

## 投稿論文要旨 2006年10月1日～2007年9月30日

Translucent  $MgAl_2O_4$  Spinel Ceramics Produced by Isostatically Hot Pressing

津久間孝次、山内正一

Journal of the Ceramic Society of Japan 114 (10), 802 - 806 (2006)

$MgAl_2O_4$ 微粉末を用いたHIP法により透明焼結体を作製した。焼結体組織を微小粒径にするため低い焼結温度で緻密化する助剤を探索した結果、 $B_2O_3$ が有効であることを見出した。 $B_2O_3$  1500ppm添加したとき焼結温度は200 低下し、1300 で緻密な焼結体が得られた。焼結体をHIP処理した試料は直線透過率80%を示す良好な透明体となった。 $B_2O_3$ の焼結体組織への影響を調べその働きを議論した。

アーキングに対するスパッターゲット中の微小酸化物の影響 (酸化物依存性とアーキングのモデル化)

川畑貴裕、稲生俊雄

東ソー研究・技術報告 50巻、15 - 22 (2006)

スパッタ成膜における異常放電 (アーキング現象) はパーティクルによる製品欠陥の主要因であり、スパッターゲット実用上最大の課題である。アーキング現象は、ターゲット中に混在する異相 (酸化物) によって誘起されると考えられているが、異相の種類、サイズ依存性等の系統的な基礎研究は未だなされていない。今回、種々の酸化物を異相として埋め込んだターゲットを作製し、アーキング評価を行なうとともに、各種シミュレーションの系統的な基礎研究により、アーキングモデルの設定を試みた。本研究から、酸化物上の表面蓄積電荷がアーキングと深く関連する事を見出し、一定の表面電荷密度に達するとアーキングが誘起されるモデルを構築した。本モデルが種々の酸化物に適用可能であるとともに、アーキング現象が発生しない臨界酸化物サイズを導出し、実際のアーキング評価から求めた値と一致する事を確認した。これにより、低アーキングを実現するターゲットの製造指針 (各種酸化物に対する管理基準) を得る事が可能となった。

1,3,5- トリアジン化合物の合成とその電子輸送性

田中剛、望月修、佐藤優、相原秀典\*、山川哲\*

東ソー研究・技術報告 50巻、9 - 14 (2006)

近年、有機ELや有機トランジスタなど有機半導体の技術進歩が顕著であるが、高性能化には速い電荷移動速度の材料開発が肝要である。我々は特に開発の遅れ

ている電子輸送材に着目し、電子輸送ユニットを有する1,3,5- トリアジンを母核として高移動度化を図り、 $2 \times 10^{-4} \text{cm}^2/\text{Vs}$ と従来材料 $Alq_3$ より100倍も速い新規材料を開発した。

Development of a Novel Bismuth Precursor for MOCVD

古川泰志、大島憲昭、舟窪浩\*

東ソー研究・技術報告 50巻、41 - 44 (2006)

FeRAM用強誘電体膜として有望視されているピスマス層状化合物用のCVD材料として、新規ピスマス材料の開発を実施し、ジメチル (N, N - ジメチルアミノメチルフェニル) ピスマスを見出した。開発ピスマス材料は、室温液体の材料であり、CVD材料に必須の良好な気化特性を有している。開発ピスマス材料の設計として、配位性側鎖を有する配位子を導入することにより、配位子の不均化反応を抑制すると共に、熱安定性を高めている。その結果、開発ピスマス材料は、非爆発性の化合物であるため、安全に使用することができる。開発材料のCVD成膜特性を確認するため、開発ピスマス材料、 $T(\text{O-iso-C}_3\text{H}_7)_4$ 、および酸素ガスを使用して $Bi_4Ti_3O_{12}$ 薄膜作製を行い、CVD材料として使用できることを実証した。

Phase separation and hydrothermal degradation of 3 mol%  $Y_2O_3$  -  $ZrO_2$  ceramics.

