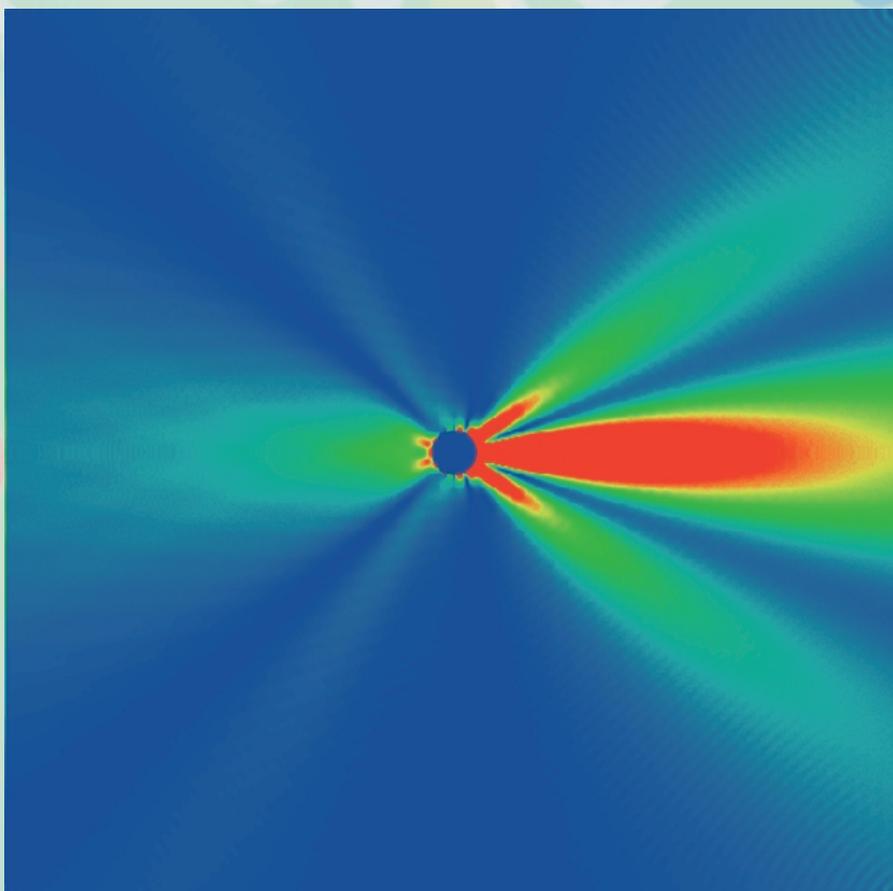


住友化学

2007-1 技術誌



光学フィルム用拡散粒子の散乱シミュレーション

住友化学

目次
2007-1

随 想

偶然と必然と経験

住友化学株式会社 執行役員 津田 重典 2

総説・解説

液晶TV用光拡散板の開発 4

最先端の水稲用基肥一発肥料“楽一®”の開発

- コシヒカリ等の良食味品種専用肥料 - 13

高純度アルミナの新規開発 24

易加工性EPDMの開発

- 防振ゴム分野を目指して - 33

膜技術プロセスの開発と応用展開 40

胚性幹細胞（ES細胞）を利用した安全性評価研究 49

トピックス

米倉社長がシンガポール「パブリック・サービス・スター」賞を受賞 ... 56

太陽電池事業で合併会社設立 56

三大感染症世界ビジネス連盟（GBC）に参加 57

製品紹介

光拡散板 スミベックス®E 58

極めてクリーン度の高い包装資材 サーモクリーン 58

化学品のGHS対応サービス 59

外部表彰受賞紹介

PRTR大賞2006 大賞 60

第53回（平成18年度）大河内記念生産賞 60

平成18年度 日本化学会 化学技術賞 61

平成18年度 化学工学会 奨励賞（内藤雅喜記念賞）..... 61

平成18年度 優秀省エネルギー機器表彰 資源エネルギー庁長官賞 62

2006年度 フィラー研究会 技術奨励賞 62

The Tech Museum Awards 63

外部発表紹介

..... 64



住友化学 抄録

液晶TV用光拡散板の開発

金光 昭佳、坂本 隆、井山 浩暢 4~12

液晶TVに代表される大画面の液晶バックライトシステムの多くは、直下型と呼ばれる方式が採用されている。この直下型バックライトユニットには、冷陰極管ランプのイメージを隠蔽するため、また、薄い光学フィルムを支える支持板として、光拡散板が用いられている。本報告では、この光拡散板に要求される諸特性と、その特性を得るための開発状況について述べ、併せて、最近の新しい動きについても概説する。

最先端の水稲用基肥一発肥料“楽一®”の開発 - コシヒカリ等の良食味品種専用肥料 -

柴田 秀之、竹林 禎浩 13~23

コシヒカリなど倒伏しやすいが食味の良い「長稈・良食味品種」専用の基肥一発肥料“楽一®”を開発した。“楽一®”は肥料成分と共に倒伏軽減剤ウニコナゾールPの溶出をコントロールする世界初の基肥一発肥料で、基肥時に一回施肥するだけで肥効を生育後半まで持続させると共に、倒伏を軽減することで最適穂肥時期に肥効を高めることを可能とした。本報告では“楽一®”の特長と水稲の生育、収量、玄米品質に及ぼす影響について概説する。

高純度アルミナの新規開発

藤原 進治、田村 泰章、真木 一、
東 紀史、竹内 美明 24~32

当社の高純度アルミナは、アルミニウムアルコキシドの加水分解法による量産技術を1981年に確立し、現在の生産能力は1500t/Yに達する。高純度アルミナの需要は、表示材料、エネルギー、自動車、半導体やコンピューター等の分野において広がりを見せている。本稿では、高純度アルミナの最近の用途展開例を紹介し、当社が新規に開発したアルミナ製品について述べる。

易加工性EPDMの開発

- 防振ゴム分野を目指して -

中野 貞之、佐々 龍生 33~39

加硫ゴム製品の生産は、インターナルミキサーやオープンロールなどの混練、押出成形、熱空気加硫などいくつかの工程を要し、これらが高い生産コストの理由の一つとなっている。

近年、我々は生産コストを削減できる易加工性エチレン-プロピレンゴム(GP-EPDM)の開発に注力しており、連続加硫用スポンジ材料に設計したGP-EPDM“エスプレン®7456”を上市した。

今回は、過酸化物架橋に適した防振ゴム用GP-EPDMを紹介する。本防振ゴム用GP-EPDMは、EPDMの比率が高い低充填配合でも優れたロール混練加工性を示し、次世代の自動車用マフラーハンガーに対応した優れた防振特性を示す。

膜技術プロセスの開発と応用展開

車谷 昌彦、北浦 武明 40~48

膜分離は分離機能を持つ膜を用い、分子量や化学的性質の違いから混合成分を分離する技術であり、相変化を利用する蒸留と比較して省エネルギープロセスであるのが特長である。一方で膜は乳化技術やメンブレンリアクターとしての利用も可能であり、その応用は分離用途だけにとどまらない。筆者らは、膜技術プロセス開発に取り組んでおり、本稿では樹脂溶液の分離、排水処理、色素の高度精製(脱塩)プロセスへの応用展開と新規技術について紹介する。

胚性幹細胞(ES細胞)を利用した安全性評価研究

堀江 宣行、樋口 敏浩、川村 聡、
斎藤 幸一、鈴木 紀之 49~55

ES細胞は自己複製能と多分化能を有する多能性幹細胞である。最近、ES細胞を化合物の安全性評価へ応用する試みが開始され、心筋細胞への分化能を利用した*in vitro*発生毒性試験(EST)がドイツで確立された。当社でもEST技術を導入し、欧州で行われた検証試験と同等の成績を得て、開発初期のスクリーニング系などへの利用を検討している。さらに、国家プロジェクトに参画して、より簡便で高精度な試験系の開発にも取り組んでいる。

偶然と必然と経験

住友化学株式会社
執行役員

津田 重典

Shigenori Tsuda



葡萄酒は古代エジプト人によって「偶然」に発見されたものと聞いた。古代エジプト人は果汁を蓄えて飲み物にしていたが、葡萄の果汁は有酸素状態でそのまま放置すると腐敗し酢酸発酵が起こるためなかなか保存が出来なかった。しかしある時、偶然に無酸素状態で保存された葡萄果汁は自然に入ったアルコール発酵菌によってアルコール発酵のみが進み、それを飲んだエジプト人が酔いを感じてそれを葡萄酒として発見したという。これはまさに「偶然」によって見出された偉大なる発明であるといえる。一方、全てを計算され尽くした「必然」による発明の典型が原子爆弾である。第二次大戦を早期に決着させ大戦後の世界における支配権獲得を狙った米国政府によって集められた科学者達は、自分達の発明する新型爆弾の破壊力や人類殺傷力の全てを計算に入れた上でこの発明を完成させた。まさに「必然」

から生まれた計算ずくの発明であったと思われる。もう一つの発明の起こり方は「偶然」でも「必然」でもなく、ある一つの目標感をもった研究者が長い年月の間に数々の試行錯誤を繰り返し、それによって得られた「経験」を科学に応用し続けた結果、最終的に発明にいたるという過程である。現在の企業研究における発明の多くはこの「経験」の蓄積によってもたらされている。即ち、いわゆる試行錯誤に基づくスクリーニングである。今ではこの「経験」による発明の過程をより科学的に分析し出来るだけ「必然」に近づけられるようにする数々の新しい手法が開発されている。化学の領域ではQSAR（構造活性相関）手法がそうである。

少し話は変わるが、化学物質の生理活性についての研究の中で、殺虫剤の昆虫の末梢神経に対する作用の研究は数十年も昔から行われてきたにもかかわらず、本当の作用機構についてはあまり解明されていない。一応、神経薬理学においては、殺虫剤は昆虫の神経のシナプス（神経接合部）におけるアセチルコリンによる神経伝達を阻害するような物質と、神経軸索上の神経膜を介したイオンの出入りによる神経伝導を阻害するような物質があることは解っているが、誰も映画“ミクロの決死圏”に出てくるような探検隊になって見て来たわけではなく色々な事象からそのように推定されているに過ぎない。昆虫の神経薬理の研究は隔靴搔痒以上に、靴の上から足の指の中の神経の微細構造を研究するようなもので本当のところはまだ解っていない。最近では上記の二つの作用性においてもそれらの中に様々な多様性がある可能性も出てきた。もし、殺虫剤の昆虫の末梢神経における作用性が完璧に解き明かされ、殺虫剤が作用する神経上の受容体の構造が完璧にわかり、これに対してQSAR技術を完璧に使えば、狙った性能の化合物を「必然」で作れるはずである。しかし、

神の創造なされた生き物というものはそれほど単純ではない。

話を「偶然」と「必然」と「経験」の話に戻そう。研究者は日々新しい化合物を目指して研究を続けている。その手法は「偶然」の発見にせよ「必然」の理論にせよ「経験」による科学にせよ、色々なやり方があると思うが、それらの活動が科学の進歩に日々寄与していることは事実であり、R&Dを基本とした当社の生き残りはこの弛まない研究の成果に大いに依存していることはいまでもない。研究者は常に五感を研ぎ澄まして「偶然」を発見し、それを「必然」に結びつけることによって研究成果として結実させることができる。この「偶然」と「必然」と「経験」の関係は研究活動ばかりにいえることではない。ビジネスの世界も同様である。マーケティングや営業に携わるビジネスマンも同じことをしていると思う。大きく予測困難な市場の動きを分解し「作用機作」を解明しようとしてマーケティング部門は市場分析を行い、その将来を予測してマーケティング戦略を構築し実行する。営業は市場の状況と顧客の心理を分析し、その「必然」を思い描いて売上予想を立て販売を実行するのであるが、そのために必要なのは「経験」である。何故ならば、市場には「必然」は理論的にはあると思うのだが、人間の活動は神の手で常に弄ばれており、それ故「必然」はその通り起こるとは限らず「経験」による方が営業にとってより実務的である。「偶然」をビジネスの基本にすることはあり得ないが、「偶然」が起こった時にそれを迅速に捕らえてビジネスに利用するのがビジネスチャンスであるといえる。従って、ビジネスは「経験」を出来るだけ「必然」に近づけるとともに、「偶然」をいち早く捕まえてビジネスチャンスとするために常に五感を研ぎ澄まして待ち、準備を整えておくというスキルの必要な活動といえる。一方、製

造にとっては「偶然」はむしろ悪である。製造は常に安全安定操業と品質の確保が原則であるから、「偶然」の出来事は（それが大きな発見につながることであっても）工場が完全なコントロール下におかれていないということの現れであり、むしろない方がよい。

では経営においてはどうか。経営の責任は、株主の方々からお預かりした資本を最大限に有効に活用して会社価値を増大することによって株主の方々の期待に報いることであり、またその社会的実現のためには、ステークホルダーである社員、お客様方ないしは社会に対して会社としての責任を果たしかつ貢献することである。従って、経営は常に「必然」に基づいて計画され執行されなければならない。「偶然」のみに期待した経営などというものはいり得ない。ただし、経営者は製・販・研を掌握しながら、その中から出てくる「偶然」を巧みに捕まえ、会社が持つ数々の「経験」を生かしてこれを出来る限り「必然」に完成させていくのが責任だと考えている。そのために経営者は、与えられた資本を将来の社会状況、会社の経営状況に応じて再投資する際、「偶然」への投資（夢）と「経験」への投資（新事業展開）と「必然」への投資（事業維持・拡大）の配分に関する決断を的確に行う責任を有している。

R&Dを基本とする当社は、それぞれの分野に応じて「偶然」に期待する度合いは異なるが、社員一人一人は常に「偶然」を発見する感受性を研ぎ澄まし、それを捕まえたときにはこれを「必然」にまで育て上げられるだけの力を「経験」を通じて常に養っておいてほしいと思う。また、これを確実に実現するためには、決して諦めることなく努力を積み重ねることが重要である。これが会社の本当の実力といえるのではないだろうか。

液晶TV用光拡散板の開発

住友化学(株) 情報電子化学品研究所

金光昭佳
坂本隆
井山浩暢

Light Diffuser Plates for LCD-TV Backlight Systems

Sumitomo Chemical Co., Ltd.

IT-Related Chemicals Research Laboratory
Akiyoshi KANEMITSU
Takashi SAKAMOTO
Hironobu IYAMA

A lighting system called direct type is usually employed for backlight systems in large size LCD-TVs. With this type of backlight system, a diffuser plate has to be mounted in order to blur the images of CCFLs and to hold several thin optical films. We have developed diffuser plates with properties which are specially optimized for this type of backlight system, and have released them onto the market. In this report, the properties that are required for diffuser plates and our R&D activity will be described.

はじめに

フラットパネルディスプレイと呼ばれるテレビの需要は、Fig. 1-a)に示されるように急激な伸びが予想されている。その内訳は、依然先行きが不透明ではあるものの、プラズマテレビ、プロジェクションテレビを大きく引き離し、液晶テレビが主役になるとの予想が強い。さらにサイズ別に見てみると、Fig. 1-b)に示さ

れるように、30インチ以上、特に40インチクラスの伸びが著しく、全体的に大型化が進んでいる。

一方液晶ディスプレイは、自発光型でないため、映像を表示する液晶パネルの背面に、バックライトと呼ばれる背面照射型面光源装置が必要である。当社ではこのバックライトに組み込まれる光拡散板を、他社に先駆け2001年に上市し、さらに改良を重ねることで現在も高いシェアを維持し続けている。

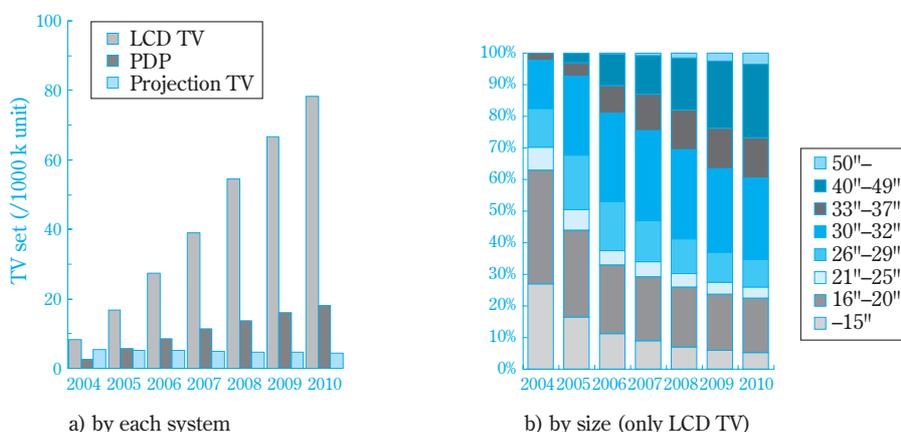


Fig. 1 Worldwide development of the number of TV set
[Quoted from reference 1) and 2)]

本報告では、液晶テレビのバックライト用光拡散板に要求される諸物性とそれに対する開発状況を概説すると共に、最近の大型化、あるいは、コストダウンの要求に伴い発生してきた、新たな課題に対する検討状況にも触れる。

液晶ディスプレイの構造と光拡散板

液晶ディスプレイに用いられるバックライトとしては、Fig. 2に示すように、ディスプレイのサイズに応じていくつかのタイプに分類される。中小型のモニター用途には「エッジライト型」と呼ばれる照射方式が用いられる。これは、導光板と呼ばれる透明性の高いプラスチック板の端面部分に線状光源（通常は冷陰極管）を置き、板内部での全反射を利用して光源からの光を導光板の全面に導く。出射面と反対側の面にドット印刷が施されており、そのドット密度を調整することで面全体に均一な光が射出される。

一方、液晶テレビなど大型のディスプレイに於いては、十分な明るさを確保するため、画面の大きさに応じて多数の冷陰極管が必要である。前述のような、導光板を用いたエッジライト型では数多くの冷陰極管を置くことが出来ないため、液晶パネルの真下から複数本の冷陰極管で照射する「直下型」と呼ばれる照射方式が用いられる。光源が液晶パネルの真下にあるため、そのままでは、画面を通して光源のイメージが見えてしまう（Fig. 3-a）。そこで光源のイメージを隠すために、光拡散板と呼ばれる厚さ数mmの乳白色板を設置する（Fig. 3-b）。最終的には、Fig. 4に示すように、拡散フィルム、プリズムフィルム、輝度向上フィルムなど、数種の光学フィルムと組み合わせることで、輝度や輝度の均一性を調整している。

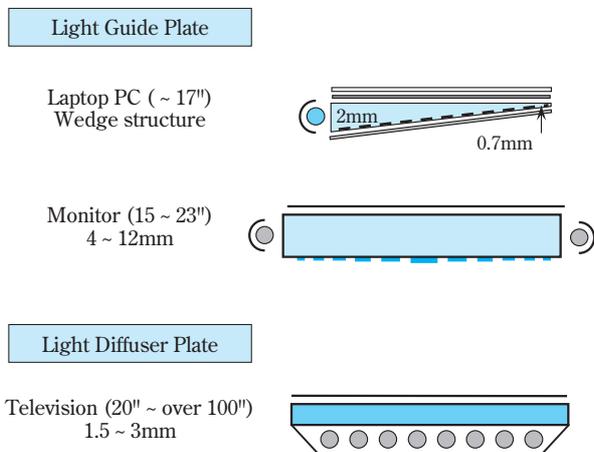


Fig. 2 Typical configuration of backlight systems for various types of liquid crystal displays

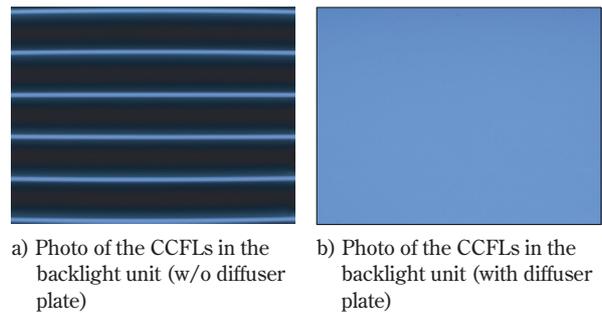


Fig. 3 Basic function of the light diffuser plate (CCFL = Cold Cathode Fluorescent Lamp)

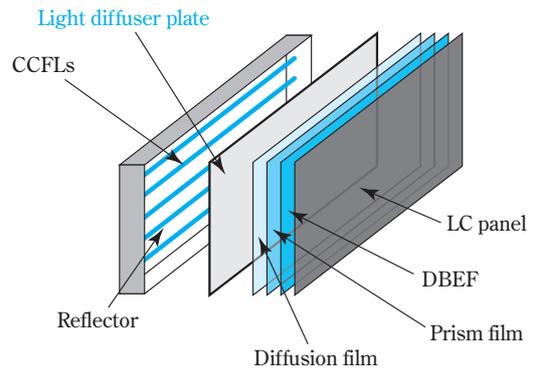


Fig. 4 Typical configuration of the direct type backlight system

光拡散板に求められる特性は、製品の最終パフォーマンスに大きく影響する部材であるが故に、光源のイメージを隠すという根本的な機能の他にも、機械的特性、耐久性など、高い信頼性を確保する必要がある。以下、高い光学特性と同時に、これらの要求特性を満たすための開発状況について述べる。

光学特性

通常光拡散板は、マトリクスとなる透明樹脂に、光拡散剤と呼ばれる微粒子を添加することで光拡散性を発現させている。この光拡散性は、マトリクス樹脂と光拡散剤の屈折率差と、光拡散剤の粒子径に大きく依存する。光拡散剤が球形を有するという仮定をすれば、単一の拡散剤粒子による光拡散特性は、Mieの散乱理論により求めることができる。例えばFig. 5に粒子径が同じで、屈折率差が異なるような粒子を添加した場合の計算例を示す。拡散光の配光分布からは、前方への散乱光強度はほぼ同じであるにもかかわらず、屈折率差が大きいほど広角側、および、後方への拡散性が強いことがわかる。しかし、実際に光拡散剤として用いられる拡散剤粒子は当然一粒子だけではないことから、多重散乱の影響を考

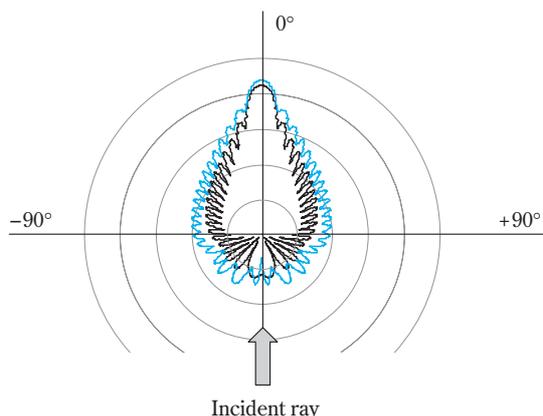


Fig. 5 Calculated Mie scattering diagrams of two particles with different refractive indices. n of matrix is 1.50, n of particle is 1.55 and 1.60 for black line and blue line, respectively

慮する必要があり、また、粒子径にも広い分布がある場合がほとんどである。よって、光拡散板、あるいは、バックライトとしての光拡散特性を正確に予測することは難度の高い作業であるが、屈折率などのパラメータを変えた場合に見られる拡散特性の変化の傾向を、Mieの散乱理論その他の手法を用いて推測することは、光拡散板の材料選定において有益な情報となりうる。

実際に得られる光拡散板の光拡散性の指標としては、全光線透過率 (Tt) と拡散率 (D) が用いられる。全光線透過率はJIS7361に規定されるとおり、光拡散板に入射した光のうち、どの程度の割合が前方に出射されているかの指標となる。一方拡散率は、光拡散板に垂直に平行光を照射したときの、透過拡散光の配光分布から求められる値で、出射角度が5度、20度、および、70度のときの強度から、Fig. 6中の式を用いて求められる。前方に出射された光の広がり具合を表す指標となる。光拡散剤の種類や濃度を変えることで、この全光線透過率と拡散率を制御できる。

Fig. 7にマトリクス樹脂と光拡散剤の屈折率差、粒子径を変えた光拡散板の、全光線透過率と拡散率の関係の一例を示す。例えば全光線透過率の値が同じであっても、マトリクス樹脂や光拡散剤の種類を変えることで、拡散率の値が異なる光拡散板を得ることができる。最終的なパフォーマンスは、バックライトユニットの構造、構成に依存するが、光を効率よく利用するという点では、全光線透過率が高い領域で、高い拡散率が得られるような材料系が、輝度が高く、かつ、輝度の均一性が高いバックライトを得るためには望ましい。

Fig. 8に、光の透過拡散特性が異なる2種の光拡散板に、垂直方向、および、斜め方向から光を入射し

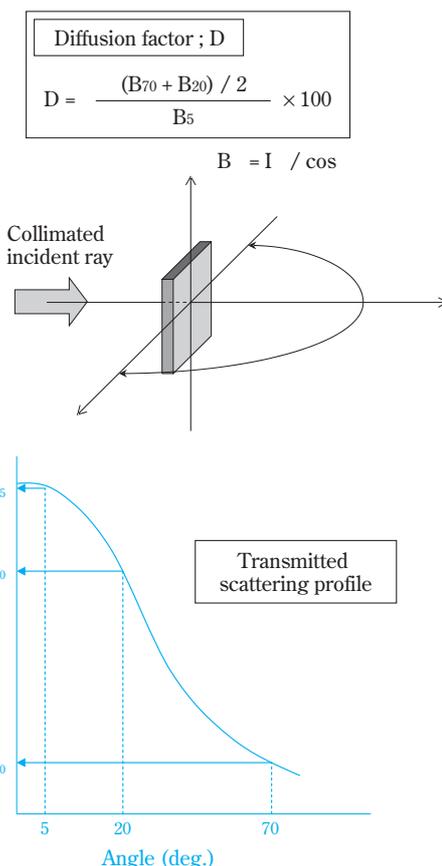


Fig. 6 An example of the transmitted scattering profile of a diffuser plate and the definition of Diffusion Factor (D)

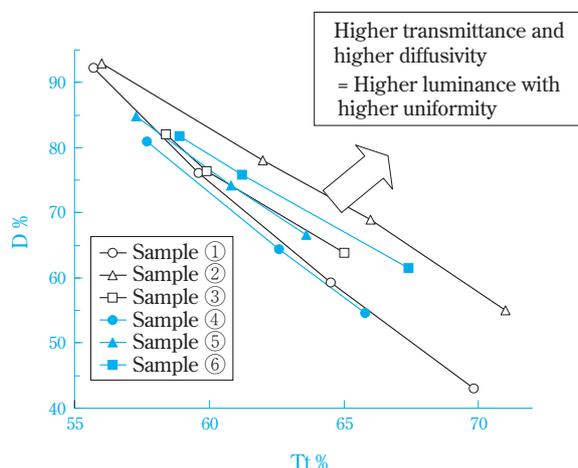


Fig. 7 Some examples of Tt-D balance curve obtained from some particles with various diameters and refractive indices

たときの、透過拡散光の配光分布を示す。垂直方向から光を入射した場合は、光源の直上近辺に入射した光の挙動を、また、斜め方向から光を入射した場合は、光源と光源の間の位置に入射した光の挙動を、それぞれ見積もることができる。光源の直上近辺の

ように光源のイメージが強く表れる部分の明るさを押さえつつ、隣り合う2つの光源の間に位置する暗い部分の明るさを上げるような特性を持つ光拡散板が、均一度の高いバックライトに適していると言える。Sample AはSample Bに比べ高い拡散率を有する光拡散板であるが、垂直方向から入射した光をSample Bよりも強く拡散し、かつ、斜めに入射した光に対しては、透過拡散光の垂直成分がより多くなっている。

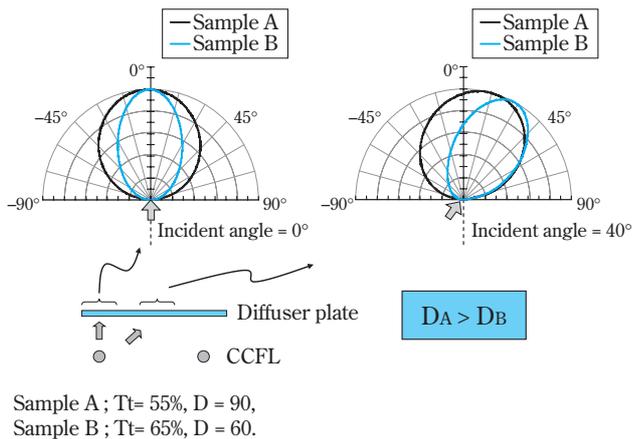


Fig. 8 Transmitted scattering diagrams of two different diffuser plates with different T_t and D

上述のMieの散乱理論による拡散特性の見積もり、全光線透過率、拡散率の測定、さらに、透過拡散光の配光分布などのデータから、ある程度の拡散特性を把握したうえで、拡散特性の最適化を進めていくわけであるが、最終的には複数の光源からなる実際のバックライトユニットに組み込まれるわけであり、これらのデータだけではそのときの挙動までは正確に予測できない。そこでモデル的なバックライトユニットによる輝度特性評価を実施することがある。外的要因をできるだけ排除し、光拡散板自身の特性を評価するために、例えば冷陰極管の背面にある白色反射板の代わりに、黒い吸収体を置いて輝度特性を評価する。Fig. 9に実際の測定例を示す。粒子径がほぼ同じで、屈折率の異なる2種の粒子を、同一のベース樹脂に濃度を変えて添加し、様々な透過拡散特性の光拡散板を作製した。上述のような評価方法により、粒子の違いによるバックライトとしての輝度特性の差が明確に確認できるようになった。最終的なバックライトユニットの構成は、当然顧客先で設計されるわけだが、紹介する際の参考データとして有効である。

参考までに、20インチサイズの液晶テレビユニッ

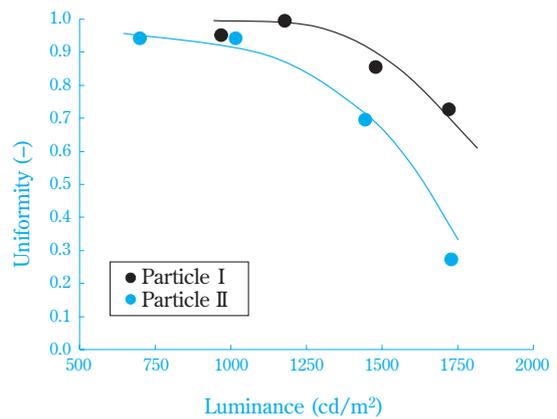
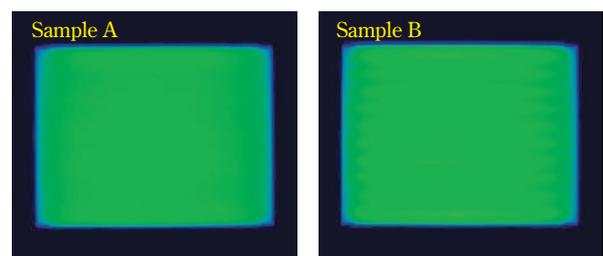


Fig. 9 Some examples of the luminance performance using a model backlight unit

トに、前述のSample A、および、Bを組み込んだときの輝度特性をFig. 10に示す。Sample Aの方が、拡散率が高いため光源のイメージが視認されにくいですが、逆にSample Bは光源のイメージが視認されるものの、全光線透過率が高いので輝度は高くなっている。つまり、これらの特性は、バックライトユニットに用いられる光源の数やその間隔、あるいは、光源と拡散板の距離に左右されるものである。例えば、光源同士の間隔が狭い場合は光源のイメージが視認されにくいので、高輝度を確保するため全光線透過率が高く、拡散率が低い光拡散板が選ばれ、逆に、光源同士の間隔が広い場合は、光源のイメージを隠蔽することがより重要なので、全光線透過率が低く、拡散率が高い光拡散板が選ばれる。



Sample A ; $T_t = 55\%$, $D = 90$, No CCFL image was observed.
Luminance 6030 cd/m^2
Sample B ; $T_t = 65\%$, $D = 60$, Some CCFL images were observed.
Luminance 6350 cd/m^2

Fig. 10 The images of the CCFLs observed through Sample A plate and B plate

我々は、顧客からの要望に応じてユニットに最適な特性を有する光拡散板を選定できるよう、透過率の異なる4種類のグレードを揃えている (Table 1)。

信頼性

1. 耐光性改良

Fig. 4に示したように、光拡散板と冷陰極管は非常に近い距離にあり、通常十数mmの間隔である。冷陰極管からの紫外線量は極微量ではあるが、長時間さらされることにより、僅かに着色する場合があります、少なからず画質への影響が出る。プラスチック材料の耐光性を評価する際、一般的にはUVCONなどの耐久試験装置が用いられるが、当社では、より評価の信頼性を上げるため、水銀灯を光源とした耐光性評価を実施している。水銀灯の発光スペクトルはFig. 11内に示すように、冷陰極管からの発光スペクトルに非常に近い。

さらに、紫外線吸収剤の選定にあたっては、分光老化試験機を用いた評価を実施している。この評価方法では、紫外域から可視域にかけて、連続的に波長が変化する光源での耐光性を確認することが出来るので、光拡散板がダメージを受けやすい波長を特定できる。よってその波長に最適な紫外線吸収剤を選ぶことで、より少ない添加量で、光学特性に及ぼす影響をできるだけ抑えながら、効率よく紫外線をブロックできる。

最終的には前述の水銀灯試験により、耐光性が確保できていることを確認し、添加剤処方を確定している。Fig. 11に示すように、色目の変化が非常に小さい光拡散板が得られている。

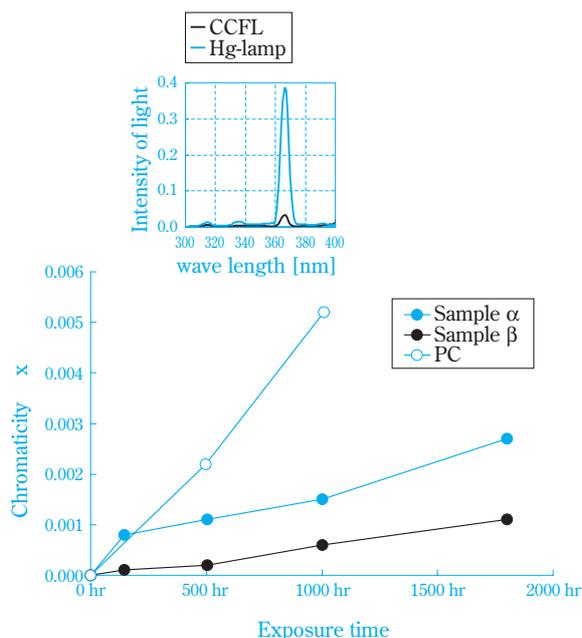


Fig. 11 Some examples of the UV (Hg lamp) exposure test results for various kind of base resin with different additives

2. 帯電防止性能付与

バックライトユニットを組み立てる工程での塵埃付着を避けるため、各部材に帯電防止処理をすることがある。光拡散板についても当社では帯電防止処理を施し、組み立て工程での不具合低減を目指している。

一般的に帯電防止性能を付与するためには、基材の表面抵抗値を下げるような化合物（帯電防止剤）を、ベース樹脂に練り込む場合と、基材の表面に帯電防止剤をコーティングする場合がある。前者は帯電防止性能の持続性はあるが、低い表面抵抗値を得ることは難しい。一方、後者の手法では、持続性は低いが、表面抵抗値を比較的低い値に下げることが出来る。当社では、帯電防止剤の組成検討、およびプロセス検討から、両者の長所を活かせるような手法を開発した。その結果、低い表面抵抗率でありながら、持続性をも有するような特性が得られた。Fig. 12に示すように、前述の水銀灯照射試験においても、表面抵抗率が上昇しないようなレベルになっていることが確認されている。

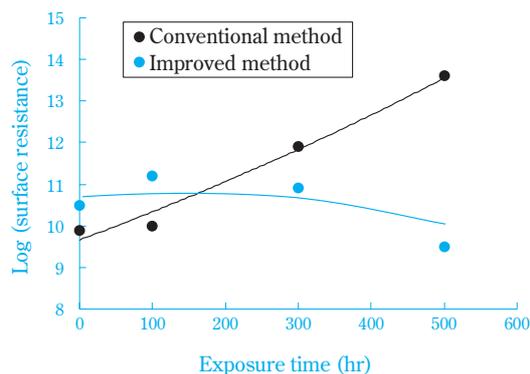


Fig. 12 Hg lamp exposure test for the diffuser plates with different types of anti-static treatment

機械的特性

Fig. 4に示すようにバックライトは複数枚の光学フィルムを用いており、これらのフィルムを支持するために、適度な剛性を有する基板が必要である。また、液晶パネルとこれらのフィルムとの間の空間が適当な間隔に維持されないと画面ムラが生じることがあるため、拡散板がパネル側に反らないことが重要である。

Fig. 13に当社における光拡散板の開発の歴史を示す。開発当初のグレードであるRM400シリーズは、アクリル樹脂をメインとした材料構成であり、吸湿、および表裏不均一な乾燥に起因した反りのために生じる画面ムラが課題であった³⁾。我々は吸湿の少ない樹脂を中心に樹脂組成を検討し、スチレン系樹脂を

ベースとしたRM80XSシリーズを開発し上市した。一般に、アクリル樹脂に比べスチレン樹脂は、吸湿率が低いという特徴がある一方、耐光性は劣ると言われている。しかし、光拡散板の構造に工夫を施し、さらに、前述のような耐光性改善策をすることにより、低吸湿性を維持しつつ、耐光性に優れた、バランスのよい特性を得ることが出来た。

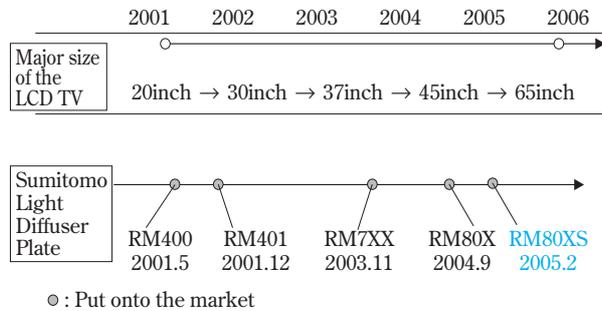


Fig. 13 The history of our development of diffuser plates for LCD-TVs

Fig. 14に実際に測定した反り量の経時変化を示す。種々の透明樹脂をベース樹脂とした光拡散板を、予め温度60℃、湿度95%の環境に5日間置くことで吸湿させ、それを37インチの大きさのバックライトに組み込んだ。光源を点灯した時刻を試験開始とし、拡散板の反り量の経時変化を測定した。反り量の測定には、図内の写真に示したようにレーザー変位計を用い、拡散板の中央における法線方向の変位量を測

定した。従来のアクリル樹脂をメインとした光拡散板、および、ポリカーボネート樹脂をメインとした光拡散板の場合は、パネル側に大きくせり出す傾向が見られた。これは、光源を連続点灯することにより、光源側の温度が上昇し光拡散板の光源側の面が、パネル側の面よりも乾燥するために、パネル側に湾曲することによる。他方、スチレン系樹脂をベースとしたRM80XSシリーズにおいては、ほとんど反りが見られなかった。RM80XSシリーズの場合は、他の樹脂を用いた光拡散板よりも、飽和吸湿量が小さく、透湿度が高いため反り量が格段に少なくなっている

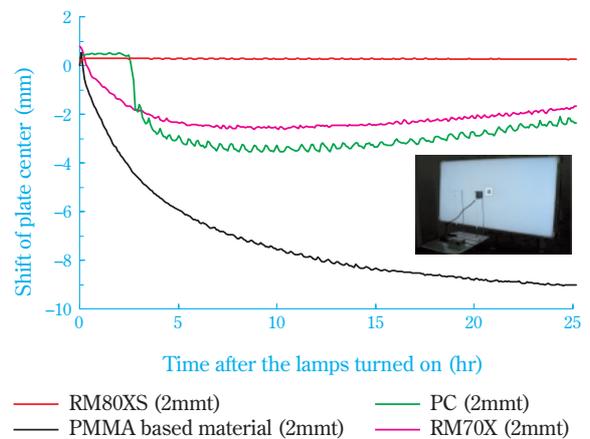


Fig. 14 Curl behavior of diffuser plates under illumination of CCFLs in backlight unit. Moisture adsorption; RM80XS = 0.1%, PC = 0.4%, PMMA = 1.9%, RM70X = 0.3%

Table 1 General properties of our diffuser plate

Test Item	Unit	Method	RM80XS
Thickness	mm	-	2
Light Transmittance	%	JIS K 7361	RM801S = 55 RM802S = 60 RM803S = 65 RM804S = 70
Haze	%	JIS K 7163	99
Gloss	%	JIS Z 8741	4 / 7
Diffusion factor	%	SCC method	RM801S = 93 RM802S = 76 RM803S = 59 RM804S = 41
Tensile Strength	MPa	JIS K 7113	38
Tensile Elongation	%	JIS K 7113	2
Tensile Modulus	GPa	JIS K 7113	3
Flexural Strength	MPa	JIS K 7203	92
Notched Izod Impact Strength	kJ/m ²	JIS K 7110	1.6
Heat Distortion Temperature (18.6kg)	°C	JIS K 7207	91
Scratch Hardness (pencil method)	—	JIS K 5600	2H
Surface Resistivity	Ω	JIS K 6911	10 ⁹⁻¹¹
Coefficient of Linear Expansion	/ °C	JIS K 7197	7 × 10 ⁻⁵



a) Sample C (2mmT)



b) RM804S (2mmT)

26 inch TV set.
16 hours later, after being kept in the chamber of which temperature was 50°C and humidity was 80%.

