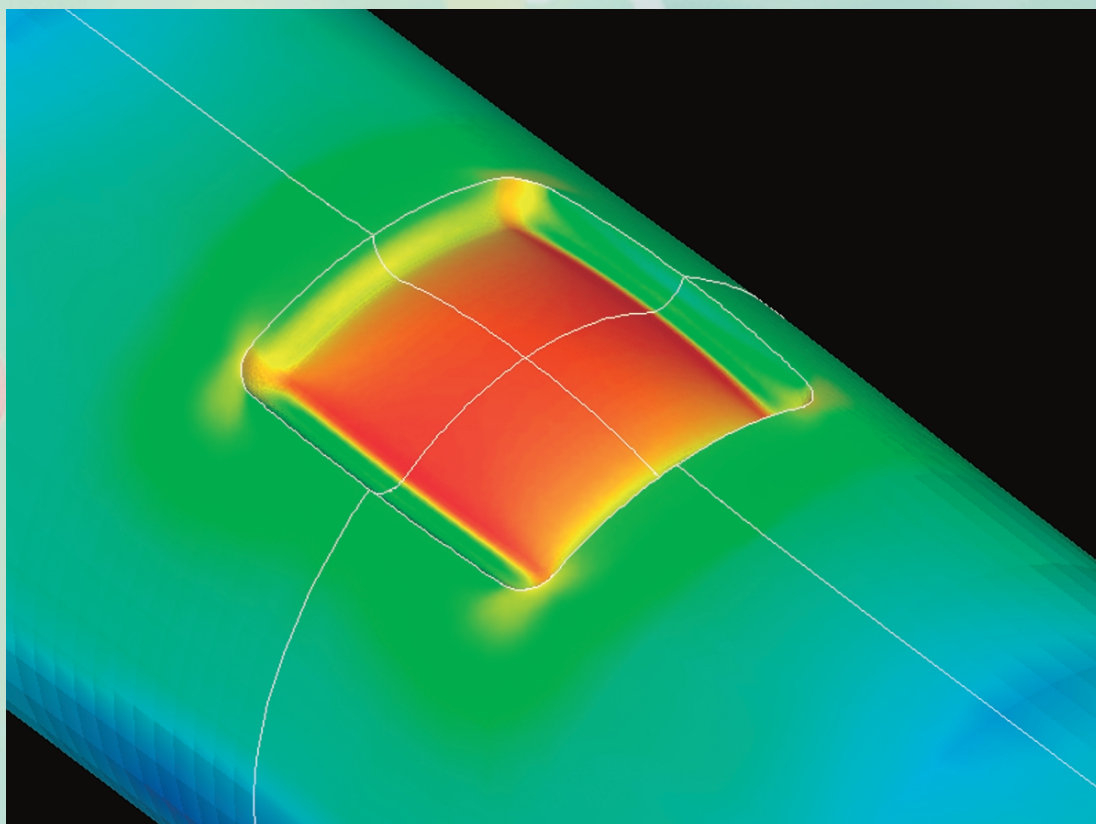


住友化学

2009-1 技術誌



压力容器減肉部の応力分布

住友化学

目次

2009-Ⅰ

随 想

開発雑感

住友化学株式会社 執行役員 和泉 好高 2

総説・解説

ポリエチレン押出ラミネート加工の技術開発とシミュレーション 4

高活性可視光応答型光触媒の開発 14

新規微生物殺虫剤ゴッツA®の開発 24

多機能光学シートの設計と試作 34

化学プラントにおける圧力設備への供用適性評価技術の適用 41

●技術紹介

抗菌性ポリカーボネート樹脂の開発と展開 52

製 品 紹 介

除塵用粘着テープ カットクリーンローラー 56

殺虫肥料アンプル レインボーフラワー®EX 56

シロアリ防除剤 天然ピレトリンMC「ES」 57

トピックス

次世代の化学品安全情報管理データベースを構築、運用開始 58

筑波研究所 有機合成新棟を竣工 58

スミペックス・テックシート社 台湾において営業開始 59

電池部材事業部を新設 59

ティーエスアグロ(株) 被覆配合肥料製造設備を竣工 59

工場・研究所紹介

大阪工場 60

精密化学品研究所 61

外部表彰受賞紹介

平成20年度 化学工学会 技術賞 62

第8回グリーン・サステイナブル ケミストリー(GSC)賞
経済産業大臣賞 62

日経BP社 第7回日本イノベーター大賞 優秀賞 63

日本非破壊検査協会 平成20年度秋季講演大会 新進賞 63

化学工学会第40回秋季大会
粒子・流体プロセス部会シンポジウム賞 奨励賞 63

外部発表紹介

..... 64



住友化学 抄録

■ ポリエチレン押出ラミネート加工の技術開発とシミュレーション

森川 誠、榎谷 泰士、城本 征治 4 ~ 13

押出ラミネートとは、異種の材料を積層する手法の一つで、積層体は食品包装などに用いられる。異種の材料を積層することで各々の材料の長所を生かし、短所を補うことができ、機能性や意匠性に富んだ製品が得られる。本用途には、従来そのネックインの小ささからオートクレープ型低密度ポリエチレン（PE）が用いられているが、昨今の薄膜化や高速加工性の要望から、さらにドローダウン性の良好な樹脂が望まれてきている。一般にドローダウン性はチューブラ型PEの方が優れるが、ネックインは大きい。そこで、この度 当社において、ネックインに考慮し、かつドローダウン性に優れるチューブラ型PEグレードを開発した。また、押出ラミネート加工性に及ぼすディッケル形状や位置、ロッドの位置等の検討を行い、それらの関係を明らかにした。さらに、押出ラミネート加工について、CAE技術を用いてシミュレーションを行うことで、ネックインや幅方向の厚み分布の予測が可能となった。

■ 高活性可視光応答型光触媒の開発

酒谷 能彰、奥迫 顕仙、須安 祐子

村田 誠、井上 勝喜、沖 泰行 14 ~ 23

セラミックス分散液製造技術を駆使し、高活性な可視光応答型光触媒ILUMIO®を開発した。ILUMIO®は光触媒粒子が分散している為、塗布後乾燥するだけで光触媒活性を発現する。ILUMIO®から得られる塗膜は、蛍光灯照射下でアセトアルデヒド、ホルムアルデヒド、トルエンを分解し、更に可視光照射下で超親水性を示した。

■ 新規微生物殺虫剤ゴッツA®の開発

丸山 威、新田 英二、木村 晋也

高島 喜樹、松村 賢司、出口 慶人 24 ~ 33

ゴッツA®は天敵系状菌ベキロマイセス テヌイベスを用いた新規微生物殺虫剤であり、施設野菜類の難防除害虫コナジラミ類に有効な防除資材として開発された。著者らは、本剤の工業化検討において大量培養および製剤化に成功するとともに、効力、保存安定性および安全性に優れる独自のオイルフロアブル剤として製品化するに至った。また、天敵昆虫などに影響が低いことから、IPM技術確立を推進するための有効な手段として提案することが可能となった。本稿では、ゴッツA®の開発経緯、生物学的特性、殺虫効力評価、製剤処方の最適化、製造法の確立、安全性評価について紹介する。

■ 多機能光学シートの設計と試作

金 起満、窪田 雅明、中塚 木代春 34 ~ 40

回折角と回折効率や偏光分離度などその他の特性とを実質的に独立に調整できる二段階設計法を開発した。この設計法を用いて、導光板、プリズムシート、拡散シート、および輝度向上フィルムを一体化した多機能光学シートの設計と試作を行った。試作した多機能光学シートの特性はほぼ設計値どおりであった。

■ 化学プラントにおける圧力設備への供用適性評価技術の適用

戒田 拓洋 41 ~ 51

当社では1970年代の高度成長期に建設された設備を中心に、30年を超えて稼働している高経年化プラントを数多く保有しており、これらのプラントの安全、安定操業を維持していくことが重要な課題である。本稿では、使用中設備の健全性評価である供用適性評価（Fitness For Service: FFS）の概説を行い、国際的なFFS規格の一つであるAPI 579-1/ASME FFS-1の減肉損傷評価について、破壊試験と有限要素法シミュレーションにより検証を行った結果を紹介する。

開発雑感

住友化学株式会社
執行役員
和泉 好高

Yoshitaka Izumi



経済はもちろん政治を含む全ての社会環境と会社業務は密接に関係していると、あらためて最近、実感している。この実感を現在まで関係した業務について紹介したい。

当社に入る決心をした1973年は2つの逆風が吹いていた。一つは、変動相場制へ移行し円が高騰する中で第一次石油ショックが起こった経済的な逆風であり、もう一つは、全国各地で化学工場の保安問題と公害問題が頻発した逆風である。その頃、進められていた新居浜地区石油化学計画は私が入社した1975年には凍結された。1975年は第1回サミットがフランスで開催された年でもある。このような中で従事した業務は、塩ビモノマーの公害対策とコスト削減であった。公害対策とコスト削減は密接に関係しており、まず考えたのは排出量の削減が公害対策とコスト削減の両方に寄与するということであった。モノマー問題が顕在化していた米国の規制が先行していたが、影響も規制値も分からない状態で触媒排ガス燃焼など試行錯誤を続けた。目的物の濃度が薄い、量が少ない等々の理由で理想的設備を設けることは経済的にできなかったが、理想と現実の狭間で寄与できたものは、モノマーを高次塩素化してトラップする方法であった。現場を歩きまわり、プラント

全体のマスとエネルギーのバランスおよび、非定常作業を含む作業解析を検討したことが後々まで糧となっている。

1976年にアルミニウム事業を分離していたが、1979年には第二次石油ショックに加えて急激に円高不況が顕在化し、石化系、塩素系および窒素系でも急激に競争力低下が顕在化した。そして、1981年に愛媛地区石油化学事業再編成合理化方針が策定された。1981年に四塩炭パークレンと塩ビモノマーの生産が中止され、1982年に尿素、1983年にエチレン、ポリエチレン、ポリプロピレン、BTXが、1985年にアンモニアが生産停止となった。大江でエポキシ製造が開始され、菊本ではカーバメート系農薬、高純度アルミナなどの生産が開始された。しかし、塩素需要量が電解運転限界まで激減し、残ったイソシアネートとアルキルベンゼンの負荷変動に耐えられない状態となり、その対策が急務となった。各種塩素誘導品を検討してきたが緊急対策にはならず、塩素外販を検討することになった。過去、外販の検討は数回しているが、いずれもリスクが高いとして見送りとなっていた。液塩輸送の安全対策と流通状況を調査した結果、塩素製造会社で液塩を外販していないのは当社だけであり、事故事例はあるものの除害車等で安全に拡散防止が可能なこと、各種規制が強化されていることが判明し、安全に外販ができるとの結論になった。しかし、外販だけでは限界があり、やはり塩素誘導品の拡充が急務であった。この時期に製造を開始したエポキシの原料であるECHの導入が検討されていたが、古い技術として導入は認められず、急遽自社開発を行うことになった。1981年から基礎検討を開始し1984年に生産を開始した。この生産がなければアルキルベンゼン生産停止で再び電解バランスが大きな問題となっていたであろう。開発思想は時代で変わるが、当時は化学工学的なアプローチがかなり完成されたと認識された時期で、可能な限りラボからコマーシャルへ、どうしても必要な部分だけパイロットを実施するという考え方であった。この考え方が早期開発に影響したのは確かである。パイロットは反応時間数秒、温度500℃レベルの塩素化反応系だけとして、他の反応系や精製系はラボと

ベンチで対応した。塩素化反応系はコマーシャル段階でも改善を続けることになったが、この検討にあたり宇宙科学研究所（現（独）宇宙航空研究開発機構）で出会った計算機科学が今後の業務に大きな影響を与えた。ここで得た模擬化が、腐食問題を解決し収率向上を可能にした一つの思考方法である。この技術に種々批判はあったが、収率、排水負荷や生産性など他の技術に対して優位にあることが、他社へのライセンスや他社との技術交流で後々に証明された。

1986年に大阪と愛媛の中間試験課が統合されてプロセス研究所になったが、テーマが無かったので、寄与できるテーマを探索することになった。これらの研究ではプロセス研究所の機能を当然ながら備えていることが分かった。そこで、無機では発生する課題毎にテーマを選定し、高分子ではエコノールとMMAバルク重合で寄与できる可能性があると考えてテーマとした。この時期に、化学工学は学問では無いというような意見をよく聞くようになったが、化学工学は自然から学び、現象から学び、変化する優れた学問である。この学問が得意とする工業化研究も人と組織両面の変化も含めて変化しなければならないと思う。

1987年、新規事業について大議論の末に組織変更があった。1988年から1993年まで新規分野の探索が業務となり、アラミド、シリコン、ネオジテツなど種々検討をしたが、最も時間を要したのは韓国での半導体材料の現地生産を如何に実現するかであった。製造と販売の両面の検討が必要であったが、特に原材料の現地調達が必要な課題であった。加えてピラニアプロセッサという競合技術の存在があった。この技術の実証テストがセマテック、NEC、サムスンなどで行われていたため決断が遅れたが、種々の調査から品質、スケールアップおよびコストどれをとってもピラニアにはなり得ないと判断した。振り返れば現地生産は時代の要請であった。

1985年の1ドル242円のプラザ合意の翌年には150円に、1990年にバブルが崩壊したが円高傾向は止まらない。1993年に100円、ついに1995年に80円を切る円高となった。このような急激な円高で更に競争力低下が顕在化した。その中の一つにラクタムがあ

り、1994年に当社が日本ラクタム社を引き継いで立て直しをすることになった。当時、公称能力78Kt/yに対して国内販売量は50Kt/y程度であり輸出が必須であった。しかし、輸出に必要な5000m/minの高速紡糸に要求される品質を満足していないことが判明した。合理化課題の中に品質を犠牲にしたコスト削減もあり、テーマの見直しが必要となった。酸化工程定修（定期修理）年1回化と液相ラクタムの品質向上および反応の長期運転化を主要課題とした。酸化工程は4～6ヵ月で重合物が堆積し定修年2回が必要であり、液相ラクタムは品質課題に加えて、定期的に部分洗浄が必要な状態であった。高圧ガス設備である酸化工程の改造は非常に難度が高く、8回の定修での改造で定修年1回化が完成した。ラクタムの品質向上と長期運転化の二つの課題は、操業条件の変更、ライン改造、反応形式の変更などを行い6回の定修で解決ができた。やはり、これらには化学工学的なアプローチが寄与している。更にデボトル増強100Kt/yによる競争力強化を進めていたが、限界に悩んでいた。その頃、気相転位法がベンチスケールまで進んでいた。この技術はフィードストックを全て外部に頼るラクタムの競争力を強化する手段の一つになる技術であるが、得られるマージンで起業化することは経済的に非常に困難であり、投資額を通常必要と言われている額の半分にすることが目標となった。また、品質認定と安全設計のためにパイロットが必須であった。特定不純物1ppm以下の制御に困難を伴い、既存法部分では1.5倍デボトルで重合物堆積部分が変化し定修年1回化の後戻りを余儀なくされた。国内需要量が激減している現状、国内調達原料で製造した輸出製品で得られるマージンを適正に維持していく課題と格闘している。

社会環境と会社業務の関係について実感を述べたが、環境には人や書物から受ける内在的なものが含まれる、いや寧ろ内在的なものからの影響が大きいかも知れない。アポロ計画と壁掛けテレビの比較論は強烈な印象を受けているし、PFドラッガー、MEポーターなどの書物、そして今も強烈に影響を受けている本はハロルド・ジェニーン「プロフェッショナルマネジャー」である。

ポリエチレン押出ラミネート加工の技術開発とシミュレーション

住友化学(株) 石油化学品研究所
森川 誠
榊谷 泰士
樹脂開発センター
城本 征治

Development and Simulation of Extrusion Lamination Process with Polyethylene

Sumitomo Chemical Co., Ltd.
Petrochemicals Research Laboratory
Makoto MORIKAWA
Yasushi MASUTANI
Plastics Technical Center
Seiji SHIROMOTO

Extrusion lamination is one of the techniques used for laminating different materials, and is widely used as the manufacturing process for packaging films for products such as foods, cosmetics and pharmaceutical products in order to obtain improved film properties such as gas barrier, heat sealing and film strength.

Autoclave-type high-pressure low-density polyethylene (PE-HPLD) is generally used in extrusion lamination applications because of its good neck-in property. Recently, however, the packaging industry has desired reductions in the volume of materials and high-speed processing. Therefore, plastic resins with good draw down properties are needed. Sumitomo Chemical Co., Ltd. has developed a tubular-type PE-HPLD which exhibits a good balance of neck-in and draw down properties, although neck-in and draw down properties have a trade-off relation.

In this article we investigated the effects of shapes of deckles, and setting positions of deckles and rods on extrusion processing properties. As a result, we made their relations clear.

Furthermore, we also carried out a viscoelastic simulation of the extrusion lamination process using computer aided engineering developed by Sumitomo Chemical Co., Ltd. The simulation could predict the neck-in phenomenon and thickness distribution for extruded PE-HPLD.

はじめに

世の中に流通している包装・容器は、ガラスビン、アルミ缶、洗剤容器、ギフト用包装紙、食品包装用フィルム等、非常に広範囲に渡る。'07年の統計では、包装・容器トータルで6.2兆円に達する¹⁾。本稿のテーマである押出ラミネートによる加工法は、紙製品およびプラスチック製品の一翼を担うものである。紙にポリエチレン(PE)を押出ラミネートすることで牛乳パックのような耐水性の紙製品となり、延伸ナイロンフィルム(ONy)およびバリアフィルムなどにPEを押出ラミネートすることで種々の食品包装フィルムのようなプラスチック製品となる。

ポリエチレン(PE)について

1. PEの分類

PE ($-(CH_2-CH_2)_n-$) は、エチレン ($CH_2=CH_2$) を重合することで生産され、半透明もしくは乳白色のプラスチックである。JIS K6922-1では、PEは密度(d)の違いによって分類され、高密度PE(PE-HD) ($d \geq 942\text{kg/m}^3$)、中密度PE(PE-MD) ($942 > d \geq 930$)、低密度PE(PE-LD) ($930 > d \geq 910$)と定められている。

また、PE-LDは、製造方法の違いによって、(i)高温高圧下(200~300、100~300MPa)でラジカル重合を行う高压法PE-LD(PE-HPLD)および、(ii)

Ziegler 触媒や Metallocene 触媒を用いエチレンと α -オレフィンを共重合させる直鎖状 PE-LD (PE-LLD) に分類できる。PE-HPLD は成形加工性に優れるが、製品の機械強度等の物性が弱く、PE-LLD は逆に物性に優れるものの加工性が悪い傾向にある。

最近では、当社より PE-HPLD の易加工性と PE-LLD の強度を併せ持つ易加工性 PE (EPPE) (商標名: SUMIKATHENE®EP および EXCELLEN®GMH®) が、上市されている²⁾。

なお、本稿におけるプラスチックの略号については JIS K6899-1:2006 に準じた (例: 従来、低密度ポリエチレンの略号は、LDPE が一般的であったが、JIS で定めるところの PE-LD とした)。

2. PE の市場

石油化学工業協会の統計³⁾によれば、PE は日本国内の出荷量が年間 2,547 千 t ('07 年度) である最も汎用的なプラスチックである。そのうち PE-LD は 1,580 千 t であり、用途としてはフィルム、押出ラミネート (加工紙) 射出成形、電線被覆、中空成形、パイプなど多岐にわたる (Fig. 1)。押出ラミネートのようにネックインなどの加工性を重視する用途においては、PE-HPLD が主として使用されている。

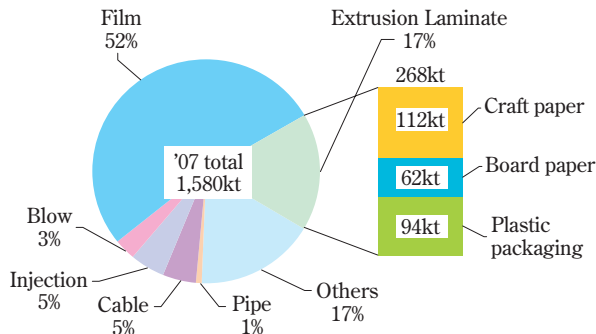


Fig. 1 Shipment according to application (HPLD and LLD) [Data from reference 3)]

3. PE-HPLD の製造プロセスと分子構造^{4)~10)}

PE-HPLD は、高温高压下でラジカル重合させることで生産されるが、反応器の形状によって、オートクレーブ (AC) 型 (槽型もしくはベッセル型とも呼ばれる) およびチューブラー (TB) 型 (管型とも呼ばれる) に大別できる。

AC 型は反応槽内で重合を行うもので、槽内の攪拌翼で熔融 PE を攪拌することで、槽内を均一に保つことが可能である。しかし、TB 型と比較して、反応器内部の表面積が小さいため、除熱にくい。

一方、TB 型は、直径 ϕ 25 ~ 50mm、全長 1 ~ 数 km のチューブ状の反応器中で重合を行うもので、チューブ

内で重合された PE は、入口と出口の圧力差で排出される。AC 型と比較して、反応器内部の表面積が大きいので、除熱しやすい。

PE-HPLD の分子構造は、複雑な長鎖分岐構造にその特徴がある。長鎖分岐度は、重合条件によって異なり、高压・低温ほど少ない。また、反応器の形状によって、生成される PE の分子構造が異なる。AC 型では、反応槽内で強く攪拌されるので、ポリマー、ラジカル開始剤、成長ラジカル末端の接触する確率が高いため、連鎖移動が起きやすく、TB 型と比較して長鎖分岐が多くなる。両方法により製造された PE の分子量分布の比較を Fig. 2 に示す。

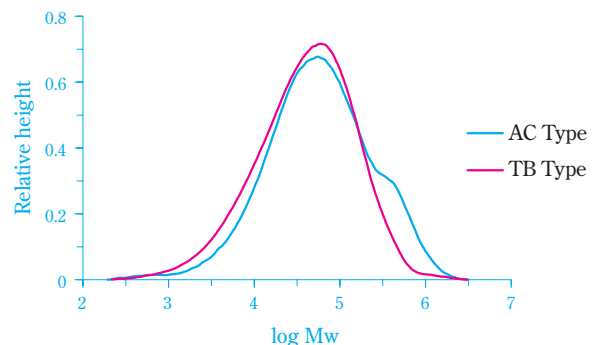


Fig. 2 Molecular weight distribution of PE-LD (AC and TB type)

4. PE-LD の代表特性値

(1) 密度 (d) (単位: kg/m^3)

d は、樹脂の結晶化度の尺度であり、この値が大きい程、結晶化度が高く、主として製品物性に影響する。例えば、 d が高いと剛性が高くなりフィルムに加工した場合“腰”が出て、耐熱性が向上する。一方、 d が低いと伸びやすく、弾力性に富み衝撃に強くなる。

(2) メルトフローレート (MFR) (単位: $\text{g}/10\text{min}$)

PE の MFR は、190 に加熱したシリンダー内に、サンプルを入れ、ピストンの上に 21.18N のおもりを載せ、10min 間にキャピラリーダイから出る樹脂の重さを測定することで得られる。

MFR は、分子量の尺度であり、この値が大きいほど分子量が小さく、加工性および製品物性に影響する。例えば、MFR が大きいと熔融粘度が低くなり高速加工に適するが、分子量が低いとフィルムの衝撃強度が悪くなる。

(3) スウェルレシオ (SR) (単位: 無次元)

SR は、MFR 測定時、キャピラリーダイから出てきたストランド状の PE の最大直径をダイ径で除した値である。

SRは、溶融弾性（分岐度）の尺度であり、この値が大きいく程、弾性が大きく（分岐度が高い）加工性および製品物性に影響する。例えば、SRが大きいく程、Tダイキャストフィルム製膜時ネックインが小さく良好になるが、フィルムは不透明になる。

5. 押出ラミネート用PEグレード

押出ラミネート法による積層体が生産され始めた1960年代は、加工速度はあまり速くなく（80m/min）、ネックインが小さいことが押出ラミネート用グレードへの要求物性であった。

ネックインを小さくするには、溶融弾性大きい方が有利であり、TB型よりもAC型PE-HPLDが用いられている。これは、AC型の方が長鎖分岐が多く、高分子量成分が多いことで、樹脂の溶融弾性が大きくなるためである。

また、同じAC型PE-HPLDでも、(i)MFRを小さくする、(ii)SRを大きくすることでネックインを小さくできる。

その後、加工速度が速い押出ラミネーターが開発され、徐々に高速化に対応した樹脂が望まれるようになった。そこで、分子量分布等を調整することで、高速化に対応したグレード開発を行ってきた。

さらに近年になって、原料のコスト高と相まって、ダウンゲージ化や生産性の向上が求められている。ダウンゲージ化や生産性の向上（さらなる高速化）には、ドロダウン性に優れた樹脂を使用する必要がある。そこで当社は、これまでのAC型よりもドロダウン性に優れたTB型PE-LDを押出ラミネート用にグレード化した。しかし、ドロダウン性が向上するとネックインは大きくなることから、加工条件的にエッジビードを抑える必要がある。

そこで、次章において、押出ラミネート加工について簡単に説明したのち、各種PEを用いて、加工条件を変更したときのネックインやエッジビード等を与える影響についてまとめる。

押出ラミネートについて

1. ラミネートとは

ラミネートとは、プラスチックフィルム、紙、アルミ箔（AL）などを何層か積み重ねることを意味する。異種の材料を積層することによって、各々の材料の長所を生かし、短所を補うことができる。

お茶包装用材料（構成：紙/AL/ONy/PEシーラントの4種の材料が積層）を例にとるとそれぞれの材料は、次のような特徴がある。

- ・紙：意匠性に優れるが、バリア性なし、強度不足
- ・AL：水分・ガスバリア性が優れるが、皺が寄りや

すく、簡単に破れる

・ONy：強度に優れる

・PEシーラント：ヒートシール性付与

これらを積層することで、意匠性、防湿性、強度に優れ、ヒートシール性を備えた包装用材料を作ることができる。

ラミネートを行う方法には種々あるが、代表的なものは、押出ラミネート法とドライラミネート法である。その他には、ウェットラミネート法、サーマルラミネート法、ホットメルトラミネート法などが挙げられる。

押出ラミネート法は、Tダイより溶融樹脂をフィルム状に押出し、基材と貼合する方法である（Fig. 3）。溶融樹脂がPEの場合、加工温度は300～330℃程度である。基材との接着は、Tダイより押出され基材と貼合されるまでの間（エアギャップ）に空气中に曝されることによってPEが酸化されることで発現する。基材がポリエチレンテレフタレート（PET）やONy等のプラスチックフィルムの場合、基材とPE間の接着強度を高めるためAnchor Coat（AC）剤が塗布される。また、基材が紙の場合は、AC剤の塗布工程はなく、溶融PEが紙の繊維中に喰い込むこと（アンカー効果）で接着強度が高くなる。

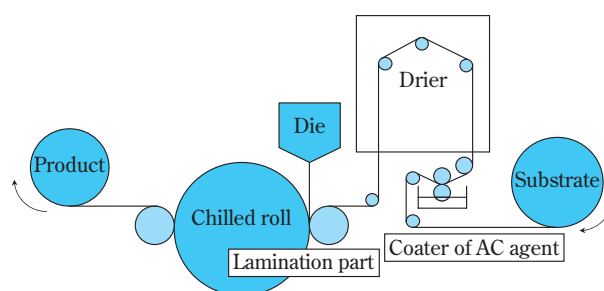


Fig. 3 Diagram of Extrusion lamination

一方、ドライラミネート法は、一方の材料に接着剤を塗布し、接着剤中の溶剤を乾燥後、他方の材料と貼合する方法である。

2. 押出ラミネート加工における要求特性¹¹⁾

(1) ネックイン

ネックインとは、Tダイより押出されたフィルム状の溶融PEが、Tダイ出口の幅よりも狭くなる現象である。溶融PEの弾性の大きさによりネックインの大きさは変化する。また、フィルムの両端部は、狭くなった分のPEが集中することから、中央部分と比較して厚くなり、この部分はエッジビードと呼ばれる。ネックインが大きいく程、エッジビードは大きくなる（Fig. 4）。

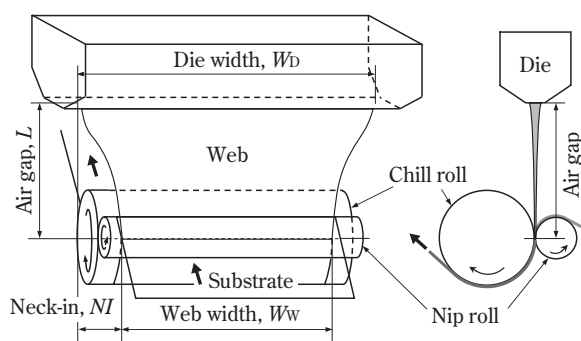


Fig. 4 Diagram of flat die laminate process

有効となる製品幅が広くなり、ロスが小さくなることから、ネックインは小さいことが望ましい。ネックインは、(i)樹脂の選択の他、加工条件的には(ii)加工温度を下げる、(iii)加工速度を上げる、(iv)エアギャップ(Tダイ下端からラミネート部までの距離)を小さくする、ことでも小さくできる。また、エッジビードに対しては、その部分をトリミングして取り除くか、エッジビードの高さをフラットにする対策が取られる。トリミングは、トリミングされる部分がロスとなるため、大きくなることは好ましくない。エッジビードの高さは、Tダイ内に設置したディッケルの形状や位置、ロッドの位置を調整することで、両端の樹脂厚みをフラットにすることができる(後述)。

(2) ドローダウン性

押出ラミネート加工において、基材がプラスチックフィルムの場合、AC剤を塗布する必要がある、この工程が律速となるので、加工速度は最高200m/min程度であるが、基材が紙の場合は、AC剤塗布工程が必要ないので、加工速度は500m/minを超えることもある。

ドローダウン性は、加工が可能な最高速度で評価する。加工速度を徐々に上げていくと熔融PEの端部が切れて加工できなくなる。ドローダウン性は、(i)樹脂の選択の他、(ii)加工温度を上げることで改善できる。また、ドローダウン性が良好な程、熔融樹脂の厚みを薄くすることができる。

なお、ネックインとドローダウン性は、トレードオフの関係にある。

(3) その他

その他に要求される特性としては、ラミネート強度、ヒートシール性・ホットタック性、低臭気・味覚性、機械物性、樹脂交換適性などが挙げられる。

3. 最近の取組み

コストダウンの要求から、薄膜(ダウンゲージ)

化および加工速度アップによる生産性の向上が要望されてきた。

加工機メーカーでは、製膜精度の向上や加工速度アップ時の加工安定性等の改良が行われている。

当社においても、ダウンゲージ化や加工速度アップが可能となる樹脂の開発を進めてきている。また、合わせて開発した樹脂を適切に使用していただけるよう加工条件の検討も進めている。

次に、実際に加工条件を種々変更し、加工したときの影響について述べる。

押出ラミネート加工性に及ぼす加工条件の影響

1. テスト用押出ラミネーター

押出ラミネート加工性の評価は、住友重機械モダン(株)製の共押出ラミネーター(スクリー径: ϕ 65mm $\times$ 2基)を用いた。このTダイは、両端部にインナーディッケルを2枚ずつそなえ、かつこれらインナーディッケルの下流側にロッドが設置されている(Fig. 5)。他のタイプ(三角ロッドタイプ、全幅埋込ディッケルタイプなど)と比べて、インナーディッケルを二段に設けていることで、押出された樹脂端部の厚み調整の範囲が広いことが最大の特徴である¹²⁾。

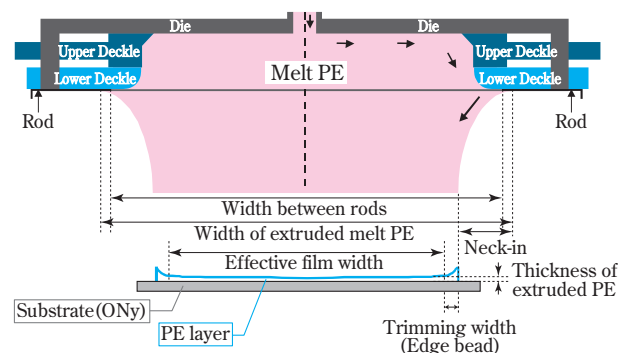


Fig. 5 Schematic diagram of flat die used in this article

2. 加工条件

熔融押出しする樹脂には、押出ラミネート用AC型PE-HPLD (AC-1) および比較のため一般的なフィルム用TB型PE-HPLD (TB-1) を用いた。

Fig. 6 (a) に示すように、Tダイにおける上部ディッケルと下部ディッケルとの距離 x が0 ~ 50mmの範囲で、かつ下部ディッケルとロッドとの距離 y が0 ~ 60mmの範囲で検討を行った。

また、ディッケル先端部の形状の異なる3種類のディッケル(R=20、R=90-10、R=130-5の3種)を使用し、ディッケル形状の影響を検討した(Fig. 6 (b))。

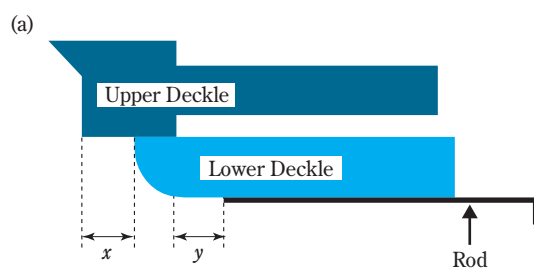
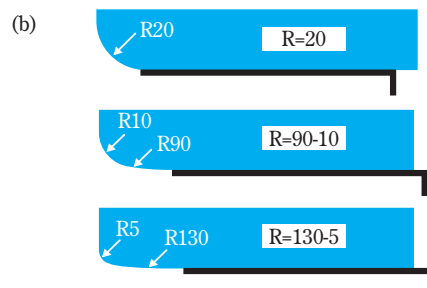


Fig. 6 (a) Deckle positions in flat die
(b) Schematic illustration of deckles



3. 樹脂種の影響 (Fig. 7)

AC型PE-HPLDは、TB型PE-HPLDと比較してネックインが小さくなった。また、エッジビードは低く、幅が狭くなった。一方、TB型PE-HPLDは、ネックインが大きいことから端部の樹脂が集中し、エッジビードは高く、幅が広くなり、有効フィルム幅は狭くなった。これは、樹脂の製造方法の違いによる分子構造の違いに由来していると考えられる。

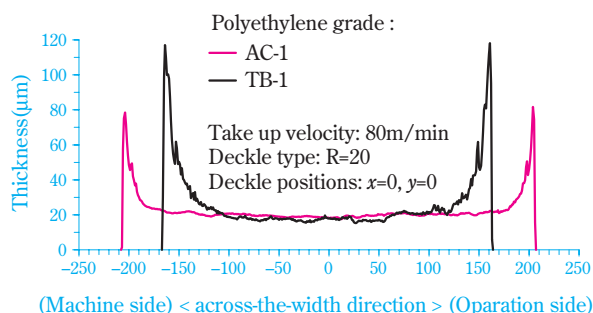


Fig. 7 Thickness distribution of extruded AC-type and TB-type PE-HPLD resins

4. ディッケル位置の影響 (Fig. 8)

ロッド間幅 (Fig. 5のWidth between rods) を一定にして、ディッケルの位置を内側に押込み、Fig. 6 (a)

