

平成 28 年度  
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業  
戦略的基盤技術高度化支援事業

「新誘電体ガラス素材とステンレスの難接合部材接合技術開発に基づく  
画期的な高効率オゾン発生システム研究開発」

研究開発成果等報告書

平成 29 年 3 月

担当局 中部経済産業局  
補助事業者 公益財団法人三重県産業支援センター

## 目 次

### 第1章 研究開発の概要

- 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標
- 1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）
- 1-3 成果概要
- 1-4 当該研究開発の連絡窓口

### 第2章 本論

- 2-1 新開発誘電体ガラス素材の製品化検証への対応
- 2-2 難接合技術開発への対応
- 2-3 オゾン中規模発生装置の試作への対応
- 2-4 適用プロセス実証による装置普及体制構築への対応

### 最終章 全体総括

## 第1章 研究開発の概要

### 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

#### 1-1-1 研究開発の背景及び目的

三重工熱株式会社は金属管（ステンレス）の内面に誘電体ガラスを密着接合した外管と内管（電極管）とからなるオゾン発生管を商品化し、20年以上に亘って部品納入している。その間の技術開発により、多くのノウハウを蓄積すると共に流通経路を持っている。オゾン装置メーカーではオゾン発生管を組み込んだ大規模オゾン発生設備（オゾン発生量：1～100kg/h程度）を上下水道施設などに納入、水の高度浄化処理に利用されている。

従来、前記誘電体ガラスにはオゾン発生能力や加工性に優れる鉛含有ガラスを使ってきたが、環境負荷対応上生産中止となり、現状ではやむを得ず市販性のある硬質ガラス素材（BC管）の使用を余儀なくされている。この鉛フリーガラスではオゾン発生能力が低く、オゾン装置メーカーからは発生効率の向上が強く求められている。

一方、病院、高齢者介護施設からはインフルエンザ、ノロウイルスなどを殺菌するオゾン発生装置が、また、養鶏、養豚場などの農業施設からは鳥インフルエンザや細菌を殺菌する実用的オゾン発生装置が求められている。こうした用途でのオゾン発生量は中規模（1～100g/h程度）が必要であるが、現行の鉛フリーガラスではオゾン発生能力が低く、発生装置が大型かつ高価となるため、実用化されていない。また、スペック上はオゾン発生量100g/h程度を謳う大手メーカーのものもいくつかあるが、装置が非常に大型であったり、酸素ポンプや大規模な酸素発生装置が必要、価格が高いなど実際に養鶏場や病院などで使用するには不向きなものである。さらに、小規模・ベンチャー企業から様々な小規模オゾン発生装置が上市されているが、オゾン発生量が少なく（1g/h以下のものがほとんど）、限定的な使用しかできていない。こうした中、コンパクトで高性能な中規模オゾン発生装置の製品化が期待されており、その実現にはオゾン発生能力の高いオゾン発生管の開発が不可欠である。前記のいずれの用途に対しても、鉛フリーでオゾン発生能力の高い誘電体ガラス素材の開発と、それを金属管（ステンレス）の内面に接合する技術の高度化が必要である。前者に関しては鈴鹿工業高等専門学校と三重工熱株式会社が共同研究を進め、図1に示すように、従来比2倍のオゾン発生効率を有するものを開発し、基本特許（特開2012-193099）を出願済みであり、本研究によりガラス管化を含めた実用化への取り組みを進める段階である。後者に関しては、開発した誘電体ガラス素材の融点が従来の鉛含有ガラスより300℃以上高いため、従来技術では割れやボイドが発生しやすく、本研究にてその解決を図る必要があ