Fig. 15 Example of Mura test result

と考えている。実際に液晶パネルまで装着した画面ムラ評価結果をFig. 15に示す。Sample Cは、吸湿特性が最適化されていない光拡散板であり、リング状の白い模様が確認されたが、吸湿特性を改良したRM80XSシリーズではほとんど画面ムラは確認されなくなっている。

最近の新しい動向と取り組み

1. 耐熱性向上検討

従来、光拡散板の耐熱性が問題とされることはほとんど無かったが、近年液晶テレビの大型化に伴い、バックライトに用いられる光源の数も増えてきている。そのため、インバーター周辺を始め、バックライト全体の温度が高くなる傾向がある。液晶テレビというアプリケーションを考えた場合、実際の使用環境下で、どの程度の温度まで耐える必要があるかは依然議論の余地があるが、このような市場の動きにいち早く対応するため、耐熱向上グレードを開発した。

Fig. 16に、高温下で光拡散板がどの程度まで温度が上がるかを測定した結果を示す。環境温度は55°Cであり、通常の使用環境を考えるとかなり過酷な条件下で点灯した場合に、最高で何度まで温度が上昇するかを確認した。その結果、インバーターに近い部分は80°Cを超える温度にまで上昇していることがわかった。この測定時にはRM80XSシリーズを用いたが、80°Cを超えた部分には僅かながら波うちが観察されたものの、80°Cを超えない部分は、変形などは全く

観察されなかった。これらの結果から、80°Cを超えないような、通常の使用温度においては、RM80XSシリーズでも十分な耐熱性を有していることが確認された。さらに温度が上がるような環境においては、後述の耐熱グレードを適用することができる。

Fig. 17にヒートサグ試験の結果を示す。短冊状サンプル(150mm×25mm)の一方の端を固定し、所定の温度に所定時間静置したときの、他端の沈み量を測定した(グラフ内の写真参照)。樹脂自身のガラス転移温度の高いポリカーボネート製光拡散板と比較すると若干劣るものの、RM80XSに比べ、熱変形が抑えられていることが判る。現在開発品として顧客

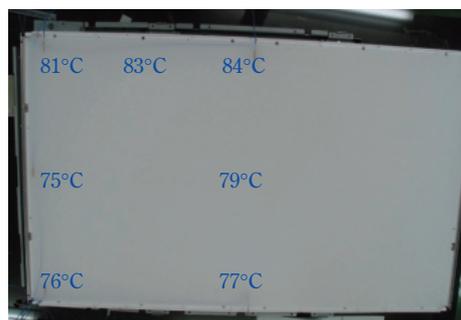


Fig. 16 Distribution of the maximum temperature (Size of backlight unit = 46inch, Chamber temperature = 55°C)

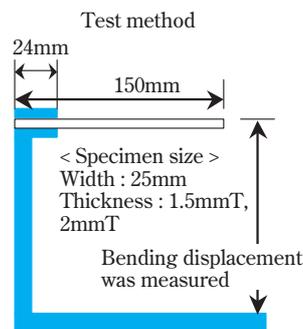


Fig. 17 Heat distortion test performed at 80 degree and 90 degree

評価を受けており、一部の顧客には認定を受けている。このことから、今回開発した耐熱向上グレードが十分な耐熱性を有していると判断できる。一方、チップ自身の発熱のため、ユニット全体の温度が上がる可能性が懸念されている、LEDを光源としたバックライトユニットに対しても有効と考えている。

2. 機能統合検討（輝度向上）

前述の通り、バックライトユニットには、拡散板の他に数種類の光学フィルムが用いられている。これらの光学フィルムを重ねることにより、十分な輝度と均一性を確保している。しかし、当然のことながら、部材が増えることによりコストアップにつながってしまう。よって、輝度特性を落とさずに、部材点数を減らすための手法が盛んに検討されている。

部材点数を減らすためには、各部材の機能を解析し、いかにしてそれを光拡散板に取り込むかを検討する必要がある。まずは、光拡散板自身での光の損失を見積もるために、大型積分球を用いた全光束測定を実施した。分光器を備えた大型積分球を用い、バックライトユニット全体を積分球内に入れてしまうことで、バックライトから出てくる全ての光の量（=全光束）を計測した。Fig. 18に、他の光学部材も含めた測定結果を示す。光源から出射されるfluxに対し、光拡散板をセットしても、出射されるfluxはほとんど変わらないことが確認された。さらに、拡散フィルム、プリズムフィルムと重ねていっても、失われる光は高々1割程度であった。これらの結果から、光拡散板で失われる光は、無視できるほど少量であり、例えば、より光の損失の少ない材料に置き換えるなどは、効率を上げるための手法としては得策ではないと判断した。

次に、バックライトから出射される光の配光分布を測定した。Fig. 19において、横軸に法線からの角度、縦軸に輝度をとっており、0度での輝度が、いわゆる正面輝度と呼ばれる値となる。Fig. 19-a) に示されるように、拡散板のみの場合は、法線から±60度の範囲でほとんど同じ輝度となっており、どの方向にもほぼ均等に射出していることがわかる。次いで拡散フィルムを置いたときの結果をFig. 19-b) に示す。拡散フィルムとは、通常PETなどの基材フィルムの上に微粒子を含んだバインダー層をコーティングにより形成し、光を拡散させる特性を付与しているものであるが、Fig. 19-a) に示すように、拡散している光を入射すると、広角度側の光が法線方向に集光され、輝度を上げる効果があることが確認された。拡散フィルムの上に、さらに、プリズムフィルムを設置したときの配光分布はFig. 19-c) のようになった。拡散フィルムの働きで法線方向に集光された光が、

さらに集光され、最終的には、拡散板単体に比べ、正面輝度が8割程度上昇していることが確認された。

以上の解析から、各光学フィルムの特性を拡散板に取り入れ、ひとつの部材で高輝度を実現するためには、出ている光の量を現行構成よりも増やすことは難しいので、光の向きを法線方向に変えるような手法を考案する必要があると考えた。光の向きを変えるための最も有効な手段は、光拡散板の内部、もしくは、表面に設計された形状をつけることであると考えた。しかし、付与形状による光学的効果を補うために、やはり光拡散剤の効果を取り入れる必要があり、それが光学設計を難しくさせている。光拡散性を有する媒体に関する光線追跡シミュレーションの精度向上が求められる。さらに、板状の成形品に精密な形状を付与するための製造プロセスの開発も重要である。微細構造形成技術の進歩は、近年目を見張るものがあるが、より広い面積に構造を付与することは必ずしも容易ではなく、コストパフォーマンスについても課題が多い。このような状況では

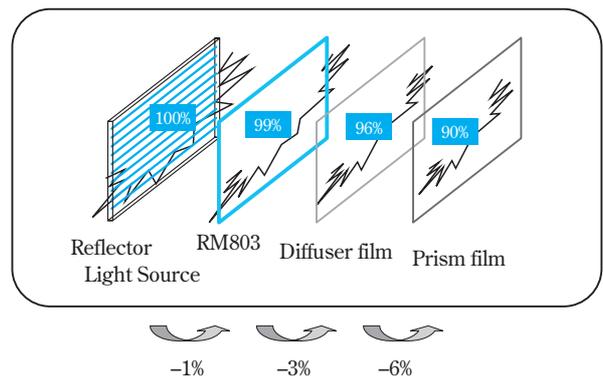


Fig. 18 Flux measurement of the 20 inch size LCD TV backlight system

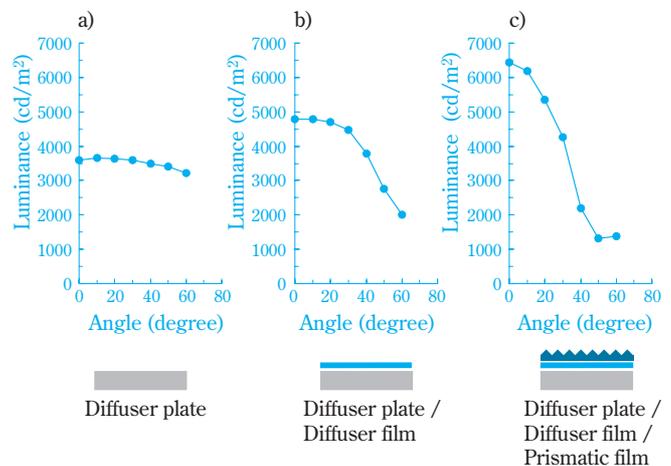


Fig. 19 Luminance profiles of three different types of optical film components

あるが、現在、光拡散板メーカー各社とも、様々なプロセスを用いて、表面に何らかの形状を付与した新製品を開発中であり、当社においても、より効果の高い形状を鋭意検討中である。

おわりに

光拡散板は、透明樹脂に微粒子を添加するという比較的簡単な構造でありながら、バックライトの光学系は複雑であり、最終的にバランスのとれた光学特性を得ることは意外に難しい。理論的なバックアップも含め、今までの知見を十二分に活かした研究・開発が必要である。さらに、樹脂材料、添加剤に関する知見、および、樹脂加工技術を活かすことで、信頼性や機械的特性などについても検討が必要である。近年のコストダウンと併せ、やはり輝度特

性という基本的なパフォーマンスを確保できるよう、鋭意検討を続け、顧客満足度の高い新規製品を提案してゆきたい。

引用文献

- 1) “日経マーケット・アクセス別冊 ディスプレイ市場総覧2006”, テクノ・システム・リサーチ, 日経マーケット・アクセス編・著, 日経BPコンサルティング (2006), p.97 .
- 2) “日経マーケット・アクセス別冊 ディスプレイ市場総覧2006”, テクノ・システム・リサーチ, 日経マーケット・アクセス編・著, 日経BPコンサルティング (2006), p.36 .
- 3) 真鍋 健二, 山崎 和広, 西垣 善樹, 前川 智弘, 住友化学, 2002-II, 15 (2002) .

PROFILE



金光 昭佳
Akiyoshi KANEMITSU

住友化学株式会社
情報電子化学品研究所
主席研究員



井山 浩暢
Hironobu IYAMA

住友化学株式会社
情報電子化学品研究所
主席研究員



坂本 隆
Takashi SAKAMOTO

住友化学株式会社
情報電子化学品研究所
主席研究員

最先端の水稲用基肥一発肥料 “楽一®”の開発

- コシヒカリ等の良食味品種 専用肥料 -

住友化学(株) アグロ事業部
柴田 秀之
農業化学品研究所
竹林 禎浩

Development of a Forefront One-Shot Basal Application Fertilizer “Rakuichi®” for Paddy Rice

- A Fertilizer Exclusive for Rice Varieties such as “Koshihikari” which has a Good Taste but Falls Down Easily because of its Long Culm -

Sumitomo Chemical Co., Ltd.
Crop Protection Division
Hideyuki SHIBATA
Agricultural Chemicals Research Laboratory
Yoshihiro TAKEBAYASHI

We have developed “Rakuichi®”, a forefront one-shot basal application fertilizer for paddy rice varieties such as Koshihikari which has a good taste but falls down easily because of its long culm. Thanks to the fertilizer coating technologies of Sumitomo Chemical, “Rakuichi®” uses world-first technology to control releases of both fertilizer and the uniconazole-P plant growth regulator. Just by applying “Rakuichi®” at the basal application time, efficacy of the fertilizer is raised at the best additional fertilization time and continues to the late growth stage, something which is impossible for conventional one-shot basal application fertilizers because of the risk of lodging. This report outlines the characteristics and effects of “Rakuichi®” on rice growth, yield and grain quality.

はじめに

1. 良食味品種の施肥体系

今日、日本の稲作を取り巻く環境は、安価な輸入米の増加、米消費量の減少に伴う慢性的な米生産過剰および米価の下落など、厳しい状況下にある。そのため、米の生産現場では売れる米作りを目指し、消費者に受け入れられる良質・良食味米の生産が課題となっている。

稲の作付け品種も、1980年代以降、日本晴のような稈（イネ科作物では、茎のことを「稈」という）が短い「短稈・多収性品種」から、コシヒカリなどの長稈で倒伏しやすいが食味の良い「長稈・良食味品種」へと推移してきている。2006年には、国内水稲作付面積1,684千haのうちコシヒカリは628千haと品種別で第1位を占めており¹⁾、コシヒカリを始めとするコシヒカリ系統の良食味品種の作付け面積が拡大している。

品種の推移に伴い、肥料の施用方法も、品種特性に応じて変化してきた。水稲栽培における施肥時期

は、大きく分けて二つに分けることができる。一回目は、初期生育を促し、茎数（穂数）を増加するため田植え前または同時に施用する「基肥」である。二回目は、一穂粒数を増やし、籾の登熟を促すため出穂期前に施用する「穂肥」である（Fig. 1）。穂肥については、日本晴などの短稈・多収性品種では、幼穂の発達過程である幼穂形成期（出穂25日前頃）に一回目の穂肥（穂肥Ⅰ）を、更にその7～10日後に二回目の穂肥（穂肥Ⅱ）を施用することが一般的である。

一方、コシヒカリなどの長稈・良食味品種は、幼穂形成期に窒素肥料を追肥すると稈が伸長するため、倒伏が生じて減収する恐れがある。そのため、コシヒカリでは、穂肥Ⅰの施用時期をえい花分化後期（出穂18～15日前）以降に遅らせる施肥体系が一般的である。このように、コシヒカリのような長稈・良食味品種の栽培では、穂肥Ⅰの施用は一穂粒数を増やして増収をもたらす反面、時期を誤ると倒伏が生じて減収する恐れもある。

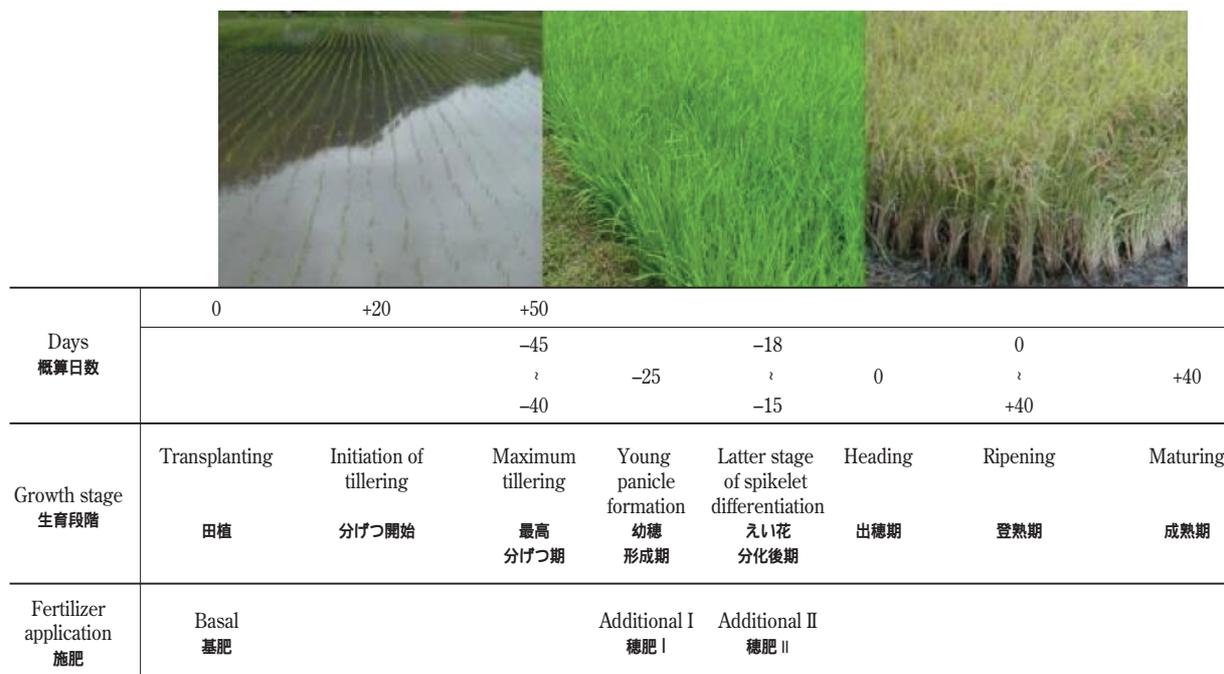


Fig. 1 Growth stage and fertilizer application time of paddy rice in Japan
水稲の生育段階と施肥

2. スミショート®の革新的技術

長稈・良食味品種の倒伏しやすいという特性を克服する新しい機能性肥料として、住友化学(株)では倒伏を軽減しながら最適な時期(幼穂形成期)に窒素肥料の追肥が行える倒伏軽減剤入り穂肥専用肥料スミショート®を開発した²⁾。スミショート®は、倒伏軽減剤ウニコナゾールPを含有する肥料であり、幼穂形成期の稈の伸長を抑えると共に、最適時期に穂肥を施用できるため、コシヒカリ等の長稈・良食味品種の倒伏軽減と安定多収の両方を実現させることができる。スミショート®は、これまでのコシヒカリに対する穂肥体系を革新する画期的な機能性肥料といえる。

3. 分施から基肥一発施肥への流れ

昨今、米生産農家の高齢化、兼業化が進む一方で、集落営農化が進み、作付け面積の拡大による大規模圃場の農家も年々増加している。このような時代の流れの中、米の生産現場では労力の軽減、省力化が求められており、水稲の施肥体系もこれまでの穂肥を追肥する分施体系から、基肥に一回施肥するだけで穂肥が不要な基肥一発施肥の時代へと移行している。基肥一発施肥が可能となったのは、肥料を樹脂で被覆し、肥料成分の溶出をコントロールする技術が進歩した結果である (Fig. 2)。

住友化学(株)でも、独自の技術で被覆肥料を開発し、基肥一回施肥で水稲の生育に合わせ必要な時期に必要な成分を供給する基肥一発肥料、スーパーSRコー

ト®を開発した。肥料成分の溶出時期や溶出パターンが異なる複数タイプの被覆肥料が開発され、品種、作型および栽培地域の気象等に合わせた基肥一発施肥が可能となった。しかし、このような基肥一発施肥でも、コシヒカリなどの長稈・良食味品種に対しては、穂肥相当の肥効時期を遅くするため、倒伏を軽減しながら増収できる肥料の開発が急務であった。

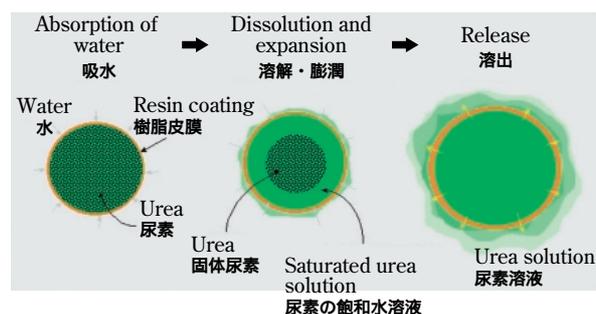


Fig. 2 Diagram showing coated fertilizer release
被覆肥料からの肥料成分の溶出イメージ

4. 良食味品種専用基肥一発肥料“楽一®”の開発

長稈・良食味品種でも省力的で、安定多収および品質の向上を図れる新たな機能性肥料の開発、すなわちスーパーSRコート®のような基肥一回施肥でもスミショート®と同様に倒伏を心配することなく最適穂肥時期に安定した肥効を示す肥料の開発が生産現場から望まれていた。

この要望に応えるため、肥料成分と共に倒伏軽減剤ウニコナゾールPの溶出をコントロールする被覆技術を検討してきた。その結果、ウニコナゾールPを含有した肥料について、被膜の種類、量、被覆条件等を最適化することで、基肥として田植え時に施用しても、稈が伸長する時期にウニコナゾールPを溶出させる技術の確立に成功した。このウニコナゾールP入り被覆肥料を速効性肥料や被覆肥料と配合し、基肥一回施肥でコシヒカリでも倒伏を心配することなく、生育に合わせて肥料成分を過不足なく供給できる最先端の基肥一発肥料、楽一®（開発コード：SSDF）を開発した。

楽一®の特長と水稲生育に及ぼす影響

1. 住友化学(株)の被覆技術による溶出制御

(1) ウニコナゾールPの溶出コントロール

前述のように、住友化学(株)では肥料成分の溶出をコントロールする技術を既に確立していたが、ウニコナゾールP自体は疎水性の化合物であることから、水溶性の高い肥料成分を溶出制御する従来の技術とは異なる技術が要求された。加えて、ウニコナゾールPの効果を有効に発揮させるためには、溶出速度を狭い範囲でコントロールする必要があり、肥料成分の溶出制御に比べてより高度な溶出制御技術を確立する必要があった。

一般的に、膜を介した物質の移動現象にはフィックの拡散方程式が適用できることがわかっている。なお、今回の場合は、レセプター側の薬物濃度は0（ゼロ）すなわちシンク条件であると仮定する（Fig. 3）。

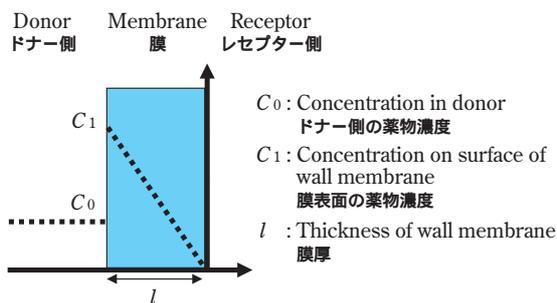


Fig. 3 Diffusion of drug through a wall membrane
膜を介した拡散現象

平板膜を介した薬物の拡散に関して、薬物透過量と時間の関係は通常、Fig. 4に示すシグモイド状のカーブを描き、フィックの拡散式に定常状態近似を適用することで、そのラグタイムから薬物の膜中での

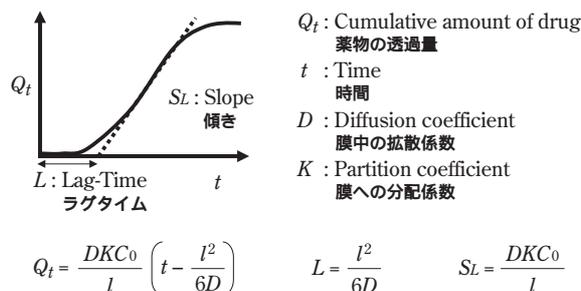
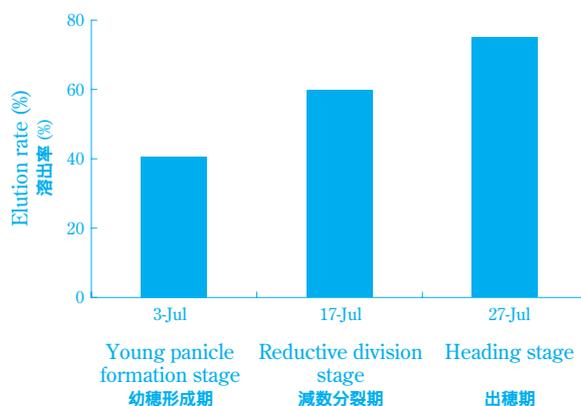


Fig. 4 Diffusion of drug through a plane sheet
平板膜を介した薬物の拡散挙動

拡散係数が、定常状態の傾きから薬物の膜への分配係数が算出される。

疎水性のウニコナゾールPは水溶性の肥料成分とは物性がかなり異なり、膜中での拡散係数、膜への分配係数が異なることから、この理論を適用し、検証を行いながら拡散係数、分配係数を調節し、樹脂組成、樹脂量および被覆条件等の最適化を行った。また、実生産においては、厳密な工程管理、品質管理を徹底し、目的とする品質を有する製品を安定的に製造することが可能となった。

こうして得られたウニコナゾールP入り被覆肥料の水田（住友化学(株)加西試験農場）での溶出試験結果をFig. 5に示す。ウニコナゾールP入り被覆肥料をナイロン製ストッキングに入れ、土壌表面から5cmの深さに埋設した。所定日に順次サンプルを回収し、被覆肥料からのウニコナゾールPの溶出量を測定した。ウニコナゾールPは被覆肥料から徐々に溶出し、7月下旬までに約80%が溶出した。加西試験農場では、稈の伸長は6月下旬から始まり8月上旬の出穂期で終了する。7月は稈が最も伸長する時期であり、この時



Sumitomo Chemical Kasai Experimental Farm (2000)
住友化学(株)加西試験農場(2000)

Fig. 5 Release rate of Uniconazole-P in paddy field
ウニコナゾールPの水田土中溶出率

期に最もウニコナゾールPが溶出する結果となった。疎水性化合物と肥料成分の溶出を同時にコントロールし、必要な時期に効かず技術を農業に応用した例は楽一®が世界で初めてであり、高度な溶出制御技術が有って初めて成し得たものである。

(2) 窒素成分の溶出コントロール

楽一®は、倒伏軽減剤ウニコナゾールPと共に、肥料成分（窒素成分）の溶出もコントロールする。

住友化学(株)のコシヒカリ用基肥一発肥料であるスーパーSRコート®コシヒカリ(M)と楽一®21の窒素溶出パターンを新潟県長岡市における気温に基づいて予測した(Fig. 6)。これは、被覆肥料からの窒素成分の溶出量は水温に依存するため、水温と溶出率の実験データおよびアメダスの気温データに基づき、コンピュータでシミュレーションを行った結果である。縦軸は一日当たりの窒素成分溶出率(%)を示している。コシヒカリ(M)では、幼穂形成期に当たる7月10日の溶出率が抑制されている。一方、楽一®21では、7月10日においてもコシヒカリ(M)のように溶出率を抑えず肥料成分が溶出している。楽一®では、幼穂形成期にウニコナゾールPが溶出するため、倒伏を助長せずに肥効を高めることが可能である。このように、楽一®はウニコナゾールPと肥料成分の両方の溶出を精密にコントロールした画期的な基肥一発肥料である。

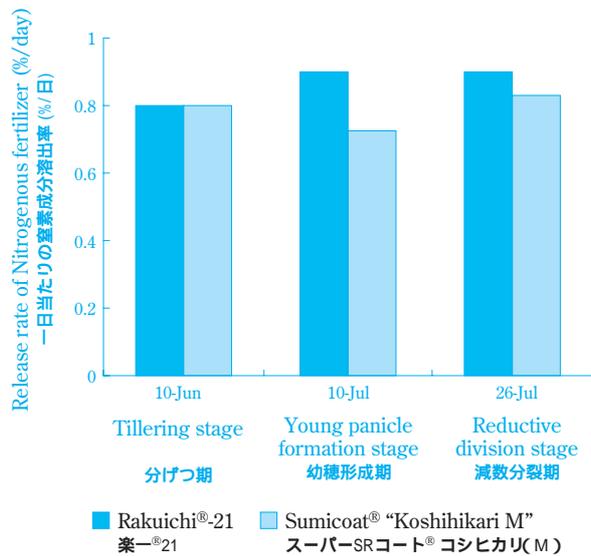
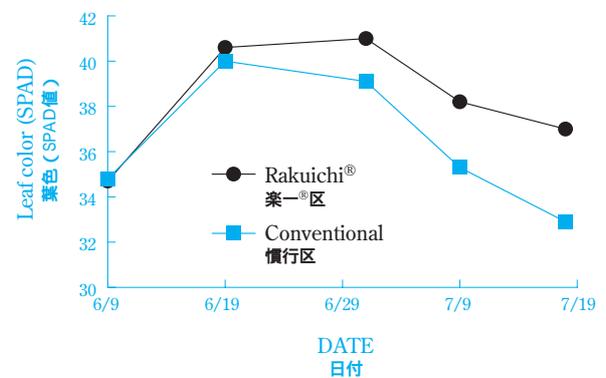


Fig. 6 Simulation of N release rate from coated fertilizer calculated from temperature data at Nagaoka city in Niigata prefecture
窒素成分の溶出シミュレーション(新潟県長岡市)

水稲の圃場栽培試験の事例として、2003年度新潟県農業技術センター圃場試験における楽一®21を施肥

した楽一®区および慣行区の葉色の推移を示す(Fig. 7)。これは窒素の肥効パターンと水稲の吸収反応性を明らかにするため、各生育時期の葉色(SPAD計値)を調査した結果である。慣行区と楽一®区を比較すると、両区ともに6月19日まではほぼ同じ葉色で推移した。その後、6月29日から慣行区では徐々に葉色は低下したが、楽一®区では濃く推移し、7月19日でも葉色の低下が少なかった。幼穂形成期は7月20日であり、葉色の推移から楽一®区では幼穂形成期でも肥効が高く維持されることがわかった。

本試験では、楽一®区の葉色の低下が少なく、生育後半まで稲体活力(光合成能)が高く維持された。最終的な玄米収量は楽一®区が606kg/10a、慣行区が569kg/10aであった。



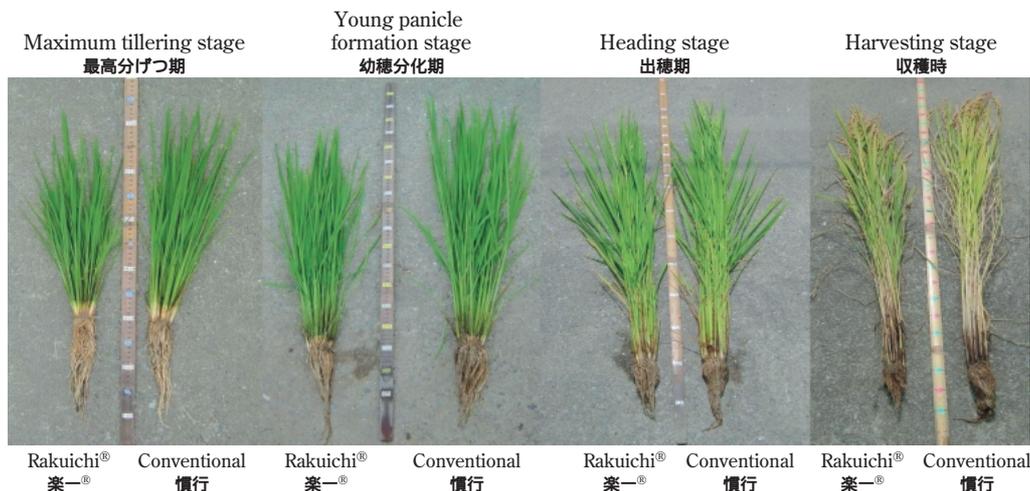
Niigata Agricultural Research Institute Sado Agricultural Technology Center (2003)
新潟県佐渡農業技術センター(2003)

Fig. 7 Changes in color for leaves applied with Rakuichi®
楽一®区の葉色の推移

2. 草丈、稈長、倒伏軽減効果に及ぼす影響

楽一®を施用した稲はウニコナゾールPおよび肥効パターンの影響により、慣行施肥体系と比べ異なった草姿で推移する。草丈は、移植後1ヶ月頃から低くなり始め、最も茎数が増える最高分けつ期(6月下旬~7月上旬)、幼穂形成期(7月上旬~中旬)、出穂期(7月下旬~8月上旬)の各時期ともに、慣行施肥と比較して約10%草丈が低くなる(Fig. 8)。また、稈の伸長も抑制されるので、登熟期には楽一®区の稈は慣行区に比べ約10%短縮する。短稈となることで、稲体の倒伏モーメントが小さくなり、結果として楽一®施用により倒伏が軽減される(Fig. 9)。

楽一®の栽培事例として、前述した2003年度新潟県農業技術センター試験における草丈の推移をFig. 10に示す。6月9日(移植後32日)の草丈は、楽一®区および慣行区でほぼ同じであったが、6月19日(移植後42日)には楽一®区が慣行区に比べ短くなり始



