

(公財) かがわ産業支援財団

地域共同研究部年報

令和2年度



(公財) かがわ産業支援財団

地域共同研究部 (RIST かがわ)

はじめに

公益財団法人かがわ産業支援財団は、県内企業の総合的な支援機関として、香川県における新産業の創出や地域企業の経営基盤の強化、産業技術の高度化、科学技術の振興などを図るため、創業や新分野への進出、研究開発、国内外への販路開拓、生産性向上、人材育成、知的財産活用など企業の多様なニーズに応じたきめ細かな支援に取り組んでいます。

また、昨年来のコロナ禍の中、新型コロナウイルス感染症により大きな影響を受けている県内企業に対する相談支援を行うとともに、ウィズ・コロナ社会に対応するための商品開発・技術開発の支援などにも取り組んでいます。引き続き、香川県をはじめ関係機関と連携協力し、事業の継続・回復に前向きに取り組む県内企業を積極的に支援してまいります。

さて、当財団の地域共同研究部（RIST かがわ）では、その特長的な保有技術である超臨界流体技術やマイクロ波技術、また環境関連技術等を活用し、調査・研究、共同開発研究、開発可能性調査研究、受託研究、技術指導実験を行うとともに、保有研究施設・機器の一般開放などにより、県内企業の研究開発や事業化・商品化を支援しています。また、本県産業の成長のエンジンの一つとされる食品分野において、その基幹産業である「冷凍食品産業」における技術向上や、健康志向に対応し魅力や競争力のある「機能性食品開発」を支援するため、技術相談、技術支援を行うとともに、講演会の開催等を通じて最新技術等の情報提供に努めています。加えて、機能性表示食品については、消費者庁への届出支援も行っています。このほか、大学や公設試験研究機関等の関連機関との連携や橋渡しを行うなど、効果的、効率的な支援にも努めているところです。

ここに、令和2年度の地域共同研究部年報（業務報告及び研究報告）を取りまとめましたので、ご高覧いただければ幸いに存じます。

今後とも、地域共同研究部においては、地域産業の振興・発展に貢献するため、これまで蓄積してきた技術やノウハウの活用により当財団研究部門としての機能を最大限に発揮し、県内企業の研究開発・新商品開発等の支援に取り組んでまいりますので、皆様のより一層のご理解とご協力をお願い申し上げます。

令和3年6月

公益財団法人かがわ産業支援財団
理事長 安松 延朗

目 次

[業務報告]

1. 総説	1
1-1 沿革	1
1-2 土地・建物	1
1-3 組織	3
1-4 業務概要	4
1-5 職員	4
1-5-1 職員の配置状況	4
1-5-2 職員名簿	4
2. 研究開発事業	5
2-1 調査・研究	5
2-2 開発可能性調査研究（F S）	5
2-3 受託研究	5
2-4 産業財産権（特許）	6
3. 食品産業支援事業	7
3-1 機能性食品開発支援事業	7
3-1-1 かがわ機能性食品等開発研究会	7
3-1-2 機能性表示食品届出支援	8
3-2 冷凍食品産業支援事業	9
3-2-1 かがわ冷凍食品研究フォーラム	9
4. 相談・指導業務	10
4-1 技術相談	10
4-2 技術指導実験	10
4-3 研究機器の一般開放	10
4-4 機器利用講習会	11
4-5 研究発表会	11
4-6 「科学と発明」おもしろ体験学習	12
4-7 講師・審査員等派遣	13
5. 新かがわ中小企業応援ファンド等事業	15
6. 参考資料	16
6-1 研究成果の事例	16
6-1-1 主な製品化事例	16
6-1-2 プロセス開発事例	22
6-1-3 新素材の開発事例	29
6-1-4 装置の開発事例	30
6-2 共同研究・受託研究等制度の概要	31
6-2-1 共同開発研究型プロジェクト	31

6－2－2	開発可能性調査研究（F S）型プロジェクト	33
6－2－3	受託研究	33
6－2－4	技術相談・技術指導	34
6－2－5	機器開放（開放機器使用料）	35

[研究報告]

1	超臨界技術によるプラスチック材料への機能性付与に関する研究（Ⅱ） —親油性セルロース素材の開発—	
	中西 勉	39

1. 総 説

1－1 沿革

平成 7 年 7 月	岡山県、香川県、徳島県が共同で「東中・四国創造的経済発展基盤地域（スーパー・テクノ・ゾーン：S T Z）」整備方針を策定し、その中で前身の高温高压流体技術研究所を中核研究施設として位置づける。（平成 9 年 3 月 高知県参加）
平成 7 年 8 月	産学官の関係者により、当研究所の設立発起人会を開催
平成 7 年 12 月	財団法人 香川県産業技術振興財団附属研究所として設立
平成 8 年 9 月	研究所の建設工事起工式を挙げる
平成 9 年 9 月	研究所落成
平成 13 年 4 月	財団法人香川県産業技術振興財団を、財団法人かがわ産業支援財団に名称変更
平成 22 年 4 月	高温高压流体技術研究所を、地域共同研究部に名称変更
平成 23 年 4 月	財団法人かがわ産業支援財団を、公益財団法人かがわ産業支援財団に名称変更
平成 27 年 6 月	地域共同研究部内に新機能性表示食品開発相談センターを設置

1－2 土地・建物

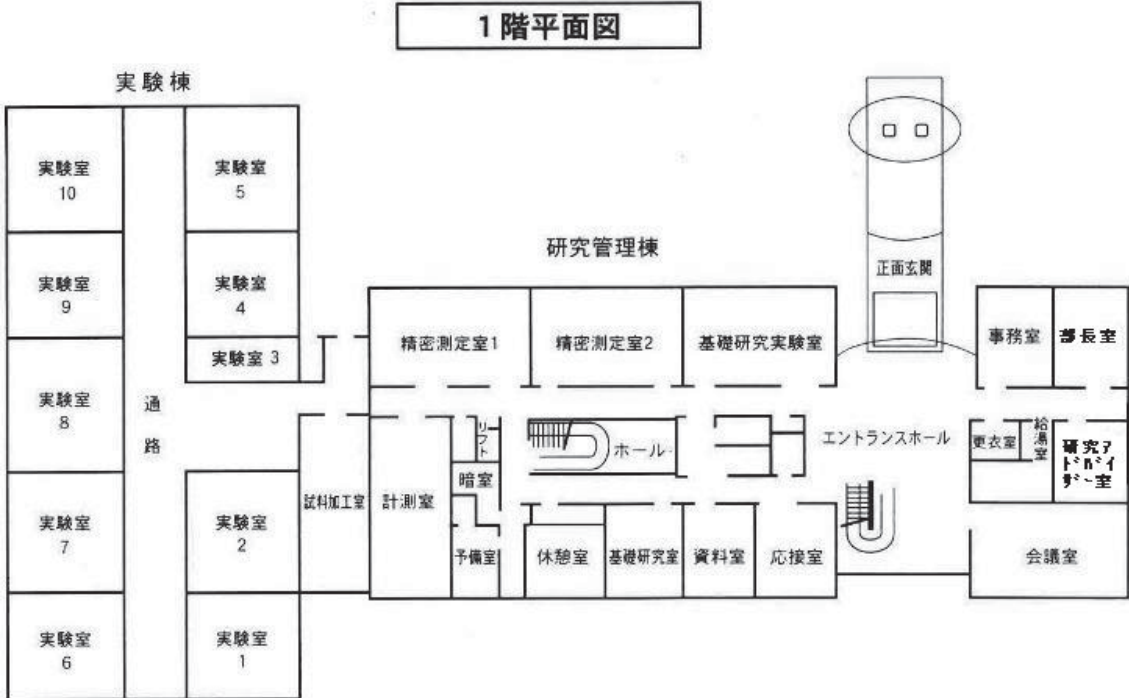
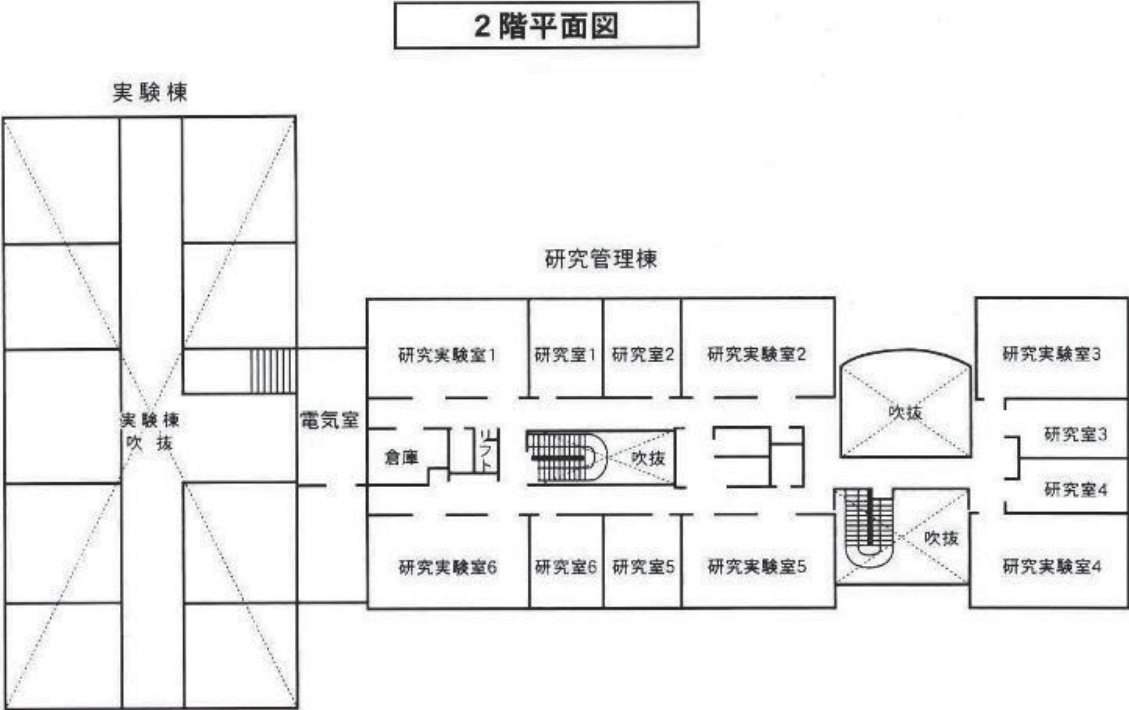
- (1) 所在地 香川県高松市林町 2 2 1 7 番地 4 3（香川インテリジェントパーク内）
- (2) 敷地面積 5, 0 0 0 m²
- (3) 建物の概要

建物は、研究管理棟と実験棟から構成されており、構造・建物面積等は次のとおりである。

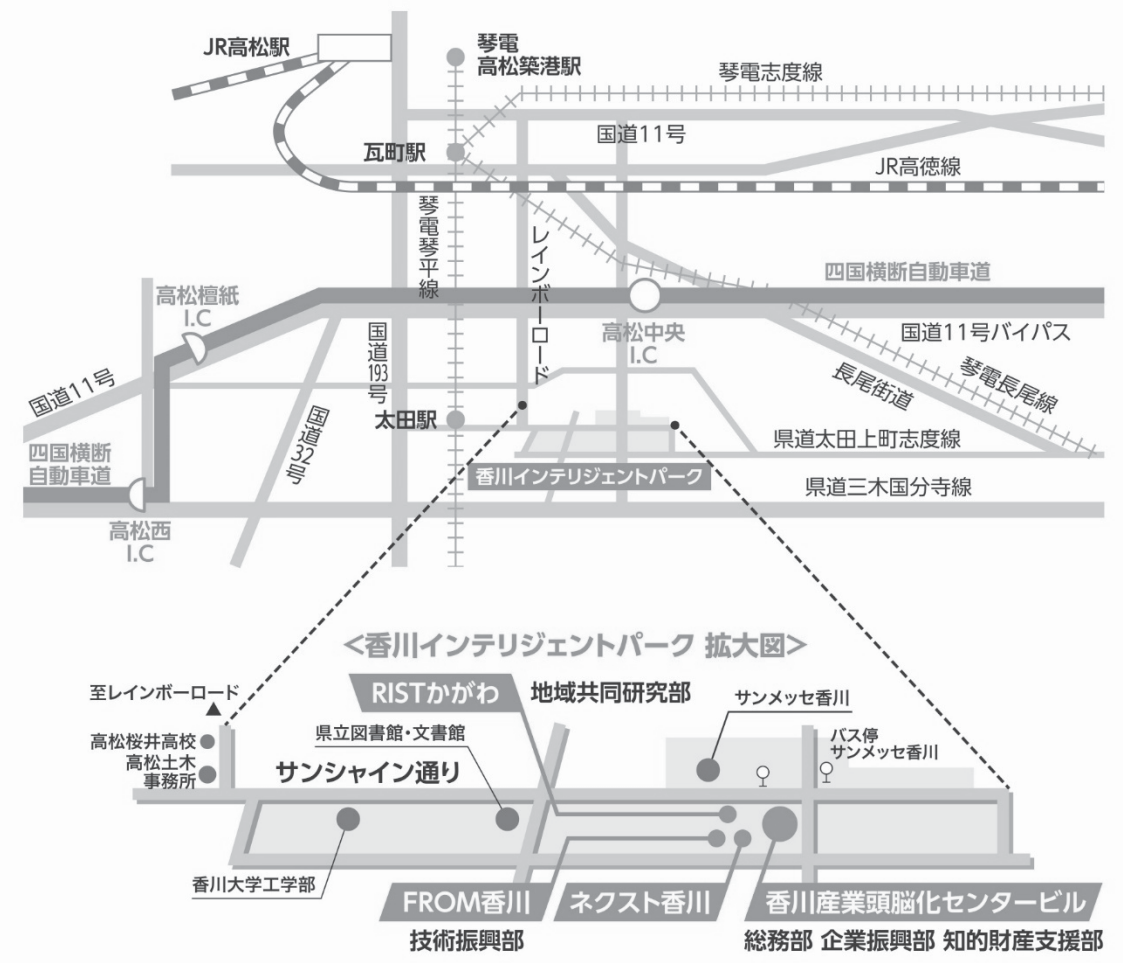
施設	構造	建築面積 (m ²)	延床面積 (m ²)
研究管理棟	鉄筋コンクリート造 2 階建	1, 0 4 9	1, 9 5 2
実験棟	鉄骨造平屋建	6 8 7	6 8 7
合 計		1, 7 3 6	2, 6 3 9

