行政・パートナー企業の協力を得て、従来はリサイクルが困難と思われてきたアルミニウム付き紙パックを回収して製紙工場でパルプとアルミニウム付き残渣に分離し、それぞれのリサイクルを行った。このように、北陸地域におけるグリーンエネルギーの開発・普及に大いに貢献してきている。

9 健康福祉・スポーツ分野

(1) 高齢者支援機器の開発

我が国の人口構造の高齢化は極めて急速に進んでおり、平成6年(1994)には65歳以上の高齢者人口が14%を超え、いわゆる「高齢社会」に入った。特に富山県は、全国平均より高い水準で高齢化が進んでおり、さらに高齢者の単身世帯も増加を続けていた。

こうした情勢のもと、平成4年(1992)から産学官の関係者による富山県ライフサポート技術研究会を発足させ、高齢社会に備えた福祉関連機器開発のあり方を検討するなかで、老人福祉施設数の不足から自宅での生活機会の増大とその支援が課題として浮び上ってきた。そこで、平成7(1995)から9(1997)年度にかけ、産学官共同研究プロジェクト事業「屋内における高齢者移動支援システムの開発」を実施し、在宅高齢者の生活を支援する機器の開発に取り組んだ。

また、平成8年(1996)3月に、社会福祉法人高岡市事業団高岡市ふれあい福祉センター内に、住環境と介護機器の両面から少子高齢社会にふさわしい在宅介護を考える研究の場として「ウェルフェアテクノハウス高岡」が設置された。これにあわせて、産学官の関係者、理学療法士、作業療法士、保健所や福祉施設関係者による「富山ウェルフェアテクノハウス研究会」が組織され、介護機器や福祉機器の評価や開発、関連技術の調査研究が進められた。さらに、富山県ではこの研究会の活動を支援する立場から、ウェルフェアテクノハウス研究推進事業を予算化し、富山県工業技術センターが中心となり関連技術の研究開発に取り組んだ。

1) 研究の内容及び成果

① 屋内における高齢者移動支援システムの開発（産学官共同研究プロジェクト事業：平成7～9年度）

本プロジェクトでは、企業、大学、公設試験研究機関等が保有する技術を基礎として、日本の家屋事情と高齢者の運動機能の程度に応じた最適な移動支援システムの開発を進めた。具体的には、富山県立大学が中心となって実施した「屋内用電動車椅子の開発」と、富山県工業技術センターが中心となって実施した「高齢者安否確認システムの開発」の2課題で構成されている。

屋内用電動車椅子の開発では、良好な小旋回性と段差越え能力を持ち、畳等の柔らかい面でも走行可能な屋内用電動車椅子として、中輪駆動型6輪方式と4輪駆動4輪操舵方式の二つの方式を提案し、試作機を完成させた。

中輪駆動型6輪方式電動車椅子（開発機関：富山県立大学・富山軽金属工業(株)）は、図9-1に示すように、4輪のキャスター椅子の中心に2輪の走行駆動部を配置した構造をもつ。各部は分解連結が可能で、走行駆動部を取り外した場合、キャスター椅子単体での使用も可能となっている。走行駆動部の2輪は、独立のモーターでプッシュプル駆動され、キャスター椅子の支柱を中心に回転させることで、操縦者の向きを変えずに横移動が可能となった。この方式による障害物回避の方法を、図9-2に示す。



図9-1 中輪駆動型6輪方式電動車椅子

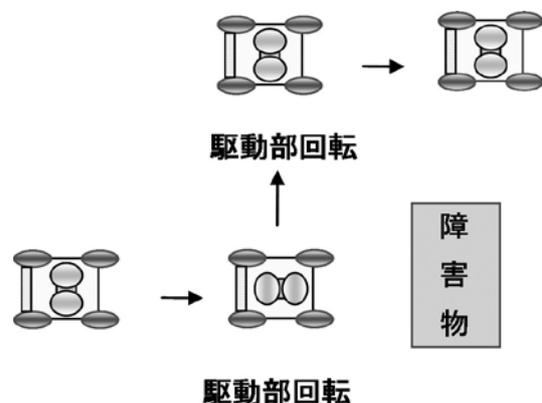


図9-2 中輪駆動型6輪方式による障害物回避

4輪駆動4輪操舵方式電動車椅子（開発機関：(株)スギノマシン）は、駆動用モータの動力をタイミングベルトで伝達し、4輪が同期して回転する。また、ステアリング用モータの動力も、別系統のタイミングベルトで伝達され、4輪の操舵を行う。座椅子の向きは、車椅子の旋回に合わせて回転する構造に設計されており、車椅子の進行方向と操縦者の身体正面が常に一致する。図9-3に試作機を、また、この方式による障害物回避の方法を図9-4に示す。4輪駆動による段差越え能力の向上と4輪操舵による小旋回性の向上、加えて操縦時に体が常に進行方向に向き、搭乗者の安全性の向上が図られた。



図9-3 4輪駆動4輪操舵方式電動車椅子

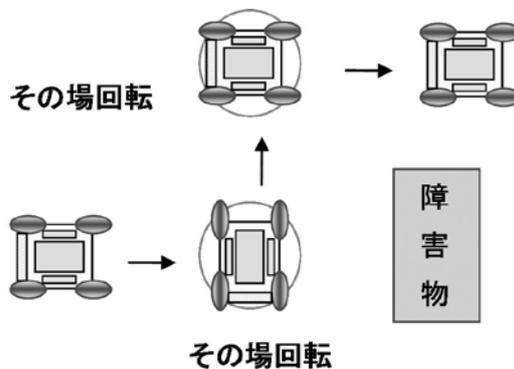


図9-4 4輪駆動4輪操舵方式による障害物回避

高齢者安否確認システムの開発（開発機関：富山県工業技術センター・立山科学工業(株)・(株)立山システム研究所）では、高齢者宅に設置した簡単なセンサとそのデータ処理により、遠隔地から高齢者の状況を知ることができるシステムの原型（プロトタイプモデル）を完成させた。開発システムは、異常が起きたとき緊急呼び出しを行う従来の緊急通報装置とは異なり、センサの反応状況をもとに一人暮らし高齢者の日常の生活状況と健康状態を推定するもので、遠隔地の家族は電話でその内容を知ることができる。さらに、高齢者には特別な器具やセンサを所持させず、画像データも扱わないことにより、精神的な負担を軽減するとともに、従来のカメラで監視するシステムで問題とされたプライバシーの尊重にも配慮したものとなっている。

図9-5に、高齢者安否確認システムの基本構成を示す。高齢者宅には、集中制御ユニットとセンサユニットが設置される。センサユニットは、住宅の規模と機能レベルによって、必要な数だけ設置され、接続センサは、焦電センサ、照明センサ、近接センサ、電流センサ、温度センサ、開閉センサから選択する。集中制御ユニットは、接続センサの設定、データ収集、高齢者の所在や状態の解析とその応答を行う。図9-6に試作した集中制御ユニットを、図9-7にセンサユニットの概要を示す。高齢者の所在確認について、良好な推定結果が得られた。

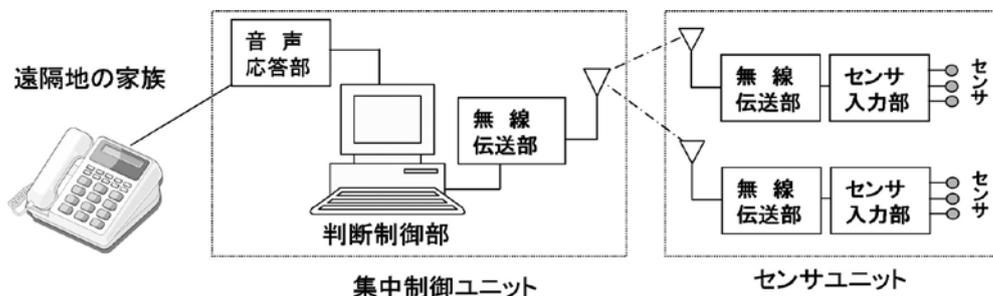


図9-5 高齢者安否確認システム概念図

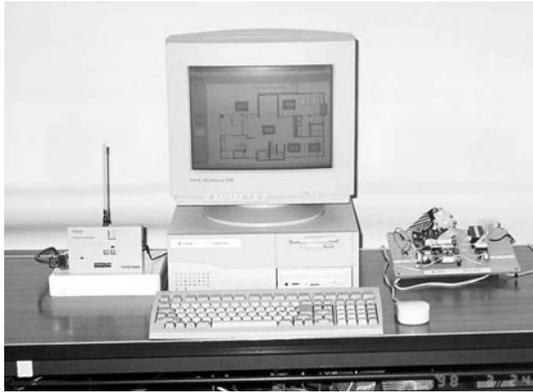


図9-6 高齢者安否確認システム 集中制御ユニット

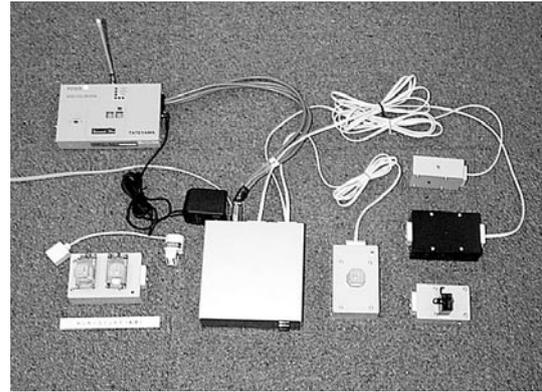


図9-7 高齢者安否確認システム センサユニット

② ウェルフェアテクノハウス研究推進事業（平成8～11年度）

高齢者向け流し台に関する試作研究（平成8～9年度）

富山県ウェルフェアテクノハウス研究会所属企業（三協アルミニウム工業(株)）と共同で、高齢者が自立し安全で使いやすいシステムキッチンユニットとして、標準高さ850mmの親シンクと高齢者向けに高さ750mmの子シンクをもつ2段流し台（平成8年度）と、車椅子利用者や高齢者が介護者不在でも簡単な調理と後片付けができる自立対応型のセカンドキッチン（平成9年度）を提案し、ウェルフェアテクノハウス高岡で試作品展示を行い、利用者アンケートを実施した。

健康状態判別機能付き手摺りの技術開発研究（平成8～9年度）

高齢者向け住宅改造で手摺りを設置する事例が多くなっていることを受け、手摺りにかかる荷重を検出することにより、健康状態を判定しようとする試みを行った。歪ゲージを用いた荷重検出器を試作し、手摺り支持金具に装着することにより、手摺りを握ったときの荷重を計測するシステムを構築し、ウェルフェアテクノハウス高岡において実証実験を行った。

このほか、高齢者を対象とした製品開発として次のテーマの研究を実施している。

- ・生理計測データから見た快適な刺激を与える寝具の開発研究（平成10年度）
- ・再帰反射性加工ウェアに関する研究（平成10年度）
- ・高齢者向けのくつろぎマットに関する研究（平成11年度）

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

産学官共同研究プロジェクト事業は、富山県工業技術センターが福祉介護機器の分野に工学的視点から本格的に取り組んだ最初の事例である。また、富山ウェルフェアテクノハウス研究会の活動も含めて、企業が福祉機器分野への取り組みを始める契機となった。各課題で開発した試作機は、提案機能を具現化したもので、企業において製品化の取り組みを進めるには、コストや製品安全、福祉の視点に立った機能評価と改良、さらには住宅改造など機器を使用する環境整備の問題など解決すべき課題が多く残っていた。

一方、高齢者安否確認システムについては、企業側の取り組み意欲も高く、平成10年(1998)に新エネルギー産業技術総合開発機構（NEDO）のウェルフェアテクノハウス研究事業の採択を受け実用化研究が進められた。この詳細については、次項で記述する。

(2) 高齢者見守り技術の開発

通商産業省では、少子高齢化への対応、医療福祉分野における新規産業育成等の観点から、各地に整備されているウェルフェアテクノハウスをはじめとする福祉関連公共施設において、高齢者・障害者の在宅介護支援、社会参加支援のための福祉機器システムに関する研究開発を行う「ウェルフェアテクノシステム研究開発事業」を、平成10(1998)年度から4年間実施した。全国27地域で事業採択があり、富山県では、富山県工業技術センターが実施機関となり、高齢者生活状況確認システムの開発をテーマに、産学官共同研究プロジェクト事業で開発した高齢者安否確認システムの製品化を念頭に、実用を見越した機器の研究

開発が進められた。

事業終了時まで、一部機能の製品化に成功し、さらに平成14(2002)から17(2005)年度にかけてデータ解析機能向上に関する共同研究を実施するとともに、平成18年(2006)から科学技術振興機構/戦略的創造研究推進事業(JST/CREST)に参画し、異常通報主体から高齢者の生活を見守るシステムへと機能向上の研究が継続された。以下、事業毎に概要を記す。

1) 研究の内容及び成果

① ウェルフェアテクノシステム研究 (NEDO委託事業：平成10～13年度)

高齢者の生活状況を的確に把握する実用システムを開発するため、高齢者へのアンケート及び現地調査を実施し、仕様の検討を進めた。図9-8は、開発した高齢者生活状況確認システムの概要である。高齢者宅に設置されるセンサは、プライバシー保護と心理的な負担を考慮し、焦電センサ、開閉センサなど間接的に人の動きをとらえるものを採用した。また、無線局免許が不要な特定小電力無線を使用した無線機一体型のセンサユニット(図9-9)の開発により、配線工事が不要となり、既設住宅に容易に設置できるようになった。一方、監視センターと高齢者宅間も無線回線を採用し、通信コストを不要とした。監視センターと高齢者宅間では約1 kmまでの通信が、また木造住宅では、屋内のどこにセンサユニットを設置してもデータ収集が可能となった。

運用実験を通し、ユーザの要望に合わせた機器の改良を行った。高齢者宅の機器では、電池寿命が長いセンサ、データ収集の信頼性向上、収集したデータから高齢者の異常を判断し通報する機能などを開発した。監視センターでは、データを簡単に閲覧でき、異常通報があれば利用者データベースと連動して確認できる機能などを付加し、在宅支援センター等で操作可能なものとした。さらに、ケアマネージャーや保健師、ホームヘルパーの巡回型の在宅支援サービスと連動して、この巡回中に計測データを収集、その場で分析、判断して生活指導などを行うことを可能とする車載型機器を開発した。

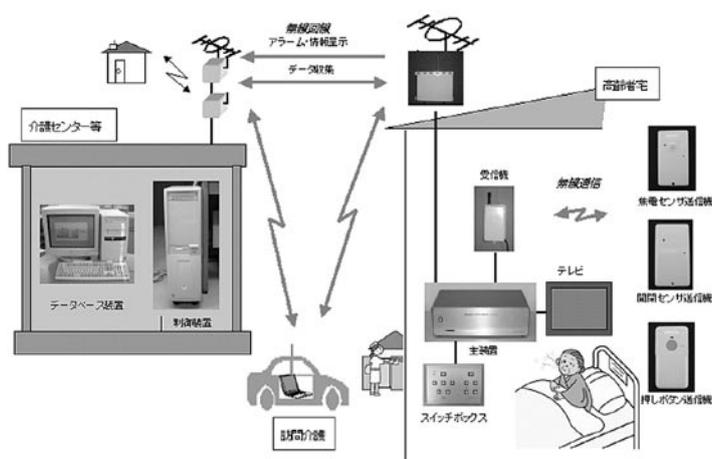


図9-8 高齢者生活状況確認システム



図9-9 焦電センサユニット

一方、高齢者との相互の情報交流を行うために、監視センターで作成した情報を無線回線により高齢者宅へテレビ画像として配信し、応答を返すことができる情報提示機能を付加した。

監視センターにおけるデータ解析では、起床就寝、外出、食事など活動内容の推定と、屋内の生活活動量の推定を行い、高齢者の健康状態の悪化検知、医師による認知症の進行の診断データなどに有効に活用できることが実証された。また、高齢者に毎日の健康状態の意識、忙しさの意識に対するアンケートを記入してもらい、これと計測データとの相関をニューラルネットで分析し、生活動作を定量的に計測する手法を提案した。