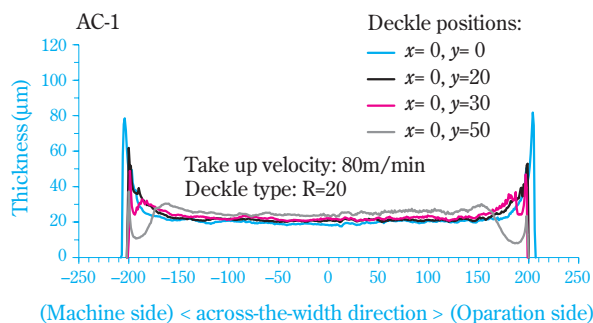


Fig. 8 Effects of deckle positions (x, y) on thickness distribution of extruded AC-type PE-HPLD

の y の値を大きくする程、エッジビードの高さが低く、幅が狭くなった。ディッケルをある一定量以上押込むと (この例では50mm)、フィルムの外側が引っ張られ過ぎて、非常に薄くなる。したがって、Fig. 8においては、 $y = 30\text{mm}$ 程度が最適条件であると考えられる。

5. ディッケル形状の影響 (Fig. 9)

ディッケル形状によって、熔融樹脂のウェブ形状が変化し、より幅方向外側まで R がつく形状の方が、ネックインが小さく、またエッジビードの高さが低く幅が狭い傾向にある。樹脂にAC-1を用い、320、80m/minで加工した場合は、R130-5ディッケルが最適であった。

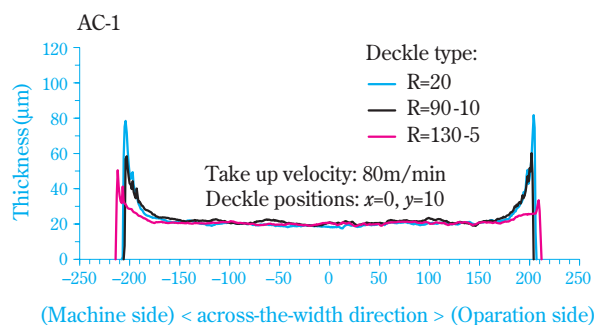


Fig. 9 Effects of deckle types on thickness distribution of extruded AC-type PE-HPLD

最適な形状のディッケルを用い、加工速度、樹脂温度等を組み合わせ、使用する樹脂の最適な加工条件を見いだすことで、全幅フラットな製品を得ることが可能となる。

6. 押出ラミネート用TB型PEの開発

(1) 開発経緯

近年のダウンゲージ化および生産性の向上といった市場ニーズに対しては、従来のAC型PE-LDPEよりもドローダウン性に優れたTB型PE-HPLDが適してい

ると考えられる。そこで、ドロダウニング性を確保しつつ、ネックインを抑えた押出ラミネート用TB型PE-HPLDグレード(TB-New)を開発した。ドロダウニング性を確保することで、ダウンゲージ化および高速加工性が可能となる。

(2) ネックインの改良効果 (Table 1)

TB-Newは、従来のTB型PE-HPLD (TB-1) と比べて大幅にネックインが改良されていることがわかる。しかしながらAC型PE-HPLD (AC-1) と比較するとややネックインが大きい。ネックインはTable 1に示すようにエアギャップを縮めると小さくなり、一般的に用いられているシングルダイスのエアギャップが100mm前後であることから、特に問題ないレベルであると考えられる。なお、本件については、次章にてCAE (Computer Aided Engineering) 技術による押出ラミネート加工のシミュレーションを行い、実証していく。

Table 1 Extrusion processing properties of PE-HPLD

Type	Grade	Air gap ^(*) (mm)	Neck-in ^(*) (mm)	Draw down (m/min)
AC	AC-1	160	35	300
TB	TB-New	160	45	> 400
		190	56	> 400
	TB-1	220	68	> 400
		160	63	> 400

(*) Take up velocity: 190m/min

(3) ダウンゲージ化と高速加工性

ダウンゲージ化の検討においては、Tダイから押出された溶融ウェブ端部の耳揺れ現象(Edge oscillation)および耳切れ現象 (Edge breaking) が問題となることが知られている¹³⁾。耳揺れ現象とは加工時、溶融ウェブ端部の位置が不規則に変化する現象である。変化の幅で評価し、この値が大きい程加工が不安定である。これらの現象が問題とならない条件で、ダウンゲージ化を検討することとなる。Table 2は、平

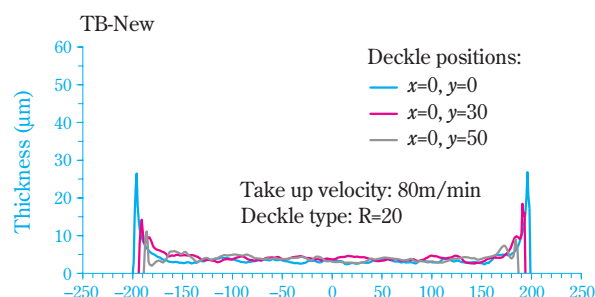
Table 2 Effects of deckle positions (x, y) on edge oscillation and edge breaking of TB-New

		Deckle positions							
x	mm	0	0	0	30	30	30	50	50
y	mm	0	30	50	0	30	50	30	50
Edge oscillation	mm	3	4	25	10	7	27	41	38
Edge breaking ^(*)	(—)	N	N	N	N	N	N	Y	Y

(*) Y: edge break, N: not edge break

均樹脂厚み $3.3\mu\text{m}$ としてTB-Newを押出ラミネートした場合の耳揺れおよび耳切れの結果をまとめたものである。ディッケル位置を変更することにより、耳揺れおよび耳切れは大きく影響を受ける。これらの位置を最適化することにより、問題を解消することができる。また、エッジビードの影響について検討した結果をFig. 10に示す。平均樹脂厚み $3.3\mu\text{m}$ としてTB-Newを押出ラミネートした場合の厚み分布測定の一例であるが、エッジビードについても、ディッケル位置を最適化することで、実用上問題のないレベルまで調整可能であることがわかる。

一方、Table 1に示すように高速加工性については、実用上問題なく、400m/min以上で加工可能である。



(Machine side) < across-the-width direction > (Operation side)

Fig. 10 Effects of deckle position (x, y) on thickness distribution of extruded TB-New

加工シミュレーション

1. シミュレーションの技術動向

押出ラミネート加工やキャストフィルム加工では、加工機内だけでなくエアギャップにおける熱流動が、加工性、製品物性に対して重要となる。エアギャップにおける流動状態を調べるために、これまで多くの実験やシミュレーションが行われてきた。ここではいくつかの代表的な研究例を紹介する。

エアギャップにおけるウェブの厚さは幅に対して十分小さく無視できるため、厚さ方向への物理量を平均化した、擬三次元計算が行われてきた^{14)–17)}。Sakakiら¹⁸⁾はNewton流体を用いて、はじめて三次元

計算を行った。計算結果は高密度ポリエチレンを用いたキャストフィルム加工の実験値と良好に一致することが確認された。その後、Sato¹⁹⁾は従来の擬三次元計算を行い、三次元計算結果¹⁸⁾と良好に一致することを確認した。

本章では当社の押出ラミネート加工用PE-HPLDを用いたシミュレーションについて報告する。実験値との比較を行い、樹脂と加工条件のネックインおよびエッジビードへの影響を調べた。また、ネックインの発生機構についても検討した。

2. 押出ラミネート加工のシミュレーション

(1) シミュレーション方法

有限要素法に基づいたソフトウェア“Polyflow”(ANSYS Inc.)を用いて、非等温粘弾性流動シミュレーションを行った。流体モデルには粘弾性流体である指数型のPhan-Thien/Tannerモデル²⁰⁾を用いた。粘弾性の温度依存性にはArrhenius則を用いた。試料としてAC-1、TB-New、およびTB-1を用いた。TB-Newの130における粘弾性をFig. 11に示す。

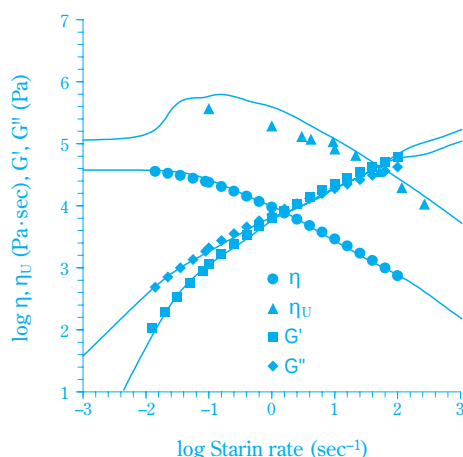


Fig. 11 Viscoelasticity of TB-New at 130°C

(2) シミュレーションの検証

シミュレーションにより得られたウェブ形状を実験値と比較した。引取速度が120m/min、エアギャップが160mmにおけるウェブ形状をFig. 12(a)に示す。実験におけるウェブ形状は観察写真から定量化した。エアギャップ下側のウェブはニップロールに隠れて観察できなかった。ウェブ下端の幅は製品のコート幅から測定した。シミュレーションによるウェブ形状の予測はどの樹脂とも実験値と概ね一致した。樹脂がTB-Newでエアギャップが異なる場合のウェブ形状をFig. 12(b)に示す。この場合もシミュレーションと実験値は良好に一致した。このように、本シミュレーションの妥当性が定量的に確認された。

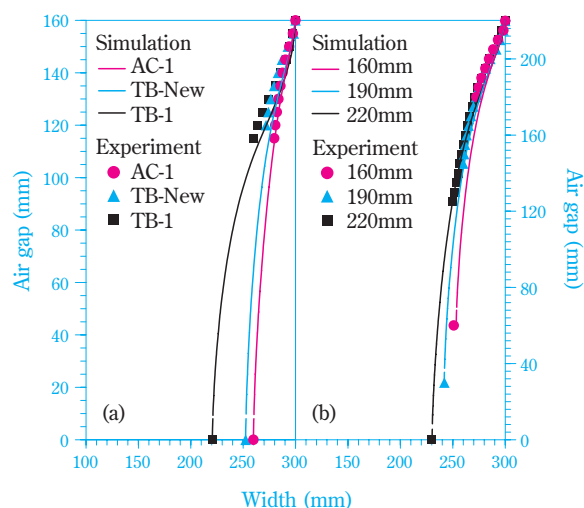


Fig. 12 (a) Comparison of the web shapes at different materials
(b) Web shapes for TB-New at different take up velocity

(3) 樹脂、加工条件の影響

樹脂、加工条件がネックインおよびエッジビードに及ぼす影響を調べた。各樹脂のネックインと引取速度の関係をFig. 13に示す。調べた範囲内では、ネックインはAC-1が最も小さく、TB-1が最も大きかった。AC-1のMFRは最も高いことより、MFRがネックインに関する本質的な因子ではないことが分かる。ネックインの小さな樹脂は加工速度依存性が弱く、ネックインが同等な引取速度範囲が広いことが分かる。

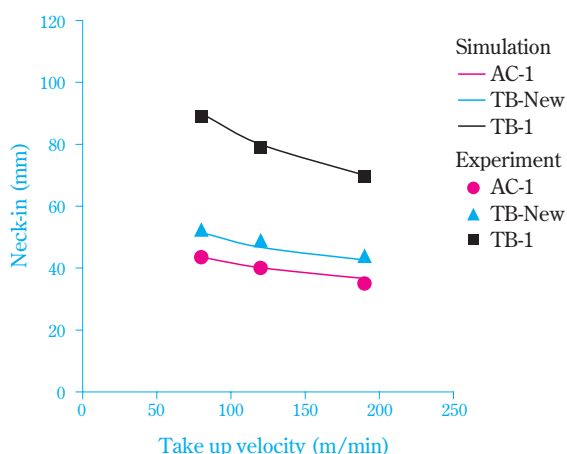


Fig. 13 Relationship between neck-in and take up velocity

引取速度が120m/minにおけるネックインとエアギャップの関係をFig. 14に示す。各樹脂のネックインはエアギャップに対してほぼ線形の関係であった。エアギャップが0mmの場合、ネックインも0mmになると予想される。

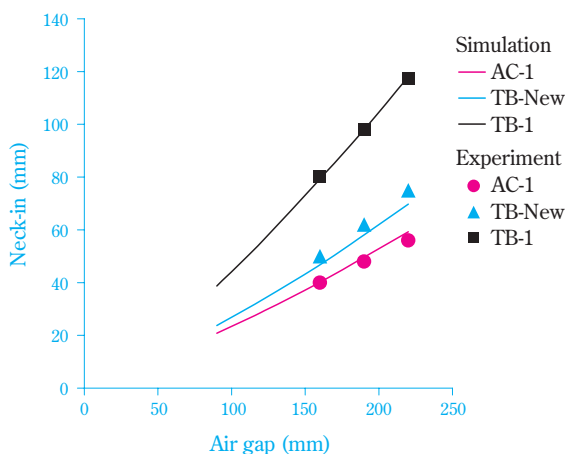


Fig. 14 Relationship between neck-in and air gap

前章で紹介したディッケル位置によるエッジビードの低減技術のシミュレーションを行った。最初にディッケル位置を変更したダイ内の三次元流動シミュレーションを行った。次にダイ出口における速度分布をウェブの入口境界条件として用いた。基準条件およびディッケル位置を変更した場合のコート厚さ分布をFig. 15に示す。ディッケル間隔を狭めることにより、ネックインが増加し、エッジビードが低下した。ロッド間隔を80mm広げることにより、コート幅を変えることなくエッジビードを低減することができた ($x=50, y=50-2$)。

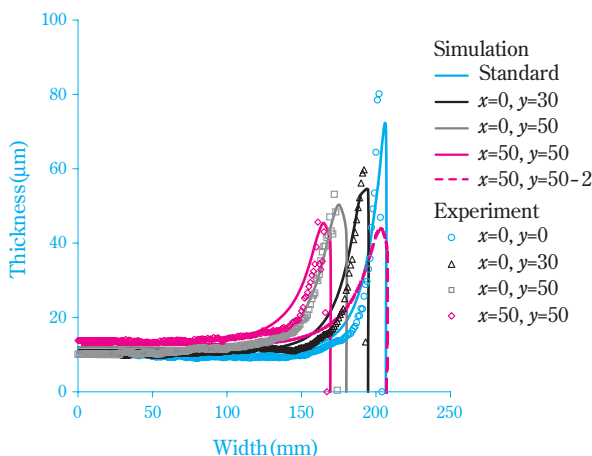


Fig. 15 Thickness distribution at various deckle positions

(4) ネックインの発生機構

ネックイン現象の発生機構を明らかにするために、エアギャップにおける流動状態を調べた。最初にウェブの変形様式について調べた。ウェブの流線をFig. 16に示す。ウェブの中央側は流線が平行であるため、幅が一定で厚さのみ変化することがわかる。一方、

端部はロールに向かって流線間隔が狭くなった。ウェブの最終厚さとドロー比の関係を調べた結果、中央側は平面伸長変形し、端部は一軸伸長変形することが分かった。これを支持する報告も多い^{(21)–(24)}。次に力学バランスについて調べた。ウェブの幅方向に働く力はバランスしていた。Canningら⁽²²⁾もウェブの張力は幅方向に釣り合っていることを実験で確認した。

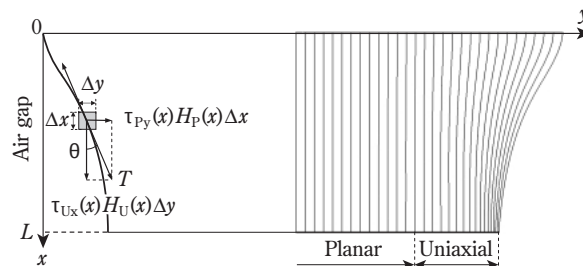


Fig. 16 Streamline of the web for TB-New at 120m/min, $L=160\text{mm}$ (right side) and the neck-in model (left side)

ウェブの変形様式と力学バランスに基づいたネックインモデル^{(25)–(27)}をFig. 16に示す。ウェブ端部における微小体積要素に働く力のバランスを考える。ウェブの接線と x 軸とのなす角を θ 、張力を T とすると、幅方向への力のバランスよりEq. 1を得る。

$$T \sin[\theta(x)] = \tau_{Py}(x) H_P(x) \Delta x \quad (\text{Eq. 1})$$

引取方向へ張力が一定のためEq. 2が成立する。

$$T \cos[\theta(x)] = \tau_{Ux}(x) H_U(x) \Delta y \quad (\text{Eq. 2})$$

ここで、 τ_{Py} は中央部の幅方向への平面伸長応力を、 H_P は中央部の厚さを、 τ_{Ux} は端部の引取方向への一軸伸長応力を、 H_U は端部の厚さをそれぞれ表す。Eq. 1、Eq. 2を連立し、積分することによりウェブ形状 $y(x)$ が得られる。

$$y(x) = \left[\int_0^L \frac{\tau_{Py}(x'') H_P(x'')}{\tau_{Ux}(x'') H_U(x'')} dx'' \right]^{1/2} \quad (\text{Eq. 3})$$

しかしながら、ウェブの応力、厚さは非線形で変化するため、Eq. 3の解析解が得られない。そこでシミュレーションにより得られたウェブの中央および端における応力と厚さをEq. 3に代入し、数値積分することによりウェブ形状 $y(x)$ を求めた。Fig. 17に示すように、ネックインモデルの予測は、シミュレーションと良好に一致、つまり実験値とも一致し、その妥当性が確認された。

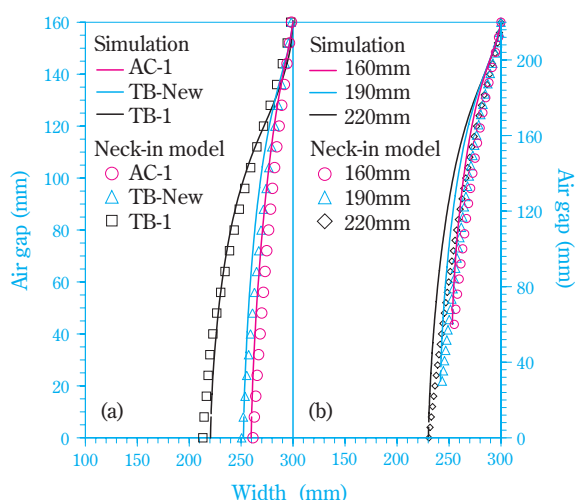


Fig. 17 (a) Comparison of the web shapes at various material
(b) Web shapes for TB-New at different air gap

ウェブの中央と端部における歪み速度と厚さを考慮すると、Eq. 3よりネックインは一軸伸長粘度 η_U と平面伸長粘度 η_P の比に従うと導かれる。各PE-HPLDのネックインと $\langle \eta_P / \eta_U \rangle$ の関係をFig. 18に示す。 $\langle \eta_P / \eta_U \rangle$ は 10^{-3} sec^{-1} から各条件における最高伸長速度の範囲で平均化した値である。これより、ネックインは一軸伸長と平面伸長粘度の比およびエアギャップに従うことが明らかとなった。

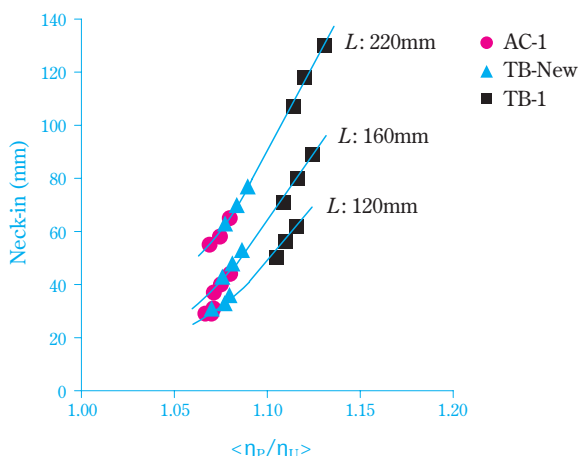


Fig. 18 Relationship between neck-in and viscosity ratio $\langle \eta_P / \eta_U \rangle$

おわりに

- ・高速加工性およびダウンゲージ化に対応した新規TB型PE-LDグレードを開発した
- ・加工条件を最適化することによってエッジビードをフラットに調整できることがわかった

- ・CAE技術を駆使してネックインモデルの予測を行い、実験値とよく一致することを確認した

引用文献

- 1) (社)日本包装技術協会, 包装技術, 46 (6), 3 (2008) .
- 2) 近成 謙三, 永松 龍弘, 住友化学, 2006-II, 12 (2006) .
- 3) 石油化学工業協会ホームページ,
<http://www.jpca.or.jp/>
- 4) 白山 健三, 高分子化学, 28, 156 (1971) .
- 5) 白山 健三, 喜多 晋一郎, 高分子化学, 28, 161 (1971) .
- 6) 白山 健三, 岡田 隆行, 喜多 晋一郎, 高分子化学, 28, 167 (1971) .
- 7) 白山 健三, 喜多 晋一郎, 高分子化学, 28, 307 (1971) .
- 8) 白山 健三, 住友化学, 1968-I, 1 (1968) .
- 9) 石油化学工業協会編, “高圧法ポリエチレン技術史”, 石油化学工業協会 (1998), p.52など .
- 10) 細田 覚, “プラスチック・機能性高分子材料事典”, プラスチック・機能性高分子材料事典編集委員会編, 産業調査会 (2004), p.2 .
- 11) 松本 宏一, “誰でもわかるラミネーティング”, 加工技術研究会 (1998), p.100 .
- 12) 深野 勝則, コンバーテック, 22 (12), 30 (1994) .
- 13) 金井 俊孝, 船木 章, 繊維学会誌, 42, 31 (1986) .
- 14) S. D'Halewyn, J. F. Agassant, and Y. Demay, *Polym. Eng. Sci.*, **30**, 335 (1990) .
- 15) P. Barq, J. M. Haudin, and J. F. Agassant, *Intern. Polym. Processing*, **12**, 334 (1992) .
- 16) S. Smith, and D. Stolle, *Polym. Eng. Sci.*, **40**, 1870 (2000) .
- 17) C. Sollogoub, Y. Demay, and J. F. Agassant, *Intern. Polym. Processing*, **18**, 80 (2003) .
- 18) K. Sakaki, R. Katsumoto, T. Kajiwar, and K. Funatsu, *Polym. Eng. Sci.*, **36**, 1821 (1996) .
- 19) N. Satoh, H. Tomiyama, and T. Kajiwar, *Polym. Eng. Sci.*, **41**, 1564 (2001) .
- 20) N. Phan-Thien, *J. Rheol.*, **22**, 259 (1978) .
- 21) T. Dobroth, and L. Erwin, *Polym. Eng. Sci.*, **26**, 462 (1986) .
- 22) K. Canning, and Co. A., *J. Plast. Film and Sheeting*, **16**, 188 (2000) .
- 23) H. Ito, M. Doi, T. Isaki, and M. Takeo, *Nihon Reoroji Gakkaishi*, **31**, 1573 (2003) .
- 24) T. Kajiwar, M. Yamamura, and T. Asahina, *Nihon Reoroji Gakkaishi*, **34**, 97 (2006) .
- 25) S. Shiromoto, Y. Masutani, M. Tsutsubuchi, Y.

Togawa, and T. Kajiwara, “Proceedings of The XVth International Congress on Rheology” (2008), p.212 .

26) 城本 征治, 榎谷 泰士, 筒淵 雅明, 東川 芳晃, 梶原

稔尚, 第20回高分子加工技術討論会要旨集, (2008), p.57 .

27) 城本 征治, 榎谷 泰士, 筒淵 雅明, 東川 芳晃, 梶原稔尚, 成形加工シンポジア'08要旨集, (2008), p.73 .

PROFILE



森川 誠
Makoto MORIKAWA
住友化学株式会社
石油化学品研究所
主席研究員



城本 征治
Seiji SHIROMOTO
住友化学株式会社
樹脂開発センター
主席研究員
博士（工学）



榎谷 泰士
Yasushi MASUTANI
住友化学株式会社
石油化学品研究所
研究員

高活性可視光応答型 光触媒の開発

住友化学(株)

基礎化学品研究所

酒谷能彰
奥迫顕仙
須安祐子
村田誠
井上勝喜*
沖泰行

Development of a Highly Active Visible Light Driven Photocatalyst

Sumitomo Chemical Co., Ltd.

Basic Chemicals Research Laboratory

Yoshiaki SAKATANI

Kensen OKUSAKO

Yuko SUYASU

Makoto MURATA

Katsuyuki INOUE

Yasuyuki OKI

We had succeeded in the synthesis of a new type of visible light driven photocatalyst called ILUMIO[®], which was prepared by an improvement on conventional preparation of ceramics dispersion. The ILUMIO[®] coated layer decomposes volatile organic compounds (acetaldehyde, formaldehyde and toluene) under fluorescent lamp irradiation. Furthermore, the coated layer exhibits super hydrophilic performance under visible light irradiation. ILUMIO[®] has dispersing crystalline particles; therefore, the photocatalytic activity is achieved by coating followed by drying without calcination.

はじめに

1. 光触媒による水の分解

光触媒の研究は、1970年代に酸化チタン光電極に紫外光を照射し、水を水素と酸素に分解する、いわゆる、「本多-藤嶋効果」に端を発している¹⁾。オイルショックによる石油価格の高騰と重なり、次世代のクリーンエネルギーである水素を、太陽光線と水から作れるということで、非常に注目された。

その後光触媒を用いた水の完全分解は、電極ではなく粉末を用いた検討が主流となり、種々の複合酸化物や層状化合物や酸窒化物系の光触媒が開発された。紫外光を用いた反応では、工藤らにより、NaTaO₃ (Laドーパ) が、波長270nmの光の照射で、量子収率56%で水を水素と酸素に完全分解することが報告された²⁾。また、可視光照射での水の完全分解

反応では、堂免らにより、ZnO-GaNの固溶体からなる光触媒が、波長420～440nmの光照射により、量子収率2.5%で水を完全分解することが報告された³⁾。

2. 光触媒による有機物分解(環境浄化)

光触媒による有機物分解(環境浄化)の例としては、坂田らによる酸化チタンを用いたメタノール水溶液からの水素生成反応が知られている⁴⁾。その後この酸化チタン光触媒による有機物の酸化分解力を利用して、空気浄化や水質浄化等、環境浄化商品が種々開発された。しかし、これらの環境浄化型の光触媒は、全て紫外光照射でのみ機能し、屋内空間でも利用するには、可視光照射で光励起できる光触媒が望まれていた。

1997年に安保らは、CrやVイオンを酸化チタン中にイオン注入することにより、酸化チタンのバンドギャップを狭窄し、可視光照射でも機能する酸化チタン光触媒を見出した⁵⁾。さらに安保らは、マグネト

*現職：有機合成研究所

ロンスパッタ法により、遷移金属をドーピングすることなく結晶構造を制御し、可視光応答型の酸化チタン薄膜の作成に成功している⁶⁾。しかしこれらの方法は、高価な装置が必要である為、大量生産には不向きであった。

2001年に旭らにより、酸化チタンに窒素ドーピングすることにより、酸化チタンが可視光の照射で光触媒活性を示すことが報告された⁷⁾。その後硫黄をドーピングしても酸化チタンに可視光応答性を付与できることも見出された。今日までに、窒素ドーピング及び硫黄ドーピング酸化チタンに関する研究は全世界で行われ、多数の研究報告がなされている。

尚、1. で述べた水分解用の光触媒を有機物分解に適用した場合、光触媒の表面積が小さすぎる等により、十分な光触媒活性が得られていない。

3. 光誘起親水性

酸化チタンを塗布した塗膜は、紫外線の照射によって有機物を分解するだけでなく、塗膜の表面が親水化する、「光誘起親水性」現象を示すことが橋本らのグループらによって報告された⁸⁾。これにより紫外光照射により防曇性やセルフクリーニング効果を示す部材が商品化されている。

4. 光触媒市場の現状と最近の動き

光触媒工業会の会員企業を対象としたアンケートによると、2007年度の光触媒関連商品の市場規模は328億円とされており、年々拡大してきている。実際の市場規模としては、国内で700億円、全世界で1,000億円と見積もられている。光触媒市場を更に大きく拡大させるためには、より高活性な可視光応答型光触媒を開発することが必要である。

最近、酸化タングステンに種々の助触媒を担持した可視光応答型光触媒が注目されている。これまで、酸化タングステンを用いてアセトアルデヒド等の分解を行うと、分解中間体の酢酸等を分解できない為、見かけ上反応が止まってしまうことがあり、酸化タングステンを積極的に環境浄化用の光触媒材料として用いる試みは、あまり検討されてこなかった。

阿部らは酸化タングステンに白金を担持すると、揮発性有機化合物（VOCs）であるアセトアルデヒド等の有機物が完全分解することを世界で初めて見出した⁹⁾。また佐山らは同様の現象を、酸化タングステンにパラジウムや酸化銅の粒子を混合した系でも、有機物を完全分解できることを報告している^{10), 11)}。また、橋本らは、銅イオンやタングステンカーバイドを酸化タングステンに担持する系を提案している^{12), 13)}。

東京大学・橋本教授がプロジェクトリーダーとなり、大学、産総研、民間企業9社等からなる、(独)新

エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）の「循環社会構築型光触媒産業創成プロジェクト」が2007年7月からスタートした。このプロジェクトの目標は、紫外光型光触媒で従来品の2倍の活性、可視光型光触媒で従来品の10倍の活性を示すものを実現するとしている。

最近発表されたところでは、酸化タングステンに銅イオンを担持したものをNEDOプロジェクト内の材料メーカーが製造し、これを用いて実証試験を行っていくとしている。そして将来的には、屋内用途の光触媒市場を開拓し、約2兆8,000億円の市場創出を目指すとしている。

光触媒のメカニズム

1. 光触媒による有機物分解

光触媒反応の原理をFig. 1に示す。半導体にこのバンドギャップ以上のエネルギーをもつ光を照射すると、価電子帯の電子が伝導帯に励起されて、価電子帯にホール（正孔）が生成する。これら電子とホールはFig. 1に示す通り半導体内部を拡散し、(a) 水分解の場合はそれぞれ水素イオンの還元と水の酸化が起こり、(b) 有機物分解の場合は酸素の還元と水の酸化により活性酸素種を生成する。この活性酸素種により有機物の分解や滅菌作用が発現する。また、有機物の濃度が高くなれば、ホールが直接有機物を酸化分解することも知られている。このような光触媒作用を示す半導体としては、酸化チタンが最もよく知られている。

半導体が酸化タングステンの場合、その価電子帯、伝導帯共に酸化チタンに比べて深い位置にある。その為、光励起で生成したホールの酸化力は酸化チタンよりも強いが、励起電子の還元力は酸化チタンよ

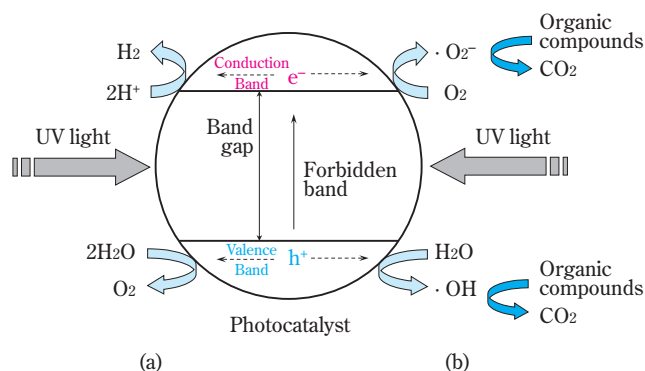


Fig. 1 Mechanism of photocatalytic decomposition of water (a) and organic compounds (b) over a photocatalyst under UV-light irradiation

りも弱く、酸素の還元反応において、酸化チタンでは一電子還元 (O_2^- が生成) が起こるが、酸化タングステンでは二電子還元 (H_2O_2 が生成) が起こるとされている。この酸化タングステンによる酸素の二電子還元は非常に反応速度が遅く、先に述べた通り、例えばアセトアルデヒドの分解反応では、分解中間体の酢酸の分解が困難となり、アセトアルデヒドの完全分解は困難であった。しかし、この酸化タングステンの表面に白金や銅イオン等を担持すると、酸素の二電子還元反応がスムーズに起こり、アセトアルデヒドの完全分解が可能となる。

2. 光誘起親水性

光誘起親水性の原理をFig. 2に示した。ここでは酸化チタンの例を取り上げる。Fig. 1と同様に、酸化チタンにバンドギャップ以上のエネルギーをもつ光を照射すると、酸化チタン内部で光励起現象が起こり電子とホールが生成する。これらは活性酸素種の生成に用いられるが、ホールの一部はTi-O-Ti結合のブリッジ酸素にトラップされ、その際Ti-O結合の結合距離が長くなり、そこに空気中の水蒸気が解離吸着することによりTi-OHの量が増加し、酸化チタン表面が親水性を示すようになる。但し、このTi-OHの安定性はそれほど高くない為、暗所で放置すると、隣接する2つのTi-OHから水分子が脱離し、Ti-O-Tiに戻り疎水性を示すようになる。

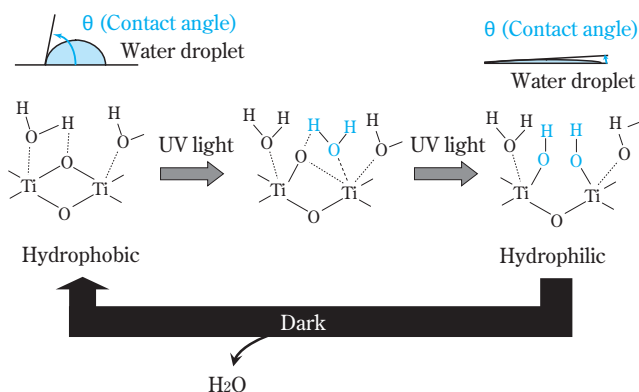


Fig. 2 Mechanism of photo-induced hydrophilic performance over TiO₂ photocatalyst under UV-light irradiation

高性能光触媒 ILUMIO®

当社ではこれまで、可視光応答型光触媒として、“TP-S201” (粉末)、“TS-S4110” および “TS-S4420” (ゾル) を既に商品化し、ブラインドやカーテンに広く採用されている。

今後更に光触媒を普及させていくには、更なる高性能化が求められている。そこで我々は、長年培ってきたセラミックス合成技術を駆使し、高性能光触媒 ILUMIO®を開発した。ILUMIO®は光触媒活性を有するセラミックス材料が分散したゾル状の分散液である。分散粒径やpH等の諸物性は、Table 1に示すとおりである。ILUMIO®とILUMIO®を塗布したシャーレ (塗布量: 1g/m², シャーレの大きさ: 66mmφ) の外観をFig. 3に示した。ILUMIO®は灰色を呈している。一般に、可視光を吸収するものは、人間の眼では着色して見えることから、ILUMIO®は可視光線を吸収することがわかる。一方、塗膜は透明性が高く着色していない。ここから、ILUMIO®から作成した塗膜は、基材の意匠性を損なうことなく可視光を吸収し、光触媒活性を発現することがわかる。

Table 1 Characterization of ILUMIO®

Appearance	Gray colored aqueous dispersion
Solid content	5 ~ 10wt%
Dispersed particle size	100 ~ 150nm
pH	4 ~ 5