地域共同研究部の平面図、アクセス図

<平面図>

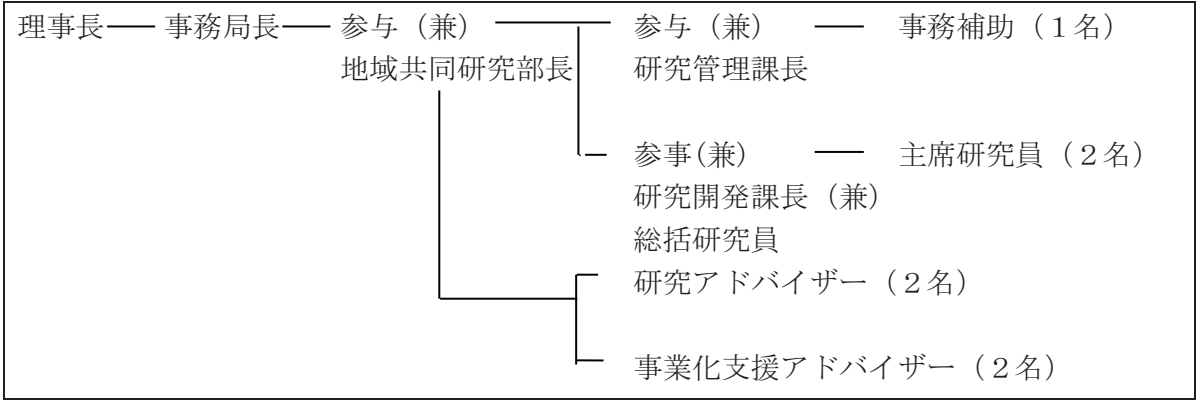


＜アクセス図＞



1－3 組織

(令和3年3月31日現在)



1-4 業務概要

平成 22 年 4 月に「高温高压流体技術研究所」を「地域共同研究部」に名称変更したことを契機に、事業化を念頭においた共同研究等を行うなど、県内企業の課題解決に向けた技術支援機関と位置づけ、研究以外の支援事業も積極的に行っている。

令和 2 年度は、研究開発事業、食品産業支援事業（機能性食品開発支援事業、冷凍食品産業支援事業）、相談・指導等業務（技術相談、技術指導実験、研究機器一般開放、機器利用講習会、技術講演会、一般開放）のほか、新かがわ中小企業応援ファンド等事業（新分野等チャレンジ支援事業）業務を実施した。

1-5 職員

1-5-1 職員の配置状況（令和 3 年 3 月 31 日現在）

区分	事務	技術	計
参与（兼）地域共同研究部長		1	1
参与（兼）研究管理課長	1		1
参事（兼）研究開発課長 （兼）総括研究員		1	1
主席研究員		2	2
事務補助	1		1
研究アドバイザー		2	2
事業化支援アドバイザー		2	2
計	2	8	10

1-5-2 職員名簿（令和 3 年 3 月 31 日現在）

所 属	職 名	氏 名	備 考
地域共同研究部	参与（兼）部長	末澤 保彦	令和 2 年 4 月 1 日昇任 （研究開発課長から）
研究管理課	参与（兼）課長	西川 敏博	令和 2 年 4 月 1 日採用
	事務補助	岡本 恭子	
研究開発課	参事（兼）課長 （兼）総括研究員	中原 理栄	令和 2 年 4 月 1 日採用
	主席研究員	中西 勉	
	主席研究員	朝日 信吉	
	研究アドバイザー	加藤 俊作	
	研究アドバイザー	太田 泰弘	
	事業化支援アドバイザー	久保 善美	
	事業化支援アドバイザー	関谷 敬三	

2. 研究開発事業

2-1 調査・研究

	研究テーマ	担当研究員	研究の概要
A	超臨界流体技術応用研究 「超臨界技術によるプラスチック材料への機能性付与に関する研究（Ⅱ）」 ー 親油性セルロース素材の開発 ー	主席研究員 中西 勉	超臨界流体を応用した親油性セルロースナノファイバー（CNF）開発及び事業化研究において、炭酸ガス超臨界処理によるCNF親油化反応実験等を行った。撥水性が付与でき、親油化CNFが得られたので、今後、フィルム化をめざして樹脂との混練や薄膜化を検討していく。
B	マイクロ波技術応用研究 「地元産冷凍サヨリの氷点以下でのマイクロ波処理による小骨の脆弱化研究」	主席研究員 朝日信吉	財団で保有しているマイクロ波処理技術の特許を応用し、地元産冷凍サヨリの氷点以下でのマイクロ波処理による小骨の脆弱化実験を行った。圧縮試験の結果、若干柔らかくなった。

2-2 開発可能性調査研究（FS）

種別	研究テーマ	担当研究員	参加企業
FSⅡ	環境修復に関する研究開発	主席研究員：中西 勉	1社（県内企業）

2-3 受託研究

	研究テーマ	担当研究員	参加企業
A	半導体発振器を用いた低温連続反応の調査および最適反応条件の確立	主席研究員：朝日信吉	1社（県内企業）
B	ヨモギの商品化研究	主席研究員：朝日信吉	1社（県内企業）

2-4 産業財産権（特許）

平成 11 年度から 31 年度までに、103 件の特許出願を実施しており、この内 38 件が登録特許となっている。

令和 2 年度では、1 件が特許登録となり、実施予定のない 2 件の特許放棄を行い、登録特許は 6 件となった。

これまでの特許出願等の状況は次のとおりである。

①出願件数	②特許登録数	③権利放棄数	登録特許保有数(②-③)
103 件 (0)	38 件 (1)	32 件 (2)	6 件

※ () 内は令和 2 年度の件数

(1) 年度別特許出願等状況

年 度	出願 件数	出 願 区 分		特許登録件数	
		単独出願	共同出願	登録数	権利放棄数
令和 2 年度				1	2
令和元年度					5
平成 30 年度	2		2	1	5
平成 29 年度	2		2	1	7
平成 28 年度	2		2		4
平成 27 年度				1	5
平成 26 年度				1	2
平成 25 年度				3	1
平成 24 年度	1		1	1	
平成 23 年度				2	
平成 22 年度	1		1	4	
平成 21 年度	5	2	3	12	1
平成 20 年度	5		5	4	
平成 19 年度	7	3	4	3	
平成 18 年度	8	2	6		
平成 17 年度	5	1	4	2	
平成 16 年度	13	5	8	2	
平成 15 年度	10	4	6		
平成 14 年度	13	9	4		
平成 13 年度	10	8	2		
平成 12 年度	16	3	13		
平成 11 年度	3		3		
合 計	103	37	66	38	32

(2) 令和2年度登録特許

発明の名称	登録年月日 登録番号	特許権者	かがわ産業 支援財団 発明者
マイクロ波乾燥藍 葉、その製造方法 およびその用途	令和3年1月19日 第6826397号	(公財) かがわ産業 支援財団 1/10 四国計測工業(株) 9/10	朝日 信吉

(3) 登録及び出願中の産業財産権(令和3年3月31日現在)

①登録特許

発明の名称	登録年月日 登録番号	特許権者	かがわ産業 支援財団 発明者
レンズの製造方法	H21.12.18 特許第4426870号	かがわ産業支援財団	中西 勉 畑 和明 森吉 孝 加藤俊作
繊維構造物の製造方法	H22.10.29 特許第4615887号	かがわ産業支援財団	中西 勉 畑 和明 森吉 孝 加藤俊作
マイクロ波照射による 魚骨の軟化方法	H28.2.26 特許第5890612号	かがわ産業支援財団 (株)キョーワ	朝日信吉
ゴマ由来の水熱処理抽 出物の製造方法	H29.4.7 特許第6120531号	かがわ産業支援財団 かどや製油(株)	中西 勉
ゴマ由来原料抽出物お よびその利用物品	H30.4.27 特許第6329658号	かがわ産業支援財団 かどや製油(株)	中西 勉
マイクロ波乾燥藍葉、 その製造方法およびそ の用途	R3.1.19 特許第6826397号	かがわ産業支援財団 四国計測工業(株)	朝日信吉

②出願中特許 公開3件(優先権主張特許を含む)

3. 食品産業支援事業

3-1 機能性食品開発支援事業

機能性食品に係る県内企業の研究開発や商品開発の取り組みを支援することを目
的として、調査研究、技術相談等の取り組みを実施した。

3-1-1 かがわ機能性食品等開発研究会

生理機能に着目した食品や化粧品（以下「機能性食品等」という。）の開発を推進するため、産学官が連携して機能性食品等の開発に資する事業を実施することを目的として、平成 25 年 7 月に「かがわ機能性食品等開発研究会」を設立した。

「かがわ冷凍食品研究フォーラム」と合同でシンポジウムを開催し、機能性食品等に係る県内企業の研究開発や商品開発の取組みを支援した。

<p>かがわ冷凍食品研究フォーラム・かがわ機能性食品等開発研究会第 8 回合同シンポジウム</p>	<p>○日時 令和 2 年 1 0 月 2 2 日（木） 1 3 : 3 0 ~ 1 6 : 0 0</p> <p>○場所 サンメッセ香川 中会議室</p> <p>○講演</p> <p>①「バリアシュリンクフィルムを用いたガスパック包装による食品の消費期限延長と食品ロス削減並びに食品包装用ラミネートフィルムの動向」</p> <p>大倉工業株式会社 合成樹脂事業部商品化グループ 商品開発課長 阪内 邦夫 氏、 ラミネート技術課長 筒井 淳浩 氏</p> <p>②「HACCP を活かす考え方とやるべきこと」</p> <p>公益社団法人 香川県食品衛生協会 専務理事(兼)事務局長 松本 幸三 氏</p> <p>③「食品衛生法改正について－HACCP の制度化、営業許可制度の見直し、営業届出制度の創設等－」</p> <p>香川県健康福祉部生活衛生課食品衛生グループ 主任 池田 光広 氏</p> <p>○参加者 5 6 名</p>
---	--

3－1－2 機能性表示食品届出支援

平成 2 7 年 6 月に設置した新機能性表示食品開発相談センターでは、消費者庁への機能性表示食品届出について、届出書類作成等支援業務を 2 社 2 件受託し、2 件とも届出中であるとともに、機能性表示食品開発・届出に関する相談業務（令和 2 年度相談件数：9 6 件）を行った。

また、令和元年度に届出支援した機能性表示食品については、令和 2 年度に新たに 2 商品（2 企業）が発売開始となった。これにより、相談センターが支援した県内企業の機能性表示食品は 1 2 商品となった。

【新機能性表示食品開発センターが支援した機能性表示食品(令和2年度)】

商品名	長命草さめきうどん	讃岐・大麦うどん
事業者名	(株)おおみね	吉原食糧(株)
届出日	令和2年3月25日	令和2年8月5日
機能性関与成分	クロロゲン酸	大麦βーグルカン
機能性内容	食後血糖値の上昇抑制	食後血糖値の上昇抑制
商品パッケージ		

3-2 冷凍食品産業支援事業

冷凍食品に係る県内企業の研究開発や商品開発の取り組みを支援することを目的として、調査研究、技術相談等の取り組みを実施した。

3-2-1 かがわ冷凍食品研究フォーラム

香川県内に立地している冷凍調理食品製造業及び冷凍水産食品製造業などの冷凍食品を製造する食品企業を対象に、新製品・新技術の開発支援並びに関係企業が抱える課題を解決するため、産学官が連携して、総合的な支援事業を実施することを目的として、平成25年9月に「かがわ冷凍食品研究フォーラム」を設立した。

令和2年度は、かがわ冷凍食品研究フォーラムの事業として、「かがわ機能性食品等開発研究会」と合同でシンポジウムを開催し、県内の冷凍食品を製造する企業等の研究開発や商品開発の取り組みを支援した。

区分(再掲)	内容等(再掲)
かがわ冷凍食品研究フォーラム・かがわ機能性食品等開発研究会第8回合同シンポジウム	<p>○日時 令和2年10月22日(木) 13:30～16:00</p> <p>○場所 サンメッセ香川 中会議室</p> <p>○講演</p> <p>①「バリアシュリンクフィルムを用いたガスパック包装による食品の消費期限延長と食品ロス削減並びに食品包装用ラミネートフィルムの動向」</p>

	<p>大倉工業株式会社 合成樹脂事業部商品化グループ 商品開発課長 阪内 邦夫 氏、 ラミネート技術課長 筒井 淳浩 氏</p> <p>②「HACCP を活かす考え方とやるべきこと」 公益社団法人 香川県食品衛生協会 専務理事(兼)事務局長 松本 幸三 氏</p> <p>③「食品衛生法改正について－HACCP の制度化、営業許可制度 の見直し、営業届出制度の創設等－」 香川県健康福祉部生活衛生課食品衛生グループ 主任 池田 光広 氏</p> <p>○参加者 56名</p>
--	--

4. 相談・指導等業務

4－1 技術相談

超臨界流体技術及びマイクロ波技術に関心のある企業等に対し技術相談や企業訪問、現地指導等を実施した。令和2年度の実施結果は、次のとおりである。

技術相談			企業訪問 現地指導
来所	電 話	メール	
271件	119件	208件	217件

4－2 技術指導実験

企業等からの技術相談に対応して技術指導等を実施しており、その一環で有料実験（技術指導実験）を行っている。令和2年度の実績は、次のとおりである。

技術指導実験	企業数	実施件数
	6 (県内企業 5、県外企業 1)	8

4－3 研究機器の一般開放

企業等への技術支援の一環として、超臨界流体技術やマイクロ波技術に関する装置、物性測定装置及び分析装置などの研究機器を企業等に開放した。（令和2年度利用件数：101件）令和2年度の利用状況については、次のとおりである。

	研究機器名	延利用単位
I-6	高温高压水熱反応装置	7 時間
I-7	マイクロ波反応装置	1 8 時間
II-2	高温高压熱天秤装置	4 日
II-7	テクスチャー測定器	1 0 時間
II-9	蛍光X線分析装置 (XRF)	2 時間
II-10	粒度分布測定装置	1 1 時間
II-11	走査電子顕微鏡 (SEM)	3 8 時間
II-12	フーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR)	1 1 0 時間
II-15	実体顕微鏡	1 時間
II-17	分光光度計 (UV-VIS)	7 時間
II-18	色差計	7 時間
II-20	ガスクロマトグラフ質量分析計 GC-MS	4 時間
II-25	カールフィッシャー水分計	3 時間
II-31	送風定温乾燥機	2 8 3 時間
II-34	マッフル炉	3 1 時間
II-35	高温高压リアクター	2 7 3 時間
	実験室	8 4 半日