山下勲、津久間孝次

東ソー研究・技術報告 50巻、3 - 8 (2006)

3 mol%  $Y_2O_3$  -  $ZrO_2$ セラミックスにおける相分離と水熱劣化をX線回折法により研究した。焼結体の結晶構造は高温で著しく変化し、焼結温度の上昇と共に高Y濃度および低Y濃度領域に相分離することをリートベルト解析により明らかにした。またそれらの領域はいずれも正方晶として解析でき、高Y濃度領域についても  $c/a = 1$  の正方晶として解析できることを明らかにした。水熱劣化により生じる単斜晶相の量は劣化時間の増加と共に増加するが、低Y濃度領域の量は減少する。正方晶から単斜晶への相転移の経時変化を、Johnson-Mehl-Avrami式を用いて解析した結果、水熱劣化による転移可能な単斜相の量は、低Y濃度領域の量とよく一致することがわかった。これらの定量的な解析は、水熱条件下では低Y領域が選択的に単斜晶へ相転移し、高Y領域は相転移しないことを明確に示す結果で

ある。3Y-TZPセラミックスにおける水熱条件下での転移可能な量は、低Y濃度領域の量に依存する。相分離に起因する低Y濃度領域の形成が焼結体における水熱劣化の要因と考えられる。

Low-Temperature Preparation of Metallic Ruthenium Films by MOCVD Using Bis (2,4-dimethylpentadienyl) ruthenium

Kazuhiisa Kawano, Hiroaki Kosuge, Noriaki Oshima, and Hiroshi Funakubo\*

Electrochem. Solid-State Lett., 10 (6), D60 (2007)

Ru(DMPD)<sub>2</sub>の物性をRu(DMPD)(EtCp)と比較した。Ru(DMPD)<sub>2</sub>は82 °Cで13.3Paの蒸気圧を示し、210 °Cの熱分解温度を示した。この熱分解温度はRu(DMPD)(EtCp)より60 °C低い。反応ガスとして酸素を用いて化学気相蒸着法(MOCVD)での成膜を行ったところ、熱酸化Si(100)基板上に220 - 400 °Cで金属ルテニウムが成膜可能であった。さらに表面平滑性に優れた結晶質の金属ルテニウムがRu(DMPD)<sub>2</sub>-酸素系で220 °Cまで成膜可能であることをはじめて明らかとした。

#### 透明導電膜の技術 改訂版

内海健太郎

日本学術振興会第166委員会編(株)オーム社発行  
透明導電性酸化物薄膜材料に関する技術解説書。内、1.4節透明導電膜素材資源および6.3節ターゲット材料を執筆。ターゲットに要求される性能、製造方法、ターゲットの性能について記載。

#### 放射光X線回折によるIn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SnO<sub>2</sub>系セラミックスの構造的な研究

山下勲、永山仁士、津久間孝次

平成18年度文部科学省先端大型研究施設戦略活用プログラム成果報告書 SPRing-8戦略活用プログラム2006B, P9-10 (2007)

In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SnO<sub>2</sub>系セラミックス(SnO<sub>2</sub>=0、2、5、10wt%)について高輝度放射光X線構造解析を実施した。格子定数はSnO<sub>2</sub>=5wt%程度までSnO<sub>2</sub>量の増加と共に単調に増加した。また窒素還元した試料では、酸素中で焼成したものと比較して格子定数は増大した。SnO<sub>2</sub>の固溶限界はおおよそ5wt%程度であり、還元処理による格子膨張は、進入型酸素の減少によるIn<sup>3+</sup>同士の静電反発に起因すると考えられる。各試料についてBixbite型In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>構造を初期モデルとしたRietveld解析を実施したが、反射強度に関して不一致が観測された。これは陽イオン、陰イオンサイトにおける占有率変化、

ディスオーダーなどに起因すると推測される。

#### 次世代透明導電膜用スパッタターゲットの展望

内海健太郎、洪田見哲夫、満俊宏、倉持豪人、鈴木祐一、飯草仁志、尾身健治、市田正典、伊藤謙一、戸床茂久、益子仁

月間ディスプレイ 7月号、61-66 (2007)