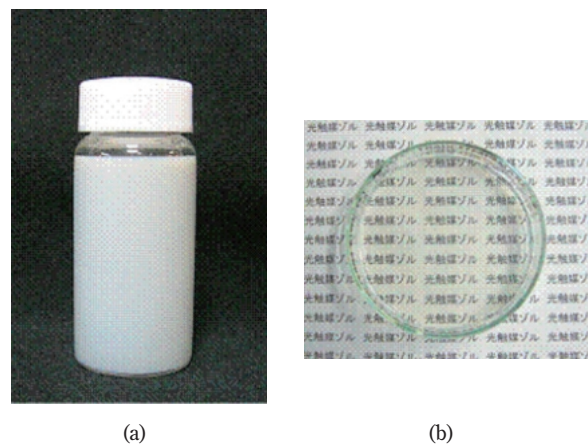


Fig. 3 Picture of ILUMIO® (a) and ILUMIO® coated petri dish (b)

光触媒分散液を塗布する際、塗布する基材の濡れ性が悪い場合、均一に塗布できない等の不具合が生じる為、通常濡れ性を向上させるために界面活性剤やアルコールの添加が行われている。ILUMIO®の分散媒は主に水であるが、例えばエタノールと混合した場合、光触媒成分の固形分濃度を5wt%とすると、少なくともエタノール含有量が40wt%まで光触媒粒子の分散安定性は維持されることを確認している。

高性能光触媒 ILUMIO® の有機物分解性能

1. ガスバッグ法での光触媒活性評価

現在、日本では屋内照明は蛍光灯が主流である。蛍光灯にはFig. 4に示す通り、若干の紫外線を含む光が照射されているが、アクリル板（日東樹脂工業（株）製N-169）を通すと紫外線がカットされる。ここからアクリル製の照明カバーを設置すると、蛍光灯からは可視光のみが照射される。

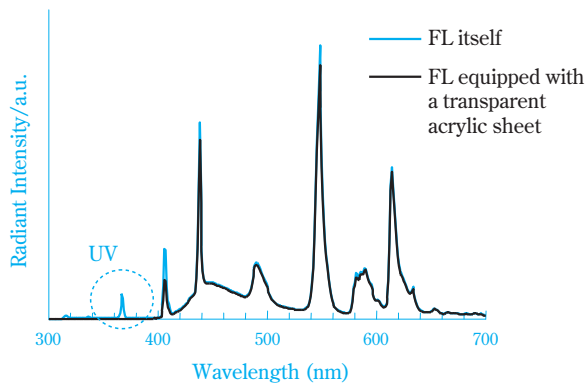
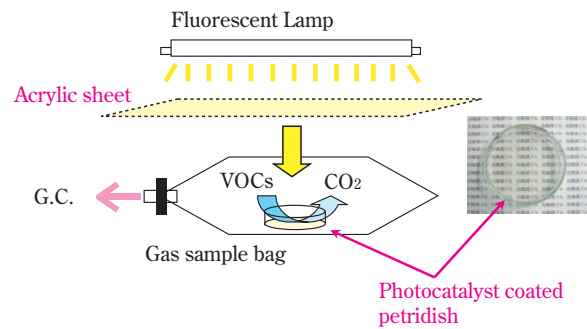


Fig. 4 Spectra of a fluorescent lamp

ILUMIO®の光触媒活性の評価方法をFig. 5に示した。ILUMIO®に含まれる固形分が、シャーレ上に $1\text{g}/\text{m}^2$ となるように塗布して塗膜を作成した。この塗膜はFig. 5に示す通り、非常に透明性の高いものである。次にこの塗膜をシャーレごとガスバッグ（容量1L）に設置し、内部を相対湿度50%の合成空気（容量0.6L）を封入して、そこに所定量のアセトアルデヒドを注入した。その後1時間暗所で放置し、白色蛍光灯（照度1,000ルクス）を照射して、一定時間照射後のアセトアルデヒドと二酸化炭素の濃度を



Photocatalyst : $1\text{g}/\text{m}^2$ (66mm ϕ)
Relative humidity : 50%RH
Light source : White fluorescent lamp

Fig. 5 Illustration of the experimental setup for photocatalytic decomposition of VOCs under a fluorescent lamp irradiation

ガスクロマトグラフィーで定量した。照度1,000ルクスとは、明るい部屋に置かれた机の上程度の照度である。

(1) アセトアルデヒドおよびトルエンの分解反応

ILUMIO®から作成した塗膜を用いて、蛍光灯照射下でアセトアルデヒドの分解反応を行ったときの結果をFig. 6(a) (b)に示した。比較として当社現行品（可視光応答型光触媒ゾル：TS-S4110）から作成した塗膜も用いた。これをみると、ILUMIO®はTS-S4110と比べて、本評価条件において5～6倍の高い光触媒活性を示すことがわかった。また蛍光灯中の可視光線（紫外線カット）を照射しても、ILUMIO®は高い光触媒活性を示すことがわかった。次にトルエンの分解反応を同様の方法で行った。結果をFig. 7(a) (b)に示した。これをみると、ILUMIO®はアセトアルデヒドの分解反応と同様に、トルエンの分解反応でもTS-S4110よりも高い光触媒活性を示し、更に蛍光灯中の可視光照射下でも高い光触媒活性を示した。

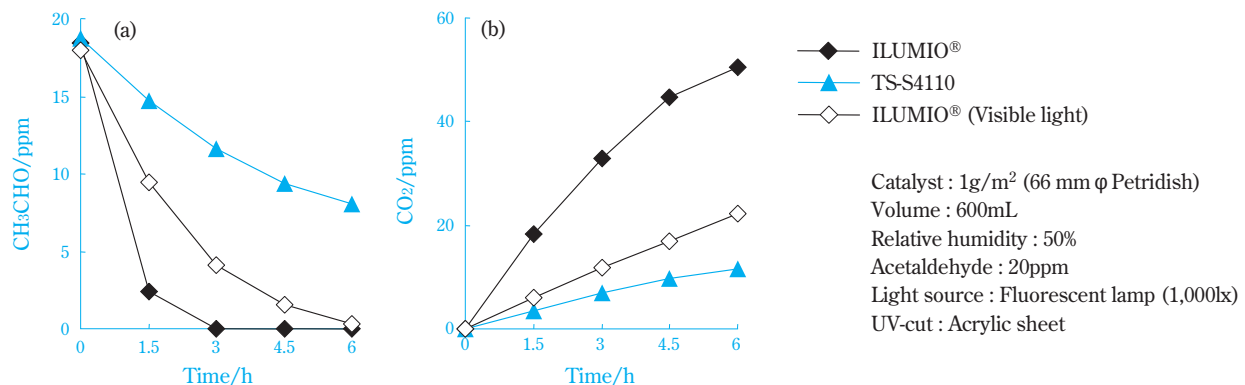


Fig. 6 Time course of decomposition of acetaldehyde (a) and evolution of CO_2 (b) under a fluorescent lamp irradiation

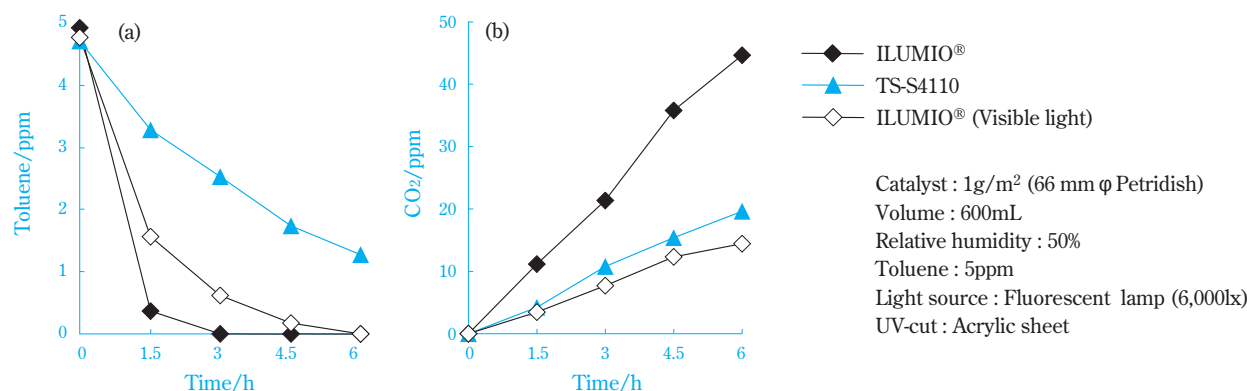


Fig. 7 Time course of decomposition of toluene (a) and evolution of CO₂ (b) under a fluorescent lamp irradiation

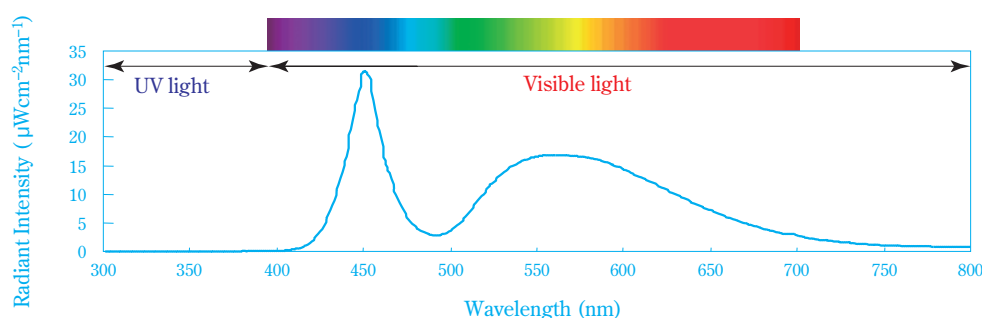


Fig. 8 Spectrum of a white-colored LED

(2) 白色LED照射下でのアセトアルデヒドの分解反応

現在、屋内照明としては蛍光灯が主流であるが、今後LED（発光ダイオード）を光源とする照明が普及するといわれている。既に商品化されているLEDには大きく分けて2つのタイプがあり、(i)赤・緑・青の3種類のLEDを組み合わせたタイプと、(ii)青色のLEDに黄色の蛍光体を組み合わせたタイプがある。(i)はフルカラーの道路標示板やスクリーンに用いられており、(ii)は照明等に用いられている。

ここでは白色LED照明（東芝ライテック(株)製：LEDベッド灯）を用いて、ILUMIO®の光触媒活性の評価を行った。このLED照明の照射スペクトルをFig. 8に示す。

光触媒活性の評価結果をFig. 9に示した。比較として市販の紫外光応答型の光触媒ゾルを用いた。ILUMIO®は光の照射と共に、アセトアルデヒドの濃度が低下し完全分解生成物のCO₂の濃度が増加していることがわかる。一方、市販の紫外光型光触媒では、アセトアルデヒドの濃度は殆ど低下せず、しかもCO₂は殆ど生成しないことがわかった。ここからILUMIO®は将来の室内光源である白色LEDでも高い光触媒活性を発現することがわかる。

2. 流通系での光触媒活性評価

光触媒活性の評価方法として、平板流通法が既に

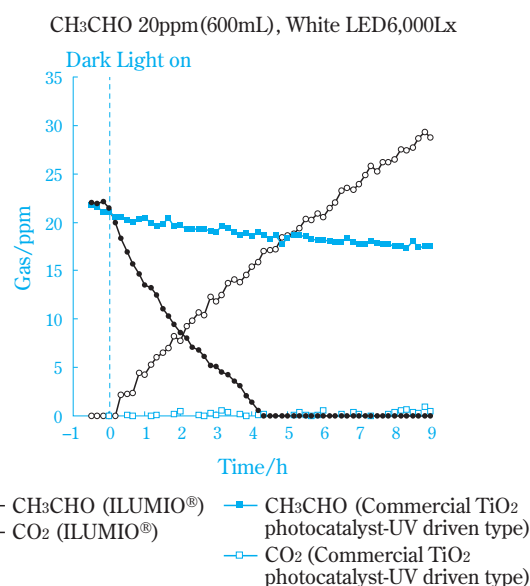


Fig. 9 Time course of decomposition of acetaldehyde and evolution of CO₂ under a white colored LED irradiation

JIS化されている。この方法の概要をFig. 10に示した。ガラス基板（5cm × 10cm）にILUMIO®又はTS-S4110の乾燥粉末をガラス基板上に40g/m²となるように塗布し、これを反応装置に設置して、濃度1ppmのホルムアルデヒド又はアセトアルデヒドを流速1L/minで



Fig. 10 A picture and an illustration of the experimental setup for photocatalytic decomposition of VOCs using a flow type reactor under a fluorescent lamp irradiation

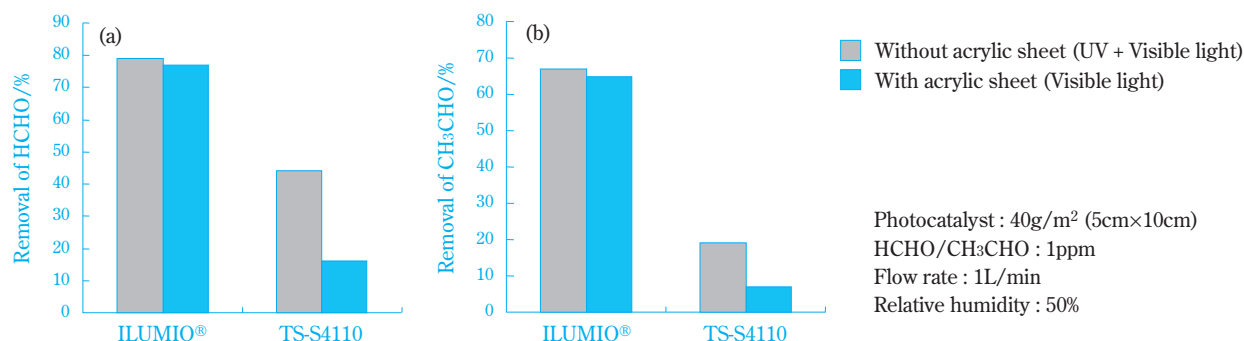


Fig. 11 Removal percentage of formaldehyde (a) and acetaldehyde (b) under a fluorescent lamp irradiation

流し、反応装置の上部から蛍光灯の照射を行った。紫外線のカットには、アクリル板（日東樹脂工業（株）製N-169）を用いた。

結果をFig. 11に示した。これを見ると、ILUMIO®は紫外線の有無に関わらず、TS-S4110と比べてホルムアルデヒド及びアセトアルデヒドを高い光触媒活性で除去することがわかった。

3. 小型チャンバー法での光触媒活性評価

建材からの揮発性有機化合物の放散量試験方法として、小型チャンバー法（JIS A 1901（建築材料の揮発性有機化合物（VOCs）、ホルムアルデヒド及びその他のカルボニル化合物放散測定方法））が知られている。

この方法を利用した光触媒活性の評価がJISに登録される予定となっている。そこでこの小型チャンバー法を用いてILUMIO®の光触媒活性の評価を行った。

評価方法をFig. 12に示した。ILUMIO®を塗布したガラス基板をチャンバー内に設置し、濃度0.08ppmのホルムアルデヒドガスを流通させながら、チャンバーの上部より蛍光灯（照度：1,000ルクス）を照射した。入り口と出口のホルムアルデヒドの濃度を液体クロマトグラフィーで定量した。ホルムアルデヒドの流量は、換気回数：0.5回/hで行った。換気回数とは、その空間の空気を単位時間当たり何回入れ替えたかを示し、建築基準法により住宅では換気回数は最低で0.5回/h以上、住宅以外では0.3回/h以上と定めら

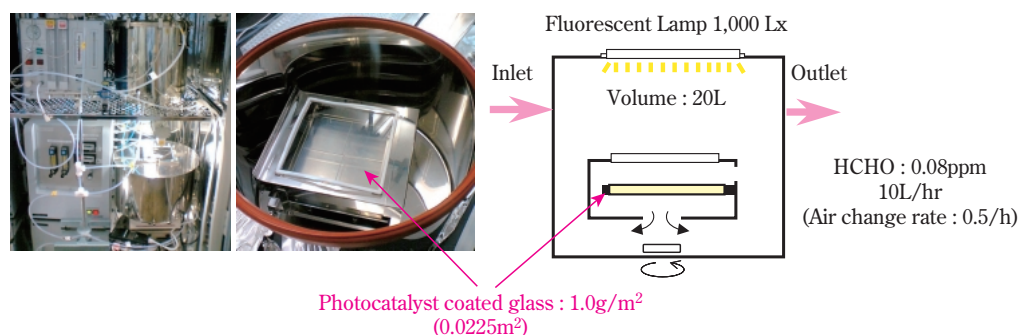


Fig. 12 Pictures and an illustration of the experimental setup for photocatalytic decomposition of formaldehyde using a small chamber type reactor under a fluorescent lamp irradiation

れている。今回の評価では、住宅を想定した換気回数(0.5回/h)で行った。また、ホルムアルデヒドの除去率についても、上で述べた流通系での評価で示した分解率だけではなく、分解率を換気回数に換算した「換算換気回数」で評価した。「換算換気回数」は、以下の式で求めることができる。

$$\text{換算換気量} = (C_{in} - C_{out}) \times 0.02 [\text{m}^3] \times 0.5 [\text{回 h}^{-1}] / (C_{out} [\text{m}^3] \times \text{試料表面積} [\text{m}^2])$$

$$\text{換算換気回数} = \text{換算換気量} \times \text{気積比}$$

分解率で評価した結果をFig. 13(a)に示した。比較として、ホルムアルデヒドの分解反応に高い光触媒活性を示す可視光型光触媒コーティング液(TC-S4115)を用いた。これをみると、TC-S4115が除去率51%であるのに対し、ILUMIO®は83%と高い光触媒活性を示すことがわかった。また、換算換気回数として表した結果をFig. 13(b)に示した。これをみると、TC-S4115は換算換気回数が約0.6回/hであるのに対し、ILUMIO®は約2.4回/hであることがわかった。

これは、仮に気積比が1(ILUMIO®を塗布した壁の面積/部屋の容積 = $1 [\text{m}^2/\text{m}^3]$)となるようにILUMIO®を塗布した部屋では、1時間当たり2.4回分余分に、部屋の空気を完全に入れ替えるのと同等の空気の清浄化ができることを示している。

4. 生活臭の分解

光触媒が実際の生活臭(複合臭)に対してどの程度脱臭効果を有するか、商品化を進める上で非常に重要な要素である。そこでILUMIO®から得られる塗膜を用いて、タバコ臭と糞尿臭の脱臭評価を行った。

ILUMIO®を塗布したガラス板(50cm²)を5Lのガスパックに設置し、そこにタバコ臭又は糞尿臭を入れて、16時間蛍光灯(1,000ルクス)を照射した後の臭気濃度をにおい識別装置FF-2A((株)島津製作所製)を用いて測定した。蛍光灯の照射時間は、日常の活動時間(24時間 - 睡眠時間8時間)から16時間とした。タバコ臭及び糞尿臭の初期濃度は、前者は当社の喫煙室内の臭気濃度、後者は病室でのオムツ交換時の臭気濃度(換気扇無し, 臭気濃度: 74)を参考に決めて¹⁴⁾。比較として光触媒を塗布していな

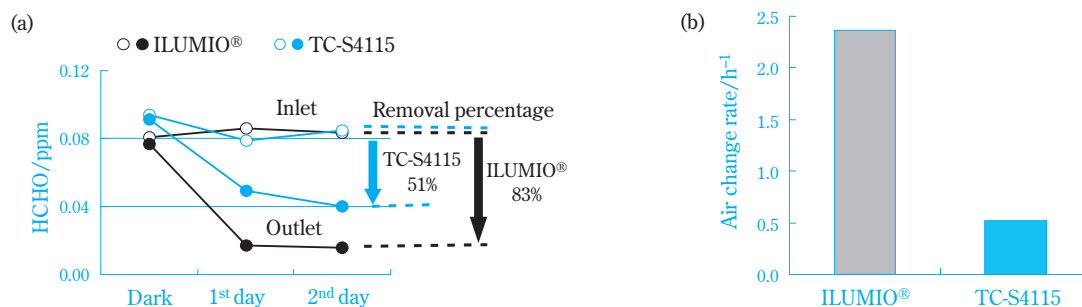


Fig. 13 Time course of the removal percentage of formaldehyde (a) and the air change rate at the 2nd day (b)

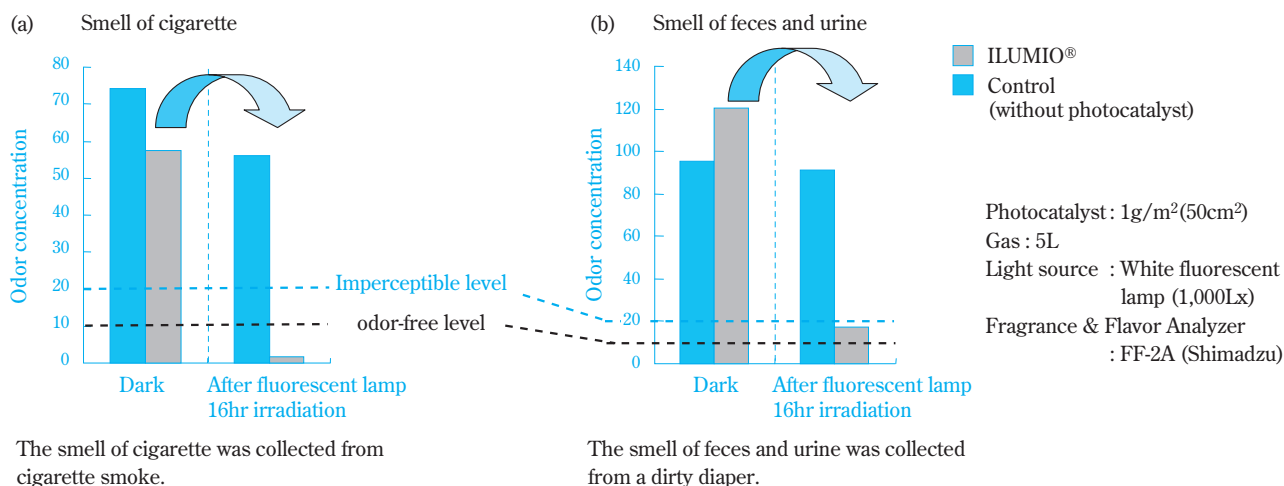


Fig. 14 Photocatalytic deodorization of smell of cigarette (a) and feces and urine (b) under a fluorescent lamp irradiation

いガラス板を用いた評価も行った。

臭気濃度と実際の臭気との関係では、におい識別装置の結果から判断すると、臭気濃度²⁰は感知できないレベル、臭気濃度¹⁰は無臭のレベル、臭気濃度⁰は高純度窒素ガスのレベルであった。ILUMIO[®]を用いたタバコ臭と糞尿臭の脱臭評価の結果をFig. 14に示したが、蛍光灯を16時間照射することにより、前者は無臭レベル、後者は感知できないレベルにまで脱臭できたことがわかった。ここからILUMIO[®]から得られる塗膜は、実際の生活臭の脱臭でも高い効果を発現することがわかった。

高性能光触媒 ILUMIO[®]の光誘起親水性

光触媒には有機物等の酸化分解の他に、光誘起超親水性の機能がある。光誘起親水性を利用した商品は、既に自動車のドアミラーや種々のガラス製品、テント等に利用されている。光誘起親水性により、基材が曇らなくなるだけでなく、基材の表面に薄い水の膜ができ、汚れが雨水等で簡単に流される為、セルフクリーニング効果が期待できる。

酸化チタンから得られる塗膜の場合、超親水性（水滴の接触角が5度以下）を示すには、 $5\mu\text{W}/\text{cm}^2$ 程度の紫外光の照射が必要とされている¹⁵⁾。また、酸化チタンと非晶質酸化タングステンの積層膜を作成すると、微弱な紫外光（紫外光強度 $1\mu\text{W}/\text{cm}^2$ ）の照

射で、親水性を示すことが報告されている^{15), 16)}。これは紫外光を照射すると、酸化チタンだけでなく酸化タングステンでも光励起がおこり、酸化タングステンで生成したホールが酸化チタンに移動して酸化チタン中のホールの量が多くなり、より表面水酸基の量が多くなるためとしている。また、酸化チタン層と酸化タングステン層の間に、シリカの層を入れると、酸化タングステンから酸化チタンへのホールの移動が遮断されてしまうため、微弱な紫外光での光誘起親水性は示さなくなったとしている。

ILUMIO[®]を塗布したガラス基板（塗布量： $0.5\text{g}/\text{m}^2$ ）をスピンコーターにて作成し、この塗膜の光誘起親水性を調べた。結果をFig. 15(a)–(d)に示した。評価条件としては、(a) 初期化（親水性評価前の紫外光照射）なし・暗所保管、(b) 初期化なし・可視光照射、(c) 初期化あり・暗所保管、(d) 初期化あり・可視光照射、の4つで行った。

Fig. 15(a) (c)に示す通り、ILUMIO[®]から得られた塗膜は初期化の有無に関わらず、暗所で長期にわたり水滴に対する接触角が5度以下の低い値を示した。一般に、水滴に対する接触角が7度以下であれば防曇性（曇らない）を示し、10度以下であればセルフクリーニング効果を示すとされている。ILUMIO[®]は暗所でも5度以下の接触角を維持していることから、ILUMIO[®]を塗布すると、光照射無しでも防曇性を示す部材を作成できる可能性がある。一方、市販の紫外光

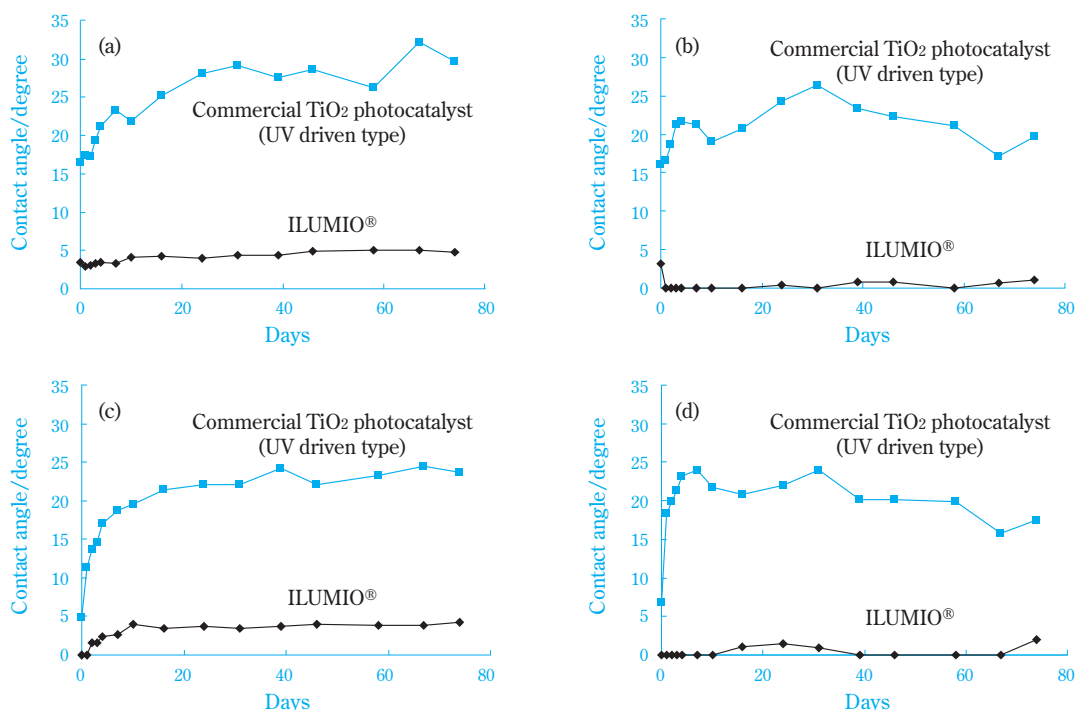


Fig. 15 Changes in water contact angle under dark (a) (c) and visible light irradiation (b) (d) ; without (a) (b) or with (c) (d) UV light irradiation prior to the evaluation of the hydrophilic performance

応答型の酸化チタン光触媒を用いて同じ評価を行うと、初期化をすれば初期は接触角が低い値を示すが、時間の経過と共に大きくなり、親水性を示さなくなった。これは初期化の紫外光照射で酸化チタン表面のOH基が増えて親水性を示したが、光励起されない暗所では、新たに形成されるOH基が無く、隣接するTi-OH基から水が脱離して、Ti-O-Tiのブリッジ酸素に戻り、表面が疎水化した為と考えられる。

また、Fig. 15(b)(d)に示す通り、ILUMIO[®]から得られた塗膜は可視光照射下で水滴の接触角が0～2度となり、しかもその状態が長期に渡り持続することがわかった。ここでは光源に蛍光灯（照度：1,000ルクス）を用い、紫外線カット材（アクリル板；日東樹脂工業（株）製N-169）で紫外線をカットしている。1,000ルクスの照度で、しかもILUMIO[®]は紫外線をカットした状態で接触角が0～2度となることから、ILUMIO[®]は従来にない高度な可視光誘起親水性を有する材料といえる。

先に述べた接触角と防曇性や防汚性の関係からすると、ILUMIO[®]を塗布した部材は光の有無に関わらず防曇性や防汚性に優れるといえる。

おわりに

当社は、高活性な可視光応答型光触媒ILUMIO[®]を開発した。ILUMIO[®]は屋内での実用光源である蛍光灯や、次世代光源である白色LEDの照射下で高い光触媒活性を示した。また、ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、トルエンの分解反応だけでなく、タバコ臭や糞尿臭等の生活臭の脱臭でも高い光触媒性能を示した。更に、ILUMIO[®]から得られる塗膜は高い親水性を示し、水滴の接触角が暗所でも5度以下、蛍光灯を用いた可視光の照射でほぼ0～2度の超親水性を示すことがわかった。

現在、屋内で使用される用途に向けてILUMIO[®]のサンプルワークを開始しており、更なる活性の向上と共に、商品化に向けてスケールアップ及びコーティング液の開発を行っている。今後ILUMIO[®]がより多く採用されるものと期待している。

引用文献

- 1) A.Fujishima and K.Honda, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **44**, 1148 (1971) .
- 2) H.Kato, K. Asakura, and A. Kudo, *J. Am.Chem.Soc.*, **125**, 3082 (2003) .
- 3) K. Maeda, K. Teramura, D. Lu, T. Takata, N. Saito, Y. Inoue, and K. Domen, *Nature*, **440**, 295 (2006) .
- 4) T. Kawai and T. Sakata, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, **15**, 694 (1980) .
- 5) M. Anpo, Y. Ichihashi, Y. Tamada, H. Yamashita, T. Yoshinari, and Y. Suzuki, *Proc. - Electrochem. Soc.*, 97-20, 331 (1997) .
- 6) M. Takeuchi, M. Anpo, T. Hirao, N. Itoh, and N. Iwamoto, *Surf. Sci. Jpn.*, **22**, 561 (2001) .
- 7) R. Asahi, T. Morikawa, T. Ohwaki, K. Aoki, and Y. Taga, *Science*, **293**, 269 (2001) .
- 8) R.Wang, K.Hashimoto, A.Fujishima, M. Chikuni, E.Kojima, A.Kitamura, M.Shimohigoshi, and T.Watanabe, *Nature*, **388**, 431 (1997) .
- 9) R. Abe, H. Takami, N. Murakami, and B. Ohtani, *J. Am.Chem.Soc.*, **130**, 7780 (2008) .
- 10) T. Arai, M. Yanagida, Y. Konishi, Y. Iwasaki, H. Sugihara, and K. Sayama, *Catalysis Communications*, **9**, 1254 (2008) .
- 11) T. Arai, M. Horiguchi, M. Yanagida, T. Gunji, H. Sugihara, and K. Sayama, *Chemical Communications*, 5565 (2008) .
- 12) H. Irie, S. Miura, K. Kamiya, and K. Hashimoto, *Chem. Phys. Lett.*, **457**, 202 (2008) .
- 13) Y.-H. Kim, H. Irie, and K. Hashimoto, *Appl. Phys. Lett.*, **92**, 182107 (2008) .
- 14) 板倉 朋世, 光田 恵, 柴田 英希, 第20回におい・かおり環境学会講演予稿集, 85 (2007) .
- 15) M. Miyauchi, A. Nakajima, K. Hashimoto, and T. Watanabe, *Advanced Materials*, **12**, 1923 (2000) .
- 16) M. Miyauchi, A. Nakajima, T. Watanabe, and K. Hashimoto, *Chem. Mater.*, **14**, 4714 (2002) .

PROFILE



酒谷 能彰
Yoshiaki SAKATANI
住友化学株式会社
基礎化学品研究所
主席研究員 博士（理学）



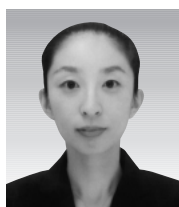
村田 誠
Makoto MURATA
住友化学株式会社
基礎化学品研究所
研究員



奥迫 顕仙
Kensen OKUSAKO
住友化学株式会社
基礎化学品研究所
主任研究員



井上 勝喜
Katsuyuki INOUE
住友化学株式会社
基礎化学品研究所
主任研究員 博士（工学）
（現職：有機合成研究所）



須安 祐子
Yuko SUYASU
住友化学株式会社
基礎化学品研究所
研究員



沖 泰行
Yasuyuki OKI
住友化学株式会社
基礎化学品研究所
主席研究員

新規微生物殺虫剤 ゴツツA®の開発

住友化学(株) 農業化学品研究所
丸 山 威*¹
新 田 英 二
木 村 晋 也
高 島 喜 樹*²
松 村 賢 司*³
生物環境科学研究所
出 口 慶 人

Development of a Novel Microbial Insecticide: Gottsu-A

Sumitomo Chemical Co., Ltd.
Agricultural Chemicals Research Laboratory
Takeshi MARUYAMA
Eiji NITTA
Shinya KIMURA
Yoshiki TAKASHIMA
Kenji MATSUMURA
Environmental Health Science Laboratory
Yoshihito DEGUCHI

Gottsu-A is a new microbial insecticide containing spores of strain T1 of the entomopathogenic fungus *Pae-cilomyces tenuipes*, which was developed by Sumitomo Chemical Co., Ltd. to control chemical resistant white-flies on greenhouse vegetables.

We have succeeded in developing a fermentation process and a subsequent formulation process for *P. tenuipes*, as well as developing a unique oil flowable formulation with high performance in the stable preservation of *P. tenuipes* spores.

Gottsu-A has a low toxicity to natural enemy insects and excellent suitability for integrated pest management (IPM) programs using other selective chemicals, physical control tools and beneficial insects.

In this report, the development of Gottsu-A is described focusing on biological information for *P. tenuipes*, insecticidal performance on whiteflies, formulation design, production process and toxicological studies.