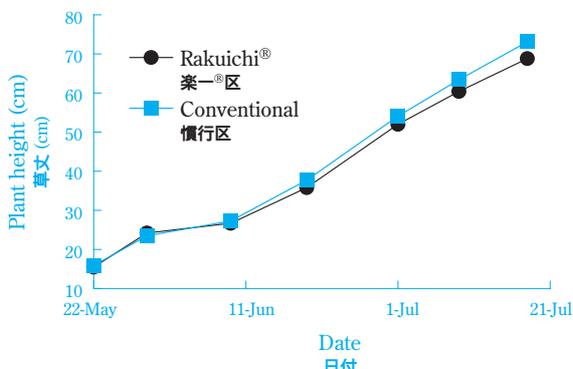
Sumitomo Chemical Kasai Experimental Farm (2001)
住友化学(株)加西試験農場 (2001)

Fig. 8 Shape of paddy rice (Koshihikari) applied with Rakuichi®
楽一®栽培の稲姿



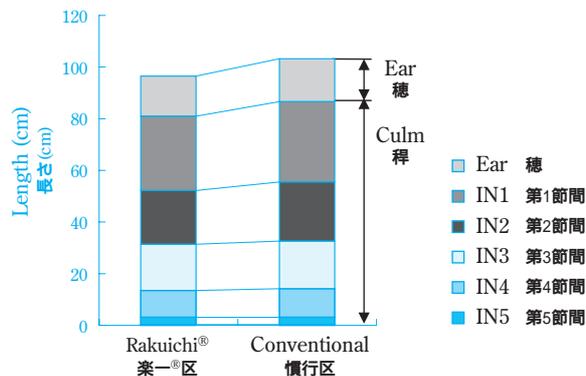
Sumitomo Chemical Kasai Experimental Farm (2001)
住友化学(株)加西試験農場 (2001)

Fig. 9 Reduction of lodging by Rakuichi®
楽一®を施用した水稲の倒伏軽減効果



Niigata Agricultural Research Institute Sado Agricultural Technology Center (2003)
新潟県佐渡農業技術センター (2003)

Fig. 10 Changes in height of plants applied with Rakuichi®
楽一®区の草丈の推移

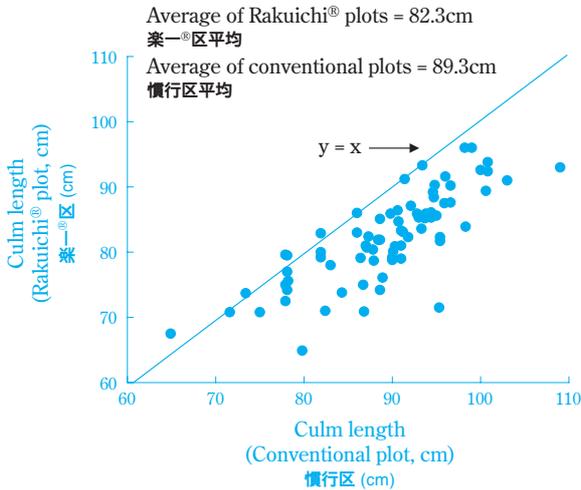


Niigata Agricultural Research Institute Sado Agricultural Technology Center (2003), IN: Internode
新潟県佐渡農業技術センター (2003)

Fig. 11 Length of internode and ear applied with Rakuichi®
楽一®区の稈長および節間長

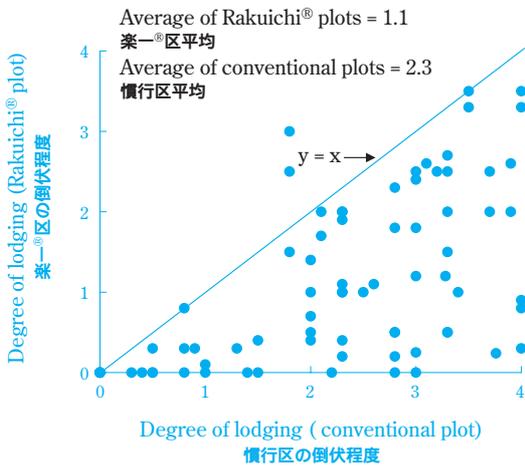
め、7月18日(移植後72日)では楽一®区が68.8cm、慣行区が73.1cmであり、楽一®区が4.3cm低くなった。稈長は、楽一®区が81.0cm、慣行区が86.6cmであり、楽一®区で5.6cm短くなった。稈の各節間長を調べると、全ての節間が短くなる傾向を示した(Fig. 11)。稈の節間伸長は下位の節から始まって、順次上位の節に及び、上位節ほど長く伸長する。一般的には、下位節間(第4、第5節間)の伸長が倒伏程度に影響すると考えられている³⁾。楽一®では、ユニコナゾールPが各節間伸長期に渡り溶出しており、全ての節間伸長を抑制したと考えられる。10月3日(収穫直前)での倒伏程度は、群落全体の達観調査(0(無)~4(甚)の5段階評価)で楽一®区が2.4、慣行区は3.0と、楽一®区の倒伏は短稈化により軽減された。

1999～2005年の7年間に於ける楽一®を使用した75圃場試験（委託試験、社内試験）の結果をまとめた。稈長の平均値は、楽一®区が82.3cm、慣行施肥区が89.3cmであり、楽一®区が7.0cm短かった（Fig. 12）。その結果、最終的な倒伏程度は楽一®区が1.1、慣行区が2.3であり、楽一®区では1.2ポイント倒伏が軽減された（Fig. 13）。



75 paddy field trials from 1999 to 2005
1999～2005年の75圃場栽培試験結果

Fig. 12 Effect of Rakuichi® on culm length of paddy rice
楽一®区と慣行区の稈長の比較



75 paddy field trials from 1999 to 2005, 0: none ~ 4: complete
1999～2005年の75圃場栽培試験結果（0：無～4：甚）

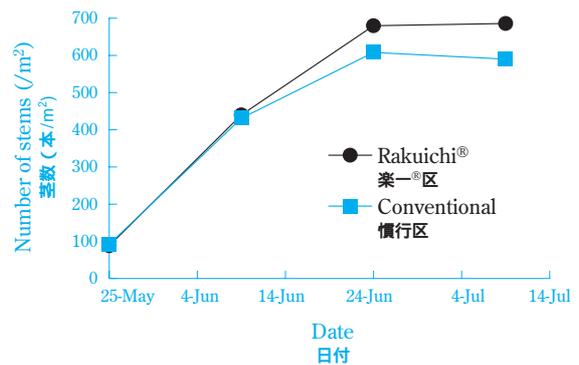
Fig. 13 Effect of Rakuichi® on lodging of paddy rice
楽一®区と慣行区の倒伏程度の比較

3. 穂数の増加と収量性に及ぼす影響

楽一®を用いた栽培では、茎数を確保しやすいという特長がある。茎数の増加は、穂数の増加に繋がるため、最終的な収量にも大きく影響する。そのため、

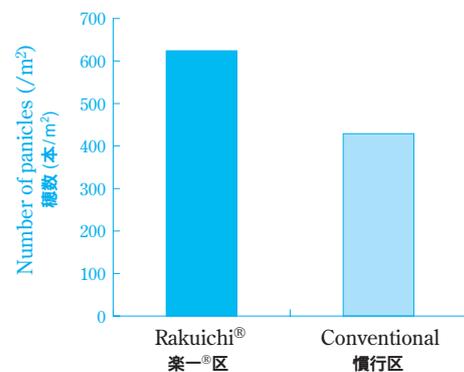
低温によって初期生育が緩慢となりやすい寒冷稲作地域では茎数を確保することが重視されており、楽一®の好適栽培地域の一つといえる。楽一®栽培における茎数の推移をみると、移植後約1ヶ月から増加し始め、最高分けつ期から幼穂形成期には慣行栽培の約10%多くなる。また、楽一®を用いた栽培では、単に茎数が増加するだけではなく、全茎数に対する穂をつけた茎数（穂数）の割合、すなわち「有効茎歩合」も高まる。

楽一®の栽培事例として、2002年度日本植物調節剤研究協会研究所（茨城県）試験結果の茎数（穂数）を示す（Fig. 14）。楽一®区の茎数は、慣行区と比べ移植後15日までは少なく推移したものの、30日目以降に逆転し、60日後には楽一®区が686本/m²、慣行区が590本/m²と16%多くなった。穂数は、楽一®区が624本/m²、慣行区が429本/m²と45%増加し、有効茎歩合も20.4ポイント高まる結果となった（Fig. 15）。



The Japan Association for Advancement of Phyto-Regulators (Ibaraki, 2002)
日本植物調節剤研究協会研究所（茨城県, 2002）

Fig. 14 Changes of number of stems applied with Rakuichi®
楽一®区の茎数の推移



The Japan Association for Advancement of Phyto-Regulators (Ibaraki, 2002)
日本植物調節剤研究協会研究所（茨城県, 2002）

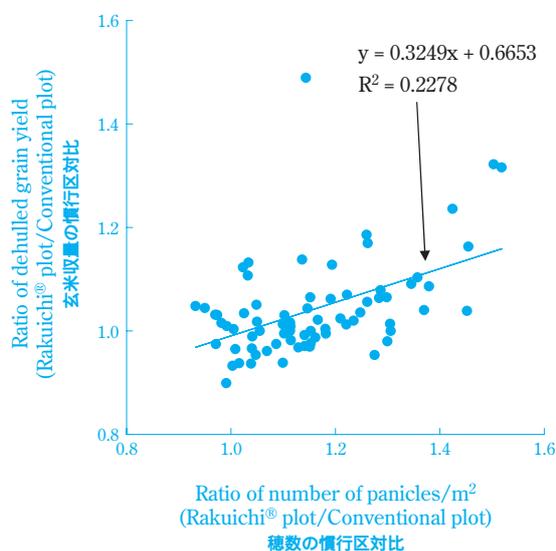
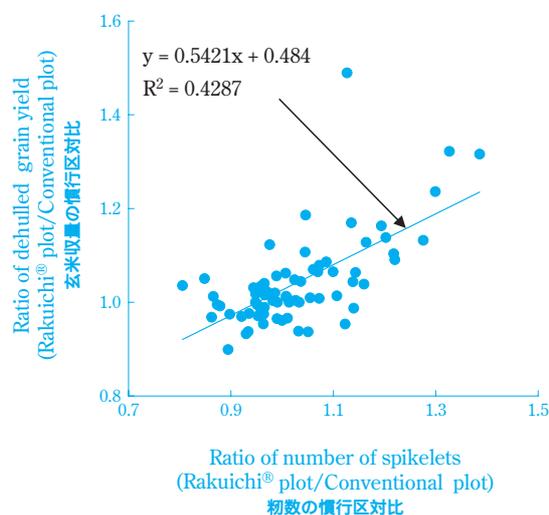
Fig. 15 Effect of Rakuichi® on number of panicles
楽一®区の穂数

Table 1 Effect of Rakuichi® on grain yield, yield components and degree of lodging
楽一®区の収量及び収量構成要素

Plot	Number of panicles (/m ²)	% of productive tillers	Number of spikelets/panicle	Number of spikelets (10 ³ /m ²)	% of ripened grains	1,000 grain weight (g)	Dehulled grain yield (kg/10a)	Degree of lodging (0: none~ 4: complete)
区名	穂数 (本/m ²)	有効茎歩合 (%)	1穂初数 (粒/穂)	初数 (千粒/m ²)	登熟歩合 (%)	千粒重 (g)	精玄米収量 (kg/10a)	倒伏程度 (0: 無~ 4: 甚)
Rakuichi® 25 楽一®区	624	91.0	56.2	35.1	84.0	22.6	642	0.3
Ratio (Rakuichi®/Conventional, %) (慣行区対比%)	(145)	(129)	(82.1)	(119)	(98.8)	(102)	(116)	(23)
Conventional 慣行区	429	70.6	68.4	29.4	85.0	22.1	552	1.3

* The Japan Association for Advancement of Phyto-Regulators (Ibaraki, 2002)

日本植物調節剤研究協会研究所 (茨城県, 2002)、楽一®区: 楽一®25 (30kg/10a)

**Fig. 16** Relationship between ratio of number of panicles/m² and ratio of dehulled grain yield
穂数と玄米収量の相関**Fig. 17** Relationship between ratio of number of spikelets and ratio of dehulled grain yield
初数と玄米収量の相関

楽一®を用いた栽培における穂数の増加と収量との関係を調べるため、収量を構成する要素を調べた。(Table 1)(日本植物調節剤研究協会研究所、2002年、茨城県)。精玄米収量(kg/10a)は穂数、一穂初数、登熟歩合、千粒重という4つの収量構成要素の積で求められる。楽一®区は、穂数が増加する一方、一穂初数は減少し、登熟歩合および千粒重はほぼ同等であった。単位面積当たりの初数(千粒/m²)は、穂数と一穂初数の積である。すなわち、楽一®区では、穂数の増加によって単位面積当たりの初数が多く確保され、その結果増収した。

1999年~2005年の7年間における楽一®を使用した75圃場試験(委託試験、社内試験)の精玄米収量および収量構成要素のデータを用い、楽一®の増収要因を解析した。各収量構成要素について慣行区に対す

る楽一®区の比を算出し、精玄米収量との相関関係を調べた。その結果、収量構成要素の内、穂数と単位面積当たりの初数が正の相関を示すことが判明し(Fig. 16、17)、楽一®を用いた栽培による安定多収には、穂数および単位面積当たりの初数の増加が寄与していることが示唆され、楽一®を施用した水稲の草姿や収量構成要素は、短稈・多収性品種に近づくものと考えられた。

4. 食味および外観品質

食味は、一般的に同一品種の場合、玄米中のタンパク質含有率が低い方が良食味とされる⁴⁾。そこで、2000~2005年の6年間における楽一®を使用した61圃場試験(委託試験、社内試験)における楽一®区と慣行区の玄米中のタンパク質含有率(乾物当たり)を

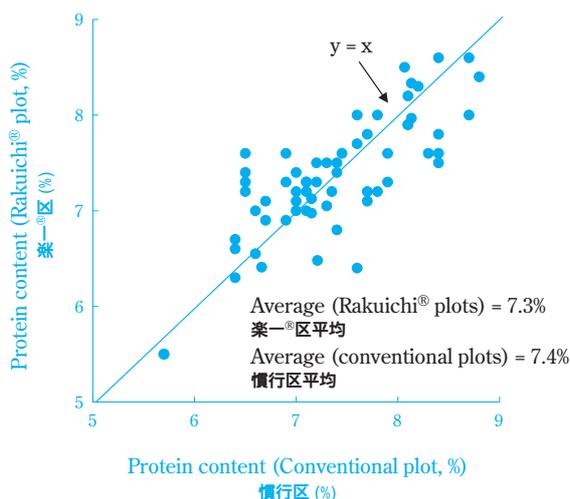


Fig. 18 Comparison of protein content in dehulled rice grain
 玄米中のタンパク質含有率の比較

調べた (Fig. 18)。その結果、タンパク質含有率の平均値は楽一®区が7.3%、慣行区が7.4%とほぼ同等であった。近年、低タンパク米生産のため、窒素施肥量の低減化が図られており、慣行区では楽一®区の窒素施肥量に比べ少ない場合も見受けられる。このような状況のもと、楽一®を用いた栽培は玄米タンパク質含有率がほぼ同等であり、慣行区に勝るとも劣らない食味評価となる栽培方法であると考えられる。

玄米の外観品質は、整粒70%以上が1等米、60%以上を2等米と評価され、市場の玄米取引価格に影響を与える。近年、出穂期の高温に加えて、後期の窒素不足、籾数過多、根の活力低下、水田の地力低下などが原因で、玄米に蓄積されるデンプン供給量が不足し、デンプン不足箇所が肉眼で白く濁って見える乳白粒などの白未熟粒が多発する傾向にある⁵⁾。これらが多発すると玄米の外観品質は不良と評価され

るため、外観品質の向上は重要な課題である。

そこで、楽一®を用いた栽培における乳白粒等の発生率 (%) を調査した。1999年の福井県農業試験場圃場試験の外観品質調査結果をTable 2に示す。整粒 (完全粒) 歩合 (%) は、楽一®区が76.5%、慣行区が62.9%であり、楽一®区では整粒歩合が13.6ポイント向上した。その内訳は、乳白粒率が10.4ポイント、心白粒率は0.6ポイント、腹白・背白未熟粒は2.6ポイントの減少であった。一般に被覆肥料を配合した基肥一発肥料では乳白粒の発生を軽減することが知られている⁶⁾。楽一®も被覆肥料を配合した基肥一発肥料であることから、楽一®を用いた栽培では、乳白粒など白未熟粒の発生率が減少し、外観品質の向上が期待できると考えられる。

5. 稲姿と登熟性

楽一®を用いた栽培で乳白粒などの白未熟粒の発生が抑制される理由として、前述のほか、稲姿が変化することによる登熟の向上が関与している可能性が考えられる。一般的に登熟は登熟歩合 (登熟粒/全粒 (%)) として表され、単位面積当たりの籾数と負の相関を示す。しかし楽一®区では、単位面積当たりの籾数は増加するが、登熟歩合は慣行区とほぼ同等であった (Table 1)。そこで、楽一®の登熟向上要因を考察するため、登熟期の稲姿および穂相について調べた。

はじめに、楽一®の稲姿について調べた。通常、慣行栽培の群落では登熟期において上位葉の葉の傾斜角度 (稈と葉の角度) は大きくなり、下位葉は受光できずに枯死し、そのため光合成量が減少する⁷⁾。一方、楽一®栽培の群落では、最上位葉 (止葉) および上位第2葉の傾斜角度から上位葉が直立する傾向を示した (Table 3)。楽一®区では上位葉が直立するため登熟後半まで下位葉が受光でき、光合成量が持続されていると考えられる。以上のことから、楽一®を用

Table 2 Effect of Rakuichi® on quality of dehulled rice grain
 楽一®の玄米外観品質に及ぼす影響

Plot 試験区	Perfect grain 完全粒	Imperfect grain 未熟粒			
		Milky white grain 乳白粒	White core grain 心白粒	White belly grain 腹背白粒	Other その他未熟粒
Rakuichi® 15 楽一®区	76.5	14.3	0.7	4.9	3.6
Ratio (Rakuichi®/Conventional, %) (慣行区対比%)	(122)	(58)	(54)	(65)	(100)
Conventional 慣行区	62.9	24.7	1.3	7.5	3.6

* Fukui Prefecture Agricultural Experimental Research Station (1999)
 福井県農業試験場 (1999) 楽一®区: 楽一®15 (40kg/10a)

Table 3 Effect of Rakuichi® on angles between leaf and culm
楽一®の葉面傾斜角度に及ぼす影響

Plot 試験区	Culm length (cm) 稈長	Degree of lodging (0 : none ~ 4 : complete) 倒伏程度 (0 : 無 ~ 4 : 甚)	Angle between leaf and culm (°) 葉面傾斜角度		Dehulled grain yield (kg/10a) 玄米収量
			Flag leaf 止葉	Second highest leaf 上位第2葉	
Rakuichi® 15 楽一®区	81.6	1.3	21.0	21.0	602
Ratio (Rakuichi®/Conventional, %) (慣行区対比%)	(84.4)	(33.3)	(68)	(72)	(127)
Conventional 慣行区	96.7	3.9	31.0	29.0	475

* Sumitomo Chemical Kasai Experimental Farm (2003)

楽一®区：楽一®15を40kg/10a施用（住友化学(株)加西試験農場, 2003）

Table 4 Effect of Rakuichi® on panicles and spikelets of paddy rice
楽一®の穂相に及ぼす影響

Plot 試験区	Number of panicles/m ² 穂数(本/m ²)	Number of spikelets/panicle 1穂初数(粒/穂)	Number of spikelets (10 ³ /m ²) 枝梗別粒数(千粒/m ²)			% of spikelets 枝梗別粒数率(%)	
			Total 全穂数	Primary rachis-branch 1次枝梗	Secondary rachis-branch 2次枝梗	Primary rachis-branch 1次枝梗	Secondary rachis-branch 2次枝梗
Rakuichi® 15 楽一®区	453	75.9	34.3	19.0	15.3	55.4	44.6
Ratio (Rakuichi®/Conventional, %) (慣行区対比%)	(116)	(89.7)	(104)	(117)	(92)	(112)	(88)
Conventional 慣行区	391	84.6	32.9	16.3	16.6	49.5	50.5

* Sumitomo Chemical Kasai Experimental Farm (2003)

楽一®区：楽一®15を40kg/10a施用（住友化学(株)加西試験農場, 2003）

いた栽培では、水稲は止葉が直立し、株の深部にまで光が到達することで群落全体の光合成量が増加し、登熟が促進され、かつ倒伏を軽減することで登熟期の受光態勢が維持され、光合成能も高く維持されていると推測される。関本・西川（1993）は、スミシヨート®を施用したコシヒカリの草姿でも、同様の傾向を示すことを報告している⁸⁾。

次に、楽一®の穂相について調べた。楽一®を用いた栽培では、穂数が増加する一方、一穂初数は減少した。この一穂初数の減少は、籾の登熟と密接に関係している。Table 4に、楽一®区と慣行区の枝梗別初数の試験例を示した。穂の枝梗は、主に一次（穂軸）および二次枝梗（穂軸の枝分かれ）に分類できる。楽一®区では、一次枝梗初数の割合が高く（55.4%）、未熟粒となりやすい二次枝梗初数の割合は少ない（44.6%）。二次枝梗に着生する籾は一次枝梗に着生する籾に比べ、初期から発育が遅れるため、蓄積デンプン量の不足により、未熟粒となる可能性が高い⁹⁾。楽一®区では、二次枝梗に着生する初数が

少ないことも、白未熟粒の減少に寄与しているものと考えられる。以上のことから、楽一®を用いた栽培では主に二次枝梗に着生する初数の減少により登熟性が向上することで収量性と外観品質の両方を高める可能性があると考えられる。

楽一®の利用方法

1. 銘柄と使用基準および対象地域・品種

楽一®は、ウニコナゾールP入り被覆肥料と化成肥料、溶出日数タイプが異なる複数の被覆尿素を栽培地域、作型、品種に応じて配合しており、楽一®21、25、27および20Sの名称で2005年10月に肥料および農薬登録を取得した。楽一®の銘柄毎の使用基準、対象品種・地域の例をTable 5に示す。施用時期および方法は楽一®21、25、27が基肥として耕起～代かき時に全面施用土壌混和（全層施肥）、楽一®20Sは耕起～代かき時の全層施肥に加え、田植時の側条施用も可能であり、全て基肥一回のみの施用である。施用量

Table 5 Product lines and directions for use of Rakuichi®
楽一®の銘柄と使用方法

	Product lines	Rakuichi® 21	Rakuichi® 25	Rakuichi® 27	Rakuichi® 20S
	銘柄	楽一®21	楽一®25	楽一®27	楽一®20S
Ingredient (%) 成分	N-P ₂ O ₅ -K ₂ O	21 - 11 - 10	25 - 10 - 8	27 - 10 - 7	20 - 11 - 11
	Uniconazole-P ウニコナゾールP	0.004	0.004	0.004	0.002
	package (kg) 包装	15	15	15	20
Directions for use 使用基準	Application period 時期		Plowing ~ puddling 耕起 ~ 代かき時		Transplanting 田植え時
	Application amount (kg/10a) 量	22.5 ~ 30	22.5 ~ 30	22.5 ~ 30	30 ~ 40
	Application method 方法		Whole layer application 全面施用土壌混和		Side dressing 側条施用
	Number of applications 回数			1	
	Target areas 代表的な対象地域	Hokuriku, Kanto and western Japan 北陸、関東平野部、 西日本平野部	Tohoku, highlands of Kanto and western Japan 東北、関東山間部、 西日本山間部	Tohoku, area of planting on March or early April 東北、 3~4月上中旬田植の西日本	Hokuriku, Kanto and western Japan 北陸、関東平野部、 西日本平野部
	Target varieties 代表的な対象品種	Koshihikari コシヒカリ	Koshihikari コシヒカリ	Akitakomachi, Hitomebore, Koshihikari あきたこまち、 ひとめぼれ、コシヒカリ	Koshihikari コシヒカリ

は、楽一®21、25、27が22.5～30kg/10a、楽一®20Sが30～40kg/10aである。対象地域・品種は、楽一®21が北陸および関東と西日本の平野部のコシヒカリ用、楽一®25が東北および関東と西日本の山間部のコシヒカリ用、楽一®27が東北のあきたこまち、ひとめぼれ用であり、かつ3月～4月上中旬田植の西日本の早期栽培コシヒカリも対象としている。楽一®20Sは、肥料の窒素成分が抜けやすい砂地土壌地域のコシヒカリ用および、側条施肥でコシヒカリを栽培する場合に使用する銘柄である。

2. 目標収量構成要素

目標収量および収量構成要素は、気象、土壌などの地域性や品種、栽植密度などの栽培管理によって異なる。2003年度新潟県農業技術センターの試験結果を参考に作成した楽一®21を対象とした新潟県の目標収量および収量構成要素の一例をTable 6に示す。楽一®を用いた栽培の目標は、穂数(本/m²)を慣行分施肥体系の10～15%増とし、穂数の増加によって単位面積当たりの籾数を多く確保し、登熟歩合および千粒重を同等以上にすることを目標とする。玄米収量(kg/10a)は、単位面積当たりの籾数の増加に合わせ5～15%増を目標とする。整粒割合(%)および玄米タンパク質含有率(%)は慣行分施肥体系同等以上の品質向上を目標とする。

Table 6 Target yield and yield components (Niigata prefecture)
新潟県の目標収量および収量構成要素の一例

	Rakuichi® 21	Conventional
収量構成要素	楽一®21	慣行分施肥区
Number of hills (/m ²) 栽植密度(本/m ²)	18	18
Number of panicles (/hill) 穂数(本/株)	26.5	23.1
Number of spikelets (/panicle) 1穂籾数(粒/穂)	66.5	71.6
% of ripened grains 登熟歩合(%)	88	82
1,000 grain weight (g) 千粒重(g)	21.5 ~ 22	21.5 ~ 22
Dehulled grain yield (kg/10a) ⁽¹⁾ 玄米収量(kg/10a)	606 ~ 614	525 ~ 537
Number of panicles (/m ²) 穂数(本/m ²)	478	415
Number of spikelets (×10 ³ /m ²) 籾数(千粒/m ²)	31.7	29.7
Maximum number of tillers (/m ²) 最大茎数(本/m ²)	600 ~ 730	540 ~ 676
% of productive tillers 有効茎歩合(%)	79.7 ~ 65.5	76.9 ~ 61.4
% of grains over 1.85mm thickness 1.85mm以上の粒厚分布(重量%)	92.4	91.8
% of perfect grains 整粒割合(%)	90.3	88.1
% of protein content in dehulled grains 玄米タンパク質含有率(%)	6.3	6.6

(1) Yield is calculated on the yield components.

各収量構成要素の値から算出した(含水率15%に換算表示した)

今後の課題と展望

日本の稲作を取り巻く環境は、年々厳しさを増す一方である。安価な輸入米の増加、米消費量の減少、米価の下落が進む中、米生産現場では省力・低コスト化がより一層求められ、昨今は消費者に受け入れられる良質・良食味米であることが必須である。

これらの現状を踏まえ、住友化学(株)が開発した楽一®は、コシヒカリ等の良食味品種に対する慣行分施の施肥方法とは異なり、幼穂形成期の窒素供給量を増やし、かつ稈長の伸びを抑制して倒伏を軽減しようというスミショート®の斬新なアイデアと、品種、作型および栽培地域等に合わせて様々な種類の肥料を配合したスーパーSRコート®の基肥一発施肥体系のコンセプトが融合した最先端の基肥一発肥料である。

今後、稲作農家の高齢化・兼業化が進む中、夏場の施肥作業は負担が大きく、これまでの慣行分施体系から基肥一発施肥体系へと移行するものと予想される。楽一®は、倒伏の危険性が高い地域でも消費者に好まれるコシヒカリ等の長稈・良食味品種が栽培でき、本田での追肥を省略し、安定した収量を確保できる点で、近年の日本における米生産者のニーズに適合した商材であるといえる。

しかし、水稲の栽培は肥料が全てではない。各稲作地域では、気象、土壌、作型、品種などが異なるため、各々の地域性に適した楽一®の栽培管理法が必要である。具体的には、植付け株数の差異による栽植密度の最適化、水深や間断灌水および中干しの程度、施肥に関しては耕起深度および施肥量の最適化が必要である。また、栽培地域に合った新銘柄の開

発と既存品の適用拡大についても、今後、更に検討したい。

楽一®は、世界初の溶出制御された倒伏軽減剤入り基肥一発肥料である。楽一®は、コシヒカリ等の良食味品種を栽培する大規模稲作農家、兼業・複合経営農家、新規就農稲作農家の有用な肥料資材として、日本の稲作環境の改善および発展に寄与するものとする。

引用文献

- 1) 農林水産省大臣官房統計部, “農林水産統計 平成18年産水稲の品種別収量”, (2007).
- 2) 大内 誠悟, 西川 章, 岡田 昭二, 住友化学, 1996-I, 4 (1996).
- 3) 齋藤 祐幸, 北陸作物学会報, 26, 125 (1991).
- 4) 大淵 光一, “おいしいコメはどこがちがうか”, 農文協編, 農山漁村文化協会 (1992), p. 56.
- 5) 農林水産省 水稲高温対策連絡会議対策推進チーム, “水稲の高温障害の克服に向けて (高温障害対策レポート)”, (2006).
- 6) 福井県農業試験場研究成果資料, 平成11年度普及に移す技術 “コシヒカリの全量基肥施肥法による乳白粒の発生軽減と玄米品質の向上”, 福井県農業試験場 (1999).
- 7) “稲学大成第二巻生理編”, 松尾 孝嶺編, 農山漁村文化協会 (1990), p. 564.
- 8) 関本 均, 西川 章, 日本土壌肥科学雑誌, 64 (6), 662 (1993).
- 9) “稲学大成第二巻生理編”, 松尾 孝嶺編, 農山漁村文化協会 (1990), p. 104.

PROFILE



柴田 秀之
Hideyuki SHIBATA

住友化学株式会社
アグロ事業部
主任部員



竹林 禎浩
Yoshihiro TAKEBAYASHI

住友化学株式会社
農業化学品研究所
主席研究員

高純度アルミナの新規開発

住友化学(株) 基礎化学品研究所
藤原進治
田村泰章
真木一
東紀史
竹内美明

Development of New High-Purity Alumina

Sumitomo Chemical Co., Ltd.
Basic Chemicals Research Laboratory
Shinji FUJIWARA
Yasuaki TAMURA
Hajime MAKI
Norifumi AZUMA
Yoshiaki TAKEUCHI

Sumitomo's high-purity alumina has been manufactured by the method of hydrolysis of aluminum alkoxide since 1981, and the present production capacity is 1500t/Y. High-purity alumina is used in areas such as displays, energy, automobiles, semiconductors and computers and demand for it is growing steadily.

In this paper, a general view of recent applications for high-purity alumina is introduced, and our newly-developed high-purity alumina products are also described.

はじめに

アルミナ (Al_2O_3) は、耐熱性、絶縁性、耐摩耗性、耐食性といった優れた物理的、化学的特性とを有することから、各種用途に幅広く使用されている。

汎用的なアルミナは、ボーキサイトを出発原料にした、いわゆるパイヤー法によって製造される、純度が99.6 ~ 99.9%のアルミナであり、耐火物やスパークプラグ、IC基板用途に広く用いられている。

また、アルミナ純度が99.99%以上で、微粒で均一な粒子径を有することを特徴とする高純度アルミナは、高圧ナトリウムランプ用透光管、時計窓用サファイア等の単結晶材料、高強度セラミックス工具、磁気テープ用研磨材などに幅広く使用されてきた。近年では、表示材料、エネルギー、自動車、半導体やコンピューターといった高い成長が期待される分野での需要が拡大している。

当社では、これらの市場ニーズに応えるべく、アルミニウムアルコキシドの加水分解法というユニークな製法による量産技術を確認し、1981年に250t/Yのプラントを建設し、その後能力増強を重ねて、

2004年には1500t/Yに増強し、様々な用途に適合するように品質の制御された、多機能性の高純度アルミナ粉末を開発してきた^{1)~10)}。

本稿では、高純度アルミナの製造技術および用途展開についての現状と将来像について述べる。

高純度アルミナの製造技術

高純度アルミナの工業的な製造方法としては、アンモニウム明ばんの熱分解法¹¹⁾、アンモニウムアルミニウム炭酸塩 (AACH) の熱分解法¹²⁾、アルミニウムの水中火花放電法¹³⁾、気相酸化法¹⁴⁾等が知られているが、ここでは、当社が採用しているアルミニウムアルコキシドの加水分解法ならびに新規製造技術を紹介する。

1. アルミニウムアルコキシドの加水分解法

この方法は、Fig. 1および下記反応式(1)から(3)に示すように、金属アルミニウムとアルコールとの反応から高純度のアルミニウムアルコキシドを合成し、加水分解してアルミナ水和物を得た後、これを

焼成して高純度アルミナを得る方法である。

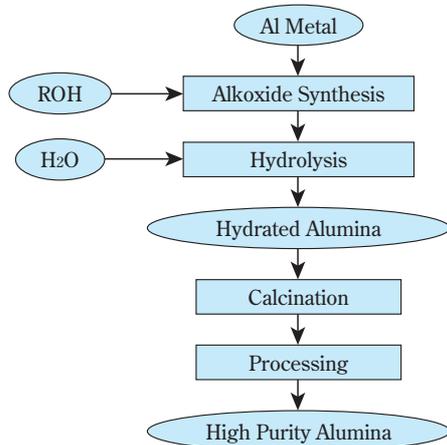
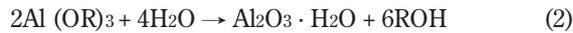
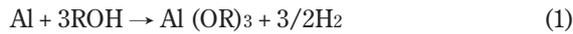


Fig. 1 Manufacturing process of High Purity Alumina by alkoxide method

この方法では、生成したアルミニウムアルコキシドを蒸留等の操作により精製でき、高純度のアルミニウムアルコキシドを得ることができる。また、アルミニウムアルコキシドの加水分解速度は非常に速く、微粒のアルミナ水和物が生成しやすいことから、加水分解および乾燥時の条件を適切に制御して、強固な凝集粒子を生成させないことが重要である。

加水分解によって得られたアルミナ水和物（例えば、ペーサイト（Boehmite））は、加熱により γ 、 δ 、 θ - Al_2O_3 を経て、高温安定相である α - Al_2O_3 となる。高温安定相の α - Al_2O_3 以外の各種アルミナは、中間アルミナと呼ばれ、一次粒子が数十nmの超微粒子である。

中間アルミナから α - Al_2O_3 への転移は、中間アルミナ間の転移と異なり酸素の充填の再配列（立方最密六方最密）を必要とする転移であり、1200 以上の高温を要する。 α 化転移は、 α 結晶の核発生が律速である。この際に発生する α 核の密度は低く、一旦核発生がおこると、周囲の中間アルミナからの物質移動によって急激に粒成長し、ミクロンオーダーの樹枝状の α - Al_2O_3 粒子となる。

従って、微粒子で粒度分布の均一な α - Al_2O_3 粉末を得るためには、 α - Al_2O_3 の核生成を不均一にするような要因を排除し、焼成時の温度分布の均一性について厳密な管理を行った上で、できるだけ低温で α 化転移を完了させることが重要となる。

α 化転移は、種結晶の添加^{15) ~ 18)}、焼成雰囲気中の水蒸気分圧^{18), 19)}や不純物元素^{20), 21)}により大きく影響を受けることが知られている。 α - Al_2O_3 種結晶の添加は α 核の生成と成長のための低エネルギーサイトを与え、雰囲気中の水分は表面拡散を促進させて中間アルミナの粒子成長を加速させる。これらは共に α 化転移の活性化エネルギーを低下させて、 α 化転移の温度を低下させる効果がある。

加水分解、乾燥、焼成条件を厳密にコントロールして得られる α - Al_2O_3 は凝集粒子の状態であるために、粒度分布のシャープな粉末とする為には、解砕処理が必要となる。解砕にはボールミル、振動ミル、ジェットミル、媒体攪拌ミル等の各種の粉砕機が適用可能である。

焼結体用途では、凝集粒子の存在は成形体中に局所的な不均一性を与え、焼結体中の残留気孔の原因となることが知られている。特に高圧ナトリウムランプ用の透光性アルミナセラミックス用途においては、焼結体中の残留気孔の存在は焼結体の透光性を低下させる原因となる。また、磁気テープ用研磨材用途では、凝集粒子の存在は、磁気テープの表面平滑性の悪化や、テープ走行中の磁気ヘッドの損傷や電磁変換特性の低下原因となる。我々は、高純度 α