4-4 機器利用講習会

地域共同研究部では、技術開発装置や物性測定・分析装置を利用(有料)できるように、機器利用講習会を毎年開催している。令和2年度は、コロナの影響で中止した。

4-5 研究発表会

R I S T かがわの保有技術である超臨界流体技術及びマイクロ波処理技術等の普及を図るため、県内企業等を対象に技術講演会を開催している。今年度は、超臨界流体技術によるセルロース素材の親油化及びマイクロ波技術の食品等への利用に関する研究員の研究発表会を開催した。

区 分	内 容 等
令和２年度研究発表会 (地域共同研究部 研究員２名の研究 発表)	<p>○日時：令和３年３月３０日（火）１３時３０分～１４時２０分</p> <p>○場所：（公財）かがわ産業支援財団 RIST かがわ１階会議室</p> <p>○参加者：２０人</p> <p>○演題１「超臨界技術によるプラスチック材料への機能性付与に関する研究（Ⅱ）－ 親油性セルロース素材の開発－」</p> <p>○発表者 地域共同研究部 主席研究員 中西 勉</p> <p>○演題２「オリーブ圧搾滓に含まれるポリフェノールの分析－マイクロ波照射によるオリーブ圧搾滓保存前処理の検討－」</p> <p>○発表者 地域共同研究部 主席研究員 朝日 信吉</p>

４－６ 「科学と発明」おもしろ体験学習

かがわ産業支援財団（地域共同研究部・RIST かがわ）、大西・アオイ記念財団、香川県発明協会の共催により、小学生とその保護者を対象に、科学と発明の面白さを親子等で体験していただくことを目的として、「科学と発明」おもしろ体験学習を開催した。

区分	内容等
「科学と発明」 おもしろ体験 学習	<p>○開催日時：令和２年８月２日（日）１０：００～１５：３０ （午前の部 １０：００～１２：００、 午後の部 １３：３０～１５：３０）</p> <p>○参加者数：親子２３組</p> <p>○内容 小学生親子を対象に、下記の体験講座を実施した。</p> <p>＜かがく実験教室＞ リストかがわ研究施設の実験機器を使い、２班に分かれ交互に、電子レンジによるガラス細工等の体験及び電子顕微鏡等で微細な世界の観察体験をした。</p> <p>講師：朝日信吉主席研究員、中西勉主席研究員、補助員</p> <p>＜発明工作教室（ドライアイス実験教室）＞ ドライアイスはどのようなものかを実験をとおして学び、工作ではフィルムケースでプチロケットを作り、ドライアイスで発射実験をした。</p> <p>講師：ELF 丸亀 副理事長 丹下 善弘 先生</p> <p>○参加者数：親子７４名</p>

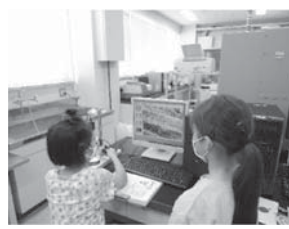
<開催風景>



<会 場>

<センサーによる検温>

<開会式>



<電子レンジでガラス細工>

<いろいろな顕微鏡でのぞく世界>



<発明工作教室（ドライアイス実験教室）>

4-7 講師・審査員等派遣

県関係及び各種団体が行う審査会・研修講座等の委員会、講師、調査員等として、職員を派遣した。

会 名	主 催	用 務	期 日	派遣先	派遣者
醤油 JAS 格付検査	香川県醤油醸造 協同組合	検査員	4月14日	坂出市	末澤 保彦
			5月12日		
			6月9日		
			7月14日		
			8月11日		
			9月8日		
			10月13日		
			12月8日		
			3月9日		

醤油 JAS 認証工場 調査（13企業）	一般財団法人日 本醤油技術セン ター	調査員	2月24日 2月26日 3月3日 3月11日 3月16日 3月22日 3月23日 3月24日 3月29日	小豆島町 小豆島町 小豆島町 坂出市 小豆島町 高松市 高松市・他 小豆島町 小豆島町	末澤 保彦
YouTube による企 業支援スキルアッ プ研修講師 「競争資金獲得の ための申請書作成 のポイントとプレ ゼンの心得」	一般財団法人 四国産業・技術 振興センター （四国地域イ ノベーション 協議会）	講師	公開時期： 9月1日～ 9月30日		中西 勉
研究テーマ外部 評価委員会	香川県環境保健 研究センター	委員	8月27日 10月22日	高松市	中西 勉

5. 新かがわ中小企業応援ファンド等事業

(新分野等チャレンジ支援事業)

(1) 助成対象事業

- ①新分野進出等のための商品・技術の開発
- ②市場性を見極めるための試作品作成
- ③付加価値の高い新製品開発のための実証試験
- ④新事業の可能性評価
- ⑤技術課題の解決

(2) 令和2年度前期採択事業 (7件)

令和2年度(前期)新分野等チャレンジ支援事業への応募事業者の開拓を行い、13社の応募があり、審査の結果7社が採択され、事業開始手続、進行状況の確認(中間検査)・フォロー等を実施した。

申請者	事業名
(株) GRプラント	新ブランドを目指し、「さぬきサフラン」を活用したサフランシロップの製造
(有)筒井製菓	県産豆の粉体加工による新商品開発
(株)長峰製作所	ポータブル脱臭機の試作品作製と実証試験
仁尾興産(株)	おからの出ない豆粉豆腐(大豆加工食品:仮称ソイサラダ)の開発
ばいこう堂(株)	高度な発酵技術を利用した新規和三盆糖の開発
(有)宮地醤油醸造場	香川の特産物・県産品を使用した燻製しょうゆの開発
(株)モクラス	独自のデザイン・機能等を有する木質製品の開発

<新分野チャレンジ事業の実施による令和2年度発売開始商品>

株式会社めりけんや

令和元年度事業で実施し、機能性表示食品として販売



「食後血糖値が気になる方の
さぬきうどん オリーブうどん」
(届出番号 E691)



「食後血糖値が気になる方の
さぬきうどん」(E692)


6. 参考資料

6-1 研究成果の事例

6-1-1 主な製品化事例

	<p style="text-align: center;">美顔ジェル</p> <p>伊予柑の有効成分を含むオリーブオイルを配合した美顔ジェル。</p> <p>伊予柑オリーブオイル（当部との共同開発素材）を配合して、旧製品をリニューアルしたもの。伊予柑オリーブの添加により、旧製品よりも古い角質や毛穴汚れを取り除きやすくなった。（令和2年度発売）</p> <p style="text-align: right;">【(有)井上誠耕園】</p> <p>○柑橘の未成熟果実とオリーブ果実とを同時に圧搾することにより、柑橘中の有効成分を含むオリーブオイルの製法を確立した。</p>
	<p style="text-align: center;">食品熟成促進装置</p> <p style="text-align: center;">Aging Booster</p> <p>食材の表面温度と内部温度を個別に制御するマイクロ波熟成促進技術を用いて、一般的な熟成法と比べ短期間で、柔らかさや旨味を向上させる装置です。牛肉の熟成に最適です。（令和元年度発売）</p> <p style="text-align: right;">【四国計測工業(株)】</p> <p>○マイクロ波による食品等の熟成に関する共同研究を行ってきた成果を活用して開発した。</p>
	<p style="text-align: center;">【男性向け】藍染め石けん</p> <p style="text-align: center;">「もののふ」</p> <p>藍色工場の「藍染め石けん」シリーズ中、最も多くアイエキスを配合し、汗ばみやすい男性の肌をスッキリと洗い上げながらも、程よく肌をいたわる石ケンです。（平成30年度発売）</p> <p style="text-align: right;">【(有)藍色工場】</p>

	○技術指導実験等により、藍生葉中のインジカン、トリプタントリン等の機能性成分の最適となる条件を指導した。
--	--

	<p>蒸らしてデリシャス</p> <p>破裂を避ける切り目を入れないで、包装状態のままレンジ調理できる県内メーカーの発泡フィルムを利用した冷凍調理食品用機能付スタンドパウチです。</p> <p>(平成 29 年度発売)</p> <p>【(株)北四国印刷】</p>
	○ORIST かがわの超臨界発泡フィルム調査研究結果や電子顕微鏡による観察などによる技術指導を行った。

	<p>柑橘オリーブオイル</p> <p>「同時圧搾技術」を用いて、「完熟ネーブル」「レモン」「ライム」「カラカラオレンジ」「マンダリン」の 5 種類の旬の柑橘とオリーブと一緒に搾り、天然果実の香りを閉じ込めています。</p> <p>(平成 29 年度発売)</p> <p>【(有)井上誠耕園】</p>
	○受託研究により、原料である柑橘由来のフレーバーであるリモネンを高濃度に含有する商品を開発できた。

	<p>生姜(しょうが)オリーブオイル</p> <p>国産生姜をオリーブオイルと加熱調理することにより、生姜に含まれる成分(ショウガオール)を配合したオリーブオイル</p> <p>(平成 28 年度リニューアル新発売)</p> <p>【(有)井上誠耕園】</p>
	○含水率を調整したショウガをオリーブオイルとともに加熱調理することにより、さらに生姜の風味を豊にする新製法を確立した。



さぬきマルベリーティー

桑茶のノンカフェイン性に、レモンの風味を加味したこれまでにない新鮮で新感覚の製品。

(平成 27 年度発売)

【西森園】

- ドライフルーツ素材の一つとしてのレモンについて、実付果皮とピール果皮の冷風乾燥と凍結乾燥をそれぞれ実施した。
- 実付果皮を冷風乾燥した素材についてレモン本来の風味が残っていることを確認した。

ナチュラル
シャンプー



ナチュラル
トリートメント



ナチュラルシャンプー
ナチュラルトリートメント

伊予柑オリーブオイルを配合した「シャンプー」及び「トリートメント」。

(平成 27 年度発売)

【(有)井上誠耕園】

- 柑橘の未成熟果実とオリーブ果実とを同時に圧搾することにより、柑橘中の有効成分を含むオリーブオイルの製法を確立した。




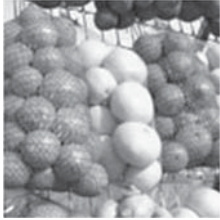
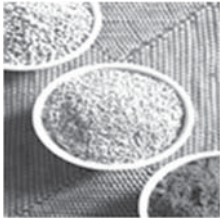
小豆島産緑果オリーブオイル(2014 産)


スペイン産の緑果オリーブオイルに加えた小豆島産の緑果オリーブオイル(2014年度産)。


(平成 26 年度発売)


【(有)井上誠耕園】


- 緑果オリーブオイル及び完熟オリーブオイルの総ポリフェノールの比較分析等の支援を実施した。


<p>ドライフルーツ・ドライ野菜</p> <p>精油 (エッセンシャルオイル)</p>   <p>ドライ野菜・果実のパウダー</p> 	<p>精油(エッセンシャルオイル)及び ドライフルーツ・ドライ野菜及びパウダー (平成 25 年度発売)</p> <p>【NPO 法人明日に架ける橋 (株) さあかす】</p> <p>○マイクロ波減圧乾燥装置による農産物加工処理を実施し、精油 (エッセンシャルオイル) の製造、野菜・果実のマイクロ波乾燥を支援した。</p> <p>○精油、蒸留水、乾燥物等の機能性成分等の分析を実施した。</p>
--	---

	<p>お顔の美容クリーム</p> <p>伊予柑オリーブオイルを配合して「お顔の美容クリーム」。(平成 24 年度発売)</p> <p>【(有) 井上誠耕園】</p> <p>○柑橘の未成熟果実とオリーブ果実とを同時に圧搾することにより、柑橘中の有効成分を含むオリーブオイルの製法を確立した。</p>
---	---

	<p>伊予柑オリーブオイルを配合した マッサージクレンジングオイル</p> <p>伊予柑オリーブオイルを配合したマッサージクレンジングオイルを。(平成 23 年度発売)</p> <p>【(有) 井上誠耕園】</p> <p>○柑橘の未成熟果実とオリーブ果実とを同時に圧搾することにより、柑橘中の有効成分を含むオリーブオイルの製法を確立した。</p>
---	--


	<p align="center">マイクロ波減圧乾燥機</p> <p>農産物の加工処理用のマイクロ波減圧乾燥機。 (平成 23 年度発売)</p> <p align="right">【四国計測工業(株)】</p>
	<p>○マイクロ波減圧乾燥機を設計・製作し、県内企業に納品した。</p>
	<p>○マイクロ波減圧乾燥機の使用用途</p> <ul style="list-style-type: none"> ①ドライフルーツ・ドライ野菜の製造 ②乾燥野菜・果実のパウダー加工 ③精油（エッセンシャルオイル）抽出

	<p align="center">伊予柑オリーブオイルを配合した リップクリーム</p> <p>(平成 22 年度発売)</p> <p align="right">【(有)井上誠耕園】</p>
	<p>○柑橘の未成熟果実とオリーブ果実とを同時に圧搾することにより、柑橘中の有効成分を含むオリーブオイルの製法を共同開発した。</p>


	<p align="center">伊予柑オリーブオイル</p> <p>(平成 22 年度発売)</p> <p align="right">【(有)井上誠耕園】</p>
	<p>○柑橘の未成熟果実とオリーブ果実とを同時に圧搾することにより、柑橘中の有効成分を含むオリーブオイルの製法を共同開発し、製造販売を開始。</p>


	<p>伊予柑オリーブオイルを配合した保湿クリーム 伊予柑の有効成分を含むオリーブオイルを配合した保湿クリーム。（平成 21 年度発売） 【(有)井上誠耕園】</p> <p>○柑橘の未成熟果実とオリーブ果実とを同時に圧搾することにより、柑橘中の有効成分を含むオリーブオイルの製法を確立した。 ○開発可能性調査研究、受託研究等で研究開発支援を実施。</p>
---	---

	<p>柔らか介護食 素材の色・形・味わいを保持した柔らか介護食（嚥下食）。（平成 21 年度自社製造） 【(株)フード・リサーチ】</p> <p>○地域企業共同研究支援事業及び地域イノベーション創出研究開発事業により、超臨界二酸化炭素等を用いて機能性成分の抽出を行い、高栄養・高機能性食品の開発を支援した。</p>
--	--


	<p>藍染め石鹸 藍葉に含まれるトリプタンスリンなどの抗菌成分を利用した石ケン。 （平成 19 年度発売） 【(有)藍色工房】</p> <p>○受託研究で藍の葉に含まれる有効成分（抗菌性成分）の研究を行い、当該製品の有用性の裏づけのためのデータを提供した。</p>
---	---


	<p>K568(樹勢回復資材) 衰弱した樹木の樹勢を回復するため、欠乏した微量元素を補給する樹勢回復資材。 （平成 18 年度発売） 【(株)樹木新理論】</p> <p>○受託研究により樹木中の微量元素含量を測定し、樹勢と元素量の相関関係を検証するための科学的な検証データを提供しました。</p>
---	---