はじめに

近年、西南暖地を中心とした野菜類の施設栽培において、コナジラミ類による被害が深刻な問題となっている。特に、ナス科作物（トマト、ナス、ピーマン等）やウリ科作物（メロン、キュウリ等）等の果菜類では、従来問題となっていたオンシツコナジラミ *Trialeurodes vaporariorum* やタバココナジラミ *Bemisia tabaci*・バイオタイプBに加え、既存の化学農薬に対して抵抗性を発達させたタバココナジラミ・バイオタイプQによる被害が顕在化している。

タバココナジラミ・バイオタイプQはバイオタイプBと同様にトマト黄化葉巻病の病原ウイルス（TYLCV）（Fig. 1）を媒介することが知られており、さらに最近ではウリ類退緑黄化ウイルス（CCYV）を伝播することも明らかとされている。バイオタイプQは2005年に九州で発生が確認された後、日本各地で発見されるようになり、本種によって永続的に媒介されるTYLCVも東北地方南部まで分布を広げていることから、各地の栽培現場で本種に対する防除対策が急務となっている^{1),2)}。

このような施設栽培における難防除コナジラミ類を適切に防除するためには、従来の化学的防除法のみに頼らず、耕種的、物理的および生物的防除法を組み合わせた総合的病害虫雑草管理（Integrated Pest Management；IPM）の必要性が望まれているが、その基

*¹ 現職：住化テクノサービス(株)

*² 現職：知的財産部

*³ 現職：住友化学アメリカ(株)



Fig. 1 Left) Larvae and adults of sweet potato whitefly, *Bemisia tabaci*
Right) Typical tomato yellow leaf curl disease symptoms

幹を成す防除資材が不足しているのが現状である。

当社は、環境保全型農業に対する世論の関心を背景に、積極的にIPMモデル構築を推進してきた。著者らはコナジラミ対策の基幹剤としてIPM適合資材である微生物農薬に注目し、新規昆虫病原性糸状菌ベキロマイセス テヌイペス *Paecilomyces tenuipes* T1株を有望な開発候補として選抜して、当社初の糸状菌由来の微生物殺虫剤を開発した。

コナジラミ用の微生物殺虫剤は既に3剤が上市されており、IPM先進地域（高知、宮崎等）を中心に使用されていたが、これらには効力不足、作物被害及び保存性等といった性能上の問題点が一部で指摘されていた。本剤の開発過程ではこれらの特性において他社剤より優れた性能を有する新規微生物殺虫剤を上市することを目指した。

本稿では、ゴツツA®（ベキロマイセス テヌイペス 剤）の開発経緯、生物学的特性、殺虫効力評価、製剤処方最適化、製造法の確立、安全性評価について紹介する。

開発経緯

ゴツツA®の有効成分であるベキロマイセス テヌイペス T1株は、1990年代前半に国内の土壌から分離された昆虫病原性糸状菌である。著者らは有用微生物

の探索研究の一環として本菌株の殺虫特性を評価した結果、優れた殺虫活性、スペクトラムを有することを見出した。そこで、2001年以降、本菌株（寄託番号 FERM BP-7861）を有効成分とした新規殺虫剤および殺虫方法に関して特許出願^{3)–5)}、難防除害虫であるコナジラミ類に対する微生物農薬としての開発を開始した。

2004年から農薬登録を目的とした社外効力評価試験（日本植物防疫協会委託試験、開発コード：S-1276FL）を通じて施設栽培の野菜類に発生するコナジラミ類に対する茎葉散布剤としての実用性評価を開始した。その結果、トマト、ナス、メロン、キュウリ、イチゴにおけるタバココナジラミあるいはオンシツコナジラミに対して実用的な防除効果を示すことが実証された。これらの効力評価試験成績に加え、微生物農薬として要求されるヒトおよび環境影響に対する安全性試験を経て、2008年6月11日にゴツツA®として農薬登録を取得するに至った（Table 1）。

生物学的特性

ベキロマイセス テヌイペスは、世界各地に広く分布する昆虫病原性糸状菌（カビ）の一種であり、東アジア各国で古くからその有性世代が「冬虫夏草」（ハナサナギタケ）として知られており、強壮剤、鎮咳薬として使用されている。

本菌の生育のための好適温度は22～28℃、最適pHは4～7であり、一般的な糸状菌と同様に炭素源、窒素源、無機塩類を含む培地（ポテトデキストロース培地、マルトエキス培地）で生育できる。寒天培地上では綿毛状の菌糸を形成するが、光を照射すると分生子（spore）を旺盛に形成する（Fig. 2）。

本菌の寄主昆虫に対する感染機構は他の昆虫病原性糸状菌と同様に、分生子が昆虫の皮膚表面に付着した後、皮膚成分を検知することで発芽し、機械的な力と菌糸から分泌されるクチクラ分解酵素（プロテアーゼ、キチナーゼ、リパーゼ等）を利用して皮膚を貫通し、昆虫体内に侵入する。体内に侵入した菌糸からは出芽的に短菌糸（blastospore）が形成され、栄養条件の適した体液中で増殖する。この短菌糸の増殖による体液循環の阻害、生理的なアンバランス、

Table 1 Domestic registration of *Paecilomyces tenuipes* formulation, Gottsu-A

Target crops	Target pests	Dilution rate	Application		
			Method	Volume (liters/10a)	Timing
Vegetables in greenhouse	Whiteflies	fx 500 to 1000	Foliar spray	100 to 300	At the first sign of whiteflies

Application frequency is not limited to any given season.

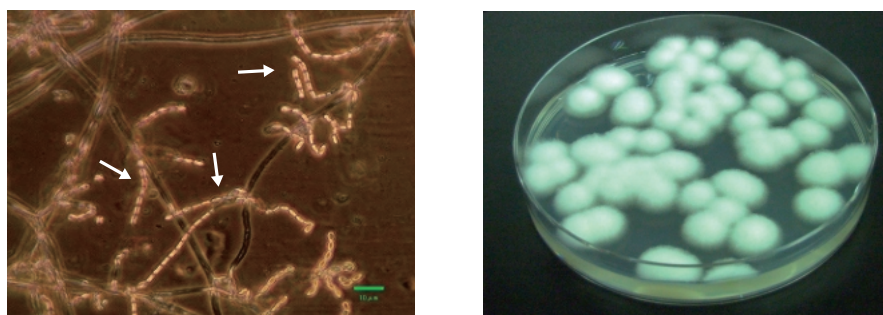


Fig. 2 Left) Spore formation of *P. tenuipes* strain T1 (arrows indicate the spores, bar indicates the length of 10µm)
Right) Colony formation of *P. tenuipes* on PDA medium

生理的飢餓等の複合的な作用が寄主昆虫を死亡させる主要因と考えられる⁶⁾。宿主である昆虫が死亡した後は、再び菌糸として昆虫体表に現われ、乾燥した宿主上で分生子を形成し、環境中にもどる。環境中での挙動については不明な部分も多いが、主には分生子の状態で土壤中で昆虫との接触を待つものと考えられている。

殺虫効力評価

1. 殺虫スペクトル

ゴッツA®はコナジラミ類（タバココナジ、オンシツコナジラミ）に対して高い殺虫活性を示すが、さらに同じ半翅目に属するアブラムシ類に対する殺虫活性が確認された。本剤のワタアブラムシ *Aphis gossypii*、モモアカアブラムシ *Myzus persicae* 及びチューリップヒゲナガアブラムシ *Macrosiphum euphorbiae* に対する密度抑制効果は、アブラムシ類用の既存の微生物殺虫剤（パーティシリウム レカニ水和剤）に比べ優れており、圃場での実用性が期待される（Table 2）。さらに、ベキロマイセス テヌイペスT1株は鱗翅目害虫であるコナガ *Plutella xylostella*、オオタバコガ *Helicoverpa armigera* 等に対しても感染性を有することが明らかとされた。

2. 発育ステージ別活性

タバココナジラミに対する発育ステージ別効力評

価試験（虫体散布法、25℃・99%RH条件）によって、ゴッツA®（500倍、1000倍希釈液）は幼虫に対しては高い殺虫活性（死亡率80%以上）を有することが明らかとなった。また、本剤の殺卵活性はみられなかったが、成虫に対しては虫体に十分量の散布液が付着した場合に活性が認められた（Fig. 3）。

本剤の幼虫に対する殺虫効力は、生物学的特性の項で記した通り、寄主昆虫の皮膚表面に分生子が付着し、体内で菌が増殖することによって発現する。本剤処理によって死亡した幼虫は萎縮して葉上から脱落する個体も多いが、菌の増殖に適した条件下では4～7日目頃に体表が白色の菌体（菌糸）で覆われた感染個体として確認することができる（Fig. 4）。

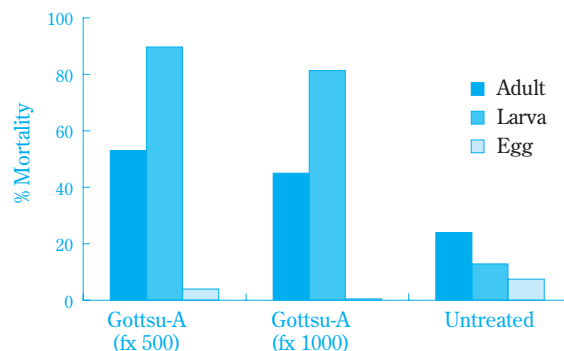


Fig. 3 Insecticidal activity of Gottsu-A on adult, larva and egg of *B. tabaci* by direct spray at 25°C and 99%RH

Table 2 Insecticidal activity of *P. tenuipes* FL (Gottsu-A) and *Verticillium lecanii* WP on aphids

Aphids		Corrected population density index* (DAT6 at 25°C and 90%RH)	
		<i>P. tenuipes</i> FL (fx 500)	<i>V. lecanii</i> WP (fx 1000)
Cotton aphid	<i>Aphis gossypii</i>	15	113
Green peach aphid	<i>Myzus persicae</i>	58	90
Potato aphid	<i>Macrosiphum euphorbiae</i>	35	97

* Corrected population density index = $((A \times b) / (B \times a)) \times 100$

A: number of living insects in the untreated sample before application

a: number of living insects in the untreated sample after application

B: number of living insects in the treated sample before application

b: number of living insects in the treated sample after application

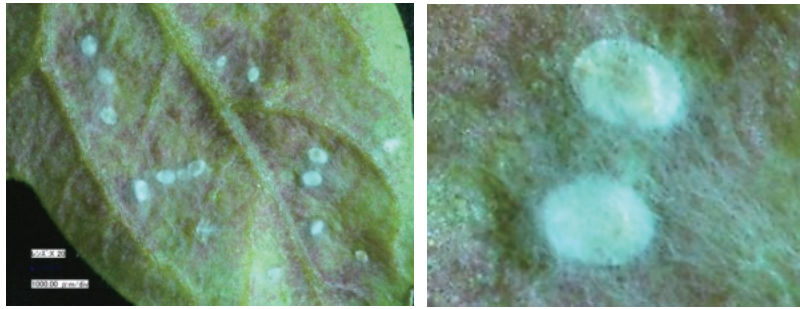


Fig. 4 Sweet potato whitefly, *B. tabaci* larvae infected by *P. tenuipes* strain T1

3. 温湿度要求性

ゴツツA®の殺虫活性はペキロマイセス テヌイペスの感染及び昆虫体内での生育に依存しており、温湿度等の外的環境条件に大きく影響を受けることが想定されたため、本剤の殺虫活性を効果的に発現させるための最適温湿度条件を検討した。

ゴツツA®（500倍、1000倍希釈液）を15～35 条件下（99%RH）でタバココナジラミ2齢幼虫に対して虫体散布したところ、20～25 で最も高い殺虫活性を示し、その前後では活性が低下した（Fig. 5）。これらの結果は菌の生育適温とほぼ連動しており、本剤の殺虫効果を効果的に発現させるためには、散布時の温度条件として15～28 の範囲が適当であることを明らかとした。

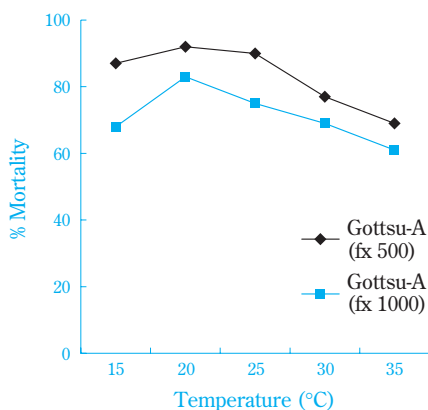


Fig. 5 Insecticidal activity of Gottsu-A on *B. tabaci* larvae at different temperature at 99%RH

一方、ゴツツA®（500倍、1000倍希釈液）を80～100%RH条件下（25 ）で同様の散布試験を行ったところ、より高湿度となるに従い殺虫活性が向上し、過湿条件下が最も好適な条件であることを明らかとした（Fig. 6）。これらの結果は菌の感染（分生子の虫体付着、体表での発芽、侵入）に対する湿度要求性に起因するものであり、糸状菌を成分とする既存の微生物殺虫剤にも共通してみられる現象である。

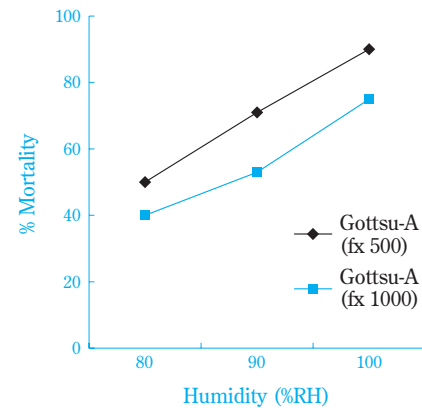


Fig. 6 Insecticidal activity of Gottsu-A on *B. tabaci* larvae at different relative humidities at 25°C

本剤の感染による殺虫活性を最大限に発揮させる条件としては、散布直後に一定時間（8時間以上）は高湿度条件を保つ必要がある。施設内の湿度は一般に夜間に高まるので、散布は夕刻におこなうことが望ましい。

4. コナジラミ防除効果

(1) 散布回数・間隔

ゴツツA®のコナジラミ類に対する殺虫効力は、幼虫・蛹への感染を主な作用メカニズムとしており、さらに死に至るまでに日数を要することから、神経系に作用する化学農薬に比べると遅効的である。また、コナジラミ発生初期には栽培施設内へ成虫が継続的に侵入し、増殖した場合にも対応できるように本剤のコナジラミ防除効果における最適散布回数と間隔（日数）を検討した。

施設栽培トマトにおいてゴツツA®（500倍希釈液）を1～3回散布した結果、いずれも無処理区に比べ明らかにコナジラミ幼虫及び蛹数の増加を抑制する効果がみられたが、3回散布した場合の密度抑制効果が最も高くなることを明らかとした（Fig. 7）。また、複数回散布した場合の最も高い防除効果が得られる散布間隔（日数）を検討したところ、7日程度が最適であることが示された。

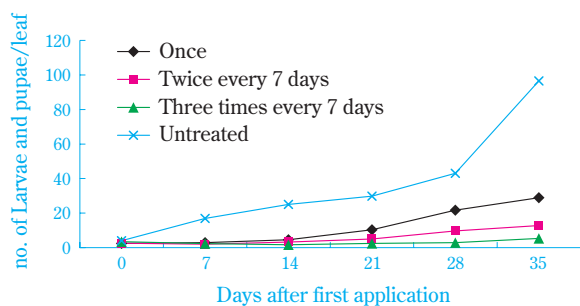


Fig. 7 Control efficacy of Gottsu-A on *B. tabaci* at different application frequencies for tomatoes

(2) 実用性評価

ゴツツA® (500倍、1000倍希釈液)の各種作物におけるコナジラミ防除効果の実用性を社外試験機関において検討した結果の一部を以下に紹介する。

トマトのタバココナジラミに対する防除効果は高く、対照剤 (ボーベリア バシアーナ乳剤500倍希釈液) と同等以上であった (Table 3)。次に、メロンのタバココナジラミに対しても高い防除効果が認められ、対照剤 (パーティシリウム レカニ水和剤1000倍希釈液) より優れた効果が示された (Table 4)。

Table 3 Control efficacy of Gottsu-A on *B. tabaci* for tomatoes

Research Institute of Japan Plant Protection Association (Kochi) (2004)

Insecticide	Dilution rate	Corrected population density index ¹⁾			
		DAT ²⁾ 7	DAT14	DAT21	DAT28
Gottsu-A	fx 500	35.0	21.2	4.5	9.0
Gottsu-A	fx 1000	63.6	22.9	15.7	31.5
<i>B. bassiana</i> FL	fx 500	39.7	18.6	9.9	36.6
Untreated		100 (56.9) ³⁾	100 (201)	100 (610)	100 (327)

1) Refer to Table 2 for the corrected population density index.

2) DAT : Days after treatment

3) Numbers in parentheses indicate number of eggs, larvae and pupae on 10 leaves
Applied three times every seven days (June 29, July 6 and 13, 2004)

Table 4 Control efficacy of Gottsu-A on *B. tabaci* for melons

Research Institute of Japan Plant Protection Association (Kochi) (2004)

Insecticide	Dilution rate	Corrected population density index ¹⁾			
		DAT ²⁾ 7	DAT14	DAT21	DAT28
Gottsu-A	fx 500	28.6	9.7	4.3	2.0
Gottsu-A	fx 1000	32.8	22.7	8.7	5.1
<i>V. lecanii</i> WP	fx 1000	44.3	40.6	21.5	11.8
Untreated		100 (12.7) ³⁾	100 (7.5)	100 (19.5)	100 (61.8)

1) Refer to Table 2 for the corrected population density index.

2) DAT : Days after treatment

3) Numbers in parentheses indicate number of eggs, larvae and pupae on leaf disk (15mm in diameter)
Applied three times every seven days (May 13, 20 and 27, 2004)

Table 5 Control efficacy of Gottsu-A on *Trialeurodes vaporariorum* for strawberries

Nagano Nanshin Agricultural Experiment Station (2004)

Insecticide	Dilution rate	Corrected population density index ¹⁾			
		Adults		Eggs + Larvae + Pupae	
		DAT ²⁾ 14	DAT21	DAT14	DAT21
Gottsu-A	fx 500	12.6	17.2	9.7	8.6
Gottsu-A	fx 1000	7.5	15.8	20.1	12.5
<i>P. fumosoroseus</i> WP	fx 1000	55.3	44.5	19.9	32.7
Untreated		100 (12.0) ³⁾	100 (2.6)	100 (19.4)	100 (33.1)

1) Refer to Table 2 for the corrected population density index.

2) DAT : Days after treatment

3) Numbers in parentheses indicate number of insects on leaf
Applied twice every seven days (May 24 and 31, 2004)

さらにイチゴのオンシツコナジラミに対しても十分な効果が示され、やはり対照剤（ペキロマイセス フモソロセウス1000倍希釈液）以上の防除効果が確認された（Table 5）。これらの現地圃場での防除効果試験から、ゴツツA®のコナジラミ防除効果はいずれの作物においても実用的な防除効果を示し、さらに対照剤とした既存の微生物殺虫剤と同等以上の効力を有することを明らかとした。

なお、ゴツツA®を散布処理した作物において薬害症状（発育異常、奇形、変色等）は確認されなかった。さらに、本剤の倍濃度薬害試験（250倍希釈液）を実施し、主要作物の幼苗期及び生育期に対する茎葉散布処理においても茎葉、果実に薬害症状のないことを確認した。

製剤処方最適化

ゴツツA®の処方選抜は、既存剤と比較して効力及び保存安定性に優れ、さらに作物に対する薬害リスクを軽減した処方とすることを性能目標として実施した。

原体であるペキロマイセス テヌイペスT1株の分生子含量は、当初より殺虫効力を担保する濃度として 5×10^8 個/mL以上（重量比0.3～3.0%）を規定し、製品規格として定めた。

糸状菌製剤の殺虫効果を最大限に発揮させるための剤型としては、比較検討の結果、オイルフロアブルが適していることを明らかとした。これは、製剤希釈液を散布した際にオイル成分の物理的效果によって分生子の虫体付着性及び感染性を促進させることが示唆されたためである。さらに、製品の保存安定性を高めるために、製剤中の含水率を抑制することが重要であり、このような観点からも非水系液体であるオイル成分を担体として使用することが望ましいとの結論に至った。

既存のオイルフロアブル剤においては作物に対する薬害症状がみられることから、本剤の処方検討では、分生子への影響と共にこのような薬害リスクを軽減した成分を選定するために、多様なオイル成分をスクリーニングした。また、乳化剤を選抜に当たっても、オイル成分に対する乳化性と共に分生子の生存に対する影響を十分に考慮して実施した。

以上の検討を行った結果、ペキロマイセス テヌイペスT1株に対して最も適切なオイル成分と乳化剤との組合せを見出し、これによって、殺虫効力、薬害および保存性のいずれにおいても当初の目標を達成する製剤処方を確立することができた。

さらに製剤中の含水率抑制策として容器内に袋入り乾燥剤を添加することにより、常温においても分生子

の高い生存率が維持されることを見出した（Fig. 8）。以上により、従来の微生物殺虫剤より品質保証期間の長い製品（製造後常温2年間保証）とすることを達成した。

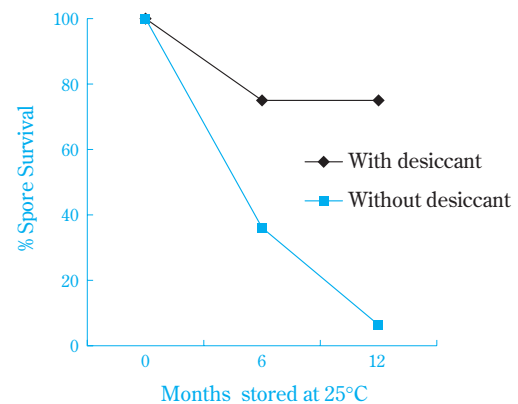


Fig. 8 Effects of desiccant with bag on spore survival of *P. tenuipes* in Gottsu-A

製造法の確立

1. 製造工程

ゴツツA®の製造は、原体に相当するペキロマイセス テヌイペスの培養工程と製剤化工程から構成され（Fig. 9）両工程において本剤独自の製造方法を確立した。

培養工程（原体製造工程）では、ペキロマイセス テヌイペスの種菌をもとに液体培地で菌体を増殖させた後（前培養工程）、その前培養液をもとにして

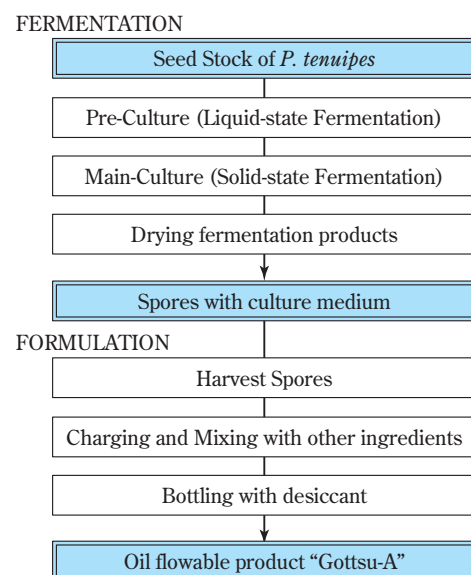


Fig. 9 Fermentation and formulation process for Gottsu-A

分生子生産を促すための固体培養（本培養工程）を行う必要がある。この本培養工程での原体製造（分生子生産）の効率化がゴツツA®の工業化を達成するための最も重要な課題のひとつであった。

本培養工程において製造コストを考慮した分生子生産量を達成するためには、培養容器の選定、固体培地量の最適化、環境条件制御方法の確立および雑菌対策等を解決することが必須であった。具体的には、本菌の分生子生産には一定の照度が必要であることが明らかとなり、これを踏まえた上で好適な培養容器を選定するに至った。さらに、培養物中の本菌の生育好適温度及び含水率をより適切な状態に維持するために、培養設備内の温湿度制御を徹底すると共に適度な通気性を有する培養容器の仕様を決定した。また、滅菌操作法あるいは培地成分の検討により雑菌対策法を確立した。本培養終了後の培養物は、固体培地上から効率的に分生子を回収するために培養物全体を乾燥させた。

製剤化工程では、本培養で得られた乾燥培養物中の原体（分生子）を回収し、所定量の原体と担体、界面活性剤、増粘剤等の補助成分とを攪拌混合し、均一化した製剤を乾燥剤入り容器に充填し、最終製品として仕上げた。

なお、培養工程におけるスケールアップおよび製剤化工程における原体回収法確立は、主に出光興産(株)との共同開発のもと検討された成果である。

2. 品質管理

製造工程中の品質管理は、菌濃度及び雑菌汚染観察によって適切な培養工程を経ていることを適宜、確認することに加え、乾燥培養物中の菌数（分生子濃度）の目標値を定めることによって行った。微生物殺虫剤（糸状菌剤）の製品規格として分生子濃度（個/mL）を担保する必要があるため、保管条件下（常温、密封、暗所）において製剤中の分生子の死亡率を抑える必要があった。製剤中の分生子の生存に最も影響を及ぼす要因としては含水率が重要である

ことを突き止め、その規格値を遵守することが重要であることを明らかとした。この含水率の規格値は分生子の長期にわたる常温での保存安定性試験を経て定めるに至った。また、分生子濃度の測定精度を高めるための分析法を慎重に検討した上で確立した。

以上の検討結果から、最終製品に対しては外観、分生子濃度、含水率及び物化性（粘度、比重、乳化性）といった項目に対する品質分析を実施し、独自に確立した管理分析法のもとでの規格値を基準とした品質管理法を定めた。

安全性評価

微生物農薬の登録には化学農薬とは異なり人畜あるいは環境生物、有用生物への感染性や病原性を中心とした安全性評価が求められている。一方、微生物農薬に使われる菌の多くが自然界に普遍的に分布しており、それらの菌の宿主範囲が極めて狭いため、一般的にその安全性は高いことが経験的に知られている。

ゴツツA®の安全性は、いわゆる微生物農薬ガイドライン「微生物農薬の登録申請に係る安全性評価に関する試験成績の取扱いについて」^{7),8)}に準拠して、「ヒトに対する安全性試験」と「環境生物に対する影響試験」で評価した。また、ゴツツA®の使用場面で併用の可能性がある有用昆虫に対して、製剤（実用濃度）による影響を評価した。

1. ヒトに対する安全性

原体であるペキロマイセス テヌイパス分生子あるいは製剤を用いた単回投与試験（経口、経皮、経気道、静脈内）においては、皮膚に対して軽度の刺激性が認められたが、感染性、病原性、体内生残性ならびに顕著な毒性は認められなかった。また、眼に対してごく弱い刺激性が認められた。皮膚感作性が陽性であったことから、本剤の使用に当たっては使用上の注意事項を遵守する必要がある（Table 6）。

Table 6 Toxicological information for Gottsu-A on animals

Study	Administration route	Animal	Period	LD ₅₀ or NOEC (cfu/animal)*
Acute toxicity	Oral	Rat (♂ ♀)	21 days	> 1 × 10 ⁸
	Dermal	Rabbit (♂ ♀)	14 days	> 2.1 × 10 ¹⁰
	Intratracheal	Rat (♂ ♀)	21 days	> 1 × 10 ⁸
	Intravenous	Rat (♂ ♀)	21 days	> 1 × 10 ⁷
Eye irritation	Eye	Rabbit (♂)	7 days	Minimally irritating
Skin irritation	Dermal	Rabbit (♂ ♀)	14 days	Mild irritant
Skin sensitisation	Intradermal injection	Guinea pig (♂)	—	Positive

* cfu : colony forming unit

2. 環境生物に対する影響

本剤の水生生物に対する安全性に関しては、原体処理による影響試験において、コイおよびオオミジンコに対する実使用場面での安全性が確保できることが確認された。また、主要作物（7科10種）の幼植物に対する原体の茎葉散布処理、あるいは播種時土壌処理においても薬害症状は認められなかった。先の製剤の倍濃度薬害試験結果も踏まえ、ゴツツA®の植物に対する安全性が確認された。

天敵昆虫である寄生性膜翅目（オンシツツヤコバチ *Encarsia formosa*、コレマンアブラバチ *Aphidius colemani*、ハモグリミドリヒメコバチ *Neochrysocharis formosa* 「ミドリヒメ®」、サバクツヤコバチ *Eretmocerus eremicus*）、捕食性半翅目（タイリクヒメハナカメムシ *Orius strigicollis* 「オリスター®A」）、捕食性鞘翅目（ナミテントウ *Harmonia axyridis*）および捕食性ダニ目（チリカブリダニ *Phytoseiulus persimilis*、ククメリスカブリダニ *Amblyseius cucumeris*、ミヤコカブリダニ *Amblyseius californicus*、スワルスキーカブリダニ *Amblyseius swirskii*）に対する製剤及び原体（一部）の影響および異常行動は認められなかった（Table 7）。以上の結果から、ゴツツA®は体系防除において天敵類との併用が可能であることが示唆された。

セイヨウミツバチ *Apis mellifera* に対する原体の影響試験では濃度依存的な死亡率がみられたが、製剤（500倍希釈液）を処理した試験では顕著な影響は認められなかった。また、製剤処理時のコロニーに対する影響、2次感染性および葉面残毒性も認められなかった。また、カイコ *Bombyx mori* に対する原体の影響

を調査した結果、最大無作用濃度は 1.0×10^5 個/mL（最大表示使用濃度の0.1倍相当）付近であると想定されたが、カイコへの暴露の可能性は低く、蚕毒性に関連した使用上の注意事項を遵守すれば、実使用場面で問題になることはないと考えられた。

原体の土壌混和処理（単位面積あたりの最大施用量の10倍量相当）において、土壌微生物数（細菌、放線菌、真菌）への影響は認められなかった。

おわりに

当社は、環境保全型農業に対する世論の高い関心を背景として農業生産場面でのIPM（総合的病害虫雑草管理）への取り組みを推進してきた。その一環として様々な作物において当社独自のIPM技術を展開していくべく、新規資材の開発に注力してきた。当社の選択的殺虫剤プレオ®フロアブル®と天敵昆虫等との体系、あるいは化学農薬、物理的防除資材及び機能性肥料等を主体としたIPMモデルの提案などはその成果のひとつである。このような流れの中で、微生物農薬の開発という新たな領域に踏み込み、今回上市に至ったのがゴツツA®である。

本剤は、従来の微生物殺虫剤で指摘されていた効力不足、薬害発症及び保存安定性等といった性能上の問題点に対して当社独自の製造法および処方を確立することで克服し、優れた性能をもつ新規微生物殺虫剤として仕上げる事ができた。

ゴツツA®の上市は、施設栽培作物におけるコナジラミ類の防除に苦慮する生産者が増えている状況において、まさにタイムリーに解決策を提案するもの

Table 7 Toxicological information for Gottsu-A on beneficial insects (natural enemies)

Insects	(stage)	Application		Evaluation Item ³⁾	Result
		Method ¹⁾	Sample ²⁾		
PARASITIC WASPS					
<i>Encarsia formosa</i>	(adult ♀ , pupa)	BS/BC/D	S/F	M/Pa/E/B	Not effective
<i>Aphidius colemani</i>	(adult ♀ , pupa)	BS	F	M/Pa/E/B	Not effective
<i>Neochrysocharis formosa</i>	(adult)	BS	F	M/Pa/B	Not effective
<i>Eretmocerus eremicus</i>	(adult ♀ , pupa)	BS	F	M/Pa/E/B	Not effective
PREDATORS					
<i>Orius strigicollis</i>	(adult ♀ , larva)	BS/BC/D	S/F	M/R/E/B	Not effective
<i>Harmonia axyridis</i>	(adult, larva)	BC	S/F	M/Pu/B	Not effective
PREDATORY MITES					
<i>Phytoseiulus persimilis</i>	(adult)	BS	F	M/FC/B	Not effective
<i>Amblyseius cucumeris</i>	(adult)	BS	F	M/FC/B	Not effective
<i>Amblyseius californicus</i>	(adult)	BS	F	M/FC/B	Not effective
<i>Amblyseius swirskii</i>	(adult)	BS	F	M/FC/B	Not effective

1) BS: body spray, BC: body contact, D: dipping

2) S: spore, F: formulation

3) M: mortality, Pu: pupation, E: emergence, R: reproductivity, Pa: parasitism, FC: food consumption, B: behavior

MAJOR PESTS	SEP	OCT	NOV	DEC	JAN	FEB	MAR	APR	MAY	JUNE
	Plantation	Harvest (Bumblebees for pollination)								
Whiteflies • <i>Bemisia tabaci</i> (Q-Biotype) • <i>Trialeurodes vaporariorum</i>		Yellow Sticky Trap							Gottsu-A	
		Gottsu-A								
		Liquid Starch						Liquid Starch		
Leafminer flies • <i>Liriomyza spp.</i>	Clothianidin G Nitenpyram G	Parasitic Wasp								
Lepidopterans • <i>Spodoptera litura</i> • <i>Helicoverpa armigera</i>		<i>B.t. aizawai</i>								
	Insect Repellent Fluorescent Lamp	Insect Proof Net (0.4mm)								
	Pyridalyl	<i>B.t. kurstaki</i>								
Aphids Erineum mites		Selective Chemicals						Selective Chemicals		

Fig. 10 IPM program utilizing Gottsu-A with other insecticide, beneficial insect and tools to control major pests in greenhouse tomato

である。さらに、本剤を利用することによって当社剤を中心としたIPM体系の実現が可能となった。例えば、秋定植の促成栽培トマトにおいては、コナジラミ類に対する基幹防除剤としてゴツツA®を用い、黄色粘着トラップやデンプン製剤（粘着くん®液剤）を併用することによって十分な防除効果が期待できる。また、併発するハモグリバエや鱗翅目害虫等の他害虫に対しては、選択性殺虫剤をはじめとした適切な化学農薬に加え、物理的防除資材を用いた防除体系を提案することが可能となった（Fig. 10）。

今後は、ゴツツA®を用いたIPM体系がコナジラミ防除に苦慮する施設栽培地域を中心として、速やかに普及、推進していくことが望まれる。

引用文献

- 1) 本多 健一郎, 今月の農業, 52 (3), 17 (2008) .
- 2) 行徳 裕, 植物防疫, 62 (8), 20 (2008) .
- 3) 住友化学(株), 特開2003-95834 (2003) .
- 4) Sumitomo Chemical Co., Ltd, U.S. Patent 7033586 (2006) .
- 5) Sumitomo Chemical Co., Ltd, Eur. Patent 1297746 (2004) .
- 6) 清水 進, “微生物の資材化：研究の最前線”（鈴木孝仁, 岡田 齊夫, 国見 裕久, 牧野 孝宏, 斎藤 雅典, 宮下 清貴編）, ソフトサイエンス社 (2000), p.215 .
- 7) 木村 茂, 農業および園芸, 76 (1), 94 (2001) .
- 8) 農林水産省農産園芸局長通達, 平成9年8月29日付け9農産第5090号 “微生物農薬の登録申請に係る安全性評価に関する試験成績の取扱いについて” (1997).
- 9) 坂本 典保, 植田 展仁, 梅田 公利, 松尾 三四郎, 葉賀 徹, 藤澤 卓生, 富ヶ原 祥隆, 住友化学, 2005-I, 33 (2005) .