開発システムの一部は、火災報知等の機能を融合した実用化システムの開発に成功し、平成12年(2000)6月に立山科学工業(株)から販売を開始した。

②高齢者の生活パターン分析に関する研究（企業との共同研究：平成14～15年度）

生活状況確認システムの高機能化に関する研究（企業との共同研究：平成17年度）

実用化した高齢者生活状況確認システムの機能向上のため、センサの検知データから生活パターンを分析する検討を行った。稼動中のシステムのデータから、各時刻における居住者の状態を図9-10に示す分類をすることで、一日のおおまかな行動の推測が可能となった。台所を中心とした日常行動について統計処理を行ったところ、行動の規則性が高いことがわかり、日々のデータを比較することで、生活パターンの異常を検出する可能性を見出した。

また、期間を区切って平均活動量や起床、就寝時刻を推定し、その結果から異常判定条件を更新することで、生活実態に合わせた異常の発見や誤報の軽減につなげた。

さらに、長期的な健康状態の把握と異常診断の手法についても検討を行った。センサの検知データから起床や就寝、外出等の特徴ある生活事象を自動解析するソフトウェアを開発し、データの長期分析を行ったところ、これら事象の季節や経年変化、部屋の使われ方を指標としてライフスタイルの変化をとらえることができた。図9-11に、起床時刻の季節経年変化の例を示す。

また、富山県総合デザインセンターの協力で、高齢者に心理的負担を与えないセンサのデザイン開発を行った。図9-12は、提案されたデザインで、実機のデザインの変更時に参照された。

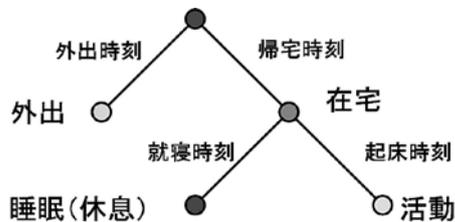


図9-10 生活状態の分類

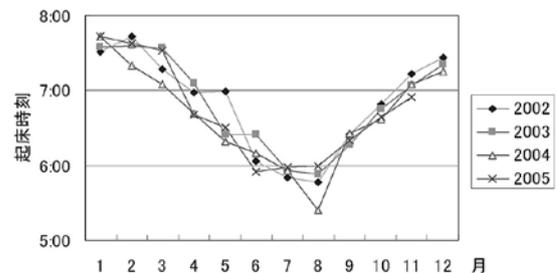


図9-11 起床時刻の季節推移



図9-12 高齢者に心理的負担を与えないセンサデザイン

③安心・安全のための移動体センシング技術

(科学技術振興機構／戦略的創造研究推進事業JST/CREST：平成18～22年度)

安心・安全のための移動体センシング技術プロジェクトは、東京大学大学院情報理工学系研究科 佐藤知正教授をプロジェクトリーダーに、生活、人と物の流れ、自動車分野において、自動車・家電などの機械の稼動や利用者の行動などのふるまい情報を計測・蓄積し、その特徴やくせを抽出する統合センシング技術と、この情報に基づいて個別適合したサービスを提供する技術を確立し、個人や個別状況に対応したきめ細かな安全・安心サービスの実現をめざすものである。生活分野では、焦電センサ等の簡易なセンサのみで室内の人の行動を長期間計測し、蓄積した移動履歴データから生活パターンを自動推定することで、生活異変の検知を可能とするアルゴリズムの開発を行い、蓄積したデータや把握した生活パターンをもとに、異変の予兆の検知、家族間コミュニケーションの深化、健康管理支援システムを構築することをめざしている。

富山県工業技術センターは（株）立山システム研究所とともに生活分野の高齢者異変検知システムの開発研究グループに参画し、立山科学グループが提供する高齢者見守りサービスの利用者のデータを用い、

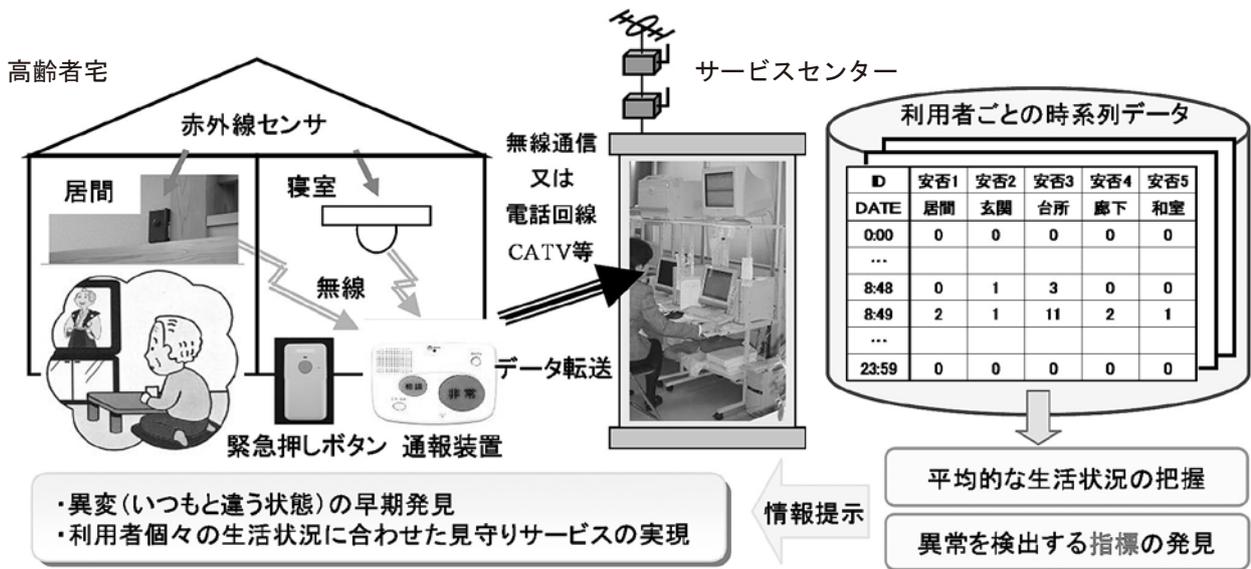


図9-13 高齢者見守りシステムの開発イメージ

データの可視化と実証分析をすすめた。

高齢者見守りシステムの構成と開発イメージを、図9-13に示す。本システムは独居高齢者を対象としており、寝室及び日常よく使う部屋に焦電型赤外線センサを設置し、検知回数をユーザ毎の時系列データとしてサービスセンターで蓄積している。解析では、寝室や居間などに設置される滞在系センサと、廊下、玄関などに設置される移動系センサに分類し、検知したセンサの数と種類から各時刻の滞在・移動の状態を決め、検知が継続している間の平均検知回数を求め、検知強度とした。同様に、移動時と滞在時の検知強度を求め、統計的処理を行った。

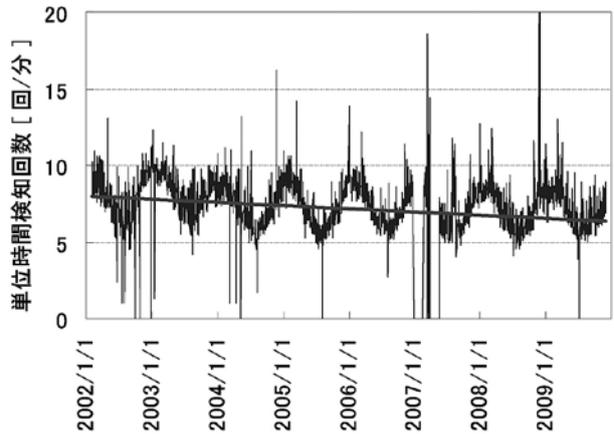


図9-14 単位時間検知回数の経年推移

長期的なデータ蓄積による解析では、1日の平均的な活動量に相当する単位時間検知回数 (= 1日の総検知回数/検知のあった時間) を指標として導入し、平成14年(2002)2月1日から平成21年(2009)11月30日までデータ蓄積がある利用者に適用した例を図9-14に示す。図から、活動量の季節変動、経年変化を知ることができる。さらに、同じ利用者について日々の10分毎の検知強度の推移を1年分グラフ化したものを、図9-15に示す。生活パターンに大きく変化はないが、日中の検知強度が平成20年(2008)

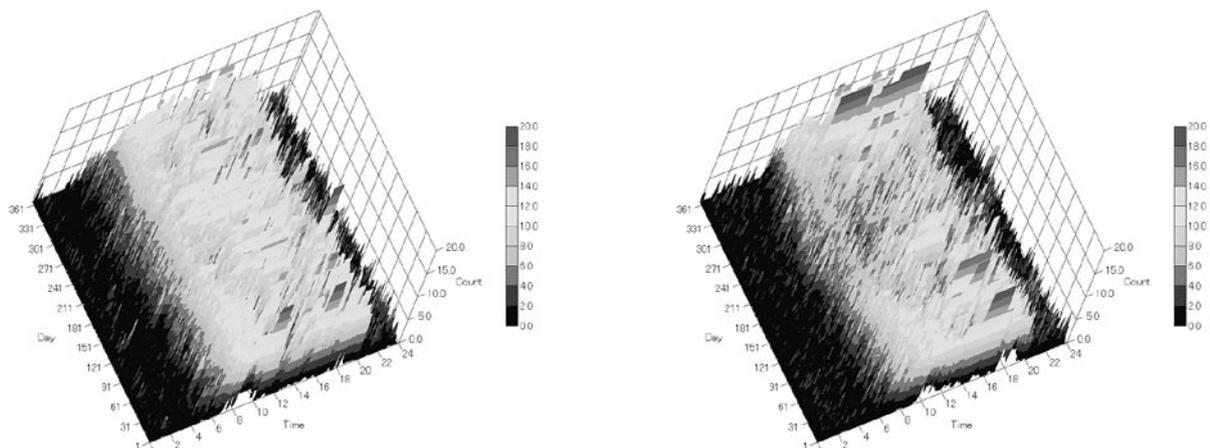


図9-15 緩やかな異変の検知 (左:2003年 右:2008年)

は平成15年(2003)に比べて全般的に低下していることがわかる。長期蓄積データをもとに、単位時間検知回数の推移と日々の検知強度その経年変化を追跡することで、体力異変が検知できる可能性が示された。

一方、行動の発生時刻と継続時間に注目し、健常者と認知症の利用者のデータ分析をした事例を図9-16に示す。認知症の場合、睡眠障害等で夜間も行動(徘徊)する例が多くあることが知られている。健常状態では昼と夜の違いが明瞭で、夜間は寝返りやトイレに起きるといったことに起因する検知が見られる。一方、認知症の発症状態では、比較的短時間の検知が昼夜を問わず見られる。また、廊下や玄関等の部屋以外の場所で検知が多く見られることで共通している。

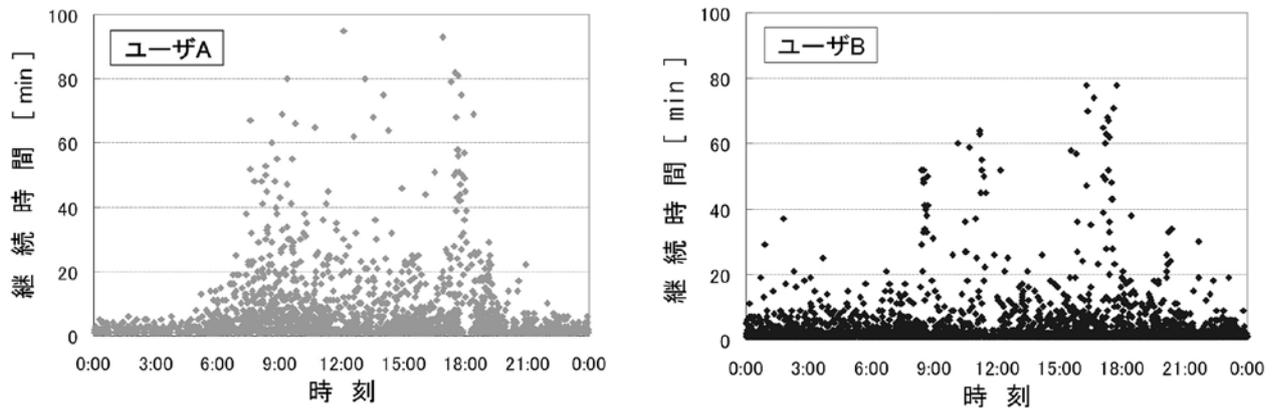


図9-16 行動発生状況の分析(左:健常者、右:認知症の1ヶ月分集計値)

さらに、夜間(0時から6時まで)における移動状態を定量解析した例(図9-17)から、移動の発生回数が時間経過とともに増加し、症状の推移が把握できることがわかる。

実稼働中の高齢者見守りシステムの赤外線センサの検知データから、各時刻における検知強度を計算し可視化することにより、動きの度合いに応じた生活パターンが把握できるようになった。行動の発生時刻と継続時間を解析することにより、健常者と徘徊を伴う認知症の利用者のそれぞれの行動パターンの特徴が発見できた。また、長期のデータ蓄積をもとに、過去との比較から例えば体調不良からの回復といった注目事象の推移が読み取れることがわかった。

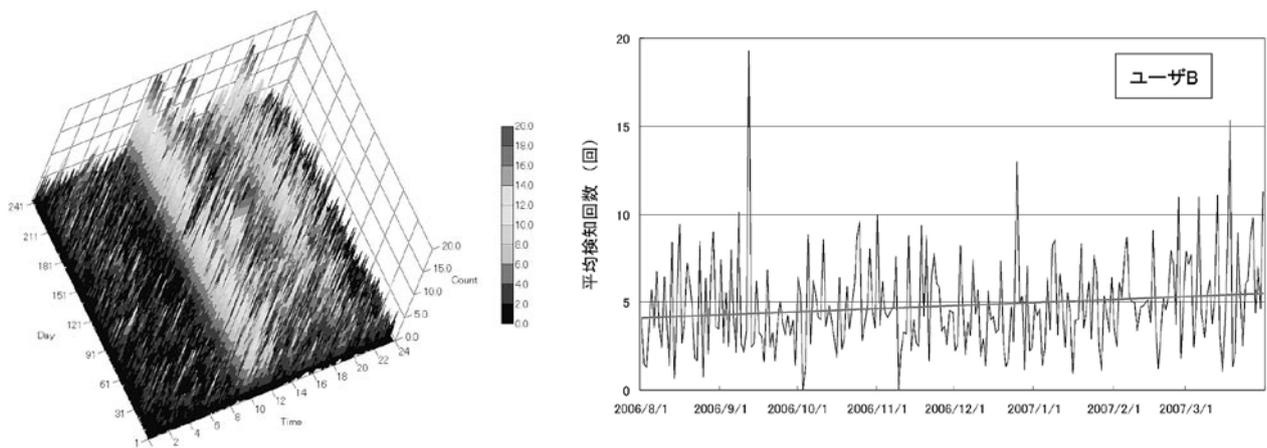


図9-17 認知症利用者の夜間における移動検出回数の推移(0:00~5:59)

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

一連の開発により、高齢者の生活状況や健康状況を客観的に把握することのできるシステムが開発された。平成12年(2000)6月に実用システムの初期バージョンが立山科学グループから販売開始され、その後の開発成果を取り入れた機能の改良が続けられた。図9-18は、販売開始当時のカタログと、住宅用構成機器のサンプル品である。

全国の自治体を中心に導入がすすみ、住宅用機器では業界でも上位の設置実績をおさめた。また、事業



図9-18 高齢者見守りシステム (左：カタログ 右：住宅用機器)

主体の立山科学グループでは、当該サービス部門を社内分社し事業を行うまでになった。

さらに、独自に経済産業省や総務省、科学技術振興機構（JST）等の研究プロジェクトに、サービス提供事業者として参画するまでになり、企業の技術力が評価されてきたといえる。

高齢者の見守りは、医療、福祉介護、生活支援の各サービス提供者が相互に連携する必要がある。定期的な訪問や電話による安否確認では、過去の健康状態や異変の把握が難しいため、データ解析や異変の分析により得られる情報を共有し、活用することが重要な意味をもつ。