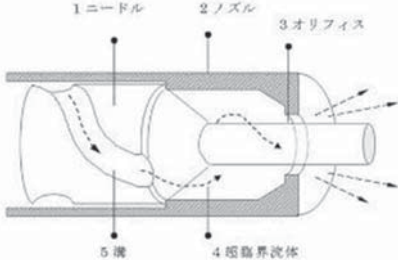
	<p>マイクロ波反応装置(μリアクター) 基礎的な実験用の簡易型マイクロ波反応装置。 (平成 17 年度発売)</p> <p>【四国計測工業(株)】</p>
	<p>○迅速で均一反応促進効果のある省エネルギー型の反応装置を共同で開発した。</p>

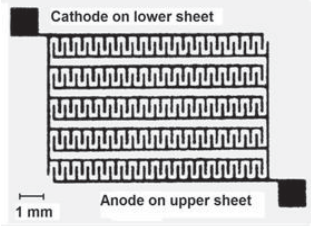
	<p>ガーリックオイル ニンニクに含まれる機能性成分を、オリーブオイル中に低温抽出したオイル (平成 17 年度発売)</p> <p>【(有)井上誠耕園】</p>
	<p>○機能性成分を低温抽出したガーリックオイルオリーブオイルの技術開発を指導した。</p>

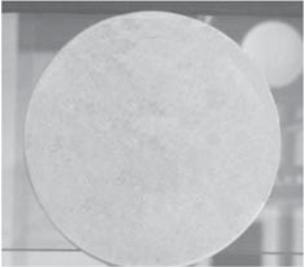
6-1-2 プロセス開発事例


 <p>未反応 メタノール BDF グリセリン</p> <p>マイクロ波-固体触媒法を用いて植物油から得られたバイオディーゼル燃料(BDF)</p>	<p>「マイクロ波-固体触媒」を用いた 廃食用油の BDF 化技術</p> <p>○マイクロ波-固体触媒法を用いたトリグリセリドのエステル交換による B D F を合成する技術。</p> <p>○装置の小型化、工程の簡略化、廃アルカリ・廃水処理費用が不要となるなど、低コストで B D F の製造が可能。</p> <p>○ J S T の平成 19 年度地開発可能性調査研究、平成 20 年度シーズ発掘試験等で実施した。</p>
---	---

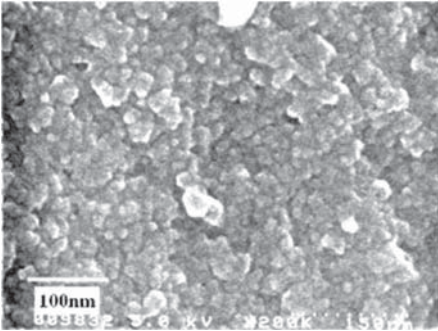
 <p>フレーバーオイル</p> <p>A, B : 予柑 C, D : ポンカン</p>	<p>柑橘成分入りオリーブオイル</p> <p>○オリーブと柑橘を別々に圧搾して混合したオイルよりも柑橘由来の有効成分が多く含まれている。</p> <p>○食品はもちろんのこと化粧品としても製品化が可能。</p> <p>○開発可能性調査研究、受託研究で実施した。</p>
---	--

 <p>クリアランスノズル</p>	<p>亜臨界あるいは超臨界流体噴射用ノズル (クリアランスノズル)</p> <p>○超臨界急速膨張法に用いるノズルで、通常のノズル穴にニードルを貫通させ、その空隙より噴射するもの。</p> <p>○断面積が大きく大量の微粒子製造に適する他、目詰まりにも強いという特徴がある。</p> <p>○新分野展開技術研究開発事業(16 年度県補助事業)で開発し、JST の産学共同シーズイノベーション化事業顕在化ステージで試作機を開発した。</p>
--	--

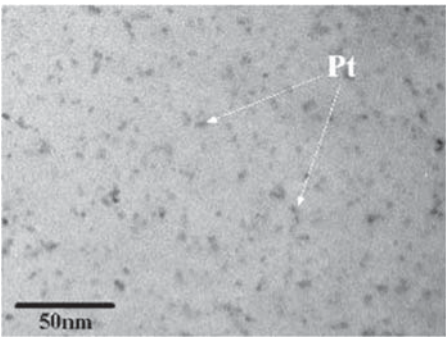
 <p>試作微小電池</p>	<p>超臨界パターニング技術による微小電極 及び微小電池の創製</p> <p>○超臨界 CO₂ パターニング(SCAP)技術により、数十 μm の微細構造や 100 μm 程度の微小 Li 二次電池の形成が可能になる。</p> <p>○J S T の平成 18 年度シーズ発掘試験での成果である。</p>
---	--

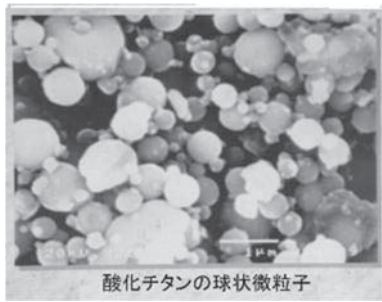
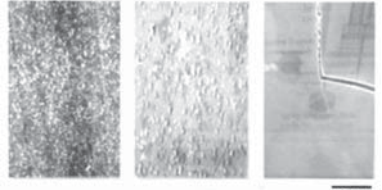
	ケイ酸カルシウム系建材の 省エネルギー成形法
	<p>○水酸化ナトリウムを添加した後、マイクロ波を照射することによって、開放系水蒸気雰囲気下、数分～数十分で、高強度で寸法安定性を有するケイ酸カルシウム系建材を成形する技術。</p> <p>○セメントを配合せず、オートクレーブを使用しないことから、省エネルギー化（従来法：180℃、12 時間）が図られ、連続製造も可能である。</p> <p>○地域コンソーシアム研究開発事業（平成 13 年度終了）での産学官の共同開発及び自主研究の成果である。</p>

 <p>海洋試験</p>	海藻類生育用人工漁礁の低温成形技術
	<p>○ケイ酸カルシウム系材料に海藻類の成長促進物質を混練し、マイクロ波処理により低温で成形固化した新規な海藻類生育用人工岩礁の製造方法。</p> <p>○低温成形固化のため成長促進物質が分解せず、また、多孔性の制御が可能なため、成長促進物質の溶出速度の制御が可能である。</p> <p>○県外企業からの受託研究で開発し、同社で実証試験を実施した。</p>

	高品位ナノポア炭素材料の新しい製造技術
	<p>○電気二重層キャパシタや燃料電池の電極として利用可能な、高比表面積・高密度の高純度多孔質炭素材料のマイクロ波加熱法による新しい製造技術である。</p> <p>○表面積が 3500m²/g 以上、最分布孔径が 2 nm、灰分率が 0.3%以下で、市販高品位活性炭よりも高い静電容量及び充放電安定性を持っている。</p>

	<p>○県内の共同研究企業が事業化装置の 1/10 規模の実証試験装置を導入し、高品位活性炭を製造中です。18 年度には JST の独創的シーズ展開事業に採択され、実用化装置を開発した。</p>
--	---

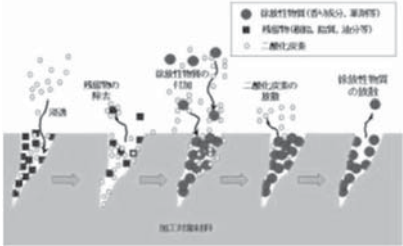
	<p>高表面積ナノ白金担持活性炭の製造技術</p> <p>○固体高分子形燃料電池の実用化のために必須の、高性能触媒である白金活性炭複合材料の製造技術である。</p> <p>○比表面積 2000m²/g 以上、粒径 5nm 以下の白金を 10%担持した活性炭の調製が目標。</p> <p>○超臨界二酸化炭素吸着法及びマイクロ波焼成法を用いて、白金化合物利用率 97%以上で、5nm 以下の白金粒子を均一に担持し、目標とした活性炭複合体が生成した。</p>
---	--

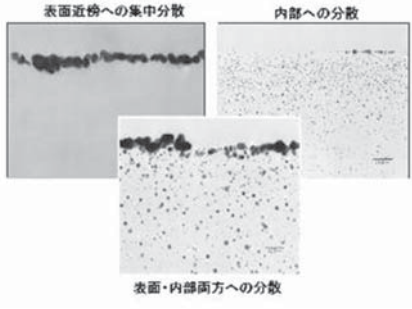
 <p>酸化チタンの球状微粒子</p>  <p>酸化チタン 酸化スズ シリカ/チタニア</p> <p>各種酸化物薄膜 (ガラス基板上に形成)</p>	<p>急速膨張法による材料創製技術</p> <p>○超臨界二酸化炭素中に溶解させた金属アルコキシドを急速膨張法で噴霧させることにより、</p> <ol style="list-style-type: none"> (1) 均一微粒子の創製 (2) メッシュへのコーティング (3) 均一な薄膜、厚膜の創製 <p>などを行う技術である。</p> <p>○「均一微粒子の創製技術」は、μm オーダーの均一サイズの球状微粒子を創製することが可能。</p> <p>○「メッシュへのコーティング技術」は、複雑な形状基盤へのコーティングが可能で、新規触媒などの創製に活用できる。</p> <p>○「均一な薄膜、厚膜の創製技術」は、有害な有機溶媒を用いることなく、強固で均一な厚みを持つ薄膜や厚膜の創製に活用できる。</p>
--	---

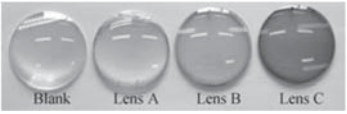
	<p>○上記技術の一部は、新エネルギー・産業技術総合開発機構プロジェクト「超臨界流体利用環境負荷低減技術研究開発（平成12年度～14年度参加）」での研究成果である。</p>
--	--

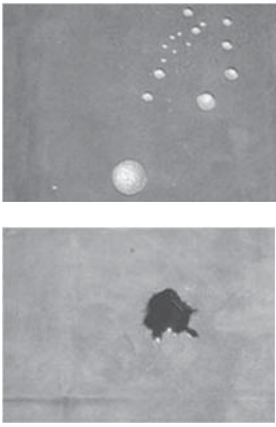
	<p style="text-align: center;">超臨界急速膨張法による 微細パターンニング技術</p> <p>○超臨界二酸化炭素中に分散させた金属微粒子のマスクをとおして基板上に噴射し、パターンニングを行う技術である。</p> <p>○粒子の凝縮のない状態で均一コーティングができるため、直径 50 μm のはんだバンプや線幅 30 μm のパターンニングが可能である。</p> <p>○二酸化炭素に不溶な微粒子によるパターンニングが可能であり、プリント基板への配線のほか、スクリーン印刷の代替技術や水素ガスセンサー、導電材、圧電体、光触媒等への応用が可能である。</p> <p>○県内企業と共同開発した成果である。</p>
	<p style="text-align: center;">電磁波吸収炭素繊維の製造技術</p> <p>○マイクロ波一水熱法により、炭素繊維上にフェライト（金属酸化物）を迅速にコーティングする技術である。</p> <p>○これまで未開発であった広帯域(30MHz～60GHz)の電磁波を遮断する効果のある電磁波吸収材であり、建築建材や電子機器等の幅広い分野での利用が可能である。</p> <p>○地域コンソーシアム研究開発事業（平成13年度終了）での産学官の共同研究の成果である。</p>

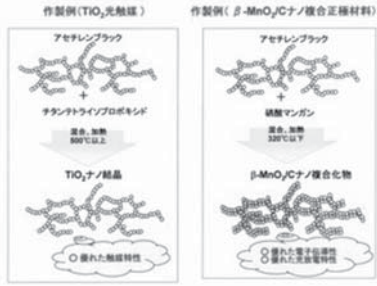
	<p style="text-align: center;">無機微粒子分散流体(流体フェライト) 製造技術</p> <p>○マイクロ波加熱法により、ナノサイズ（粒子径 10nm）のフェライトが液体中に均一に分散する無機微粒子分散流体（流体フェライト）を迅速に製造する技術である。</p> <p>○磁性を有するため磁石に吸い寄せられる性質があり、ハードディスク等の記録媒体への利用が考えられる。</p> <p>○新エネルギー・産業技術総合開発機構プロジェクト「ナノ粒子の合成と機能化技術（平成 14 年度再委託事業）」の研究成果である。</p>
---	---

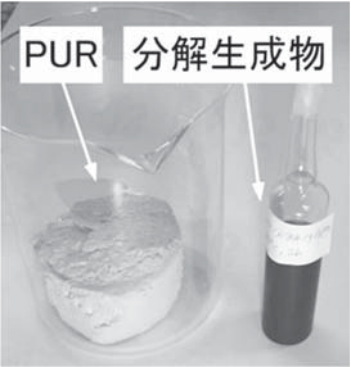
<p style="text-align: center;">超臨界流体を用いた徐放性材料の製造プロセス</p> 	<p style="text-align: center;">超臨界流体による徐放性商品の製造技術</p> <p>○多孔質材料に香り成分や薬効成分、防虫用成分等を直接浸透させ、その効果を長期間持続させる技術である。</p> <p>○溶媒注入法などの従来技術に比べ、微細孔内部への成分の浸透が可能で、処理工程も簡単である。</p> <p>○県内企業への技術供与により、香り付け数珠を商品化した。</p> <p>○県内企業と香り付け皮革製品の製造技術を開発、商品化した。</p>
---	--

	<p style="text-align: center;">プラスチックの高機能化技術</p> <p>○超臨界二酸化炭素を用いて、金属酸化物などをプラスチックの表面にコーティングしたり、内部に均一に注入し、高機能化（電磁波遮断、導電性、抗菌性等）したプラスチック素材を作製する技術である。</p> <p>○新エネルギー・産業技術総合開発機構プロジェクト「超臨界流体利用環境負荷低減技術研究開発（平成 12 年度～14 年度参加）」での研究成果である。</p> <p>○岡山県立地企業と共同で製品化のための研究を実施した。</p>
---	--