PROFILE



丸山 威

Takeshi MARUYAMA

住友化学株式会社
農業化学品研究所
主席研究員 学術博士
(現職：住化テクノサービス株式会社)



高島 喜樹

Yoshiki TAKASHIMA

住友化学株式会社
農業化学品研究所
主席研究員
(現職：知的財産部)



新田英二

Eiji NITTA

住友化学株式会社
農業化学品研究所
研究員



松村 賢司

Kenji MATSUMURA

住友化学株式会社
農業化学品研究所
研究員
(現職：住友化学アメリカ株式会社)



木村 晋也

Shinya KIMURA

住友化学株式会社
農業化学品研究所
研究員



出口 慶人

Yoshihito DEGUCHI

住友化学株式会社
生物環境科学研究所
主席研究員

多機能光学シートの設計と試作

住友化学(株) 情報電子化学品研究所
金 起 満*
筑波研究所
窪 田 雅 明
情報電子化学品研究所
中 塚 木代春

Design and Fabrication of a Multifunctional Light-Guide Plate for LCDs

Sumitomo Chemical Co., Ltd.
IT-Related Chemicals Research Laboratory
Kiman KIM
Tsukuba Research Laboratory
Masaaki KUBOTA
IT-Related Chemicals Research Laboratory
Kiyoharu NAKATSUKA

We developed a two-step design method of diffraction optical elements. In this method diffraction angle and polarization splitting property are adjusted separately by different manners. We also proposed a multifunctional light-guide plate for LCDs that combines the functions of light-guide plate, prism sheet, diffusion sheet, and polarization splitting film. The multifunctional light-guide plate was designed by this two-step design method and was fabricated. The properties of fabricated multifunctional light-guide plate substantially met the design targets.

はじめに

テレビ、コンピュータ、電話などのディスプレイとしての液晶表示装置の普及が著しい。この液晶表示装置には特性ならびに光利用効率向上の目的で多数のフィルムやシートが使われている。バックライトだけでも、導光板、反射シート、プリズムシート、拡散シート、輝度向上フィルム等が各1~2枚使用されている。一方、省エネルギーやエコロジーならびに低コスト化の面からは部品点数の削減が求められる。導光板、プリズムシート、拡散シート、輝度向上フィルムを一枚の導光板にまとめた“多機能光学シート”の開発を行い所期の特性を得ることができた¹⁾ので、概要を以下に紹介する。

設計

多機能光学シートは薄型、軽量、堅牢、低コストを実現するために導光板、プリズムシート、拡散シート、輝度向上フィルムを一枚の導光板にまとめたもので

あるが、各シートまたはフィルムの機能は適切に保たなければならない。できれば一層の特性向上を図りたい。

これらの機能は

- 1) 導光板：冷陰極蛍光灯（CCFL）や発光ダイオード（LED）など線状または点状光源を均一な面状光源にする
- 2) プリズムシート：導光板の出射光を集光して正面輝度を高める
- 3) 拡散シート：導光板の反射構造やプリズムシートの形状などによる輝度ムラ解消
- 4) 輝度向上フィルム：自然光から p 偏光と s 偏光とを分離して、偏光板で吸収される偏光成分をリサイクルして光利用効率を高める

である。

導光板と輝度向上フィルムとを一体化する方法として、我々は導光板の出射面と対向する面に特定の角度の溝を付けた一種のプリズム集合体を提案した²⁾。また導光板を多層構造にすることも提案されている^{3), 4)}。いずれもプリュースター角での界面反射を利用して偏光分離をする構造であるが、導光板を伝播する光の指向性が高くないと偏光分離が十分には行えない。

*現職：東友ファインケム(株)

金属製のサブ波長周期の回折格子による wire grid⁵⁾も偏光分離の目的に使われるが、これも入射光の角度依存性が強く導光板に用いるには改良が必要である。導光板と一体化するため、我々は通常の wire grid の構成とは逆に金属の wire を太く厚くする方法を提案した⁶⁾。しかしながらプリズムシートや拡散シートの機能を統合するには未だ困難がある。

holographic 回折格子を応用すると導光板、プリズムシート、拡散シート、輝度向上フィルムすべてを一体化できる可能性がある。holographic 格子は二光束干渉により作成する方法と計算により作成する方法 (computer generated hologram, CGH) とがある。二光束干渉法は簡単であるが、hologram 作製装置の構成上の制約から上記すべての機能を盛り込むには困難をとまなう。導光板と輝度向上フィルムとを一体化する程度が限界と考えられる⁷⁾。後方散乱を最小化した上で、前方散乱の角度分布を制御した拡散フィルムも二光束干渉の holography で簡単に作製でき⁸⁾、これを応用して拡散板およびプリズムシートを一体化した導光板が提案されている⁹⁾が、この場合には偏光分離機能は期待されていない。一方、CGH は作製装置の制約がないので種々の機能を一体化することが可能である。導光板、プリズムシート、輝度向上フィルムを一体化し、さらにカラーフィルタの機能をも加えたものが提案されている¹⁰⁾。カラーフィルタを CGH などの回折素子で作製すると光利用効率が最大で約3倍向上することが期待できる。偏光分離に関しては出射方向が入射光の方向と直交する回折光の偏光度が最大になることを利用している^{7), 10)}。しかしながら、この方式は入射光が指向性の高い平行光であることが必要である。また holographic 格子は speckle noise をはじめ種々の noise 発生の防止が困難であるうえに、入射光 (holography では再生光という) が hologram 作製時の参照光とは異なり非干渉性の白色光である点にも起因し、所期の特性を得ることが極めて難しい。

<二段階設計法>

noise のない均一な出射光を得るには hologram のような複雑な格子ではなく、単純な形状の回折格子が適すると考えられる。伝播する光と導光板の光出射面の法線とのなす角 (光出射面への入射角という) は導光板材料の屈折率で決まり、この屈折率を 1.45 とすると、光出射面への入射角は約 44 ~ 90 度の範囲となる。この入射光を ± 2 次程度の低次回折光のみを生ずる回折格子で出射させると、出射角を ± 23 度 ($(90-44)/2$ 度) 程度にできることが期待される。一方、輝度向上のための偏光分離は回折格子の周期のみならず幅と厚みの影響が大である。したがって、

出射角と偏光分離性能とをある程度独立に制御できる可能性がある。我々はこの点に着目して、導光板、プリズムシート、拡散シート、輝度向上フィルムすべてを一体化した “多機能光学シート” の二段階設計法を開発した¹⁾。

1. 目標

多機能光学シートは導光板、プリズムシート、拡散シート、輝度向上フィルムすべてを一体化したものであり、これに CCFL や LED などの光源をセットして反射シートによるカバーを取り付ければバックライトシステムが完成するものである。従って多機能光学シートは完成したバックライトの特性で評価すべきである。絶対的な表面輝度や色度など CCFL や LED などの光源で決まる特性は除外すると、バックライトの主要な特性は、出射角度範囲、光利用効率、均斉度である。これらの特性を現行品と同等以上にすることを目標とした。ただし光利用効率の正確なシミュレーションが困難であるため、これを偏光分離度 (s/p 比) すなわち出射光の s 偏光と p 偏光の強度比で代用することとした。各目標値は、

1) 出射角度範囲: $-20 \sim 20$ 度

2) 偏光分離度: 19 以上

3) 均斉度: 70 % 以上

である。ここで、偏光分離度 19 は偏光度に直すと 90 % である。

2. シミュレーション方法

出射角 (1) と偏光分離性能 (2) とをある程度独立に制御できるものとしてこれらを別々に最適化する二段階設計法を採用する。

(1) 出射角の制御

光の入射角 θ_i と出射角 θ_d とを、それぞれ入射光および回折光とが導光板の光出射面の法線となす角で表す。導光板および光出射側の材質 (透過回折光の場合は空気、反射の場合は導光板) の屈折率をそれぞれ n_1 よび n_2 、光の波長を λ 、回折格子の周期を Λ とすると、入射角 θ_i と出射角 θ_d との関係は次の grating equation で表される¹¹⁾。

$$\Lambda = \frac{m \cdot \lambda}{n_2 \cdot \sin \theta_d - n_1 \cdot \sin \theta_i} \quad (\text{Eq. 1})$$

または

$$\sin \theta_d = \frac{m \cdot \lambda + \Lambda \cdot n_1 \cdot \sin \theta_i}{\Lambda \cdot n_2} \quad (\text{Eq. 2})$$

ここで m は回折次数を表す整数である。回折次数がゼロすなわち $m=0$ のときには Eq. 2 は Snell の法則を

表す式と同じになり、ゼロ次回折光の出射方向は屈折の法則または反射の法則に従う。Eq. 2で右辺が1.0を超えると θ_d が存在せず、伝播する回折光は発生しない。光の波長 λ に対して格子の周期 Λ を適当に選ぶと、高次の回折光が出ないようにすることができる。特にゼロ次回折光のみが出るようにしたものをゼロ次回折格子 (zero order grating) といい、wire gridは動作波長の範囲内でゼロ次回折格子になっている。

この式は入射角と回折角との関係を示すだけで、回折光の強度や偏光に関しては何ら情報がない。偏光の方向によって回折光の強度または振幅が異なることがあっても、回折角は変化しないことを表している。またこのgrating equationには導光板および出射側の媒質の屈折率のみで、格子自体の屈折率が入っていない。このことは格子自体が透明な誘電体であっても金属その他の光吸収媒質であっても回折光の出射角度は変わらないということである。このことが二段階設計法の根拠の一つになっている。この第一段階では回折光の出射角が $-20 \sim 20$ 度の範囲になるように格子の周期 Λ のみを調節する。

(2) 偏光分離性能の制御

光の振動方向すなわち偏光を無視したスカラー波としての取り扱いでは不十分であり、電磁波として計算することが必要である。Maxwellの方程式を解くことが必要であるが、球形粒子による光散乱のMieの式などごく限られた場合以外には解析解が見つかっておらず、数値計算を実行することになる。ここでは周期構造を持った回折格子の解析に適すると考えられるRCWA (Rigorous Coupled Wave Analysis)¹²⁾を利用する。直線状に伸びる回折格子を直角に切った断面内ではどの方向から入射する光もすべての回折光がこの平面内に発生する。この条件では空間を2次元の平面に限定することができる。このとき偏光は電界の振動面がこの平面に平行 (parallel) な p 偏光と直角 (perpendicular、独語でsenkrecht) の s 偏光に分けることができる。入射光が回折格子を直角に切った断面内に無いときには回折光は平面内には収まらず、3次元のコーン状に広がる。従ってこの状態では p 、 s 偏光の分類もできない。このように回折光が3次元的に広がる回折をconical diffractionという¹³⁾。ここでは広く用いられている p 、 s 偏光の分類が可能で2次元の計算を行うこととする。

この第二段階では、第一段階で最適化した格子の周期 Λ を変えることなく、格子の幅と高さならびに屈折率を調節して偏光分離度と回折効率とを最適化する。

3. 設計

光源にはLEDを用いることとする。出射光の波長

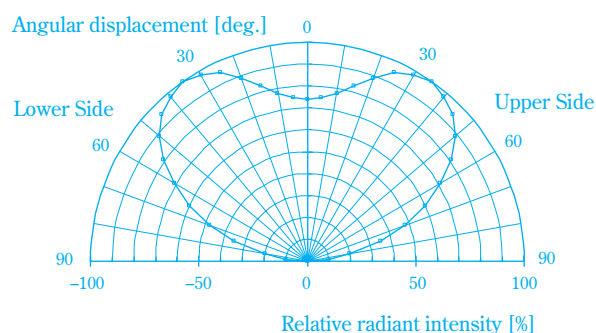


Fig. 1 The angular distribution of the LED used for the developed Multi Functional Light Guide Plate.

は555nmで半値幅が40nmであり、強度の角度分布はFig. 1に示すcardioid状のものである。

導光板は一般にPMMAが用いられているが、フォトリソグラフィおよびエッチングなどの微細加工耐性が高いことからここでは屈折率1.45の石英板を用いることとする。この石英板の光出射面およびそれに対向する面 (裏面) は平行であり、くさび形にはなっていないものを用いる。屈折率が1.45であるから全反射角は43.6度であり、光源からの光の導光板の入射端面での入射角は ± 43.6 度の範囲にある。これはFig. 2に示すように導光板の入射面と直交する光出射面に対しては46.4 $\sim$ 90度の入射角になり、導光板内を全反射しながら伝播することになる。

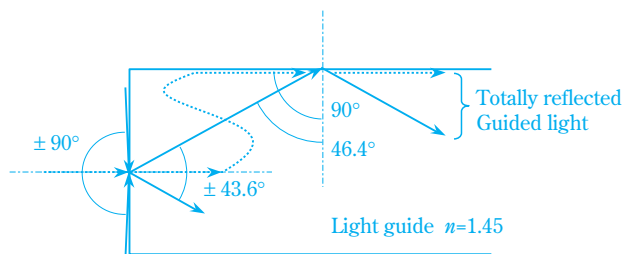


Fig. 2 Incident angles at entrance plane and exit plane of light guide plate.

(1) gratingの周期 Λ の設計

導光板の中を伝播する光の光出射面すなわちgrating面への入射角は46.4 $\sim$ 90度の範囲にあるから、この光を ± 20 度の出射角で外部へ回折するようにすればよい。grating equationから周期 Λ は0.420 μm と計算される。入射光、回折光の詳細をFig. 3およびTable 1に示す。透過回折光は-1次のみでゼロ次の透過回折光は現れない。反射回折光は0、-1、-2次が出現する。このうち0および-2次の反射回折光は光出射面ならびに裏面への入射角が全反射角を超えているから、再び導光板内を伝播して行く。-1次の反射回

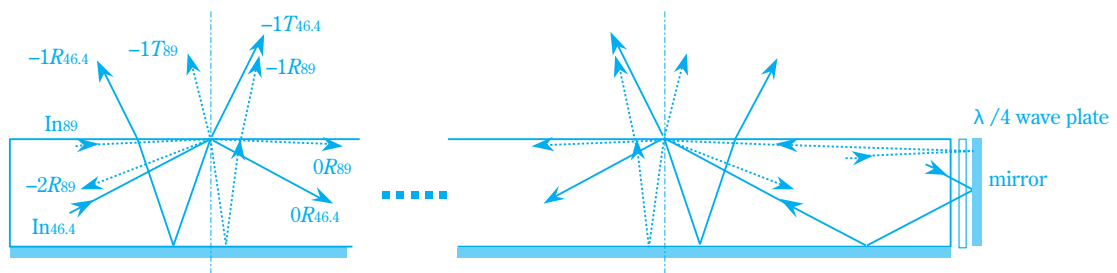


Fig. 3 Incident angle and diffraction angle

Subscripts are incident or diffraction angles, respectively. *T* and *R* indicate transmitted and reflected waves, respectively. 1, 0, -2 depict diffraction orders.

Table 1 The diffraction angles diffracted by the multifunctional light guide plate

θ_i [deg]	θ_d [deg]							
	1 <i>T</i>	0 <i>T</i>	-1 <i>T</i>	-2 <i>T</i>	1 <i>R</i>	0 <i>R</i>	-1 <i>R</i>	-2 <i>R</i>
46.4	none	none	15.8	none	none	46.4	-10.8	none
89.0	none	none	-7.4	none	none	89.0	5.1	-55.4

折光は裏面で反射されて再びgratingに入射する。このときの入射角は-10.8 ~ 5.1度の範囲にあって、透過回折光はゼロ次のみであり、-15.8 ~ 7.4度の範囲の出射角で透過して行く。以上、入射角46.4 ~ 90度でgratingに入射、回折して光取り出し面から導光板の外へ出る光はすべて±15.8度の出射角の範囲内に入っている。これは目標の出射角範囲±20度を満足している。

(2) gratingの屈折率、幅、高さの設計

まず偏光分離度 (polarization splitting ratio、*s/p* ratio) *PSR*とgrating面からの光出射率*E_e*を定義する。grating面から出射する回折光は前記のように-1次透過光、-1次反射光のみである。したがって、次のように定義する。

$$PSR = \frac{E_{-1R}^s + E_{-1T}^s}{E_{-1R}^p + E_{-1T}^p} \quad (\text{Eq. 3})$$

$$E_e = \frac{E_{-1R}^s + E_{-1T}^s + E_{-1R}^p + E_{-1T}^p}{2}$$

ここに*E*は各次数の反射および透過回折光の回折効率であり、前記のRCWAによって計算できる。*E*のsubscriptは回折次数を表し、*R*および*T*はそれぞれ反射および透過回折光を示す。*s*および*p*偏光はそれぞれsuperscriptの*s*および*p*で指定する。

LED光源は導光板の光入射面に密着して取り付けられるものとする。こうするとFig. 1に示す強度分布を持った球面波状の光が導光板に入射することになる。これが導光板内で歪んだ球面波として回折の計算を行うのが一般的な方法であるが、こうすると入射光、

反射光、各次数の反射回折光相互の干渉による干渉縞が現れる。しかし実際のLEDは干渉性が高くなく実質的にincoherent光であるからこれらの干渉縞はノイズと見なさなければならない。そこで我々はこの干渉縞が生じない計算法を開発した¹⁴⁾。相互干渉が生じない条件で計算できるように空間や入射光を分解して回折光の強度分布を求め、これらを加算する方法である。ここでは球面波など任意の波面形状の光を方向と振幅の異なる複数の平面波に分解して、各平面波の回折光の回折効率*E*を求めてこの*E*の加算を行った。gratingへ入射する平面波の入射角は10度間隔でとり、その振幅はFig. 1から求めた。

次にgrating材料は実質的に吸収のない誘電体として、その屈折率の影響を調べた。grating材料の屈折率を1.50、1.75、および2.05として出射光の偏光分離度*PSR*を3、7、11、15、および19以上としたときの光出射率*E_e*の最大値を計算した。この結果はTable 2に示すように、偏光分離度*PSR*を目標の19以上にするためにはgrating材料の屈折率を2.05またはそれ以上にする必要であった。この屈折率2.05は酸

Table 2 *s/p* ratio and maximum light extraction efficiency of gratings having several refractive indices

<i>s/p</i> ratio	Light extraction efficiency		
	<i>n</i> = 1.50	<i>n</i> = 1.75	<i>n</i> = 2.05
> 3	0.18	0.51	0.54
> 7	0.09	0.28	0.37
> 11	—	0.17	0.31
> 15	—	—	0.30
> 19	—	—	0.24

化タンタル (Ta_2O_5) の値である。2.50 程度の高屈折率を持つ酸化チタンを用いるとさらに高性能が得られる可能性があるが、微細加工の容易さから今回は酸化タンタルを選んだ。

光波長 555nm、基板の屈折率 1.45、grating の屈折率 2.05、周期 $0.420\text{ }\mu\text{m}$ のとき grating の幅と高さをいずれも $0.065\text{ }\mu\text{m}$ としたとき、偏光分離度 PSR が 22.6 で光出射率 Ee が 0.112 となりこれが最適値であった。ところが Table 3 に示す誤差が grating の製作工程で生じる可能性がある。ここで over etching は grating 材料の酸化タンタルの etching が基板の石英にまで食い込む現象である。予想される最大の誤差が生じたときの特性の変化は Table 3 に示すようなものである。over etching が最大限に達したときには偏光分離度 PSR が目標値に達しなくなるが、幅と高さの目標値は上記 $0.065\text{ }\mu\text{m}$ のままで良いことがわかった。

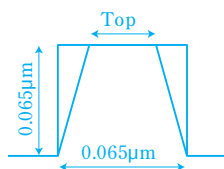
Table 3 Fabrication error and grating characteristics

		PSR	Ee
width [μm]	± 0.015	20.4 ~ 22.6	0.048 ~ 0.192
height [μm]	± 0.010		
over etching [μm]	0.07	13.9 ~ 22.6	0.087 ~ 0.192

さらに加工誤差によって grating の形状が鈍ることも予想される。この影響を調べるため、矩形が鈍って台形になったときの偏光分離度 PSR および光出射率 Ee を計算した。結果は Table 4 に示すように PSR にはほとんど影響が無いが、台形の上部が狭くなるほど Ee が低下することが知られた。

Table 4 Effect of trapezium deformation of grating by fabrication errors

Top [μm]	PSR	Ee
0.065	22.56	0.112
0.060	22.51	0.105
0.055	22.17	0.095
0.050	21.87	0.087



製作

設計した多機能光学シートを X 線リソグラフィーを利用したエッチングにより試作した。100 × 100mm で厚みが 1mm の石英基板の中心 10 × 10mm の部分に grating を形成した。できあがった grating の走査型電

子顕微鏡 (SEM) 写真を Fig. 4 に示す。また各部の寸法の測定結果を Table 5 に示す。予想した最大値の 1/5 ~ 1/4 の誤差で仕上がっていた。また形状のなまりはほとんど認められなかった。

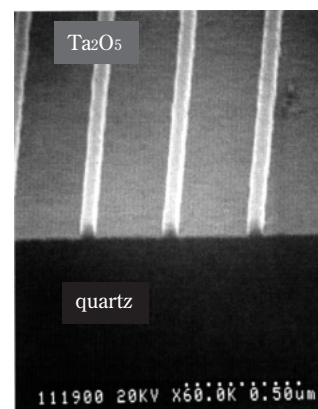


Fig. 4 SEM image of the fabricated Multifunctional Light Guide Plate

Table 5 Measured size of fabricated grating

	size [μm]	error [μm]
period [μm]	0.420	± 0.000
width [μm]	0.065 ~ 0.069	+ 0.004
height [μm]	0.065	± 0.000
over etching [μm]	0.013	+ 0.013

試作した多機能光学シートに LED を取り付け、裏面には反射率 99% の鏡面反射板を取り付けた。光入射面に対向する面は open のままとした。光出射面上に偏光フィルムを重ねて s、p 偏光の明るさとその均一度とを見たのが Fig. 5 である。中央部の輝度の角度分布の測定結果を Fig. 6 に示す。LED の取り付け誤差の関係で輝度のピークが約 1 度ずれているが、設計通り ± 15 度の範囲に出射している。偏光分離度は設計値 23.0 (偏光度 90.7%) に対し 9.3 (偏光度 80.4%)

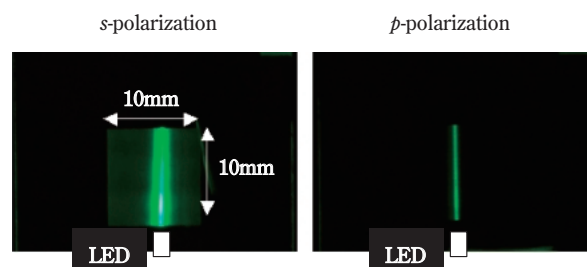


Fig. 5 Polarization splitting characteristics and luminance uniformity of the fabricated Multifunctional Light Guide Plate

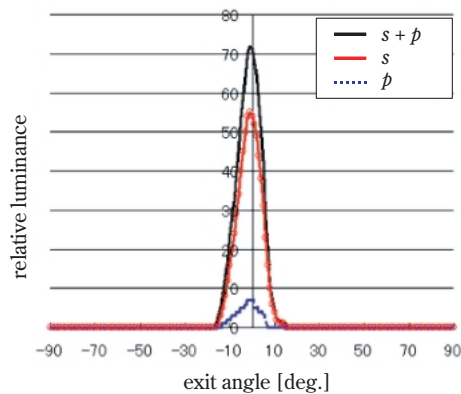


Fig. 6 Angular distribution of exit light from the fabricated Multifunctional Light Guide Plate

であった。この偏光度の設計値からのズレはconical diffractionの影響と考えているが、3次元測定と計算を行う必要がある。

おわりに

出射角度範囲と偏光分離度を実質的に独立に調整する二段階設計法を開発して、薄型、軽量、堅牢、低コストを実現するために導光板、プリズムシート、拡散シート、輝度向上フィルムを一枚の導光板にまとめた多機能光学シートを設計・試作した。試作した多機能光学シートはほぼ設計値通りの特性を示した。しかしながら、(1)偏光分離度の設計値との相違がやや大きい、(2)微細加工の限界から大型のものが作り難い、(3)波長555nmのgreenの光に対応して設計したがredおよびblueには対応していないなどの問題がある。今後これらの問題の解決を行ってゆく必要がある。(1)に関しては3次元RCWAによって改善できるものと考えている。(2)の欠点は小型のエッジライト型バックライトをタイル状に貼り合わせて大型のLEDバックライトを作る場合には問題にならず、

TV用バックライトとして利用できる可能性がある。(3)に関してはred、green、blueなど複数の回折格子を重畳して作成する方法を開発し¹⁵⁾、実用化の検討を行っている。

引用文献

- 1) 住友化学(株), 特願2007-296977 .
- 2) 住友化学(株), 特開2005-259686 (2005) .
- 3) インターナショナル・ビジネス・マシーンス・コーポレーション, 特開平9-005739 (1997) .
- 4) H. Tanase, J. Mamiya and M. Suzuki, "A new back-lighting system using a polarizing light pipe", *IBM Journal of Research and Development*, **42** (3/4), (1998) .
- 5) Sony Co., U.S.Patent 5748368 (1998) .
- 6) S. Banerjee, K. Nakatsuka, "Compact design of light guides using metal grating based polarizing optical controller element," *IDW'07 (The 14th International Display Workshops)*, (2007) .
- 7) 旭硝子(株), 特開平11-281978 (1999) .
- 8) C. Gu, J. Lien, F. Dai and J. Hong, *J. Opt. Soc. Am. A*, **13**(8), 1704 (1996) .
- 9) S. Nam, M. G. Lee, J. H. Kim, J. H. Min, J. S. Choi, S. M. Lee, and H. Y. Choi, "Hologram based light-guide plate for LCD-backlights," *IDW'01 (The 8th International Display Workshops)*, (2001).
- 10) 大日本印刷(株), 特許第3608756号 (2005) .
- 11) M. Born and E. Wolf, "Principles of Optics", Pergamon Press, 3rd Edition (1964) .
- 12) M. G. Moharam and T. K. Gaylord, *J. Opt. Soc. Am.*, **71**, 811 (1981) .
- 13) E. N. Glytsis and T. K. Gaylord, *J. Opt. Soc. Am. A*, **4** (11), 2061 (1987) .
- 14) 住友化学(株), 特開2005-300697 (2005) .
- 15) 住友化学(株), 特願2008-310784 .



金 起満

Kimán KIM

住友化学株式会社
情報電子化学品研究所

研究員

(現職：東友ファインケム株式会社)



中塚 木代春

Kiyoharu NAKATSUKA

住友化学株式会社
情報電子化学品研究所

シニア・リサーチ・スペシャリスト



窪田 雅明

Masaaki KUBOTA

住友化学株式会社
筑波研究所

主任研究員

化学プラントにおける圧力設備 への供用適性評価技術の適用

住友化学(株) 生産技術センター
戒田 拓洋

Fitness-For-Service Assessment for Pressure Equipment in Chemical Plants

Sumitomo Chemical Co., Ltd.
Process & Production Technology Center
Takuyo KAIDA

Fitness-For-Service (FFS) assessments are quantitative engineering evaluations to demonstrate the structural integrity of an in-service component that may contain a flaw or damage. FFS assessment has become popular in the past ten years. One of the reasons why the assessment has become familiar is that some engineering standards have been published. Recently, the engineering standards have evolved to be more international and comprehensive, for example, by the release of a joint American Petroleum Institute (API)/ American Society of Mechanical Engineers (ASME) FFS standard. This paper provides an interpretation of local metal loss assessment procedures based on API/ASME FFS standard and experimental and numerical validation analysis results of FFS assessment.

はじめに

当社では、1970年代の高度成長期に建設された設備を中心に、30年を超えて稼働している経年化プラントを数多く保有しており、一部の機器では40年に達している。一方で、サウジアラビアでの大型石油精製・石油化学プラントの建設や、シンガポールでの基礎化学品製造プラントの増強など、新規建設も進めている。このような、さまざまな履歴、特徴を持つプラントについて、安全、安定操業を維持していくことが、重要な課題となってきた。

プラントの圧力設備の安全性を確保するためには、その設計、製作技術が重要である。国内の圧力設備の設計、製作は圧力容器関連四法（高圧ガス保安法、労働安全衛生法、電気事業法、ガス事業法）によって、性能規定化された技術基準が定められ、日本工業規格（JIS）により設計の仕様規定が制定されている¹⁾。このJIS規格は、国際的な圧力設備の設計規格であるアメリカ機械学会（American Society of Mechanical Engineers: ASME）Boiler and Pressure

Vessel Code²⁾と整合性が取られている。

設計、製作に並ぶ重要な技術が、プラントの維持技術である。維持技術は、検査、評価、補修・取替えの3本柱から成っている³⁾。検査とは、供用中に発生した損傷を検出するための非破壊検査技術であり、評価とは、検査で検出された損傷が、設備の健全性に影響するかどうかを破壊力学的観点から評価を行う技術である。この評価を供用適性評価（Fitness For Service: FFS）と呼ぶ。補修・取替えとは、供用適性評価の結果、健全性に影響すると判断された損傷について補修・取替えを行う技術である。これらの技術は、個々の圧力設備に対し、一律のメンテナンスを行うのではなく、設備の種類、履歴、損傷の種類、部材の強度に応じた最適な判断指標を提供するものである。原子力分野では、既に民間規格によって原子力発電所の維持の方法の仕様が定められ運用が始まっている⁴⁾。

国内の化学プラント圧力設備の分野では、これらのプラント維持技術について設備の使用状況等に応じた規格の作成、運用を目指している。その中でも、

石油連盟/石油化学工業協会主催の供用適性評価研究会（FFS研究会）では、ASMEとアメリカ石油協会（American Petroleum Institute: API）が合同で作成した維持規格であるAPI 579-1/ASME FFS-1⁵⁾（以下、API/ASME FFS-1）に着目し、FFS技術についてさまざまな活動を行っている。筆者も当研究会に参画し、共同検討、意見交換を行っている。

本報では、FFS技術の導入を目指すにあたって、化学プラントにおける圧力設備の設計基準と維持基準の関係を整理する。また、FFS技術のうち減肉損傷評価について、技術の背景を概説すると共に筆者が実施した破壊試験と有限要素法（Finite Element Method: FEM）によるシミュレーション結果について紹介する。加えて、FFS研究会での検討状況を紹介し、今後の展望について述べる。

設計基準と維持基準

FFS技術を含む維持基準の導入を目指すためには、設計基準との関係を整理する必要がある。一般的な思想として、「ものは製作時のままでなければならない」という考え方がある。しかし、ものは必ず損傷、劣化を生じる。本質的には損傷、劣化を避けられないものを安全かつ継続的に供用していくための基準が維持基準である。ここでは圧力設備の設計基準と維持基準ではそれぞれどのような思想で安全を確保しているのか、両基準の関係について述べる。維持基準については減肉損傷評価における具体的な考え方についても解説する。

1. 設計基準⁶⁾

圧力設備の設計基準は、公式による設計（Design by rule）と解析による設計（Design by analysis）に分類される。公式による設計では、破壊モードを塑性崩壊で代表させて大きい安全係数を設定し、全ての破壊モードに対する安全性を確保している。圧力設備の塑性崩壊とは、荷重を付加していったときに、シェルが全断面降伏して荷重の増加が無い状態で変形が進行しうる状態である。ここでの安全係数 S とは、基準強度 σ_c を確定値としたとき、許容応力 σ_a を次のように制限する係数 S のことである。

$$\sigma_a = \frac{\sigma_c}{S} \quad (\text{Eq. 1})$$

一方、解析による設計では、起こりうる全ての破壊モードを想定し、詳細応力解析を実施して、応力制限と温度制限を行い、公式による設計よりも安全係数を小さく設定できる。公式による設計、解析による設計の例として国内の設計規格であるJIS B8265、

B8266、B8267の非クリープ域での基準応力と安全係数をFig. 1に示す。なお、 σ_{uts} は材料の引張強さ、 σ_{ys} は材料の降伏応力である^{1), 7), 8)}。

設計基準において許容応力の式に定義されている安全係数は、運転状態の予測に基づいて設定されるものであり経験的なものである。全ての破壊モードに対して安全性を確保するために大きなマージンを取らざるを得ないが、許容応力という一律の考え方を導入することで、設計に必要な圧力設備の肉厚が一意に決まり、解析に要する労力を軽減できるという利点もある。

$$\text{JIS B8265} \quad \sigma_a = \min \left[\frac{\sigma_{uts}}{4}, \frac{\sigma_{ys}}{1.5} \right] \quad (\text{Design by rule})$$

$$\text{JIS B8266} \quad \sigma_a = \min \left[\frac{\sigma_{uts}}{3}, \frac{\sigma_{ys}}{1.5} \right] \quad (\text{Design by analysis})$$

$$\text{JIS B8267} \quad \sigma_a = \min \left[\frac{\sigma_{uts}}{3.5}, \frac{\sigma_{ys}}{1.5} \right] \quad (\text{Design by rule})$$

Fig. 1 Normative stress and design factor

2. 維持基準

維持基準の役割は設計時の予測が正しかったかどうか確認し、安全、安定操業を継続していくことである。実績データを集めることで、想定する破壊形態を特定して安全係数を設定する。したがって、全ての破壊モードを考慮した設計基準と維持基準の安全係数は異なる値となる。さらに、「基準強度に対する安全係数」という考え方自体も維持基準では見直され、破壊モードや損傷の種類等に応じて合理的な安全確保の考え方が採用される。

API/ASME FFS-1における減肉損傷評価では、破壊モードを塑性崩壊に特定する。安全確保を評価する指標として、残存強度係数（Remaining Strength Factor: RSF ）を用いる。

$$RSF = \frac{P_{DC}}{P_{UC}} \quad (\text{Eq. 2})$$

ここで、 P_{DC} は減肉損傷を受けた設備の塑性崩壊荷重、 P_{UC} は健全な設備の塑性崩壊荷重である。例えば、 $RSF=0.8$ とは設備に80%の強度が残存していることを表しており、言い換えると20%強度が低下したといえる。 RSF を最大許容運転圧力（Maximum Allowable Working Pressure: $MAWP$ ）という概念と組み合わせることで次のように設備の安全性評価を行う。

(1) t_c の決定

Eq. 3、Eq. 4のどちらかを利用して評価に用いる肉厚 t_c を算出する。 t_c は健全な部位の実肉厚を表す。

$$t_c = t_{nom} - LOSS - FCA \quad (\text{Eq. 3})$$

$$t_c = t_{rd} - FCA \quad (\text{Eq. 4})$$

ここで、 t_{nom} は公称肉厚、 $LOSS$ は建設から評価時までの一様減肉量、 t_{rd} は減肉から離れた位置での肉厚、 FCA は将来腐食しろである。

(2) MAWPの決定

次式によりMAWPを求める(設備が円筒容器の場合)

$$MAWP = \frac{\sigma_a E t_c}{R_i + 0.6 t_c} \quad (\text{Eq. 5})$$

ここで、 σ_a は設計時の許容応力、 E は設計時の溶接継手効率、 R_i は内半径である。

API/ASME FFS-1におけるMAWPの意味するところは、減肉損傷を受けていない設備を想定したときの仮の最大許容運転圧力である。

(3) MAWP_rの決定

次式により減肉損傷を受けた設備の最大許容運転圧力(reduced permissible Maximum Allowable Working Pressure: MAWP_r)を定義する。

$$MAWP_r = MAWP \quad \text{for } RSF \geq RSF_a \quad (\text{Eq. 6})$$

$$MAWP_r = MAWP \frac{RSF}{RSF_a} \quad \text{for } RSF < RSF_a \quad (\text{Eq. 7})$$

ここで、 RSF_a は RSF の許容値である。

API/ASME FFS-1では減肉損傷を受けた圧力設備はMAWP_r以下の圧力で運転することが許される。Eq. 6は $RSF \geq RSF_a$ である限り、健全な設備と同じ最大許容運転圧力をMAWP_rとして定めるものである。つまり、減肉損傷を受けても RSF_a の強度が残存していれば安全性に問題は無いと考える。Eq. 7は、 $RSF < RSF_a$ のときは減肉損傷を受けていない設備のMAWPに対し、 RSF を乗じることによって減肉損傷による強度低下分をMAWP_rに転嫁し、 RSF_a で除することによって許容されている強度低下分をMAWP_rに上乘せするものである。これは、 $RSF < RSF_a$ となった減肉においてもMAWP_rを低下させることにより、 $RSF = RSF_a$ と同等の塑性崩壊荷重に対する安全マージンを確保するものである。