わかりやすい結果の提示方法の確立とともに、適切な支援提供技術の確立により、地域で独居高齢者を見守る仕組みづくりのツールとしての機能開発と普及が求められている。

(3) スポーツ用具の特性評価と機能開発

本県のスポーツ関連産業には、野球用バット、ゴルフクラブ、パークゴルフ、ゲートボール、体育器具などがある。特に、南砺市福光地区は、古くから国内最大の野球用木製バットの産地として、野球の振興を支えきた。しかしながら、バット製作職人の後継者不足による技能伝承の問題や、バット材の国産原木の枯渇の懸念などの問題を抱えていた。一方、ゴルフクラブに関しては、当時、ヘッドの反発係数（COR値）を調べたデータによれば、国内外のドライバー50機種のうち、県内メーカーの商品が1、2位を独占しており、大手メーカーのなかで異彩を放っていたが、ゴルフ用具に関する国際規則の変更とともに、新たな製品の機能向上が求められていた。

平成9年(1997)に整備された生活工学研究所には、スポーツ用具評価システムやフォースプレート、動作解析装置等が設置されたスポーツ科学試験室が整備され、スポーツ・レジャー用品の性能評価や、競技者とスポーツ用具の適合性の評価法を明らかにする研究が進められた。

1) 研究の内容及び成果

① スポーツ用具の特性評価に関する研究（経常研究：平成9～10年度）

スポーツ用具の性能は、形状や重量、反発性、安全性などの機能を中心に評価されているが、競技者からみた使いやすさ、競技者との客観的適合性についてはあまり検討されてこなかった。そこで、動作解析の手法を用いて、運動中の身体各部と用具の動きを検出し、競技者間の動作特徴の差異を明らかにする研究が行われた。

平成9年(1997)には、野球のバットス

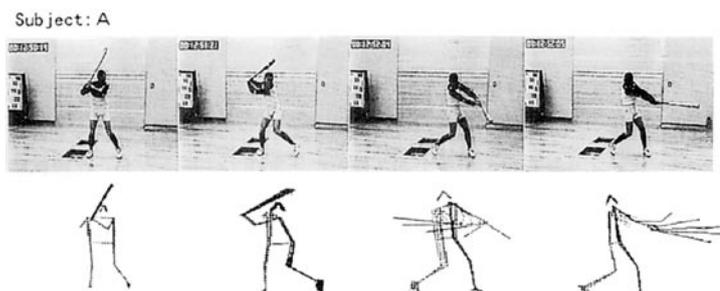


図9-19 スイング写真とスティックピックアップ

イングを対象に、動作解析装置を用いて、正面、右前側面、左前側面、左後側面の方向に設置した4台のカメラで撮影した映像から、各フレームにおける身体各部位(19箇所)とバット先端、グリップエンドの三次元座標を算出した。図9-19は動作解析例を、図9-20はバットのスイング軌跡を真上からの視野で解析した例を示す。長距離打者タイプ(A)と短距離打者タイプ(B)それぞれの競技者の動作の特徴をとらえることが可能となり、動作パフォーマンスの表現が可能となった。

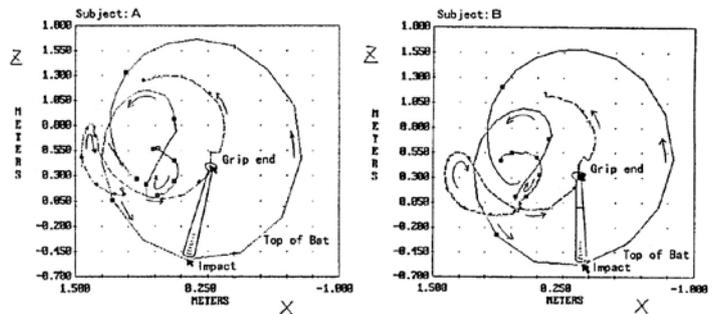


図9-20 スイング中のバット軌跡(左:A、右:B)

平成10年(1998)には、ゴルフスイングを対象とした解析が行われた。当時、ドライビングクラブは、大型ヘッドとフェース部分の高反発化の開発競争が行われていた。用具に関する国際規則で反発係数の上限が規制の動きがあり、当センターでは、シャフトの長尺化によるヘッドスピードの増大効果を期待した開発に取り組んだ。スイング中の身体各部及びクラブの速度や角度を三次元動作解析手法により検出し、2台の床反力計により各足の重心移動やトルクを比較した。その結果、シャフト長さや右足の前後移動量及び最大トルクの相関が認められ、スイングタイプに対するシャフト長尺化の適合性を判定できることが明らかになり、スイングしやすい長尺クラブの仕様の最適化が図られた。

②野球用複合バットの開発(経常研究:平成19~21年度)

バット材の国産原木が枯渇する傾向にあるため、メーカー各社では危機感を募らせていた。そこで、豊富かつ安価に資源確保が可能な竹材に注目し、従来のバット材に匹敵する性能を付与するための複合化技術に取り組んだ。

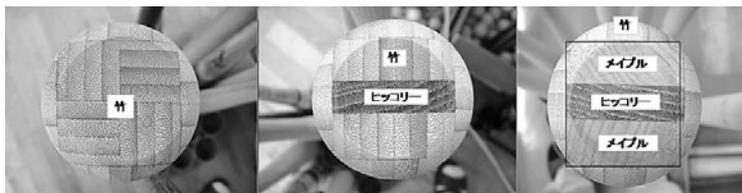


図9-21 竹バットと複合バットの断面構造
(左:竹合板、中:竹複合①、右:竹複合②)

竹バットは折れやすく反発性も劣ることから、打撃性能や強度の向上を図るために、合板構造の芯部に比重や衝撃強度を考慮したヒッコリーやメイプル等の天然木を強化材として配置する複合化を行った。試作した複合バットの断面構造を、図9-21に示す。

衝突現象計測システム(エアキャノン)によりボールを無回転で打ち出し、鉛直に吊下した試作バットに衝突させ、このときのボールの衝突速度と跳ね返り速度を測定し反発特性を比較した。また、打撃感触を評価するためにバット手元部付近に加速度計を固定し、ボール衝突時のグリップに作用する衝撃加速度を検出した。実験装置の概要を、図9-22に示す。

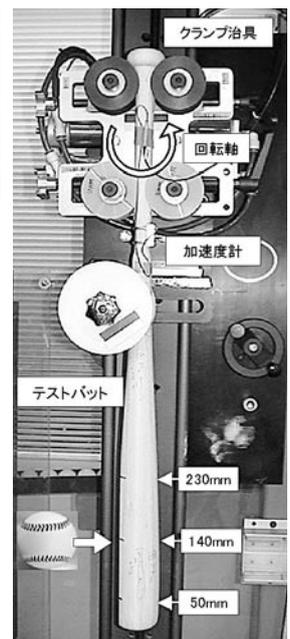


図9-22 実験装置

各素材の反発特性を比較した結果を、図9-23に示す。先端から打撃芯付近(140mm)までは素材による差は小さく、グリップ部に近くなると竹合板の反発性は低下する傾向があるが、強化木を複合化することにより向上効果が認められた。

ボール衝突時に作用するグリップ部の最大加速度を比較した結果を、図9-24に示す。竹合板は全域で従来素材に比べて大きいものの、複合化することにより先端部及びグリップ部の値が小さくなり、打撃感触の改善効果が認められた。

竹を母材として強化木を複合化したバットを試作して打撃性能を比較した結果、曲げ剛性や反発特性の効果が確認され、従来のバットに遜色ない複合バットができた。

なお、この複合バットは、(株)ロンウッドで商品化された。

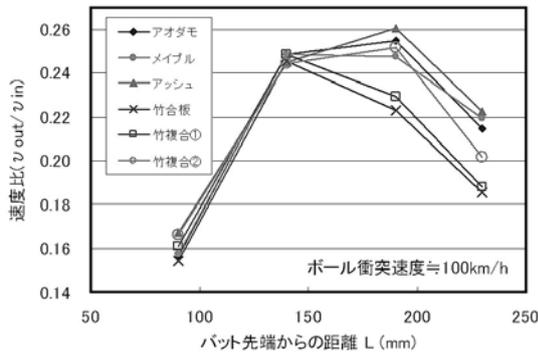


図9-23 各種バットの反発性能

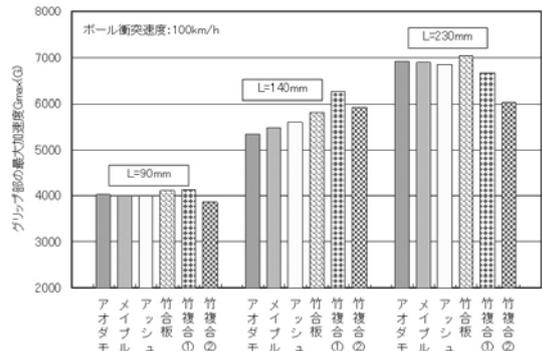


図9-24 ボール衝突時に作用する最大加速度

③野球バット用形状測定装置の開発（企業との共同研究：平成18～19年度）

バットの旋削工程は従来から熟練職人の手作業に依存しており、技術伝承への対応が課題となっていた。そこで、バット形状を正確かつ迅速に測定するための専用装置を開発するとともに、測定した形状データをNC加工用プログラムに変換するシステムを構築し、バットの製作工程のうち荒削り加工から仕上げ加工までの工程の自動化をめざした。

開発したバット形状測定装置（図9-25）は、バット両端を三爪チャックで固定し、レーザ式距離センサを軸方向へスライドして、バットの半径データを収集する構造である。スライダを制御する軸方向座標と半径データを、PLCにより同期してパソコンに取り込んだ。

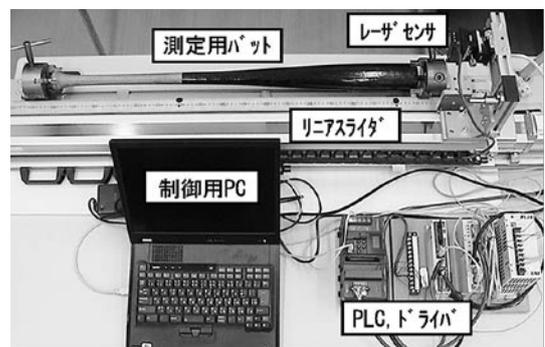
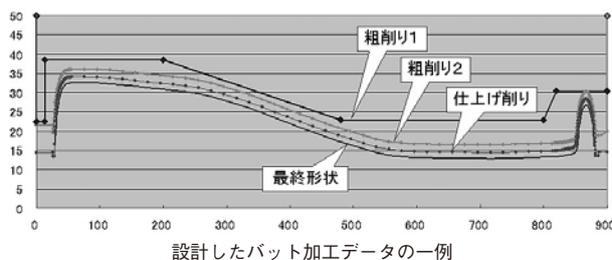


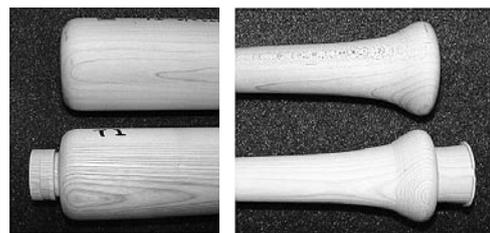
図9-25 バット用形状測定装置（初期バージョン）

また、原材料の長さや直径を入力して、粗削り、薄皮残し加工、仕上げ加工の3工程からなるNC加工データを作成するソフトウェアを構築した。図9-26は、本システムによるNC加工データと加工品の例である。

これにより、バット旋削工程の自動化が可能になり、加工精度が均質化され、作業時間も1/3まで短縮することができた。



設計したバット加工データの一例



サンプルバット(上)と加工バット(下)の精度

図9-26 加工データ加工品の例

一方、機能改良版（図9-27）では、レーザスキャン型センサを用い、バットの直径を直接検出する方式とした。バットの固定は、芯押し型治具による軸支持方式とし、センサ固定でバットをスライドする方式に変更した。また、パソコンによる直接制御と、形状データの直接取込みに変更した。

これにより、測定誤差が低減され、直径補正作業が不要となり、両端部の

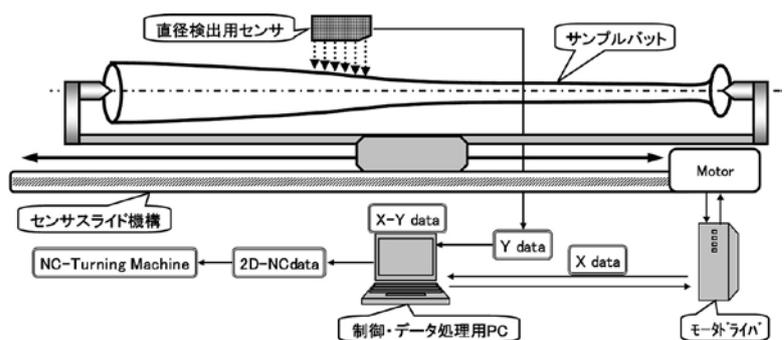


図9-27 バット用形状測定装置（改良版）

形状や表面凹凸の平滑化作業も軽減し、精度向上と作業時間の一層の短縮が図られた。

開発装置は、(株)ロンウッドにおいて県経営支援課の「地域産業活性化補助金」を受け実用機の開発を行い、削りだしのスピードアップを図った装置を完成させている。米国MLB、セ・パの各リーグで活躍するプロ野球選手をはじめ、社会人や大学野球などの多くの選手に、この技術により製作されたバットが提供されている。

④個人適合型スポーツ用具の開発（経常研究：平成14～16年度）

打撃スポーツにおけるグリップは、人間と用具を結ぶ唯一の接点であり、パフォーマンスを左右する重要な要素である。このため、手のどの部分に、どの程度の力を入れるのかを解析することは、握りやすく振りやすい用具の開発につながる。そこで、ゴルフクラブのグリップに内蔵可能な圧力及び摩擦力の3分力(F_x 、 F_y 、 F_z)が検出できるセンサを設計試作した。

センサグリップの概要を、図9-28に示す。 F_z （圧力）の検出部は $\phi 6 \times t 1.2\text{mm}$ のボタン型で樹脂ブロックに埋め込み、 F_x 、 F_y （摩擦力）検出部は $L7.5 \times W1.5 \times h2\text{mm}$ のブリッジ形状で、可動ブロックの周囲に配置してある。各検出素子の裏面には超小型歪ゲージを貼付し、 $10 \times 10\text{mm}$ のセンサセルを構成した。

センサセルを、ポリカーボネート製のパイプ（外径 $26 \times$ 内径 $16 \times L260\text{mm}$ ）の外周面对面に計4個埋め込み、センサグリップとした。センサグリップを市販クラブのシャフトに固定してテストクラブとした。概要を、図9-29に示す。

ドライバースイング時における右手親指のグリップ力の測定例を、図9-30に示す。図中の縦点線と囲み文字は、S：スイング開始、D：ダウンスイング開始、I：インパクト、F：フォローを表す。右手親指の F_y がスイング全体で大きく検出された。右手親指は比較的シャフト軸に沿ってグリップを支持する形態をとることから、主に軸方向に沿った力が作用する。特にダウンスイング中にクラブヘッド側へほぼ一定の力が作用しており、右手親指のグリップは、クラブの振り下ろし動作及びリストコックの解放動作と関連が深い。

このスライドブロック型センサは、軸間干渉やヒステリシスを生じやすいという課題があったため、検出部を一体構造型として剛性を高めたセンサを開発するとともに、多点計測に対応できるように改良したセンサグリップを製作した。改良型センサは、厚さ 1.5mm のステンレス円管から切り出した 20mm 角の四角板内に、XYZ方向の力に対して弾性変形する平行平板構造を配置し、各方向に力が作用したときに生じる薄肉部の「のび」と「ちぢみ」変形をひずみゲージで検出する。変形部には、超小型ひずみゲージを各方向につき4枚、合計12枚貼付し、それぞれ4ゲージ法で出力信号を増幅した。