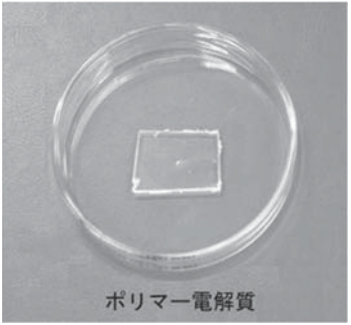
<p>Agナノ粒子注入レンズの外観</p>  <p>Lens A 注 入 : 90℃, 25MPa, 2h 熱処理 : 110℃, 大気圧下, 2h</p> <p>Lens B 注 入 : 90℃, 25MPa, 2h 熱処理 : 110℃, 25MPa, 2h</p> <p>Lens C LensBに行った処理を2回実施</p>	<p>プラスチックめがねレンズの 紫外線遮蔽技術</p> <p>○白内障の原因と考えられている長波長紫外線(UV-A)と、眩しさやちらつきの原因である近紫外青色光(BL)をカットする技術である。</p> <p>○銀の前駆体を注入処理後に、超臨界状態で加熱すると、粒子径が増加し、UV-AやBLの除去率が向上する。</p> <p>○超臨界流体注入法は、プラスチックめがねレンズ等の、透明有機高分子材料の機能化に有効な技術である。</p>
--	--


 <p>撥水处理</p> <p>処理なし</p>	<p>撥水性を付与した天然皮革製品の 製造技術</p> <p>○超臨界流体注入法による皮革素材への撥水剤の注入技術で、撥水性の向上とその持続性に優れている。</p> <p>○手袋・バッグ・靴等の天然皮革製品や加工用素材に撥水性を付与する製造方法である。</p> <p>○皮革素材内部へ撥水成分を注入可能です。</p> <p>○JAPAN ブランド育成支援事業で、県内商工会からの受託研究成果である。</p>
--	--


 <p>作製例(TiO₂光触媒)</p> <p>アセチレンブラック + チタンテトラクロライド 混合、加熱 800℃以上 ↓ TiO₂ナノ結晶 ○優れた触媒特性</p> <p>作製例(β-MnO₂/Cナノ複合正極材料)</p> <p>アセチレンブラック + 酢酸マンガニン 混合、加熱 320℃以下 ↓ β-MnO₂/Cナノ複合化物 ○優れた電池性能</p>	<p>アセチレンブラックを鋳型に用いた 酸化物ナノ結晶複合体の合成技術</p> <p>○熱分解性金属酸化物溶液とアセチレンブラックを混合、加熱することにより、ナノ金属酸化物を合成する技術である。</p> <p>○アセチレンブラックが鋳型となり、加熱温度によって異なった結晶性と結晶サイズの酸化物ナノ結晶複合体の合成が可能である。</p> <p>○触媒、二次電池正極材料、半導体などの作製に利用可能である。</p>
--	---

	<p>廃ポリウレタンの分解・原料回収技術</p> <ul style="list-style-type: none"> ○超臨界流体等を用いて廃ポリウレタンを分解し、原料として回収する技術である。 ○従来法に比べて、低温で高い分解率（90%以上）を達成した。 ○原料であるポリオールとジイソシアネートのブロック化物（原料のジイソシアネートは、反応性が高く常温での保存が困難）として回収します。ブロック化物は容易に熱分解して原料への回収が可能である。
---	--


6-1-3 新素材の開発事例

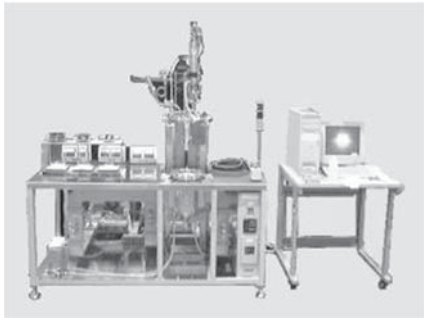
 <p>ポリマー電解質</p>	<p>リチウムイオン電池用固体電解質</p> <ul style="list-style-type: none"> ○小型化された電気製品に大量の需要が見込まれるリチウムイオン電池用のポリマー（固体）電解質（現状：ゲル状電解質）を製造する技術である。 ○県外企業との共同研究及び課題対応新技術研究開発事業により、実用化レベルの充放電特性を有する素材を開発した。
---	---

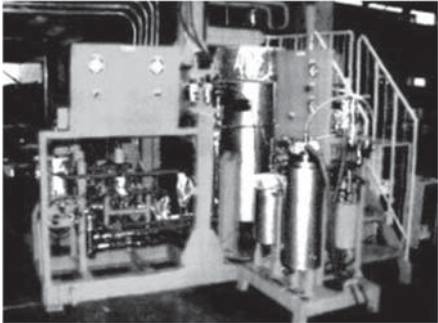
	<p>リチウムイオン電池用正極材料</p> <ul style="list-style-type: none"> ○有害性の高い希少金属であるコバルトの代替材料として、資源的に豊富で安全性の高いマンガンを使用して正極材料を製造する技術です。 ○結晶サイズが 30nm（従来の電池材料の約 300 分の 1）で、充放電ロスが少ない単結晶微粒子の正極材料である。 ○この正極とポリマー電解質とを一体化した高性能の電池を作製することが最終目標。
---	---

	鮮度保持多層フィルム
	<p>○生鮮食品の鮮度保持に用いる、安価な可視光応答型光触媒含有多層フィルムの製造技術である。</p> <p>○可視光型光触媒(酸素欠損型酸化チタン)を用い陳列棚等室内の照明で鮮度保持効果が得られる。</p> <p>○表面層のみに光触媒があり効果が効率的である。</p> <p>○県内の共同開発研究企業が NEDO の「平成 18 年度産業技術実用化開発費助成事業」の補助を受け、実用化のための研究を実施した。</p>

6-1-4 装置の開発事例

	超臨界流体抽出装置
	<p>○超臨界二酸化炭素を用いて、薬用成分や香り成分の抽出、不純物の除去等を行う装置である。</p> <p>○温度、圧力を任意に制御することが可能で、最適抽出条件を効率的に決定することが可能である。</p> <p>○県内企業との共同研究により平成 12 年に開発したものである。</p>

	マイクロ波反応装置
	<p>○マイクロ波加熱法により材料創製などを行う装置である。</p> <p>○従来の加熱法では得られない迅速で均一な反応促進効果により、省エネルギー型の反応プロセスの実現が可能である。</p> <p>○県内企業への技術指導により、平成 11 年に開発したものである。</p>

	超臨界流体抽出・注入装置
	<ul style="list-style-type: none"> ○天然物質からの有用成分の抽出と素材への機能成分の注入を行う装置である。 ○二酸化炭素を溶媒として使用する環境調和型の抽出・注入装置である。 ○徳島県立地企業への技術指導により、平成15年に開発したものである。

	超臨界洗浄・乾燥装置
	<ul style="list-style-type: none"> ○表面張力や毛細管現象を生じないシステムにより、微細構造物を破壊せず洗浄・乾燥する装置である。 ○高圧研の技術協力により、県内企業が製品化した。 ○当該企業がさらに開発を進め、半導体ウェハーを洗浄・乾燥する装置として生産している。

6-2 共同研究・受託研究等制度の概要

地域共同研究部の前身である高温高压流体技術研究所は、平成7年に岡山県、香川県、徳島県（平成9年3月に高知県参加）が共同で「東中・四国創造的経済発展基盤地域（STZ）」整備方針を策定し、その中で、産学官の研究開発を牽引する「広域的研究開発基盤施設」として設置された研究所である。

地域企業の技術革新や新規産業の創出を行うため、平成8年度から高温高压流体技術、マイクロ波応用技術等を使用した研究開発を開始してきた。現在、「共同開発研究型プロジェクト」、「地域企業共同研究支援事業」のほか「開発可能性調査研究（F S）型プロジェクト」、「受託研究」、「技術相談」、「研究機器一般開放」などの制度を整備している。

6-2-1 共同開発研究型プロジェクト

産学官が共同で実施する開発研究プロジェクトであり、原則的に地域共同研究部（RIST かがわ）の設備を優先的に使用することができる。

(1) 共同開発研究

区分	内容	
研究期間	1～3年程度	
参加企業負担金 (消費税別)	運 営	県内企業：100万円以上／年
	管 理	S T Z 地域企業及び県外中小企業：500万円以上／年
	費	その他企業：600万円以上／年
研究指導者	研究指導者の選任は地域共同研究部と企業が協議して決定する。	
研究員	<p>地域共同研究部の研究員（博士の学位を有するか又はそれと同等の学歴経験を有するもの）1名以上を当該プロジェクトの担当者とする。</p> <p>企業からは研究者又は製品開発担当者1名以上を配置する。 (常駐を必要としない。)</p> <p>なお、研究指導者の判断によって適宜客員研究員を委嘱する。</p>	
研究ブース及び実験機器の使用	基礎研究等のため、研究管理棟の実験室・研究室及び実験機器並びに実験棟のテストプラントを使用できる。	
その他	研究開発に必要なテストプラントの改良・修繕費は、参加企業の負担とする。	

注1：S T Z 地域企業とは、岡山県、徳島県、高知県に立地する企業をいう。

注2：その他企業とは、中小企業基本法に定める企業を除く企業をいう。

(2) 地域企業共同研究支援事業による共同開発研究

区分	内容
対象	香川県内の企業
研究期間	1年以内（さらに1年以内の延長可）
参加企業負担金 (消費税別)	300万円／年以内 (同額を財団が負担)
研究指導者	研究指導者の選任は地域共同研究部と企業が協議して決定する。
研究員	<p>地域共同研究部の研究員（博士の学位を有するか又はそれと同等の学歴経験を有するもの）1名以上を当該プロジェクトの担当者とする。</p> <p>企業からは研究者又は製品開発担当者1名以上を配置する。 (常駐を必要としない。)</p> <p>なお、研究指導者の判断によって適宜客員研究員を委嘱する。</p>
研究ブース及び実験機器の使用	基礎研究等のため、研究管理棟の実験室・研究室及び実験機器並びに実験棟のテストプラントを使用できる。

6-2-2 開発可能性調査研究（F S）型プロジェクト

企業等が新たな開発研究を実施する前に、その可能性を調査するためのプロジェクトである。

（１）F S I

[研究・実験機器等を月５日以内で使用することを前提とした調査研究]

区分	内容	
研究期間	月５日以内、年間６０日以内する。	
参加企業負担金 (消費税別)	基本料＋技術指導費	
	基本料	５０万円
	技術指導費	特別な技術指導を行った場合に必要な経費
研究指導	研究員は配置しないが、１時間／日以内の技術指導及び相談に応じる。	
実験機器の使用	研究・実験設備等の使用については、当地域共同研究部の使用状況を考慮して調整する。	
その他	①基本料には、機器の使用、使用機器の操作指導及び１時間／日程度の技術指導・技術相談を含む。 ②消耗品費、原材料費は参加企業の負担とする。	

（２）F S II

[研究・実験機器等を最大１年間使用することを前提とした調査研究]

区分	内容	
研究期間	１年以内とする。	
参加企業負担金 (消費税別)	基本料＋技術指導費	
	基本料	２５０万円
	技術指導費	特別な技術指導を行った場合に必要な経費
研究指導	研究員は配置しないが、１時間／日以内の技術指導及び相談に応じる。	
実験機器の使用	F S I に同じ。	
その他	F S I に同じ。	

6-2-3 受託研究

企業等の創造的事業活動及び技術革新を支援するため、企業からの委託による開発研究を実施する。

（１）研究対象

高温高压流体技術及びマイクロ波技術並びにこれらに関連する技術を用いた研究で、主な研究分野は「環境関連分野」、「新素材関連分野」、「エネルギー・資源分野」、「医薬・食品関連分野」とする。

（２）受託研究費

「基本単価」、「試験材料費」、「装置運転経費（開放機器等の使用料を準用）」及び

「間接経費（試験材料費、装置運転経費の８％）」の合計額（消費税別）とする。

なお、基本単価は次のとおり。

区分	基本単価（円／時間）
県内企業	４，３００
S T Z 地域企業及び県外中小企業	６，４５０
その他企業	８，６００

６－２－４ 技術相談・技術指導

高温高圧流体技術及びマイクロ波技術に関心のある企業等に対し、技術力の向上や当地域共同研究部との共同研究に向けた支援を行うため、技術相談を実施している。

（１）技術相談

技術相談は原則無料とし、必要に応じて技術指導を行う。

（２）技術指導の実施期間

技術指導の実施期間は原則１ヶ月以内とし、技術指導に伴う実験（いわゆる「アタリ実験」）を実施する。

（３）相談結果の活用

相談結果の活用については、共同開発研究型プロジェクト・開発可能性調査研究型プロジェクト等への展開を含め、双方が別途協議する。

（４）技術指導費

アタリ実験に要する経費（基本料＋試験材料費・燃料費）は申込者の負担とする。

基本料は、１試料につき県内企業が２万円（ただし、中小企業は１万円）、S T Z 地域企業及び県外中小企業が３万円、その他企業が５万円とする。（消費税別）

６－２－５ 機器開放

企業等への技術支援の一環として、研究機器を一般開放している。

（１）対象機器

当地域共同研究部の分析機器、測定装置、実験装置

（２）使用日時

原則として、土・日・祝日を除く週日の午前９時から午後５時まで

（３）操作方法の指導

必要に応じて担当者が指導する。（有料）

（４）使用料金（次頁の開放機器使用料等一覧表のとおり）

<開放機器使用料等一覧表>

(令和 3 年 3 月 31 日現在)

I. 技術開発関係装置

(消費税別)

番号	機 器 名	用 途	使用 単位	使用料金	延長使用料金 (延長 1 時間につき)
1	超臨界流体反応装置	有機物質の分解及び合成実験	1 日	39,200 円	4,900 円
2	超臨界流体抽出装置	有機物質の抽出、除却、注入実験	1 日	37,600 円	4,700 円
3	超臨界急速膨張反応装置	微結晶合成や薄膜合成	1 日	28,000 円	3,500 円
4	超臨界流体晶析装置	無機・有機化合物の結晶創製	1 日	18,400 円	2,300 円
5	マイクロウェーブ高温高压反応装置	新素材の合成実験	1 時間	2,200 円	—
6	高温高压水熱反応装置	有機物質の水熱分解、抽出実験	1 日	8,800 円	1,100 円
7	マイクロ波反応装置	化合物の分解・合成実験	1 時間	1,300 円	—
8	マイクロ波反応装置 (水蒸気蒸留装置付)	物質の加熱・乾燥、化学合成実験	1 時間	200 円	—
9	水熱ホットプレス装置 (400tf)	機能性材料の合成実験	1 日	8,000 円	1,000 円

県外企業については、次表の割合を使用料金に乗じる。

区 分	割合 (%)
STZ 地域企業及び県外中小企業	1 5 0
その他県外企業	2 0 0

STZ 地域企業とは、岡山県、徳島県、高知県に立地する企業をいい、その他県外企業とは、中小企業基本法に定める企業を除く企業をいう。

II. 物性測定装置、分析装置等

(消費税別)