ITOは、透明導電膜の代表として長く使用されてきたが、使用量の増加、原料の高騰から、省Inあるいは脱In透明導電膜の開発が望まれている。省Inの可能性としてITO中のSnO<sub>2</sub>量の増加の可能性について、また脱Inの現状としてZAO薄膜の特性についてまとめた。省Inは、特性を優先すると省Inにつながらない(In使用量の低減が困難)という問題点がある。脱In材料候補のZAOは、抵抗率はITOに及ばないものの透過率は同等からそれ以上である。酸やアルカリ溶液に弱いという問題点は、薬液に改良により克服された。また、ターゲットの使用効率が高く、高速成膜が可能で、膜質均一性に優れるCylindrical Cathode用の円筒形ITOターゲットを開発。従来の平板型と同様の高密度化を達成した。

#### 透明導電膜の新展開 (課題) ~7章スパッタリングターゲット: アークレスへの挑戦

内海健太郎

(株)シーエムシー出版 監修: 東京工芸大学 澤田豊教授 縮刷版

膜中のパーティクル減少にはスパッタリング成膜中に発生するアークの低減が有効である。ターゲットの高密度化、組織の均一化、表面粗さの低下によりアークの低減が可能となる。2002年10月発行された書籍の縮刷版。

#### Effect of Different Astaxanthin Sources on Skin Pigmentation of Red Sea Bream (*Pagrus major*)

Agus Kurnia\*, 佐藤秀一\*, 倉本大輔\*, 半澤 敏水産増殖 55 (3), 441-447 (2007)

由来の異なるアスタキサンチンのマダイ体表色への効果を分析するため、化学合成、Phaffia酵母由来及びParacoccus細菌由来のアスタキサンチンを配合した飼料をマダイに投与した。Phaffia由来及びParacoccus由来品を投与した群の表皮は化学合成品投与群より明確に高いアスタキサンチン含量を示した。肉質及び肝臓の総カロテノイド含量は三群の間に相違はなく、アスタキサンチンは検出されなかった。本結果は天然品アスタキサンチン(Phaffia又はParacoccus由来品)は表

皮に選択的に蓄積され、マダイの色揚げに効果が高いことを示すものである。

#### パラジウム - セピオライト触媒による有機合成反応

森 嘉彦、山川 哲\*

東ソー研究・技術報告、50、23-30(2006)

Pd粘土触媒を用い、アルコール酸化反応、Heck反応、インドリン脱水素反応およびインドールのヒドロアミノ化反応を行った。この内、インドールのヒドロアミノ化反応においては、Pdセピオライト触媒は62%の高収率を与えることを初めて見出した。この触媒では回収が容易でシンプルなプロセス化が可能である。また、この触媒はPdの溶出がほとんどなく、繰り返し再使用が可能であることを確認した。

#### フレキシブルディスプレイ用透明プラスチック基板材料の開発

小原直人、牧田健一、藤井靖芳、岡田久則、土井 亨

東ソー研究・技術報告、50、45-48(2006)

液晶ディスプレイ分野において、ガラス基板をプラスチック化する検討が活発化しており、未だ実用化には至っていないが、今後プラスチック基板を用いた新しいフレキシブルディスプレイ製品が生産されていくものと考えられる。現在、プラスチック基板材料として検討されているポリエーテルサルホン(PES)は、光学特性、耐熱性が不十分である。これに対して、我々は、光学特性、耐熱性に優れた新規なプラスチック基板材料を見出し(開発名:OPS)開発を進めている。OPS樹脂の特徴を他の透明耐熱プラスチック基板材料と比較するとともに、フレキシブルディスプレイへの適合性について紹介する。

#### 医療用ポリエチレンの開発

坂野博英、渡邊憲、雪岡聡、大嶽真都

東ソー研究・技術報告、50、49-53(2006)

ガラス素材からの転換が期待される医療用プラスチックアンプル用途においては、従来プロ成形後に内壁を洗浄する工程を経ていた。しかしながら、生産性向上を目的に同洗浄工程を省略すべく、プロ成形と同時に薬液を充填する同時充填プロ成形法が開発され、医療用のポリエチレンには衛生性の観点から低溶出性(クリン性)すなわち低微粒子性が求められるようになった。本課題を解決すべく微粒子数を従来品の1/10、全有機炭素(TOC)を40%にまで低減したポリエチレン製品を開発した。本報告ではLDPE低微粒子グレードの低溶出性(低微粒子数、低全有機炭