開発したセンサグリップにより、ゴルフスイング時の手指各部の動的な作用力が検出可能となり、商品展開への有益な知見を得た。

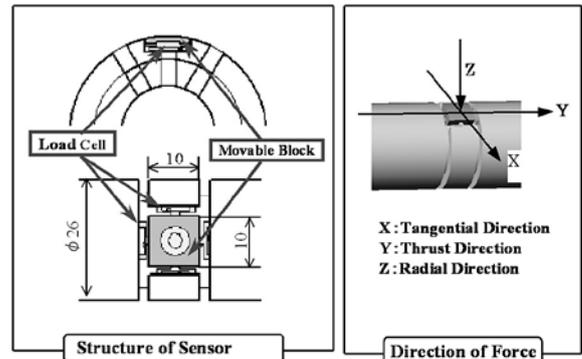


図9-28 センサグリップの概要

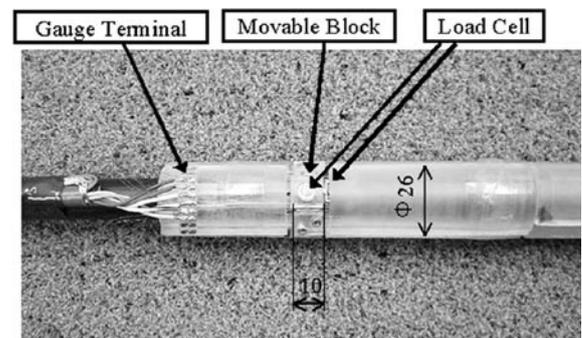
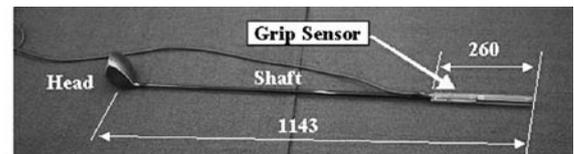


図9-29 センサを装着したゴルフクラブ

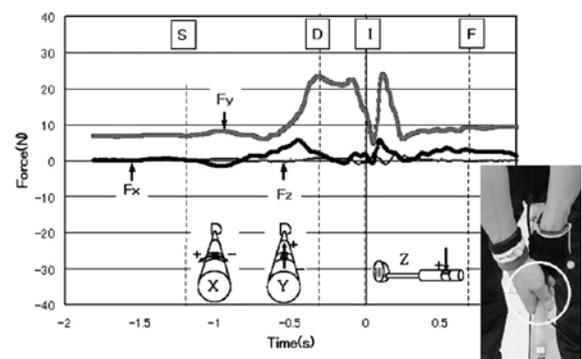


図9-30 測定データの例（右手親指）

⑤高感度スポーツ用具の開発（経常研究：平成17～18年度）

個人に対応した用具設計の最適化を目指し、運動時のグリップ力の計測により用具の適合性を評価することを目的として、手指装着型センサによる作用力の検出に取り組んだ。

センサは、ステンレス製の円管の一部を切り出した湾曲四角板に、X方向、Y方向、Z方向それぞれの力に対して弾性変形する平行平板を配置した構造となっており、寸法は約22mm×19mm×厚み1.5mmで質量は約3gである。XY方向の平行平板部は、肉厚0.5mm、長さ2mm、幅1.5mmであり、Z方向の平行平板は直径1mmの穴を肉厚1.5mmの中央にあけることで構成している。また、グリップと接触する受圧部には直径6mmのボタン状の突起を取り付けてある。変形の検出部には、超小型のひずみゲージを各方向4枚、合計12枚貼付し、それぞれ4ゲージ法で出力信号を増幅し、A/D変換後パソコンに取り込む。試作したセンサの外観を図9-31に、指に装着した状態を図9-32に示す。

このセンサを使用して、形状と素材の異なるグリップや各種スポーツにおける動作時のグリップ圧力と摩擦力を測定し、効果的なグリップ仕様を考察した。

質感の異なる材質によるグリップ力の差異を調べるため、ゴルフを想定して試作した。グリップの仕様と物性を表9-1に示す。また、比較のため市販のゴム製のグリップも測定対象に加えた。

測定結果を、図9-33に示す。図は、中指先における圧力方向の力に対する摩擦方向の力の大きさの比を示している。グリップの摩擦方向の力は、コックやロール動作など用具の操作性向上への貢献が期待される一方で、圧力方向の把持力が分散して用具のホールド性が低下する可能性があるため、種目や競技者の特徴により最適な変形を伴う材料選択の指標になる。なお、グリップ動作時の滑りにくさ=大きな摩擦方向の力とみなすと、現状のゴム素材のグリップが最も適していると考えられる。

このほか、本研究では、シート型の圧力分布センサをグリップに装着して静的な状態で手指の接触面積の比較を行ったほか、圧電式フレキシブルセンサを配置した軍手により、野球バットを例に直径の違いによる手指のグリップ力分布の測定を行った。

各種センサにより打撃用具の接触面積やグリップ力の測定を行い、グリップ部の形状や材質による特徴が把握でき、用具仕様の最適設計に有益な情報を得ることが可能となった。

⑥ハイブリッド型スポーツ用具の開発（経常研究：平成22～23年度）

フィールドホッケーのスティックは、伝統的・経験的な手法で設計されており、他の種目の用具に比べて科学的根拠に乏しいうえ、性能を示す数値データなどの情報が非常に少なかった。

そこで、現状の用具仕様を精査することで問題点や改善点を把握するため、市販されているスティックの中から、材質やタイプ別に8本を抽出し、各スティックの質量、重心位置、慣性モーメント、打撃中心（反

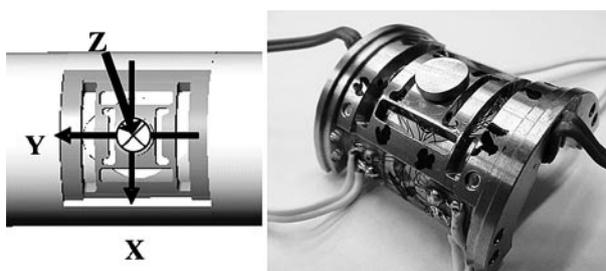


図9-31 センサの外観



図9-32 指に装着したセンサ

表9-1 ゴルフグリップの仕様

No.	材質	グリップ径 (mm)	厚さ (mm)	硬度 (JIS K 6253)	タック性の有無
1	木	φ20	—	97	無
2	ゴム	φ20	2.3	80	無
3	シリコン	φ20	0.5	82	有
4	ピーチスキン	φ20	0.5	90	無
5	低反発ゲル	φ20	4.0	40	有
6	市販品(ゴム)	φ17~26	約2	78	無

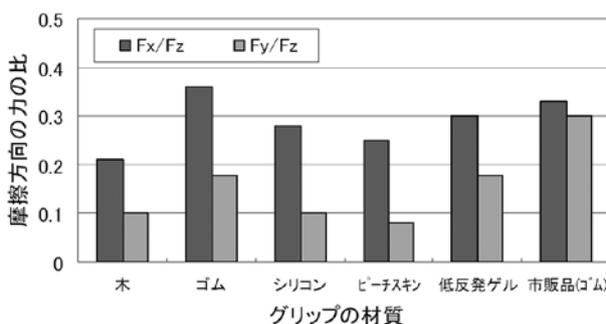


図9-33 グリップ材質と摩擦方向の力

表9-2 市販スティックの仕様と特徴量

Stick No.	Material	Mass (g)	Length (mm)	Center of mass (mm)	Moment of inertia (kg・m ²)	Center of Impact (mm)	Profile	Type
1	FRP	522	927	564	0.197	235	Straight	Dribbler
2	FRP	558	927	593	0.238	182	Cuved	Dribbler
3	FRP	570	927	594	0.238	203	Straight	Standard
4	FRP	523	927	550	0.192	233	Straight	Standard
5	FRP	559	927	552	0.217	191	Straight	Power hitter
6	FRP	544	927	563	0.220	174	Cuved	Power hitter
7	Wood	705	927	567	0.287	177	Straight	Power hitter
8	Wood	561	927	550	0.217	190	Cuved	Dribbler

発性が最大となる点) 及び振動特性を調べた。結果を、表9-2に示す。

現状のスティックは、スティック上の打撃中心がヘッドから離れたシャフト部分に位置することから、競技中の選手は攻撃時に屈んだ姿勢で横打ちをすることにより大きなボール速度を得ている。このため腰や膝への負担が大きくなり、疲労や傷害を招きやすいといわれている。

これを解決するため、スティックの質量分布を変えることで打撃中心を先端側へ移動させることを検討した。3D-CADの数値解析により全体質量や慣性モーメントを考慮して、スティック先端とグリップ部に質量を分配させた新たなモデルを考案した。作成した新型モデルを、図9-34(a)に示す。なお、図9-34(b)には、性能比較のため現状の形状を模擬した従来型モデルを示した。数値解析から、新型の打撃中心は従来型に比べて約40mmヘッド側に移動することが確認された。

設計したモデルをもとに、メイプル材で新型と従来型のスティックを製作した(図9-35)。表9-3には、物性の実測値を示した。

元プロホッケー選手により、両スティックを用いて打撃試験を行った結果、新型ではヘッド速度に対するボール速度の比が増大し、従来型に比べてより速い打撃が行える可能性があることがわかった。また、使用感については、ドリブルなどのボール操作を行った結果、新型スティックの中央部が円形断面のため長軸回りの反転動作を行いやすく、ボール保持性が改善される可能性が高いとの評価を得た。

さらに、FRP材による試作と形状の最適化を検討しながら、実用的なスティックの開発研究が予定されている。

⑦トレーニング用ゴルフクラブの開発(企業との共同研究:平成18~20年度)

ゴルファーの技能向上に対する意欲は旺盛な一方で、練習環境や時間に恵まれない愛好者が多いことから、手軽で効果的なトレーニングが行える練習器具への需要が高まっている。

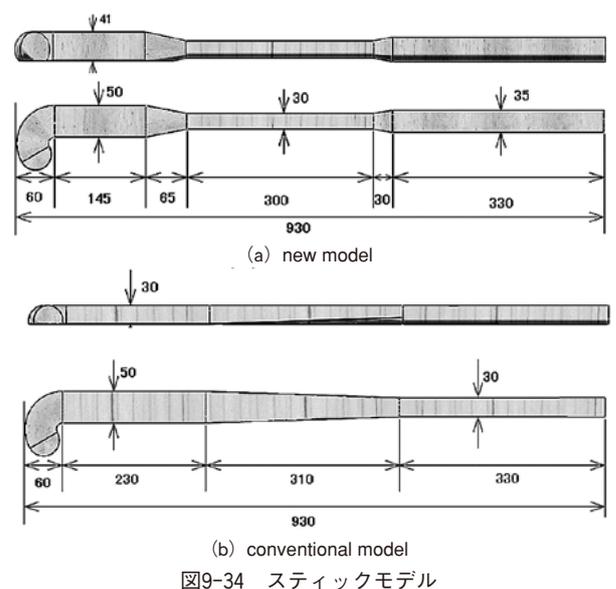


図9-34 スティックモデル

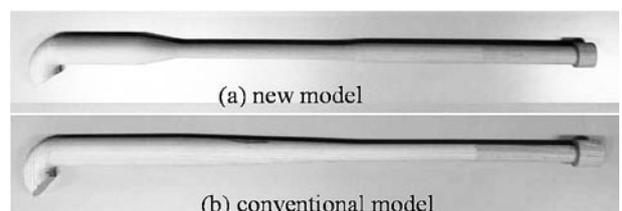


図9-35 試作スティック

表9-3 試作スティックの物性

	New model	Coventional model
Mass (g)	676	680
Length (mm)	933	930
Center of mass (mm)	562	550
Moment of inertia (kg・m ²)	0.271	0.251
COP (mm)	712	672

このため、(株)ナレッジとの共同研究として、ヘッドスピードやスイング軌道、打撃結果などを判定し即時表示する機能を備えるトレーニング用ゴルフクラブを開発に取り組んだ。

具体的には、クラブヘッドに作用する加速度とインパクト時の打撃音のセンシング方法の検討、センサを内蔵したテストクラブの試作、打撃結果を演算表示する小型装置の開発、スポーツ用具評価システム(図9-36)によるロボット打撃試験による精度の検証、ヘッドやセンサの耐久強度試験を実施した。

その結果、フェース面上のXY方向で約10mmピッチの分解能で特定できるようになり、ヘッド内部に装着した3軸加速度センサの情報からインパクト時のヘッドスピードとあわせて推定飛距離を算出して、その結果をシャフト上に装着した解析部で即時表示できるドライビングクラブを開発した。図9-37にトレーニング用クラブの外観及び表示器を示す。

このクラブは、(株)ナレッジで商品化された。

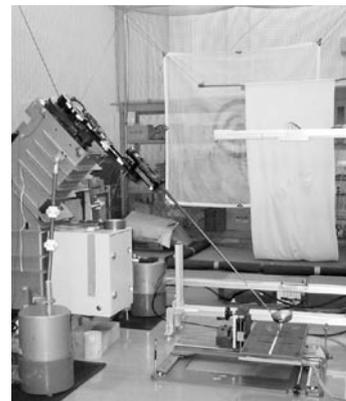


図9-36 スポーツ用具評価システム



図9-37 トレーニング用ゴルフクラブ

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

中小・零細企業が多いスポーツ用具製造企業の中にあつて、生活工学研究所を中心に、用具の材料物性や性能の客観的評価を可能とする各種設備の整備と、それをを用いた使用者の動作を科学的解明する研究に企業と共同で取り組んだことにより、本節で述べた成果のほかにも、(株)ロンウッドとゲートボールスティックや速度メータ付バットを、(株)中条と高反発ゴルフクラブを開発するなどの実績を収めた。

また、これらの設備と研究開発で培われてきた評価技術が認められ、平成13年(2001)にNPO法人国際パークゴルフ協会(北海道幕別町)から国内唯一の認定用具の検査機関として生活工学研究所が指定された。パークゴルフは、北海道で考案されたニュースポーツで、競技方法の簡便さと経費も安価なことから全国に普及し、2000年富山国体から公開競技にも採用されている。新たに申請される全ての用具検定作業を行っている。

富山県工業技術センターの技術支援は、県内のみにとどまらず、全国規模に至っている。

(4) スポーツウェア・健康衣服の開発

小矢部・南砺を中心とする富山県西部地域は、主要な繊維産地を形成しており、水着、インナー、スポーツウェアなどの衣料用素材や産業用資材の国内トップシェアを占めている。しかしながら、国内景気の影響と中国をはじめとする新興国で生産される安価な輸入品との競合が激しく、より高付加価値製品の開発や自社製品型及び提案型企业への脱皮が望まれていた。

旧繊維研究所でも、県内の繊維企業の省力化や繊維製品の高付加価値化・高機能化を支援するための研究、試験、指導を行ってきた。生活工学研究所の改組に合わせて、人間がスポーツ・レジャー時あるいは作業時に遭遇する極限状態(高温、極寒、豪雨等)環境を再現する人工気象室(図9-38)や、運動中の皮膚温、筋電位などの生体現象を連続的に

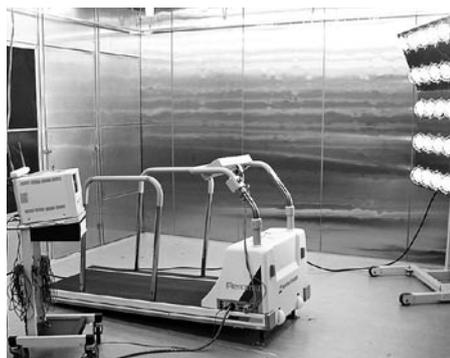


図9-38 人工気象室



図9-39 生体現象計測システム

計測、解析できる生体現象計測システム(図9-39)等の整備が進み、これら装置を活用し、感覚、生理あるいは動作等人間特性の計測評価をとおした開発研究が取り組まれた。以下に、繊維関連の研究のうち、当該分野に関連の深いテーマについて記す。

1) 研究の内容及び成果

①伸縮性素材によるパワーアップスポーツウェア(企業との共同研究:平成11年度)

水着やタイツなどのスポーツウェアでは、運動に応じて伸縮性が要求される。その使用目的は、運動前のウォームアップ、保温、疲労防止など着用による体力の消耗を防ぐことにある。ここでは、更にヒトの持つ能力のパワーアップを考慮したスポーツウェアや、高齢者の筋力トレーニングへの適用について検討した。