API/ASME FFS-1において RSF_a は保守的な値として0.9としている。この値の意味するところは、「維持基準では減肉損傷を生じることによる10%強度低下を許容する」である。API/ASME FFS-1では10%の根拠として、設計基準における一次局部膜応力の

定義を挙げている。ASME設計規格と整合性を取っているJIS B8266には次の記述がある。

「設計荷重によって生じる一次局部膜応力強さに対する許容値は $1.5kS_m$ とする。ここで局部とは $1.1S_m$ を超える一次膜応力強さの範囲が子午線方向に $1.0\sqrt{Rt}$ 以内でその領域から子午線方向に $2.5\sqrt{R_m t_m}$ の範囲内に $1.1S_m$ を超える一次膜応力強さが存在しない場合をいう。ここに、 S_m は材料の許容応力(設計応力強さ)、 k は許容応力に乗じる割増係数、 R は当該部の法線半径(中立面から中立軸までの法線距離)、 t は当該部の最小厚さ、 R_m 、 t_m は一次局部膜応力強さが S_m を超える部分の法線半径の平均及び最小厚さの平均。」

このように、設計基準では局部周辺で膜応力が10%上昇する範囲は無視している。 $RSF_a = 0.9$ は設計基準と整合をとる形で説明がされている。

減肉損傷の供用適性評価の技術的背景^{9),10)}

前章では設計基準と維持基準の関係を整理し、維持基準における減肉損傷の安全性評価方法について解説した。減肉損傷評価の中で工学技術を必要とするものの一つに、減肉損傷を受けた圧力設備の塑性崩壊荷重の算出が挙げられる。その技術的背景を理解するためには、健全な圧力設備の塑性崩壊荷重の算出から考えていく必要がある。ここでは設備の形状を円筒容器、荷重は内圧のみと仮定して解説を行う。

1. 健全な容器の塑性崩壊

健全な容器は、シェルにかかる応力が流動応力に達したときに塑性崩壊すると考える。塑性崩壊荷重 P_{UC} は薄肉円筒を仮定し、内径基準で考えたとき、流動応力 σ_{flow} 、内径 D_i 、公称肉厚 t を用いて、以下で表される。

$$P_{UC} = \frac{2t}{D_i} \sigma_{flow} \quad (\text{Eq. 8})$$

また、厚肉円筒を仮定したときには以下のNadaiが提案した式がある。

$$P_{UC} = \frac{2}{\sqrt{3}} \sigma_{flow} \ln \left(\frac{R_o}{R_i} \right) \quad (\text{Eq. 9})$$

ここで、 R_o は外半径、 R_i は内半径である。流動応力は、一般には降伏応力 σ_{ys} と引張強さ σ_{uts} の平均値 $(\sigma_{ys} + \sigma_{uts})/2$ が用いられるが、破壊試験の結果とよく合うように種々の提案がある。

2. 軸方向貫通き裂を有する円筒容器の破壊応力¹¹⁾

減肉を有する円筒容器の塑性崩壊荷重推定手法の

基礎は、貫通き裂を有する耐圧円筒の破壊解析に基づいたものである。軸方向に貫通き裂を有する円筒の内圧による破壊時の周方向応力は、貫通き裂を有する平板の破壊応力より低く円筒は平板より弱い。これは、円筒は内圧による円周方向応力を受けるだけでなくき裂のまわりで膨れ (bulging) を生じるような曲げを受けるためである。Foliasは、軸方向貫通き裂を有する薄肉円筒の応力拡大係数の解析を行い、円筒の破壊応力と平板の破壊応力の関係を理論的に見出した^{12), 13)}。

$$\sigma_H^* = \sigma^* M^{-1} \quad (\text{Eq. 10})$$

$$M = \left[1 + 1.61 \frac{C^2}{R_i \cdot t} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (\text{Eq. 11})$$

ここで σ_H^* は円筒容器の破壊応力、 σ^* は平板の破壊応力、 C は軸方向き裂長さの1/2、 R_i は内半径、 t は肉厚である。 M はBulging factor、もしくは、Folias factorと呼ばれ、円筒とき裂の形状によって定まるものである。Foliasは応力拡大係数計算を元にした弾性計算により M を求めたが、高靱性材料の円筒の破壊応力 σ_f については流動応力 σ_{flow} を用いて以下のように表される¹⁴⁾。

$$\sigma_f = \sigma_{flow} M_t^{-1} \quad (\text{Eq. 12})$$

$$M_t = \left[1 + 1.61 \frac{C^2}{R_i \cdot t} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (\text{Eq. 13})$$

高靱性材料の破壊応力式は、係数 M_t にFoliasの提案したBulging factorと同様の式を採用している。この他にも M_t には種々の提案がなされている。

3. 表面き裂を有する円筒容器の破壊応力

貫通き裂を有する円筒容器の破壊応力に対し、表面き裂を有する円筒容器の破壊応力は貫通き裂の解析での M_t を用いて定式化される。軸方向にFig. 2に示すような矩形の表面き裂を有し、大規模降伏条件下で破壊する耐圧円筒の破壊応力は全体崩壊の式と局部崩壊の式の2種類が存在する。

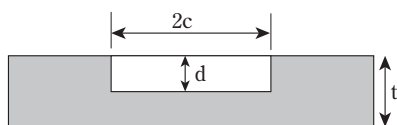


Fig. 2 Longitudinal crack-like flaw model

破壊応力 σ_f^* は流動応力 σ_{flow} を用いて次式で表される。

$$\sigma_f^* = \sigma_{flow} M_s^{-1} \quad (\text{Eq. 14})$$

M_s は表面き裂に対する形状補正係数であり M_t を用いて表される。局部崩壊式と全体崩壊式は次式である¹⁵⁾。

・局部崩壊式

$$M_s = \frac{1 - \frac{1}{M_t} (1 - R_t)}{R_t} \quad (\text{Eq. 15})$$

・全体崩壊式

$$M_s = \frac{1}{R_t + \frac{1}{M_t} (1 - R_t)} \quad (\text{Eq. 16})$$

$$R_t = 1 - \frac{d}{t} \quad (\text{Eq. 17})$$

ここで、 R_t は残存肉厚比、 d はき裂深さ、 t は肉厚である。両者の大きな違いは $d \rightarrow t$ のときの M_s の挙動である。局部崩壊式の M_s は $d \rightarrow t$ で $M_s \rightarrow \infty$ となり破壊応力は0に収束する。全体崩壊式の M_s は $d \rightarrow t$ で $M_s \rightarrow M_t$ となり破壊応力は貫通き裂の破壊応力値に収束する。表面き裂の場合、局部崩壊荷重に達すると板厚を貫通して貫通き裂の状態になると考えられる。全体崩壊荷重に達すると円筒容器は軸方向に破壊すると考えられる。

4. 減肉損傷評価への拡張

減肉損傷評価では、Fig. 3のように減肉形状を長手方向に投影したき裂と等価と考えると、き裂が減肉に変わっても破壊応力の算出式は基本的に変わらない。ただし、き裂においては[局部崩壊 = 表面き裂の貫通]、[全体崩壊 = 容器の軸方向破壊]と区分することができたが、減肉では「き裂の進展」という概念が無いので、こういった区分ができない。また、き裂を有する円筒容器の破壊応力を表す式を、三次元的広がりをもつ減肉を有する円筒容器の破壊を表す

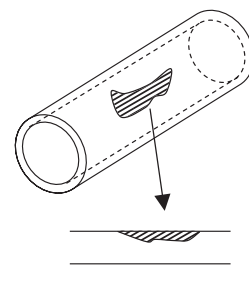


Fig. 3 Projection of Local Thin Area in cylindrical component

式としてそのまま扱うことは、必ずしも現実に近い結果が得られるとは限らない。したがって、減肉を有する円筒容器の破壊を表現するために、Eq. 14における M_s に対応する係数を見出す必要がある。

API/ASME FFS-1では、破壊モードを塑性崩壊に特定し RSF という係数を塑性崩壊荷重の比として定義した。 M_s^{-1} に対応する係数が RSF に対応する。API/ASME FFS-1では規格に採用する RSF の算出式を定めるために合計32種類の評価式を挙げ最適な手法を検討した。API/ASME FFS-1が実施した検討内容を以下に示す¹⁶⁾。

(1) パースト試験、FEM解析結果の収集

API/ASMEで蓄積した1000近いパースト試験、FEM解析結果を収集し、容器形状、減肉形状、破壊圧力を整理した。

(2) RSF 評価による破壊圧力の算出

(1)で整理したそれぞれの試験、解析条件(容器形状、減肉形状)に対し、32種類のそれぞれの評価方法によって RSF を算出した。ここで、減肉を有する圧力設備の破壊圧力 P_f を次式とする。

$$P_f = P_{fo} \times RSF \quad (\text{Eq. 18})$$

P_{fo} は健全な圧力設備の破壊圧力である。 P_{fo} についてAPI/ASME FFS-1では、Svenssonの提案する式を用いた。

$$P_{UC} = \sigma_{uts} \left(\frac{e}{n} \right)^n \left[\frac{0.25}{n + 0.227} \right] \cdot \ln \left[\frac{R_o}{R_i} \right] \quad (\text{Eq. 19})$$

ここで、 n は材料の加工硬化指数である。

(3) パースト試験、FEM解析結果と RSF 算出式から求めた破壊圧力との比較

(1)で収集した試験、解析結果と、(2)で算出した破壊圧力を比較した。

32種類の方法から最もパースト試験結果や解析結果に合致する式を検討した結果、採用された RSF は以下の式である(API/ASME FFS-1 Part5 Level 1 円筒容器)。

$$RSF = \frac{R_t}{1 - \frac{1}{M_t} (1 - R_t)} \quad (\text{Eq. 20})$$

ここで、

$$R_t = \frac{t_{mm} - FCA}{t_c} \quad (\text{Eq. 21})$$

$$\begin{aligned} M_t = & 1.0010 - 0.014195\lambda + 0.29090\lambda^2 \\ & - 0.096420\lambda^3 + 0.020890\lambda^4 - 0.0030540\lambda^5 \\ & + 2.9570(10^{-4})\lambda^6 - 1.8462(10^{-5})\lambda^7 + 7.1553(10^{-7})\lambda^8 \\ & - 1.5631(10^{-8})\lambda^9 + 1.4656(10^{-10})\lambda^{10} \end{aligned} \quad (\text{Eq. 22})$$

$$\lambda = \frac{1.285s}{\sqrt{D_i t_c}} \quad (\text{Eq. 23})$$

R_t : 残存肉厚比

t_{mm} : 最小測定肉厚

FCA : 将来腐食しろ

s : 軸方向減肉長さ

t_c : 減肉部から離れた場所での健全な肉厚

D_i : 容器の内径

Eq. 20は、表面き裂の局部崩壊式の M_s の逆数と同じ形をしている。ただし M_t については、Janneleらが行った有限要素法(Finite Element Method: FEM)による弾塑性解析結果をフィッティングすることで導出したものである。

5. 曲げ荷重(軸方向応力)に関する評価

これまで内圧を受ける設備についての評価手法を概説した。一方で、曲げ荷重を受ける設備についても評価を行う必要がある。API/ASME FFS-1 Part 5では、Level 1評価においては、曲げ荷重を受ける設備については適用不可としている。Level 2評価では、曲げ荷重の影響を評価するために材料力学に基づいた断面係数による評価式を与えている。内圧による周方向応力、内圧、運転荷重および地震荷重による軸方向応力より算出されたミーゼス相当応力によって評価する。

本報では詳細を割愛するが、API/ASME FFS-1の曲げ荷重に関する評価によって、地震荷重や風荷重に対する評価を行うことが可能である。

減肉配管のパースト試験とFEMシミュレーション^{17),18)}

前章ではAPI/ASME FFS-1による減肉損傷評価の技術的背景を健全な円筒容器の塑性崩壊荷重から順を追って解説した。API/ASME FFS-1では、き裂評価を減肉損傷評価へ拡張するために破壊試験やFEMシミュレーションの結果から経験的に算出式を定めている。供用適性評価技術の国内導入を目指していくために重要なことは、国内でも破壊試験やFEMシミュレーションの結果を蓄積していき、国際規格の安全性を検証していくことだと考える。また、これらの結果は損傷評価手法が今後発展していくときにも有効である。本報では筆者が行ったパースト試験につ

いて紹介し、API/ASME FFS-1の安全マージンを検証する。またFEMシミュレーションによる破壊圧力算出結果についても紹介する。

1. 減肉配管のバースト試験に基づく検証

API/ASME FFS-1における RSF の算出には周方向減肉長さは関与しない。つまり、軸方向減肉長さと最小測定肉厚が同じであると幅（周方向減肉長さ）が狭い減肉であっても幅が広い減肉であっても減肉した容器の破壊圧力は同等としている。しかし、減肉を有する円筒容器に圧力を付加すると、幅が狭い減肉の方が周囲の健全な肉厚部分からの塑性拘束の影響により変形が抑制されることが推定される。幅が狭い減肉と幅が広い減肉が同じ塑性崩壊荷重として評価されることに対する安全性をバースト試験により検証した。

(1) 試験条件

供試材として、機械構造用炭素鋼鋼管 JIS G3445 STKM13A（外径150mm、肉厚10mm、長さ1m）を8本供試し、それぞれの試験体の外面中央1箇所を局部的に旋削して減肉部を付与した（Fig. 4参照）。減肉部寸法の明細をTable 1に示す。試験前の供試材外観の例として試験片No.1、No.5をFig. 5に示す。

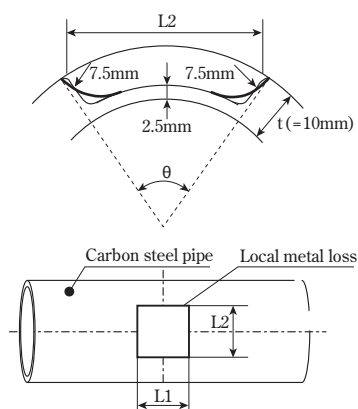


Fig. 4 Size of metal loss

Table 1 Size of local metal loss

Specimens No.	L1 (mm)	L2 (mm)	θ (°)
1	75	26	20
2	75	26	20
3	75	26	20
4	75	75	60
5	75	75	60
6	75	75	60
7	75	15	Groove
8	75	15	Groove

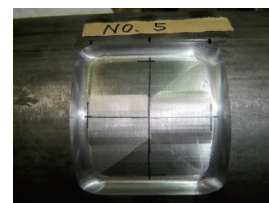
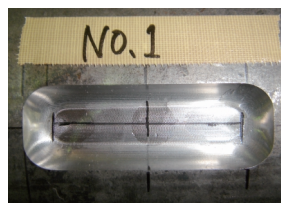


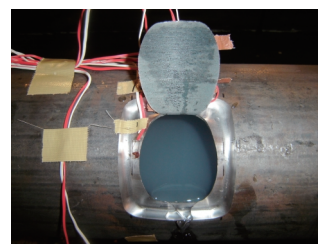
Fig. 5 Outer view of specimens

(2) 試験結果

破壊後の外観の例としてNo.1、No.5をFig. 6に示す。試験結果をTable 2に示す。破壊圧力にほとんど差は認められず、8本の平均破壊圧力は36.0MPaだった。この結果は、 RSF の算出には周方向減肉長さは関与しないとしたAPI/ASME FFS-1の思想と合致する。



Specimen No.1



Specimen No.5

Fig. 6 Outer view of specimens after tests

Table 2 Test results

Specimens No.	Burst pressure (MPa)
1	35.8
2	40.2
3	34.9
4	36.3
5	32.1
6	37.6
7	36.1
8	35.2

(3) 減肉配管の $MAWP_r$ と破壊圧力の比較

次に、この減肉配管に対してAPI/ASME FFS-1によって許容される最大運転圧力である $MAWP_r$ を評価し、破壊試験結果と比較することで安全マージンを確認する。本報では安全マージン SM を次式のように定義する。

$$S_M = \frac{F_{PM}}{MAWP_r} \quad (\text{Eq. 24})$$

ここで F_{PM} は、圧力や曲げ荷重による破壊荷重である。

まず、供試材の減肉配管の条件からAPI/ASME FFS-1に基づいて $MAWP_r$ を算出する。ただし、STKM13Aは機械構造用炭素鋼鋼管であることから設計基準に許容応力が示されていない。したがって、最小規定引張強さが同じ高温配管用炭素鋼鋼管JIS G3456 STPT370の常温での許容応力（JIS B 8265ベース）を用いることにする。ここで、STPT370の常温での許容応力は92MPaである。 $MAWP_r$ はEq. 5から以下のように求まる。ただし、溶接継手効率を1、減肉から離れた部位での肉厚 t_c を10mm、 FCA を0mmとする。

$$MAWP_r = \frac{92 \times 1 \times 10}{65 + 0.6 \times 10} = 12.96 \text{ MPa} \quad (\text{Eq. 25})$$

次に、減肉配管の寸法から λ 、 M_t 、 RSF をEq. 23、Eq. 22、Eq. 20から次のように算出する。

$$\lambda = 2.67 \quad (\text{Eq. 26})$$

$$M_t = 1.94 \quad (\text{Eq. 27})$$

$$RSF = 0.41 \quad (\text{Eq. 28})$$

$RSF < 0.9$ なので、減肉配管の $MAWP_r$ は次のようになる。

$$MAWP_r = MAWP \frac{RSF}{RSF_a} = 12.96 \times \frac{0.41}{0.9} = 5.90 \quad (\text{Eq. 29})$$

減肉配管の $MAWP_r$ が5.90MPaに対し、バースト試験による破壊圧力は平均36.0MPaであり安全マージンは6.1であった。今回の試験条件において、軸方向減肉長さと最小測定肉厚が同じであると、周方向減肉が変化しても十分な安全マージンをもつといえる。

大きな安全マージンを有する要因は、Fig. 1で示したような許容応力に十分な設計マージンが設定されているためである。加えて、下記の要因により安全マージンがより大きくなったと考えられる。

- 最小規定引張強さと真の引張強さの差

STKM13AはSTPT370と同じく、最小規定引張強さは370MPaである。本報で供試した炭素鋼鋼管の引張強さの値は451MPaであった。このように、最小規定値と真の値の差が大きいほど安全マージンが大きくなる。

- RSF 算出式

Eq. 28で示した RSF 算出結果が実際の残存強度係

数よりも小さければAPI/ASME FFS-1による方法は保守側に見積もったことになる。本報で供試した同材料、同ヒートの材料を用いて減肉なし配管のバースト試験を実施したところ、破壊圧力は63.1MPaであった。減肉配管と減肉なし配管の破壊圧力の比を RSF と考えると、 $RSF = 36.0 / 63.1 = 0.57$ である。今回の RSF の算出結果は $RSF = 0.41$ であり、実際より保守側の値だったので安全マージンが大きくなったと考えられる。

2. FEMシミュレーションによる破壊圧力算出

バースト試験で求めた破壊圧力をFEMシミュレーションによって算出する。精度のよい破壊圧力シミュレーションは今後の安全性データ蓄積に有効である。破壊圧力を算出するためには破壊クライテリオンを与える必要がある。本報では宮崎らが提案したクライテリオンを採用した。

(1) 解析条件

解析ソルバーにはANSYS11.0を用いた。Case1として幅の狭い減肉（ $\theta = 20^\circ$ ）を有する配管、Case2として幅の広い減肉（ $\theta = 60^\circ$ ）を有する配管、Case3として溝状の減肉を有する配管の3ケースについて解析を行った。軸方向減肉長さはいずれも75mmであり、リガメント厚さは2.5mmである。Case1がバースト試験片No.1~3に、Case2が試験片No.4~6、Case3が試験片No.7~8に対応する。解析モデルの例としてCase1の有限要素モデルをFig. 7に示す。

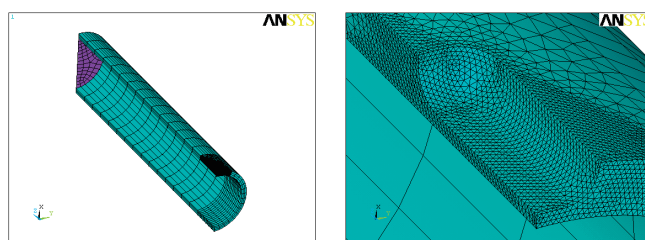


Fig. 7 Example of the finite element meshes (Case1, $\theta = 20^\circ$)

材料特性については、水圧バースト試験を行う配管の一部から試験片を採取し、引張試験を行うことで真応力-真ひずみ関係を得た。また、真破断応力 σ_{uf} と真破断延性 ε_{uf} については、塑性体積一定条件を仮定し、破断時の絞り φ と破断後の絞りが等しいとして、次のようにした。

$$\sigma_{uf} = \sigma_f^{(n)} \frac{100}{100 - \varphi} \quad (\text{Eq. 30})$$

ここで、 $\sigma_f^{(n)}$ は破断時の公称応力

$$\varepsilon_{uf} = \ln \left(\frac{A_0}{A} \right) = \ln \left(\frac{100}{100 - \varphi} \right) \quad (\text{Eq. 31})$$

配管の破断時の公称応力は315.4MPa、絞り率は68%であったので、真破断応力 σ_{uf} 、真破断延性 ε_{uf} は、

$$\sigma_{uf} = 986 \text{ MPa} \quad \varepsilon_{uf} = 1.14$$

となる。公称応力 - 公称ひずみ線図から得られる真応力 - 真ひずみ線図と、引張試験後の絞りから得られる真破断応力 σ_{uf} 、真破断延性 ε_{uf} から多直線近似を行い、Fig. 8に示すような材料モデルを得た。

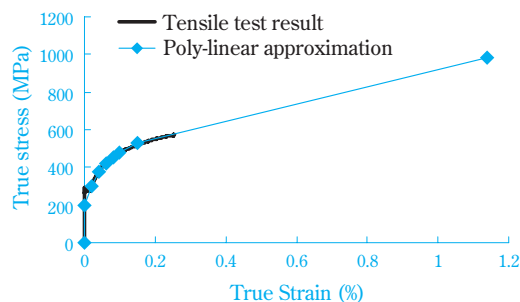


Fig. 8 Stress-strain curve for FEA

(2) ひずみ計算結果

(1)で示した解析条件で内圧を上昇させていったときの各部位での応力、ひずみを計算した。Case1とCase2についてはバースト試験においてひずみゲージ

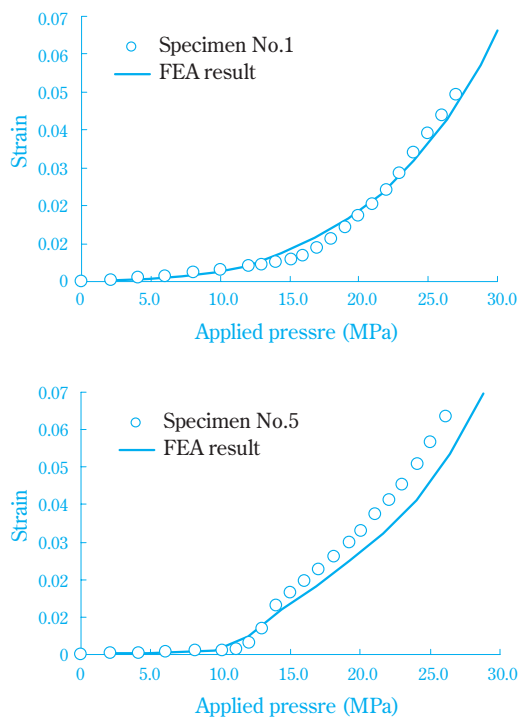


Fig. 9 Relationship between applied pressure and strain of specimens

でひずみを測定しており、その実験結果とシミュレーション結果を比較した。減肉中央部におけるひずみの変化について、バースト試験とシミュレーションを比較した結果をFig. 9に示す。両者はよく合致しておりシミュレーション結果は現実の挙動を再現できていると考えられる。この要因は、シミュレーションに与えた真応力 - 真ひずみ関係の材料特性がよく現実と一致していたためと考えられる。

(3) 破壊クライテリオン

多軸応力場における真破断延性は、単軸応力場条件となる引張試験から得られる真破断延性よりも低下する。宮崎らは、多軸応力場における破壊クライテリオンとして、静水圧が限界静水圧に達するとき破壊が生じるとしたWeissの静水圧破壊クライテリオンを拡張して、多軸応力場における真破断延性を定式化した¹⁹⁾。

宮崎らは、Ramberg-Osgood近似により応力とひずみの関係が表される場合、多軸応力状態における真破断延性 ε_{mf} と真破断応力 σ_{msf} には次式が成立するとした。

$$\left(\frac{\varepsilon_{mf}}{\varepsilon_o} \right) = \left(\frac{\sigma_{msf}}{\sigma_o} \right) + a \left(\frac{\sigma_{msf}}{\sigma_o} \right)^n \quad (\text{Eq. 32})$$

$\sigma_o = \sigma_y$ ：降伏応力、 $\varepsilon_o = \sigma_o/E$ 、 E ：弾性率、 a ：材料定数、 n ：材料定数

また、多軸応力場における真破断延性 ε_{mf} を下記のように定式化した。

$$\varepsilon_{mf} = \frac{\left(\frac{\omega m \sigma_{uf}}{\sigma_o} \right) + a \left(\frac{\omega m \sigma_{uf}}{\sigma_o} \right)^n}{\left(\frac{\sigma_{uf}}{\sigma_o} \right) + a \left(\frac{\sigma_{uf}}{\sigma_o} \right)^n} + \varepsilon_{uf} \quad (\text{Eq. 33})$$

ここで、 ω 、 m は以下である。

$$\omega = \frac{1}{1 + \alpha + \beta} \quad (\text{Eq. 34})$$

$$m = \sqrt{(1 + \alpha + \beta)^2 - 3(\alpha + \beta + \alpha\beta)} \quad (\text{Eq. 35})$$

$\alpha = \sigma_2/\sigma_1$ 、 $\beta = \sigma_3/\sigma_1$ ： σ_1 第一主応力、 σ_2 第二主応力、 σ_3 第三主応力

ここでは、破壊条件として、Eq. 33の真破断延性を用いた。具体的には、FEM解析で求めた圧力ごとの応力分布から、 ω 、 m を算出して真破断延性を求め、その部位での相当ひずみと比較して破壊の判定を行った。また、材料定数 a 、 n については、Fig. 8の材料特性から $a = 16.9$ 、 $n = 3.1$ とした。

(4) 破壊圧力シミュレーション結果

圧力と最大ひずみ発生箇所における真破断延性、相当ひずみの関係をFig. 10に示す。圧力が上昇すると相当ひずみも上昇し、真破断延性の線と交わるときに破壊すると考える。Fig. 10より、各Caseにおける破壊圧力を求めた結果をTable 3に示す。

バースト試験の結果（6本の平均が36.0MPa）と比較すると、Case1、Case2のシミュレーション結果は、

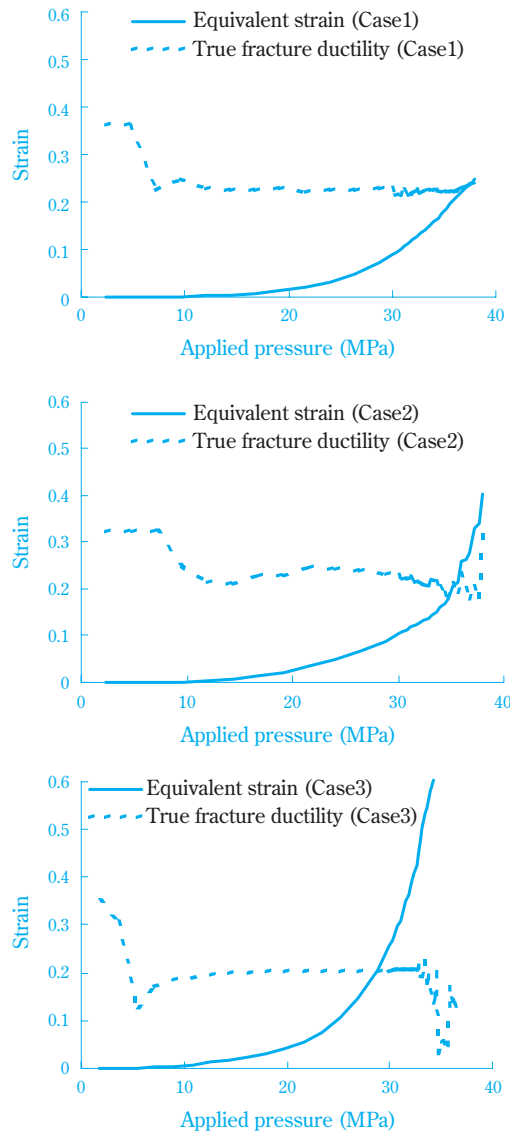


Fig. 10 Estimation for burst pressure for cylindrical vessel

Table 3 Simulation results

Case No.	Burst pressure (MPa)
1	36.8
2	35.2
3	28.8

実験とよく合致している。Case3の溝状減肉については、シミュレーション結果が28.8MPaと実験結果よりも保守側の結果となった。この原因については、多直線近似が実際と異なる可能性や、供試材の溝状減肉の加工精度（寸法、表面状態）が影響したことが考えられる。

以上のように、溝状減肉において実際よりも保守側の結果が出たが、FEMシミュレーションによって、実際の破壊圧力を概ね算出することが可能であることが示された。今後、同方法によって安全性データが蓄積されることが期待できる。

石油連盟、石油化学工業協会供用適性評価研究会での検討

石油連盟、石油化学工業協会主催の供用適性評価研究会では、主に減肉損傷の供用適性評価について、調査、検討を行っている^{9), 20), 21)}。当研究会は1999年に発足し、API/ASME FFS-1の前身であるAPI RP579のドラフト版の内容検討を行い、API RP579の初版に日本の意見を反映させたのが活動の始まりである。その後、API TG579に正式委員を送り、改定案の審議、Ballotの投票にも2002年から参加して、本報で取り上げたASMEとAPIとの共同規格であるAPI/ASME FFS-1の発行にも貢献した。ここでは、当研究会で実施した検討結果の一部について紹介する。

1. 国内のバースト試験結果とAPI/ASME FFS-1の評価結果との比較²²⁾

API/ASME FFS-1の検証を進めるためには、試験荷重は内圧だけでなく曲げ荷重を含めた結果が必要である。FFS研究会では内圧荷重、曲げ荷重、内圧と曲げの複合荷重を付加した円筒容器の破壊試験データを集めて内容を精査し、API/ASME FFS-1の安全マージンを調査した。その結果をFig. 11に示す。ここ

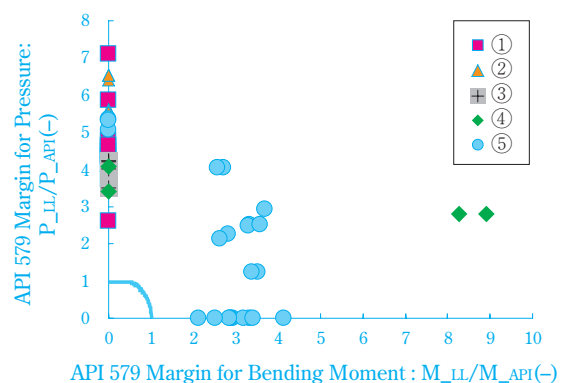


Fig. 11 Safety margin of API/ASME FFS-1 Part 5

で、データ数は合計49であり、図中の は1998年高圧ガス保安協会データ、 は1990年高圧ガス保安協会データ、 は1992年大阪府高圧ガス保安協会データ、 はJFE エンジ試験データ、 は2006年茨城県高圧ガス施設設備維持基準策定事業によるデータである。

横軸は曲げモーメントに対する安全マージン、縦軸は内圧に対する安全マージンである。バースト試験に対する安全マージンは曲げモーメントに対しても、内圧に対してもおよそ2以上あることが分かった。このことは、様々な荷重条件において安全マージンが十分維持できていることを示している。

2. 炭素鋼における高温域での引張試験データ収集

安全マージンに影響するものとして、最小規定引張強さと実際の引張強さの差を挙げた。FFS研究会では、一般的な炭素鋼について引張強さの検証を行っている。加えて、バースト試験は高温で行うことが困難なことから、300 程度までの安全性を確認することを目的に常温から300 の各温度で引張試験を実施した。その結果の一部をFig. 12とTable 4に示す。Fig. 12はSM490Aの常温から300 までの応力 - ひずみ曲線を調査したものである。最小規定引張強さ490MPaに対してどの温度域でも十分に余裕があることが示された。また、降伏応力付近での応力 - ひずみ曲線の挙動については常温から200 まではほぼ同じ挙動をしており、300 では明確な降伏応力を示さ

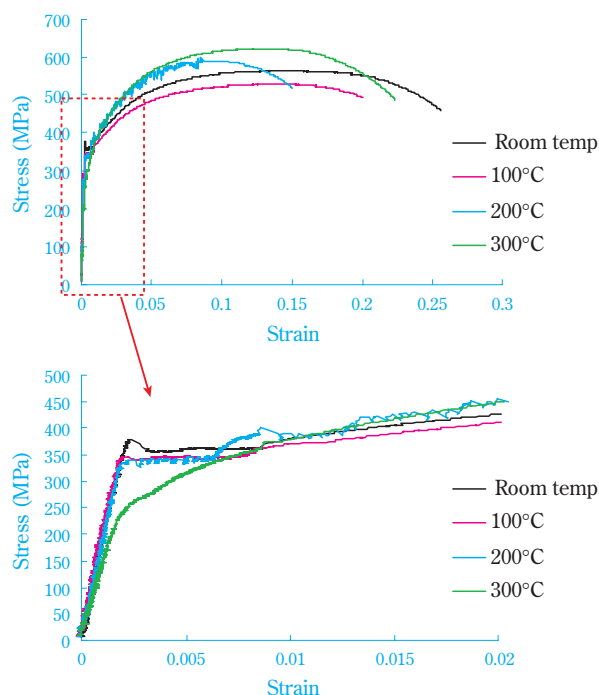


Fig. 12 Results of tensile test of SM490A

Table 4 Results of tensile test of SM490A

Room temp	
Tensile strength	561MPa
Yield stress	355MPa
100°C	
Tensile strength	525MPa
Yield stress	343MPa
200°C	
Tensile strength	597MPa
Yield stress	337MPa
300°C	
Tensile strength	621MPa
Yield stress (at 0.2%)	300MPa

なくなるものの、靱性脆性の影響もあり300 が最も引張強さが大きかった。

引張試験の結果からも、実際の引張強さが、最小規定引張強さと比較して大きいことから、API/ASME FFS-1の基本思想である $RSF = 0.9$ のときでも、十分な安全マージンを有していると考えられる

おわりに

昨今、国内のプラント圧力設備の安全確保について、高圧ガス保安法における保安検査の方法が性能規定化され、仕様規定は民間規格に委ねられることになった。検査の自由度が増す一方で、我々事業者の自主検査に対する責任も増している。その中で、最新の技術や国際基準を取り入れて、社会の要求（安全性、経済性、国際性）と合致した自主検査の方法を確立していくためには、事業者、学会、行政が協力してコンセンサスを得ていく必要がある。我々事業者の役割は、国際的な基準動向を把握、理解し、継続的に安全性データを蓄積していくことだと考える。特に、経済活動がグローバル化する中で国際基準と国内基準を一致させていくことは非常に重要である。本報では、API/ASME FFS-1の減肉損傷評価について内容を概説し安全性データを示した。この評価手法はガス事業法にかかる圧力設備において既に適用が認められている。その他の圧力設備においても、国際基準に準拠した自主検査方法の導入を目指し、これからは技術の理解とデータの蓄積を継続していく。

謝辞

本研究は、石油連盟、石油化学工業協会主催供用適性評価研究会の委員ならびにテクニカルアドバイザーの皆様から多大なご指導、ご助言を頂いた。この場を借りて深く感謝申し上げたい。

引用文献

- 1) JIS B8265 圧力容器の構造 - 一般規格, 2003 .
- 2) ASME Boiler and Pressure Vessel Code Section VIII Division 1, 2007 .
- 3) 小林 英男, 非破壊検査, 52(5), 229(2003) .
- 4) JSME S NA1 発電用原子力設備規格維持規格, 2004 .
- 5) API 579-1/ASME FFS-1 Fitness-For-Service, 2007 .
- 6) 小林 英男, 材料, 56(5), 483(2007) .
- 7) JIS B8266 圧力容器の構造 - 特定規格, 2003 .
- 8) JIS B8267 圧力容器の設計, 2008 .
- 9) 小島 郁夫, 菊池 務, 田原 隆康, 圧力技術, 44(4), 18(2006) .
- 10) 戒田 拓洋, 日本高圧力技術協会 平成18年度秋季講演会 講演概要集, 28(2006).
- 11) 町田 進, “延性破壊力学”, 日刊工業新聞社(1984), p.189.
- 12) E.S. Folias, *International Journal of Fracture Mechanics*, **1**, 20(1965) .
- 13) E.S. Folias, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, **76**, 803 (1999) .
- 14) G.T. Hahn, M. Sarrate, A.R. Rosenfield, *International Journal of Fracture Mechanics*, **5**(3), 187(1969) .
- 15) G.G. Chell, TPRD/L/MT0237/M84, ADISC, ADISC, 1984 .
- 16) J.L. Janelle, D.A. Osage, S.J. Burkhart, WRC Bulletin 505, 2005 .
- 17) T. Kaida, ASME PVP2008-61806, 2008 .
- 18) 戒田 拓洋, 日本高圧力技術協会 平成19年度秋季講演会 講演概要集, 44(2007).
- 19) 宮崎 克雅, 根布 景, 菅野 智, 石渡 雅幸, 長谷川 邦夫, 圧力技術, 40(2), 62(2002) .
- 20) 井出口 禎郎, 石崎 陽一, 田原 隆康, 圧力技術, 44(5), 25(2006) .
- 21) 大野 敦史, 宇野 義明, 田原 隆康, 圧力技術, 44(6), 27(2006) .
- 22) A. Ohno, T. Tahara, ASME PVP2008-61845, 2008 .