素(低TOC))を中心に解説した。併せて加工性(溶融粘度、溶融張力、ドロダウン性)物性(透明性、材料強度特性、ESCR)、ブレンドによる応用例についても広く紹介した。

#### 押出ラミネート成形におけるトラブル対策

古屋元史、幸田真吾

コンパテック、10、36-40(2006)

押出ラミネート成形におけるトラブル(偏肉、ゲル、接着不良など)に関して、原因に関する技術的な考察とその解決策を提案すると共に当社が持つラミネート加工技術および既存製品を紹介する。

#### 透明プラスチック基板材料「開発名:OPS」

小原直人、牧田健一、藤井靖芳、岡田久則、土井 亨  
コンパテック、7、74-77(2007)

液晶ディスプレイ分野において、ガラス基板をプラスチック化する検討が活発化しており、未だ実用化には至っていないが、今後プラスチック基板を用いた新しいフレキシブルディスプレイ製品が生産されていくものと考えられる。現在、プラスチック基板材料として検討されているポリエーテルサルホン(PES)は、光学特性、耐熱性が不十分である。これに対して、我々は、光学特性、耐熱性に優れた新規なプラスチック基板材料を見出し(開発名:OPS)開発を進めている。OPS樹脂の特徴を他の透明耐熱プラスチック基板材料と比較するとともに、フレキシブルディスプレイへの適合性について紹介する。

#### 新規鉄粉の揮発性有機塩素化合物分解特性

清水要樹

東ソー研究・技術報告、50、55-58(2006)

2003年施行された「土壤汚染対策法」により、揮発性有機塩素化合物(以下、VOCと略す)による土壤・地下水汚染の浄化等の対策が土地所有者等に対し義務づけられるため、VOC等の浄化対策が加速されている。浄化の一手段として、鉄粉の還元力を利用した脱塩素分解法があるが、本研究ではメカニカルアロイ(MA)法によるFe-Ni系分解剤が他社鉄粉に比べて高い分解性能を有することを報告する。主に、難分解性PCE等の短期分解挙動、分解に及ぼす反応温度及び薬剤添加量の影響、さらに、掘削型、原位置型による実汚染土壌での処理実績等を紹介する。

動的高吸着充填剤Toyopearl GigaCap S-650Mの特性  
久保雄二

東ソー研究・技術報告、50、59-62 (2006)

近年、医薬品用途等で生体高分子(タンパク質、酵素、核酸等)に対する需要が急激に増加している。生体高分子を生産する場合、培養工程と分離・精製工程が重要なプロセスとなる。一般に、分離・精製工程はCapture、Intermediate、Polishing工程の3ステップで実施されている。Captureステップは目的物質を粗精製する工程で、短時間処理が必須であり、高流速下でも目的物質に対し、吸着容量の高い充填剤が要求される。本研究では、このような用途に適するよう新規に開発・製品化された動的高吸着充填剤Toyoparl GigaCap S-650Mの性能評価結果について報告する。特に、この充填剤は抗体精製用に開発されたものであり、抗体に対する高い吸着能を有している。

クロロスルホン化ポリエチレンとフッ素樹脂との加硫接着技術の開発

伊藤信行

東ソー研究・技術報告、50、31-39 (2006)