番号	機 器 名	用 途	使用 単位	使用料金	延長使用料金 (延長 1 時間につき)
1	高温高压熱量計	有機物質のガラス転移点、結晶化温度、融点の精密測定	1 日	27,000 円	3,400 円

2	高温高压熱天秤装置	試料の重量変化(吸脱着)等の計測	1 日	23,000 円	2,900 円
3	卓上引張試験機 (1 kN)	材料強度等の物性の計測	1 時間	400 円	—
4	微小硬度計	新素材等の微小固体の硬度測定	1 時間	500 円	—
5	耐摩耗性試験機	材料表面の摩耗性・摺動性の評価	1 時間	400 円	—
6	接触角測定器	材料表面の撥水性・撥油性の評価	1 時間	100 円	—
7	テクスチャー測定器	食品のテクスチャーの評価	1 時間	200 円	—
8	X線回折装置	試料の結晶構造の分析や定性分析	1 時間	5,200 円	—
9	蛍光X線分析装置	金属元素の非破壊測定	1 時間	600 円	—
10	粒度分布測定装置	微細粒子の粒度分布計測	1 時間	1,500 円	—
11	走査電子顕微鏡 (SEM)	試料の表面形状や組成分析	1 時間	2,500 円	—
12	フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)	有機・無機物質の測定	1 時間	1,000 円	—
13	FTラマン・赤外分光測定装置	合成有機素材の構造解析	1 時間	2,200 円	—
14	システム金属顕微鏡	新素材の物性測定、材質変化の測定	1 時間	500 円	—
15	実体顕微鏡	微細物質の拡大観察	1 時間	100 円	—
16	高周波誘導結合プラズマ発光分光分析計(ICP)	各種元素の精密測定	1 時間	2,900 円	—
17	分光光度計(UV-vis)	各種化合物の精密測定	1 時間	200 円	—
18	色差計	色の測定	1 時間	200 円	—
19	マイクロプレートリーダー	食品素材等の酵素阻害活性・抗酸化性・ポリフェノール含有量の測定	1 時間	500 円	—
20	ガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS)	有機化合物の定性・定量分析	1 時間	1,800 円	—

21	ガスクロマトグラフ (GC)	各種化合物の精密測定	1 時間	400 円	—
22	高速液体クロマトグラフ	各種化合物の精密測定	1 時間	1,100 円	—
23	高速液体クロマトグラフ (ELSD)	食品等成分の定性、定量	1 時間	1,500 円	—
24	全有機体炭素計 (TOC)	有機炭素量の測定	1 時間	700 円	—
25	カールフィッシャー水分計	液体・固体中の微量水分量の測定	1 時間	300 円	—
26	真空式グローブボックス	空気や水分等を遮断した環境における試料の前処理	1 時間	1,800 円	—
27	クリーンベンチ	クリーン環境での試料調製や部品組立	1 時間	100 円	—
28	マイクロ波減圧乾燥装置	素材のマイクロ波乾燥処理	1 時間	100 円	—
29	熱風併用型マイクロ波乾燥装置	素材のマイクロ波乾燥処理	1 時間	900 円	—
30	凍結乾燥機	試料中の水分除去・フリーズドライ	1 時間	400 円	—
31	送風定温乾燥機	試料中の水分除去・高温乾燥	1 時間	200 円	—
32	防爆型乾燥機	有機溶剤・化学薬品等試料の乾燥	1 日	2,000 円	—
33	恒温器	恒温・恒湿環境における試料の保存	1 日	800 円	—
34	マッフル炉	試料の灰化・焼結処理	1 時間	100 円	—
35	高温高压リアクター	高温高压下での抽出注入実験	1 時間	500 円	—
36	耐蝕型超臨界反応試験装置	酸性雰囲気下での高温高压流体反応	1 時間	900 円	—
37	遠心分離機	試料の固液分離・油水分離	1 時間	100 円	—
38	冷却遠心分離機	低温条件での試料の固液分離・油水分離	1 時間	500 円	—
39	フリーザー (−40℃)	試料の冷凍保存	1 日	500 円	—

40	冷凍冷蔵庫	試料の冷凍・冷蔵保存	1 日	800 円	—
41	蛍光式光ファイバ 温度計	材料表面・内部等の温 度計測	1 時間	100 円	—
※	実験室	試作・加工等	半日	1,000 円	—

県外企業については、次表の割合を使用料金に乗じる。

区 分	割合 (%)
STZ 地域企業及び県外中小企業	1 5 0
その他県外企業	2 0 0

STZ 地域企業とは、岡山県、徳島県、高知県に立地する企業をいい、その他県外企業とは、中小企業基本法に定める企業を除く企業をいう。

Ⅲ. 機器操作指導

(消費税別)

項 目 名	内 容	単位	手数料
機器操作指導料	機器使用者に操作指導を行う	1 時間	4,000 円

研究報告

超臨界技術によるプラスチック材料への機能性付与に関する研究(Ⅱ)

ー 親油性セルロース素材の開発 ー

中西 勉

プラスチックフィルムへ機能を付与するための副資材の開発を目指し、親油性のセルロース素材の開発を行った。反応条件に伴うアセチル化度(DS値)の変化を指標にして、無水酢酸によるセルロース素材のアセチル化条件を検討した結果、超臨界 CO₂ の存在によって無水酢酸を削減することができた。温度 160℃、圧力 20MPa において超臨界 CO₂ の存在下で、セルロース素材(g)と無水酢酸(mL)の混合比=2.8g/28mL(反応槽容量 180mL)で 2h 反応させた結果、目標とするアセチル化度(DS 値≒1)のセルロース粉末を得ることができた。無水酢酸の使用量が 14mL 以上の条件では超臨界 CO₂ の存在下でアセチル化の促進効果が認められ、無水酢酸の使用量削減が可能であった。しかし、DS 値の高いサンプルほど茶褐色に呈色し、原料との色差が大きくなった。

1 緒言

香川県には国内で唯一の超臨界発泡フィルム製造企業がある。本フィルムは軽量で優れた断熱性を特徴として商品化されているが、さらなる高強度化や、環境負荷低減化のためのプラスチックの使用量削減に関する開発が求められている。そこで、プラスチックに補強材としてセルロースナノファイバー(CNF)を添加して強度を高めて薄膜化することによるプラスチックの使用量削減が試みられているが、プラスチックと CNF との親和性が弱くプラスチックへの CNF の均一混合と分散が困難となっている。

その解決のため、CNF の表面を親油性に改質してプラスチックと親和性を高めることが必要となる。親油性 CNF の製造技術としては、TEMPO (2,2,6,6-tetramethylpiperidine-1-oxyl radical) を触媒にしてセルロース骨格の C6 位の 1 級ヒドロキシ基を選択的にカルボキシル基に変換する方法¹⁾、天然セルロース繊維を懸濁した水を相対する二つのチャンバーから高压で噴出して衝突させる水中カウンターコリジョン法(ACC 法)²⁾、湿式ディスクミルによって竹繊維を機械的に解砕した後にアセチル化あるいはオクタノイル化する方法³⁾など、多くの技術が開発されている。これらの方法では、親油化 CNF は反応溶媒中に分散された状態で得られるため、プラスチック等の補強材として使用するために CNF 素材の形状を保持した状態で反応溶媒を除去することが必要である。しかし、反応溶媒の除去は困難であり、コストが高くなる。

令和 2 年度には、親油化されたセルロース素材と反応溶媒との分離が容易な技術の開発を目的として、原料としてセルロース製ろ紙を用い、温度 120℃、反応時間 2h で、無水酢酸に硫酸を 0.001~0.01% 添加した反応溶媒中でアセチル化反応させた後に、ろ紙を取り出して粉碎することによる親油化セルロース素材の作成を試みた。そして、反応後のろ紙の親油性は、水滴を落下して接触角を観察することによって確認した⁴⁾。しかし、本方法でもアセチル化反応は液相中で実施しており、反応溶媒としての無水酢酸を大量に用いることから、環境負荷を低減化するためにも無水酢酸の使用量を削減することが課題であった。

そこで本研究では、反応溶媒である無水酢酸を削減することを目的に超臨界 CO_2 存在下でのアセチル化の条件を検討した。アセチル化は、プラスチックに混合するための補強材としてセルロース素材の結晶性や形状を維持する観点⁵⁾から DS 値を 1 程度とした。また、アセチル基の確認のため、FT-IR を用いてアセチル基由来の $\text{C}=\text{O}$ の吸収も測定した。

2 実験

2-1 試料

セルロース素材として結晶性セルロース粉末((株)伏見製薬所製の Comprecel S101 型 以後、セルロース粉末)、反応溶媒として無水酢酸(富士フィルム和光純薬(株)製特級、純度 99.9%)と CO_2 (中四国エア・ウォーター(株)製高純度、純度 99.9%)、触媒としてピリジン(富士フィルム和光純薬(株)製特級、純度 99.5%)を用いた。

2-2 実験装置

実験装置の概略を図 1 に示した。反応槽は、容積 180mL、材質は Hastelloy である。試料 2.8g を不織布袋に封入して反応槽上部に吊下げ、表 1 に示した無水酢酸、ピリジン、 CO_2 の所定量を反応槽に投入し、バンド型の電熱ヒータを用いて昇温した。 CO_2 を添加する場合は全て 20MPa の圧力で行った。所定条件下で反応させた後、装置全体を冷却して試料を取り出し、送風乾燥機で 50℃、24h 乾燥後、分析に供した。詳細な反応条件を表 1 に示した。

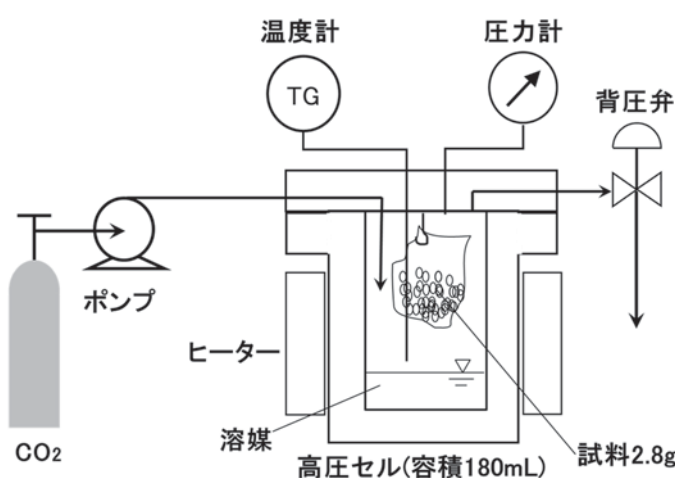


図1 実験装置

2-3 分析方法

アセチル化由来の $\text{C}=\text{O}$ の吸収($1,750\text{cm}^{-1}$)を示すピークの面積は、FT-IR(ニコレー製 670 型)を用いて得られたスペクトルデータから求めた。アセチル化度(DS 値)は、本研究で用いたセルロース素材の分子骨格をグルコース(モル分子量 162)と仮定して Ando らの方法⁶⁾に準じて中和滴定法で求めた。試料の色は、分光色彩計(日本電色工業(株)製 SD7000 型)を用いて ΔE^*_{ab} を求めた。 ΔE^*_{ab} は、JIS 規格(JIS Z 8781-4)で定められている色空間(L^* :明度, a^* :赤～緑, b^* :黄～青)における二つの座標(原料の座標, 処理物の座標)の色の差を数値化したものであり、値が大きいほど差が大きい。試料の形状は、走査型電子顕微鏡((株)日立ハイテクサイエンス製 SU3500 型)を用いて撮影した。

3 結果

3-1 DS 値, FT-IR ピーク面積, 色差(ΔE^*_{ab})の関係

測定結果(DS 値, FT-IR ピーク面積, ΔE^*_{ab})を実験条件とあわせて表 1 に示した。また、FT-IR を用いて、アセチル基由来の $\text{C}=\text{O}$ の吸収ピークを測定した結果、 $1,750\text{cm}^{-1}$ の波長においてピークを検出できた。FT-IR 測定結果の一例を図 2 に示した。

表1 実験条件並びに測定結果(DS 値, FT-IR ピーク面積, ΔE^*_{ab})

温度(°C)	反応時間(h)	原料(g)	無水酢酸(mL)	ピリジン	CO ₂	DS値	ピーク面積	ΔE^*_{ab}
—	—	—	—	—	—	0.08	0.00	—
120	2	2.8	140	無	無	0.21	0.79	0.80
120	4	2.8	140	無	無	0.27	1.11	1.40
120	6	2.8	140	無	無	0.24	1.25	0.90
120	2	2.8	140	0.01%	無	0.55	7.34	1.67
120	2	2.8	140	0.1%	無	0.62	7.45	2.23
120	2	2.8	28	無	無	0.49	5.58	1.99
120	2	2.8	28	無	20MPa	0.56	7.53	2.69
120	2	2.8	28	0.1%	無	0.62	5.71	1.18
120	2	2.8	28	0.1%	20MPa	0.64	8.24	2.85
120	2	2.8	7	無	無	0.53	7.05	2.66
120	2	2.8	7	無	20MPa	0.55	6.05	1.84
140	2	2.8	140	無	無	0.22	1.97	1.71
160	2	2.8	140	無	無	0.33	2.41	6.12
160	2	2.8	56	無	無	0.62	6.30	2.00
160	2	2.8	56	無	20MPa	0.71	10.22	5.01
160	2	2.8	28	無	無	0.79	8.01	2.97
160	2	2.8	28	無	20MPa	0.93	15.90	10.68
160	2	2.8	28	0.1%	無	0.58	6.13	2.37
160	2	2.8	28	0.1%	20MPa	0.78	11.78	6.71
160	2	2.8	14	無	無	0.48	6.21	1.29
160	2	2.8	14	無	20MPa	0.86	9.02	2.90
160	2	2.8	7	無	無	0.57	5.49	3.04
160	2	2.8	7	無	20MPa	0.54	7.78	4.26

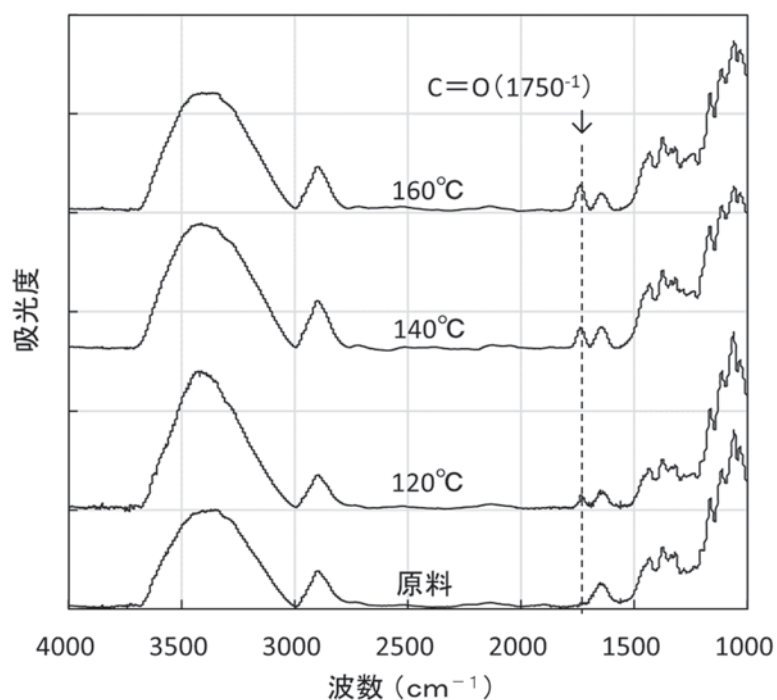


図2 FT-IR スペクトル

DS 値とFT-IRピーク面積との相関性を図3に, DS 値と ΔE^*_{ab} との相関性を図4に示した. DS 値は, FT-IR ピーク面積, および ΔE^*_{ab} の増加に伴って高くなる傾向を示した. また, DS 値と FT-IR ピーク面積との相関性は, DS 値と ΔE^*_{ab} との相関性よりも強い結果となった.