まず、従来製品の生地特性(伸長回復特性)の分析を行い、それ踏まえた新規のスポーツタイツ用生地を開発した。さらに、その生地特性を考慮した縫製方法を検討し、皮膚に痛みを与えないような縫い目構造とし製品の試作を行い、着用実験を行った。実験風景を、図9-40に示す。

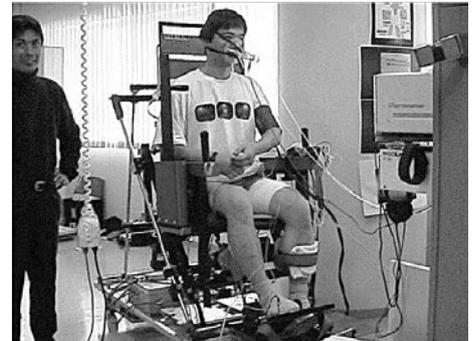


図9-40 計測実験風景

試作した高齢者向けパワーアップ製品を着用し、足首の屈伸運動を行ったときの前脛骨筋の筋電図を、図9-41に示した。未着用に比べ開発製品着用時の筋電位が大きく、特定の筋のパワーアップに効果が期待できることがわかり、着用しながら自然にパワーアップできるウェア開発の見通しが得られた。

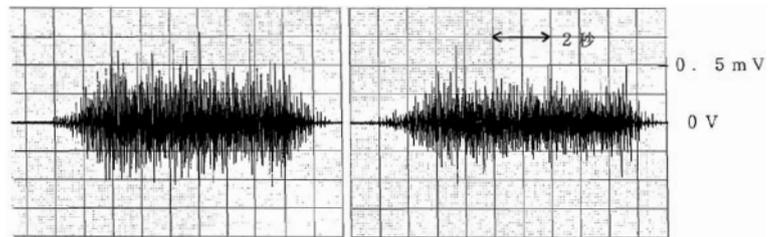


図9-41 足首屈伸運動を行ったときの筋電図

一方、体に密着させて効果を得る製品のため、着脱性の向上が製品化の課題として残った。

この研究は、(株)ジーアールディ、ケーシーアイワープニット(株)、富山県国際健康プラザ国際伝統医学センターと共同で行われた。

②ラジエータ構造を有する布帛によるスポーツウェアの開発(企業との共同研究:平成12年度)

炎天下での過酷なスポーツでは、身体を冷却し体温の上昇を防止する必要がある。

そこで、熱伝導性の優れた素材を用い、冷却効果をねらってラジエータ構造を有する布帛の開発を行うとともに、布帛材料の配置を考慮した新規製品を試作した。

図9-42に試作編地を、図9-43にこの布帛を用いて試作したスポーツウェアを示す。編地組織はハニカム

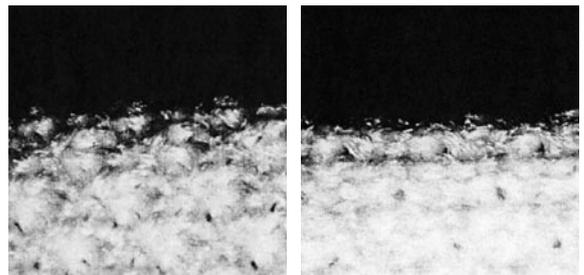


図9-42 試作編地(左:表面 右:裏面)

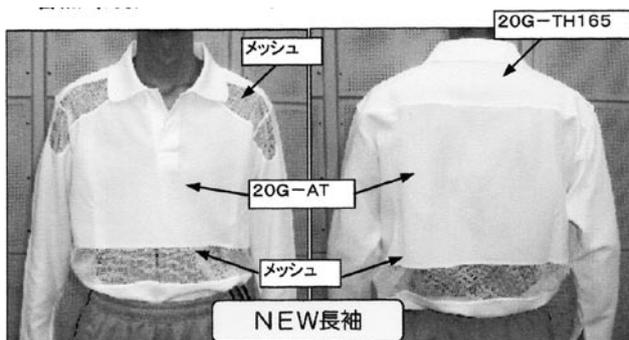


図9-43 試作スポーツウェア

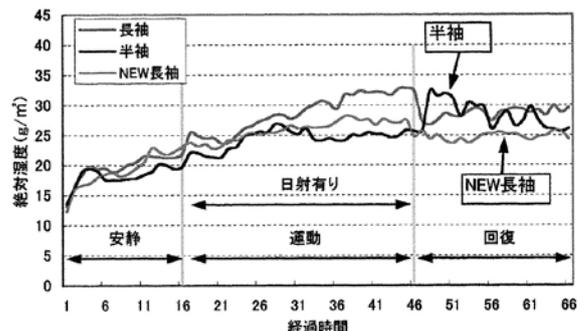


図9-44 衣服内の絶対湿度変化(背部)

とし、表面を凹凸構造に、裏面は比較的平坦にした。遮熱効果が大きい材料を、ウェアの肩や背部の上部の部材に用い、保温性能が小さく冷却効果を期待できる材料を身頃等に用い着用試験を行ったところ、図9-44に示すように運動後の回復期の絶対湿度が低減し、湿分を衣服外に放出し身体の冷却に寄与していることが確認でき、身体の冷却効果の高いスポーツウェアが開発できた。

この研究は、(株)ジーアールディ、城端ニット(株)と共同で行われた。

③テーピング効果のあるスポーツタイツ (経常研究：平成15年度)

膝関節への負担を軽減し、膝痛予防を目的としたテーピング効果をもつスポーツタイツを開発することを目的に、タイツの上から2パターンのテーピングを行い、活動筋電位の解析及び主観評価によって従来型のタイツと比較することにより、その効果を検証した。

市販品からデザインが同一で、素材の伸び抵抗が比較的大きいもの(試料H)と比較的小さいもの(試料L)の2種を選択した。これらの試料に、7.5cm幅のテーピング用テープを約20%伸長させ、大腿部前面～膝蓋骨～下腿部前面にかけて貼ったもの(試料HS, LS)、また、大腿外側面及び内側面から膝下でクロスさせて貼ったもの(試料HX, LX)の計6種のスポーツタイツを試料とした。図9-45に、概要を示す。

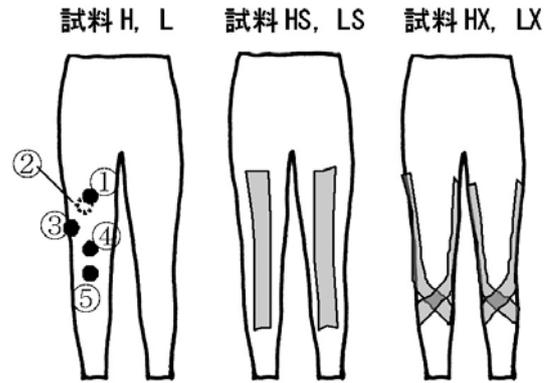


図9-45 評価用テーピングタイツ

約20℃、65% RHの実験室内で、約30分間安静を保った後、長袖Tシャツとルーズな短パン着用状態をコントロールとして、立位・座位の往復運動7回(1往復/4秒)ートレッドミル歩行運動3分(傾斜5%、速度3km/h・4km/h・5km/hで各1分)を1セットとし、十分に休憩した後、順次実験を行った。測定項目は、心拍数及び筋電位(大腿直筋、外側広筋、大腿二頭筋)である。

その結果、素材の伸び抵抗が大きいタイツでは、大腿部前面～膝蓋骨～下腿部前面にかけて真直ぐテーピングを行ったもので膝関節の伸展、屈曲運動における負担を軽減させることがわかった。また、トレッドミル歩行時においても同様の傾向がみられた。これに対して、素材の伸び抵抗の小さい場合では、膝関節の伸展・屈曲運動と歩行時におけるテーピング効果が異なった。今後の課題として、素材の伸び抵抗、運動強度の影響の解明が待たれる。

なお、この研究は、富山大学、富山県国際健康プラザ国際伝統医学センターと共同で行われた。

④快適科学に基づいたスポーツウェア (経常研究：平成16～17年度)

中高年齢者など筋機能の低下を伴う人や腰部に痛みや不安を伴う人が安全かつ快適に着用して運動を行なうことのできるスポーツウェアとして、腰部を中心として腰部～臀部～大腿部までを全体的にサポートする新型の腰部サポータを開発した。

図9-46に、市販品と開発品のデザインを示す。市販品は背骨の両サイドに腰部支持用の樹脂ボーンが2本あるが、開発品は腰部全体を被覆する織物ボーンで腰部を支える構造になっている。

それぞれのサポータを着用して、立位と座位の繰り返し運動時の表面筋電位の解析の結果を、図9-47に示す。いずれの動作においても、開発品は少ない筋力で運動することができることがわかった。また、

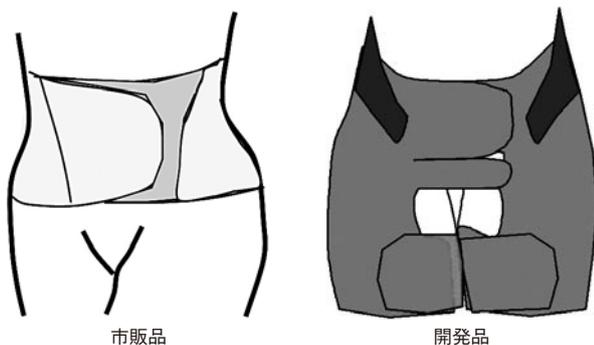


図9-46 腰用サポータのデザイン

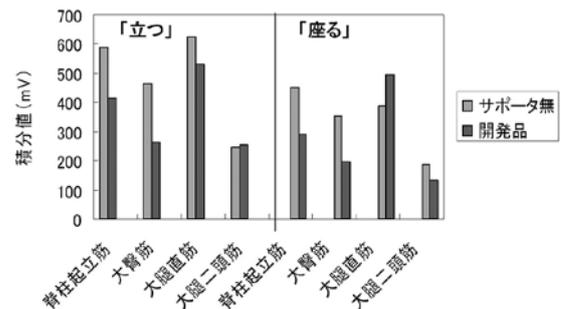


図9-47 立位と座位の繰り返し運動(5分間)の終了直前の筋電位積分値

主観評価では、開発品は市販品と比べ、腰部の支持感・安定感等に優れているという結果が得られた。

従来品と比べ、局所的な強い圧迫力が少なく、着用快適性とサポート効果の高いサポータの開発ができた。この研究は、富山県国際健康プラザ国際伝統医学センターと共同で行われた。

⑤着用快適性の高い腰痛防止用サポータ（企業との共同研究：平成18年度）

腰痛サポータは、腰痛予防や腰部への負担を軽減させる目的で着用されるものであり、胴部を局所的に圧迫することにより腰部をサポートする機能を持つ。しかし、この局所的な圧迫が腹部へ強い圧迫力（腹圧）となり、着用者に不快感をもたらすだけでなく、消化機能の低下や血行障害など健康に害を引き起こす可能性がある。そこで、腰部の安定性の向上や活動筋への負担を軽減するなどのサポート性能を保持しながら、腹部にかかる不快な圧迫力を低く抑えた従来にない着用快適性の高い腰痛サポータの開発を行った。

これまでの研究成果をもとに、材質、設計、デザインに改良を加えた。着用時の胴部にかかる圧力を、腰部、左右腸骨部に配置したクッション材に集中させることにより、腹部の応力を軽減させる。さらに補助ベルトを加え、臀部を包み込むような構造にすることにより、サポート感と安定感を高めた。開発品を、図9-48に示す。



図9-48 上：開発品 下：従来品

開発品と従来品について、被験者による着用実験を行った。実験項目を示す。

- ・運動時の運動時の筋電位測定、重心動揺
- ・立つ、座る、しゃがむ等動作時の衣服圧測定
- ・運動時の呼吸代謝
- ・上記動作時、運動時等での主観評価

個人差はあるものの、概ね開発品の方が腹圧の軽減、安定感の向上を示す結果となり、快適性がかなり改善されていることがわかった。主観評価の結果を図9-49に示す。

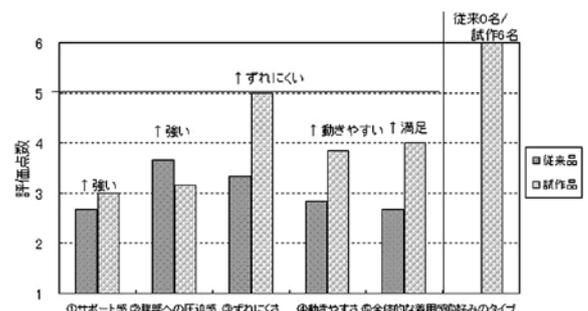


図9-49 運動時の主観評価

この研究は、富山県立中央病院と山屋産業(株)との共同で実施された。

⑥エネルギー消費を促進するウェアの開発（企業との共同研究：平成22年度）

現代社会において、より健康で豊かな生活を送るために、日常生活の中で健康や運動を意識し、歩行・階段昇降などの日常動作において効率的にエネルギー消費を促進できるウェアを開発した。開発ウェアの概要を、図9-50に示す。



図9-50 開発ウェア

開発ウェアは、臀部からハムストリングスにかけて樹脂プリントを施し、足上げ等の動作時に物理的な負荷がかかるよう設計した。

20～50歳代の健康な男性8名に開発したウェア（インナーパンツ）を着用させて踏台昇降運動を行い、呼気ガスデータから算出したエネルギー消費量を通常パンツを着用した場合と比較した。

実験結果を、図9-51に示す。この結果、開発パンツを着用した場合のエネルギー消費量は、通常パンツの場合に比べて、被験者平均で約7%有意に増加することがわかった。

本研究は、(株)ゴールドウインテクニカルセンターとの共同で行われた。本研究で開発したウェアは、「カロリーシェイパー」として、(株)ゴールドウインで商品化された。

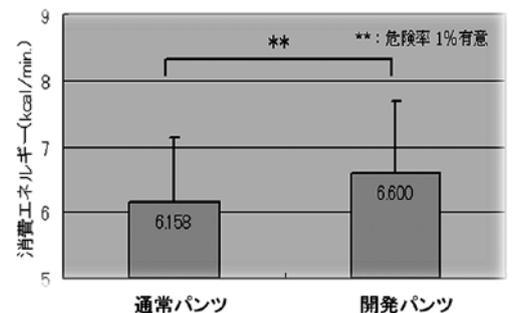


図9-51 運動時のエネルギー消費量

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

景気動向と新興国で生産される輸入品との価格競争など、厳しい環境下にある本県繊維業界ではあるが、高付加価値製品の開発をめざした共同研究が数多く実施されている。特に、人工気象室を用いた種々の環境負荷のもとでの人体生理データの取得と、大学や外部の医療系機関と連携しての解析にもとづく製品開発が、産地地域で行えることは、全国的にも例が少ない。

共同研究成果の商品化も始まっていることから、単に日常衣料といった商品製造から、自社製品型及び提案型企业へと変化していく過程において、少なからず支援機関としての役割が機能し始めているものと考えられる。

(5) 福祉介護用品の開発

急速な高齢化の進展等を背景に、高齢者や障害者の生活の質（QOL）の向上と自立の促進、介護者の負担の軽減のため、福祉用具開発への期待が高まっていた。富山県では、平成17年（2005）10月に「富山県福祉機器研究委員会」を設け、開発を実務面からサポートしてきた。また、平成19年（2007）2月には「富山県福祉機器開発推進会議」を設立し、福祉機器そのものの認知度向上や開発への取り組みを普及啓発することで、より重層的な支援が行える体制を構築した。

こうした状況下で、富山県工業技術センターでは、寝たきり状態でしばしば問題となる褥瘡（床ずれ）の予防を狙いとしたマット、クッションの試作開発に取り組んだ。

1) 研究の内容及び成果

- ①褥瘡予防療養マット試作（経常研究：平成19～20年度）
- ②小型振動モータを使った褥瘡予防療養マットの開発（経常研究：平成21～22年度）
- ③褥瘡予防療養マット試作品の開発（企業との共同研究：平成21年度）
- ④車椅子用褥瘡予防クッションの開発（企業との共同研究：平成22年度）
- ⑤褥瘡予防クッションの開発（A-STEP FS探索タイプ：平成22年度）