クロロスルホン化ポリエチレン(CSM)はポリエチレンを塩素化ならびにクロロスルホン化して製造される特殊合成ゴムである。CSMは自動車用燃料ホースにおいて、内層ニトリルゴムの外層材として用いられ、ホースに耐熱性や、耐候性、耐オゾン性を付与している。近年の環境問題から、カリフォルニア州のローエミッションビークル規制が施行され、車一台から排出される炭化水素量が制限された。これに対して、自動車メーカーではガソリンの揮散抑制のため、耐燃料油透過性が極めて優れるフッ素樹脂を内層に使用した燃料ホースを開発している。そこで、フッ素樹脂製ホース外層へのCSM適応のため、CSMとフッ素樹脂(テトラフルオロエチレン-ヘキサフルオロプロピレン-ビニリデンフルオリド共重合体)との加硫接着を検討した。従来CSMとTHVの加硫接着は不可能であったが、硫黄量を最適化したCSMと新加硫系(加硫剤にトリチオシアヌル酸、加硫促進剤にDBU塩、加硫接着向上剤に酢酸ナトリウム3水和物を使用する)の組み合わせにより、THVと強固に加硫接着が可能となり、自動車燃料ホース外層材として目標規格を満足する技術を確認した。

遷移金属触媒を用いる各種カップリング反応の開発

石川真一

Organometallic News トピック(1、2-4、2007)

東ソーグループは、全ハロゲン元素と各種有機金属化合物の取り扱いが可能であり、広範囲の有機合成反応

を工業的スケールで実施出来る利点を有する。そこで、この技術の優位性を生かすために、近年急速に普及している遷移金属触媒を用いたカップリング反応技術の開発に取り組み、特徴ある反応技術を開発した。まず、有機金属化合物と有機ハライドとをクロスカップリング反応させる方法(グリニャール型反応)として、Fe系触媒を利用した熊田カップリング技術や、Ni触媒を利用した鈴木カップリング技術をそれぞれ開発した。いずれも、従来の触媒系と比較して安価でクリーンな触媒系となった。尚、Fe系触媒を利用した熊田カップリング技術は、レジスト用モノマーの工業生産に現在利用されている。一方、Pd錯体触媒を利用して有機ハライドをカップリングさせる方法(ヘック型反応)として、ヘック-アミノ化反応に極めて有効となるPd-P(tBu)<sub>3</sub>触媒を見出した。本触媒を利用すれば、例えば、有機EL材料として注目されているトリアリールアミン類が簡単に合成可能となるため、現在、本技術を活用した有機EL材料の開発にも取り組んでいる。

Control of crystal size of high-silica mordenite by quenching in the course of crystallization process

板橋慶治

ZMPC2006 (Microporous and Mesoporous Materials) ハイシリカモルデナイトの結晶化過程に急冷操作を行い、結晶化速度および生成する結晶サイズに与える影響を詳細に検討した。結晶化初期に急冷操作を行い再び加熱することで、急冷操作を行わない場合に対し、結晶化速度が著しく増大することを確認した。また結晶化開始から冷却操作を行うまでの時間を調節することにより、結晶サイズを制御できることを見出した。更に、急冷操作と種結晶添加を併せて行うことにより、約500nmの微細なハイシリカモルデナイトを合成できることを見出した。

Synthesis, structure and characteristic properties of Rb-mordenite

板橋慶治

ZMPC2006 (Microporous and Mesoporous Materials) Si/Al = 5.3 ~ 8.3の範囲で不純物を伴わないRb-モルデナイト(RMA-1)の合成に成功し、生成結晶のキャラクタリゼーションを行った。Na以外のアルカリ金属から純相のモルデナイトが得られた初めての例である。窒素比表面積およびミクロ孔容積、<sup>27</sup>Alおよび<sup>29</sup>Si MAS NMR、水分およびベンゼンの吸着特性を評価した。更にRietveld解析により、結晶構造中のRb<sup>+</sup>イオ

ンと水分子の位置を決定した。Rb・モルデナイトの水分およびベンゼンの吸着容量はNa・モルデナイトより低く、陽イオンのイオン半径と結晶構造中の位置から考察を行った。