Table 1 Character of Sumitomo's high purity alumina

	AKP-20	AKP-30	AKP-50	AKP-3000	AKP-G008	AKP-G015	HIT-50	
Crystal Form	α	α	α	α	θ	γ	α	
Purity (%)	> 99.99	> 99.99	> 99.99	> 99.995	> 99.995	> 99.995	> 99.95	
Particle Size (μm)	0.4 ~ 0.6	0.3 ~ 0.5	0.1 ~ 0.3	0.4 ~ 0.7	< 0.1	< 0.1	~ 0.25~	
Loose Bulk Density (g/cm^3)	0.7 ~ 1.1	0.7 ~ 1.0	0.6 ~ 1.1	0.3 ~ 0.6	-	-	-	
BET Surface Area (m^2/g)	4 ~ 6	5 ~ 10	9 ~ 15	4 ~ 8	~ 80 ~	~ 150 ~	6 ~ 13	
Impurity Level	Si (ppm)	≤ 40	≤ 40	≤ 25	≤ 20	≤ 8	≤ 8	≤ 50
	Na (ppm)	≤ 10	≤ 10	≤ 10	≤ 10	≤ 3	≤ 3	≤ 10
	Mg (ppm)	≤ 10	≤ 10	≤ 10	≤ 10	≤ 3	≤ 3	≤ 10
	Cu (ppm)	≤ 10	≤ 10	≤ 10	≤ 10	≤ 3	≤ 3	≤ 10
	Fe (ppm)	≤ 20	≤ 20	≤ 20	≤ 10	≤ 8	≤ 8	≤ 30

ルミナ粉末中の凝集粒子を低減させるよう、各種工程を工夫することにより、用途に応じたアルミナ粉末を開発してきた^{22), 23)}。

近年、微粒子化、ナノ粒子化による高機能化の流れの中、高効率のジェットミルやナノ粒子の分散に対応した湿式媒体攪拌ミル等が続々と開発されている。粉末の解砕には一次粒子が小さくなるほど、再凝集粒子の発生や汚染といった問題を回避する必要があり、その条件には細心の注意を払う必要がある。

当社では、これらの製造条件を適切に管理することにより、各種用途に応じた高純度アルミナ粉末を開発している。

Table 1 および Fig. 2 に、当社の高純度アルミナの代表グレードの特性表と電子顕微鏡写真をそれぞれ示す。

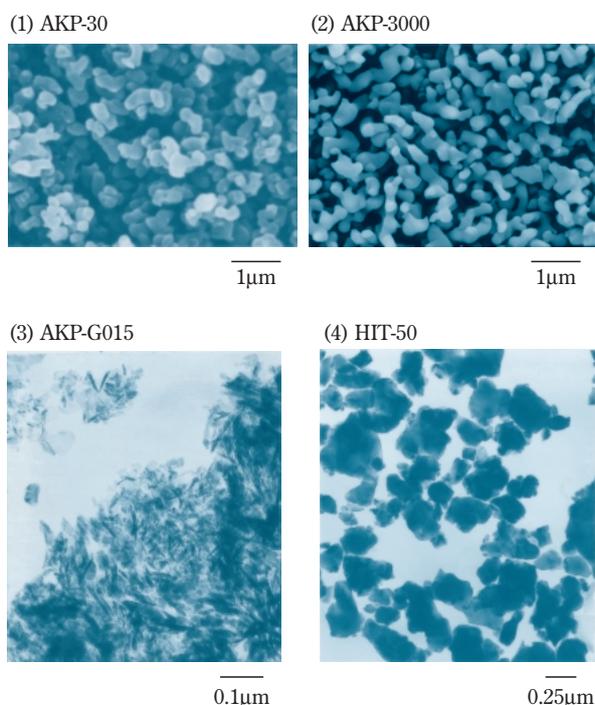


Fig. 2 SEM and TEM images of Sumitomo's high purity alumina

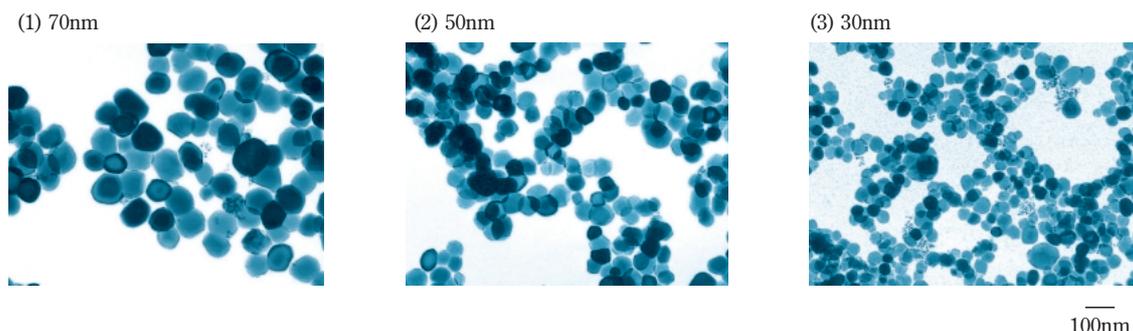


Fig. 4 TEM images of Sumitomo's nano-sized α - Al_2O_3 powders

2. In Situ Chemical Vapor Deposition 法²⁴⁾

当社独自の合成法である「In Situ Chemical Vapor Deposition 法」は、原料であるアルミナ水和物を、特殊なガス雰囲気中で焼成することにより気相を介して、その場に粒子を成長させる技術である。

この合成技術により製造した単結晶 α - Al_2O_3 である「スミコランダム[®]」は、サブミクロンから十数 μm に精密に制御された粒子径、均一な形状、良好な分散性を有する。

代表的なスミコランダム[®] の電子顕微鏡写真を Fig. 3 に示す。

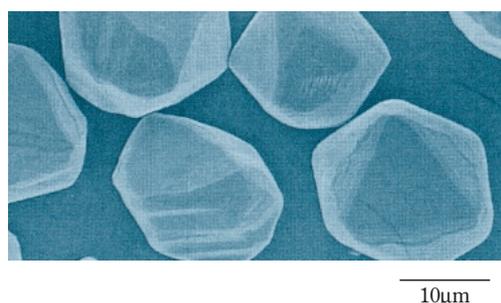


Fig. 3 SEM image of Sumicorundum[®]

3. ナノサイズ α - Al_2O_3 の製造方法

近年、ナノ技術の将来性に期待が集まっている。

上述した様に、通常合成法での α 化転移は約 1200 と高温で、粒成長と凝集が起こるために、分散性が良好なナノサイズの α - Al_2O_3 の合成は難しい。この課題を克服する為に多くの研究例があるが、 α 化転移の温度を低下させることがポイントである。

ナノサイズの α - Al_2O_3 の合成法として、アルミナ前駆体に種結晶を添加して α 化温度を 1000 以下に低下させることが試みられている。

Rajendran²⁵⁾ は、 α - Al_2O_3 種結晶と硝酸アンモニウムを含んだ水和アルミナを 950 焼成することで、60nm 以下の α - Al_2O_3 粉末が合成できることを、さら

に、KrellとMaら^{26)~28)}は、0.1 μm 以下のダイアスポア (Diaspore) および $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ の微粒種結晶を分散させた硝酸アルミニウム水溶液を加水分解して得られた非晶質の加水分解物を950以下で焼成することによって、一次粒子径が約50nmサイズの $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ が得られ、種結晶としてダイアスポアを使用した方がより微粒子が得られることを報告している。

当社においても、凝集粒子が少なく、分散性が良好なナノサイズ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 粉末の工業的製造方法の確立に向けて、アルミナ前駆体や種結晶および工程の最適化を精力的に検討を進めている。

当社がこれまでに開発したナノサイズ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ の電子顕微鏡写真をFig. 4に示す。プロセスを最適化することによってナノサイズでの粒子径制御が可能であり、各種用途への新展開が期待される。

高純度アルミナの用途展開

近年、表示材料、エネルギー、自動車、半導体やコンピューターといった高い成長が期待される分野での高純度アルミナの需要が拡大している。以下に高純度アルミナの最新の用途展開例を述べる。

1. 単結晶サファイア用途

単結晶サファイアは、コランダム構造を有する結晶体であり、古くから主にベルヌーイ (Verneuil) 法を用いて、 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ を原料として製造され、宝石用途として広く知られ、現在でも時計用窓等用途としても用いられている。

ベルヌーイ法で得られる単結晶サファイアは結晶性が悪いことから使用用途が限定されるが、単結晶の結晶性と工業的生産性の両立を目的にしたEFG (Edge-defined Film-fed Growth) 法が開発され、単結晶サファイアが高輝度LED (発光ダイオード; Light Emitting Diode) 基板用途や液晶プロジェクタ用偏光子保持板²⁹⁾等に広く普及することとなった。特に、高輝度LEDの中で白色LEDは、現在の主要用途である携帯電話用液晶バックライト用途のみならず、今後は次世代の省エネルギー照明用光源として期待され、広告灯やディスプレイ、自動車のヘッドライト、一般家庭向け照明への発展が期待されている³⁰⁾。LEDは成長用基板上にGaN系III-V族化合物半導体の結晶成長させてデバイス化するが、この成長用基板にはサファイアが使用されている。これはサファイアの格子定数がGaNのそれに比較的近いことやGaNを成長させる際の高温プロセスに耐えうる等といった優れた特性に起因している³¹⁾。

単結晶サファイアの育成に使用される原料となる $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ としては、光学的に高品位のサファイア基板

を製造する観点から高純度であることに加えて、2000という高温下でのサファイア製造工程でMo等のルツボの酸化といった問題が生じることが無いように、吸着した水分量も極力抑える必要がある。また、高温雰囲気下に維持した装置に原料粉末を連続供給して使用する場合には、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 原料粒子同士が融着を起こし、流動性が低下して装置内で目詰まりを起こさないことも要求される³²⁾。

大きさ約2mmの球状で流動性に優れた高純度アルミナAKQ-10はこれら品質要求を満足する単結晶原料用アルミナとして広く用いられてきた。また、最近では、チョクラルスキー (Czochralski) 法による単結晶育成技術の改良も検討され³³⁾、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 原料には、かさ密度の向上といった要求が高まっている。当社ではこの要求に対応するために、従来のAKQ-10より個々の粒子密度を向上させて、粒度分布を最適化することにより充填性を高めた結果、2.0g/cm³以上という高かさ密度を有する単結晶用 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ を新規に開発した。

Table 2およびFig. 5に、当社のサファイア単結晶育成用 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ の特性ならびに電子顕微鏡写真を、それぞれ示す。

新規開発品を用いて単結晶サファイアを育成する場合、育成装置内に仕込むことのできる原料 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

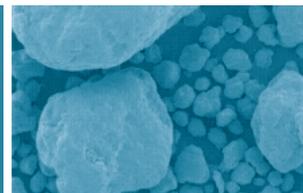
Table 2 Character of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ for sapphire single crystal

	AKQ-10	High Density New Alumina
Crystal Form	α	α
Purity (%)	> 99.99	> 99.99
Loose Bulk Density (g/cm ³)	1 ~	≥ 2
BET Surface Area (m ² /g)	~ 3 ~	≤ 1
Impurity Level	Si (ppm)	≤ 10
	Na (ppm)	≤ 10
	Mg (ppm)	≤ 10
	Cu (ppm)	≤ 10
	Fe (ppm)	≤ 10
Ca (ppm)	≤ 10	≤ 10

(1) AKQ-10



(2) High Density New Alumina



1mm

Fig. 5 SEM images of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ for sapphire single crystal

量が増加することが出来、従来より生産性良く、良質なサファイア単結晶が製造可能になっており、その使用拡大が期待される。

2. 蛍光体用途

近年、平面薄型の大型フラットパネルディスプレイとして、プラズマディスプレイ（PDP；Plasma Display Panel）が薄型軽量化を実現できるデバイスとして注目されている。PDPの動作原理³⁴⁾としては、波長147nmのXe分子線輻射や波長172nmのXe共鳴線を使った真空紫外（VUV）励起によって蛍光体を励起、発光させることによる。また、液晶バックライトとして幅広く使用されている冷陰極管蛍光ランプでは、水銀原子の励起による波長254nmの紫外線によって三波長蛍光体を励起、発光させる。

これら蛍光体のなかで青色蛍光体であるBaMgAl₁₀O₁₇：Eu²⁺（BAM）は最も不安定であることが知られており、PDP用途においては、パネル製造過程での加熱プロセスとパネル駆動時のVUV照射過程中に、発光強度の低下と色純度のシフトが認められ、高輝度化と劣化特性の改善検討が続けられている³⁵⁾。

BAM等のアルミン酸塩蛍光体は、高純度アルミナとBa、MgおよびEu原料およびこれら原料同士の反応性を高める効果のあるフッ化物フラックスを混合して焼成する、いわゆる固相反応法が一般に採用されているが、この製造プロセスの詳細には蛍光体製造メーカーでノウハウがある^{36)～38)}。大塩ら³⁹⁾は、従来の蛍光体の粒子形状が角板状で、粒度分布がブロードであることに着目し、球状で粒子の大きさが揃ったアルミナ粉末を原料に用いることによって、従来使用されてきたフラックスと呼ばれる反応促進剤を使用することなく、原料アルミナ粉末の形状や大きさを維持したアルミン酸塩蛍光体が合成できることを示した。このようにして得られた球状蛍光体は色度が従来品と同等で輝度が従来品より5%向上し、かつ加熱による輝度低下も抑制されている。

以上の様に、アルミン酸塩蛍光体は次世代の表示材として使用され、今後の需要拡大が期待される。このなかで、高純度アルミナは蛍光体特性を左右する材料の一つとして重要な位置付けにあり、当社としては、ニーズに適合したアルミナ粉末の開発を継続している。

3. 自動車用センサー用途

近年、自動車エンジンの空燃比制御に利用される空燃比センサー（A/Fセンサー：Air fuel ratio sensor）の市場が拡大している。A/Fセンサーは、排ガス中に残存している酸素濃度と未燃焼ガス濃度により、エンジン内の燃焼空燃比を検出し、高精度な燃料噴

出の調整を行うものである。このセンサーには酸素イオン導電性固体電解質である部分安定化ジルコニアと電気絶縁性と伝熱性の観点からヒーターを付与したアルミナ基板を積層して、一体化したものが提案されている。部分安定化ジルコニア基板とアルミナ基板とは一体化焼成が必要で、これら異種材料を接合するためには、これら材料の焼成収縮率および熱膨張係数を一致させる必要がある⁴⁰⁾。また、センサーの実使用環境下では部分安定化ジルコニアとアルミナ基板の熱膨張差に基づく発生応力が界面に集中しクラックが発生する恐れがあることから、両者の熱膨張差を小さくすることに加えて⁴¹⁾、部分安定化ジルコニアおよびアルミナ基板の高密度化とグレインサイズの微細化が必要となる⁴²⁾。このような要求に対しては、アルミナの低温焼結性向上が必要になると考えられる。

基本的に原料粉末の一次粒子径を小さくするほど低温で緻密化が始まるが、粒径が小さくなると緻密化を阻害する成形体密度の低下や凝集粒子の形成と

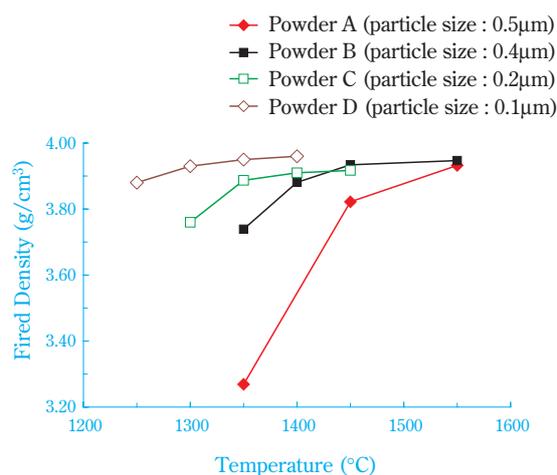


Fig. 6 Sintering behavior of Sumitomo's high purity alumina powders

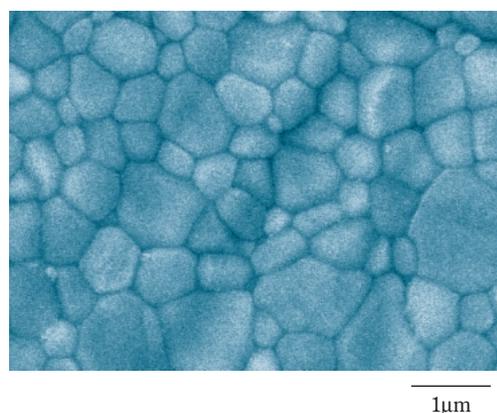


Fig. 7 Microstructure of Powder D (MgO = 500ppm addition) sintered body at 1300°C

といった問題が生じる。当社では、このようなニーズに適合すべく、各種焼結用グレードの α - Al_2O_3 粉末を開発している。

当社焼結体用粉末の焼結挙動および焼結体の組織写真を、Fig. 6およびFig. 7に、それぞれ示す。粒子径が微細化することによって優れた低温焼結性を示すことが分かる。

4. 半導体用途

半導体や液晶製造用治具の分野でも、高いプラズマ耐食性を有する α - Al_2O_3 が大量に使用されている。アルミナ焼結体の場合、耐食性の向上は焼結中の気孔および不純物の低減で達成でき、当社のスミコランダム[®]の微粒品を原料に用いることで、残留気孔のない高強度、高耐食性のアルミナセラミックスが得られる²⁴⁾。

また、アルミニウム、ニッケル、クロム、亜鉛、ジルコニウムおよびこれら合金等に高純度アルミナの溶射皮膜を形成させた部材の需要も高まってきた⁴³⁾。

溶射材料としてアルミナ粉末には、高純度であることと、溶射時のプラズマ炎またはフレイム炎までアルミナ粒子が安定的にかつ定量的に供給できるような流動性を有すること、供給および溶射の際に粒子形状を維持し、溶射時に完全に溶融することが要求される。

このような要求にマッチした材料として、単結晶 α - Al_2O_3 スミコランダム[®]大粒径品が使用され、今後の需要拡大が期待される。

5. 超微粒 α アルミナ粉末の新用途展開

ナノサイズの α - Al_2O_3 は新規な材料であり、今後の新たな用途展開が期待できる材料である。これら用途展開のなかで、研磨材、セラミックス、精密分離膜への新用途展開について述べる。

(1) 研磨材用途

ナノサイズの α - Al_2O_3 の用途展開の一つとして、アルミナの高い硬度を利用した研磨材用途への新展開が考えられる。

これまでに当社では、製造条件を調整することにより、エッジの発達した粒子形状を有する角状アルミナHITシリーズを開発してきた。Fig. 1-(4)に、当社の角状アルミナ粉末の電子顕微鏡写真を示す。この角状アルミナは、磁気テープ添加用研磨材や、金属・プラスチック等の精密研磨用研磨材^{44)~47)}に使用されている。

磁気テープは高信頼性、高体積記録密度、高転送速度等を特徴に、民生用・放送用・業務用の記録媒体として幅広く使用され、近年では大容量データが保管で

きるデータストレージテープが注目されている。

このような磁気テープは塗布法によって作成され、その構造は、PETあるいはPENフィルム基材の上に、磁性粉塗料をコーティングしたもので⁴⁸⁾、蒸着型テープと異なり、真空プロセスを用いないので大量生産に向いていることや、磁性体が高分子で保護されているので保存安定性に優れている等の利点である。磁気テープはFig. 8に示す様に、磁性層が磁気ヘッドと高速で摺動し、苛酷な摩擦状態にさらされることから、磁性層の耐摩耗性を高めかつ、磁気ヘッド詰まりの原因となるFe、Cの付着物のクリーニングを行うため、磁性層中に α - Al_2O_3 が添加されている。近年、磁気テープには更なる高容量・高密度記録化が要求されており、磁性層の薄膜化（100nm以下）、磁性体の微細化（ナノ粒子化）、磁性層の均一化・平滑化が特に重要な課題となっている⁴⁹⁾。従って、磁性層に添加される α - Al_2O_3 粒子もナノ粒子化が必要となる。

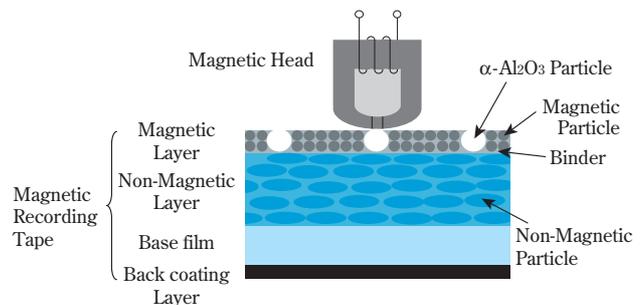


Fig. 8 Magnetic Recording System

当社としては、これまで蓄積してきた磁気テープ用研磨材開発の知見を活かして、これらのニーズに対応すべく、ナノサイズの α - Al_2O_3 の研磨剤への適応を検討中である。更にCMP（Chemical Mechanical Polishing）といった精密研磨材への展開も考えられ、粉末物性の更なる改良を続けている。

(2) アルミナセラミックス用途

ナノサイズの α - Al_2O_3 粉末の凝集を防止して、成形体中に発生する欠陥を防止すれば、従来より低温で、微細なグレインサイズの高密度焼結体を得ることが期待される。Maら^{26), 27)}は、ナノサイズの α - Al_2O_3 粉末を、湿式ボールミル処理後にスリップキャスト成形し、1285 °Cでの焼結にて、相対密度99%のサブミクロングレインの高密度焼結体を得られることを示した。

当社にて開発したナノサイズの α - Al_2O_3 粉末からも、湿式プロセスを採用することによって、焼結温度1250 °Cにて密度3.95g/cm³（相対密度99.2%）の高密度焼結体を得られる。

(3) 分離膜用途

α - Al_2O_3 多孔質体は、その優れた耐薬品性、耐熱性を利用して、限外濾過やガス分離膜などに分離膜用途に使用されている。

ガス分離膜の中でも水素分離膜は、下記反応式(4)で示される水蒸気改質反応をベースとした水素製造プロセスに組み込まれ、生成する水素ガスのみを反応系外への引き抜きを可能にすることで、反応温度の低下(800 500) 水素生成工程・分離工程を一体化したものととして開発が進められており、燃料電池等での水素利用システムの実現に向けて、今後の展開が期待されている、



水素分離膜の構成としては、Fig. 9に示すように、パイプ状の多孔質 α - Al_2O_3 多孔質支持基材上に γ - Al_2O_3 中間層を設け、更にその上に水素分離機能を有するシリカやゼオライトやパラジウム膜を形成した構造が基本である。

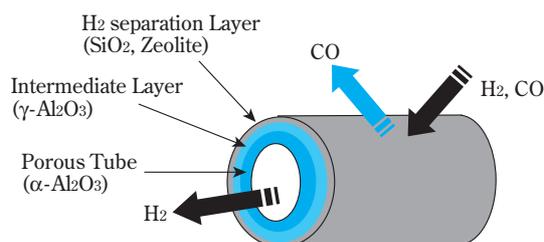


Fig. 9 Structure of Hydrogen separation element

しかしながら、ここで中間層に使用されている γ - Al_2O_3 は高温の水蒸気雰囲気下では粒成長や結晶転移が促進され、耐熱性に問題があることから、 α - Al_2O_3 の適用が考えられている。ナノサイズ α - Al_2O_3 多孔質膜は、用途に応じた細孔径の制御と、流体の流速を確保するために十分な気孔率が要求される(なお、粒子が最密充填した場合を仮定すると、細孔径は粒子径の約1/5となる)。

KrellおよびMaら²⁸⁾は、ナノサイズの α - Al_2O_3 スラリーのディップコーティング法にて、平均細孔径が10~60nmで気孔率約40%の α - Al_2O_3 膜が得られることを報告している、また、10~100nmの α - Al_2O_3 微粒子と γ - Al_2O_3 あるいはペーライトの混合物から平均細孔径が2~50nmで気孔率30~40%の α - Al_2O_3 膜が作成できるとの報告例もある⁵⁰⁾。

当社 α - Al_2O_3 圧粉体中の細孔径分布をFig. 10に示す。 α - Al_2O_3 の一次粒子径が微細化するほど、細孔径も微細化し、ナノサイズ α - Al_2O_3 の平均細孔径は

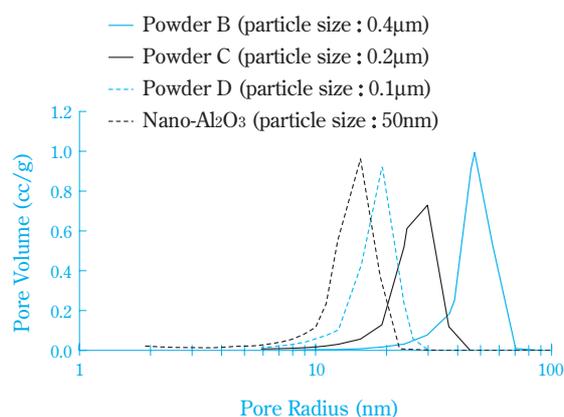


Fig. 10 Pore size distribution of high purity alumina powder compacts

16nmにまで微細化していることが分かる。

ナノサイズの水素分離膜用途として水素分離膜を中心に述べてきたが、ガス分離膜に限らずその他の精密分離膜用途でも、今後更なる改良と実用化が進められていくものと考えられ、ナノサイズ α - Al_2O_3 粉末の用途展開が一層加速することが期待される。

おわりに

本稿で述べたように、高純度アルミナは、これまで以上に微粒化、形状や粒度分布のコントロール等を実施することによって、表示材料、エネルギー、自動車、半導体やコンピューター等といった技術革新のスピードが速く、今後の市場拡大が大きく見込める分野での更なる展開が期待される無機材料である。

高純度アルミナ粉末に要求される機能がハイレベル化していくなか、我々素材メーカーとしては、これらニーズに合致しうるように、高純度アルミナ粉末の更なる高機能化を図ることが必要である。特に、ナノ粒子の分散は新たな展開を推進するためには、必要不可欠な技術である。今後も、川下化、商品化レベルでのプロセッシング技術も意識した形での展開を図っていきたいと考えている。

引用文献

- 1) 橋本 忠紀, 松本 武司, 浜 正明, 住友化学, 特II, 59 (1980).
- 2) 橋本 忠紀, 浜 正明, 機能材料, 2 (5), 23 (1982).
- 3) 橋本 忠紀, 中野 和彦, 浜 正明, 科学と工業, 58 (3), 106 (1984).
- 4) 橋本 忠紀, 中野 和彦, 浜 正明, 化学経済, 1984 (6), 63.
- 5) 堀切 尚三, FCレポート, 3 (7), 9 (1985).
- 6) 浜 正明, 梅崎 博, 化学総説, 48, 173 (1985).

- 7) H.Kadokura, and M.Hama, *New Materials & New Processes*, **3**, 335 (1985).
- 8) 竹内 美明、梅崎 博、門倉 秀公, 住友化学, **1993-I**, 4 (1993).
- 9) 竹内 美明, 亀田 績, セラミックス, **29** (8), 659 (1994).
- 10) 中野 和彦, セラミックス, **36** (4), 248 (2001).
- 11) 風間 聡一, セラミックス, **17** (9), 764 (1982).
- 12) 加藤 修三, ファインセラミックス, **4**, 100 (1983).
- 13) 石橋 渡, 荒木 徹也, 岸本 勝利, 久野 春夫, セラミックス, **6** (6), 461 (1971).
- 14) 加藤 昭夫, 川添 早苗, 持田 勲, 材料, **21**, 540 (1972).
- 15) M.Kumagai, and G.L.Messing, *J.Am.Ceram.Soc.*, **67** (11), C-230 (1984).
- 16) M.Kumagai, and G.L.Messing, *J.Am.Ceram.Soc.*, **68** (9), 500 (1985).
- 17) J.L.McArdle, and G.L.Messing, *J.Am.Ceram.Soc.*, **76** (1), 214 (1993).
- 18) R.B.Bagwell, and G.L.Messing, *J.Am.Ceram.Soc.*, **82** (4), 825 (1999).
- 19) H.Yanagida, G.Yamaguchi, and J.Kubota, 窯業協会誌, **74** (12), 371 (1966).
- 20) 町田 正人, 荒井 弘通, ファインセラミックス, **10**, 175 (1989).
- 21) P.Burtin, J.P.Brunelle, M.Pijolat, and M.Soustelle, *Appl.Catal.*, **34**, 225 (1987).
- 22) 住友化学(株), 特許2953003 (1999).
- 23) 住友化学(株), 特許3537454 (2004).
- 24) 内田 義男, 黒飛 義樹, 沢辺 佳成, 松田 憲雄, 毛利 正英, 渡辺 尚, 木村 真喜男, 杉本 昭治, 西村 彰洋, 手嶋 靖, 田中 紳一郎, FC レポート, **24** (4), 153 (2006).
- 25) S.Rajendran, *J.Mater.Sci.*, **29**, 5664 (1994).
- 26) A.Krell, and H.Ma, *NanoStructured Materials*, **11** (8), 1141 (1999).
- 27) H.Ma, and A.Krell, *Key Engineering Materials*, **206-213**, 43 (2002).
- 28) A.Krell, and H.Ma, *J.Am.Ceram.Soc.*, **86** (2), 241 (2003).
- 29) 京セラ(株), 特許3091183 (2000).
- 30) JLEDS Technical Report, **1** (2005).
- 31) 川崎 淳一, FC レポート, **22** (6), 163 (2004).
- 32) 京セラ(株), 特開2005-179109 (2005).
- 33) 京セラ(株), 特開2006-151745 (2006).
- 34) 小林 洋志, “発光の物理”, 朝倉書店 (2006), p.134.
- 35) 張書秀, セラミックス, **41** (8), 593, (2006).
- 36) 松下電器産業(株), 特開2004-197043 (2004).
- 37) (株)東京化学研究所, 住友化学(株) 特許第3599914号 (2004).
- 38) 松下電器産業(株), 特許第3181218号 (2001).
- 39) 大塩 祥三, 東 亨, 松岡 富造, Matsushita Technical Journal, **47** (4), 323 (2001).
- 40) 鶴田 忠志, 中江 誠, 森 連太郎, 稲垣 真介, 社団法人自動車技術会 学術講演会前刷集, No.27-02, p.11 (2002).
- 41) (株)デンソー, 特開平9-26409 (1997).
- 42) (株)デンソー, 特開平11-31611 (1999).
- 43) 五日市 剛, FC レポート, **23** (1), 12 (2005).
- 44) TDK(株), 特開昭62-250518 (1987).
- 45) 住友化学(株), 特許第2924094号 (1999).
- 46) 住友化学(株), 特開平3-277683 (1991).
- 47) 住友化学(株), 特公平6-18074 (1994).
- 48) 柴田 徳夫, 高橋 伸輔, 都丸 美喜男, 鈴木 章弘, 佐藤 恒彦, FUJIFILM RESEARCH & DEVELOPMENT, **48**, 76 (2003).
- 49) 斎藤 真二, 野口 仁, 遠藤 靖, 江尻 晴美, 萬代 俊博, 杉崎 力, FUJIFILM RESEARCH & DEVELOPMENT, **48**, 71 (2003).
- 50) (株)ノリタケカンパニーリミテド, 特開2005-305342 (2005).



藤原 進治
Shinji FUJIWARA
住友化学株式会社
基礎化学品研究所
主席研究員



東 紀史
Norifumi AZUMA
住友化学株式会社
基礎化学品研究所
研究員 工学博士



田村 泰章
Yasuaki TAMURA
住友化学株式会社
基礎化学品研究所
主席研究員



竹内 美明
Yoshiaki TAKEUCHI
住友化学株式会社
基礎化学品研究所
研究グループマネージャー



真木 一
Hajime MAKI
住友化学株式会社
基礎化学品研究所
研究員

易加工性EPDMの開発 - 防振ゴム分野を目指して -

住友化学(株) 石油化学品研究所
中野 貞之
佐々 龍生

Development of EPDM Grades with Good Processability Characteristics -Specialized Polymer Design for Anti-Vibration Rubber-

Sumitomo Chemical Co., Ltd.
Petrochemicals Research Laboratory
Sadayuki NAKANO
Tatsuo SASSA

The production process for cured rubber requires several steps, including mixing by an internal mixer, mixing by an open roll, molding with an extruder and vulcanizing using hot-air tunnel, and this is one of the reasons for higher production costs than other resin parts. In recent years we have aimed at the development of ethylene-propylene-nonconjugated diene rubber (EPDM) grades with good processability characteristics that minimize production costs. We have already included in our line-up the new grade “Esprene® 7456” as a Good Processability grade designed for continuous vulcanized sponges.

In this report, we present our new Good Processability EPDM grade cured by a peroxide curing system which is designed for anti-vibration rubber parts. This new grade has excellent roll mixing processability even with a low loading formulation, and provides high performance for anti-vibration rubber parts especially for next-generation muffler hangers.