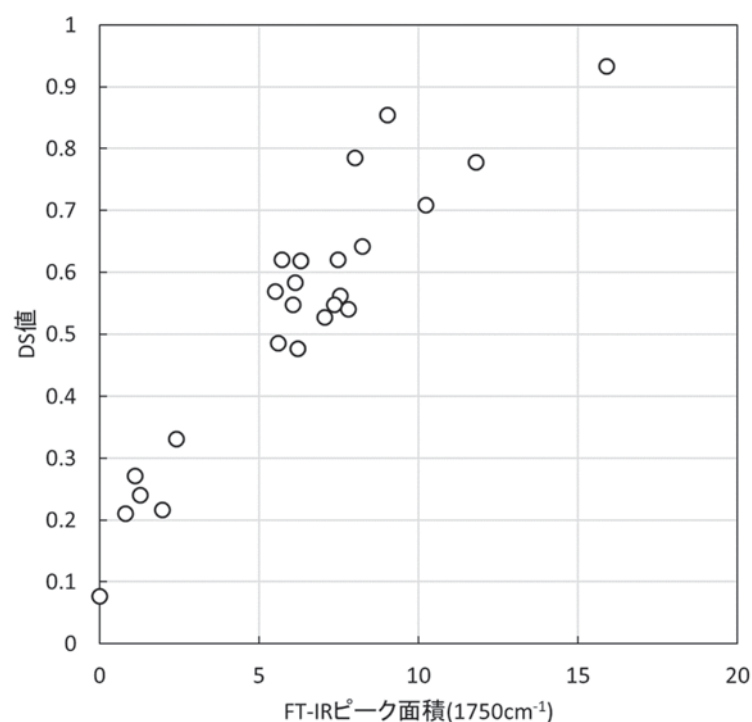


図3 DS 値と FT-IR ピーク面積の相関性

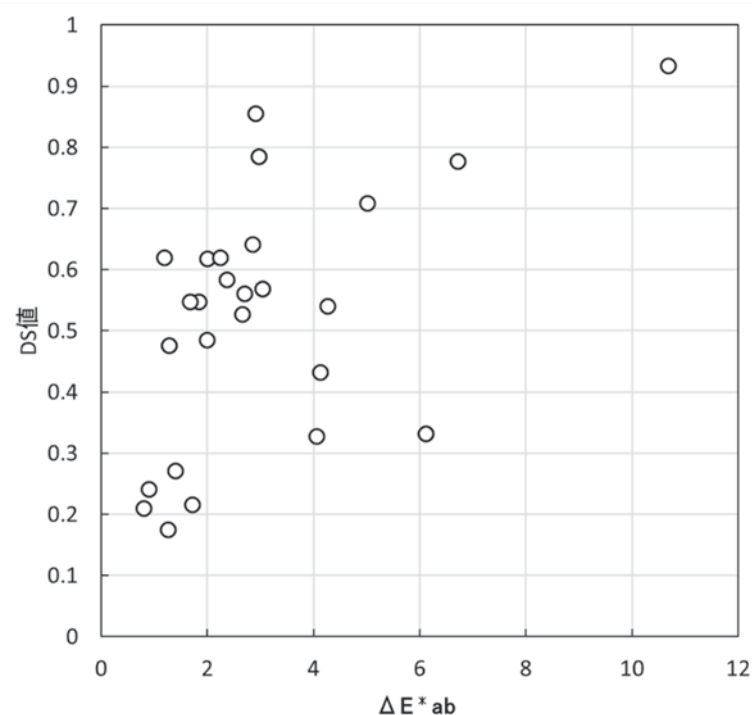


図4 DS 値と ΔE^*_{ab} の相関性

3-2 反応条件による DS 値の変化

(1) 液相反応における実験条件の影響

液相反応における DS 値に及ぼす実験条件の影響を図 5 に示した。

反応温度の影響(図 5 a)

反応時間 2h, 無水酢酸添加量 140mL の条件下で, 温度が 120℃, 140℃, および 160℃の DS 値を比較した。温度の上昇とともに DS 値は増加する傾向を示したが, 160℃の条件でも DS 値はあまり増加しなかった。

反応時間の影響(図 5 b)

温度 120℃, 無水酢酸添加量 140mL の条件下で, 反応時間が 2h, 4h, および 6h の DS 値を比較した。反応時間の増加によって DS 値は増加しなかった。この結果から, 反応時間を延長しても DS 値は増加しないことが推察された。

ピリジン添加の影響

反応温度 120℃, 反応時間 2h のときのピリジンの添加効果を調べた結果, ピリジンを 0.01%添加した場合に DS 値が無添加のときの 2.6 倍に上昇したが, 10 倍量の 0.1%添加しても DS 値のさらなる上昇は認められなかった。このことから, ピリジンを 0.1%以上添加しても DS 値は顕著に上昇しないことが推察された。

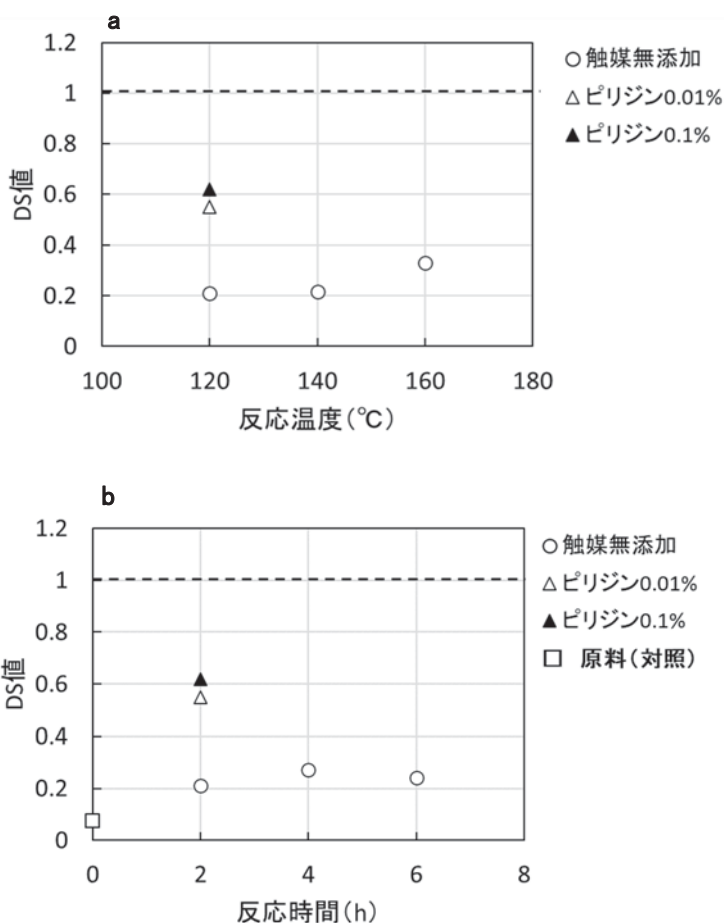


図5 液相反応における DS 値に及ぼす実験条件の影響

(2) 気相反応における実験条件の影響

気相反応における DS 値に及ぼす実験条件の影響を図 6 に示した。

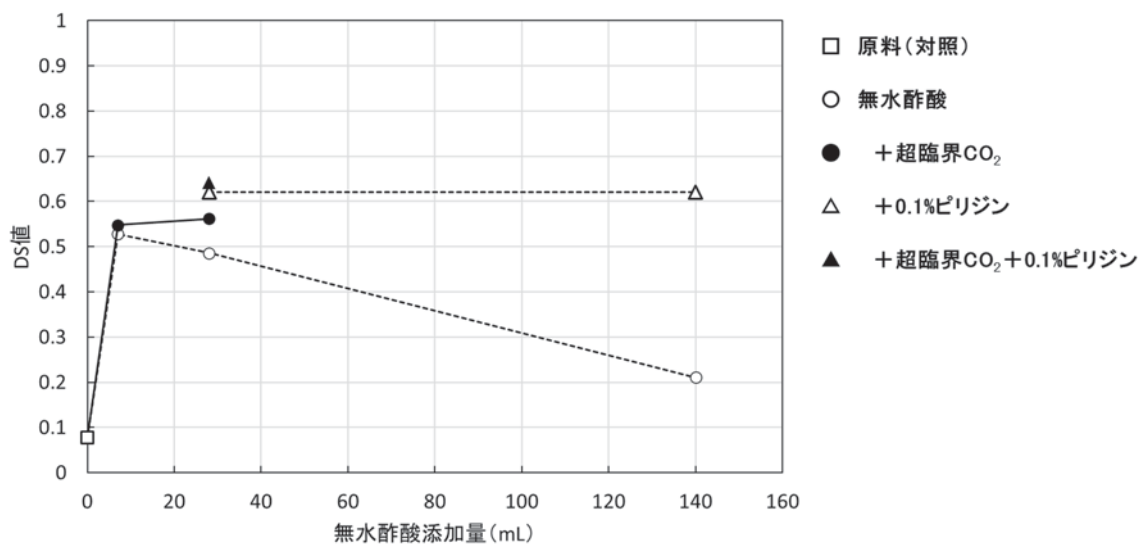
無水酢酸添加量の影響

無水酢酸の添加量が 140mL の場合が液相反応であり, それ以下の添加量が気相反応である。図 6 の結果から, ピリジン無添加の条件では, 気相反応で得たサンプルの DS 値が液相反応の場合よりも高い傾向を示した。また, 160℃の条件下では, 無水酢酸添加量が 28mL の場合の DS 値が最も高い結果であった。

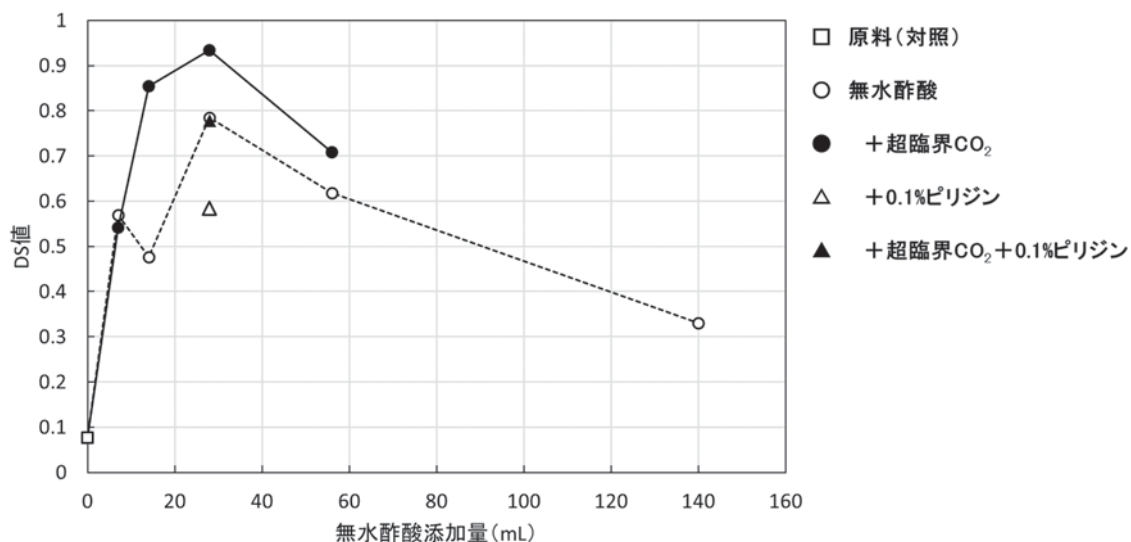
ピリジン添加の影響

無水酢酸の添加量が 28mL の条件において, 触媒としてピリジンを添加した。反応温度が 120℃のときはピリジンを添加したときの DS 値が無添加の場合より大きく, 160℃のときはピリジンを添加したときの DS 値が無添加の場合より小さかった。

両温度条件はピリジンの沸点の 110°C を超えているため、両温度条件においてピリジンは同じ蒸気密度で存在していると考えられる。しかし、無水酢酸の沸点 (140°C) 以下の 120°C の場合にはセルロース粉末周囲の無水酢酸の蒸気密度が低く、沸点以上の 160°C の場合にはセルロース粉末周囲の無水酢酸の蒸気密度が高くなり、その結果、無水酢酸の蒸気密度の影響がピリジンの添加による影響よりも大きくなったためと考えられた。なお、 160°C の場合にピリジンを添加することによって DS 値が低下したのは、この条件でピリジンの分圧が高くなり、相対的に無水酢酸の分圧が低くなったためと考えられる。



(120°C , 反応時間 2h)



(160°C , 反応時間 2h)

図6 気相反応における DS 値に及ぼす実験条件の影響

超臨界 CO₂ 添加による影響

無水酢酸添加量, 温度, 反応時間, および触媒添加量が同じ条件下で, 超臨界 CO₂ を添加した場合の DS 値の変化を図 7 に示した.

無水酢酸の添加量が 7mL では, 超臨界 CO₂ の添加による効果は認められなかった. 当該条件下では反応槽内における無水酢酸の蒸気密度が小さく, 超臨界 CO₂ の優れた浸透作用に伴う効果が得られなかったためと考えられた.