#### マンガン系およびニッケル・マンガン系材料

岡田昌樹、藤井康浩

「PEFC・DMFC・SOFC・リチウムイオン二次電池・電気二重層キャパシタ」電池部材と高性能化の向上  
リチウムイオン二次電池用正極材料のリチウム・マンガン スピネル材料 ( $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ) およびリチウム・ニッケル・マンガン 層状材料 ( $\text{LiNi}_{1/2}\text{Mn}_{1/2}\text{O}_2$ ) に関して概説した。これら材料は、安全性と経済性の両立が必要なハイブリッド自動車用途への適用が期待されている。 $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ は過充電・過放電に対する安全性とハイレート充放電が可能な特徴を備えているが、高温での性能低下が実用上の課題とされてきた。Mnの一部をLiとAlで置換する組成制御および粒子を緻密凝集させて比表面積を小さくする粉体制御によって高温安定性が解決できることを見出した。 $\text{LiNi}_{1/2}\text{Mn}_{1/2}\text{O}_2$ は他材料に比べて利用可能な電気化学容量が大きく電池の高容量化が期待されるが、サイクル安定性とレート特性の改善が実用上の課題となっている。Rietveld解析と電子線回折測定による結晶構造の詳細解析から、本来の原子配列とは異なる超格子周期配列の存在を見出し、Li過剰組成とすることで超格子周期配列の生成が抑制されサイクル安定性とレート特性が改善できることを明らかにした。

Structural and electrochemical properties of  $\text{LiNi}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$ - $\text{LiMg}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$  Solid Solutions

藤井康浩、鈴木直人、三浦比呂志、庄司孝之、中山則昭\*

Solid State Ionics, 178, 849-857 (2007)

$\text{LiNi}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$ はリチウムイオン二次電池用正極材料として知られているが、その構造は未だ決定されていない。構造解析を困難にする原因として、Ni, Co, MnのX線原子散乱因子が近いことが挙げられる。本報告では、Niを原子散乱因子の大きく異なるMgで置換した化合物、 $\text{LiNi}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$ - $\text{LiMg}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$ 固溶体を合成し、その構造評価を行った。その結果、 $\text{LiMg}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$ 型の基本構造をとるが、c-面内の原子配列は  $3 \times 3$  型の規則性を有することが電子回折により明らかになった。しかしながら、規則配列の積層秩序は乱れており、ターボスタ

ティックなグラファイトに類似した構造であることがDIFFaXによるXRDパターン計算により検証された。また、前記固溶体の電気化学測定の結果、 $\text{LiMg}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$ のCoイオンは活性であり、Li金属を対極とした酸化還元電位は約4.1Vであることがわかった。以上の結果から、 $\text{LiNi}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$ においてもCoイオンは活性であることが示唆された。

Synthesis and characteristic properties of Rb-mordenite

板橋慶治

Microporous and Mesoporous Materials (101, 57-65, (4) 2007)

Si/Al = 5.3 ~ 8.3の範囲で不純物を伴わないRb・モルデナイト (RMA-1) の合成に成功し、生成結晶のキャラクタリゼーションを行った。Na以外のアルカリ金属から純相のモルデナイトが得られた初めての例である。窒素比表面積およびマイクロ孔容積、 $^{27}\text{Al}$ および $^{29}\text{Si}$  MAS NMR、水分およびベンゼンの吸着特性を評価した。更にRietveld解析により、結晶構造中の $\text{Rb}^+$ イオンと水分子の位置を決定した。Rb・モルデナイトの水分およびベンゼンの吸着容量はNa・モルデナイトより低く、陽イオンのイオン半径と結晶構造中の位置から考察を行った。

#### 触媒の特性と選定のポイント

木曾浩之

最新ポリウレタンの設計・改質と高機能化技術全集 (2007)

ポリウレタン (PU) の製造においては、主原料であるポリオール、イソシアネートの他に、触媒、整泡剤、発泡剤、難燃剤、鎖延長剤、架橋剤、安定剤等の副資材が、種々の用途と要求物性に依じて使われている。近年、環境問題の高まりから、主原料に加えてこれら副資材についても様々な改良が行なわれている。ポリウレタン触媒は、ポリウレタンフォーム製造において、硬化 (発泡) 速度だけでなく、フォームの流動性、発泡時のセルの安定性、フォーム物性等に大きな影響を与える。このため、触媒の選択及びその使用量は極めて重要である。特に、自動車、家具、建材の分野では、有機揮発性物質 (VOC) の削減、塩素含有フルオロカーボン (CFC-11, HCFC-141b) の全廃等の大きな技術的課題があり、触媒に求められるニーズは多様化してきている。本稿では、最近の技術動向を紹介しながら、ポリウレタン触媒の特性と選定のポイントについて解説した。