はじめに

エチレンプロピレンゴム (EPDM) の2005年の世界需要は1002千トンとされている¹⁾。EPDMは主鎖に不飽和結合をもたないゴムであるため、耐候性、耐オゾン性、耐熱性に優れ、また極性基をもたないことから、分子間力が低く、高充てん性に優れる。このため、各種ウェザーストリップ類、各種断熱カバー材、遮音材、各種防振ゴム、ラジエータ/ヒーターホース類、ブレーキホースなどの自動車用ゴム部品、その他の用途として、天然ゴム (NR) などのジエン系ゴムの耐候性改良剤、ポリプロピレン (PP) などの熱可塑性樹脂の耐衝撃性/耐寒性改良剤、TPE原料や鉱物油の粘度指数向上剤など幅広い工業用途に使用されている²⁾。中でも、主要用途である自動車のアジア地区を中心とする生産台数の増加に伴い、2010年までの需要は、年率3.7% (約40千トン) で成長すると予想されている¹⁾。

一般にゴム製品は、原料ゴムと補強剤、軟化剤、増量剤、加工助剤などを密閉式の混練機を用い混

練する工程 (Fig. 1 Mixing ①)、加硫剤、加硫助剤、場合によっては発泡剤などをオープンロールを用いて混練する工程 (Fig. 1 Mixing ②) を経て、加硫可能な配合物とし、それを押出機や金型で成形するとともに加熱し、架橋反応を生じさせることにより、よく知られている弾力性のゴム製品が出来上がる。

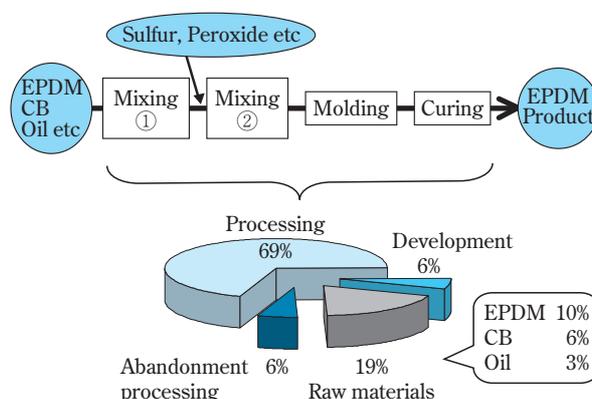


Fig. 1 Simplified cost model of EPDM product [Quoted from reference 3)]

EPDMを用いた加硫ゴム製品の多くも、同様の工程を経て製造されている。樹脂成形品の場合には購入樹脂材料を成形するだけで製品となる場合も多く、ゴム製品は製品コストに占める工程費用が大きいといえる (Fig. 1)。よって、加工工程の効率化を図ることが、EPDM製品のコストダウンへとつながる。これまで、我々は加工工程の中でも混練工程①の効率化に重点を置き、精緻に分子量分布を制御することにより高度に混練性と形状保持特性のバランスしたスポンジ用グレードとして易加工性EPDM (エスブレン®GP) を上市販売してきた。

今回、当社独自の技術により混練工程②における作業性を向上させ、従来にない防振ゴム特性とロール混練作業性とを高度にバランスさせることに成功し、それを応用した防振ゴム用易加工性グレードを開発したので紹介する。

自動車用防振ゴム

自動車用防振ゴムには、エンジンルームにトーションダルダンパーとエンジンマウント、駆動部分にセンターベアリングサポート、足回りにはアッパーリンクブッシュ、マフラーハンガーがある (Fig. 2)。開発グレードは、最も使用量が多く、排気温度の影響を受けやすいマフラーハンガー用とした。該部品は、マフラーと車体をつなぐゴムであり、マフラーで発生した振動伝播を防止する機能を有している。

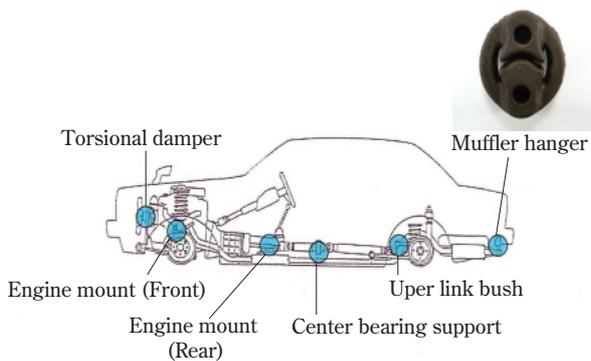


Fig. 2 Anti-vibration rubber parts of Automotive

最近の傾向として、高度な排ガス処理やエネルギー高効率利用により、排ガス温度が上昇傾向にあり、マフラーハンガーにはより高い耐熱性が要求されつつある。

従来の架橋はイオウによるものが主流であるが、イオウ架橋は熱によりイオウ-イオウ鎖の切断と再架橋による硬化現象 (硬化劣化) が生じ易い。この劣化は、力学物性のみならず、防振性能にも悪影響を与え、

経時的に振動の増大をもたらす。今後は、徐々に耐熱性向上や製品性能向上の観点から、熱的に安定な過酸化物架橋配合に移行するものと考えている。

動倍率

防振ゴムの防振性能を示す特性の一つに動倍率がある。

動倍率とは動的弾性率と静的弾性率の比で、室内こもり音の程度を表す。例えば、1500cc16バルブエンジンの自動車は、中速走行時に100Hzの加振力が発生する。動倍率は、この100Hzに対応する動的弾性率E' (MPa) とエンジンを支持する初期歪に対応する静的弾性率Es (MPa) の比であり、その値が低いほど、室内のこもり音が小さく、快適な走行ができる (Fig. 3)。

$$\text{Dynamic-to-static modulus ratio} = \frac{\text{Dynamic elastic modulus}}{\text{Static elastic modulus}} = \frac{\text{Storage elastic modulus (100Hz) } E'}{\text{Storage elastic modulus (1Hz) } E_s}$$

Fig. 3 Dynamic-to-static modulus ratio⁴⁾

同一配合量でイオウ架橋ゴムと過酸化物架橋ゴムを比較すると、後者は前者に比較して、約15%動倍率が悪化する (Table 1)。これは、過酸化物架橋ゴムはイオウ架橋ゴムより架橋密度 (ゴム弾性) が低いためと考えられる。

そこで、過酸化物架橋化に伴う動倍率悪化への対応方法として、EPDMの構造では末端鎖数を減少させ、エネルギーロスを極力少なくするための高分子量化や狭分子量分布化があげられる。また、配合面

Table 1 Dynamic-to-static modulus ratio of different curing system⁴⁾

	Sulfur curing system	Peroxide curing system
Dynamic-to-static modulus ratio	1.65	1.90

Table 2 Correspondence of poor Dynamic-to-static modulus ratio for Peroxide curing system⁴⁾

	<EPDM structure>	<Formulation>
Counter measures for improvement	<ul style="list-style-type: none"> •High MW •Narrow MWD 	<ul style="list-style-type: none"> •Low loading •Increase curing agent
defect	<ul style="list-style-type: none"> •Poor mixing processability 	<ul style="list-style-type: none"> •Poor mixing processability •Cost up

では、粘性項の増大を抑制するため、カーボンブラックなどの補強剤の減量による低充填化や弾性項増大のための架橋剤の増量があげられる。ところが、前述した各手法は、いずれもゴムコンパウンドのロール作業性を損う方向であり、また、架橋剤の増量は配合コストの大幅な上昇を招く (Table 2) によって、配合コストの上昇が無く、ロール作業性と動倍率のバランスに優れたEPDMの開発が求められていた。

防振ゴム用易加工性EPDMの分子設計

EPDMの加工性と動倍率とのバランスを改良する手法として、イオウ架橋を前提とした場合、架橋サイト (ジエン) を含まない低分子量EPMとジエンを有する高分子量EPDMを組み合わせることが提案されている⁵⁾。この場合、低分子量EPMはイオウと反応しないため、ゴムの三次元ネットワークに組み込まれず、動倍率への影響は最小限に留まるとしている。しかしながら、過酸化剤架橋においては、低分子量EPMも三次元ネットワークに組み込まれるため、動倍率の悪化は避け難い。

一方、過酸化剤架橋に適合するべく我々が開発した防振ゴム用易加工性EPDMの分子設計を一般的なEPDM構造と対比させながら説明する (Fig. 4)。図中青色で表される構造が従来一般的な処方で重合された当社防振ゴム用EPDM、赤で表現されているのが開発品の防振ゴム用易加工性EPDMである。易加工性EPDMの分子量分布は、単峰性の従来EPDMに比較して広く双峰となっていることが特徴の一つである。低分子量側で混練加工性を保持しつつ、高分子量側で動倍率を向上する分子設計としている。但

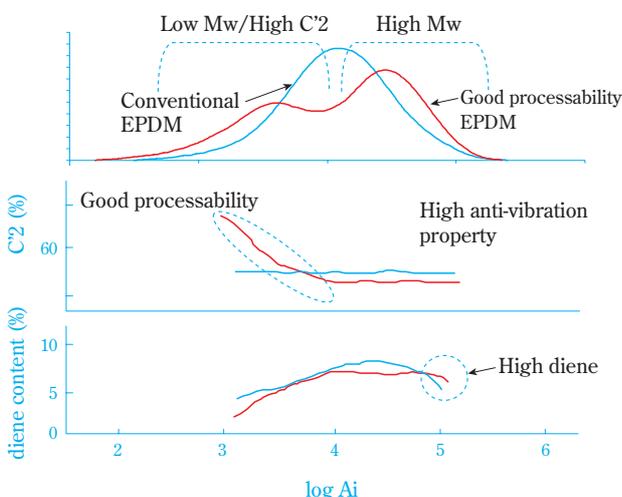


Fig. 4 EPDM polymer design for high Roll mixing processability and for low dynamic-to-static modulus ratio⁴⁾

し、単純に分子量分布を広げるのみでは、低分子量成分の影響で却って動倍率が悪化するため、2つの組成分布に特徴を持たせることに拠りこの点の解決を図った。一つは、エチレン含量の分子量に対する分布、もう一つはジエン成分のそれである。一般に、過酸化剤架橋においては高エチレンあるいは、高ジエン含量のEPDMほど架橋効率が高く、高度な三次元網目鎖構造を形成することが知られている^{6), 7)}。一般的なEPDMのエチレン含量が、分子量に対しほぼ一定であるのに対し、開発品では低分子量成分ほど高エチレン含量となるよう設計することによって、低分子量成分も高効率に網目鎖構造に組み込み、粘性項の増大を抑制している。また、高分子量成分に目を移すと易加工性EPDMは、最も分子量の高い領域でのジエン含量の低下が少ないことが判る。これにより更に動倍率の低下を図っている。我々はこれらの複雑な分子設計を新規に開発した触媒を適用することにより、1段の重合で達成した⁸⁾。

更に、易加工性EPDMの混練加工性を b (伸長比) と d (Deformation index) で整理した (Fig. 5)⁹⁾。

d (Eq. 1) は理想弾性体の破壊エネルギー密度: U_{be} (Eq. 2) と粘弾性体の破壊エネルギー密度: U_b (Eq. 3) の比で表され、ロール加工性指標として用いられる。 $d = 1$ の場合は完全弾性体、 $d < 1$ の場合は粘弾性体であり、完全塑性体は、 d 値が (Eq. 4) で表される以下の場合として表現される。この指標によるとロール加工性に優れるのは b が7以上、 d が0.1以上の水準となる。従来EPDMは b は大きいものの、 d が小さいため、粘性項が高く、ロール加工性に劣る。一方、易加工性EPDMは、 b 、 d とともにバランスがとれており、ロール加工性に優れていることが判る。易加工性EPDMがロール加工性に優れるのは、最大真応力 m が高いことに起因する。これは、前述した様に一般的なEPDMのエチレン含量が、分子量に対しほぼ一定であるのに対し、易加工性EPDMでは低分子量成分ほど高エチレン含量となるよう設計することによって、低分子量成分も高効率に網目鎖構造に組み込み、粘性項の増大を抑制し、適正な m を保持しているためと考えられる。

$$d = U_{be} / U_b \quad (\text{Eq. 1})$$

$$U_{be} = (m/2) \left(\frac{2}{b} + 2 \frac{1}{b^2} - 3 \right) / \left(\frac{2}{b} - \frac{1}{b^2} \right) \quad (\text{Eq. 2})$$

(m : 最大真応力、 b : 最大真応力時の伸長比)

$$U_b = (l_0/V) \int_1^b F d = \int_1^b (F/A_0) d \quad (\text{Eq. 3})$$

(l_0 : 初期長さ、 V : 体積、 A_0 : 初期断面積、 F : 応力)

$$d = \left(\frac{3}{b} - 3 \frac{1}{b} + 2 \right) / 2 \left(\frac{3}{b} - 1 \right) \ln b \quad (\text{Eq. 4})$$

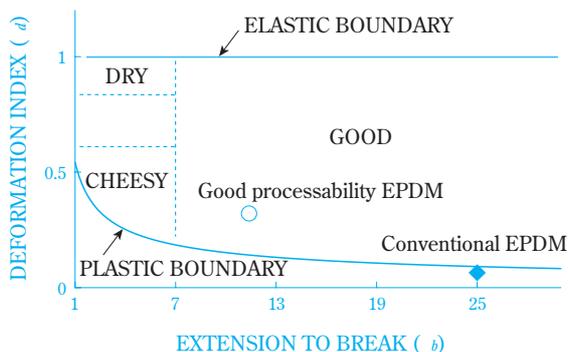


Fig. 5 Zone classification for roll mixing

防振ゴム用易加工性EPDMと従来EPDMの構造値比較

前述のような高度な分子設計により、従来の防振ゴム用グレードよりも平均分子量を低くすることが可能となり、伸展油含量を低く抑えることが出来ている。このことは結果として、需要家における配合設計の自由度（低充填配合 / 高充填配合、低硬度 / 高硬度）を与える。また、廉価なプロセスオイルを需要家で添加することができ、配合コストの低減にも一役立てるものと考えられる（Table 3）

Table 3 Structure values of Good processability EPDM

EPDM	Conventional EPDM	Good processability EPDM
Mw	1,100,000	980,000
diene content (%)	6.5	6.5
diene	ENB	ENB
extend oil (phr)	70	30

試験結果

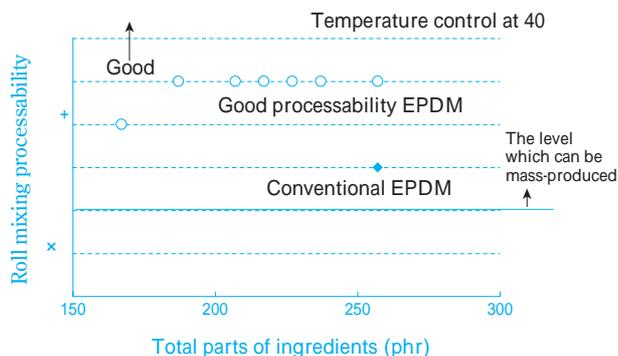
1. 配合量とロール加工性の関係

易加工性EPDMはカーボンブラックとオイルの配合量を変更し、7水準の配合量にて評価した⁸⁾(Fig. 6)

従来EPDMの混練加工性は、コンパウンドに穴があき、断続的にはコンパウンドがロールから剥がれ落ちて、難がある。一方、易加工性EPDMの混練加工性は、低充填化（配合量を少なく）してもコンパウンドにバギング（ロールからの浮きや垂れ）、穴あき、耳切れなど無く高水準を保持し、従来EPDMと比較しても明らかに優れている（ Fig. 7 ）

2. 配合量と引張強度の関係

過酸化物架橋した従来EPDMは、低充填化に伴い引張強度が低下する傾向にあるが、易加工性EPDM



(remark : excellent, + : very good, : good, : not bad, x : poor)

Fig. 6 Relation of Total parts ingredients and Roll mixing processability⁴⁾

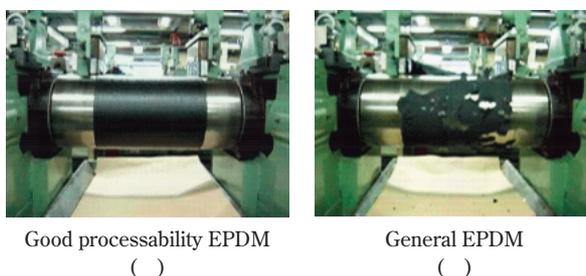


Fig. 7 Roll mixing processability of Good processing EPDM and EPDM¹⁰⁾

は低充填化しても高水準の引張強度を保持する。従来EPDMは、低充填化するとロール加工性が悪化するため、ロール工程での補強剤の分散性が不十分となり、引張強度が低下するものとする。一方、易加工性EPDMは、低充填化してもロール加工性に優れるため、ロール工程での補強剤の分散が進行し、均一になるため、引張強度は高水準を保持するものとする。また、過酸化物架橋した易加工性EPDMの引張強度は、イオウ架橋した従来EPDMよりも優れている（ Fig. 8 ）

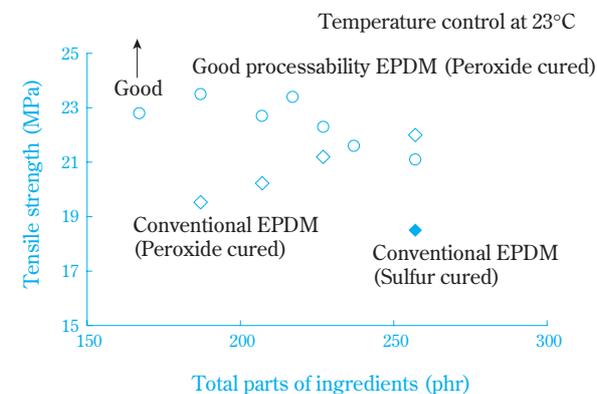


Fig. 8 Relation of Total parts ingredients and Tensile strength

3. 配合量と動倍率（オリジナル）の関係

同一配合量において、過酸化剤架橋した易加工性EPDMの動倍率は従来EPDMとほぼ同等であるが、易加工性EPDMは低充填化するとイオウ架橋した従来EPDMを超える低動倍率を発現する⁸⁾(Fig. 9)。

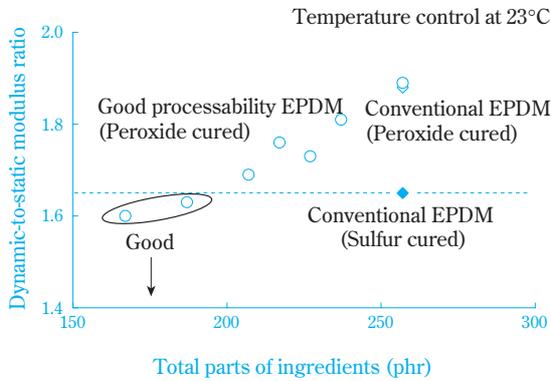
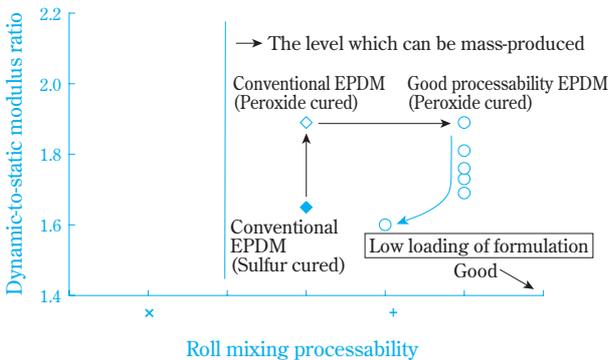


Fig. 9 Relation of Total parts ingredients and Dynamic-to-static modulus ratio⁴⁾

4. ロール加工性と動倍率（オリジナル）の関係

従来EPDMは、イオウ架橋から過酸化剤架橋に変更すると架橋密度が低下するため動倍率が悪化する。同一配合量において、易加工性EPDMは従来EPDMとほぼ同等の動倍率を示すが、ロール加工性に優れた特長を有している。易加工性EPDMはロール加工性に優れた分、動倍率向上を目的に配合の低充填化ができる。すなわち、易加工性EPDMは極めて優れた混練加工性を有しながら、過酸化剤架橋においてもイオウ架橋した従来EPDMを超える低動倍率を発現する (Fig. 10)。



(remark : excellent, + : very good, : good, : not bad, x : poor)

Fig. 10 Relation of Roll mixing processability and Dynamic-to-static modulus ratio^{4), 10)}

5. 動倍率の耐熱老化性

イオウ架橋した従来EPDMの動倍率は、熱処理す

ると上昇（悪化）する (Fig. 11)。一方、過酸化剤架橋したEPDMは、EPDM構造に関係なく、熱処理しても熱処理前の動倍率を保持する。イオウ架橋系は、熱によりポリスルフィド結合からモノスルフィド結合に架橋形態が変化する (Fig. 12)。ポリスルフィド結合が解離すると生成 - S・ラジカル（チールラジカル）がEPDMの二重結合を攻撃して自動酸化反応が開始する。イオウ架橋系の熱劣化はゴム弾性が低下し、剛体へ近づいていく。これは、イオウ架橋したEPDMは、熱劣化により動倍率が悪化することを意味し、熱によって力学物性のみならず、防振特性も悪化する。また、過酸化剤架橋したEPDMは、熱に対する力学物性や防振特性が安定しており、マフラーハンガー材等の耐熱仕様に適した防振ゴム材料といえる。

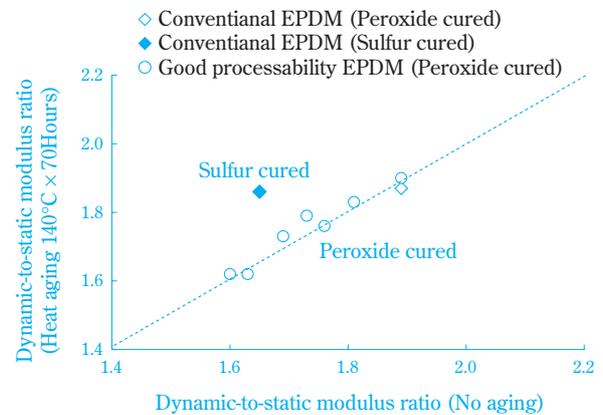


Fig. 11 Heat resistance of Dynamic-to-static modulus ratio⁴⁾

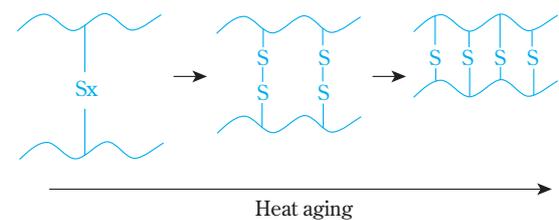


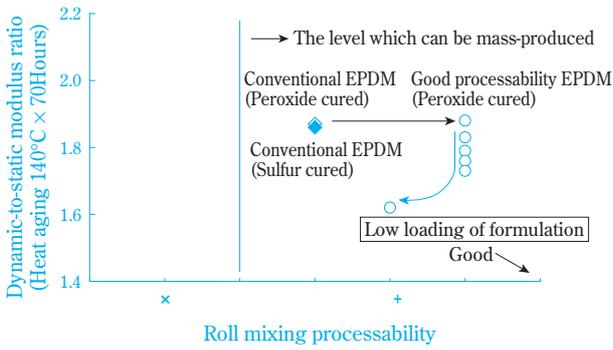
Fig. 12 Change of the cross-linking form which depends on heat aging (sulfur cured)

6. ロール加工性と老化後の動倍率の関係

耐熱仕様の製品においては、熱老化後の物性が重要であり、その観点で再度比較すると、易加工性EPDMは加工性と物性のバランスに優れていることが判る (Fig. 13)。

7. 易加工性EPDMのラインナップ

マフラーハンガーが使用される環境温度は様々で



(remark : excellent, + : very good, : good, : not bad, x : poor)

Fig. 13 Relation of Roll mixing processability and Dynamic-to-static modulus ratio (140°C x 70Hours Heat aging)

あり、温暖地、寒冷地それぞれに対応した易加工性EPDMの検討を行った。具体的には、易加工性EPDMのプロピレン含量(C3'含量)に着目し、動的弾性率の温度依存性について検討した。C3'含量の異なる易加工性EPDMのDSC測定において、いずれのEPDMも約40 付近に微結晶成分に起因する吸熱ピークが存在する。C3'含量20%のEPDMの熱量(ΔH)約21J/gに対し、C3'含量が23%、30%と増えるに伴い、熱量は小さくなり、すなわちC3'含量の増加に伴い、微結晶成分は減少していることが判る。(Fig. 14)。次に、C3'含量の異なる易加工性EPDMについて、動的弾性率の温度依存性を示す(Fig. 15)。EPDMのC3'含量によって、動的弾性率の温度依存性が変化し、C3'含量が低いほど、動的弾性率の温度依存性が大きいことが判る。動的弾性率の温度依存性が高いと、低温での動的弾性率が高くなり、マフラーハンガーからシャーシーへの振動伝達が増大する。よって、寒冷地では、動的弾性率の温度依存性を小さくする

EPDM C3' content (%)	20	23	30
ΔH (J/g)	20.9	8.1	2.2

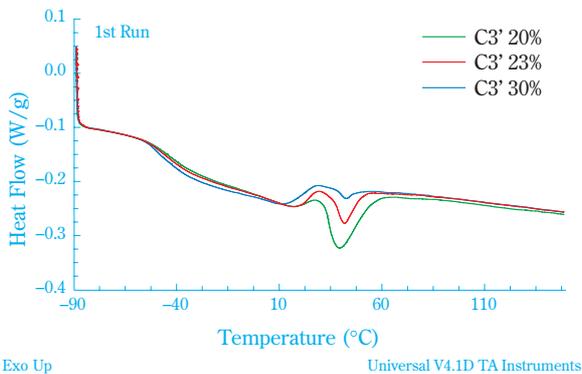


Fig. 14 Relation of C3' content of Good processability EPDM and DSC ΔH

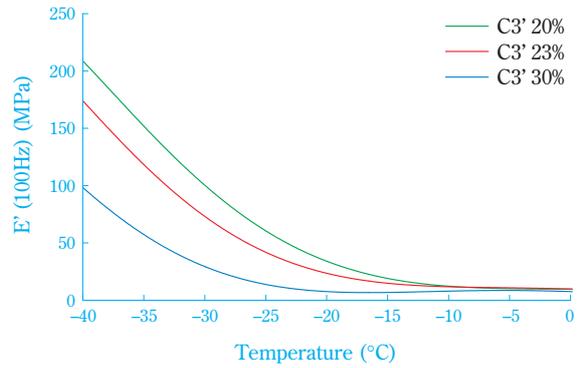


Fig. 15 Relation of Temperature and Dynamic elastic modulus

ことが重要であり、易加工性EPDMのC3'含量は高く設定する必要があることが示唆される。

ところで、前述した混練加工性を b (伸長比) と d (Deformation index) で整理した項目において、易加工性EPDMがロール加工性に優れるのは、最大真応力 m が高いことに起因し、低分子量成分ほど高エチレン含量となるよう設計することによって、低分子量成分も高効率に網目鎖構造に組み込み、粘性項の増大を抑制し、適正な m を保持しているためと考えられた。易加工性EPDMは、DSC測定において、いずれのC3'含量領域でも約40 付近に微結晶成分に起因する吸熱ピークが存在することから、この微結晶成分が弾性項を付与し、適正な m を保持しているものと考えられる。

8. 混練加工性と防振特性のバランス

易加工性EPDMは、従来EPDMに比較して混練加工性に優れる特長を有している。易加工性EPDMの優れた混練加工性を活かし、低充填化して過酸化物架橋を適用すると引張強度や動倍率も優れた値を示し、イオウ架橋の従来EPDM系と比較しても混練加工性と防振特性のバランスに優れていることが判る (Table 4)。

Table 4 Characteristics of various EPDM

EPDM	Conventional EPDM	Conventional EPDM	GP-EPDM	GP-EPDM
Cured system	Sulfur	Peroxide	Peroxide	Low loading
Mixing processability				
Tensile strength				
1) Dynamic-to-static modulus ratio		+		
2) Dynamic-to-static modulus ratio		x		

- 1) No aging
- 2) Heat aging

(remark : excellent, + : very good, : good, : not bad, x : poor)

おわりに

EPDMを巡る環境は、自動車産業構造や社会的要請を受けながら大きく変化しつつあり、中でもグローバル化対応や環境対応は避けて通れないものといえる。本防振ゴム用易加工性EPDMは、シーズの観点から開発したものであるが、まさにニーズ（環境対応）に合致したのちと考える。我々は、易加工性EPDMシリーズの開発に注力しており、スポンジ用途向けに先行して上市した高ジエンタイプも混練時間の短縮が図れることから、順次拡大している。該高ジエンタイプの易加工性EPDMについては、別途、紹介したい。今後も自動車の機能構造の変化や要求性能の変化に対応したEPDMの開発に注力していく。

引用文献

- 1) “Worldwide Rubber Statistics 2006”, International Institute of Synthetic Rubber Producers, Inc.
- 2) 谷本 義雄, “ゴム工業便覧”, 第4版, 日本ゴム協会編, 日本ゴム協会 (1994), p.309.
- 3) Robert JL de Visser, “one-day conference organized by European Rubber Journal” (1996), p.5.
- 4) 中野 貞之, “久留米地域若手リーダーゴム技術者人材育成講座 実習予備テキスト別冊”, (株)久留米リサーチ・パーク (2006).
- 5) 三井石油化学工業(株), 鬼怒川ゴム工業(株), 特許3274706 (2002).
- 6) 住友化学(株), 特許3309427 (2002).
- 7) 山下 晋三, 金子 東助, “架橋剤ハンドブック”, 初版, 大成社 (1981), p.20.
- 8) 住友化学(株), 特開2006-249401 (2006).
- 9) N.Tokita, and I.Pliskin, *Rubber Chem. Technol.*, 46, 1166 (1973).
- 10) 中野 貞之, 佐々 龍生, 日本ゴム協会誌, 79 (11), 537 (2006).

PROFILE



中野 貞之
Sadayuki NAKANO
住友化学株式会社
石油化学品研究所
主任研究員



佐々 龍生
Tatsuo SASSA
住友化学株式会社
石油化学品研究所
主席研究員

膜技術プロセスの開発と 応用展開

住友化学(株) 生産技術センター
車谷昌彦
北浦武明

Process Development and Application of Membrane Technology

Sumitomo Chemical Co., Ltd.
Process and Production Technology Center
Masahiko KURUMATANI
Takenori KITAURA

Membrane separation is the separation from a mixture, of components of different molecular weights or different chemical properties utilizing the separation ability of membranes. It is a far less energy intensive process than distillation because it doesn't involve any phase changes. Furthermore, the application of membrane technology is not limited to just separation ; emulsifications and reactions are also possible. The authors of this paper are currently working to develop processes based on such technologies and here they introduce some new technologies and report on their progress in applying these technologies to the separation of resin solutions, effluent treatment and the advanced purification of pigments.

はじめに

近年、分子分画を意識した機能性分離膜や薬品耐性を強化した膜が上市され、工業プロセスや環境処理など膜分離の適用範囲が拡がりつつある。また、相変化を伴わない（加熱を行わない）ので省エネルギープロセスであり、熱安定性の悪い化合物に適している。

各種膜分離技術を、透過に必要な推進力で分類すれば、圧力差を利用する精密ろ過・限外ろ過・ナノろ過・逆浸透・浸透気化など一群のろ過膜分離と、電気ポテンシャル差を利用する電気透析とに大別される。圧力駆動の膜プロセスは連続相中の分離対象物質の濃度を通常20重量%以下に設定する。また、適切な分画分子量（孔径、孔径分布）を持つ膜を選定することで、幅広い分子量分布に対して適用可能である（分子量10～10万程度、Fig. 1）。一方、電気透析はイオン交換膜と電場を利用する分離法である。イオン交換膜は電荷をもつ多孔質膜であり、陽イオンまたは陰イオンのみを通す性質をもつ（陽イオン交換膜、陰イオン交換膜と呼ぶ）。電気透析ではこれらを組み合わせて、水のイオン成分の除去や濃縮を行う。分離の駆動力は電位差であり、イオンの移動

量は流れた電気量に比例する。電気透析は逆浸透などの圧力駆動の膜分離法に比較して、除去率、濃縮倍率が高いのが特長である。

以下、筆者らが行ってきたろ過膜分離、電気透析のプロセス開発と、応用展開について述べる。

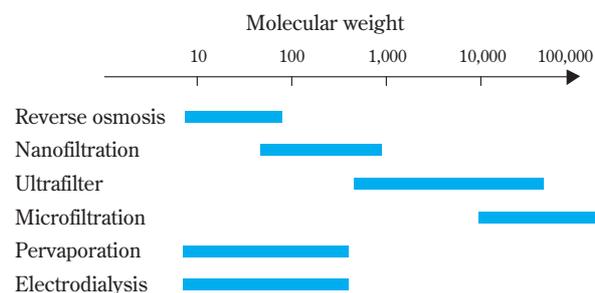


Fig. 1 Applicable ranges of separation membranes [Data from reference 1]]

膜分離技術

1. ろ過膜分離

(1) 原理

圧力差を推進力として、膜の細孔径と分子サイズ

の違いを利用して分離する方法である。膜の細孔径により逆浸透膜（RO膜）、ナノろ過膜（NF膜）、限外ろ過膜（UF膜）、精密ろ過膜（MF膜）と分けることができ（Fig. 1）、それぞれ分離対象物質の分子量、分離モデルが異なっている。

(2) ろ過方法

ろ過方法には、処理液を膜面に対し平行に流すクロスフロー型ろ過と、処理液を膜面に対し垂直に透過させるデッドエンド型ろ過とがある（Fig. 2）。デッドエンド型ろ過には平面の膜（平膜）を用い、クロスフロー型ろ過には膜面を流れ方向に水平にしたエレメントを使用する。クロスフロー型ろ過は処理液の流れに起因するせん断力により膜表面でのゲル層の形成を抑制できる点で優れており、連続式、回分式プロセスの両者に適用可能である。

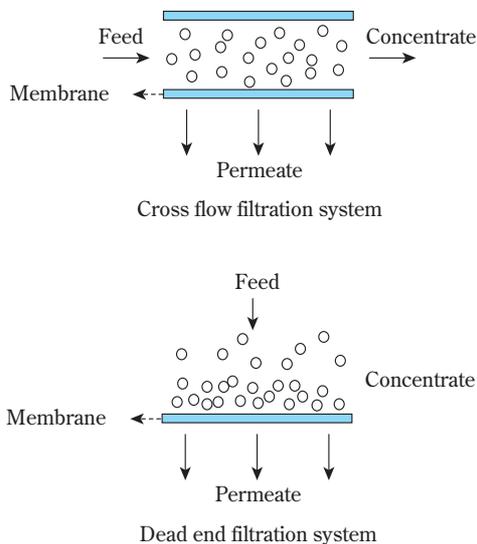


Fig. 2 Membrane separation system schemes

(3) 用途²⁾

一般的に膜を通過した透過液を製品とする精製用途、逆に濃縮液を製品とする濃縮用途、膜の選択透過性を利用して目的対象物を阻止するか透過させることにより、どちらか（あるいは両者）を製品とする分画用途の三つに分類できる。

(4) 性能評価

ろ過膜分離における性能評価は、分離対象物質の阻止率 R (Eq. 1) と、透過液の透過流束 F (Eq. 2) の2つで行う。膜の阻止率は供給液側の対象物質の濃度 C_b と透過液側の対象物質の濃度 C_p で定義され、分離性能が評価出来る。通常阻止率が90%程度の対象物質の分子量を分画分子量としている。

$$R = 1 - \frac{C_p}{C_b} \quad (\text{Eq. 1})$$

透過流束は単位時間 t 、単位面積 A 当たりの溶液の透過量 W_p であり、膜の処理能力が評価出来る。

$$F = \frac{W_p}{t \cdot A} \quad (\text{Eq. 2})$$

2. 電気透析

電気透析は陽イオン交換膜と陰イオン交換膜を一对として複数配置し、両端に電場をかけてイオン性物質の濃縮、除去あるいはイオン性物質と非イオン性物質の分離を行う。通常陽イオン交換膜は負の電荷を有するスルホン酸基³⁾が膜に結合している。したがって陽イオン交換膜内に入るのはほとんど陽イオンのみである。膜の両側に電場をかければ膜内の陽イオンは水和した水分子とともに陰極側に移動して陽イオンの選択的透過が起こる。陰イオン交換膜は4級アンモニウムイオン基のような正の固定電荷を有し、陰イオンを選択的に透過させるので、Fig. 3に示すように陽イオン交換膜と組み合わせて使用することにより、塩の濃縮や脱塩が可能となる。

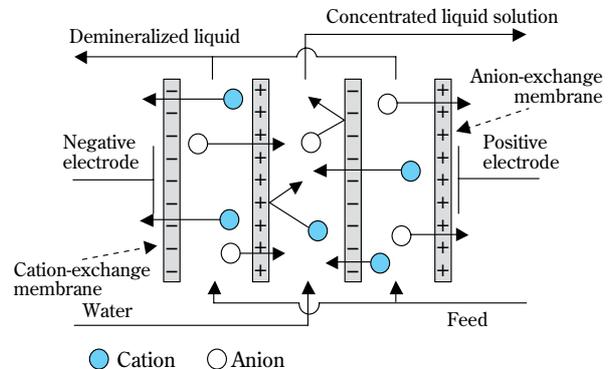


Fig. 3 The principle of electro dialysis membranes

膜技術プロセスの開発

1. ろ過膜分離

最初に被分離液の液性（濃度、pH、SS成分の有無等）を調査した後、分離対象物質の分子量をもとに最適な膜の選定を行い、次にプロセス設計に必要なエンジニアリングデータを取得し、それをもとに分離プロセス設計を行う。

(1) 膜の選定（Dead-End型ろ過実験）

膜の選定のポイントは、分離対象とする物質が阻止でき、且つ設計に必要な透過流束が得られること

である。ろ過実験はデッドエンド型平膜テスト機にて実施するが、実験前に分離対象物の分子量をもとに候補となる膜を数種類に絞り込む。市販されている各種の膜（RO膜、NF膜、UF膜、MF膜）は、NaClの阻止率、分画分子量、細孔径により膜の性能を公表しているが、それらは膜細孔径の大小を比較するための参考値とはなるものの分離対象物質に対する阻止率が分からないため、それだけで膜を絞り込むのは難しい。そのため筆者らは、膜のモデル物質（数種の分子量）に対する阻止率を表した分離性能マップ（Fig. 4）を作成し、各種膜の膜性能を同一基準で把握している。これにより、分離対象物質の分子量が1万程度までは、分離性能マップより候補膜の絞り込みが可能となった。

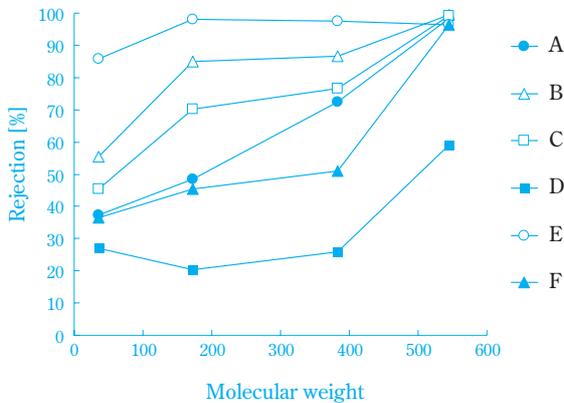


Fig. 4 Relationship between molecular weight and rejection

次に、候補となる膜を使用し、デッドエンド型ろ過実験（0.1～3MPa）により分離対象物質の阻止率、透過流束を測定し有望な膜を選定する。

(2) エンジニアリングデータの取得⁴⁾（クロスフローテスト型ろ過実験）

デッドエンド型ろ過実験で選定した膜を用いて、クロスフロー型ろ過器にて実用化の可否を見極めるとともに、プロセス設計（膜面積、膜エレメントの配列（Fig. 5））に必要なエンジニアリングデータを取得する。実験は、実機と同様のタイプのエレメン

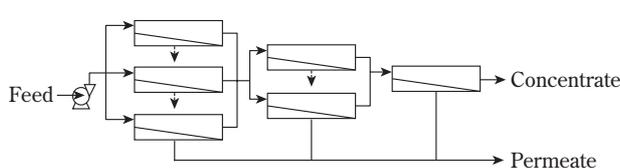


Fig. 5 An example of an element sequence (Christmas tree sequence)

トを用い、実機とできるだけ近い条件（運転圧力、濃度、流量）で測定することが重要である。必要なエンジニアリングデータはプロセスによって様々であるが、主要なものを下記に示す。

- ・運転圧力と透過流束の関係
- ・エレメントへの供給流量と透過流束の関係
- ・供給液の分離対象物質濃度と透過流束の関係

(3) 膜プロセス設計

① 膜処理方式の選択

連続方式（リサイクル有り、無し）、回分方式、ダイアフィルトレーション方式（Fig. 6）があり、プロセスの特徴（供給液量、稼働率、設置面積、経済性）に応じて最適な方式を選択する。一般的に、処理量が多い場合は連続方式、処理量が少ない場合は回分方式を選択する。