る。そして更には自社ブランドオゾン発生装置を作り上げ、オゾン用途拡大をはかり、殺菌分野への貢献を意図しているものである。

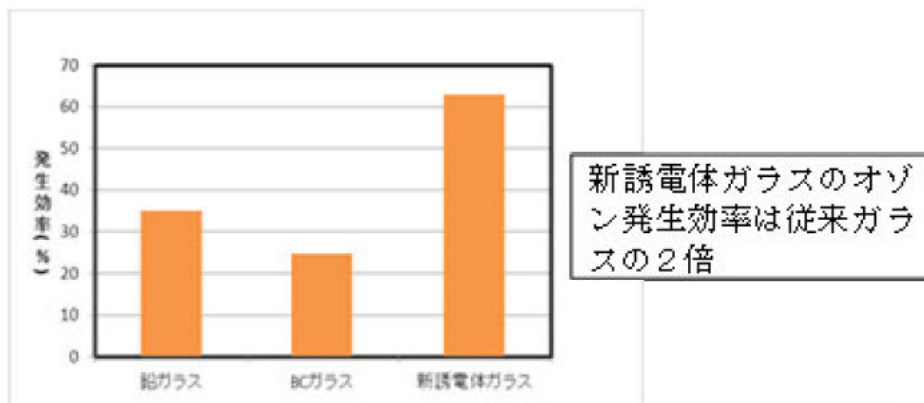


図1 新誘電体ガラスのオゾン発生効率（従来ガラスとの比較）

図2に従来のオゾン発生管に対する新開発オゾン発生管のイメージ図を示す。

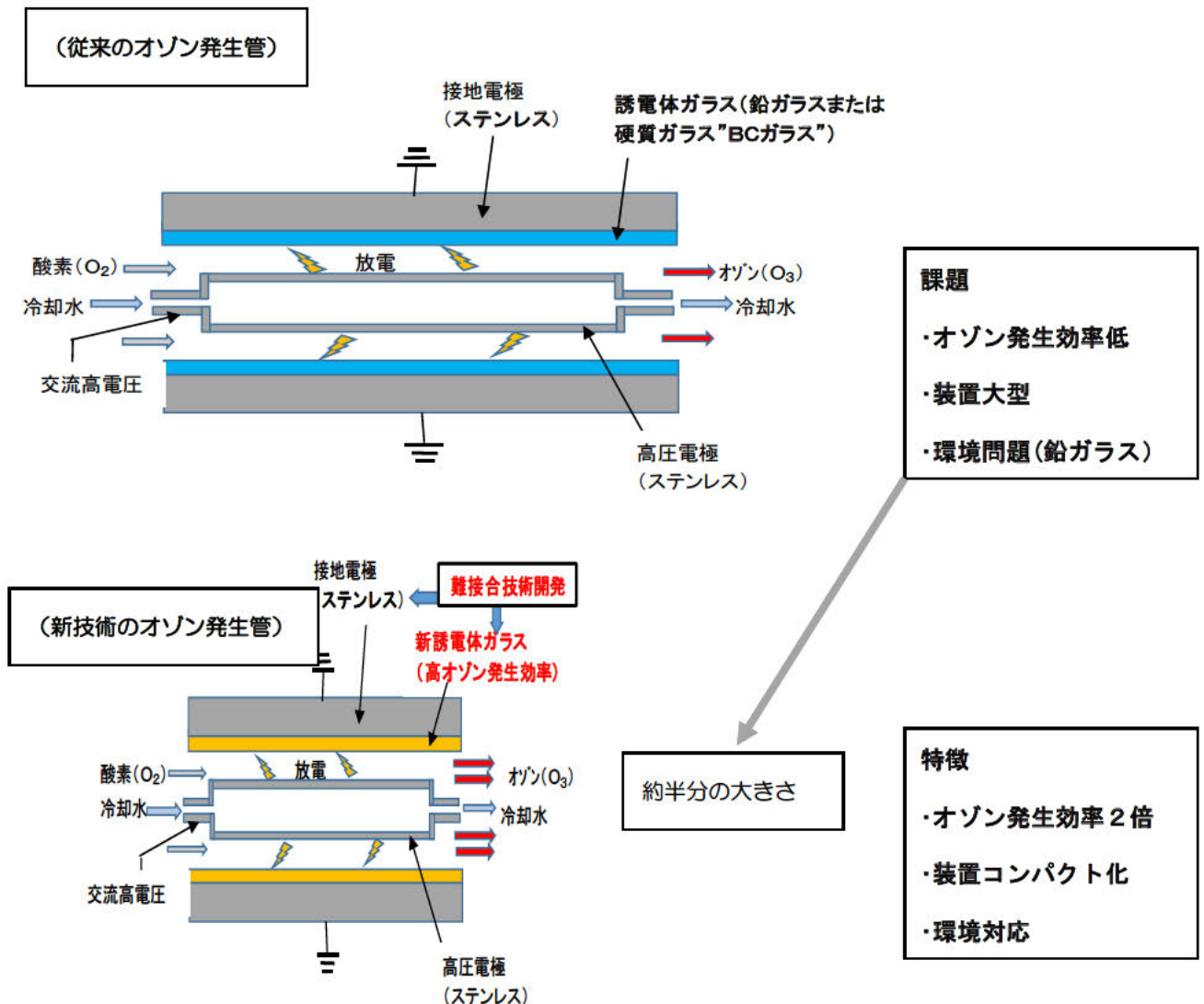


図2 新技術のイメージ

## 1-1-2 研究目標

「高度化指針」において定める高度化目標

(五) 接合・実装に係る技術に関する事項

### イ. 部素材の接合技術の高度化

基礎開発された（特許出願済）高効率かつ環境負荷対応の鉛フリー新誘電体ガラス素材と金属（ステンレス）部材との難接合技術を開発し、従来比 200%の発生効率を有するオゾン発生管を完成させる。従来の鉛含有ガラスより融点が 300℃以上高い新誘電体ガラス素材と、熱膨張率の全く違う金属（ステンレス）をボイド、割れなどを生じさせることなく、密着接合するためには、従来の接合工法より高温、高圧力、厳密な温度分布、その雰囲気コントロール等が必要である。その接合方法を検証し、コストも削減できる実用化レベルの高度な難接合技術を開発する。この新誘電体ガラス素材使用オゾン発生管の技術は、コンパクトが要求される中規模オゾン発生装置に必須の技術である。中規模オゾン発生装置は、病院、高齢者介護施設や養鶏、養豚場などの農業施設に適用できるもので、ウイルス、細菌類の殺菌を行うことができる。本技術の開発を通して、殺菌システムに適用する方向で開発を進める。

#### 【サブテーマ1. 新開発誘電体ガラス素材の製品化検証への対応】

目標：新開発誘電体ガラス素材を使用したオゾン発生管で、既存オゾン発生管に対して200%のオゾン発生量確保を目指す。

#### 【サブテーマ2. 難接合技術開発への対応】

目標：新開発誘電体ガラス素材とステンレス管を接合させるための加熱用コイル、接合装置、接合条件の開発を行う。

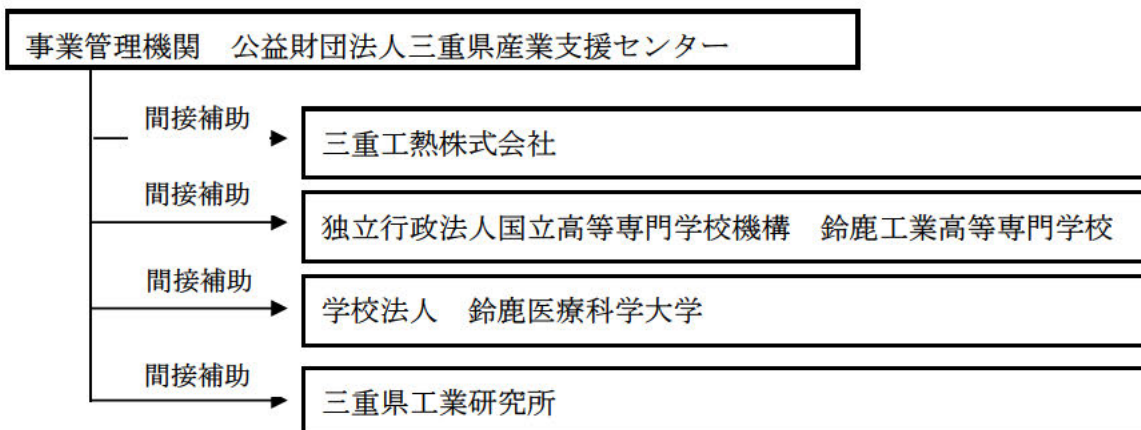
#### 【サブテーマ3. オゾン中規模発生装置の試作への対応】

目標：オゾン発生装置の試作機を作り上げ、1～100g/h 程度のオゾン発生量を確認する。

#### 【サブテーマ4. 適用プロセス実証による装置普及体制構築への対応】

目標：本開発装置に適した市場について調査すると共に、各種微生物のオゾンによる不活化試験を実施し、オゾン殺菌効果の立証基礎データを収集する。（5 菌種以上に対し実施） また、本開発装置による実証モデル試験を行う。