無水酢酸の添加量が 14mL 以上では, 超臨界 CO₂ の添加によって DS 値は増加した. この条件下では, 表面張力がほとんどなく微細な空隙内への浸透効果が高い超臨界 CO₂ とともに移動した無水酢酸がセルロース粉末と十分に接触して反応の効率が高まったためと考えられた.

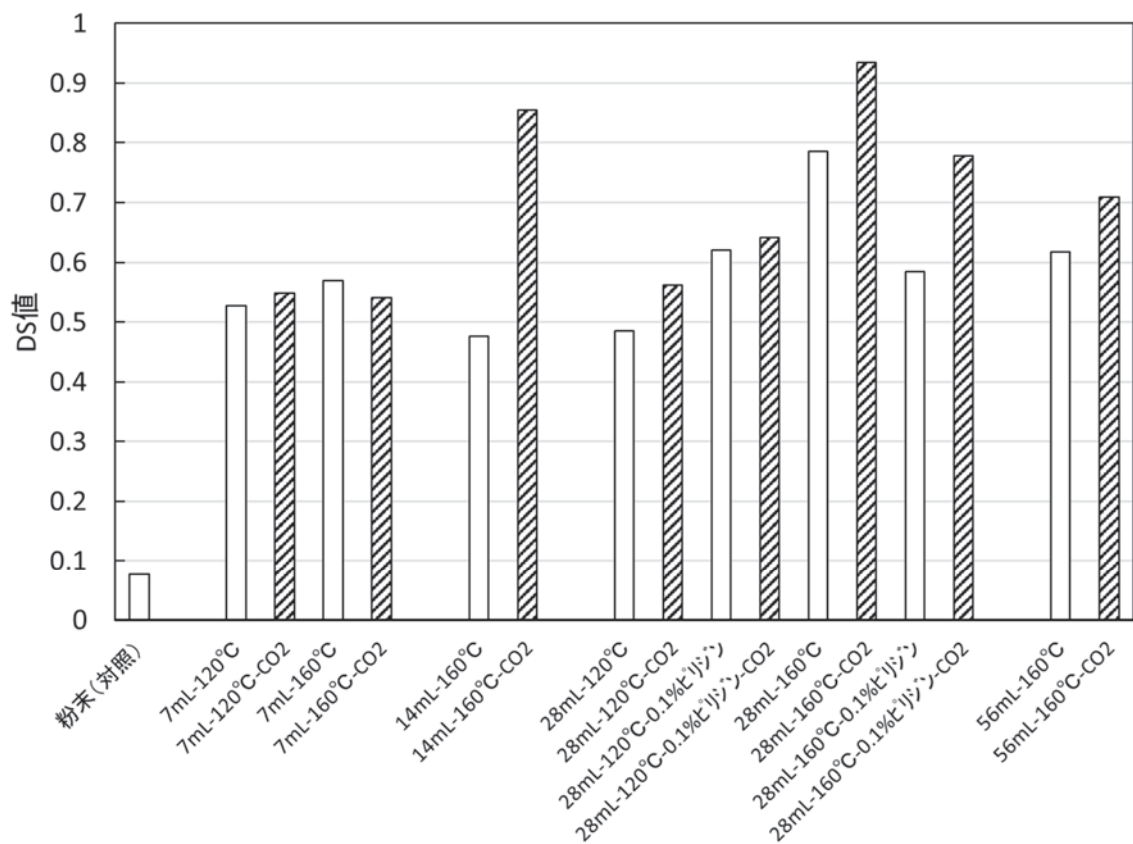


図7 超臨界 CO₂ の添加による DS 値の変化

(3)セルロース粉末の色彩と形状に及ぼすアセチル化反応の影響

セルロース粉末の色彩と形状に及ぼすアセチル化反応の影響について調べた。

反応後のセルロース粉末の色の変化

反応後のセルロース粉末の色の変化を図8に示した。また、同一条件下で色差におよぼす温度の影響を表2にまとめた。色の変化は、原料と処理サンプルの色差である ΔE^*ab を用いた。

実験結果から、反応温度が高いほど、 ΔE^*ab は大きくなり、色相については茶褐色を呈した。茶褐色を呈したのは、本実験条件においてセルロース分子中のグルコースが熱によってカラメル化して着色したことが原因の一つとして考えられる。また、同一条件で超臨界 CO_2 の添加による影響を調べた結果、無水酢酸の蒸気が少ない条件(120℃, 無水酢酸添加量 7mL)以外では、全てにおいて超臨界 CO_2 の添加によってセルロース粉末は茶褐色を呈した。

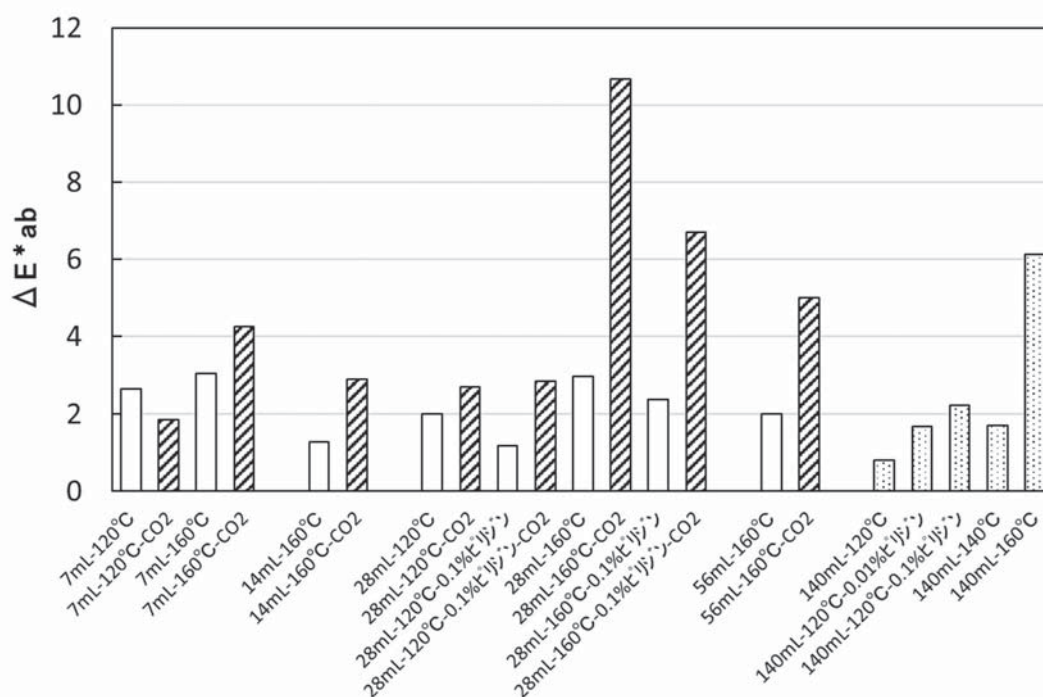


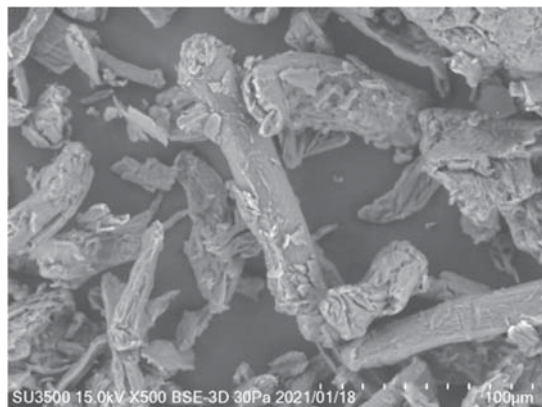
図8 反応後のセルロース粉末の色の変化

表2 色差(ΔE^*ab)におよぼす温度の影響

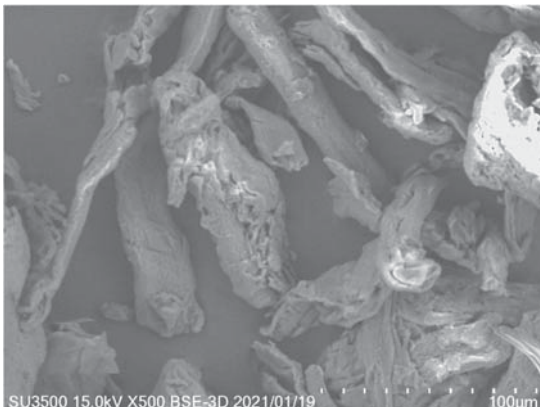
ΔE^*ab		他の条件
120℃	160℃	
0.80	6.12	無水酢酸140mL, 触媒無, CO_2 無
1.99	2.97	無水酢酸28mL, 触媒無, CO_2 無
2.69	10.68	無水酢酸28mL, 触媒無, CO_2 20MPa
1.18	2.37	無水酢酸28mL, 触媒トリエチルアンモニア0.1%, CO_2 無
2.85	6.71	無水酢酸28mL, 触媒トリエチルアンモニア0.1%, CO_2 20MPa
2.66	3.04	無水酢酸7mL, 触媒無, CO_2 無
1.84	4.26	無水酢酸7mL, 触媒無, CO_2 20MPa

反応後のセルロース粉末の形状の変化

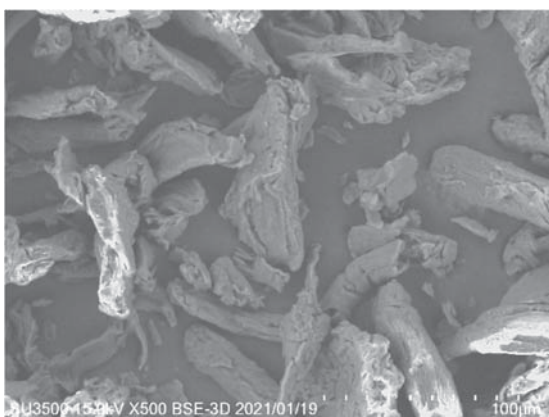
本研究における反応条件下で得られた DS 値が高いサンプルと、原料の形状を比較した(図9)。素材表面と大きさにおいて、両者の差はほとんどなかった。このことから原料の形状を保持した状態でアセチル化が可能であると考えられた。



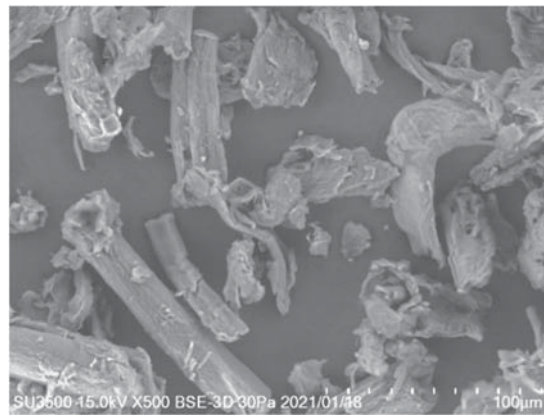
原料 (対照)



120°C, 無水酢酸 140mL, ピリジン 0.1%
(DS 値 0.62)



160°C, 無水酢酸 28mL, ピリジン 0.1%
(DS 値 0.58)



160°C, 無水酢酸 28mL, 超臨界 CO₂
(DS 値 0.93)

図9 反応前後のセルロース粉末の形状比較

4 まとめと今後の予定

セルロース素材のアセチル化を FT-IR による測定, および DS 値の測定により確認できた. FT-IR による検出ピーク面積と DS 値との相関性は高かった. また, セルロース素材 (g) と無水酢酸 (mL) の混合比 = 2.8g/28mL (反応槽容量 180mL), 反応温度 160°C, 反応時間 2h, 圧力 20MPa の超臨界 CO₂ の存在下において, 目標とするアセチル化度 (DS 値 ≒ 1) のセルロース粉末を得ることができた. 無水酢酸の使用量が 14mL 以上の条件では, 超臨界 CO₂ の添加によってアセチル化の促進効果が認められ, 無水酢酸の使用量削減が可能であった. 一方で, 本実験条件でアセチル化したセルロース粉末は茶褐色を呈する傾向が認められた. 目的とする DS 値のセルロース素材を得ることができたが, プラスチックに複合化しフィルム化した際に, 呈色の面で商品の品質に影響を及ぼす可能性も考えられ, 課題として残った.

今後は, 反応前後の原料の変化を最小限度に抑えたいうえで, アセチル化により親油化したセルロース素材の複合化によるプラスチックの高強度化を目的として, セルロース素材とプラスチックとの均一な複合化条件, アセチル化の有無によるプラスチックの強度の差等について検討する予定である.

謝辞

本研究に係るセルロース素材のアセチル化と評価方法等に関してご指導下さりました, 国立研究開発法人産業技術総合研究所中国センター機能化学研究部門セルロース材料グループ長の遠藤貴士様に感謝の意を表します.

参考文献

- 1) 磯貝明, “TEMPO 酸化セルロースシングルナノファイバー複合材料”, 日本ゴム協会誌, 85(12), 26–31(2012).
- 2) 近藤哲男, “水中カウンターコリジョン法によるセルロースナノファイバーの作製”, 日本ゴム協会誌, 85(12), 38–43(2012).
- 3) 花ヶ崎裕洋, 小島洋治, 遠藤貴士, “化学修飾した竹由来リグノ CNF の物性評価”, 広島県立総合技術研究所西部工業技術センター研究報告, 60, 4–7(2017).
- 4) 中西勉, “親油性セルロースナノファイバー素材の開発”, 公益財団法人かがわ産業支援財団地域共同研究部ニュースレター, 60, 2–5(2020).
- 5) Yasuko Saito, Takashi Endo, Daisuke Ando, Fumiaki Nakatsubo, and Hiroyuki Yano, “Influence of drying process on reactivity of cellulose and xylan in acetylation of willow (*Salix achwerinii* E. L. Wolf) kraft pulp monitored by HSQC-NMR spectroscopy”, Cellulose, 25, 6319– 6331(2018).
- 6) Daisuke Ando, Fumiaki Nakatsubo, and Hiroyuki Yano, “Acetylation of Ground Pulp: Monitoring Acetylation via HSQC-NMR Spectroscopy”, ACS Sustainable Chem. Eng., 5, 1755–1762(2017).

発 行 (公財)かがわ産業支援財団 地域共同研究部
 〒761-0301 香川県高松市林町2217番地43
 TEL 087-869-3440 FAX 087-869-3441
 E-mail : rist@kagawa-isf.jp
 ホームページ: <https://www.kagawa-isf.jp/rist/>
発行日 令和3年6月

本誌から転載・複写する場合は、かがわ産業支援財団の許可を得てください。