平成11年版厚生白書によれば、寝たきり、認知症及び虚弱を合わせた要介護高齢者等の数は、平成12年（2000）には280万人、平成37年（2025）には倍近い520万人と推定されている。

寝たきり高齢者では褥瘡が発症しやすく、その発症と悪化の予防には、圧迫の回避が必要である。これまで、臥床時の体圧分散を目的として、送風装置又は空気圧調整装置を備えた空気マットやスポンジ状低反発素材を用いた床ずれ予防マットレスが使われてきた。これらは、ある程度褥瘡を起こしにくくできるが、その柔らかさのためマット上で自発的に身体を動かすことが難しく、自ら身体を動かそうとする意欲を奪い、意識レベルの低下や痴呆の進行などを招きやすい。このため、マットには、身体を自発的に動かすための“硬さ”と、圧力の集中が起きない“柔らかさ”の両方が求められている。

この問題点を解決するため、「褥瘡予防療養マットの試作」において、樹脂粉末と水との混合物の凝集性と振動を加えたときにこれらの混合物が流動化する現象を応用した褥瘡予防マットの原型を開発をした。構造を、図9-52に示す。

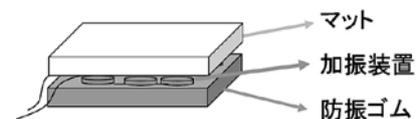


図9-52 褥瘡予防療養マットの原理

このマットは、袋入りの濡れた樹脂砂でできており、通常は適切な硬さを持つマット表面で身体を支えている。体位を変えるときなどに、一時的にマット全体に振動を加えることにより、マットの内部の粉体と水の混合物を流動化させ、最も褥瘡のできやすい骨の周辺部分を選択的に沈みこませ、振動をとめれば再び固化しこの骨の周辺部分を除圧した状態で身体を支えることができる。

ベッド用マットレスとして使用する場合には、このマットの基本セルを縦横に複数個敷き詰め、また車椅子用には、座布団程度の大きさの基本セルを敷いて使用することを想定した。

さらに、「小型振動モータを使った褥瘡予防療養マットの開発」では、携帯電話用の小型振動モータを振動版に埋め込んだ加振装置を開発するとともに、マット上の人の動きを察知して加振装置を起動する圧力センサ機構を開発した。一辺が25mmのポリエステル樹脂板に振動モータを固定し、同形のポリエステ

ル樹脂板にタクトスイッチを用いた圧力センサをそれぞれ72個を交互に接続して、センサ機能付の加振装置を構成した。図9-53に、概要を示す。

褥瘡予防の目標圧力を35mmHgとした動作試験では、姿勢を変えて圧力集中が起きたときに振動が開始し、樹脂袋の内部が流動化し変形が起きることにより圧力集中が解消され、振動が停止することが確認された。

一方で、(株)マスオカとは実用をめざした共同研究がすすめられた。粉体と水との混合物を袋詰めする封止技術の開発によって、実用レベルの試作が可能となった。振動を開始させる圧力センサとは別に、およそ5分に1回、自動的に指定した時間(10秒間～80秒程度)で振動させる回路を持った車椅子用褥瘡予防クッション(図9-54)を試作し、着座時の圧力測定を行った。その結果、図9-55に示すように、褥瘡予防クッションは硬い材質のため、着座直後は尾てい骨周辺の圧力が高いが、定期的な振動によって除圧が行われるため、硬い材質にも関わらず一箇所に圧力集中が起これ続けることはない。このように、長時間の使用に対しても、圧力集中を防ぐことができることが確認された。

また、平成22(2010)年度に科学技術振興機構(JST)A-STEP FS探索タイプの採択を受け、金沢大学の須釜教授との共同で、従来開発品の欠点であったクッションの重量と、臀部が冷たいという問題を解消すべく研究に取り組んだ。マイクロバルーン(気体入りカプセル)に置き換え、その袋の設置方法の工夫により、この2つの欠点はほぼ解消できた。

2) 業界等への技術的貢献と波及効果

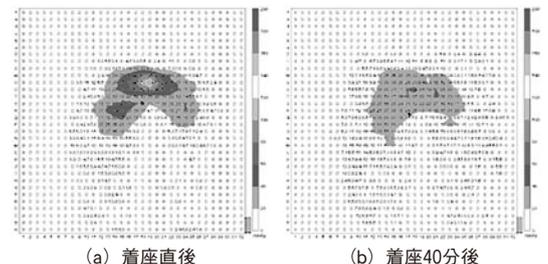
マットの基本原理、構造については、経常研究として富山県工業技術センターで研究がすすめられた。このマットは、平成20(2008)年度福祉用具アイデアコンクールのアイデア部門において最優秀賞を受賞した。一方、株式会社マスオカとは、実用をめざした共同研究がすすめられた。粉体と水との混合物を袋詰めする封止技術の開発によって、マットの断熱方法の検討などの改良を加えて、褥瘡予防療養マットを試作し、平成21年(2009)10月に米国アトランタで開催された福祉機器展(Medtrade 2009)に出品した。さらに、圧力センサ付きの軽量化した車椅子用の褥瘡予防クッションを試作し、国際福祉機器展(H.C.R2010)に出品した。車椅子利用者や介護福祉関係者の関心も強く、製品化への早急な取り組みが期待されている。



図9-53 小型振動モータを用いた加振装置



図9-54 車椅子用褥瘡予防クッション



(a) 着座直後

(b) 着座40分後

図9-55 車椅子用褥瘡予防クッションの圧力分布の時間変化

10 デザイン・工芸分野

工業試験場時代は、本場のほか井波分室、魚津分室でもデザイン・工芸分野の研究指導にあたっていた。木彫刻や漆芸に関する指導・育成業務を行っていた井波分室は、昭和60年(1985)の県の機構改革で工業試験場に統合された。また、魚津漆器に代表される木漆工の育成支援にあたっていた魚津分室は、昭和61年(1986)の工業技術センターの設置に合わせて、中央研究所に統合された。以降、中央研究所工芸技術課において、工芸技術及び工業デザイン分野の研究及び指導業務を担っていたが、平成11年(1999)に富山県総合デザインセンターが設置されると、県のデザイン振興施策のもと、これらの業務はデザインセンターへ移管された。

(1) 金属工芸、鑄造技術に関する開発研究

1) 鑄型技術開発、精密鑄造用鑄型の開発研究について

- ・貝化石粉末を用いた易崩壊性セラミックシェル鑄型について(昭和61年)
- ・貝化石を用いたセラミック鑄型によるアルミニウム精鑄品への適用化(昭和62年)

従来のロストワックス法におけるセラミックシェル鑄型の工程を改善することを目的に、県西部で豊富に産出する貝化石粉末に着目し、鑄型基材に供した。貝化石に含有する炭酸カルシウムは、加熱により炭酸ガスを放出して酸化カルシウムに変化する。さらに吸湿または水を加えることにより、発熱と同時に膨張崩壊し、水酸化カルシウムとなる。銅合金鑄物への適応性に関する研究を行った。

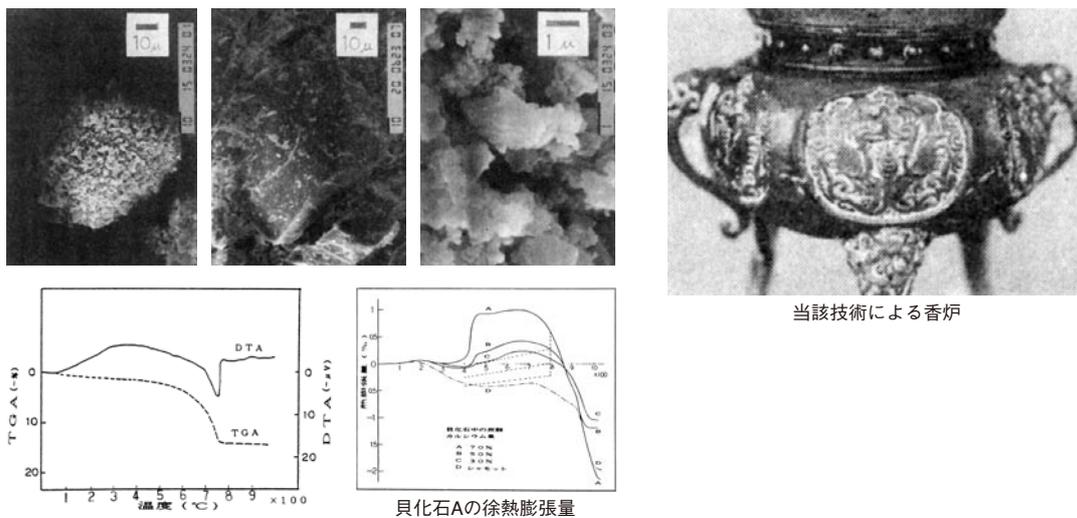


図10-1 貝化石粉末を用いた易崩壊性セラミックシェル鑄型について(昭和61年)

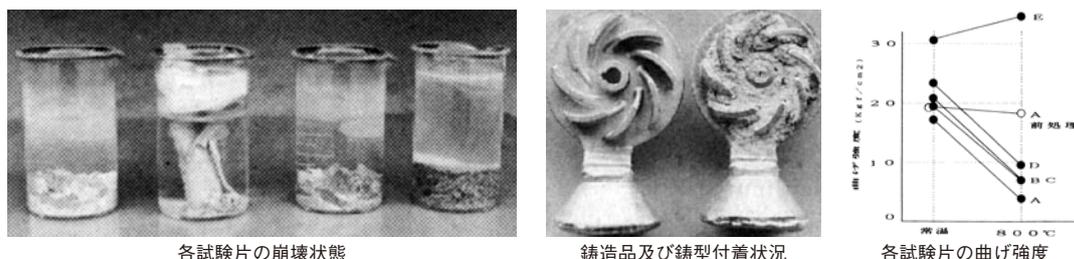


図10-2 貝化石を用いたセラミック鑄型によるアルミニウム精鑄品への適用化(昭和62年)

・水溶性フェノール樹脂を粘結剤とするアルミナ系中子の開発(昭和62年)

通常、中子の大半はシェルモールド法によって造型され、複雑形状や高精度を要求される中子は、鋳込法、射出成形法等によって行われている。しかし、中子コストが高いために一般機械部品への実用が少ないのが現状である。そのため、水溶性フェノール樹脂・水・耐火物材料等を用いて、鋳込法によって造型した。

複雑形状の成形性、高い寸法精度、中子の容易な除去、低コスト化等、種々の特徴を具備する中子成型技術を確立し、銅合金のみならず鋳鋼品用の中子を製造することを目的として、中子成型から鋳造までの一連の工程について研究を行った。

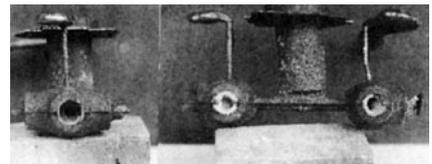


図10-3 鋳造後の中子状態

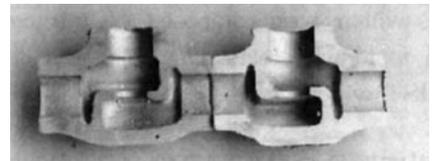


図10-4 ブラスト処理後の中子

・シリコンゴム型による複雑形状のセラミックス成形体の製造(昭和63年)

従来方法では、バリ発生のため寸法精度の低下や、成形体中心部の水分分布による変形や割れ等の問題点があった。この問題点を改善するため、シリコンゴム型を用い、水溶性フェノール樹脂をバインダとする泥しよりの鋳込み成形法による複雑形状セラミックス成形体の製造に関する研究を行った。

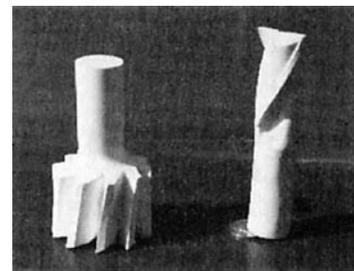
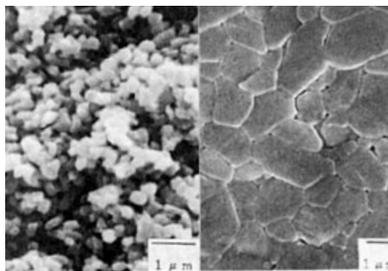
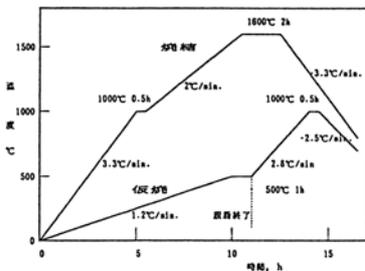
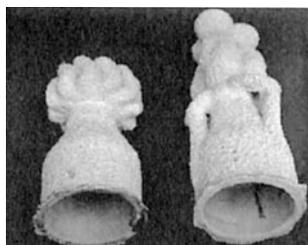


図10-5 シリコンゴム型による複雑形状のセラミックス成形体の製造(昭和63年)

・チタン及びチタン合金の溶解及び鋳造技術の開発、チタン精密鋳造用鋳型の研究(平成2年)

セラミックシェル鋳型用耐火物としてイットリア安定化ジルコニア及びアルミナ、チタンの溶製は自家製カルシアルツボで行った。溶解及び鋳造は高周波誘導型の真空炉によって行い、純チタンの精密鋳造について研究を行った。初層コーティングにPC樹脂溶液をバインダ、イットリア安定化ジルコニアを耐火物とするセラミックシェル鋳型の開発をし、精密鋳造法による製品化が可能になった。



脱ワックス後の鋳型



ワックス模型



鋳造品



ワックス模型



鋳造品

図10-6 チタン精密鋳造用鋳型の研究(平成2年)

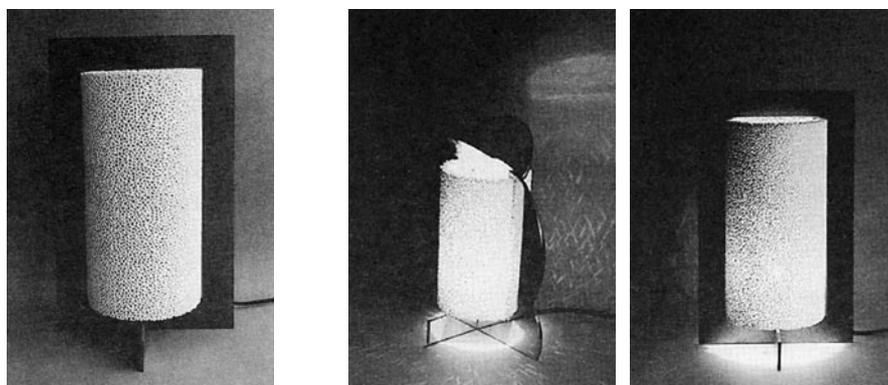
・チタン精密鑄造用鑄型の開発（平成元年）

鑄型コーティング、脱ワックス、高温焼成等、一連の工程において実用に供しうるチタン精鑄用セラミックシェル鑄型の開発を目的として、初層コーティング耐火物にはカルシア安定化ジルコニウムを使用し、また初層用粘結剤にはポリカーボネート樹脂（PC）をテトラヒドロフラン（THF）で溶解して開発試作した樹脂溶液を初層用粘結剤とする鑄型の強度、脱ワックス性、鑄型収縮等について研究を行った。

2) 金属製品等の開発研究及び試作について

・銅合金とセラミックス多孔体の複合化による工芸品の試作（平成4～5年）

仏具・花器・置物等を主要製品とする高岡銅器は、銅合金鑄物の研磨・着色等により付加価値を高めることに主眼をおき、商品デザインは伝統的な形状を踏襲しているのが実情である。従って、近年の住環境の変化あるいは価値観の多様化傾向に対応した商品デザイン展開力や種々の機能を付与した商品開発力が弱い。そこで、銅合金とセラミックスを複合化した照明器具、蛍光機能や芳香機能を付与した置物を試作し、工芸鑄物分野での一つの商品展開を試みる研究を行った。