1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）



【事業管理機関】公益財団法人三重県産業支援センター

管理員

氏名	所属・役職
田中 幹也	高度部材イノベーションセンター センター事務局長
赤塚 浩子	総務・企画・事業調整課 総務財務班 課長補佐
菊田 繁樹	高度部材イノベーションセンター 技術支援コーディネーター

【間接補助事業者】

三重工熱株式会社

氏名	所属・役職
村上 道哉	常務取締役
矢野 隆久	品質保証部 部長
長谷川 好和	工業電熱部
福井 俊吾	工業電熱部
久原 和寿	調理器製造課 課長
篠木 俊之	工業電熱部
鞠本 真二	生産課

独立行政法人国立高等専門学校機構 鈴鹿工業高等専門学校

氏名	所属・役職
宗内 篤夫	材料工学科 教授

学校法人 鈴鹿医療科学大学

氏名	所属・役職
中山 浩伸	薬学部 薬学科 教授
平井 一行	薬学部 薬学科 助手

三重県工業研究所

氏名	所属・役職
増井 孝実	ものづくり研究課 主幹研究員
新島 聖治	窯業研究室伊賀分室 主査研究員

協力者

氏名	所属・役職
平尾 一之	京都大学 工学研究科 教授、京都大学 ナノテクノロジーハブ拠点長
梅村 時博	三重大学 地域イノベーション推進機構 地域戦略センター 社会連携特任教授
西井 秀明	富士電機株式会社 鈴鹿工場 工業電熱設計課 主任
山本 哲	石塚硝子株式会社 技術本部 ガラス開発グループリーダー
近藤 博信	有限会社鈴鹿ポトリ 代表取締役
林 静男	富士電機株式会社 中部支社 電気加熱担当主幹

1-3 成果概要

【サブテーマ1. 新開発誘電体ガラス素材の製品化検証への対応】

目標：新開発誘電体ガラス素材を使用したオゾン発生管で、既存オゾン発生管に対して200%のオゾン発生量確保を目指す。

結果：新組成ガラスを使用したオゾン発生管でのオゾン濃度、オゾン発生量に関する評価を行い、既存オゾン発生管に対し200%以上のオゾン発生特性が得られることを確認した。（目標達成度100%）

#### 【サブテーマ2. 難接合技術開発への対応】

目標：新開発誘電体ガラス素材とステンレス管を接合させるための加熱用コイル、接合装置、接合条件の開発を行う。

結果：加熱用コイル及び接合装置の開発を行うとともに、接合状態に関する評価条件を決定し、ボイドや割れのない接合条件に関するノウハウを確立した。（目標達成度 100%）

#### 【サブテーマ3. オゾン中規模発生装置の試作への対応】

目標：オゾン発生装置の試作機を作り上げ、1～100g/h 程度のオゾン発生量を確認する。

結果：新組成ガラスを使用したオゾン発生管を使用したオゾン発生試作装置で最大 50g/h のオゾン発生を確認した。（目標達成度 100%）

#### 【サブテーマ4. 適用プロセス実証による装置普及体制構築への対応】

目標：本開発装置に適した市場について調査すると共に、各種微生物のオゾンによる不活化試験を実施し、オゾン殺菌効果の立証基礎データを収集する。（5 菌種以上に対し実施） また、本開発装置による実証モデル試験を行う。

結果：鶏舎への適用を中心に市場調査を行うと共に、導入したオゾン曝気装置を使用し小規模鶏舎で殺菌・脱臭の効果を検証した。また、計 10 種類の微生物に対するオゾン殺菌効果の立証基礎データを収集した。（目標達成度 100%）

#### 1-4 当該研究開発の連絡窓口

三重工熱株式会社 常務取締役 村上 道哉

TEL 059-382-6262、FAX 059-383-7070

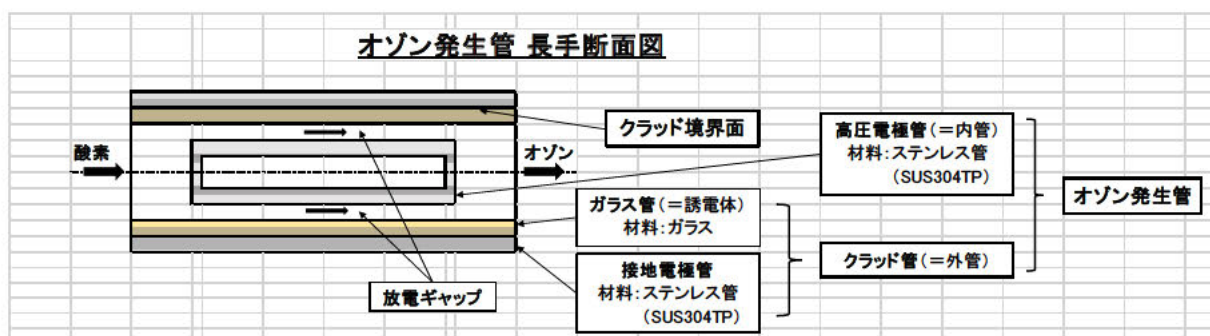
E-mail konetsu3@joy.ocn.ne.jp



## 第2章 本論

### 1. オゾン発生管の接合とは

当社のオゾン発生装置は、狭い空隙を挟んだ二つの電極間に高周波高電圧を印加して無声放電を起こさせ、その狭い空隙（放電ギャップ）に原料ガス（乾燥空気 or 乾燥酸素）を吹込んで、酸素の一部をオゾン化する装置です。