PROFILE



戒田 拓洋

Takuyo KAIDA

住友化学株式会社
生産技術センター
研究員

抗菌性ポリカーボネート樹脂の開発と展開

住友ダウ(株) 応用開発研究所

河 越 昭 人

はじめに

細菌やカビを制御する技術は、有史前から人類の歴史とともに発展してきた。紀元前4000年頃の古代エジプトでのミイラ作りの際には、死体を腐敗から守り保存するために、アスファルト、タール、乳香やシナモンなどで処理した後に薬草などで処理した布で覆ったとされている。西暦1600年頃の中世ヨーロッパでは、当時流行したペストなどの疫病の感染を予防する目的で、硫黄、ヒ素、水銀やローズマリーなどが抗菌剤として用いられた¹⁾。近代的な抗菌加工は、細菌類に対して強い抗菌活性を示す第4級アンモニウム塩が1935年にGerhard Domagk (1939年にNobel賞を受賞)により発見²⁾され、悪臭防止を目的として軍服に含浸加工されたことが始まりと言われている。

日本では、国民の清潔志向が反映されて、1955年には有機金属化合物を用いた抗菌加工の繊維製品が上市されたが、皮膚障害の発生により人体への安全性が問われるなど、国内市場で抗菌加工製品が順調に普及することはなかった。しかし、1970年頃から、安全性の高い薬剤の開発により、衛生加工した繊維製品の市場が拡大をし始め、1985年には抗菌靴下が大ブレイクした。さらに1990年代に多く発生した、病原性大腸菌、黄色ブドウ球菌やサルモネラ菌などによる食中毒や、抗生物質耐性菌による院内感染などの発生が追い風となり、抗菌加工製品の市場は現在まで確実に定着している。

抗菌加工製品は、繊維のほかに家電、住宅設備、建材、日用雑貨品や台所用品関連などの多岐にわたる分野で展開されており、抗菌加工されたプラスチックが多く使用されている。当社においても、銀系無機抗菌剤を用いてポリカーボネート樹脂に抗菌性を付与した製品を開発し上市したので、概要を紹介する。

抗菌加工技術の概要

プラスチックへの抗菌性能の付与には、大別し

て有機系(天然系を含む)と無機系の抗菌剤が用いられる。樹脂の種類、用途や要求される性能などにより使い分けられており、樹脂への練り込みや表面への塗布などにより、抗菌性能が付与されている。

有機系抗菌剤にはイソチアゾロン系やフェノール系、界面活性剤系など19種類の抗菌剤がある。無機系抗菌剤には、銀や亜鉛などの元素を担持したリン酸塩、ケイ酸塩、ゼオライトやシリカゲルなどの無機物質、光触媒作用を利用した酸化チタン、カルシウムやマグネシウムの酸化物などの抗菌剤がある。有機系抗菌剤は即効性があり、多くの菌に対して効果的(抗菌スペクトルがブロード)である反面、樹脂へ練り込んだ場合にはブリードアウトすることにより性能を発揮することから抗菌効果が短命である化合物や、耐熱性が低いために高い加工温度には耐えられない化合物が多い。一方で、無機系抗菌剤は有機系抗菌剤と比べて効果はあまり強くないが、練り込んだ場合には抗菌剤がポリマー中へ固定化されるために抗菌効果の寿命は半永久的で安定している。また、抗菌剤そのものの熱安定性が優れていることから高温での加工に適している。しかしながら、材料設計の際には、これら有機系及び無機系抗菌剤による効果を上手く引き出すために、抗菌性能の低下やプラスチックの変色等の不具合を想定する必要がある。

さらに、抗菌剤そのものの安全性を確認し、人体や環境への影響を配慮することも重要である。消費者の理解を得た抗菌製品と抗菌剤を提供し、情報公開を行うことを目的として1998年に発足した抗菌製品技術協議会(SIAA)では、抗菌剤の安全性基準を設けている³⁾。その基準には、急性経口毒性(ラット又はマウスの経口毒性LD₅₀で2000mg/kg以上)、変異原性(サルモネラ4菌株+大腸菌1菌株のAmes試験で陰性)、皮膚刺激性(ウサギの皮膚一次刺激性試験で弱い刺激性)及び皮膚感作性(モルモットのマキシミゼーション試験で陰性)を挙げている。

無機系抗菌剤による抗菌性は、抗菌剤からごく僅かの量が金属イオンとして溶出し、その金属イオンにより発現することが一般的である。金属イオンによる抗菌性は、オリゴジナミー効果として知られている⁴⁾。特に、安全性の見地から多くの無機系抗菌剤に使われている銀については、世界的に見ても皮膚障害などの被害は報告されていない。実際に、銀食器が紀元前の時代から用いられていること、口臭清涼剤の表面に銀の微粉末が塗布されていること、カステラや羊羹などの内包装紙に銀が用いられていることなどの身近な実例を考えると、銀の安全性は高いと言える。また一方で、銀がイオン状態の時に、5～10ppbの低濃度で大腸菌を死滅させる効果があり、微生物の増殖抑制に対して特に効果的な元素である。

銀系無機抗菌剤の菌への作用メカニズムは、正確には解明されていないが、産生されるヒドロキシラジカルやスーパーオキシドによる細胞への作用や、細胞膜にある酵素タンパク質のシステイン残基やジスルフィド結合の部位への特異的作用などについての報告はされている^{5), 6)}。

抗菌性ポリカーボネート樹脂の開発

ポリカーボネート樹脂は、優れた耐衝撃性、透明性、耐熱性や自己消火性を有し、このような優れた特性をいかして幅広い用途で採用されている。開発に当たってはこの優れたポリカーボネート樹脂の特性を保持したまま、いかに良好な抗菌性を安全に長期間発現させるかに主眼をおいた。

また、特定のアプリケーションや顧客を対象とした要求性能にフォーカスすることなく、まず抗菌性能を付与する基本技術を確立し、当社から発信するインサイド・アウト型製品としての材料設計を試みた。設計に対する自由度を大きくすることで、確立した技術を将来的に他の機能性ポリカーボネート樹脂へ応用展開することも視野に入れた。

我々の身のまわりのものに使われている一般的なポリカーボネート樹脂は、ガラス転移温度が140～150の耐熱性の高い熱可塑性樹脂である。成形加工における設定温度は通常260～320程度であり、オレフィン系の熱可塑性樹脂などと比べるとかなり高い。そのため、樹脂そのものの熱安定性が要求され、

設計の自由度の大きい製品を開発するためのハードルは非常に高い。

抗菌性ポリカーボネート樹脂の材料設計で注力した抗菌剤の選択には、抗菌剤そのものの安全性や性能の持続性、材料としての熱安定性、透明性やその他の一般物性などを踏まえ、有機系と無機系抗菌剤の中から、最もバランスの良い抗菌剤を選択した。また、他の添加剤との併用により、選択した抗菌剤による性能を最大限に引き出した。

当社が開発した抗菌性ポリカーボネート樹脂SDポリカTM AB2000Hは、上記のような設計思想と検討のもとで生まれた製品であり、ポリカーボネート樹脂本来の特性をいかした無機系抗菌剤を用いたグレードである。

抗菌効果の評価は、2000年に制定されたJIS Z 2801（抗菌加工製品 - 抗菌性試験方法・抗菌効果）に記載の方法に準じて実施した。試験方法の概略を次に示す。5cm角の平板試験片を用意し、その上に1ccあたり10⁵個の大腸菌（*Escherichia coli*）または黄色ブドウ球菌（*Staphylococcus aureus*）を含む菌懸濁液を400μL接種する。その上をポリエチレンフィルムにて覆い、35℃の条件下で24時間インキュベートする。その後に試験片とポリエチレンフィルムに付着している菌を洗い出して生菌数をカウントする。JIS Z 2801では、抗菌加工製品と無加工製品における細菌を接種培養後の生菌数の対数値の差を示す値（抗菌活性値Value of antimicrobial activity）が2.0以上であれば抗菌性があると判断される。なお、当試験法は、試験片をフィルムにて被覆することから、一般にフィルム密着法とも言われている。

Table 1に示すように、SDポリカ AB2000Hは、大腸菌と黄色ブドウ球菌に対する抗菌性能が認められている。

SIAAでは抗菌の持続性や安全性についての自主基準を設け、試験方法を独自に定めている。持続性については、抗菌加工製品の使用の態様に応じて耐水性や耐光性の処理を行い、処理後の製品がJIS Z 2801へ適合することが求められているが、SDポリカ AB2000Hは、Table 2及びTable 3に示すように、耐水性または耐光性の処理後（耐光性については区分2のみ実施）においても、大腸菌と黄色ブドウ球菌に対して良好

TM：住友ダウ株式会社商標

Table 1 Antimicrobial activity of SD POLYCA™ AB2000H

Bacteria	<i>Staphylococcus aureus</i>		<i>Escherichia coli</i>	
	CALIBRE™ 301-15	SD POLYCA™ AB2000H	CALIBRE™ 301-15	SD POLYCA™ AB2000H
Number of bacteria before incubation	2.9×10 ⁵	2.9×10 ⁵	3.0×10 ⁵	3.0×10 ⁵
Number of bacteria after incubation	5.1×10 ⁵	1.0×10 ¹	8.5×10 ⁶	1.0×10 ¹
Value of antimicrobial activity	—	4.7	—	5.9

Test organization : Kaken

Strain of bacteria : *Staphylococcus aureus* NBRC 12732*Escherichia coli* NBRC 3972

* Figures on the table are not warranted but just measured.

TM : CALIBRE is trademark of The Dow Chemical Company.

TM : SD POLYCA is trademark of Sumitomo Dow Limited.

Table 2 Antimicrobial activity of SD POLYCA AB2000H after the immersion treatment

Classification	Product coverage	Water temperature (degC)	Immersion time (hr)	Value of antimicrobial activity	
				<i>E.coli</i>	<i>S.aureus</i>
0	No opprtunity to be wet in normal use ex. Stationary goods	No immersed		6.2	4.3
1	Less opportunity to be wet in normal use ex. Sanitary goods	23	16	5.9	4.9
2	More opprtunity to be wet in normal use ex. Refrigerator	50	16	6.2	4.6
3	More opprtunity to be wet with hot water in normal use ex. Bath, Shower	90	16	6.1	3.8

* Figures on the table are not warranted but just measured.

Table 3 Antimicrobial activity of SD POLYCA AB2000H after the exposure to light

Classification	Product coverage	Exposure time (hr)	Value of antimicrobial activity	
		Xenon weather meter at 60W/m ²	<i>E.coli</i>	<i>S.aureus</i>
0	No opportunity to be exposed in normal use ex. Disposable goods	0	—	—
1	Less opportunity to be exposed in normal use ex. Indoor applications	10	—	—
2	More opportunity to be exposed in normal use ex. Outdoor applications	100	> 3.3	> 3.9

* Figures on the table are not warranted but just measured.

な抗菌性を示している。また、Table 4に示すように、SDポリカ AB2000Hに使用している無機系抗菌剤は、SIAAの定める安全性基準をクリアしている。以上

のことから、SDポリカ AB2000H はSIAA規格適合製品として認定されており、2008年10月に製品登録されている。

Table 4 Safety on antimicrobial agent used in SD POLYCA AB2000H

Test	Test Details	Industrial standards determined by SIAA*	Antimicrobial agent used in SD POLYCA AB2000H
Short-term toxicity	LD ₅₀ ; Oral toxicity against rat or mouse	2000mg/kg or more	2000mg/kg or more
Mutagenicity	Ames test with Salmonella strain and E.coli strain	Negative	Negative
Irritation	Primary skin irritation test with rabbit	Irritating weakly	Negative
Sensitisation	Maximization test with guinea-pig	Negative	Negative

* SIAA (Society of Industrial-technology for Antimicrobial Articles) is the one of working group to formulate voluntary rule for the test method, safety check and label standardization of antimicrobial products, for the purpose of giving reliability to the consumer.

Table 5 Typical properties of SD POLYCA AB2000H

Test	Test Method	Unit	SD POLYCA AB2000H	CALIBRE 301-15
Tensile Strength	ISO 527-2	MPa	60	60
Tensile Modulus		MPa	2,300	2,300
Elongation		%	60	>100
Notched Izod Impact Strength	ASTM D-256	Kgf cm/cm	55	84
Notched Charpy Impact Strength	ISO 179-2	KJ/m ²	14	70
DTUL	ISO 75-2	°C	127	126
MVR	ISO 1133	cc/10min	13	15
Optical Properties at 2mm thickness				
Total transmittance	JIS K 7361	%	88.4	89
Haze	JIS K 7136	%	5.4	0.3

* Figures on the table are not warranted but just measured.

SDポリカAB2000Hは、Table 5に示すように、当社の標準グレードであるポリカーボネート樹脂カリバー™ 301-15と比べてほぼ同等の流動性を示す。無機系抗菌剤を使用していることから、カリバー 301-15と比べて、機械的強度については低下が認められるが、アイゾット衝撃試験においては7割程度の強度を保持している。また、光学特性についても透過率は同等であり、ヘイズは良好である。従って、特に意匠性や視認性が必要とされる用途において好適に用いられることが想定される。

おわりに

抗菌加工製品の市場は現在まで確実に定着しており、今後は当社抗菌性ポリカーボネート樹脂の多岐にわたる分野での展開が期待される。また、2007年9月にJIS Z 2801に準拠した形でISO22196が制定され、抗菌加工製品はよりグローバルなものになりつつある。

TM : ザ・ダウ・ケミカル・カンパニー商標

今後は、顧客からの要求性能に応じて更なる機能性を付与した抗菌性ポリカーボネート樹脂の製品開発を図り、顧客が満足できる製品のラインナップを充実させたいと考えている。

引用文献

- 1) 高麗 寛紀, 表面科学, 22 (10), 663 (2001).
- 2) H.Otten, *Journal of Antimicrobial Chemotherapy*, 17, 689 (1986).
- 3) 抗菌製品技術協議会 (SIAA) ホームページ, <http://www.kohkin.net/>
- 4) 堀口 博, “防菌防黴の化学”, 三共出版 (1982), p.47 .
- 5) 内田 眞志, 谷口 明男, 山本 達雄, 中田 真一, 中川 善兵衛, *Bokin Bobai*, 31, 695 (2003) .
- 6) 大谷 朝男, “多様化する無機系抗菌剤と高度利用技術”, (株)アイピーシー (1997), p.31-32 .

除塵用粘着テープ カットクリーンローラー

当社では、長年の経験を元にクリーン度が要求される環境下でお使い頂けるテープを開発し、拡販を進めております。

■用途

インライン転写タイプ：プリント配線基板、
フィルム・シート製造ライン用
ハンドタイプ：床・作業台・衣服などの一般清掃用

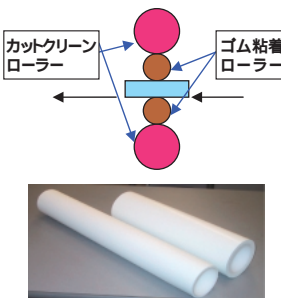
■特徴

- ① 除塵性に優れる
粘着剤の最適設計により、適度な粘着性を有し、
除塵性に優れる。
基材エンボス面塗工により接地面積が増え、微細な埃をしっかりと取る。
- ② 手切れ性に優れる
基材にエンボス加工を施し、どこでも簡単にきれいに手で切れる。
カット時に刃物が不要のため、粘着剤がはみ出ず、異物混入が少ない。
- ③ 対象物の汚染が極めて少ない
粘着性能と汚染性のバランスの取れた粘着設計
- ④ プラスチックコア使用
コアをプラスチックにすることにより、紙粉の弊害等を除去

■製品規格一覧

タイプ	幅 (mm)	長さ (m)	コア内径 (mm)	粘着力 (N/25mm)
インライン転写タイプ	410～1300	20	76φ	4
ハンドタイプ	80～320	10～25	38φ	4

インライン転写タイプ
カットクリーンローラー



ハンドタイプ
カットクリーンローラー



当社ではこの他にも、手切れ性に優れた養生用・防水気密用・梱包用、両面テープなど幅広い粘着製品を扱っております。

コンタクト先：住化プラスチック株式会社 粘着資材部
〒104-8260 東京都中央区新川2-27-1
TEL：03-5543-5437 FAX：03-5543-5935
URL：http://www.sumikapla.co.jp/tape/index.shtml

あらゆる花と観葉植物の害虫退治を1本で！

アブラムシ退治におすすめ レインボーフラワー®EX

レインボーフラワー®EXは、プランターや鉢で育てているあらゆる花や観葉植物のアブラムシ駆除と肥料補給が一度に出来る便利な殺虫肥料アンプルです。

「室内やベランダで使いたい」「小さな子供やペットがいるから飛び散る薬剤は使いたくない」「殺虫剤をまくのは面倒」などの声に応えたのがこのレインボーフラワー®EXです。

特長としては・・・

- ① アンプル容器入りだから、手を汚さずに薬剤が使える。
- ② 植物の株元に挿すだけだから、簡単に使える。
- ③ 薬剤が飛び散らないから、使用場所を選ばずに使える。
- ④ 殺虫成分と肥料成分を根から吸収させるのでムラなく効く。
- ⑤ カイガラムシにも効果あり（シンビジウムに適用）。

など使い勝手のよい殺虫肥料アンプルなので、ガーデニングシーズンに活躍間違いなしです。



コンタクト先：レインボー薬品株式会社
〒116-0014 東京都荒川区東日暮里6-60-10
TEL：03-6740-7777 FAX：03-6740-7000

シロアリ防除剤 天然ピレトリンMC「ES」

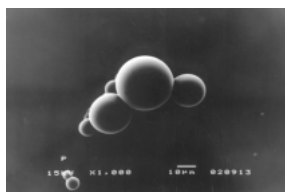
除虫菊（シロバナムシヨケギク）の花から抽出した“除虫菊エキス”を、一般に“天然ピレトリン”と呼んでいます。この天然ピレトリンは、古くから農薬や、蚊取り線香等の防疫用殺虫剤として使われてきた有効成分ですが、光や水による分解を受けやすく、シロアリ防除や木材保存分野などの長期残効性が要求される分野では、使用が困難なものでした。そこで、当社では、この天然ピレトリンをマイクロカプセル化した製剤にすることによりその弱点を克服し、様々な分野での使用を可能にしました。

この技術を使用し、国内唯一の天然ピレトリンを活性成分とするマイクロカプセル化製剤、天然ピレトリンMC「ES」を開発・上市し、業界内外より好評を得て年々需要が増加しております。

天然ピレトリンMC「ES」は土壌処理用と木部処理用があり、それぞれ（社）日本木材保存協会（認定番号A-4212、A-5395）および（社）日本しろあり対策協会（認定番号第3476号、第7296号）の認定を受けております。



除虫菊



マイクロカプセルの
電子顕微鏡写真

■ 用法・用量

- 土壌用：水で100倍に希釈して、
1m²当たり3Lまたは5Lを散布する。
- 木部用：水で20倍に希釈して、
1m²当たり300mLを処理する。



天然ピレトリンMC「ES」各1kg
(左：木部用 右：土壌用)

コンタクト先：住化エンピロサイエンス株式会社 環境薬剤部門 西日本営業部
〒663-8114 兵庫県西宮市上甲子園4-3-4
TEL：0798-38-2328 FAX：0798-38-2336
URL：<http://www.sumika-env-sci.jp/>



次世代の化学品安全情報管理データベースを構築、運用開始

当社は、化学品の安全管理に関する情報を統合・管理する社内データベースとして、「化学品総合管理システム (SuCCESS : Sumitomo Chemical Comprehensive Environmental, Health & Safety Management System)」を構築し、このほど運用を開始しました。

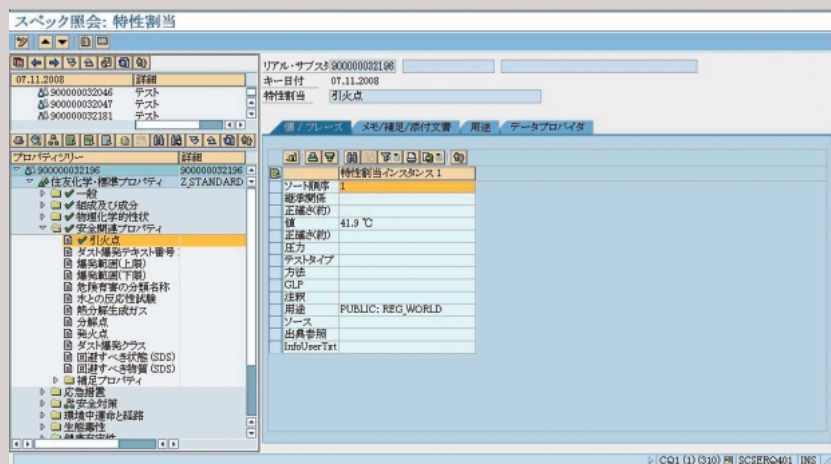
「SuCCESS」は、SAPジャパン(株)が供給する「SAP Environment, Health & Safety (SAP EH&S)」を基盤としており、システムの導入にあたってはソリューションパートナーとして(株)日立製作所、国際法規関連情報のアウトソース先として米国の3E Companyの参画を得ました。SAP EH&Sは、グローバルにビジネスを展開する欧米の多くの大手化学メーカーで導入されているデファクトスタンダードとも言えるデータベースシステムであり、国際対応も視野に入れた本システムの本格導入は、日本の化学メーカーとして初めての事です。

適正な化学品管理の重要性に対する認識が世界的に高まる中、年々強化される化学品規制への適切な対応や、リスク評価に基づく安全性確保のための取り組みを推進するために、化学品の安全性情報を収集し管理することがきわめて重要になってきています。当社は社内に専門の安全性研究組織を有し、先端技術を駆使しながら、化学品の開発、製造、販売、使用、廃棄といったライフサイクルの各段階を想定したリスク評価・管理を行うとともに、独自に情報管理システムを構築し運用してきたところですが、長年にわたり蓄積してきたこれらデータも活かしながら、当社が取り扱う全ての化学品についての安全性や適用法規、MSDS等に関する情報を「SuCCESS」で一元管理することにより、全ての社員がイントラネットを通じて必要な情報を閲覧しリスク管理に活用することができる体制が整いました。

当社は引き続き、「SuCCESS」を有効に活用し、WSSDの2020年目標に向けた適切な化学品管理の推進に、全社を挙げて取り組んでまいります。

WSSDの2020年目標

2002年に開催された「持続可能な開発に関する世界首脳会議 (The World Summit on Sustainable Development : WSSD)」において提唱された、「2020年までに化学物質の製造・使用が人の健康や環境にもたらす著しい悪影響を最小化することを目指す」という化学物質管理における国際的な目標。その実現に向けて、国連環境計画を推進母体とする「国際的な化学物質管理に関する戦略的アプローチ (SAICM)」や、SAICMと方向性を共有しつつ実施する化学産業界の自主的な対応として提唱された「Global Product (Stewardship) Strategy (GPS)」といった取り組みが進められている。



SuCCESSの画面

筑波研究所 有機合成新棟を竣工

当社はこのほど、筑波研究所内に建設中であった有機合成研究棟を完成・稼動開始させました。同合成棟は、当社独自技術による新規機能性有機材料の合成研究を安全、効率的に実施するためのものです。中でも高分子有機ELに関しては、2007年に当社が完全子会社化したケンブリッジ・ディスプレイ・テクノロジー社 (CDT社) と共に新規材料を創生する研究・開発の拠点であり、材料の工業化研究を行う春日出地区、2008年に愛媛工場内に完成した「デバイス開発センター」と並ぶ重要な設備です。

本研究棟前には、「創業垂統」という孟子の言葉を刻んだ石碑を設置しました。「事業のもとをつくり、後世に続く手がかりを残す」という意味で、筑波研究所の使命にふさわしい言葉です。

業(ぎょう)を創(はじ)め、統(とう)を垂(た)る。「統」とは「事業のはじめ、いとぐち」。「垂」は「後世に遺す」の意。



筑波研究所 有機合成新棟



石碑

スミペックス・テックシート社 台湾において営業開始

当社は、既にタイに「スミペックス・タイランド社」を設立し2002年から製造、販売を行ってきておりますが、このほど台湾に新たな製造・販売拠点として「スミペックス・テックシート社」を設立し、本格的な営業活動を開始いたしました。

同社は、台湾においてメチルメタクリル（MMA）シートの製造・販売を行うことを目的としていますが、将来的にはここを拠点にアジア、欧米、オセアニアを中心とする海外の顧客に、きめ細かく迅速に製品を供給できる体制を構築していきたいと考えています。

当社は今後も、モノマー事業に加え川下製品であるシート事業のグローバル化を積極的に展開し、MMA事業の競争力強化、一層の拡大を図ってまいります。

【スミペックス・テックシート社 会社概要】

会社名：Sumipex TechSheet Co.,Ltd
所在地：台湾高雄市楠梓輸出加工区内
代表者：増田 力
資本金：273百万NT\$（約740百万円）
株 式：住友化学(株) 100%
設 立：2008年8月
事業内容：MMAシートの製造・販売
生産能力：1万トン/年
従業員数：76名（2009年1月現在）



スミペックス・テックシート社

電池部材事業部を新設

当社は、このほどリチウムイオン二次電池用セパレータ ペルヴィオ®を取り扱う「電池部材事業部」を情報電子化学部門に新設いたしました。

ペルヴィオ®は、当社が長年培ってきた有機合成技術、ポリマー成形加工技術を生かし、ポリオレフィン基材とアラミド耐熱層を組み合わせた独自技術により開発した耐熱性に優れたセパレータで、高性能で信頼性の高い電池部材として需要家から高く評価されています。これまで、ペルヴィオ®については、本社部門において研究開発や販売を行ってまいりましたが、事業の一層の基盤強化と早期拡大を図るため、本事業を独立させ、情報電子化学部門に移管したものです。

今後は、情報電子化学部門が液晶ディスプレイ用部材のビジネスで培ってきた組立型の加工技術やノウハウを活用するとともに、製造、販売、研究、品質保証にわたる連携を一層強化することで、顧客ニーズにさらに迅速、的確に対応していく方針です。



ペルヴィオ®

ティーエスアグロ(株) 被覆配合肥料製造設備を竣工

当社と多木化学(株)の合併会社 ティーエスアグロ(株)は、このほど新設した被覆配合肥料製造設備の竣工式を行い、商業運転を開始しました。

昨今、消費者の食の安全に対する意識の高まりや食料自給率低下の問題などから、安全で安心な国産農産物を安定的に供給することが強く求められています。また、日本の農業経営は規模拡大と同時に農家の高齢化が進んでいること、国際的な資源価格の高騰により肥料の原料も中期的に高騰していることから、肥料の効率を高めると同時に農産物の省力、安定生産に貢献する資材が求められています。

被覆配合肥料は肥料成分の溶出を作物の生育に合わせて制御する肥料であり、施肥の効率化と省力安定生産を実現する資材として注目されています。

今後の需要拡大に対応するために、当社と多木化学(株)はそれぞれが有する高機能性肥料の製造技術を融合して生産を一層効率化することが最適であると考え、2008年5月に合併会社を設立して製造設備の建設を進めてきたものです。

当社は多木化学(株)と共に、ティーエスアグロ(株)を通じて多様化する農家のニーズに迅速に対応した被覆配合肥料の製造を行い、今後とも肥料事業の積極的な展開を通じてわが国農業に貢献していく所存です。



ティーエスアグロ(株) 被覆配合肥料製造設備

【新設した被覆配合肥料製造設備の概要】

1. 製造能力 約2万トン/年
2. 設置場所 多木化学(株)本社工場内
3. 操業開始 2008年12月1日

大阪工場

(大阪府大阪市)

敷地面積

271,100m²(春日出)
5,300m²(歌島地区)
30,300m²(岐阜プラント/岐阜県安八町)
72,400m²(岡山プラント/岡山県倉敷市)多様なニーズに対応する
ファインケミカルの中核工場

大阪工場(春日出)の沿革

大阪駅(梅田)から西に約5キロ、ユニバーサル・スタジオ・ジャパンなど近年開発が盛んな此花区に大阪工場は立地しています。大阪工場の前身は、1916年、合成染料の国産化を目的として設立された日本染料製造(株)でした。わが国で初めて合成染料の生産が行われたのが当工場、その後民間への払い下げ、1944年の住友化学工業(株)(当時)との合併等を経て住友化学(株)大阪工場となりました。以来、時代の要請に応じて有用な技術や新しい製品を生み続け、現在では染料をはじめ、高分子添加剤、ゴム用薬品、医薬原体・中間体、電子材料、農薬など幅広い製品群を生産しています。

住化ファインケム(株)との統合

2004年7月における住化ファインケム(株)との事業統合に伴い、現在ではパイロット規模での試作及び高付加価値の小規模生産を担う「歌島試製部」、医薬化学品を含めた各種スペシャルティケミカル品の生産に対応した「岡山プラント」「岐阜プラント」が生産ネットワークに加わりました。大阪工場は、各プラントそれぞれの強みを活かしつつ、工場間の柔軟な連絡体制により、多様なニーズに対応するファインケミカルの中核工場として機能しています。

各プラント紹介

<歌島試製部>

歌島試製部の沿革は1948年に、医薬品の製造を目的として当社の出資で淀川製薬(株)が設立されたとき



空から見た大阪工場(春日出)

まで遡ります。歌島試製部では、研究部門で開発されたプロセスのスケールアップ検討を行っており、パイロット規模での試作を通じて、工場での商業生産に必要な化学工業データを取得し、安全かつ安定した生産が可能となるようにラボ検討と実生産を繋ぐ役割を果たしています。

<岐阜プラント>

岐阜プラントは、1971年に淀川製薬(株)によって建設され、マルチパーパスの医薬化学品工場として発展してきました。近年求められている高度な品質管理に対応し、独自製法や新規合成法による高付加価値品の生産比重を高めています。



岐阜プラント

<岡山プラント>

岡山プラントは、1915年に当地の繊維産業向けに染料の生産を開始して以来、幾多の変遷を経て医薬化学品、高分子添加剤、写真薬など各種スペシャルティファインケミカルを生産できるマルチパーパス化を進めてきました。開発段階で小規模生産から大規模生産まで各段階に応じた生産が可能であり、かつGMPに対応した体制をとっています。



岡山プラント

精密化学品研究所

(大阪府大阪市)

Synthetic Specialty
Chemicals 事業に特化

精密化学品研究所の沿革

精密化学品研究所は、大阪府大阪市の当社大阪工場内に立地する、精密化学部門のカンパニー研究所です。2003年6月にコーポレート研究所である有機合成研究所から一部のグループが独立して発足。その後2004年7月の住化ファインケム(株)との事業統合に伴い、同社の研究部門を新たに加えて、現在に至っています。研究所としての歴史は比較的浅いですが、当社における精密化学品部門の研究の歴史は古く、染料の開発を出発点として、時代の要請に応じ、種々のファインケミカル製品の開発を行ってきました。

研究所の構成と研究分野

研究グループの構成は、此花区の春日出地区内にある機能化学品グループと、西淀川区の歌島地区内にある医薬化学品第一、第二、第三グループおよび医薬化学品開発グループとなっています。

機能化学品グループでは、主に樹脂用添加剤、機能性ゴム薬品、機能性樹脂エマルジョン、蓄電材料の4つのドメインに関する種々の新規な機能性化学製品の開発などを行っています。例えば、当社で独自に開発した添加剤であるスミライザー®シリーズは、用途に応じて様々な樹脂製品に使用されており、これらの添加剤の性能評価を行い、開発品の新たな用途展開を図るとともに、より高機能な添加剤の創出を目指した研究も行っています。

医薬化学品の各グループでは、当社の誇る有機合成力を武器に、クロスカップリング、不斉合成、選択的アミド化、エポキシ化などの独創性豊かな基幹技術を用いた画期的な製法を提案することにより、



添加剤と樹脂製品

国内外の大手製薬会社など幅広い顧客とビジネスパイプを構築、信頼を得ています。また、高い生産技術開発力、cGMP対応力を兼ね備えた、競争力のある工業化プロセスの開発も併せて行っています。

また、これらの基幹技術の構築にあたって、国内外の大学および各種研究機関との共同研究も積極的に進めています。

将来展望

精密化学品研究所では、時代にニーズの変化に伴い、今後は高度な有機合成技術（精密合成技術）を基盤とした“Synthetic Specialty Chemicals”事業に特化した研究所を目指しています。また、自動車、IT、環境、エネルギーなど成長が期待される分野でも、精密合成技術をフル活用し、将来の精密化学部門の柱となる新規事業の探索・育成に注力しています。