純チタン板-セラミックス多孔体
照明器具
照明状態
図10-7 銅合金とセラミックス多孔体の複合化による工芸品の試作 照明器具（平成4～5年）

・金属鏡の製造方法（平成5年）

古来、日本や中国に伝わる魔鏡（中国では透光鏡）といわれる金属鏡は、鏡面は肉眼ではひずみを認めない普通の鏡でありながら、鏡面に太陽光などの平行光線を当てて投影すると文字、マリア像等の明暗画像として写し出される。江戸時代から伝わる技術もあるが、その技術は難しく一般の人には製作不能な秘伝となっている。そこで、精密旋盤で加工した金属面に印刷でマスクングし研磨するという方法により、従来の欠点を解消する金属鏡の製造法の研究を行った。



(投影像は、製作した金属鏡に太陽光線をあて反射し、1m離れたスクリーン上のもの)
作製金属鏡の光線反射投影像

(マスクパターン画像上に対応した金属鏡の表面形状測定範囲)

金属鏡の表面形状評価結果

図10-8 金属鏡の光線反射投影像、金属鏡の表面形状評価結果（平成5年）

(2) 漆工芸、塗装技術の開発研究

1) 塗装技術の開発研究について

- ・アルミニウム合金の電着・粉体複合塗装技術の開発研究（昭和63年）

アルミニウム塗装製品（サッシ・門扉等）の塗装は、一般には溶剤型塗料を用いて塗装されている。これらの製品を寒暖の差の大きい条件下で使用していると、環境変化により、アルミニウム素地と塗膜付着不良、ふくれ等が発生し、製品価値を著しく低下させている。そこで、

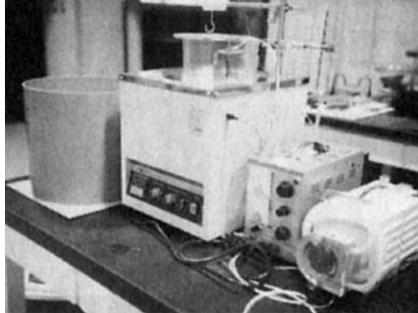


図10-9 電着塗装装置

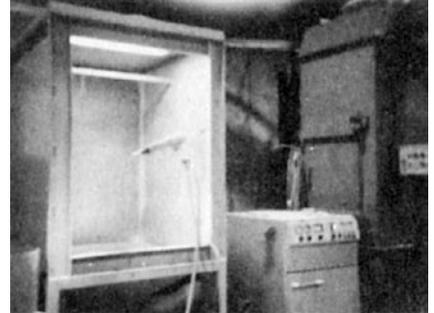


図10-10 粉体電着塗装機

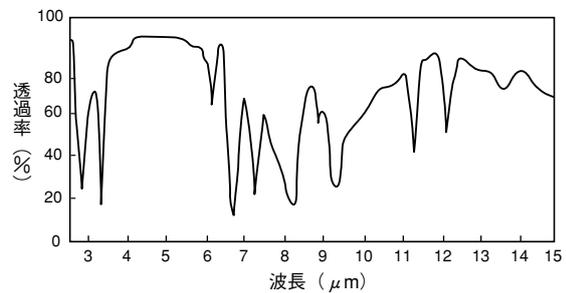
著しい環境変化に対応可能な塗膜性能向上のため、塗装工程として、初めに電着塗装による塗膜を形成した後、直ちに粉体塗装を行い、この複合塗装塗膜と溶剤型塗膜との性能評価試験研究を行った。

- ・遠赤外線照射による漆器の硬化技術研究（平成4年）

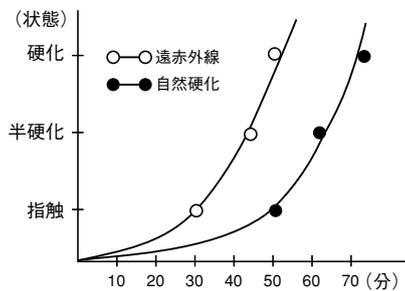
漆器を製作する工程において、漆塗料の硬化は一般に自然乾燥（20℃・85%RH）で約5～10時間必要とするため、下塗り、中塗り、上塗りにそれぞれ長時間の硬化乾燥時間を必要とするので、塗装効率を著しく低下させている。そこで、今日、各方面で注目されている遠赤外線を応用し、漆塗料に照射して、その適正塗膜硬化乾燥条件についての研究を行った。



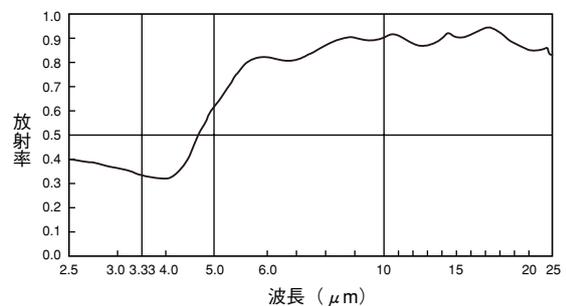
漆乾燥装置



漆塗料の赤外吸収スペクトル



漆塗料の硬化乾燥(セッティング30分後)



遠赤外線ヒーターの放射スペクトル

図10-11 遠赤外線照射による漆器の硬化技術研究（平成4年）

2) 漆塗り技術の開発研究について

・彫刻漆器の塗装加飾研究（平成5年）

高岡漆器を代表する彫刻塗りの漆器の製作方法は、木地に唐風様式の彫刻を行い、アヤメ科の植物の茎より採取した「マコモ粉」を漆塗膜の半乾燥状態の時に付着させたり、塗膜面を研ぎ出したりするといった高等漆芸手法の一つである古味付け技法が用いられ、日用品、室内装飾品等様々な工芸品を製作してきた。しかし、この古味付けの技法で仕上げをした製品は、一般に古美術的要素があるため、購買層が熟年以上に偏る傾向にある。この問題を解決するため、古味付けによらない、彫刻塗り漆器の塗装方法の改善として、研ぎ出し技法、変わり塗り技法、サンドブラスト法により購買層を30～40代にターゲットをしばったサービストレーの試作研究を行った。



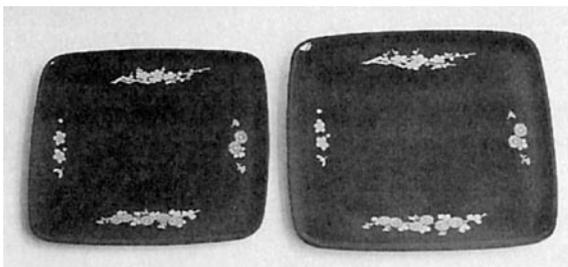
図10-12 彫刻漆器の塗装加飾研究によるサービストレー試作品（平成5年）

・漆器の加飾技術と試作研究（平成5年）

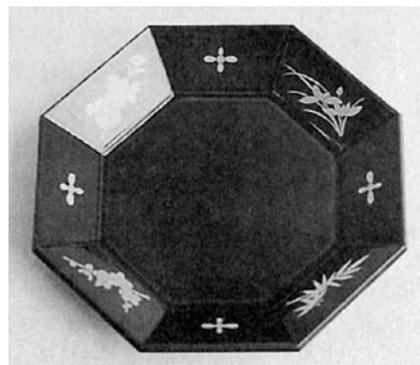
高岡漆器を代表する仕上げ加工法には、青貝塗り、彫刻塗り、勇助塗り等があり、その特徴は多種多様な加飾技法にある。この優れた加飾技法を活かした漆工芸品、室内インテリア製品等を生産し今日に至っている。しかし、伝統的な材料の使用、手加工生産のため低い生産性、技術の習得に長時間必要とする等が生産性向上のネックになっている。そこで、生産性を低下させないで、新材料や新加工技術の応用による、乾漆技法による照明器具の試作研究、シルクスクリーン印刷技術の応用による色紙箱の試作研究を行った。

・漆芸加工技術応用による地場製品の開発研究（平成7～9年）

付加価値の向上を目的に岐阜県と技術交流を図りながら、富山県固有の漆芸加工技術の「箔絵技法」と岐阜県の「春慶塗り技法」を複合し、現代感覚に適合したサービストレー、花器、盛器等の開発を行った。



サービストレーの試作品



八角盛器の試作品

図10-13 漆芸加工技術応用による地場製品の開発研究試作品（平成7～9年）

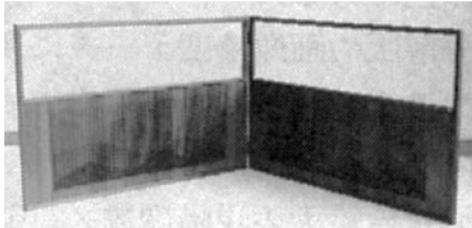
(3) 木工芸の開発研究、スクリーン印刷技術の開発研究

1) 木製品の開発研究について

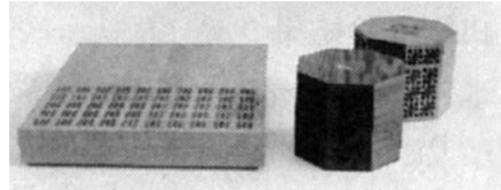
- ・炭酸ガスレーザー加工による木製品の開発（昭和62年）
- ・炭酸ガスレーザーによる木材の切断加工法の研究（平成2年）

木彫産業に新製品の開発を図るため、従来の糸鋸加工では出来ない繊細な文様を施すため、炭酸ガスレーザー加工装置を使用して、透し彫り彫刻、異種材を嵌め込んだ木象嵌等高級品の開発を目的とし、木製品の試作研究を行った。

試作開発品には、次のような風炉先屏風、小箱、色紙箱等の試作例がある。



風炉先屏風



小箱 色紙箱

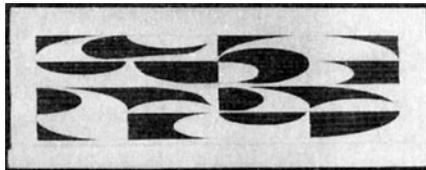
図10-14 炭酸ガスレーザー加工による木製品の開発例（昭和62年）

- ・カッティングによるサンドブラストマスクング法の研究（平成元年）

木製品の加飾技術の向上を図るため、コンピュータとカッティングプロッタにより、マスクングパターンを作成し、サンドブラスト処理で表面加工した新しい加飾法について研究を行った。



基本図形



基本図形を縦方向1/2縮小
横方向1.5倍に拡大



スギ材

ブラスト条件：
時間 10秒、距離 10cm
空気圧 3 kg/cm²



キリ材

ブラスト条件：
時間 10秒、距離 20cm
空気圧 3 kg/cm²

ブラスト試験

図10-15 カッティングによるサンドブラストマスクング法の研究（平成元年）

- ・自然の形態を応用した木製品の開発・試作（平成9年）

自然からの本質的な形態を探り出し、デザイン提案していく必要があると考え、どのように木製品のデザインに応用し、展開していくか検討を行った。

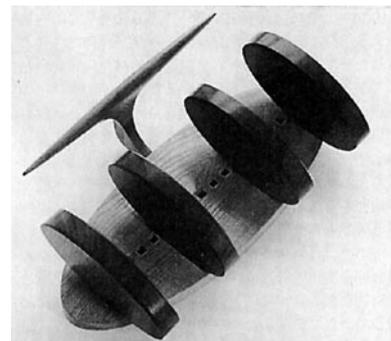
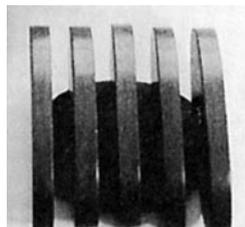
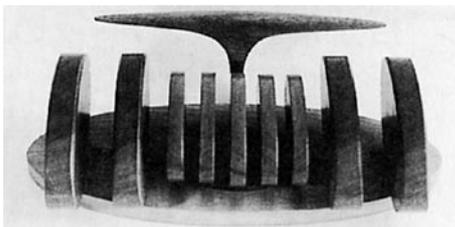


図10-16 自然の形態を応用した木製品の試作品 ブックスタンド・CDラック（平成9年）

2) スクリーン印刷技術の開発研究について

・パソコンによるスクリーン印刷の色分解法の研究（昭和62年）

CADやコンピュータグラフィックスなどの画像処理結果のコンピュータ画像はディスプレイ装置に出力されるか、プリンタ等を使用しハードコピーされる。しかし、ディスプレイ画像は揮発性であることやハードコピー画像は量産を目的とした製品上に直接印刷することができないため、その画像を製品に利用するには、スクリーン印刷等の方法を取らなければならない。スクリーン印刷は、工芸品からプラスチック製品、ネームプレート、電子部品などあらゆる産業分野に使われている。そこで、コンピュータ画像をカラースクリーン印刷するための色分解の方法に関する研究を行った。

・カラースクリーン印刷の発色性の研究（昭和63年）

発色性の改善のため3原色に透明インキを配合しスクリーン印刷でカラーチャートを作り、機器測色等により発色性に関する研究を行った。

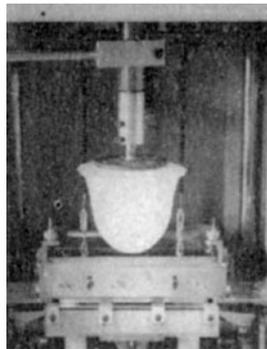
・曲面印刷の精度向上研究（平成元年）

漆器、陶磁器等工芸品の絵付けから抵抗体、コンデンサ等電子部品のマーキングまで工業製品の三次曲面の印刷は、ゴムの転写体を持つ凸版オフセット印刷法や凹版オフセット印刷法で行われている。俗にタコ印刷とも呼ばれるこの印刷方法では、品物の形状やカーブにより印刷画像に歪みをおこし、この印刷歪は製品の価値を半減させる。そこで、曲面印刷の精度向上を目的として、凹面曲面印刷における、品物の形状と印刷の歪みの関係について研究を行った。

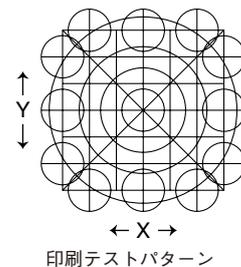
パッド作成に使用したシリコーンゴムの特性値

項目	特性値
比重	1.02
硬さ	12
引張強さ Kgf/cm ² (MPa)	3(0.3)
伸び%	300

(硬さはスポンジ硬度計(アスカーC型)での測定値)



印刷機に取付けた作製のプリンティングパッド



印刷テストパターン

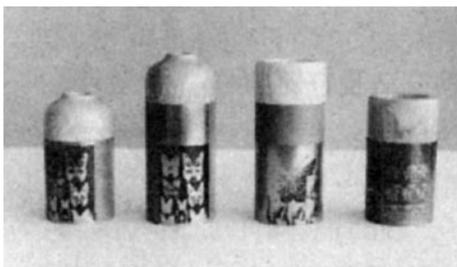
図10-17 曲面印刷機とパッド特性、テストパターン（平成元年）

(4) 異種材料による複合化等のデザイン開発研究について

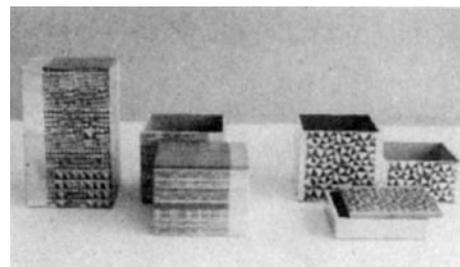
1) 異種材料による複合化デザイン開発研究について

・異種材料によるテーブルウェアの開発について（昭和61年）

昭和61年(1986)頃、県内の高岡銅器、高岡漆器、井波彫刻、庄川挽物木地等の各地場産地では、景気の低迷にともない新製品開発事業が実施され、異業種交流も活発化しており、当センターでも異種材料の複合化によるデザイン開発の研究を行った。