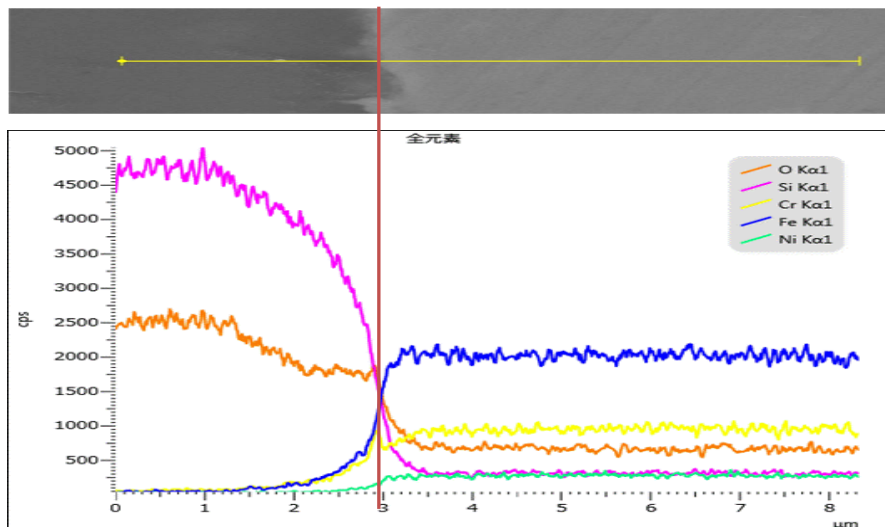
このオゾン発生装置の二つの電極は、一対でオゾン発生管と言い、オゾン発生管が1セットのオゾン発生装置もあれば、複数セットのオゾン発生装置もあります。因みに、オゾン発生管が多い程、オゾン発生量は増加しますが、オゾン濃度は増加しません。

この一対の電極は、高圧電極である内管と接地電極である外管から成っており、内管はSUS管単体ですが、外管はクラッド管と言い、SUS管の内面に無声放電に大きく影響を与える誘電体（ガラス管）を全面に密着接合させた構造になっています。

クラッド管の製造過程では、SUS管とガラス管を全面に密着接合させるため、SUS管内にガラス管を挿入した状態でSUS管を適正な温度分布となるように高温加熱し、その熱伝達でガラス管を軟化（境界部は熔融）させ、その状態でガラス管内部を加圧することによって全面をSUS管に密着させます。

SUS成分とガラス成分はクラッド境界面近傍において拡散がみられるので、拡散接合の状態にある溶接と考えられます。

## ガラス-SUS 管 界面の相互拡散



ガラス成分 O と Si SUS 管成分 Cr, Fe, Ni が相互に拡散して、溶接状態となっている。

クラッド加工後、管は徐冷されますが、その際に、ガラス管が徐々に固化した後、膨張した SUS 管は熱膨張の小さい内側のガラス管に圧縮応力を加えながら加熱前の状態まで収縮します。

この過程により、SUS 管とガラス管は強固に嵌合されます。この現象は焼き嵌めに似た一種の機械的接合ですが、当接合過程が SUS 管とガラス管との接合に一番大きく寄与するものと考えます。

以上のように、クラッド管はオゾン発生管特有の接合技術を以って製造されます。

### 具体的実施内容

#### 2-1 新開発誘電体ガラス素材の製品化検証への対応

##### 【2-1-1】オゾン発生管としての特性検証

##### 【2-1-1-1】新誘電体ガラスでのオゾン発生機構の推定

新誘電体ガラスとしてアルミナを 15w%含むホウケイ酸ガラスを用い、平板型電極により冷却温度の影響を測定した。冷却の温度が高くなると、オゾンの発生速度は高くなっ

た。また図1-1 に示すように、温度と生成速度のアレニウスプロットにより、活性化エネルギーは 180kJ /mol となり、これにより図 1-2 に示すような表面反応が重要な要因であることが示された。これまでは、オゾンは崩壊する速度が高いため、冷却の温度が低い方がオゾンの生成効率が高いとされていた。

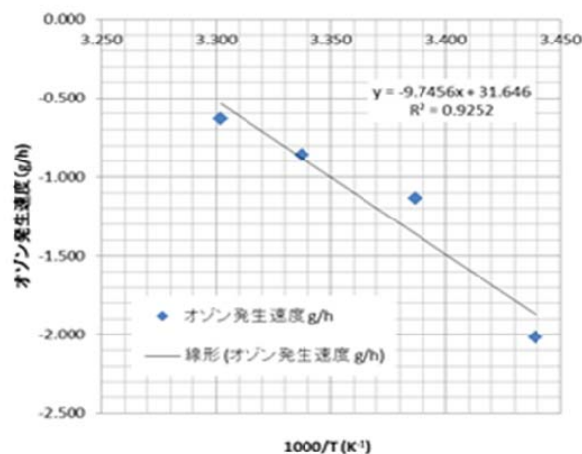


図 1-1 電極温度と生成速度のアレニウスプロット

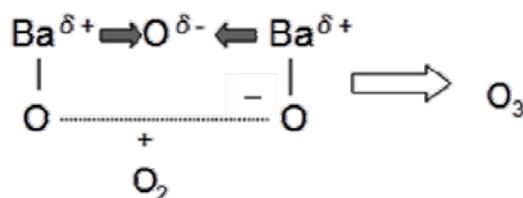


図 1-2 表面反応モデル

#### 【2-1-1-2】ガラス素材の開発

これまでにオゾン発生用のガラス素材としてアルカリ土類（Ca、Sr、Ba）を添加したホウケイ酸ガラスを開発していたが、さらなる特性改善を目指して、新規組成のガラス材料を検討した。各種添加物を試みた。この試みの一例を下記図 1-3 に示す。