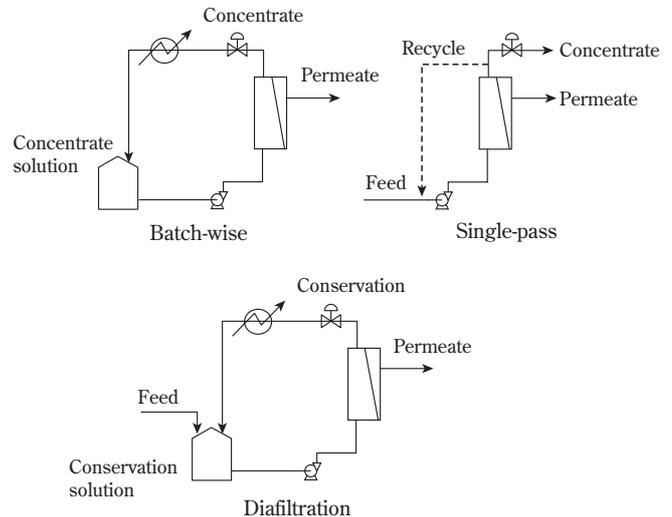


Fig. 6 Filtration system

② 必要膜面積の算出、膜エレメントの配列設計

必要膜面積の算出には運転圧力における、供給液の分離対象物質濃度と透過流束の関係式を使用する。必要膜面積は、膜エレメントの配列の組み方（並列数、直列数）によっても多少変化する。並列数を多くすると、透過流束を大きくすることができ膜面積が小さくなるが、ポンプの必要能力（流量）が高くなる。一方、直列数を多くするとポンプの必要能力は小さくて済むが、必要膜面積、圧力損失が大きくなる。

次に、膜エレメントの配列の組み方であるが、エレメントは膜保護（破裂、過濃縮防止）のため最大供給液量、最小濃縮液量が決められている。よって、各エレメントがその値に納まるように配列（ツリー構造）を組む。

2. 電気透析

電気透析のプロセス開発の手順も、ろ過膜と同様に、膜の選定、エンジニアリングデータの取得、プロセス基本設計となる。

(1) 膜の選定

膜選定のポイントは、分離対象イオンの単位セルにおける透過流束 [$\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \text{hr})$] が設計に十分な値 (必要膜面積が大きくなり過ぎない) であり、目的物以外の物質の透過液へのロスが少ない (阻止率が高い) ことである。筆者らは、各種イオン交換膜の性能を、各種モデル物質 (1価イオン) の透過流束で評価した分離性能マップにまとめている。その一例として、Fig. 7 に各アニオン交換膜のp-トルエンスルホン酸 (分子量: 約172) の透過流束のデータを示す。

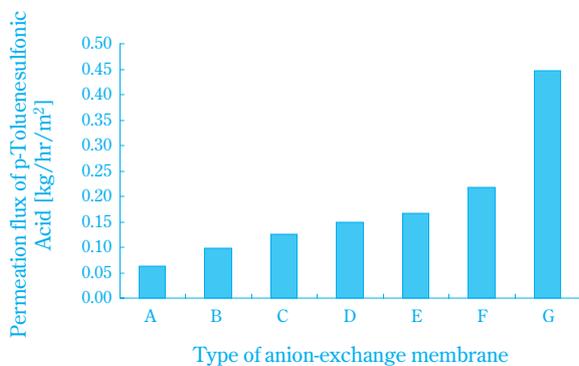


Fig. 7 Rate of desalination of anion-exchange membrane

(2) エンジニアリングデータの取得

選定した膜を用いて、小型電気透析装置 (マイクロ・アシライザー3S、アストム社) にて実用化の可否を見極めるとともに、プロセス設計に必要なエンジニアリングデータ (下記参照) を取得する。

- ・印加電圧と透過流束の関係
- ・供給液の濃度と透過流束の関係
- ・限界電流密度の把握

(3) 膜プロセス設計

運転方式としては連続方式、リサイクル連続方式、回分方式があり脱塩率や処理量により使い分けを実施する。一般的に、処理量が多い場合は連続、リサイクル連続方式、処理量が少なく (1Ton/hr程度まで)、高い脱塩率を求められる場合は回分方式を選択するのが望ましい。

各種プロセスへの展開

各種プロセスへの膜処理プロセスの検討、適用し

た代表例をTable 1に示す。ろ過膜による分別用途、ろ過膜・電気透析による精製 (脱塩) 用途、ろ過膜による濃縮用途について検討した事例を紹介する。

Table 1 A summary of processes based on membrane technology and some examples of their application

Application	Type of membrane ^{*)}	Detail of separation process
Purification	ED	Separation of alcohol and sodium formate
	ED, UF	Desalination of pigment
	ED	Organic acid purification from drainage
Fractionation	UF	Separation of polymer and monomer
	UF	Separation of polymer and organic acid
	UF	Organic recovery from emulsion
Concentration	RO	Concentration of COD component from drainage

^{*)} RO : reverse osmosis membrane, UF : ultrafilter membrane, ED : electrodialysis membrane

1. ろ過膜 (UF膜) による分別

(1) レゾルシン (1,3 - Benzenediol)・低級アルデヒドのノボラック樹脂の精製

レゾルシンとホルムアルデヒドなどの低級アルデヒドとを水溶液中で縮重合して得られる樹脂は添加剤、接着剤、接着促進剤などに広く利用されている。レゾルシンとホルムアルデヒドを縮重合させて得られる樹脂は、ゴム中に練り込むことでゴム組成物と繊維との接着性が向上する。しかし、樹脂中に存在する未反応のレゾルシンが多量であると、ゴム表面にブルーム現象を起こす等の問題がある。レゾルシンを取り除く方法としては、有機溶剤を添加してレゾルシンを抽出する方法があるが、筆者らはろ過膜による、未反応のレゾルシンと樹脂とを分別するプロセスを開発した⁵⁾。

(2) ろ過膜による分別

レゾルシン・低級アルデヒドを酸触媒のもと縮重合させた樹脂の平均分子量は300~1,000程度である。またレゾルシンの分子量は110であるため、この両者を分離すべく分画分子量が100~300程度である芳香族ポリアミド製限外ろ過膜を分離性能マップより選定した。分離方式としては、レゾルシン・低級アルデヒド樹脂の水溶液 (RF樹脂、Fig. 8参照) を膜分離しながら、RF樹脂の濃度を一定に保つために水を連続的に添加するダイアフィльтраーション方式を採用した。これにより、透過液に未反応のレゾルシン、濃縮液に樹脂が保持される。Fig. 9に膜分離前後での重合マスの分子量分布を示す。膜分離後の樹脂は分子量100付近の割合が低下しており、レゾルシン

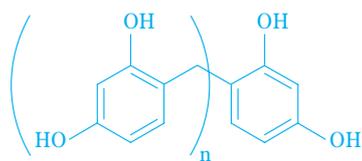


Fig. 8 Structural formula of RF-resin

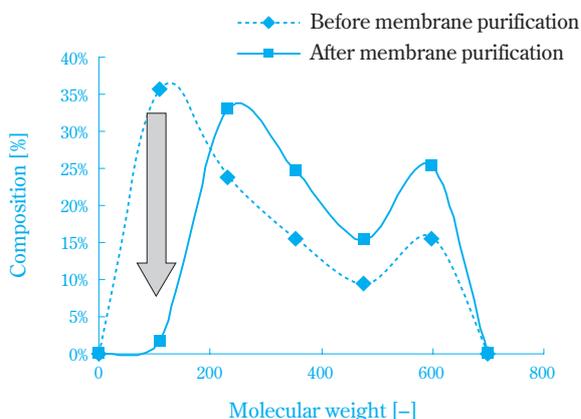


Fig. 9 Change of distribution of molecular weight

の含有率を低減させたレゾルシン・低級アルデヒド樹脂水溶液が得られた。

2. ろ過膜による濃縮分離(逆浸透膜を用いた排水処理)

(1) 概要

当社バルク工場におけるプロセス排水は、COD成分およびBT負荷成分が高く、排水負荷を軽減する必要があった。そこで筆者らは、排水中のCOD成分および、BT負荷成分を膜濃縮で除去することにより、排水負荷を低減することを見出し膜処理プロセス検討を行った。

(2) 想定プロセス

当該プロセスからの排水は16.4Ton/hr発生している。筆者らは、膜処理による排水負荷を低減するプロセスとして、当該排水中のCOD成分を膜濃縮し、濃縮液を炉焼却、透過液をBT処理するプロセス (Fig. 10) を考案した。

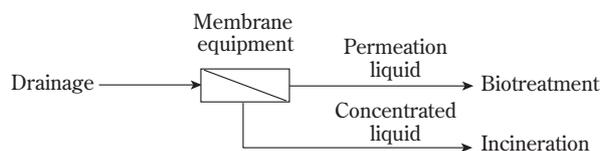


Fig. 10 Membrane process of drainage

(3) 検討内容

プロセスが成り立つためには、排水のCOD成分を良好に阻止し、排水16.4Ton/hrを炉の焼却能力である1.1Ton/hrまで15倍濃縮(濃縮倍率=供給液量/濃縮液量)が可能であること、またファウリングの影響を確認し、長期連続運転が可能であることが求められる。

① 膜の選定

排水中のCOD成分を調べたところ、分子量は40~200程度の物質であった。これらを阻止する可能性の高い膜の候補として、RO膜~NF膜の4種類を選び、デッドエンド型ろ過実験を行った(ろ過圧2.5MPa)。その結果をTable 2に示す。

Table 2 Result of Dead-end filtration experiment

Name of membrane	Type of membrane	Permeation flux [kg/(m ² ·hr)]	Rejection of COD component [%]	Highly loaded components of Biotreatment
BW-30	RO	23.9	97.5	Blocked
XLE	RO	84.3	97.0	Permeates
NF-90	NF	84.0	79.1	Permeates
DK	NF	154.4	46.0	Permeates

実験の結果RO膜の一種であるBW-30 (Film Tech、Dow社) がCOD成分およびBT負荷成分を良好に阻止している結果となりこの膜を選定した。またBW-30のみで目標の15倍濃縮が達成できず、BW-30以上の高度濃縮が必要な場合は、BW-30と同じ阻止率を有する高圧タイプのSW-30 (Film Tech、Dow社) を選定する。

② エンジニアリングデータの取得

(i) 目標濃縮倍率の確認

BW-30、SW-30でのスパイラル型エレメントを用いたクロスフロー型ろ過実験を行い、設計に必要なエンジニアリングデータを取得するとともに、膜処理の適用可否判断を実施した。

Fig. 11にBW-30、SW-30を使用したクロスフロー型ろ過実験時の濃縮倍率と透過流束の関係を示す。この結果から、15倍濃縮時の透過流束は10kg/(m²·hr)確保できており、設計に有効な透過流束が得られていることからBW-30、SW-30による2段濃縮にて目標の濃縮倍率が達成できることを確認した。

(ii) ファウリングの影響

次に、BW-30を用いて20日間の連続運転を行い、ファウリングによる、透過流束と阻止率の経時変化を確認した (Fig. 12)。その結果、透過流束は初期に

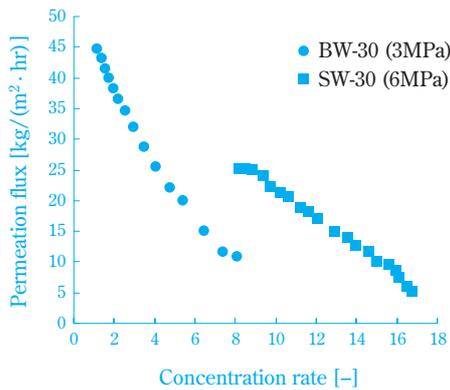


Fig. 11 Relationship between concentration rate and permeation

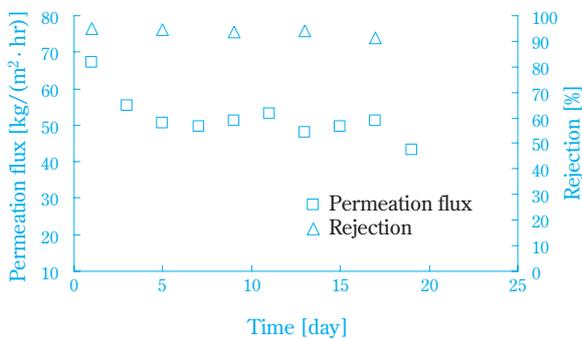


Fig. 12 Result of tests under continuous operation

若干の透下がみられるものの、その後は一定であり、またCOD成分の阻止率も常に90%以上を維持していることより、膜の長期連続運転の可能を確認できた。

③ 膜処理プロセスの設備設計

エンジニアリングデータをもとに、膜処理プロセスの基本設計を行った。

(i) 濃縮方式、膜面積、膜配列の設計

濃縮方式は連続濃縮方式、リサイクル連続濃縮方式、回分濃縮方式それぞれについて、必要膜面積の算出、膜配列（クリスマスツリー配列）を設計する。

Table 3 Details of the membrane process

	BW unit	SW unit
Element	BW30-365 (8inch)	SW30HR-380 (8inch)
Membrane area [m ²]	813.6	423.6
Arrangement	4inline×3parallel+4inline×2parallel+4inline	4inline×2parallel+4inline
Pumping ability		
Pump head [MPa-A]	5.2	8.5
Feed rate [Ton/hr]	24	12
Concentration rate [-]	5.5	2.7
Feed rate		
Provision [Ton/hr]	19.4	9
Concentrate [Ton/hr]	9	7.1
Recycle [Ton/hr]	6	6
Permeate [Ton/hr]	10.4	1.9

その結果、設備費を最小にできるリサイクル連続濃縮方式（Fig. 13、Table 3）を採用した。

3. 色素の脱塩による高度精製

(1) 概要

フタロシアニン系色素（分子量約1400）の精製工程においてTable 4に示した各イオンを目標値まで分離するプロセスを開発する必要があった。被処理液は10wt%水溶液であり、特に、約1%のSO₄²⁻を約100ppmまで脱塩することがポイントとなる。そこで、ろ過膜（ダイアフィルトレーション方式）および電気

Table 4 Ion content of the process liquid and the required specification

Ion	Content [ppm]	
	Process liquid	Required specification
Cu ²⁺	22	15
Li ⁺	3410	2500
NH ₄ ⁺	13	600
Na ⁺	8	100
SO ₄ ²⁻	11100	100
Cl ⁻	264	100

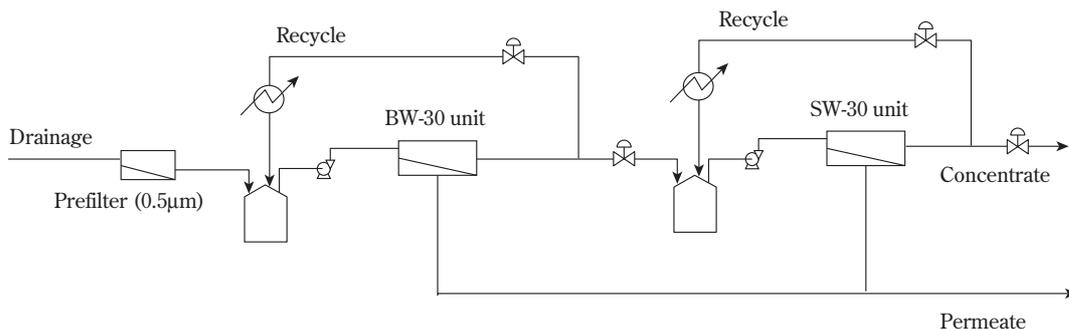


Fig. 13 Flow diagram of a membrane process

透析による脱塩検討を実施した内容を以下に述べる。

(2) ろ過膜による脱塩検討

① 膜の選定

まずろ過膜による脱塩可否を判断すべく、デッドエンド型ろ過実験を実施した。分離性能マップより、ナノろ過膜および限外ろ過膜数種類を候補として、ろ過実験を行った。その結果、限外ろ過膜であるG-10 (Desal社、材質：架橋全芳香族ポリアミド)がSO₄²⁻阻止率40%、透過流束50kg/(m²・hr)となり選定した。

② 脱塩可否検討

選定膜を用いて目標値まで脱塩するために、クロスフロー型ろ過器によりダイアフィルトレーション方式による脱塩を実施した。

ろ過器内の処理液量が一定になるように系外に排出した透過液分の溶媒(本系ではイオン交換水)を添加した。透過倍率を(Eq. 3)のように定義する。ここでSは透過倍率、W_dは加えた溶媒量、W₀は処理液量を表す。

$$S = \frac{W_d}{W_0} \quad (\text{Eq. 3})$$

Fig. 14に10wt%色素水溶液での脱塩挙動を示す。透過倍率25倍で目標値までの脱塩が達成でき、有効な透過流束25kg/(m²・hr)が得られていることから、膜ろ過による脱塩が可能である。

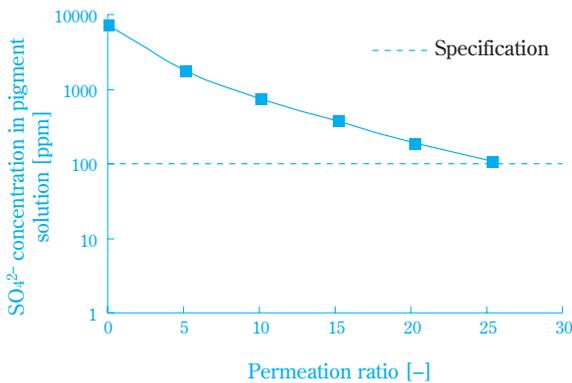


Fig. 14 Desalination performance of cross-flow filtration

(3) 電気透析による検討

① 膜の選定

膜の選定のポイントとしては、主要な除去対象陽イオンのLi⁺、陰イオンのSO₄²⁻の透過流束が十分であり、且つ色素のロスが最小限であることである。分離性能マップより、陽イオン交換膜としてはCIMS

(アストム社) 陰イオン交換膜についてはA201 (アストム社)を候補とした。

② 脱塩可否検討

上記の電気透析膜を用いた場合の各種測定データ(電流値、処理液・透過液導電率、透過液pH)をFig. 15に、実験条件をTable 5に示す。Fig. 15のように脱塩が進むにつれて処理液の導電率が減少し、透過液の導電率が増加する(塩が処理液から透過液へ移動していることを示す)。また、脱塩が進むに従い電流値の低下が見られた(透過している塩が減少していることを示す)。なお透析時間45minの時点で処理液中のSO₄²⁻濃度は100ppmから10ppmになり、目標値に到達しているため電気透析で脱塩が可能である。

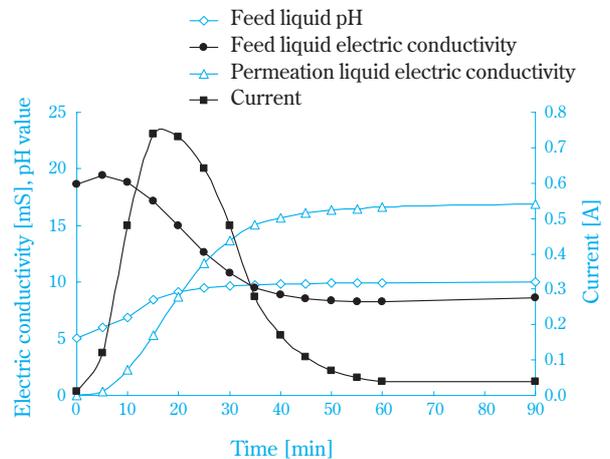


Fig. 15 Desalination behavior of electro dialysis

Table 5 Comparison of filtration membranes and electro dialysis membranes

	Filtration membrane	Electro dialysis membrane
Desalination ability (SO ₄ ²⁻) [ppm]	100	10
Required necessary membrane area [m ²]	840	50
Capital-investment [M¥]	70	50

③ ろ過膜と電気透析の比較

限外ろ過膜および電気透析を用いた脱塩精製の検討事例を述べた。本検討のように脱塩スペックが100ppm前後であればろ過分離の適用も可能であるが、それ以下になると必要透過倍率が非常に大きくなり適用困難となる。一方電気透析では、数10ppmのオーダーまで容易に脱塩することが可能であり、またろ過膜に比べて必要膜面積が小さく設備がコンパクトになる(Table 5)ため、スペックが厳しい品目に対しては非常に有望なプロセスであるといえる。

新規技術

1. 膜乳化への展開

これまで、分離技術としての膜の利用について述べてきた。しかし、膜はその特性を利用することにより、分離技術以外のプロセスでも適用が可能である。一例として、膜乳化法を紹介する。

(1) 膜乳化法⁶⁾

膜乳化法の原理は、分散相液体（水相、油相）を多孔質膜の細孔を通して微小液滴として連続相中に分散させてエマルションを得る方法（Fig. 16）である。従来の機械的物理手法（攪拌乳化機、高圧ホモジナイザー等）と比較して、膜細孔の均一性を利用していることから単分散で安定なエマルション生成が可能、乳化エネルギーが低い等の利点がある。筆者らは、膜乳化法の微細、単分散液滴が調整可能な点に着目し、晶析技術等への応用を検討中である。

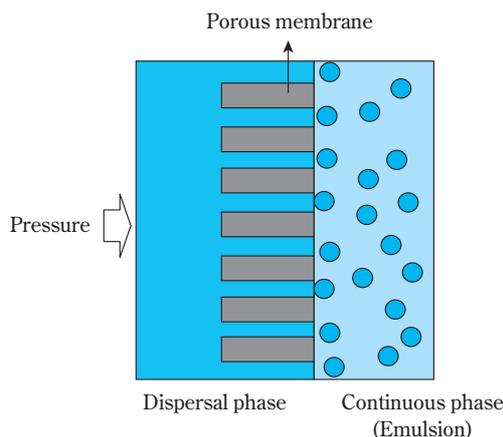


Fig. 16 Principle of membrane emulsification

2. 特有イオンの誘導技術

これまで電気透析の用途として、脱塩などのイオン種の分離について述べてきた。しかし電気透析は分離以外にもイオン交換法として利用が可能である。筆者らは各種イオン交換膜の性能を利用し、効率的なイオン交換法による有価物の生成方法を見出した。一例としてフッ化有機4級アンモニウム⁷⁾の生成について述べる⁷⁾。

(1) フッ化有機4級アンモニウム

フッ化テトラ-n-ブチルアンモニウム（Fig. 17）などのフッ化有機4級アンモニウムは、保護基であるシリル基の脱離剤、相間移動触媒、フッ素化剤など有機反応の反応試剤として極めて有用な化合物である。フッ化有機4級アンモニウムの製造方法としては、有

機アンモニウムの塩と、フッ化カリウムなどのフッ化金属塩とを反応させる方法が多用されているが、他のハロゲン化塩や硫酸塩などの塩を多量に含んでしまうという問題がある。筆者らは、電気透析によるイオン交換法で、有機アンモニウムの塩とフッ化金属塩のイオン交換を行い、フッ化有機4級アンモニウムを生成するプロセスを開発した。

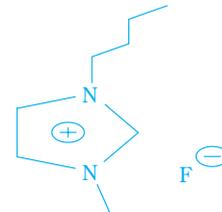


Fig. 17 Structural formula of tetra-n-butylammonium

(2) 電気透析によるイオン交換法

Fig. 18のように、陽イオン交換膜、陰イオン交換膜を配置させて供給室、処理室、廃液室の3室を作る。供給室にはフッ化金属塩水溶液、処理室には有機アンモニウム塩水溶液、廃液室には水を流し、両端に電圧をかけると供給室のフッ化物イオンが処理室に移動すると同時に、処理室の陰イオンが廃液室に移動するため、処理室においてアニオンの交換が行われフッ化テトラ-n-ブチルアンモニウムが得られる。収率は約80%であった。

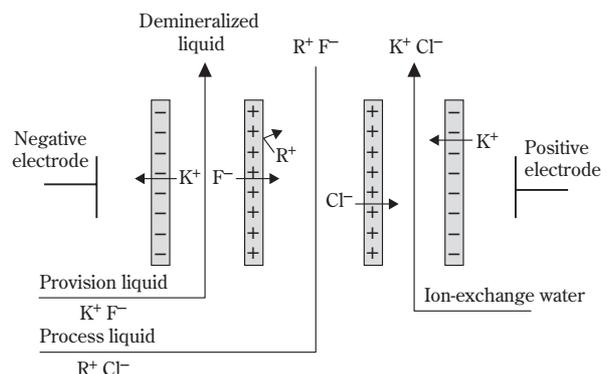


Fig. 18 Ion exchange dialysis

まとめ

本稿で述べたように、ろ過膜、電気透析は対象プロセス、物質に応じて適切な膜の選定、処理方法の選択により高度分離プロセスを構築することが可能である。また、膜の特性を活かすことにより、分離以外の用途の適用も可能である。近年は、耐薬品性、

耐熱性、高耐久性の膜や、刺激（温度pH）応答性、光機能性などの機能を付与した膜も開発されており、その適用範囲が広がっている。本稿がこれらの膜の特性を利用した、膜技術プロセスの開発の一助となれば幸いである。

引用文献

- 1) 松本 幹治, “ユーザーのための実用膜分離技術”, 初版, 日刊工業新聞社 (1996), p.5 .
- 2) 澤田 繁樹, “現場で役立つ膜ろ過技術”, 初版,

(株)工業調査会 (2006), p.14 .

- 3) 妹尾 学, 谷岡 明彦, 糸井 滋, 山内 昭, 吉田 章一郎, “イオン交換膜の機能と応用”, 初版, (株)アイピーシー (2004), p.61 .
- 4) 大矢 晴彦, 渡辺 敦夫, “食品膜技術”, 初版, (株)光琳 (1999), p.206 .
- 5) 住友化学(株), 特開2002-327034 (2002) .
- 6) 大矢 晴彦, 渡辺 敦夫, “食品膜技術”, 初版, (株)光琳 (1999), p.503 .
- 7) 住友化学(株), 特開2006-306753 (2006) .

PROFILE



車谷 昌彦
Masahiko KURUMATANI
住友化学株式会社
生産技術センター
主席研究員



北浦 武明
Takenori KITAURA
住友化学株式会社
生産技術センター
研究員

胚性幹細胞(ES細胞)を利用した 安全性評価研究

住友化学(株)

生物環境科学研究所

堀江 宣行
樋口 敏浩
川村 聡
斎藤 幸一
鈴木 紀之

Safety Evaluation Study Using Embryonic Stem (ES) Cells

Sumitomo Chemical Co., Ltd.

Environmental Health Science Laboratory

Nobuyuki HORIE

Hashihiro HIGUCHI

Satoshi KAWAMURA

Koichi SAITO

Noriyuki SUZUKI

Embryonic stem (ES) cells are pluripotent stem cells that have the capacity for self-renewal and multilineage differentiation, and they have recently started to be used in the safety evaluation of chemicals. The novel *in vitro* embryotoxicity test (EST) that utilized the differentiation ability of mouse ES cells into cardiomyocytes was established in Germany. We could obtain results which were equal to the validation study performed in Europe and will apply the test system to a preliminary assessment of new chemicals. In addition, we have participated in one of the national projects to improve this test system to make it much simpler and more precise.

胚性幹細胞 (ES細胞) について

1. ES細胞とは？

哺乳動物の個体発生は、精子と卵子が受精した受精卵から始まる。胚性幹細胞 (Embryonic stem cell ; 以下、ES細胞) とは、この個体発生において受精卵から分化した胚盤胞 (Blastocyst) の中から将来胎児になる組織 (内部細胞塊 ; Inner cell mass) を採取し、シャーレの上で培養して樹立される細胞株である (Fig. 1)。1981年にマウス¹⁾で初めて樹立され、当初は主に遺伝子組換え動物を作出するツールとして利用されてきたが、1998年にヒト²⁾で樹立に成功してから、分化誘導技術の進展と共に再生医療への応用が期待されるようになり、研究の著しい進展がみられるようになった。

ES細胞は未分化状態で無限に増殖することができる「自己複製能」と、体を構成する全ての細胞に分化することができる「多分化能」という2つの性質を併せ持つ多能性幹細胞である (Fig. 2)。現在では、再生医療への応用が最も注目を浴びている分野であ

るが、基礎的な発生生物学分野の研究や分化細胞を利用した薬理学的研究、そして本稿で紹介する分化過程を利用した発生毒性研究など、幅広い研究分野に利用されている。

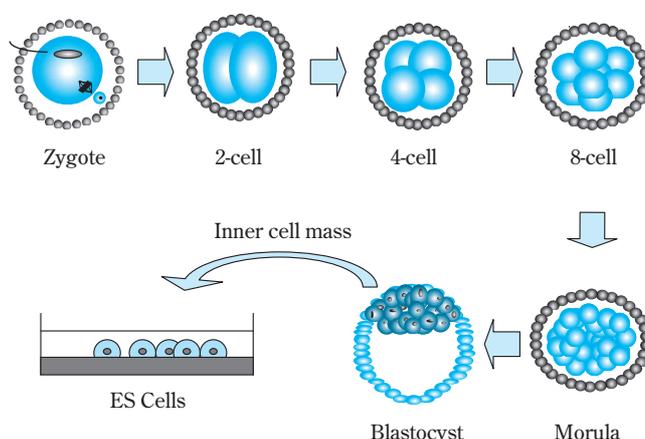


Fig. 1 Generation of the ES cell line

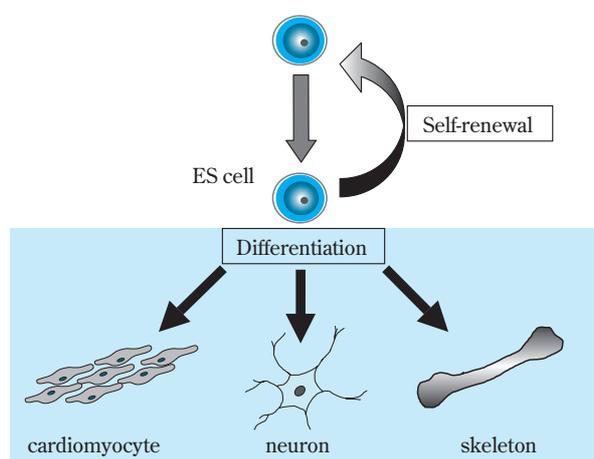


Fig. 2 Pluripotency of ES cells

2. マウスES細胞の有用性

これまでに多数の動物種でES細胞株の樹立が報告されているが、最も汎用されているのはマウスES細胞である。その理由として、①基礎的研究用ツールとして古くから利用され培養方法が確立されている、②既に商業ベースで細胞株が普及し容易に入手できる、③遺伝子組換えマウスの作出に必須である点などが挙げられる。ES細胞は一旦分化してしまうと元の未分化な状態には戻れないため、培養時には未分化状態を維持することに最も注意を払わなければならない。マウスのES細胞では未分化を維持するメカニズムがほぼ解明されており、培養液にLIF (leukemia inhibitory factor ; 白血病阻害因子) と呼ばれる因子を添加することにより、未分化状態を効率良く保つことができる。一方、サルやヒトのES細胞ではそのメカニズムに未だ不明な点が多く、現状では単に外部から因子を加えるだけでは未分化状態を維持できず、他の支持細胞との共培養により未分化が維持されている。

マウスES細胞の創出が最も貢献した技術として、遺伝子組換えマウスへの利用が挙げられる。例えば、

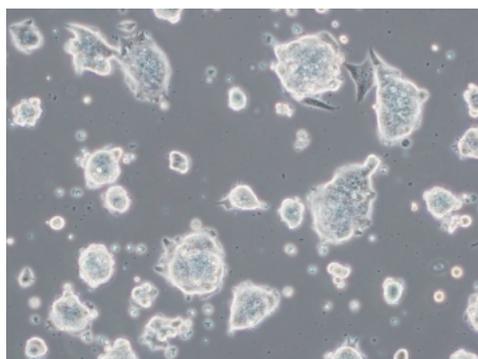


Fig. 3 Undifferentiated mouse ES cells

機能未知の遺伝子を欠失させた組換えES細胞をマウス胚に戻すことによりノックアウトマウスを作り出すことができる。マウスは小型でありながら生体内の生理学的変化や行動学的変化など一動物から得られる情報が多く、未知遺伝子の機能解析に適した動物種であると考えられる。

ES細胞を再生医療分野で実用化するにはサルやヒトの細胞を用いた研究が必要であるが、上述のようにマウスES細胞の有用性から現在でも基盤技術はマウスで開発され、見出された知見をヒトを含めた霊長類に应用する手法は世界的なスタンダードになっている。(Fig. 3 : 未分化時のマウスES細胞。)

In vitro毒性試験の現状

1. 安全性評価におけるin vitro試験法の現状

医薬品、農薬、化粧品、工業製品など身の回りには多様な化学物質が存在するが、これらのヒトに対する安全性を評価するためには、現状では実験動物を用いた多くの毒性試験を必要とする。評価項目は多岐にわたり、発がん性、刺激性、感作性、生殖性など実に様々な影響が調べられ、安全な使用が見極められたものが製品として世に出される。こうした動物実験に対し動物細胞や微生物などを用いた、いわゆるin vitro試験法というものがある。動物実験の代替化としてin vitro試験法の確立が望まれるのは言うまでもないが、短期間に少量の化合物で評価できる試験法は開発期間の短縮や効率化に大きく貢献する。その他、in vitro試験系のメリットとして、ヒト由来の細胞を用いることによりヒトへの予測性が向上すること、また、特定の組織や細胞に絞った評価が可能であるため、毒性メカニズムの解明に役立つと考えられる。

欧米では代替試験法の開発を目指した研究が精力的に進められており、公的な推進機関として欧州では1991年にECVAM (European Centre for the Validation of Alternative Methods)、米国では1993年にICCVAM (Interagency Coordinating Committee on the Validation of Alternative Methods) がそれぞれ設置され、各種毒性試験の代替法の開発、バリデーションおよび科学的評価を行っている。これまでに主として化粧品の原料などが対象となる3つの試験系(皮膚腐食性、光毒性、経皮吸収性)について、細胞を用いた代替法が開発され、OECD (Organization for Economic Cooperation and Development) のテストガイドラインとしても承認済みである (Table 1)。一方、日本国内においても2005年に代替法研究の評価機関としてJaCVAM (Japanese Center for the Validation of Alternative Methods) が設立されている。

Table 1 Evaluations of alternative (non-animal) test by OECD

Toxicity studies	OECD Test Guidelines (<i>In vitro</i>)
Skin Corrosion	No.430
	<i>In vitro</i> Transcutaneous Electrical Resistance
	No.431
	Human Skin Model Test
Phototoxicity	No.435
	<i>In vitro</i> Membrane Barrier Method for Skin Corrosion
Skin Absorption	No.432
	<i>In vitro</i> 3T3 NRU Test
Eye Irritation/Corrosion	No.428
	<i>In vitro</i> Method
Acute Toxicity	— (unacceptable)
Repeated Dose Toxicity	— (unacceptable)
Carcinogenicity	— (unacceptable)
Teratology	— (unacceptable)
Reproductive Toxicity	— (unacceptable)

2. 生殖発生毒性試験における *in vitro* 試験法の現状

安全性評価の中で生殖発生毒性試験が対象として
いる項目は、配偶子（精子、卵子）の形成および生殖機能（受胎、妊娠維持、分娩、哺育）ならびに次世代の発生および成長といった世代を越えた幅広いものである。1961年に発生したアザラシ肢症などを主徴としたサリドマイド禍をきっかけに、世界各国で化合物の登録申請の際に生殖発生毒性試験の重要性が認識されるようになった。特に、次世代（胎児）の形態的な異常を検出する催奇形性試験は生殖発生

毒性試験の中で最も重要視されている。胎児は子宮の中で胎盤を介して母体と密接に関わっており、個体発生は母体の代謝や生理学的変動に影響されるため、単純な *in vitro* 系で評価するには限界がある。しかしながら評価項目としての重要性から、*in vitro* 試験系を開発初期の段階でスクリーニングレベルで利用することができれば、開発の効率化を図る上で非常に有効であるため、古くから様々な手法が考案されてきた（Table 2）。

哺乳類の細胞や組織などを用いた試験系の中では、マウスES細胞を用いた試験系（EST：Embryonic Stem cell Test）、ラット胎児の肢芽を用いる小塊培養法（Micromass culture）およびラットの初期胚を用いた全胚培養法（Whole embryo culture）については、欧州で検証試験が実施されている³⁾。哺乳類以外では鳥類（ニワトリ）や両生類（カエル）、さらには無脊椎動物の昆虫（ショウジョウバエ）や扁形動物（ヒドラ）など非常に下等な動物を用いた検討がなされている。高等な哺乳動物の予測に下等動物が用いられている理由は、個体発生の初期過程には生物共通のメカニズムが多く存在すること、世代交代の早い動物種では短期間に世代を越えた観察が可能であるためである。