フラワーベース

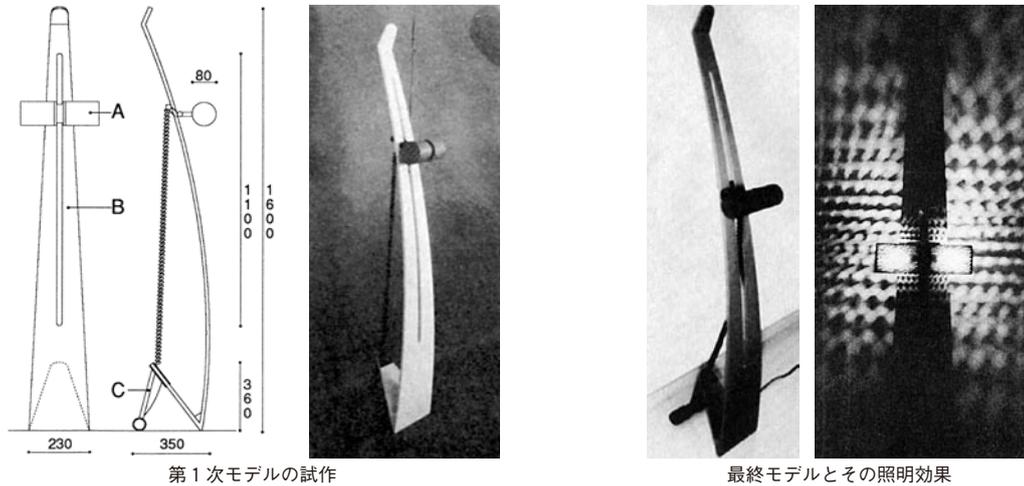


フリーボックス

図10-18 異種材料による複合化デザイン開発製品試作品（昭和61年）

- ・照明器具のデザイン開発（平成3年）
- ・照明器具のデザイン開発（第2報）（平成4年）

ファッション化、情報化、ソフト化等第3次産業の著しく進展が進む中、未だ県内企業においては素材加工、部品加工等の中間製品メーカーが多い現状である。現状を把握した上で県内企業における製品の新たな分野を開拓すべく若い世代の新しいライフスタイルにあった照明器具をデザインし、県内中小企業の活性化に役立つよう新製品開発研究を行った。



第1次モデルの試作

最終モデルとその照明効果

図10-19 照明器具のデザイン開発（平成3～4年）

2) インテリア・家具製品の開発研究について

- ・アルミ及び木材を使ったインテリア・家具製品の開発試作（平成8年）

異業種間交流の製品開発として、本県の産業であるアルミと木工芸デザインとの融合を図り、インテリア製品開発に向けて試作を行った。



試作品1



試作品2

図10-20 自然の形態を応用した木製品の開発（平成8年）

(5) コンピュータによる工芸デザインの開発研究

1) コンピュータによる工芸デザインの研究について

- ・コンピュータによる加飾デザインの研究について（昭和61年）

昭和61年(1986)頃には、パーソナルコンピュータが普及し、それに伴い従来は手作業を主として行ってきたデザイン開発にも、コンピュータ利用の動向が高まってきた。

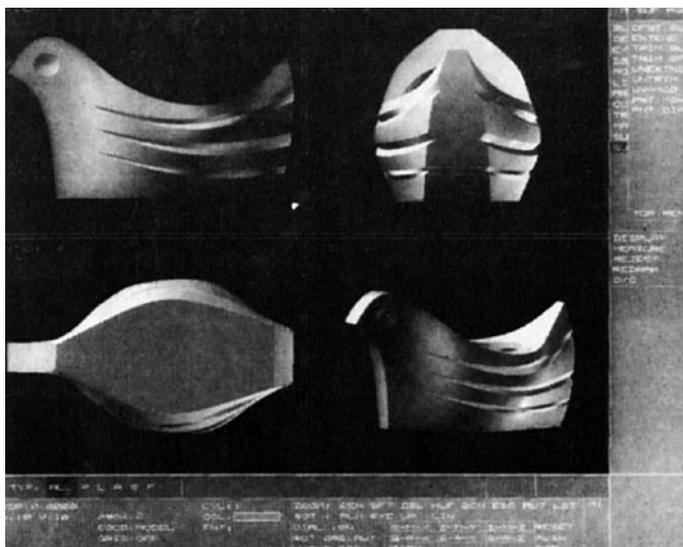
銅器、漆器、木製品等の県内地場産業の製品開発にもコンピュータを活用するため、そのソフト開発、及びコンピュータ利用技術による製品デザイン開発の研究を行った。

- ・コンピュータ応用デザインによるテーブルウェアの開発（平成4年）

- ・CG・CAD利用によるデザイン手法について（平成4年）

平成4年(1992)頃になると、CADシステムの性能の進歩、向上は目ざましく、機械設計、金型設計、建築設計等工学分野の利用が進んでいるが、工芸、工業デザイン等のデザイン分野の利用は遅れていた。そこで、工芸品のデザインへの利用促進を図るため、CAD応用デザイン事例の研究を行った。設備として、3次元CADシステムが、ハード及びソフト共に導入され、3次元のCADモデリングの研究を行った。

また、企業との共同研究でもCG・CAD利用によるデザイン手法についての研究を行った。



CADモデリング結果

図10-21 コンピュータ応用デザインによるテーブルウェアの開発（平成4年）

- ・新デザイン手法として形態研究と製品化への応用（Ⅱ）（平成5年）

従来のデザイン論理である「形態は機能に従う」から「形態は機能を誘発する」といった時代の到来であり、技術革新と共にメカニズムよりも造型の自由度が大きくなっている。言語誘導とストレスによる形態から、材料特性による形態の採集を行い、それを金属工芸に展開していくというような研究を行った。

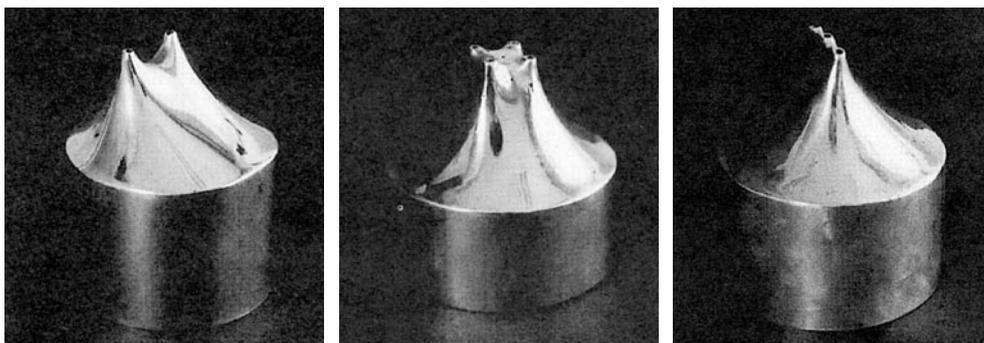


図10-22 形態研究の金属工芸品への展開 試作例（平成5年）

- ・デザインにおける3次元形状入力方法に関する研究(平成8年)

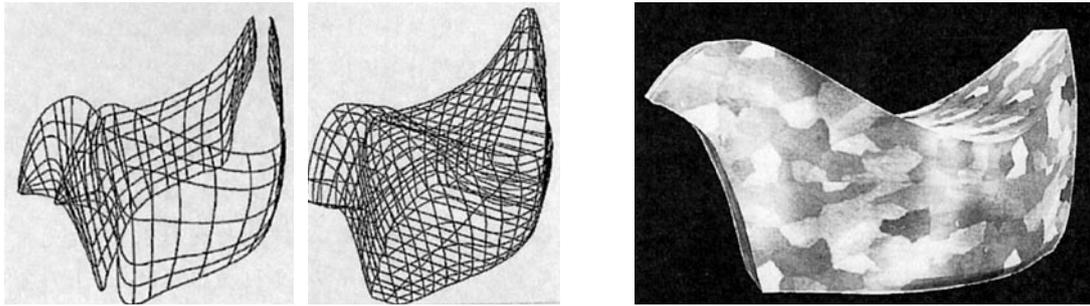


図10-23 サーフェスの修正と光造形によるモデルとマッピング画像(平成8年)

- ・光造形機を用いた鋳物造形の効率化に関する研究(平成9年)
- ・光造形応用による漆工芸品の加飾技術研究(平成10年)
- ・ラビットプロトタイピングによる簡易成型型の開発研究(平成11～12年)
- ・建築用フリーCADソフトのモックアップ制作への転用に関する研究(平成18年)

(6) 繊維デザインの開発研究

昭和61年(1986)に、工業試験場、繊維試験場を統合して工業技術センターを設置し、組織を企画管理部、中央研究所、繊維研究所、富山研究所とした。

繊維デザイン分野の研究は「繊維研究所」が担っていた。さらに、繊維研究所は平成9年(1997)に移転新築し、「生活工学研究所」と改称した。

1) 繊維デザイン創作研究について

- ・衣料・インテリア用品のプリントデザインの創作について(昭和61年)
- ・衣料・産業用ニット・織物デザインの創作について(昭和61年)
- ・衣料・インテリア用品のプリントデザイン(昭和62年)
- ・衣料・産業用ニット・織物デザイン(昭和62年)

昭和61年(1986)頃、県内繊維産業は内需への転換が望まれており、衣料、インテリア、産業用ニット、織物製品等の新商品開発のため、新しいテキスタイルデザインの表現技術等の導入を図って、消費者の個性化、多様化に対応した商品化と高付加価値化が必要であった。そのためのデザイン試作の研究を継続的に行っている。当時はケント紙にポスターカラーを使用した、手描きデザインの創作研究が主であった。

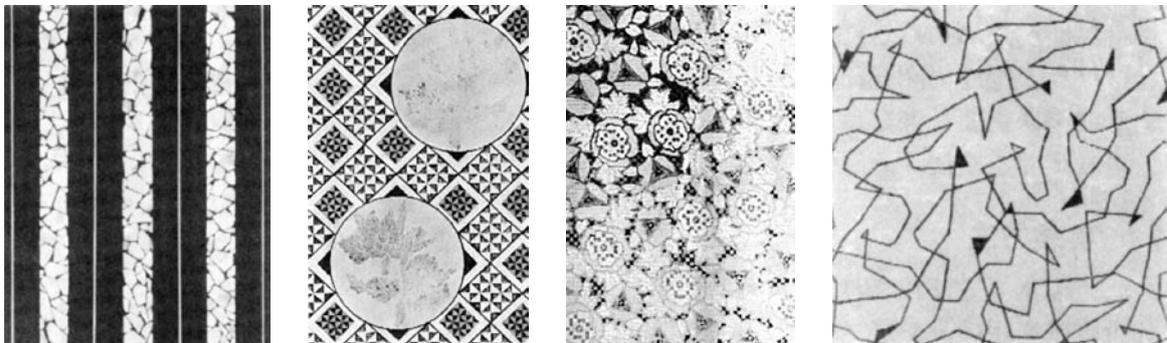


図10-24 昭和61～63年の繊維デザイン試作例

2) ファッションカラーの研究について

・ファッションカラーの研究（昭和61年）

昭和36年(1961)から始めた「趣向色調査」の研究では、県内繊維産業の内需向製品や商品のデザイン、色彩計画の参考のため、県内の女子学生を対象とした婦人服に対する“色の好み”の実態調査及び、流行色に対する情報を基にした“ファッションカラー”における比較解析により、年2回（春夏、秋冬）に分けたカラー創作と資料の作成を行ってきた。しかし、この昭和61年(1986)のファッションカラーの研究を最後に25年間継続した調査研究は終了となった。

3) ニット・テキスタイルデザインの技術開発研究について

平成6(1994)年度には、繊維研究所に「テキスタイルCAD」が導入され、繊維製品のデザイン開発やシミュレーション技術を含む繊維デザイン研究を行った。

・テキスタイルCADによる地場産布地のシミュレーション表現技術の研究（平成6年）

コンピュータ技術の進歩により、素材感や質感までもデザインシミュレーションの表現が可能になり、より現実に近いリアルな表現が可能になった。そこで当県のため編業界にもこの技術を活用しようと、カーシート等の自動車用内装材に使用される、たて編みトリコット地と、水着やレオタード等に使用される伸縮性の高いスパandex布地を対象に研究を行った。



図10-25 テキスタイルCADマッピングによるカーシートのシミュレーション例（平成6年）

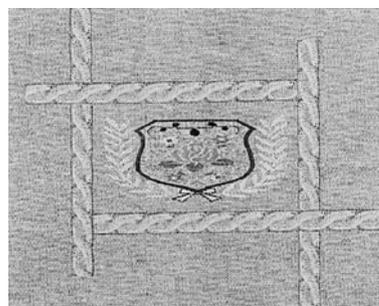
平成7(1995)年度には、コンピュータ横編機とデザイン装置がCAD・CAMシステムとして導入され、横編ニット製品のデザイン開発研究を行った。また、この設備を利用して年間に数回、「横編みニット技術研究会」を、その後毎年開催した。さらに、平成19(2007)年度には、無縫製横編機とデザインシステムが設置され、より高品質な繊維製品のデザイン開発研究を行った。

・横編みニットと異素材の複合デザイン製品の開発（平成9年）

・横編みニット製品の加飾技術に関する研究（平成10年）



図10-26 横編みニットと異素材の複合デザイン製品の開発（平成9年）



リンクングと刺繍を併用した加飾例

図10-27 横編みニット製品の加飾技術に関する研究（平成10年）

4) 繊維製品試作の開発研究について

・農家のヤング向けワーキング・カジュアルウェアの開発研究（昭和63年）

地方の農家では若い人の減少傾向が続き、農作業は機械化が進んだものの、昔ながらの野良仕事というイメージが付きまとい、若年層からは敬遠されている。そこで農家のミス、ヤングミセスを対象を絞って、今までとは全く違ったイメージで農作業が楽しくなるような、また家の中でもくつろいで着られるような、農家のヤング向けのワーキング・カジュアルウェアという新しいアイテムを狙いとした試作開発研究を行った。



図10-28 農家のヤング向けワーキング・カジュアルウェアの試作例（昭和63年）

5) 衣服の快適性・機能性とデザイン設計に関する研究について

- ・衣服の構造形態と保温性からみた防寒衣服の開発研究（平成元年）
- ・人体の熱・水分移動特性に及ぼす衣服のゆとりについての研究（平成元年）
- ・室内環境における衣服構造と生理現象に関する研究（平成11～13年）
- ・高機能型商品（健康衣服）開発と支援研究（平成14～16年）
- ・織物・ニットの複合化による高性能性衣料の開発（平成17～19年）
- ・発汗時を考慮した高機能インナーウェアの開発研究（平成20～22年）
- ・発汗サーマルマネキンによる機能性衣服の評価研究（平成23～）

以上のような、衣服の快適性・機能性関連研究の中においては、衣服のデザイン設計等のデザイン要素を含む研究を行った。

(7) その他のデザイン関連研究

1) 色彩心理の研究開発について

- ・快適空間と色彩心理に関する研究（平成5年）

生活の中にも快適性が強く求められる時代になっている。また、労働環境の整備問題の発生にともない、工場の作業空間においても快適性が強く要望される時代になっている。快適な労働空間創造のための空間設計や色彩計画はその重要性を増している。そこで、作業空間の色彩が快適性に及ぼす心理的鋭気用を考慮し、色彩計画の指針を研究した。対象としては、近年若年層の人員確保が問題になっている縫製企業の、工場の作業空間を想定して研究を行った。

2) ゆらぎのデザイン研究について

- ・非平衡ゆらぎを利用したデザイン開発（平成6年）
- ・現代芸術に見られる非平衡的揺らぎの研究（平成8年）

風の声、小川のせせらぎ、流れる雲を見て人は安らぎを感じる。また、木立の生え方、幹や枝の曲がり方にも独特のリズムが感じられて、それが人に快さをもたらす。このような自然界の特徴、生物のもっている熱的な非平衡メカニズムを取り入れたモデルを計算機上で作成し、その中に現れる非平衡揺らぎを使ってデザインを作成する研究を行った。

u (x, y)の値	割り当てる色彩
u min ~ u min+d	DARKBLUE
u min+d・1 ~ u min+d・2	DARKGREEN
u min+d・2 ~ u min+d・3	DARKCYAN
u min+d・3 ~ u min+d・4	DARKRED
u min+d・4 ~ u min+d・5	DARKMAGENTA
u min+d・5 ~ u min+d・6	DARKYELLOW
u min+d・6 ~ u max	DARKWHITE



s1=800,s2=800,s3=50 ,a=40
 $\omega 1=70.0$ $\omega 2=70.0$

図10-29 非平衡ゆらぎを利用したデザイン開発例（平成6年）