ホウケイ酸ガラスには、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の添加効果がある。

この結果より、本開発では、ガラス素材としてアルミナ添加ホウケイ酸ガラスを採用することを決めた。（今後、この組成ガラスを H27 年ガラスと呼ぶ。）

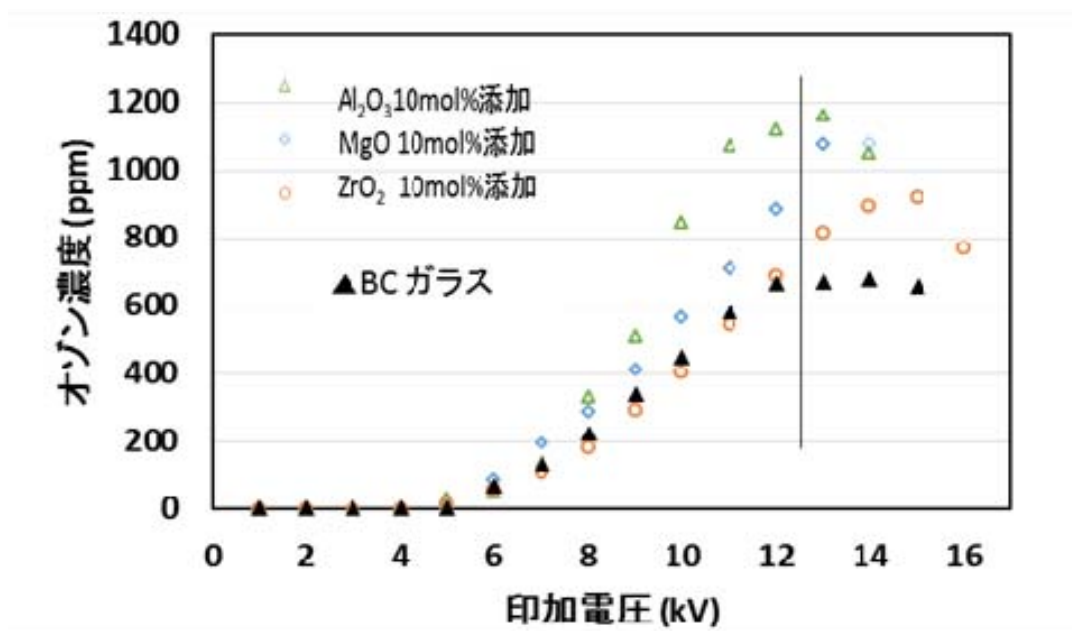


図 1-3 新規組成のガラス材料検討

【2-1-1-3】ガラス素材物性測定

(ガラス転移点測定)

H27 年ガラスの物性の一つとしてガラス転移点を測定した。この結果、H27 (2015 年) ガラスと BC ガラス (従来品) のガラス転移点 (ガラス以外では融点に相当) の差は、240°C となり、接合の際には高温かつ接合時間を長くすると推定できた。

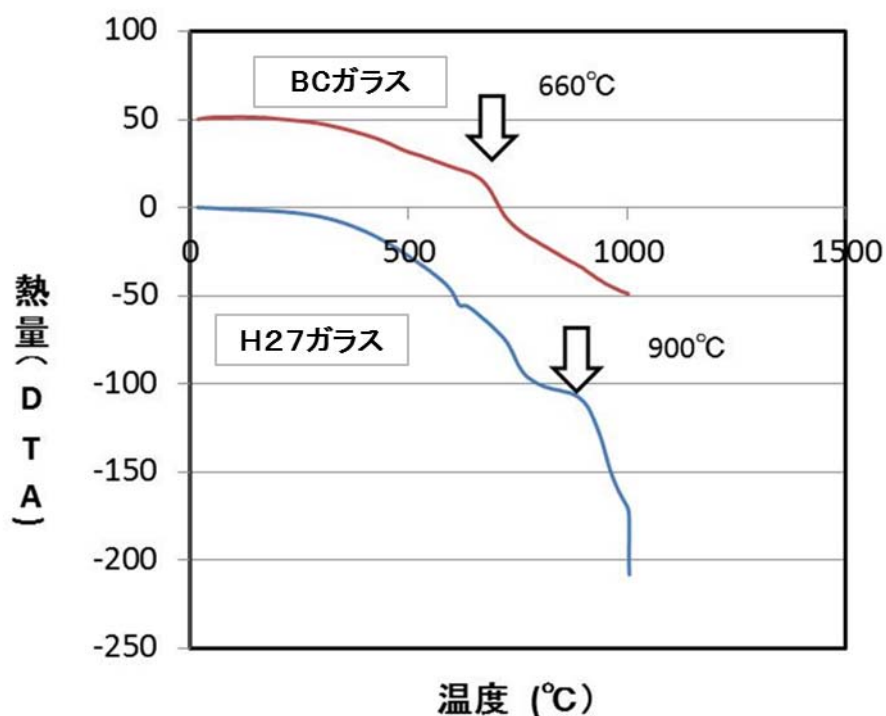


図 1-4 H27 年ガラスのガラス転移点

【2-1-1-4】 平板ガラスでの評価

基礎試験において点電極状態で評価していたが、ガラス管での評価の前段階として、製作がガラス管より容易な平板ガラスを用いて、オゾン発生を評価した。

ガラス内に析出物のできにくい組成とするために、先に得たガラス組成を若干調整して、1.5 mm厚さで10cm角の平板ガラスを制作した。平板ガラスが評価できるオゾン測定用のセルに組み込み試験を行った。(図1-5中に BC 組成とあるのは、市販の BC ガラス組成の平板ガラスである。)

H27ガラスは、Input 電力の低いところからオゾンが発生しており、基礎試験において点電極状態で実証されたオゾン発生が平板電極状態においても点電極と同傾向の特性を示した。

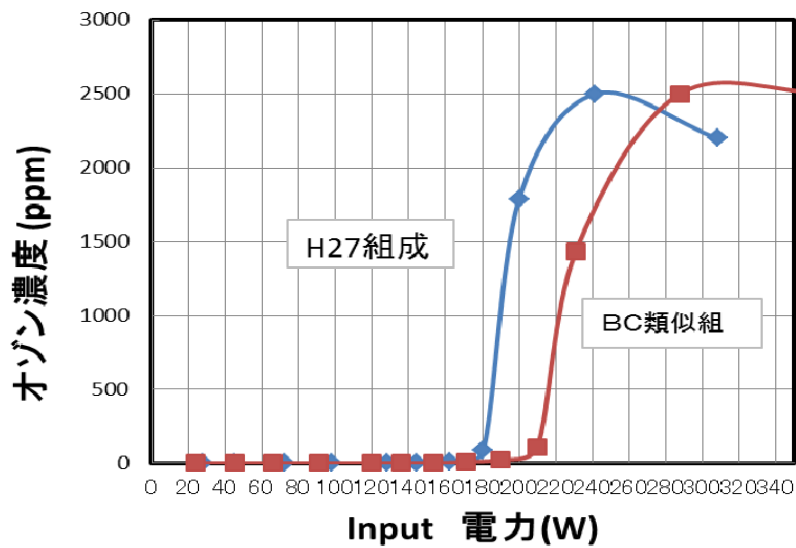


図 1-5 H27 年組成の平板を用いたオゾン発生特性

【2-1-1-5】新誘電体ガラス素材での実機発生管構成でのオゾン発生測定

開発したガラス組成で作製したガラス管とSUS管を接合後、25 mmサイズに切断して、そのオゾン発生特性を評価した。ガラスの評価のため、オゾン 1 グラムを生成するための電力量（電力効率）を指標（数字は小さいほど高効率となる。）とした。まず、空気風量の影響を図 1-6 に示す。風量の影響が顕著であり気相反応だけでなく、ガラス電極の影響が大きいことが推定できた。次に新開発ガラス（27G）と従来ガラス（BCG）を電極とした場合の比較を図 1-7 に示す。