マウスES細胞を用いた *in vitro* 催奇形性試験 (EST) について

1. ESTの有用性

マウスES細胞を用いた *in vitro* 催奇形性試験(以下、

Table 2 *In vitro* embryonic toxicity studies

1. Mammals

	Study	Material	Index	Reference	
Cells	Cell Lines	MOT Assay	Ascitic mouse ovarian tumour cells	Inhibition of cell attachment to lectin-coated surfaces	Braun et al., 1982
		HEPM Assay	Human embryonic palatal mesenchyme cells	Cell proliferation	Pratt et al., 1985
		Gap junction	Chinese hamster ovary cells	Inhibition of gap junction	Trosko et al., 1982
		Embryonic Stem cell test	Mouse embryonic stem cells Mouse fibroblast cells	Cardiomyocyte differentiation Cell proliferation	Spielmann et al., 1997
Primary Cultures	Micromass culture	Rat embryo (limb bud)	Cartilage differentiation Cell proliferation	Flint et al., 1984	
		Palate culture	Mouse embryo (palate)	Fusion of secondary palate	Shiota et al., 1990
Organs	Limb bud culture	Mouse embryo (limb bud)	Cartilage differentiation Morphology	Freedman et al., 1982	
		Whole embryo culture	Rat embryo	Morphogenetic differentiation	Schmid et al., 1985

2. Non-mammals (1970s – 1980s)

(1) Vertebrates

Fish, Avian or Frog embryo

(2) Invertebrates

Drosophila, Hydra, Sea urchin

EST) はES細胞が持つ分化能に着目したもので、ドイツ連邦リスク評価研究所 (BfR) のDr.H.Spielmannら⁴⁾によって考案された。従来の試験系が実験材料に動物胚や胎児組織を必要としたのに対し、ESTは培養細胞のみで実施できる代替試験法である。従って、必要な時に凍結保存した細胞を解凍して速やかに実験を開始できるメリットがある。

従来の試験系にはないもう一つの特徴として、異なる性質を持つ2種類の細胞を用いることである。前述の通り、胎児は母体と密接な関係にあるため、母体の生理状態が悪化すれば個体発生に必要な栄養の供給が不足するため正常に発生することができない。従って、母体への影響と胎児への影響の双方を *in vitro* 系で予測することができれば、より精度の高い試験系となる。ESTでは、未熟な細胞であるES細胞を動物実験における「胎児」、分化した細胞 (繊維芽細胞) を動物実験における「母動物」と仮定している。両細胞で増殖に対する影響を比較することにより、母体と胎児の感受性の差を見極めようとしている。

2. プロトコール概要

実験に用いる2種類の細胞株はマウス由来のES細胞株 (D3) およびマウス胎児由来の繊維芽細胞株 (Balb/c 3T3株) である。本試験系の指標は、①ES細胞の心筋細胞への分化に対する影響、②ES細胞の増殖に対する影響、③繊維芽細胞の増殖に対する影響の3つである。試験操作の概要を以下に示す。

(1) 心筋細胞への分化 (Fig. 4)

未分化なES細胞を酵素処理により単一細胞にした後、ハンギングドロップと呼ばれる培養法でシャーレの蓋の内面で懸滴培養する (一滴あたり約750個の細胞を含む)。これにより各細胞はシャーレ壁面に接することなく重力により徐々に一ヶ所に集まり、3日後には胚様体 (embryoid body) と呼ばれる3胚葉 (内胚葉、中胚葉、内胚葉) に分化した凝集塊を形成す

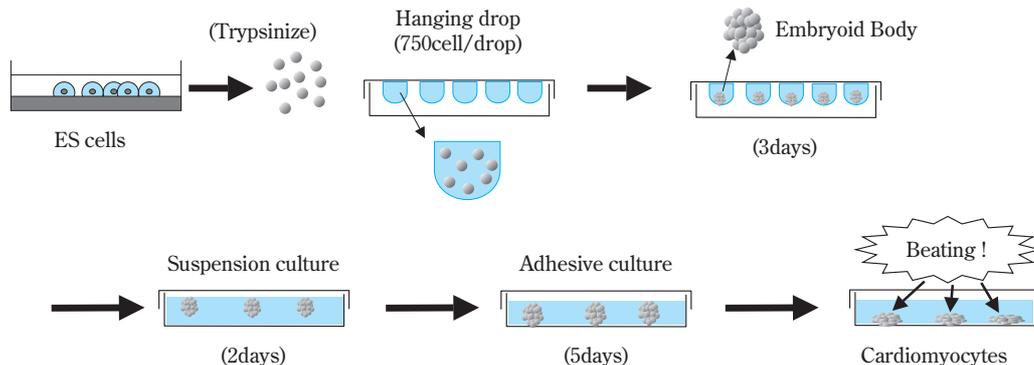


Fig. 4 Differentiation into cardiomyocyte

る。この胚様体をさらに2日間、非接着系のシャーレの中で浮遊培養した後、細胞塊を接着系のシャーレに移行する。ハンギングドロップ開始から10日後に、収縮を繰り返す心筋細胞を顕微鏡下で確認する。

(2) 細胞増殖 (Fig. 5)

未分化ES細胞あるいは繊維芽細胞を酵素処理により単一化した後、約500個の細胞を少量の培地内で培養する。培養開始から10日後までに2回の液交換を経て、最終日に細胞内の還元酵素を利用して、培地内の生細胞数を算出する。

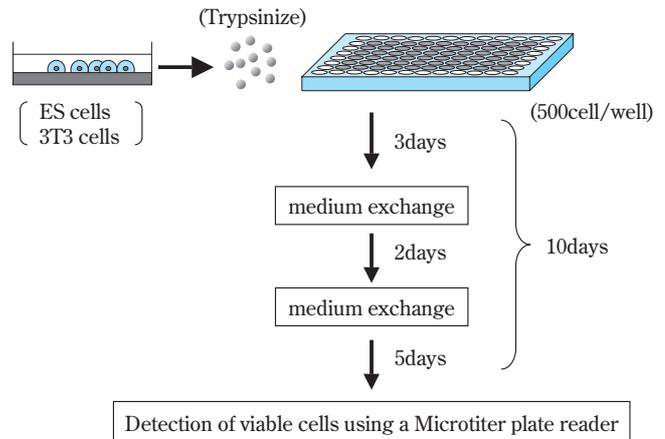


Fig. 5 Cytotoxicity Assay (ES and 3T3 cells)

(3) 化合物を用いた実験

心筋分化、細胞増殖ともに実験開始から全期間で供試化合物を添加する。化合物の濃度は複数設定し、各実験で対照群に比べて50%阻害される化合物濃度、ID50 (心筋分化) およびIC50 (ESおよび繊維芽細胞の増殖) を求める。50%の阻害とは、心筋分化では細胞収縮が認められる細胞塊の数が対照群の半数になる化合物濃度であり、細胞増殖では対照群の生細

Function I	$5.92 \times \log(\text{IC50 } 3\text{T3}) + 3.50 \times \log(\text{IC50 } \text{D3}) - 5.31 \times \left(\frac{\text{IC50 } 3\text{T3} - \text{ID50}}{\text{IC50 } 3\text{T3}} \right)$	-15.7
Function II	$3.65 \times \log(\text{IC50 } 3\text{T3}) + 2.39 \times \log(\text{IC50 } \text{D3}) - 2.03 \times \left(\frac{\text{IC50 } 3\text{T3} - \text{ID50}}{\text{IC50 } 3\text{T3}} \right)$	-6.85
Function III	$-0.125 \times \log(\text{IC50 } 3\text{T3}) - 1.92 \times \log(\text{IC50 } \text{D3}) + 1.50 \times \left(\frac{\text{IC50 } 3\text{T3} - \text{ID50}}{\text{IC50 } 3\text{T3}} \right)$	-2.67

IC50 : 50% cytotoxic concentration, ID50 : 50% differentiation concentration
3T3 : mouse fibroblast cell line, D3 : mouse embryonic stem cell line

Non- embryotoxic	Function I > Function II, Function III
Weakly embryotoxic	Function II > Function I, Function III
Strong embryotoxic	Function III > Function I, Function II

Fig. 6 Prediction model of the EST

胞数の半数になる化合物濃度である。得られた3つの値を予測式 (Fig. 6) に代入し、発生毒性の有無を3つのグレード (発生毒性なし、発生毒性あり (弱)、発生毒性 (強)) にクラス分けする。

3. 試験精度

前述の通り、ES細胞を用いた試験系 (EST)、小塊培養法および全胚培養法については検証試験が実施されている。これらの検証は1996~2000年にECVAMが母体となり欧州各国の製薬企業や公的機関等が参画して、同時期に一つのプロジェクトとして実施された。検証に使われた化合物は前述の3つのグレードから各々6~7化合物が選ばれ、計20化合物で実施された。検証の結果、検出感度の面ではESTは動物を全く使わない方法であるにも関わらず、従来法と同等の検出感度を持つことが示された。検証結果で得られた*in vivo*動物実験との一致率は70~80%前後で、個別には発生毒性が「弱い」および「強い」に分類された化合物は84%および83%であったのに対し、発生毒性のない化合物は68%でやや低い傾向が認められた (Fig. 7)。

	<i>in vivo</i> (animal study)	<i>in vitro</i> (EST)		
		Non-embryotoxic	Weakly embryotoxic	Strong embryotoxic
ECVAM	Non-embryotoxic	68%	32%	0%
	Weakly embryotoxic	16%	84%	0%
	Strong embryotoxic	10%	6%	83%
Sumitomo	Non-embryotoxic	50%	50%	0%
	Weakly embryotoxic	17%	83%	0%
	Strong embryotoxic	0%	0%	100%

in vivo = *in vitro*

Fig. 7 The validation results in ECVAM & Sumitomo-chemical

4. ESTの評価

検証試験の結果を受けて、ECVAMの諮問機関であるESAC (ECVAM Scientific Advisory Committee) によって代替試験法として承認されたものの、ESTはよりグローバルなOECDのガイドライン化には至っていない。2003年に開かれたECVAMのワークショップにおいていくつかの課題が指摘されている⁵⁾。すなわち、精度を高めるための予測式の改良、検証試験に供した化合物の多くが医薬品であったため、一般化学物質の検証も実施すべき点、検証に用いた催奇形性物質の多くが強い細胞毒性を有しており、他のメカニズムをもつ催奇形性物質の検証を実施すべき点、代謝も組入れた系を構築すべき点、神経や骨など心筋以外の細胞への分化誘導系も試すべきである点といった課題が挙げられている。

5. ESTに関する当社の取り組み状況

ESTを社内に導入後、欧州の検証試験で使用された市販化合物を用いて社内で検証試験を実施した。供試化合物は欧州の検証試験では20種類であったが、社内ではその中から市販されている17種類を用いて実施した。その結果、*in vivo*動物実験との一致率は発生毒性のない物質で50%、発生毒性が「弱い」および「強い」物質で83および100%となり、欧州の検証試験と同様な結果が得られた (Fig. 7)。現在、より広範な作用をもつ化合物の検出感度を確認するため、催奇形性データが既知の市販化合物 (医薬、農薬、一般化学物質) を用いた追加実験を行い、ESTの検出感度や特徴を確認中である。

国家プロジェクトへの参画

発生毒性の*in vitro*検出系については、ESTの社内検討に加えて、国家プロジェクトに参画してマウスES細胞を用いて簡便で高精度な試験系の確立に取り組んでいる。

1. 国家プロジェクトの概要

独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (以下、NEDO) が平成18年度から5年間の予定で、「培養細胞を用いた有害性評価手法の開発」プロジェクトを開始した。本プロジェクトでは高コストおよび長期間を要する毒性試験の中から3つの分野 (催奇形性、免疫毒性、発がん性) を選択し、培養細胞を用いて短期間で効率的に毒性を検出する試験系の確立を目指している。

2. 計画概要

本プロジェクトの基本コンセプトは「簡便」および「高精度」である。本計画ではESTと同様にES細胞を心筋細胞に分化させるが、ESTでは顕微鏡を用いて分化の有無を確認していたところを、本プロジェクトではES細胞にルシフェラーゼ遺伝子というホタルの発光酵素遺伝子を導入することにより、その発光の強さを指標として分化の「有無」に加えて「程度」までを自動化したシステムで検出する。さらに、共同研究者である(独)産業技術総合研究所および東洋紡績株式会社の独自技術である多色ルシフェラーゼレポーターを用いて増殖と分化に関わる複数の遺伝子を細胞内で同時に発光させる技術も導入し、より簡便な試験系の確立を目指す。また、分化マーカー遺伝子の選抜にあたっては、分化過程で変動する遺伝子をDNAチップで網羅的に解析することにより、これまで知られていなかった鋭敏な新規マーカーを発見できる可能性がある。さらに、当社ではマウスES細胞を心筋細胞、神経細胞および骨芽細胞などに分化させる技術を既に持っており、心筋だけでなく多種類の細胞に分化させることにより、精度の高い検出系が構築できることが期待される。

今後の展望

各種毒性試験の中で発生毒性試験が初めてES細胞を導入して*in vitro*試験(EST)を確立した。ESTは欧州で検証試験が実施され、20化合物の限られた数の検討であるが70~80%前後の確率で*in vivo*動物実験の結果を予測することができた。しかしながら、現状の方法ではいくつかの課題が出され、それらに対し2004年から開始したReProTectプロジェクト⁶⁾の中で検討が進められている。現在、OECDガイドラインに組み入れられている*in vitro*試験法は生体内の局所的な影響を評価するものばかりであり、全身的な影響を評価する反復投与試験や生殖発生毒性試験については承認されたものはない。しかし、本稿で紹介したESTは細胞の分化過程を体外環境で再現し、さらに未熟なES細胞を成熟した別の細胞と増殖性を比較しており、理論的には動物を用いた*in vivo*の評価系をモデル化している。使用場面は限られるが、化合物のスクリーニングや毒性メカニズム解明など、

有効なツールになり得ると考えている。

社内においては、国家プロジェクトも活用しながらES細胞を利用した高精度な試験系の確立を目指している。確立後は社内化合物のスクリーニング系に適用し、候補化合物の早期選抜に役立てたいと考えている。一方、発生毒性以外の分野に関しても、ES細胞の特徴を生かして特定の分化細胞を大量に調製し、各種細胞への影響を検出する系が確立できる。ハイスループット(high-throughput)による大規模なアッセイ系への応用や、毒性メカニズムの解明などに活用できると考えられる。将来的には霊長類の細胞を導入することにより、ヒトへの予測性を向上させる評価系の構築も視野に入れて取り組んでいる。

謝辞

EST(Embryonic stem cell test)の社内導入にあたり、ドイツ連邦リスク評価研究所(BfR)のDr. H. Spielmannおよび同研究所の動物実験代替法センター(ZEBET)のDr. A. SeilerおよびDr. K. Hayessに技術的な面でサポートして頂いたことに深謝致します。

引用文献

- 1) M. J. Evans and M. H. Kaufman, *Nature*, 292, 154 (1981).
- 2) J. A. Thomson, J. Itskovitz-Eldor, S. S. Shapiro, M. A. Waknitz, J. J. Swiergiel, V.S. Marshall, and J. M. Jones, *Science*, 282 (6), 1145 (1998).
- 3) E. Genschow, H. Spielmann, G. Scholz, A. Seiler, N. Brown, A. Piersma, M. Brady, N. Clemann, H. Huuskonen, F. Paillard, S. Bremer, and K. Becker, *ATLA*, 30, 151 (2002).
- 4) H. Spielmann, I. Pohl, B. Doring, M. Liebsch, and F. Moldenhauer, *In vitro Toxicology*, 10 (1), 119 (1997).
- 5) S. Bremer, and T. Hartung, *Current Pharmaceutical Design*, 10, 2733 (2004).
- 6) L. Hareng, C. Pellizzer, S. Bremer, M. Schwarz, and T. Hartung, *Reproductive Toxicology*, 20, 441 (2005).

PROFILE



堀江 宣行
Nobuyuki HORIE

住友化学株式会社
生物環境科学研究所
主任研究員



齋藤 幸一
Koichi SAITO

住友化学株式会社
生物環境科学研究所
主席研究員 工学博士



樋口 敏浩
Hashihiro HIGUCHI

住友化学株式会社
生物環境科学研究所
主席研究員 農学博士



鈴木 紀之
Noriyuki SUZUKI

住友化学株式会社
生物環境科学研究所
主任研究員 医学博士



川村 聡
Satoshi KAWAMURA

住友化学株式会社
生物環境科学研究所
研究グループマネージャー
薬学博士

米倉社長がシンガポール「パブリック・サービス・スター」賞を受賞

当社 米倉社長は、シンガポール共和国政府から「パブリック・サービス・スター（Distinguished Friends of Singapore）2006」賞を贈られました。

この賞は、シンガポールの経済発展に最も貢献した経営者や研究者に贈られるものです。米倉社長は、昨年12月7日、同国大統領官邸で開催された式典で、S.R.ナザン大統領からメダルを授与されました。

米倉社長は、当日行われた記者会見で、30数年に及び当社とシンガポールの関わりについて触れた後、「現在は、MMAの新增設計画に加え、ザ・ポリオレフィン・カンパニー（TPC）でもL-LDPEをPPへ製法転換するなど、高付加価値対応への投資も継続して行っている。今後も、事業の拡大・高度化を通じて、シンガポール経済の発展に寄与していきたい」と述べました。



式典にて、左から、S.R.ナザン大統領、当社 米倉社長

太陽電池事業で合併会社設立

当社は、米国ローズ・ストリート・ラボ社（以下、RSL社）と、フルスペクトラム太陽電池の開発・製造・販売を目的とした合併会社「RSLエナジー社」（以下、RSLE社）を設立いたしました。

RSLE社は、RSL社が米国のパークレー研究所およびコーネル大学から既に得ている、従来品と比べ大幅に広範囲な光波長を活用できる半導体素子に関する特許の独占ライセンス権を引継いでいます。当社とRSL社は、今後合併会社を通じ、それら特許をベースにした技術を活用し、3年後を目途に、次世代の高効率太陽電池の商業化を推進していく所存です。

本技術の完成後は、太陽電池の発電効率を、現在主流のシリコン系に比べて約3倍の48%以上に向上できるものと期待しております。

当社は、化合物半導体事業で長年にわたり蓄積した幅広い技術を通じて、RSL社、コーネル大学、パークレー研究所と協力し、本技術の確立を早期に実現していく考えです。

1. 会社名 RSL Energy, Inc.
2. 設立 2006年11月
3. 所在地 米国アリゾナ州
フェニックス市
4. 資本金 当初6.6百万米ドル
5. 出資比率 住友化学50%：RSL社50%



RSL社

三大感染症世界ビジネス連盟（GBC）に参加

当社はこのほど、「三大感染症世界ビジネス連盟」（GBC：Global Business Coalition on HIV/AIDS, Tuberculosis and Malaria）に、日本企業として初めて参加いたしました。

GBCは、2001年に設立され、企業の独自技術やノウハウの活用を通じて、三大感染症であるエイズ、結核、マラリアの撲滅に取り組む非営利団体で、現在は欧米企業を中心に約220社が参加しています。

当社は、マラリア予防に効果のある防虫蚊帳「オリセット®ネット」を独自技術により開発し、世界保健機構（WHO）から長期残効蚊帳としての承認を得て、国連児童基金（UNICEF）や世界基金（Global Fund）等の国際機関を通じてアフリカを中心とする50ヶ国以上の国々に供給しています。増大する需要に応じるため、2003年度にタンザニアの蚊帳メーカーに技術が無償で供与し現地での量産体制を整えたほか、2005年度からは中国、ベトナム等の生産拠点も拡充し、大幅な生産能力の増強を図っています。また、今年度には、「ミレニアム開発目標」でも掲げられている極度の貧困の撲滅を目的として米国で組織された非営利団体「ミレニアム・プロミス」へ約33万張りを寄付する等、マラリア対策に積極的に取り組んでいます。

今後は、GBCのサポートも得て参加企業やその他の関係先機関とも連携を図りながら、取り組みをより充実させていく予定です。

*ミレニアム開発目標（Millennium Development Goals：MDGs）

国際連合が2000年9月に採択した国連ミレニアム宣言にもとづき、貧困、教育、環境、人権など8つのテーマについて、達成すべき目標とアクションプランを定めたものです。



オリセット®ネット

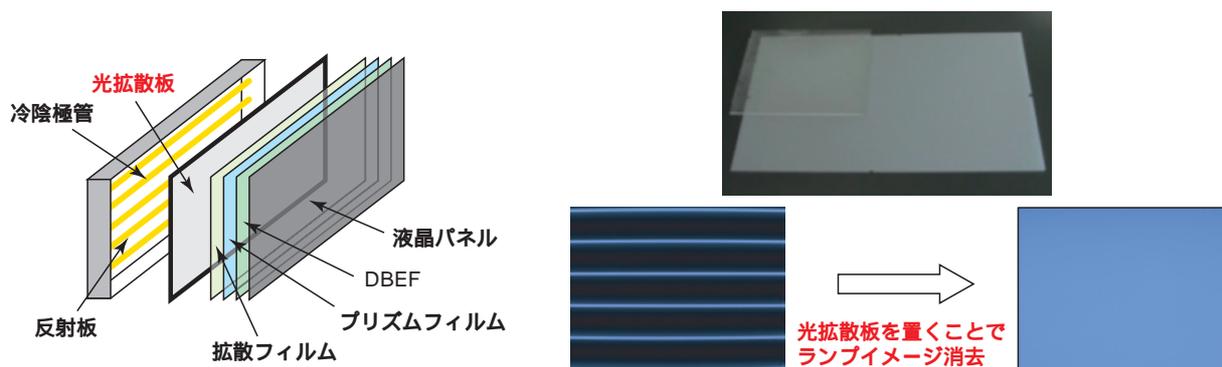
© 2005 David S. Waitz



光拡散板 スミペックス®E

液晶TVに代表される大画面液晶ディスプレイ（LCD）のバックライトシステムには、直下型と呼ばれる方式が多く採用されています。

直下型バックライトユニットには、冷陰極管ランプのイメージを隠蔽するため、及び、薄い光学フィルムを支える支持板として、「光拡散板」が用いられます。住友化学（株）では、この直下型バックライトユニットに最適な光拡散板「スミペックス®E シリーズ」を販売しています。「スミペックス®E シリーズ」は、高い輝度、良好な隠蔽性に加え、耐久性にも優れた光拡散板です。



（技術詳細は、本誌P.4～12でご紹介しています。）

コンタクト先：住友化学株式会社 電子部品材料事業部
〒104-8260 東京都中央区新川2-27-1
TEL：03-5543-5845 FAX：03-5543-5939

極めてクリーン度の高い包装資材 サーモクリーン

サーモ（株）の「サーモクリーン」は、クリーンルーム内で製袋加工した添加剤無添加のポリエチレン袋です。住友化学（株）の新無添加ポリエチレンを原料とし、またフィルム生産時にはエアダストなどのパーティクル（粒子）を極力除去しておりますので、安心安全なクリーン製品といえます。この特徴によりその用途は、医薬品原体、医薬用カプセル、食品添加物、IC工場向け製品など多岐に亘っており、クリーン度を必要とする多くのお客様から好評をいただいております。



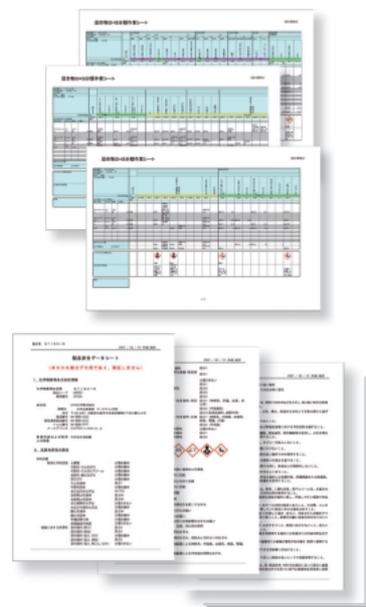
コンタクト先：サーモ株式会社 営業本部
〒101-0024 東京都千代田区神田和泉町2-6 亜細亜ビル
TEL：03-5825-7731 FAX：03-5825-7730

化学品のGHS対応サービス

(株)住化技術情報センター (STIS) では、企業におけるGHS (化学品の分類及び表示に関する世界調和システム) に対応した化学品の危険・有害性分類、ラベル及びMSDSの作成を、化学品安全の専門家が、世界標準に準拠して、プロアクティブにサポートいたします。

STISにおけるGHS対応の特徴

- > 豊富な分類実績
- > 国のGHS分類の活用及び追加情報による分類見直しへの対応
- > 物理化学的危険性、健康有害性、環境有害性の各分野に専門的知識をもったスタッフが対応
- > 情報収集の専門家集団であり、各種データベースを有効活用
- > 混合物のGHS分類を独自にシステム化
- > 「成分のGHS分類」「混合物GHS分類」「JISZ7250(2005)MSDS作成」「JISZ7251(2006)ラベル案作成」の一貫対応
- > 分類結果のデータベース化による追加、改訂への迅速対応
- > 各種法規制への対応



<信頼性の高いGHS分類は、企業の信用そのものです。>

コンタクト先：株式会社住化技術情報センター 化学品安全性グループ

〒554-8558 大阪市此花区春日出中3-1-98

TEL : 06-6466-5355 FAX : 06-6466-5107

e-mail : hiromori@sc.sumitomo-chem.co.jp URL : <http://www.stis.co.jp>



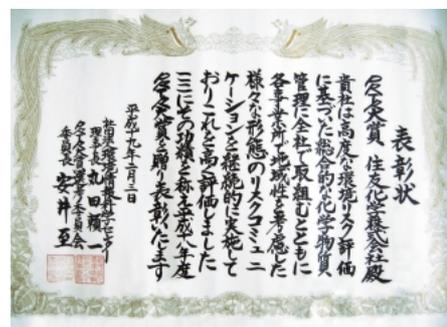
外部表彰受賞紹介

企業における化学物質管理と リスクコミュニケーションに関する表彰制度 PRTR大賞2006 大賞

住友化学株式会社

この賞は、PRTR制度の趣旨を理解し、率先して化学物質管理を行い、市民の理解を得るためのコミュニケーションを積極的に実践している企業・事業所を顕彰するために、社団法人環境情報科学センターが経済産業省、環境省等の後援を受けて創設した表彰制度である。今回は第3回目であり、大賞の受賞は総合化学メーカーとしては初めてで、かつ企業単位での同賞受賞も初めてのこととなった。

当社の大賞受賞は、「全社をあげてリスクベースに基づく化学物質管理が徹底され、かつ具体的な取り組み計画の策定とその実践がなされていること、加えて各工場が創意と主体性をもって、地域性なども加味しながら多様なリスクコミュニケーションを積極的に推進している」ことが高く評価されたものである。



第53回（平成18年度）大河内記念生産賞

住友化学株式会社

業 績

「硫安フリーのカプロラクタムプロセス の開発とその工業化」

従来、ナイロン6の原料であるカプロラクタムの製造は多量の硫酸アンモニウム（硫安）の副生が避けられなかった。当社は、独自に気相ベックマン転位プロセスを開発し、アンモキシメーションプロセスと組み合わせることにより世界初の完全硫安フリーのラクタム製造プロセスを完成し、年産8万トンの工業化プラントを成功させた。この創造的で画期的なプロセスを商業的に確立したことは、経済的かつ環境負荷を抑えながら有用なものを製造できる革新的技術として、社会に貢献するものと期待される。



平成18年度 日本化学会 化学技術賞

石油化学品研究所
(現職：技術・経営企画室)

瀬尾 健男

千葉工場

堅尾 正明

石油化学品研究所

石野 勝

石油化学品研究所
(現職：石油化学業務室 兼
ラービグ計画業務室)

辻 純平

石油化学品研究所

山本 純

業績

「プロピレンオキサイド新製法の開発と工業化」

クメンを循環使用するという新プロセスにより、副生物や併産品を生じることなく「プロピレンオキサイド」だけを生産することができる新しい工業製法を開発した。独自開発の高性能触媒により高い製品収率を達成するとともに、格段の省資源・省エネルギーを実現するグリーンプロセスとなっている。新製法によるプラントは千葉工場で2003年以降順調な商業運転を続けており、またラービグ計画においても2008年稼働を目指した2号プラント建設が進行中である。



授賞式にて、左から、辻、山本、藤嶋日本化学会会長、瀬尾、堅尾、石野

平成18年度 化学工学会 奨励賞（内藤雅喜記念賞）

愛媛工場
(現職：生産技術センター)

島田 直樹



Naoki SHIMADA

業績

「気泡塔内気泡流予測手法の開発」

気泡塔内気泡流などの複雑な流動様式を伴う多成分系圧縮性混相流向けに、化学反応および密度の温度・圧力・化学種依存性を考慮できる予測手法を開発した。提案した手法は既存手法に比べ計算効率が高く、多様化する化学装置のスケール・形状・運転条件に柔軟に対応できる設計支援ツールとしての発展性が期待できる。

平成18年度（第27回）優秀省エネルギー機器表彰 資源エネルギー庁長官賞

住友化学株式会社
(千代田化工建設株式会社、富士石油株式会社と共同受賞)

業 績

「複数工場間の低位エクセルギー利用システム」

この賞は、社団法人日本機械工業連合会が主催し、国の省エネルギー推進政策に呼応して、省エネルギー効果の著しい産業用機器を開発し、実用化した企業や団体を表彰しているものである。

本件は、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の支援を受け、当社千葉工場と富士石油株式会社袖ヶ浦製油所との間で、①エネルギー共有設備システム、②統合エネルギー監視システム、③低位熱発電システムという3つのシステムを構築し、それらを有効利用することで、原油換算で10,700KL/年の省エネと28,000トン/年のCO₂削減を達成したものである。二社工場間での省エネルギーへの取り組みは日本ではあまり例がなく、これらを実現した社会的意義は非常に大きいと考えている。



2006年度 フィラー研究会 技術奨励賞

基礎化学品研究所
(現職：無機材料事業部)

竹村 一樹



Kazuki TAKEMURA

業 績

「樹脂充填用水酸化アルミニウム ～その応用・最近の開発事例～」

パイヤー法で得られる水酸化アルミニウム(ギブサイト型)は人造大理石、プリント配線基板、壁紙、電線被覆材などのフィラーとして用いられており、それぞれの用途における必要物性(高白色性、高耐熱性、高流動性等)を満足する製品が開発されてきた。これらの水酸化アルミニウムの基本特性ならびに当社製品の応用事例をまとめた。また、近年注目度の高いナノコンポジット化技術として、サブミクロンからナノサイズの超微粒水酸化アルミニウム(主にペーマイト型)を用いたポリプロピレンの機械強度向上やポリメチルメタクリレートの難燃化等の開発状況について報告した。

The Tech Museum Awards
Agilent Technologies Foundation Health Award 2006

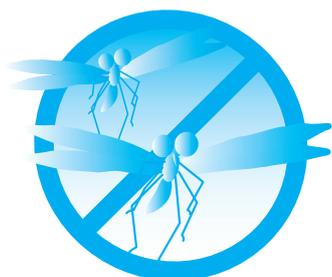
住友化学株式会社

業 績

「防虫蚊帳 オリセツト® ネットの開発」

この賞は、人類が直面している数々の問題の解決に貢献し、持続的恩恵を与える技術を顕彰することを目的として創設されたものであり、「環境」「経済開発」「教育」「健康」「平等」の5分野から構成されている。当社は、同賞（健康分野）の最優秀賞を受賞した。

「オリセツト® ネット」はマラリアを媒介する蚊から身を守るによりマラリアの予防に効果がある防虫蚊帳である。独自技術により殺虫剤を練りこんだ樹脂を糸状にしたものを編んで蚊帳に仕上げていることから、殺虫剤が糸の表面に徐々に染み出し、効果が5年以上持続する。



主な投稿論文・口頭発表

(2006年7月1日～2006年12月31日)

高分子材料

EPDMの最近の開発動向について

佐々 龍生, 中野 貞之 (石油化学品研究所)

日本ゴム協会誌, 79(8) (2006)

PPS REPORT 包装用樹脂

今井 昭夫, 細田 覚, 辻 光慈 (石油化学品研究所)

PPS REPORT, 1(100), 15(2006)

ポリプロピレンの動向について

矢田 健一郎, 辻 光慈 (石油化学品研究所)

JETI, 54(8), 49(2006)

「PPS-22 in Yamagata」特別セッション報告 SP4

Polymer Nanotechnology

山口 登 (石油化学品研究所)

成形加工, 18(9), 679(2006)

Mechanical and Rheological Behaviors of Polypropylene / Montmorillonite Nanocomposites Prepared Through 'Master Batch' Approaches

中嶋 浩善 (石油化学品研究所)

22nd Annual Meeting of The Polymer Processing Society (山形) 2006年7月2日 - 6日

In-situ Observation of Sequentially Two-Way Drawing Process in Isotactic Polypropylene by Synchrotron Sourced Wide- and Small-Angle X-ray Scattering

桜井 孝至, 野末 佳伸, 笠原 達也, 山口 登, 雨宮 慶幸* (石油化学品研究所, *東京大学)

XIII International Conference on Small-angle Scattering (SAS2006) (京都) 2006年7月9日 - 13日

Annealing Effect of Isotactic Polypropylene with High Molecular Weight on Mechanical Properties

大嶋 秀樹 (石油化学品研究所)

American Chemical Society Meeting & Exposition (米国) 2006年9月12日

非相溶系ポリマーアロイの難燃性に対するフィラー添加の影響

森富 悟 (石油化学品研究所)

第55回高分子討論会 (富山) 2006年9月20日 - 22日

ガラス長繊維強化ポリプロピレンの物性に及ぼす酸変性ポリプロピレンおよび収束剤の影響

北野 勝久, 新 健二, 辻 光慈 (石油化学品研究所)

第18回高分子加工技術討論会 (愛知) 2006年10月23日 - 24日

30年屋外曝露EPDM加硫シートの劣化状況と寿命予測 皆葉 健 (石油化学品研究所)

日本ゴム協会 第18回エラストマー討論会 (東京) 2006年12月5日

無機・金属材料

高性能スミコランダムの開発

内田 義男 (筑波研究所)

FCレポート, 24(4), 153(2006)

Synthesis and characterization of Eu-doped GaN by the Na flux method

山田 高弘*, 南部 洋志*, 山根 久典*, 小廣 健司, 土田 良彦 (筑波研究所, *東北大学)

17th European Conference on Diamond, Diamond-Like Materials, Carbon Nanotubes, and Nitrides (ポルトガル) 2006年9月3日 - 8日

Improvement for thermal quenching on the blue emission of CMS phosphor under VUV excitation

國本 崇*¹, 小林 洋志*¹, 大観 光徳*², 磯部 敏典, 久世 智, 宮崎 進 (筑波研究所, *¹徳島文理大学, *²鳥取大学)

The 13th International Display Workshops (滋賀) 2006年12月6日 - 8日

樹脂充填用水酸化アルミニウム ~その応用、最近の開発事例~

竹村 一樹 (基礎化学品研究所)

第136回フィラー研究会 (大阪) 2006年9月15日

精密化学 (有機ファイン) 関連製品

リン系酸化防止剤による高分子材料の安定化とそのメカニズム

木村 健治, 阿波 秀明, 相馬 陵史 (精密化学品研究所)
高分子の崩壊と安定化研究討論会 (東京), 2006年12
月13日

農業化学関連製品

Field Evaluation of Spatial Repellency of
Metofluthrin-Impregnated Latticework Plastic
Strips against *Aedes aegypti* (L.) and Analysis of
Environmental Factors Affecting Its Efficacy in My
Tho City, Tien Giang, Vietnam

川田 均*¹, 岩崎 智則, Luu Le Loan *², Tran Khanh
Tien *², Kgyuen Thi Nhu Mai *³, 庄野 美德, 片山 泰
之, 高木 正洋*¹ (農業化学品研究所, *¹長崎大学,
*²Pasteur Institute Vietnam, *³Tien Giang Preventive
Medicine Center Vietnam)
American Journal of Tropical Medicine and Hygiene,
75(6), 1153(2006)

Laboratory Evaluation of Bistrifluron, a Ben-
zoylphenylurea Compound, as a Bait Toxicant
Against *Coptotermes formosanus* (Isoptera:
Rhinotermitidae)

久保田 俊一, 庄野 美德, 松永 忠功, 角田 邦夫* (農
業化学品研究所, *京都大学)
Journal of Economic Entomology, 99(4), 1363(2006)