### Novel Strong Gelling Catalyst for emission-Free systems

H. Kiso, Y. Tamano.

PU MAGAZINE, 4-1, FEBRUARY (2007)

構造最適化計算を使って各種反応型触媒の疎水性度を評価した。その結果に基づいて、TEDAに匹敵する強い樹脂化選択性を有する新規な反応型触媒を見出した。この新規触媒は、TEDAと似た反応プロファイルを示し、PVC変色が少ないことがわかった。

### Structural and Electrochemical Properties of $\text{LiNi}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$ : Calcination Temperature Dependence

藤井康浩、鈴木直人、三浦比呂志、庄司孝之、中山則昭\*

Journal of Power Sources, 171, 894-903 (2007)

$\text{LiNi}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_2$ 正極の工業化には粉体特性の向上が必須であり、これには、焼結方法、および前駆体の粉体特性が深く関わっている。このため、実用電池に適した粉体特性と良好な電気化学特性が両立する合成条件を検討した。高充填密度を実現する、球状かつ密度の高い前駆体水酸化物を用いて合成を行い、焼成試料の粒子形態、結晶構造、酸化度など物性の焼成温度依存性を調べた。とくに透過型電子顕微鏡法を用い、微細構造と電気化学特性との相関性を考察した。焼成温度の高温化に伴い、粒子は焼結し比表面積は低下した。一方で、格子定数、遷移金属の酸化状態は増加する傾向を示した。焼成温度800-900 °Cでは単一相であるが、1000 °C以上で焼成した試料については、 $2 \times 2$ 型に規則配列したドメインが母相とコヒーレントに析出することが、電子回折、TEM観察により明らかになった。高温焼成により遷移金属層に空格子が生成し、スピネル的な規則配列を生じたことに起因すると考えられた。また、焼成試料の電気化学特性は、焼成温度1000 °C以上では顕著に低下した。スピネル的なドメインは1000 °C以上で生成するため、高温焼成試料の特性低下は局所的な構造変化に起因すると考えられた。

### ゼオライト学会へのSEM写真の提供 (「ゼオライト」誌の裏表紙掲載用)

有賀 耕

ゼオライト 24 (3), 107 (2007)

100  $\mu\text{m}$ 径の原料シリカ粒子の形状を保持した球状ゼオライト粒子として結晶化し、その表層部にゼオライトの緻密相、粒子内部にゼオライト結晶粒子が析出したこれまでにないゼオライト形態を示した。(ゼオラ

イト結晶の多様性紹介を目的に、ゼオライト学会編集委員会の要請に応じた。)

### 東ソー自動グリコヘモグロビン分析計HLC-723G8の開発

村上卓司\*、荻野慎二、山岸茂夫、黒木瞳、尾崎啓二、松野隆則、土本健太郎、石塚哲也、伊藤義正  
東ソー研究報告、50、69 (2006)

グリコヘモグロビン分析計HLC-723G8は既存機種G7の後継機モデルとして良好な再現性を継承し、かつ処理能力と迅速な分析結果報告能力の向上を目的とし開発された。装置の流路を低容積化による分析時間の短縮と、プレアクション工程の最適化によるプレアクション時間の短縮を実現し、処理能力の向上を図った。この結果、HPLC法最多の60検体/時の高処理能力と最短2.0分でのファーストレポートの出力を可能にした。新規G8の高速分析を用いた高速分析、再現性、共存物質の影響など基本的性能について報告する。

### 触媒を用いる含フッ素有機化合物の工業的製法開発

長崎順隆、三村英之

触媒、49 (1), 14-19 (2007)

固体触媒を利用した含フッ素有機化合物の新規製造法(気相ヨウ素化反応によるトリフルオロヨードメタンの合成及びトリフルオロエタノールの気相酸化反応によるトリフルオロアセトアルデヒドの合成)の開発に成功した。触媒の成分と担体を詳細に検討し、上記反応におけるそれらの機能を明らかにした。