新開発のガラスは、従来の BC ガラスより 2 倍以上の効率であることを確認できた。

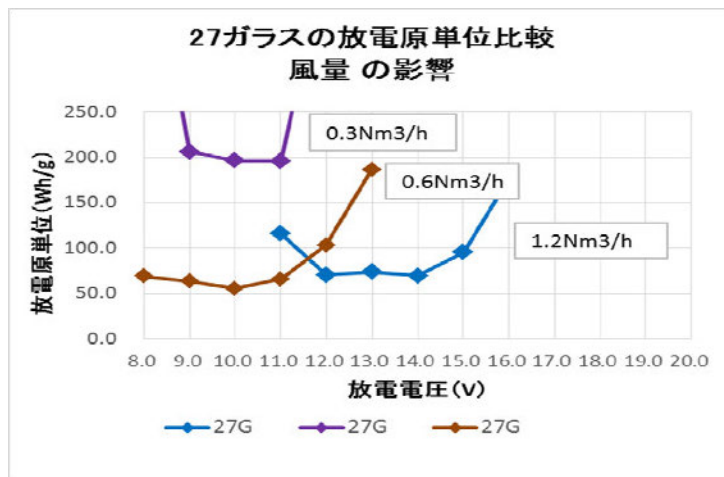


図 1-6 風量の影響

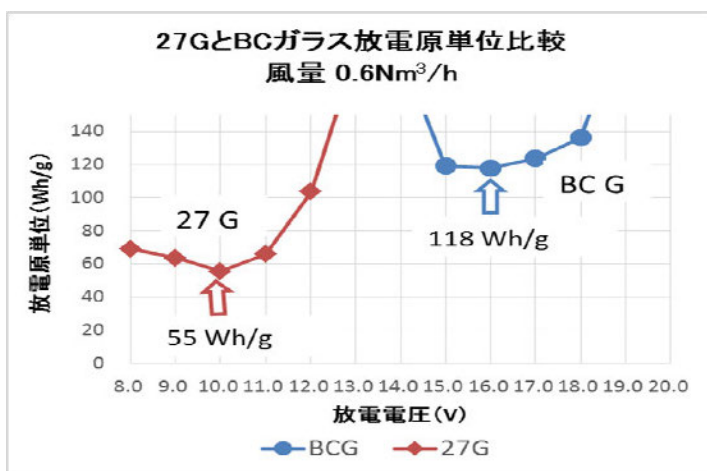


図 1-7 H27 ガラスと従来ガラス BC の比較

【2-1-2】新誘電体ガラス素材での実機レベルの発生管の試作と検証

【2-1-2-1】 実機サイズのガラス管の試作

開発したガラス組成でガラス管新開発誘電体（H27 ガラス素材）を使用して、実用レベルガラス管の試作を行った。2種類の方式でガラス管を製作したが、型吹き方式の製作では歪み、曲がりのバラツキが小さいことが判明した。

- 1) 手引き方式 φ40～φ50 長さ 500 mm 結果：歪み、曲がりが多く全数にバラツキ有り。
- 2) 型吹き方式 φ58 長さ 500 mm 結果：歪み、曲がりのバラツキが小さい。

精密 3次元測定機により、真円度を測定した結果、ほとんど目標の仕様を達成しているが、若干仕様を満たすことができないことが判明した。



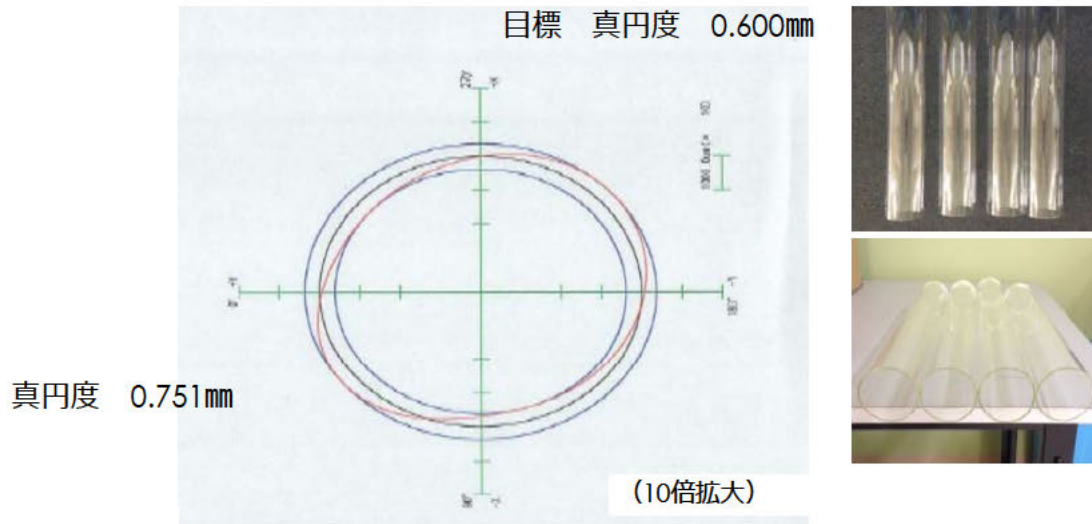


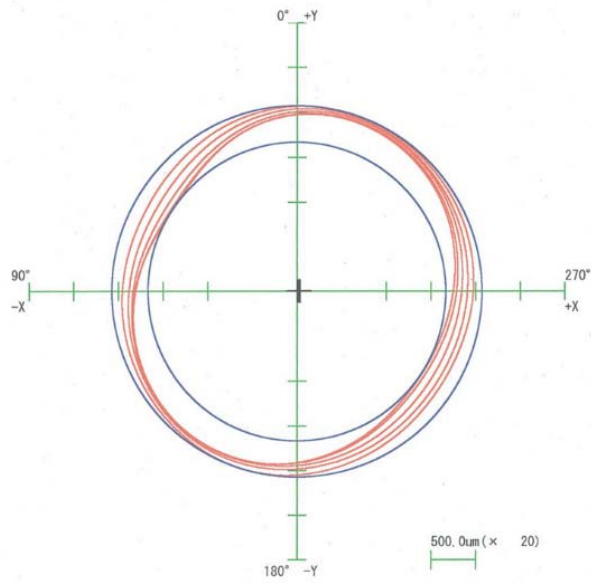
図 1-8 真円度の測定

この結果を受けて、型吹き方式 によりφ58 長さ 500 mmサイズの更なる試作を行った。

【2-1-2-2】 実機サイズのガラス管の製作 (習熟効果)