国内事業所所在地
○ 本社・支店
● 工場・研究所

岐阜プラント
岡山プラント



大阪工場
精密化学品研究所



空から見た歌島地区
(大阪工場 歌島試験部、精密化学品研究所)

外部表彰受賞紹介



Yasuhiko MORI



Hiroaki ABEKAWA



Kouhei SEKI



Tetsuya SUZUTA



Tadashi ABE

平成20年度 化学工学会 技術賞

生産技術センター	森	康彦
有機合成研究所	阿部川	弘明
基礎化学品研究所	関	航平
生産技術センター	鈴田	哲也
住友ケミカルエンジニアリング(株)	阿部	忠

業績

「新規塩酸酸化プロセスの開発と工業化」

当社の独自開発技術である「新規塩酸酸化プロセスの開発と工業化」が「第4回グリーン・サステナブル ケミストリー (GSC) 賞」、「平成17年度日本ソーダ工業会 技術賞」に続き、「化学工学会 技術賞」を受賞した。

今回の受賞は、画期的な新規高性能触媒開発とユニークな固定床反応プロセス開発により工業化され、経済面ばかりでなく環境、省資源、省エネルギーの観点から化学産業全般に対して技術的に貢献するところ大である点が高く評価されたものである。

第8回グリーン・サステナブル ケミストリー(GSC)賞 経済産業大臣賞

住友化学株式会社

業績

「クメンを循環利用するプロピレンオキシド新製法の開発と工業化」

新製法は、クメンを循環利用すること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シド(PO)だけを生産できる世界初の新しいIPO単産法技術である。プロセスの鍵となる高性能エポキシ化触媒の開発に成功するとともに、全ての反応熱の有効利用を徹底することにより、従来の製法と比べ格段に高い製品収率と省エネルギーを実現した。本プロセスは、副生物を出さず、目的物だけを効率的に合成するグリーンケミストリーを実践したものであり、今後の発展が大いに期待される。





Takaaki ITOH

日経BP社 第7回日本イノベーター大賞 優秀賞

ベクターコントロール事業部

伊藤 高明

この賞は、日本の産業界で活躍する独創的な人材にスポットを当てることにより日本に活力を与えようと、2002年に日経BP社が創設した賞である。第7回目となる今回、優秀賞を受賞した。

受賞理由は、毎年100万人以上が死亡するというマラリアの脅威からアフリカの人々を救うオリセツト® ネットの開発、またそのネットのアフリカでの現地製造による雇用創出という、日本の国際貢献のあり方に一石を投じたことにあった。



Toyokazu TADA

日本非破壊検査協会 平成20年度秋季講演大会 新進賞

生産技術センター

多田 豊和

業 績

「光ファイバAEを用いたCUI検査技術の開発」

保温材下腐食（CUI）は、長年稼動している化学プラントにおいて深刻な劣化現象の一つであり、保温材の取り外し作業を必要とせず、かつ防爆要求の多いプラント設備に対応したCUI検査技術の開発が強く求められている。そこで、元々防爆性能のある光ファイバドップラセンサに着目した新しいCUI検査手法の開発を試みた。結果、腐食AEを最長約4000mmでも捕捉可能であることを示した。光ファイバ型AEセンサは元々防爆性を有するため、石油化学プラントのような防爆地域を有するプラント内においてもセンサ部の常設が可能となる。



Rina SAIKI

化学工学会第40回秋季大会 粒子・流体プロセス部会シンポジウム賞 奨励賞

生産技術センター

斉木 理奈

業 績

「気泡塔内液混合性の数値予測および検証実験」

気泡塔の性能は、気泡によって攪拌されることによる液混合性に依存する。そのため、その液混合性を適切に予測可能な気液二相流解析技術が求められていた。本研究ではまず、電解質溶液を用いた実験を通して気泡塔内の液混合性を把握し、そのデータを用いて既存解析モデルの予測精度を評価した。さらに、その結果を基にモデルを改良し、流体解析による液混合性予測を可能にした。

主な投稿論文・口頭発表

(2008年7月1日～2008年12月31日)

高分子材料

オレフィン系熱可塑性エラストマー エスポレックス
TPEの用途展開

岡田 暁夫 (石油化学品研究所)

プラスチックエージ, 54(7), 60(2008)

The Influence of Morphology on the Flame Retardancy of Polypropylene/Poly (2,6-dimethylphenylene ether) Alloys

森富 悟 (石油化学品研究所)

42nd MACRO 2008 (台湾) 2008年6月29日 - 7月4日

Lamella Morphology and Phase Transition of Polyethylene with Precisely Sequential Short Chain Branching

細田 覚, 野末 佳伸, 川島 康豊, 永松 龍弘, K. Wagoner*, E. Berde*, G. Rojas*, T. Baughman* (石油化学品研究所, *University of Florida)

International Conference on Polyolefin Characterization 2008 (スペイン) 2008年9月14日 - 17日

Two-Shot Molding Materials for Interior Applications

三浦 悠, 久山 徹也, 布施 一芳, 伊地知 靖人, 山口 登 (石油化学品研究所)

2008 SPE Automotive TPO Global Conference (米国) 2008年10月6日 - 8日

省燃費タイヤ向けポリマーの開発

林 真弓 (石油化学品研究所)

高分子学会北海道支部 23rd Summer University in Hokkaido (北海道) 2008年8月29日

可溶性LCPを用いた低熱膨張・低吸湿膨張ガラスクロスプリブレグの開発

沈 昌補 (情報電子化学品研究所)

マイクロエレクトロニクスシンポジウム 2008 (MES2008) (京都) 2008年9月18日 - 19日

無機・金属材料

高純度アルミニウムの極低温用途への展開

安田 均, 田淵 宏 (基礎化学品研究所)

軽金属, 58(7), 335(2008)

住友化学株式会社 - 住友化学のアルミニウム

田淵 宏 (基礎化学品研究所)

軽金属, 58(7), 352(2008)

Study on Inverse Spinel Zinc Stannate (ZTO) as Transparent Conductive Films Deposited by Rf Magnetron Sputtering

佐藤 泰史*, 清原 淳*, 長谷川 彰, 服部 武司, 石田 雅也, 重里 有三* (筑波研究所, *青山学院大学)

2nd International Symposium on Transparent Conductive Oxides (IS-TCO 2008) (ギリシャ) 2008年10月22日 - 26日

6N超高純度アルミニウムの開発と電気伝導・熱伝導の評価

安田 均, 田淵 宏, 都丸 隆行*, 鈴木 敏一*, 山本 明* (基礎化学品研究所, *高エネルギー加速器研究機構)

第79回低温工学・超電導学会 (高知) 2008年11月12日 - 14日

高活性可視光応答型光触媒

酒谷 能彰, 村田 誠, 奥迫 顕仙, 須安 祐子, 江川 貴将, 沖 泰行, 小池 宏信* (基礎化学品研究所, *無機材料事業部)

光機能材料研究会 第15回シンポジウム「光触媒反応の最近の展開」(神奈川) 2008年12月2日

精密化学 (有機ファイン) 関連製品

ハイブリッド型酸化防止剤の作用と効果

相馬 陵史, 木村 健治 (精密化学品研究所)

2008年度高分子の崩壊と安定化研究討論会 (東京) 2008年12月18日

農業化学関連製品

Lethal Dose and Horizontal Transfer of Bistrifluron, a Benzoylphenylurea, in Workers of the Formosan Subterranean Termite (Isoptera: Rhinotermitidae)

久保田 俊一*¹, 庄野 美德*¹, 水戸 信彰, 角田 邦夫*²

(農業化学品研究所, *¹生活環境事業部, *²京都大学)
Journal of Pesticide Science, 33(3), 243(2008)

Field Evaluation of Spatial Repellency of Metofluthrin-Impregnated Plastic Strips against *Anopheles Gambiae* Complex in Bagamoyo, Coastal Tanzania

川田 均*², Emmanuel A. Temu*², Japhet N. Minjas*³,
 松本 修, 岩崎 智則*¹, 高木 正洋*² (農業化学品研究所, *¹生活環境事業部, *²長崎大学, *³Muhimbili University College of Health Science)
Journal of the American Mosquito Control Association, 24(3), 404(2008)

Pyridalyl Inhibits Protein Biosynthesis in Insect, but not Mammalian, Cell Lines

守屋 康子*¹, 平倉 説子*¹, 小林 淳*¹, 尾添 嘉久*²,
 齋藤 茂, 内海 俊彦*¹ (農業化学品研究所, *¹山口大学, *²島根大学)
Archives of Insect Biochemistry and Physiology, 69, 22 (2008)

電熱蚊香片現場防治蚊虫の研究

徐仁权*, 冷培恩*, 刘洪霞*, 徐劲秋*, 王士珍*, 范明秋*, 周毅彬*, 久保田 俊一 (生活環境事業部, *上海市CDC)
 中華衛生殺虫薬械 (*Chinese Journal of Hygienic Insecticides and Equipments*), 14(6), 462(2008)

Chelating Agent and Stabilization of the Formulation

上月 由美子, 大坪 敏朗*¹, 佐々木 満*² (農業化学品研究所, *¹農業化学業務室, *²神戸大学)
ASTM 29th Symposium on Pesticide Formulations and Delivery Systems (米国), 2008年9月30日 - 10月2日

Selecting and Resorting of Alternative Solvents

上月 由美子, 大坪 敏朗* (農業化学品研究所, *農業化学業務室)
ASTM 29th Symposium on Pesticide Formulations and Delivery Systems (米国), 2008年9月30日 - 10月2日

The Biological Activity of Metofluthrin, an Innovative Spatial Mosquito Repellent

石渡 多賀男, 菅野 雅代, John Lucas*², 岩崎 智則*¹,
 庄野 美德*¹ (農業化学品研究所, *¹生活環境事業部, *²Sumitomo Chemical(U.K.)plc)
20th Federation of Asian & Oceania Pest Managers Associations (東京), 2008年11月4日 - 6日

新規微生物殺虫剤ゴッツA®の特徴

木村 晋也 (農業化学品研究所)
 第8回昆虫病理研究会 (山梨), 2008年9月11日 - 13日

新規ネオニコチノイド系殺虫剤クロチアニジンの開発 (受賞講演)

采女 英樹, 高延 雅人, 横田 篤宜, 赤山 敦夫 (農業化学品研究所)
 2008年度日本農芸化学会関西支部大会 (京都), 2008年9月12日 - 13日

アミド系殺菌剤の探索研究

阪口 裕史, 相馬 聖人 (農業化学品研究所)
 日本農薬学会 第23回農薬デザイン研究会 (東京), 2008年11月6日

殺虫剤N - フェニルアミジン誘導体の合成と構造活性相関

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)
 日本農薬学会 第23回農薬デザイン研究会 (東京), 2008年11月6日

除草フロアブル剤の拡散性評価

岡田 由紀夫, 加茂 大作, 塚本 修, 水谷 基文 (農業化学品研究所)
 日本農薬学会 第28回農薬製剤・施用法シンポジウム (茨城), 2008年11月6日 - 7日

半 導 体 関 連 製 品

Improved Contact Resistance in AlGaIn/GaN Heterostructures by Titanium Distribution Control at the Metal-Semiconductor Interface

佐沢 洋幸, 本多 祥晃, 秦 雅彦, 長谷川 彰, 濱松 浩, 清水 三聡*¹, 奥村 元*¹, 櫻井 岳暁*², 秋本 克彦*² (筑波研究所, *¹(独)産業技術総合研究所, *²筑波大学)

Applied Physics Express (APEX) 1(8), Article No.: 081101(2008)

Highly Oriented Bisazomethine Dye Thin Film for Field-Effect Transistors

青山 哲也^{*1}, 佐藤 未英^{*2}, 田中 利彦, 渡辺 哲^{*3},
ジャン・クロード・リヴィエル^{*1}, 松本 真哉^{*2}, 松本
睦良^{*3}, 和田 達夫^{*1} (筑波研究所, ^{*1}理化学研究所,
^{*2}横浜国立大学, ^{*3}東京理科大学)

*the 8th International Symposium on Functional Π -
Electron Systems* (オーストリア) 2008年7月21日 -
25日

Below-Gap Levels in InGaAs High-Electron-Mobility Transistors Observed by Two-Wavelength Excited Photoluminescence

山口 朋彦^{*1}, 岡本 篤^{*1}, 福田 武司^{*1}, 鎌田 憲彦^{*1},
板谷 太郎^{*2}, 高田 朋幸 (筑波研究所, ^{*1}埼玉大学,
^{*2}(独)産業技術総合研究所)

*2008 International Conference on Solid State Devices
and Materials* (茨城) 2008年9月23日 - 26日

Improved Ohmic Contact Performance of Ti/Au Metal System on AlGaIn/GaN Heterostructure by Ti Distribution Control

佐沢 洋幸, 本多 祥晃, 秦 雅彦, 長谷川 彰, 清水 三
聡^{*1}, 奥村 元^{*1}, 櫻井 岳暁^{*2}, 秋本 克彦^{*2} (筑波研
究所, ^{*1}(独)産業技術総合研究所, ^{*2}筑波大学)

*International Workshop on Nitride Semiconductors
2008* (スイス) 2008年10月6日 - 10日

二波長励起PL法を用いた高電子移動度トランジスタ用InGaAsの禁制帯内準位の測定

山口 朋彦^{*1}, 岡本 篤^{*1}, 福田 武司^{*1}, 鎌田 憲彦^{*1},
板谷 太郎^{*2}, 高田 朋幸 (筑波研究所, ^{*1}埼玉大学,
^{*2}(独)産業技術総合研究所)

2008年秋季第69回応用物理学会学術講演会 (愛知),
2008年9月2日 - 5日

光学・表示関連製品

Alignment Properties of Hydrogen-bonded Mesogens of Supramolecular Liquid-Crystalline Network Films Coated on an Alignment Layer

山原 基裕, 加藤 隆史^{*} (情報電子化学品研究所, ^{*}東
京大学)

*ILCC 2008 (the 22nd International Liquid Crystal Con-
ference)* (韓国) 2008年6月29日 - 7月4日

Light-Emitting Polymers for Full Color OLED

大西 敏博 (筑波研究所)

US-Japan POLYMAT 2008 Summit (米国) 2008年8
月10日 - 13日

大型有機ELテレビに向けた高分子発光材料技術の進展

関根 千津 (筑波研究所)

FPD International 2008 (神奈川) 2008年10月29日 -
31日

偏光フィルム用染料の開発

芦田 徹 (情報電子化学品研究所)

色材協会 2008年度色材研究発表会 (愛知) 2008年9
月11日 - 12日

光る高分子の開発

大西 敏博 (筑波研究所)

有機EL 討論会 第7回例会 (石川) 2008年11月20
日 - 21日

有機合成

Process Development of a Key Building Block for Anti-AIDS Drugs by Proline Catalyzed Enantio-Selective Direct Cross Aldol Reaction

池本 哲哉, 渡邊 要介, 友川 淳一, 川上 武彦, 上北 泰
生, 栗本 勲 (精密化学品研究所)

第1回プロセス化学国際シンポジウム (京都) 2008
年7月30日

触媒

Phenoxy-based Transition Metal Complexes for Olefin Polymerization

花岡 秀典 (有機合成研究所)

*Pre-Symposium of 14th International Congress on
Catalysis (ICC 14)* (京都) 2008年7月8日 - 12日

Manganese Catalysts with Scorpionate Ligands for Olefin Polymerization

並河 正明, 宮竹 達也, 藤澤 清史* (石油化学品研究所, *筑波大学)

23rd International Conference on Organometallic Chemistry (ICOMC2008)(フランス) 2008年7月13日 - 18日

Oxidation of Cyclohexane with Molecular Oxygen in Presence of Co-Salen Complex Catalysts

池口 真之 (基礎化学品研究所)

10th International Symposium "Activation of Dioxygen and Homogeneous Catalytic Oxidation" (ADHOC 2008)(イタリア) 2008年7月20日 - 25日

バイオプロセス

Engineering of NADPH-dependent Aldo-keto Reductase from *Penicillium citrinum* by Directed Evolution to Improve Thermostability and Enantioselectivity

朝子 弘之, 清水 将年, 伊藤 伸哉* (有機合成研究所, *富山県立大学)

Appl Microbiol Biotechnol, 80, 805(2008)

化学工学

気泡塔内液混合性の数値予測および検証実験

齊木 理奈 (生産技術センター)

化学工学会 第40回秋季大会 (宮城) 2008年9月24日 - 26日

反応晶析によるDL-メチオニン結晶形態、結晶多形、高密度

餘舩 拓哉*, 羽田 麻衣子*, 松岡 正邦*, 古泉 善行 (生産技術センター, *東京農工大学)

化学工学会 第40回秋季大会 (宮城) 2008年9月24日 - 26日

シミュレーションを活用した気泡塔設計支援のコツ ～失敗を回避するために～

島田 直樹 (生産技術センター)

化学工学会 流体・粒子プロセス部会 気泡塔分科会 気泡塔サロン (宮城) 2008年9月24日

高分子合成

遷移金属錯体触媒による芳香族ポリマーの精密合成

東村 秀之 (筑波研究所)

有機合成協会 第25回有機合成化学セミナー (熊本) 2008年9月8日 - 10日

無機化学

架橋ポリシルセスキオキサン生成における前駆体の加水分解・ゲル化挙動の調査

斉藤 ひとみ*, 堀川 雄平*, 石山 武*, 東村 秀之, 菅原 義之* (筑波研究所, *早稲田大学)

第24回日本セラミックス協会 関東支部研究発表会 (神奈川) 2008年7月24日 - 25日

高分子成形加工

Relationship between Neck-in and Viscoelasticity in an Extrusion Lamination Process.

城本 征治, 筒淵 雅明, 東川 芳晃, 榎谷 泰士*¹, 梶原 稔尚*² (樹脂開発センター, *¹石油化学品研究所, *²九州大学)

The XVth International Congress on Rheology (米国) 2008年8月3日 - 8日

プラスチックフィルムの防曇加工

阪谷 泰一 (生産技術センター)

日本化学会21ディヴィジョン第3回勉強会 (大阪) 2008年9月10日

押出ラミネート加工におけるネックインと粘弾性の関係

城本 征治, 筒淵 雅明, 東川 芳晃, 榎谷 泰士*¹, 梶原 稔尚*² (樹脂開発センター, *¹石油化学品研究所, *²九州大学)

日本レオロジー学会 第20回高分子加工技術討論会 (愛知) 2008年10月20日 - 21日

押出ラミネート加工におけるネックインのモデル解析

城本 征治, 筒淵 雅明, 東川 芳晃, 榎谷 泰士*¹, 梶原 稔尚*² (樹脂開発センター, *¹石油化学品研究所, *²九州大学)

第16回プラスチック成形加工学会秋季大会 (福井) 2008年10月31日 - 11月1日

超低压成形技術の開発

小林 由卓（樹脂開発センター）

第17回ポリマー材料フォーラム（広島） 2008年11月27日 - 28日

加工・組立てプロセス

Development of Hybrid Technology for Automobile Interior Parts

広田 知生, 魚谷 晃, 大村 吉典*, 臼井 信裕, 南部 仁成（樹脂開発センター, *住化プラスチック(株)）

The 9th International Conference on Flow Processes in Composite Materials（カナダ） 2008年7月8日 - 10日

Development of Hybrid Molding Technology for Automotive Parts

南部 仁成, 広田 知生, 大村 吉典*, 魚谷 晃（樹脂開発センター, *住化プラスチック(株)）

AWPP 2008（アジア・プラスチック成形ワークショップ）（東京） 2008年8月26日 - 29日

分析物性関連

水素原子の電子スピン共鳴

中島 光一（有機合成研究所）

Phosphorus Letter, 63, 14(2008)

計測技術 - 量子ビームを用いた高分子の構造・物性研究 その1 - 放射光X線を用いた小角X線散乱 -

桜井 孝至, 篠原 佑也*（石油化学品研究所, *東京大学）

成形加工, 20(7), 419(2008)

X線と中性子をプローブとした結晶性ポリプロピレンの外場下での変形挙動の研究

野末 佳伸（石油化学品研究所）

日本結晶学会誌, 50(4), 254(2008)

分子論的アプローチによるポリプロピレンの配向結晶化機構の解析

木全 修一（石油化学品研究所）

次世代ポリオレフィン総合研究, 2(11), 100(2008)

Structural Deformation Behavior of Ethylene- α -Olefin Copolymer

瀬野 修一郎, 桜井 孝至, 野末 佳伸, 笠原 達也, 鈴木 靖朗, 雨宮 慶幸*（石油化学品研究所, *東京大学）

Photon Factory Activity Report 2007 #25 PartB, 173(2008)

Grazing Incidence X-ray Diffraction Studies on Thin Film Structure of Conjugated Light-Emitting Polymers

濱松 浩, 吉田 秀和（筑波研究所）

SPRING-8 User Experiment Report 2008A (2008)

Application of Microbeam SAXS/WAXS to Polymer Deformation

野末 佳伸（石油化学品研究所）

IUCr2008（XXI Congress and General Assembly of the International Union of Crystallography）（大阪） 2008年8月23日 - 31日

Micro SAXS/WAXS of Synthetic Polymers

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

IUCr2008 Satellite Meeting on X-ray and Neutron Techniques for Nano-Structural Research（兵庫）, 2008年8月21日 - 23日

Molecular Basis of the Oriented Crystalline “Shish-Kebab” Morphology in Polypropylene Crystallization

木全 修一（石油化学品研究所）

UK Polymer Showcase 2008（イギリス） 2008年9月16日 - 18日

住友化学におけるTLC / MS装置の活用

白崎 美佳（筑波研究所）

日本分析化学会 液体クロマトグラフィー研究懇談会（東京） 2008年7月18日

住友化学における固体表面解析技術紹介

安東 博幸（基礎化学品研究所）

第49回中国四国産学連帯化学フォーラム（愛媛）, 2008年9月5日

放射光のソフトマター開発研究への適用 - 合成高分子のSAXS / WAXSを中心として -

岡田 明彦 (筑波研究所)

第3回関西学院大学 - Spring-8シンポジウム (兵庫)
2008年9月8日

シシケバブ構造形成における各分子量成分の役割 - 中性子散乱をプローブとして -

野末 佳伸, 木全 修一, 桜井 孝至, 笠原 達也, 山口 登, 柴山 充弘^{*1}, Julia Kornfield^{*2} (石油化学製品研究所,
^{*1}東京大学, ^{*2}California Institute of Technology)

高分子学会 第57回高分子討論会 (大阪) 2008年9月24日 - 26日

放射光のソフトマター開発研究への適用 - 合成高分子のX線回折を中心に -

岡田 明彦 (筑波研究所)

愛知県 第5回シンクロトン光利用者研究会 (愛知)
2008年9月29日

量子ビームを利用したポリオレフィンの構造物性研究
桜井 孝至 (石油化学製品研究所)

第17回ポリマー材料フォーラム (広島) 2008年11月27日 - 28日

住友化学におけるTLC / MS装置の活用

白崎 美佳 (筑波研究所)

日本電子(株)MSユーザーズミーティング, 2008年11月13日 - 14日 (東京) 12月5日 (京都) 2009年1月21日 (福岡)

EF-TEM (Ωフィルター) の高分子材料の構造解析への応用

本多 祥晃 (筑波研究所)

2008 TEM ユーザーズミーティング (東京) 2008年12月12日

コンピューター利用・情報関連

Development of Evaluation Model for Strategic Sties in Synthetic Route Design System AIPHOS

田中 章夫, 河合 隆, 松本 努, 高島 哲彦, 岡本 秀穂^{*1}, 船津 公人^{*2} (有機合成研究所, ^{*1}九州大学, ^{*2}東京大学)

Journal of Computer Aided Chemistry, 9, 81(2008)

Construction of Statistical Evaluation Model Based on Molecular Centrality to Find Retrosynthetically Important Bonds in Organic Compounds

田中 章夫, 河合 隆, 松本 努, 藤井 三穂子, 高島 哲彦, 岡本 秀穂^{*1}, 船津 公人^{*2} (有機合成研究所, ^{*1}九州大学, ^{*2}東京大学)

European Journal of Organic Chemistry, 2008(35), 5995(2008)

シミュレーションによる有機発光材料の光学特性解析
善甫 康成 (筑波研究所)

応用数理, 18(3), 39(2008)

プラント運転データに基づくPIDチューニング法

久下本 秀和, 川田 和男^{*}, 山本 透^{*} (生産技術センター, ^{*}広島大学)

計測と制御, 47(11), 937(2008)

A Unified Approach of Control Performance Evaluation and PID Controller Design in Industrial Process Systems

久下本 秀和, 轡 義則, 山本 透^{*}, 川田 和男^{*} (生産技術センター, ^{*}広島大学)

SICE Annual Conference 2008 (東京) 2008年8月20日 - 22日

有機材料の発光特性シミュレーション

善甫 康成, 秋野 喜彦, 石田 雅也, 石飛 昌光, 栗田 靖之 (筑波研究所)

2007年度地球シミュレータ利用成果報告会 (東京) 2008年8月29日

次世代スーパーコンピューターシンポジウム、次世代の産業界をリードする人材の育成を目指して

善甫 康成 (筑波研究所)

理化学研究所 次世代スーパーコンピューティング・シンポジウム2008 (東京) 2008年9月16日 - 17日

プラント操業データを用いた進化的システム同定法

久下本 秀和, 轡 義則, 山本 透^{*}, 川田 和男^{*} (生産技術センター, ^{*}広島大学)

計測自動制御学会 第18回インテリジェント・システム・シンポジウム（広島）2008年10月23日 - 24日

離散要素法によるA粒子流動層の数値シミュレーション - 流動様式と粒子接触力構造の関係について -

児林 智成, 田中 敏嗣*, 川口 寿裕*（生産技術センター, *大阪大学）

2008年度粉体工学学会秋期研究発表会（千葉）2008年10月30日 - 31日

A粒子流動層内粒子挙動の離散要素法解析（流動様式と粒子接触力構造の関係について）

児林 智成, 田中 敏嗣*, 川口 寿裕*（生産技術センター, *大阪大学）

第14回流動化・粒子プロセッシングシンポジウム（大阪）2008年12月11日 - 12日

生物環境安全性評価

Novel Fluorescence Detection of Free Radicals Generated in Photolysis of Fenvalerate

鈴木 祐介（生物環境科学研究所）

Journal of Agricultural and Food Chemistry, 56(22), 10811(2008)

Internal Validation and Modifications of EST (Embryonic Stem Cell Test)

堀江 宣行, 稲若 邦文, 樋口 敏浩, 川村 聡（生物環境科学研究所）

15th International Congress on In Vitro Toxicology（スウェーデン）2008年9月25日 - 28日

SAICMを起点とした化学物質総合管理の新たな潮流
齋藤 昇二（生物環境科学研究所）

日本水環境学会関西支部 連続セミナー「如何に付き合うか化学物質汚染」（大阪）2008年7月19日 - 8月30日

化学物質の環境リスクアセスメント（概論）

仲井 俊司（生物環境科学研究所）

日本トキシコロジー学会 第22回関西生殖発生毒性フォーラム（大阪）2008年10月25日

農業の嫌氣的土壌および水 - 底質系代謝試験

小高 理香（生物環境科学研究所）

日本農業学会 第26回農業環境科学研究会シンポジウム（福岡）2008年10月30日

農業の後作物移行試験について

藤澤 卓生（生物環境科学研究所）

日本農業学会 第26回農業環境科学研究会シンポジウム（福岡）2008年10月30日

ES細胞を利用した発生毒性（催奇形性）に関与する遺伝子の解析

鈴木 紀之, 堀江 宣行, 安藤 寛, 斎藤 幸一（生物環境科学研究所）

日本実験動物代替法学会 21回大会（埼玉）2008年11月13日 - 14日

EUにおける作物残留試験に係る残留分析法バリデーションと保存安定性試験の実態

長澤 直子（生物環境科学研究所）

日本農業学会 第31回農業残留分析研究会（宮崎）2008年11月25日 - 26日

安全工学

過酸化水素の危険性評価における容器材質の影響

江藤 功, 秋吉 美也子*, 岡田 賢*, 松永 猛裕*（生産技術センター, *(独)産業技術総合研究所）

安全工学, 47(5), 290(2008)

プロセス安全のための体験型安全教育

田中 則章, 太田 潔, 丸野 忍（生産技術センター）

安全工学, 47(6), 408(2008)

設備材料工学

上置コイルを用いた渦電流による底板・ケースと内部回転体とのギャップ監視技術の開発

森 久和, 末次 秀彦, 田坂 嘉隆*, 小松 孝廣*（生産技術センター, *大阪工場）

非破壊検査, 57(7), 316(2008)

RBM専門研究委員会から発行予定のRBMハンドブックによる評価方法の紹介

政友 弘明 (生産技術センター)

圧力技術, 46(6), 378(2008)

Experimental and Numerical Validation of Fitness-for-Service Assessment for Cylindrical and Spherical Pressure Vessel with Local Metal Loss

戒田 拓洋 (生産技術センター)

2008 ASME Pressure Vessels and Piping Division Conference (米国) 2008年7月27日 - 31日

Corrosion Detection by Fiber Optical AE Sensor

町島 祐一*, 畦本 雅弘*, 多田 豊和, 森 久和 (生産技術センター, *(株)レーザック)

19th International Acoustic Emission Symposium (京都) 2008年12月9日 - 12日

社内の設備材料関連事例データベース活用状況について
矢野 昌也 (生産技術センター)

腐食防食協会 第163回腐食防食シンポジウム (東京) 2008年10月1日

過酸化物価変化に注目した潤滑油管理の提案

南 一郎*, 森 久和, 加藤 彰久, 丸金 義夫, 高津 保司 (生産技術センター, *岩手大学)

石油学会 第38回石油・石油化学討論会 (東京) 2008年11月4日 - 7日

光ファイバAEを用いたCUI検査技術の開発

多田 豊和, 森 久和, 長 秀雄*¹, 町島 祐一*² (生産技術センター, *¹青山学院大学, *²(株)レーザック)

日本非破壊検査協会 平成20年度秋季講演大会 (宮城) 2008年11月5日 - 7日

Risk Assessment of Pneumatic Test Based on a Model of Fitness-For-Service Provided by API 579-1/ASME FFS-1

戒田 拓洋 (生産技術センター)

第4回リスクベース工学国際ワークショップ (東京) 2008年11月18日 - 20日

ライフサイエンス

ヒトLXR α スプライシング変異体の作用機序の解明

遠藤 香織*¹, 山田 幸子*¹, 藤森 功*², 内藤 義一, 斎藤 幸一, 槇島 誠*¹ (生物環境科学研究所, *¹日本大学, *²大阪薬科大学)

第31回日本分子生物学会年会・第81回日本生化学会大会 合同大会 (BMB2008) (兵庫) 2008年12月9日 - 12日



最先端の半導体プロセスに対応したフォトレジストの開発に威力を発揮するArF液浸露光装置（情報電子化学品研究所）

住友化学 2009-1 発刊にあたって

住友化学2009-1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。

2009年5月

（無断転載を禁ず）

住友化学 2009-1

発行 平成21年5月29日

発行所 住友化学株式会社・編集兼発行人 神田 直哉

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

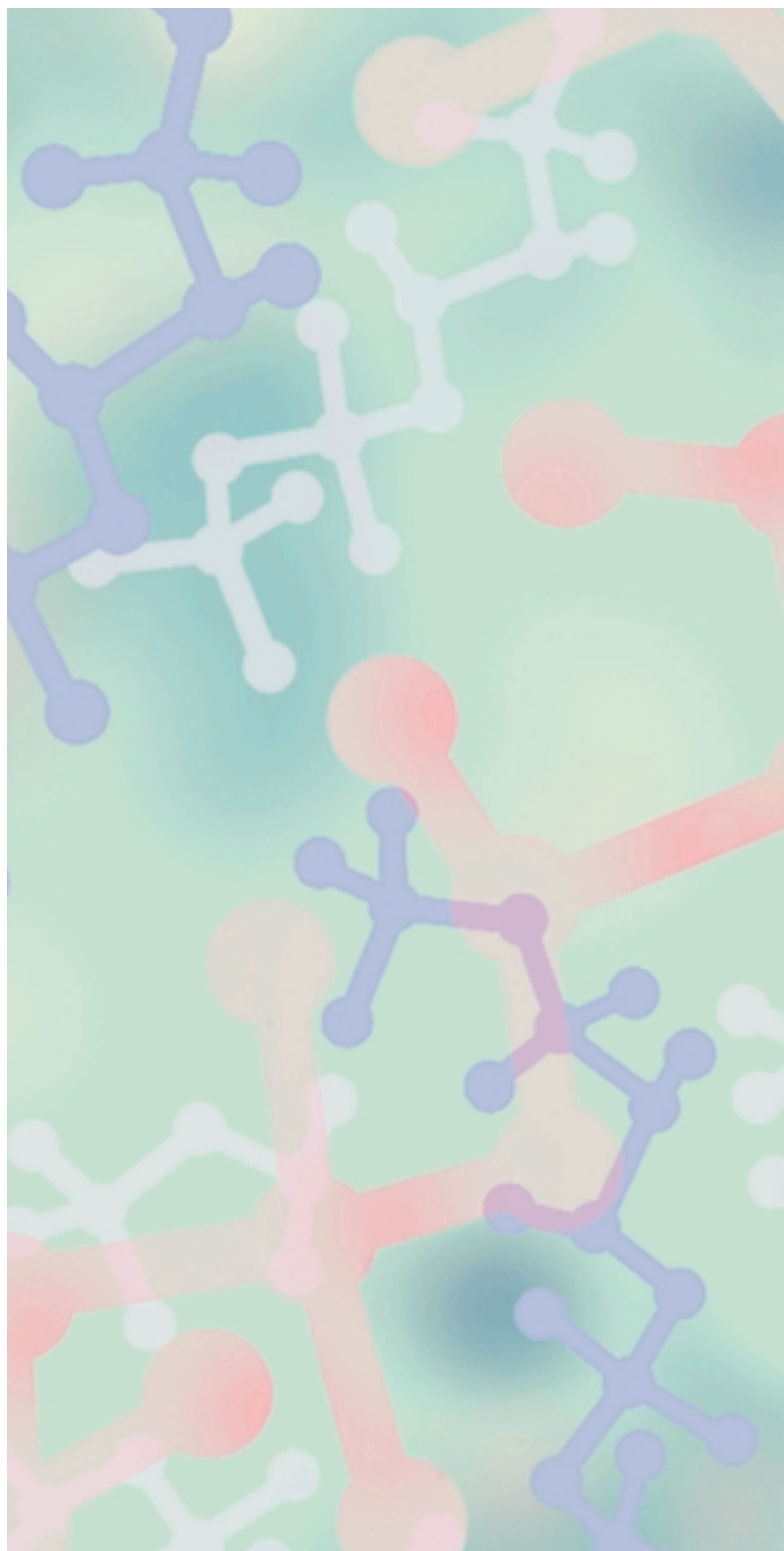
東京住友ツインビル(東館)

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。

2009-I	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									
技 術 紹 介									
製 品 紹 介									
トピックス									
工場・研究所紹介									
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)