ピレスロイド系家庭用殺虫剤の製法研究

山近 洋 (理事)

日本農業学会誌, 31(4), 465(2006)

Design, Synthesis and Fungicidal Activity of *m*-
Phenylbenzyltriazolone Derivatives as Strobilurin
Analogues

荒木 知洋, 真鍋 明夫, 阪口 裕史, 木下 義晴, 広瀬 太
郎, 松永 礼 (農業化学品研究所)
*11th IUPAC International Congress of Pesticide
Chemistry* (兵庫), 2006年8月6日 - 11日

Stereocontrolled Total Synthesis of (-) - Kainic
Acid

阪口 裕史, 徳山 英利*¹, 福山 透*² (農業化学品研究
所, *¹東北大学, *²東京大学)

*11th IUPAC International Congress of Pesticide
Chemistry* (兵庫), 2006年8月6日 - 11日

Synthesis of insecticidal N-phenylamidine deriva-
tives and their structure-activity relationships

上川 徹, 宮崎 裕之, 松本 修, 千保 聡, 庄野 美德, 松
尾 憲忠 (農業化学品研究所)

*11th IUPAC International Congress of Pesticide
Chemistry* (兵庫), 2006年8月6日 - 11日

Synthesis and insecticidal activity of monocyclic
derivatives of pyridalyl

池上 宏, 鈴木 雅也*¹, 泉 恵一*³, 斎藤 茂*², 梅田 公
利*², 坂本 典保 (農業化学品研究所, *¹生活環境事
業部, *²国際アグロ事業部, *³住化武田農薬(株))

*11th IUPAC International Congress of Pesticide
Chemistry* (兵庫), 2006年8月6日 - 11日

Inhibition of biting action of Metofluthrin

菅野 雅代, 岩崎 智則, 庄野 美德, 松永 忠功 (農業化
学品研究所)

*11th IUPAC International Congress of Pesticide
Chemistry* (兵庫), 2006年8月6日 - 11日

Metofluthrin, Novel Pyrethroid Insecticide, an
Innovative Mosquito Control Agent

庄野 美德, 氏原 一哉, 岩崎 智則, 菅野 雅代, 森 達哉,
松永 忠功, 松尾 憲忠 (農業化学品研究所)

*11th IUPAC International Congress of Pesticide
Chemistry* (兵庫), 2006年8月6日 - 11日

Bistrifluron as a Termite Bait Toxicant

久保田 俊一, 庄野 美德, 松永 忠功 (農業化学品研究
所)

*11th IUPAC International Congress of Pesticide
Chemistry* (兵庫), 2006年8月6日 - 11日

High Throughput Screening Systems for Agro-
chemical Compounds Targeting Histidine Kinases
Using Recombinant Yeast Strains

荒田 勇登, 椋本 藤夫, 中島 寛樹 (農業化学品研究所)
*11th IUPAC International Congress of Pesticide
Chemistry* (兵庫), 2006年8月6日 - 11日

Study on the Release Profiles of Controlled Release Fertilizers with Polyurethane

竹林 禎浩 (農業化学品研究所)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Insecticidal activity of norchrysanthemetic acid benzyl esters - A New class of synthetic pyrethroids with high vapor activity

氏原 一哉 (農業化学品研究所)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Foliar spray of validamycin A or validoxylamine A controls soilborne diseases of tomato and its mode of action

有江 力^{*1}, 白水 健太郎^{*1}, 仲下 英雄^{*2}, H. Lee^{*2}, 本山 高幸^{*2}, 藤森 健一^{*3}, 松浦 一穂^{*3}, 山口 勇^{*2}, 寺岡 徹^{*1}, 石川 亮 (農業化学品研究所, ^{*1}東京農工大学, ^{*2}(独)理化学研究所, ^{*3}武田薬品工業(株))

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Control efficacy of validamycin A against Fusarium wilt correlates with the quantity of salicylic acid in tomato tissues

石川 亮, 白水 健太郎^{*1}, 仲下 英雄^{*2}, 寺岡 徹^{*1}, 有江 力^{*1} (農業化学品研究所, ^{*1}東京農工大学, ^{*2}(独)理化学研究所)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

-Pyrones with High Insecticidal Activity against Cockroaches

森 達哉, 藤浪 道彦, 松本 修, 岡本 央, 庄野 美德, 松尾 憲忠 (農業化学品研究所)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Gallic Esters Effective on Termites Feeding

森 達哉, 久保田 俊一, 庄野 美德, 松尾 憲忠 (農業化学品研究所)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Comparison of biological properties of MBI-D resistant isolates of *Magnaporthe grisea* with susceptible isolates

木村 教男 (農業化学品研究所)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Biotype of sweetpotato whitefly, *Bemisia tabaci*, in Japan

波多腰 信, 笠松 紀美 (農業化学品研究所)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Evaluation of Metofluthrin (SumiOne®) Resin Emanater

岩崎 智則, 菅野 雅代, 片山 泰之, 庄野 美德, 松永 忠功 (農業化学品研究所)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Efficacy of Clothianidin 0.5% Granule against Rice Leafbug, *Trigonotylus caelestialium* Kirkaldy on Rice by Paddy Water Application

岩田 淳 (農業化学品研究所)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

R&D for Agrochemicals & Environmental Health Chemicals at Sumitomo Chemical

梅村 武明 (農業化学品研究所)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Olyset® net as a long lasting insecticidal mosquito net for malaria control

伊藤 高明^{*}, 松永 忠功 (農業化学品研究所, ^{*}生活環境事業部)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Stereocontrolled Total Synthesis of (-) - Kainic Acid

阪口 裕史, 徳山 英利*¹, 福山 透*² (農業化学品研究所, *¹東北大学, *²東京大学)

232nd ACS National Meeting (米国), 2006年9月10日 - 14日

殺虫活性化合物SI-108の製法プロセス研究

藤浪 道彦, 広瀬 太郎, 氏原 一哉, 上川 徹, 森 達哉, 松尾 憲忠 (農業化学品研究所)

日本プロセス化学会2006サマーシンポジウム (京都) 2006年7月20日 - 21日

除草フロアブルの拡張性と物理化学的特性の関係

竹林 禎浩, 岡田 昭二, 大坪 敏朗 (農業化学品研究所) 第26回農薬製剤施用法シンポジウム (神奈川) 2006年10月26日 - 27日

ネオニコチノイド系殺虫剤クロチアニジンのアミメアリに対する食毒活性

岡本 央, 庄野 美徳 (農業化学品研究所) 日本環境動物昆虫学会 第18回年次大会 (神奈川) 2006年11月12日

マイクロカプセル化フェノブカルブ (Baktop® MC) のイエシロアリに対する土壌貫通阻止効果

久保田 俊一, 庄野 美徳, 松永 忠功, 角田 邦夫* (農業化学品研究所, *京都大学)

日本環境動物昆虫学会 第18回年次大会 (神奈川) 2006年11月12日

ジノテフランのイエバエに対する経口殺虫効果

千保 聡, 松永 忠功 (農業化学品研究所) 日本環境動物昆虫学会 第18回年次大会 (神奈川) 2006年11月12日

クサキイロアザミウマの生態と捕食性カメムシの代替餌としての可能性

西村 紘*, 前藤 薫*, 本藤 勝 (農業化学品研究所, *神戸大学)

日本昆虫学会近畿支部・日本鱗翅学会近畿支部2006年度合同大会 (兵庫) 2006年12月16日

半 導 体 関 連 製 品

Leaching Measurement

安藤 信雄 (情報電子化学品研究所) SEMATECH Meeting : Immersion Fluid Workshop on Leaching Measurement Standards (京都) 2006年10月4日

III-V Business and Technology at Sumitomo Chemical

秦 雅彦, 土田 良彦 (筑波研究所) Solid State Lighting and Display Center's 5th Annual Workshop (米国) 2006年11月16 - 17日

液浸露光用レジストの開発

安藤 信雄 (情報電子化学品研究所) NGLワークショップ2006 (応用物理学会NGL技術研究会)(東京) 2006年7月6日

ArF Immersion Lithography and NGL

安藤 信雄 (情報電子化学品研究所) SEMICON JAPAN 2006 (千葉) 2006年12月6日 - 8日

光 学 ・ 表 示 関 連 製 品

高分子有機EL材料の高性能化最新技術

大西 敏博 (筑波研究所) FPD International 2006 Forum (神奈川) 2006年10月18日

Development of New Materials in Polymer Light Emitting Diodes

秋野 喜彦 (筑波研究所) The 13th International Display Workshops (滋賀) 2006年12月6日 - 8日

Optical Characterization of Iridescent Wings of Mopho Didius Butterfly using A High Accuracy Nonstandard FDTD Algorithm

Saswatee Banerjee (情報電子化学品研究所) 5th International Conference on Optics-photonics Design & Fabrication (奈良) 2006年12月7日

シングルキャリア素子を用いた高分子LEDの劣化解析
浅田 浩平 (筑波研究所)

第3回有機EL討論会 (茨城) 2006年11月9日 - 10日

時間分解蛍光寿命測定を用いた高分子LEDの劣化解析
中島 秀明 (筑波研究所)

第3回有機EL討論会 (茨城) 2006年11月9日 - 10日

LCD用光学フィルムの開発動向

山原 基裕 (情報電子化学品研究所)

第17回液晶表示器設計技術研究会 (大阪) 2006年11月17日

高分子EL材料の最近の進展

大西 敏博 (筑波研究所)

高分子学会 有機EL研究会 (東京) 2006年12月15日

エネルギー関連製品

超臨界メタノールを用いた脂肪酸メチルエステルの製造方法

後藤 文郷 (有機合成研究所)

日本油化学会 オレオマテリアル部会セミナー (東京) 2006年10月27日

環境ビジネス関連製品

高水温で機能する水質浄化微生物の探索

野本 直弘*, 牧 慎也*, 中川 克彦*, 早瀬 伸樹*, 青井 正廣, 中村 洋介 (生産技術センター, *新居浜工業高等専門学校)

日本農芸化学会 四国支部創立5周年記念16回講演会 (愛媛) 2006年9月15日 - 16日

有機合成

Preparation of HPLC Chiral Packing Materials Using Cellulose Tris (4-Methylbenzoate) for the Separation of Chrysanthemate Isomers

山本 智代*, 山田 賢司*, 元矢 佳保里*, 神谷 勇一郎*, 上垣外 正己*, 岡本 佳男*, 顕谷 忠俊 (技術・経営企画室, *名古屋大学)

Journal of Polymer Science A : Polymer Chemistry,

44, 5087 (2006)

有機触媒による不斉4級炭素構築を鍵反応とする(S)-シクロヘキシル-2-フェニルグリコール酸の実用的合成法の開発

徳田 修, 加納 太一*, 高 衛国, 池本 哲哉, 丸岡 啓二* (精密化学品研究所, *京都大学)

日本プロセス化学会2006サマーシンポジウム (京都) 2006年7月20日 - 21日

触 媒

Synthesis and Characterization of Phosphorous-Bridged Bisphenoxy Titanium Complexes and Their Application to Ethylene Polymerization

花岡 秀典, 今本 有香, 日野 高広, 織田 佳明 (有機合成研究所)

Journal of Organometallic Chemistry, 691, 4968 (2006)

プロピレンオキサイド製造技術

石野 勝, 山本 純 (石油化学品研究所)

触媒, 48(7), 511 (2006)

新規プロピレンオキサイド製造法の開発

山本 純, 辻 純平*, 石野 勝 (石油化学品研究所, *石油化学業務室)

ゼオライト, 23(4), 144 (2006)

光学活性な菊酸の不斉合成用触媒の高効率化

板垣 誠, 末信 克浩* (有機合成研究所, *筑波研究所) 有機合成化学協会誌, 64(12), 1261 (2006)

The Development of Improved Hydrogen Chloride Oxidation Process : Structure of the RuO₂/Rutile TiO₂ Catalyst

関 航平 (基礎化学品研究所)

The Fifth Tokyo Conference on Advanced Catalytic Science and Technology (TOCAT5) (東京) 2006年7月23日 - 28日

Liquid-phase epoxidation of propylene with hydrogen peroxide using a Ti-MWW catalyst

川端 智則, 阿部川 弘明, 石野 勝* (有機合成研究所,
*石油化学品研究所)

*The Fifth Tokyo Conference on Advanced Catalytic
Science and Technology (TOCAT5)* (東京) 2006年
7月23日 - 28日

**Oligomerization of Ethylene Catalyzed by Palladium
Complex Containing P-N Ligand**

小田 精二, 岩倉 和憲 (有機合成研究所)

*The Fifth Tokyo Conference on Advanced Catalytic
Science and Technology (TOCAT5)* (東京) 2006年
7月23日 - 28日

**New bismuth cocatalyst for metallocene-mediated
olefin polymerizations**

高沖 和夫, 中原 伸也, 岡戸 慶也, 関 吉伯, 宮竹 達也
(石油化学品研究所)

232nd ACS National Meeting (米国) 2006年9月10
日 - 14日

**Cyclohexane Oxidation with molecular oxygen
using CeO₂-ZrO₂ as a catalyst**

星野 正大 (基礎化学品研究所)

*1st International IUPAC Conference on Green-Sustainable
Chemistry* (ドイツ) 2006年9月10日 - 15日

Ni触媒Suzuki - Miyaura couplingの開発

神川 卓 (有機合成研究所)

BASF Boron Conference (東京) 2006年9月26日 -
27日

**High Performance Phenoxytitanium-Based Cataly-
sts for Olefin Polymerization**

宮竹 達也 (石油化学品研究所)

*IUPAC International Symposium on Advanced Poly-
mers for Emerging Technologies* (韓国) 2006年10月
10日 - 13日

**Phosphorous-bridged bisphenoxy titanium and
chromium complexes, and their application to eth-
ylene polymerization**

花岡 秀典 (有機合成研究所)

6th Tateshina Conference on Organic Chemistry (長
野) 2006年11月10日 - 12日

実用的な不斉シクロプロパン化反応用触媒の開発
板垣 誠 (有機合成研究所)

第19回野依フォーラム (愛知) 2006年11月24日

化学工学

**A New Approach Based on Neural Network Model-
ing to Estimate Compression-Permeability Charac-
teristics of Solid-Liquid Systems**

岩田 政司*, Mohammed Saedi Jami*, 塩尻 進 (生産
技術センター, *鈴鹿工業高等専門学校)

11th APCCChE (マレーシア) 2006年8月27日 - 30日

反応系二相流の数値予測を目指して

島田 直樹 (愛媛工場)

化学工学会気泡塔ミキシング合同夏季セミナー (静
岡) 2006年9月11日 - 12日

高分子合成

**光学活性オキソバナジウム触媒を用いた酸化カップリ-
ング重合によるポリピナフトールの立体制御**

村上 総一郎*, 波多野 豊平*, 幅上 茂樹*, 東村 秀之
(筑波研究所, *山形大学)

第55回高分子討論会 (富山) 2006年9月20日 - 22日

**コバルト錯体を触媒として用いた2, 3 - ジヒドロキシ-
ナフタレンの酸化カップリング重合**

青柳 秀治*, 幅上 茂樹*, 東村 秀之 (筑波研究所,
*山形大学)

平成18年度化学系学協会東北大会 (秋田) 2006年9
月22日 - 24日

**新規バナジウム触媒による2, 3 - ジヒドロキシナフタ-
レンの高選択的酸化カップリング重合の開発**

村上 総一郎*, 波多野 豊平*, 幅上 茂樹*, 東村 秀之
(筑波研究所, *山形大学)

平成18年度化学系学協会東北大会 (秋田) 2006年9
月22日 - 24日

無機化学

Electrochemical removal of Sn (IV) ion from aqueous hydrochloric solution containing In (III)

小山 和也*², 田中 幹也*², 藤原 進治, 三枝 邦夫*¹
(基礎化学品研究所, *¹筑波研究所, *²(独)産業技術総合研究所)

2006 Proceedings of the Sohn International Symposium (米国), 2006年8月27日 - 31日

Reduction of Sn (IV) to Sn (II) by the electrolysis and dissolution from aqueous hydrochloric solution containing In (III) and Sn (IV)

三枝 邦夫 (筑波研究所)

持続可能社会のための材料生産技術：増子シンポジウム (東京), 2006年11月12日 - 15日

高分子成型加工

FPC用溶媒キャストタイプLCPフィルム

伊藤 豊誠 (情報電子化学品研究所)

第20回公開研究会 FPCの最新動向とマイクロファブリケーション (東京), 2006年9月22日

溶液キャスト法LCPフィルムを用いた高周波回路基板への展開

片桐 史朗, 伊藤 豊誠, 岡本 敏 (情報電子化学品研究所)

第16回マイクロエレクトロニクスシンポジウム (大阪), 2006年10月26日 - 27日

分析物性関連

Sequential drawing behavior of isotactic polypropylene film by time-resolved WAXS / SAXS measurements

桜井 孝至, 野末 佳伸, 笠原 達也, 山口 登, 雨宮 慶幸* (石油化学品研究所, *東京大学)

Photon Factory Activity Report 2005, 23(PartB), 156 (2006)

微小角入射X線散乱法 (GI-SAXS) によるポリエチレンフィルムの階層構造評価

桜井 孝至, 佐々木 園*, 増永 啓康* (石油化学品研究所, *JASRI/Spring8)

先端大型研究施設戦略活用プログラム成果報告書, 2006A, 213(2006)

In-Situ Observation of Film Drawing Behavior in Polyolefin Materials by Synchrotron-Sourced WAXS / SAXS Measurements

桜井 孝至, 野末 佳伸, 笠原 達也, 山口 登, 田代 孝二*¹, 雨宮 慶幸*² (石油化学品研究所, *¹豊田工業大学, *²東京大学)

Synchrotron Radiation in Polymer Science III (兵庫), 2006年7月6日 - 8日

Application of Microbeam SAXS / WAXS to Local Structure Analyses in Polymeric Materials

野末 佳伸, 篠原 佑也*, 雨宮 慶幸* (石油化学品研究所, *東京大学)

Synchrotron Radiation in Polymer Science III (兵庫), 2006年7月6日 - 8日

Observation of I-PP spherulite deformation behavior by in-situmicrobeam SAXS / WAXS

野末 佳伸, 桜井 孝至, 笠原 達也, 山口 登, 堀 英明, 小川 恭央*, 高見沢 忠*, 篠原 佑也*, 雨宮 慶幸* (石油化学品研究所, *東京大学)

Small Angle Scattering 2006 (京都), 2006年7月9日

Role of high, middle and low molecular weight component on the formation of Shish-kebab structure revealed by SANS

野末 佳伸, 桜井 孝至, 笠原 達也, 山口 登, 木全 修一, 狩野 武史*¹, 柴山 充弘*¹, J. A. Kornfield*² (石油化学品研究所, *¹東京大学, *²Caltech)

Small Angle Scattering 2006 (京都), 2006年7月9日

材料開発における分析電顕の応用 高分子と化合物半導体

本多 祥晃 (筑波研究所)

第22回分析電子顕微鏡討論会 (千葉), 2006年8月29日 - 30日

On-Line SEC / ESIMSによる合成高分子の構造解析
土田 好進 (情報電子化学品研究所)

第11回高分子分析討論会（愛知）2006年10月26日 - 27日

磁場・共鳴マイクロ波を用いた有機EL素子の発光過程の研究

沖見 宏*, 鈴木 智之, 坂口 喜生*（筑波研究所, *(独)理化学研究所）

第45回電子スピサイエンス学会（京都）2006年11月14日 - 16日

ポリプロピレン射出成形品のShish-Kebab構造形成における高分子量成分の役割

桜井 孝至, 木全 修一, 野末 佳伸, 笠原 達也, 山口 登, 狩野 武史*¹, 柴山 充弘*¹, J. A. Kornfield*²（石油化学品研究所, *¹東京大学, *²Caltech）

プラスチック成形加工学会 第14回秋季大会（岐阜）2006年11月22日 - 23日

コンピュータ利用・情報関連

Synthesis of an Azaspirane via Birch Reduction Alkylation Prompted by Suggestions from a Computer Program

田中 章夫, 河合 隆, 高島 哲彦, 岡 紀子*¹, 岡本 秀穂*², Malcolm Bersohn*³（有機合成研究所, *¹(株)住化技術情報センター, *²鳥取大学, *³トロント大学）

Tetrahedron Letters, 47(38), 6733(2006)

Prediction of optical properties for stretched polymers using molecular dynamics method

宮崎 洋介（石油化学品研究所）

22nd Annual Meeting of The Polymer Processing Society（山形）2006年7月2日 - 6日

Optimal current distribution control for parallel electrolytic baths

久下本 秀和, 尾崎 啓太*¹, 轡 義則, 橋本 芳宏*²（生産技術センター, *¹愛媛工場, *²名古屋工業大学）

9th International Symposium on Process Systems Engineering（ドイツ）2006年7月9日 - 13日

プラント制御性能診断システムの構築

久下本 秀和, 轡 義則, 加納 学*, 長谷部 伸治*（生産

技術センター, *京都大学）

化学工学会 第38回秋季大会（福岡）2006年9月16日 - 18日

分子動力学法による緩和を考慮した延伸高分子の物性予測

宮崎 洋介, 東川 芳晃, 増淵 雄一*（石油化学品研究所, *東京農工大学・科学技術振興機構さきがけ）

第55回高分子討論会（富山）2006年9月20日 - 22日

プラスチック衝撃吸収部品のロバスト最適設計

広田 知生（石油化学品研究所）

プラスチック成形加工学会 第14回秋季大会（岐阜）2006年11月22日 - 23日

生物環境安全性評価

Behavior of pesticides in water-sediment system

片木 敏行（生物環境科学研究所）

Review of Environmental Contamination and Toxicology, 187, 133(2006)

Uptake and Transformation of Pesticide Metabolites by Duckweed (*Lemna gibba*)

藤澤 卓生, 黒澤 元宏, 片木 敏行（生物環境科学研究所）

Journal of Agricultural and Food Chemistry, 54, 6286(2006)

Aerobic Metabolism and Adsorption of Pyrethroid Insecticide Imiprothrin in Soil

鈴木 祐介, 吉村 淳, 片木 敏行（生物環境科学研究所）
日本農業学会誌, 31(3), 322(2006)

平成18年度論文賞対象論文の概要とその背景

題目：Oxidative activation and degradation of organophosphorus pesticides mediated by iron porphyrins

藤澤 卓生, 片木 敏行（生物環境科学研究所）
日本農業学会誌, 31(3), 345(2006)

企業における安全性評価のための *in vitro* 試験法の現状
川村 聡（生物環境科学研究所）

日本薬理学会誌, 128, 289(2006)

Iron-porphyrin Catalyzed Oxidation Model for Plant Metabolism of Pesticides

福島 雅雄, 藤澤 卓生, 横田 篤宜, 片木 敏行 (生物環境科学研究所)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Uptake and Transformation of Pesticide Metabolites by Duckweed (*Lemna gibba*)

藤澤 卓生, 黒澤 元宏, 横田 篤宜, 片木 敏行 (生物環境科学研究所)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Sex-related difference in excretion of Amidoflumet metabolites in CD (SD) rats

松井 正義, 富ヶ原 祥隆, 西岡 和彦, 磯部 直彦*¹, 三上 信可*², 金子 秀雄 (生物環境科学研究所, *¹技術・経営企画室, *²日本メジフィジックス(株))

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Evaluation of the Effects of Synthetic Pyrethroid Insecticide Esfenvalerate on Aquatic Ecosystem using Outdoor Microcosm Experiments

田中 仁詞, Clemens Schanne*², Thomas Gries*², 宮本 貢, 片木 敏行, 西本 佳弘*¹, 熊谷 尚*¹ (生物環境科学研究所, *¹国際アグロ事業部, *²Springborn Smithers Laboratories AG)

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

Species difference in excretion and PK of procymidone and its metabolites

富ヶ原 祥隆, 樽井 弘和, 西岡 和彦, 川村 聡, 熊谷 尚*¹, 奥野 泰由*², 三上 信可*³, 金子 秀雄 (生物環境科学研究所, *¹国際アグロ事業部, *²技術・経営企画室, *³日本メジフィジックス(株))

11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry (兵庫) 2006年8月6日 - 11日

粉体化合物の吸入毒性試験における炭酸カルシウム (CaCO₃) の媒体としての有用性

出口 慶人, 利 久志, 串田 昌彦, 山田 智也, 宇和川 賢, 川村 聡 (生物環境科学研究所)

第33回日本トキシコロジー学会学術年会 (愛知), 2006年7月3日 - 5日

ウサギ胎児の外生殖器を用いた抗アンドロゲン作用の検出方法

稲若 邦文, 樋口 敏浩, 岡本 隆行*, 川村 聡 (生物環境科学研究所, *山科家畜診療所)

第33回日本トキシコロジー学会学術年会 (愛知), 2006年7月3日 - 5日

マウスES細胞を用いた*in vitro*発生毒性試験 (EST) の現状と今後の方向性について

堀江 宣行 (生物環境科学研究所)

第27回*in vitro*発生毒性研究会 (京都), 2006年9月2日

精子検査結果のヒトへの外挿性に関する共同研究 : (最終報告)

坂 芳樹*¹, 中川 壮一*², 星野 信人*³, 大山 直樹*⁴, 樋口 敏浩, 松本 清*⁵, 大谷 勝己*⁶, 川島 邦夫*⁷ (生物環境科学研究所, *¹萬有製薬(株), *²アステラス製薬(株), *³(株)三菱安全科学研究所, *⁴三菱ウェルファーマ(株), *⁵武田薬品工業(株), *⁶(独)産業医学研究所, *⁷生殖コンサルタント)

第11回精子形成・精巣毒性研究会 (東京) 2006年9月30日

³²P-Postlabeling assay of Kojic acid in the rat livers

北本 幸子, 斎藤 幸一, 中野 実, 鎌田 陽次, 西岡 和彦, 佐古 博*¹, 高井 周助*¹, 比嘉 良喬*² (生物環境科学研究所, *¹住化テクノサービス(株), *²三省製薬(株))

第35回日本環境変異原学会 (大阪), 2006年11月20日 - 21日

皮膚感作性試験代替法 (LLNA-DA法) バリデーション研究

大森 崇*¹, 出原 賢治*², 小島 肇*³, 寒水 孝司*⁴, 有馬 和範*⁵, 後藤 浩彦*⁶, 金澤 由基子*⁷, 牧 栄二*⁸, 森本 隆史, 湯浅 敦子*⁹, 吉村 功*¹⁰ (生物環境科学研究所, *¹京都大学, *²ダイセル化学工業(株), *³国立

医薬品食品衛生研究所, *⁴大阪大学, *⁵大正製薬(株), *⁶大塚製薬(株), *⁷(財)食品薬品安全センター, *⁸(財)食品農薬品安全性評価センター, *⁹富士フィルム(株), *¹⁰東京理科大学)
第20回日本動物実験代替法学会(東京) 2006年12月8日 - 9日

安全工学

気液二相流に対する安全弁の口径算定手法: ISO4126 Part10の概要
菊地 武史(生産技術センター)
配管技術, 48(6), 49(2006)

ニューラルネットワークを利用した高エネルギー物質の物性評価
藤原 英夫*, 松永 猛裕*, 田中 則章, 三浦 久紀(生産技術センター, *(独)産業技術総合研究所)
安全工学会 第39回安全工学研究発表会(東京), 2006年11月30日 - 12月1日

ニューラルネットワークを利用した有機過酸化物のSADT予測
藤原 英夫*, 松永 猛裕*, 田中 則章, 三浦 久紀(生産技術センター, *(独)産業技術総合研究所)
安全工学会 第39回安全工学研究発表会(東京), 2006年11月30日 - 12月1日

設備材料工学

諸外国のリスクベース関連規格
石丸 裕(生産技術センター)
圧力技術, 44(4), 205(2006)

HPIガイドラインの作成(WG2)
政友 弘明(生産技術センター)
圧力技術, 44(6), 362(2006)

1wt%塩酸中においてアノード分極された鋭敏化Ni基合金の応力腐食割れ感受性評価
矢野 昌也(生産技術センター)
腐食防食協会 第53回材料と環境討論会(秋田), 2006年9月27日 - 29日

炭素鋼配管の腐食評価事例 - 長期間使用冷却水配管の全面腐食、スチーム系配管の孔食 -
矢野 昌也(生産技術センター)
腐食防食協会 第156回腐食防食シンポジウム(大阪) 2006年10月19日

減肉を有する耐圧円筒容器の供用適性評価技術
戒田 拓洋(生産技術センター)
日本高圧力技術協会秋季講演会(広島) 2006年11月16日

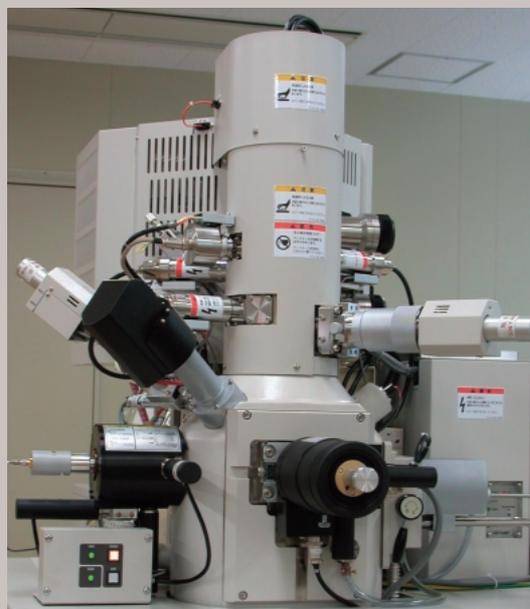
ライフサイエンス

Probing a Water Channel near the A-Ring of Receptor-Bound 1,25-Dihydroxyvitamin D3 with Selected 2-Substituted Analogues
宝来 真志*¹, 藤島 利江*², 橘高 敦*², 須原 義智*², 高山 浩明*², Natacha Rochel*³, Dino Moras*³ (*¹大日本住友製薬(株)(元 住友化学(株)生物環境科学研究所) *²帝京大学, *³Institut de Génétique et de Biologie Moléculaire et Cellulaire)
Journal of Medicinal Chemistry, 49(17) 5199(2006)

Oligonucleic acid drug delivery mediated by atelocollagen technology
花井 幸次*¹, 永原 俊治*¹, 前田 美穂*¹, 辻本 太一*¹, 佐野 明彦*¹, 落谷 隆広*², 垂水 有三*³, 川添 亮, 太田 美佳(生物環境科学研究所, *¹大日本住友製薬(株), *²国立がんセンター, *³(株)高研)
第7回 France-Japan DDS Symposium(滋賀) 2006年9月24日 - 27日

製剤・活性検定

Study on the breaking of a microcapsule
津田 尚己(農業化学品研究所)
11th IUPAC International Congress of Pesticide Chemistry(兵庫) 2006年8月6日 - 11日



電子顕微鏡による微細構造解析を迅速・高度化させる
集束イオンビーム試料加工装置（有機合成研究所）

住友化学 2007-1 発刊にあたって

住友化学2007-1をお届けいたします。

本誌は住友化学グループが常々お世話に
いただいている方々へ、最近の新製品、
新技術を紹介申し上げ、より一層の
ご理解とご協力をいただくよう編
集したものです。

本誌の内容につきましては、さらに充
実するよう努めたいと考えますが、
なにとぞご批判賜りたく、今後とも
よろしくご指導くださるようお願い
いたします。

2007年5月

（無断転載を禁ず）

住友化学 2007-1

発行 平成19年5月31日

発行所 住友化学株式会社・編集兼発行人 河内 哲

住友化学

住友化学株式会社

技術・経営企画室

〒104-8260 東京都中央区新川2丁目27番1号

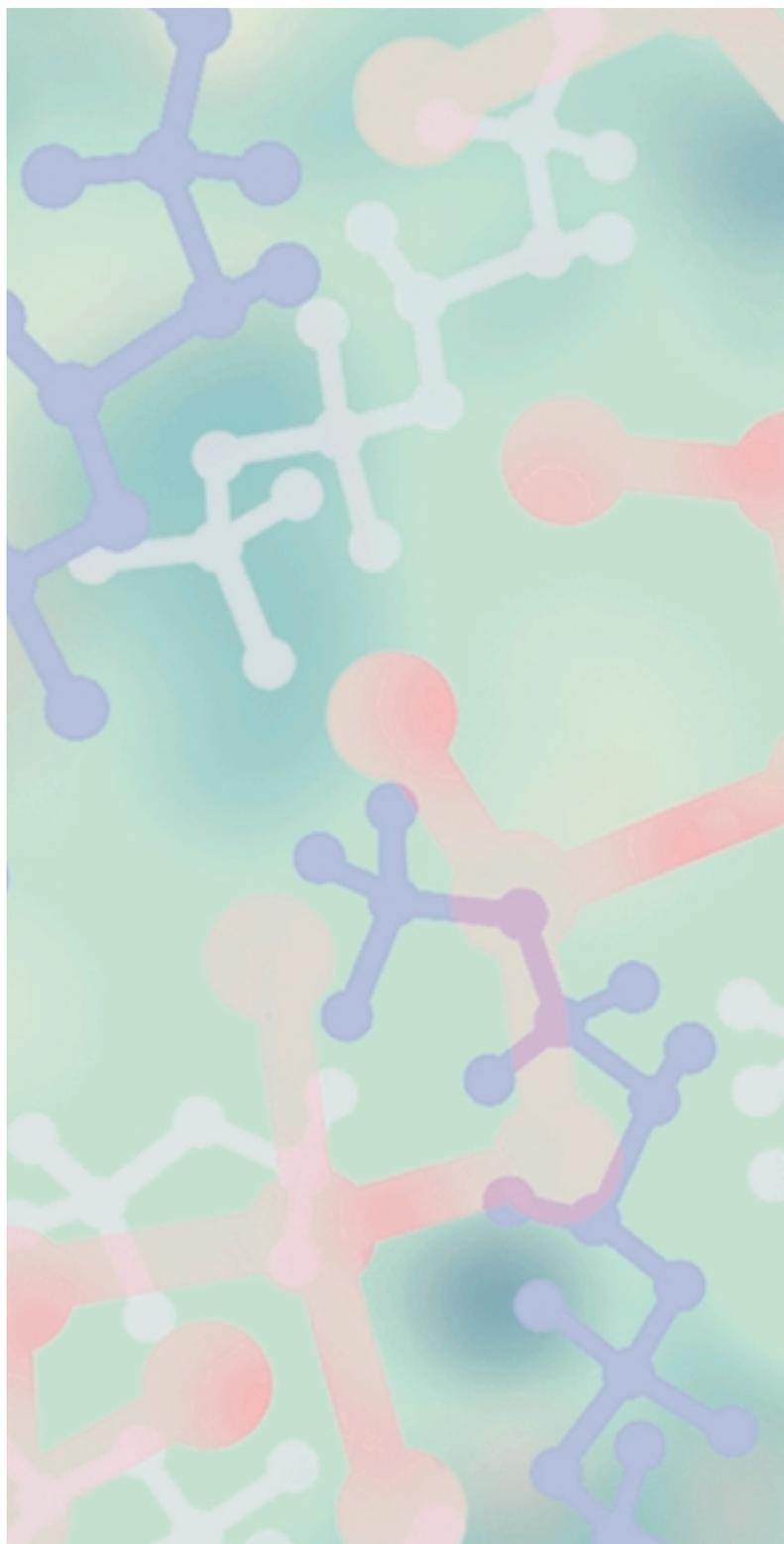
東京住友ツインビル(東館)

Phone:(03)5543-5272 Fax:(03)5543-5909

〒541-8550 大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友ビル

Phone:(06)6220-3396 Fax:(06)6220-3494

URL <http://www.sumitomo-chem.co.jp>



ご愛読者アンケート

ご愛読ありがとうございます。今後の企画・編集資料といたしますので
ご意見、住所・部署等変更あるいはご不要の場合がございましたら、
お送り下さいますよう、お願いいたします。

ご提供いただいた個人情報の取り扱いについては、厳正に管理し、第三者に提供することはありません。

お名前

ご住所

お電話

1. 本号をお読みになって、関心、興味、参考になった記事をご記入下さい。

2. 記事の構成・内容等についてお聞かせ下さい。

2007-1	記事構成について			記事のボリューム			今回のテーマについて		
	よく読む	普通	ほとんど 読まない	多い	適当	少ない	興味あり	普通	なし
随 想									
総説・解説									
トピックス									
製品紹介									
外部表彰									
外部発表紹介									

3. 本号についてのご感想等なんでもご記入下さい。

4. 今後の企画、掲載記事について、ご興味・関心のある分野や、ご要望をご記入下さい。

ご協力ありがとうございました。

FAXにて下記までご返送下さい。

ご送付先 FAX 06 - 6220 - 3494
住友化学誌発行事務局
(住友化学株式会社 技術・経営企画室)