新開発誘電体ガラス素材を使用して、実機レベルのガラス管の製作を行った。新組成であるため、一年目では要求する仕様が十分には満足できなかったが、2 年目以後は習熟効果より下記のデータに示すように、図 1-9 の真円度や図 1-10 の真直度は、要求されている仕様を満足していた。このことから型吹き方式により、オゾン発生試作に要求される質・量のガラス管を供給することとした。

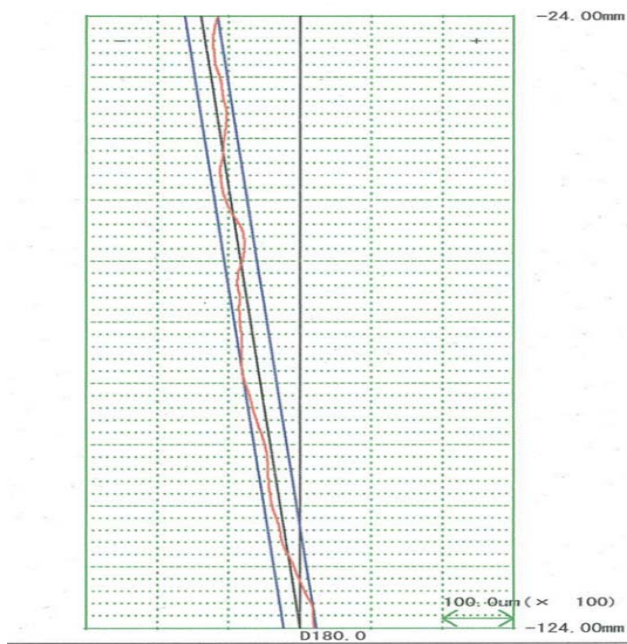




**真円度 仕様**  
0.6mm (600μm以内)

**測定結果**  
150-330μm であり、要求仕様を満たしている。

図 1-9 真円度測定結果



**真直度 仕様**  
1mm (1000μm以内)

**真直度 測定結果**  
30-100μm の範囲

図 1-10 真直度測定結果

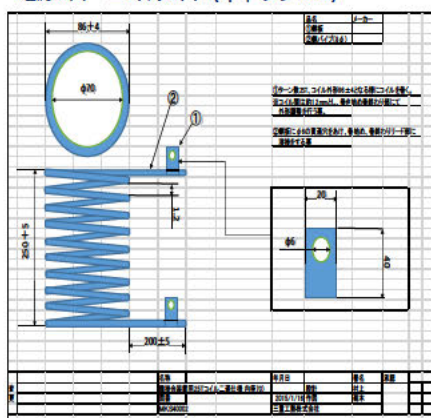
## 2-2 難接合技術開発への対応

ガラスとSUS管の接合は加熱用コイルと高周波電源を利用し高周波誘導加熱で行う。

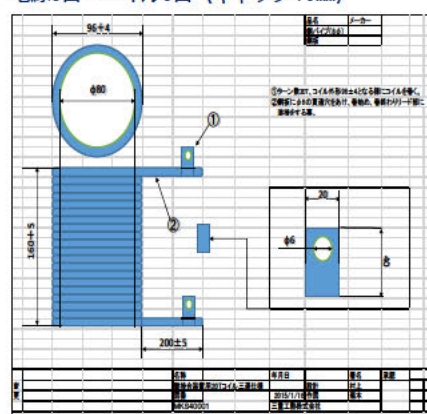
### 【難接合装置設計】

ステンレス管加熱装置の設計として、複数のコイルからなるモジュールと、高周波電源を設計した。

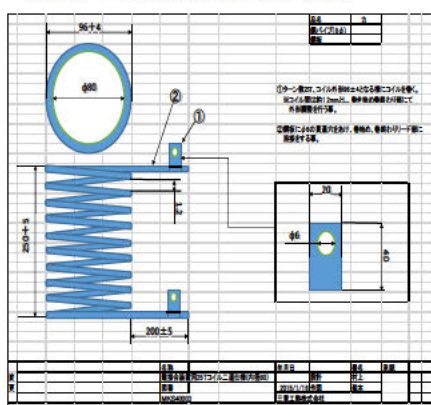
①コイル  
電源2台=コイル2台 (ギャップ5mm)



③コイル  
電源3台=コイル3台 (ギャップ10mm)



②コイル  
電源2台=コイル2台 (ギャップ10mm)



名称	仕様	マッチング	最大出力
①コイル	2電源2コイル ギャップ5mm	L値 30 $\mu$ H $\sim$ 35 $\mu$ H	20kW
②コイル	2電源2コイル ギャップ10mm	L値 15 $\mu$ H $\sim$ 20 $\mu$ H	15kW
③コイル	3電源3コイル ギャップ10mm	L値 35 $\mu$ H $\sim$ 45 $\mu$ H	20kW

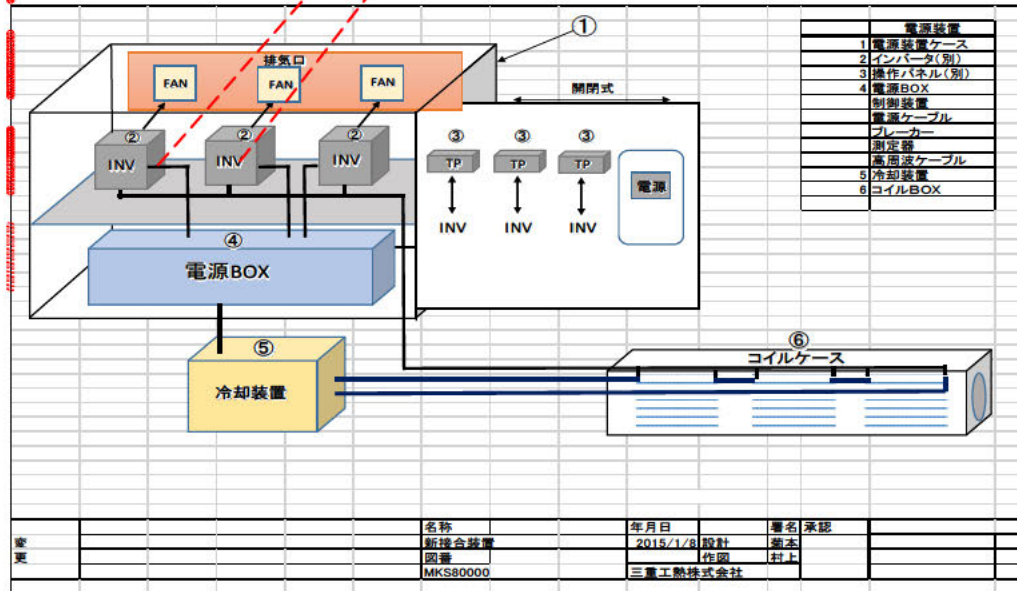
### 加熱コイルの設計

※上記、図内のギャップとはSUS管とコイルの空隙を言う。

上記設計に基づき、3種類のコイルモジュールと高周波加熱電源の試作をした。

名称	最大出力
電源装置	45Kw

名称	型式	入力	周波数	最大出力
IHインバータ	HFR10C11K-2	3相 200V~220V 50Hz/60Hz	20.9~30kHz	10kW
IHインバータ	HFR15C11K-2	3相 200V~220V 50Hz/60Hz	20.9~30kHz	15kW
IHインバータ	HFR20K1S-2	3相 200V~220V 50Hz/60Hz	20.7~30kHz	20kW



### 高周波加熱電源の試作

加熱用コイルとして、単独コイル以外に、2分割コイル、3分割コイルを製作し評価試験を行った結果、2分割コイル及び3分割コイル（下の写真）はコイル間の干渉が酷くインバータ出力せず、インバータの連続運転が出来なかった。この解消のため、フェライトコア或いはアルミ板等で磁気遮蔽を試みたが解決できなかった。そこで単独コイルを採用することとした。

2分割コイル



不採用

3分割コイル



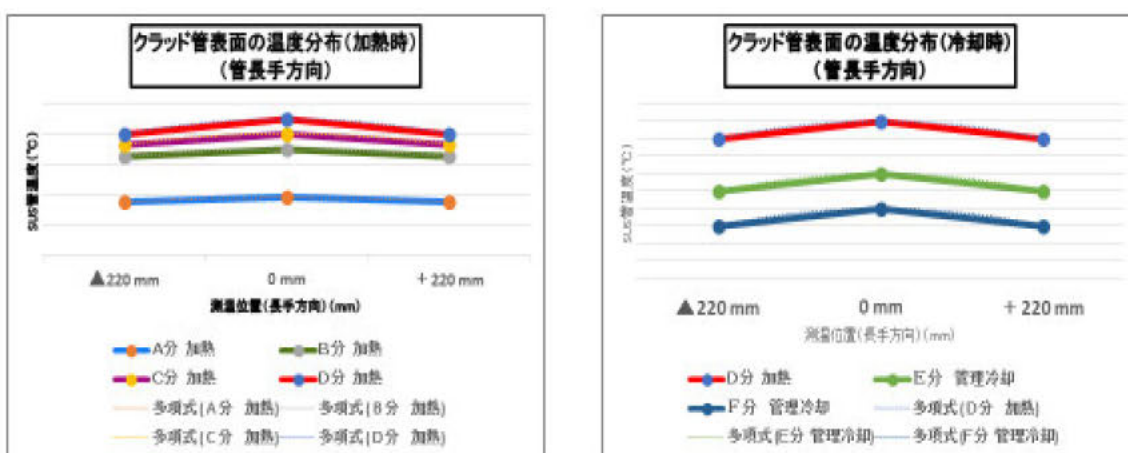
不採用

単独コイルでSUS管の加熱実験を行った結果、新組成ガラスのガラス転移点である900℃までの温度上昇を確認した。

【単独コイルによる接合実験】

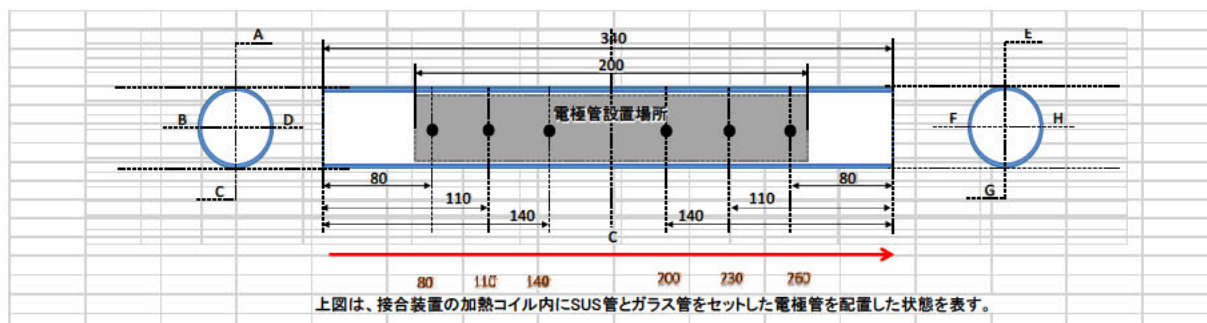
従来ガラス（BCガラス）接合のヒートパターンを参考に新組成ガラスに合ったヒートパターンの確立を目指した。

理想的ヒートパターンのイメージ



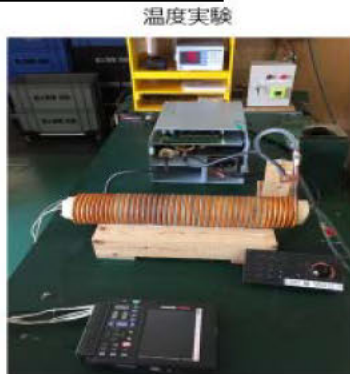
上記ヒートパターンをもとに接合実験を繰返し新接合ガラス管での理想的ヒートパターンを確立させる。

確立条件を探求するため、以下のとおり熱電対を設置し熱分布を測定した。





### 単独コイルにて実験



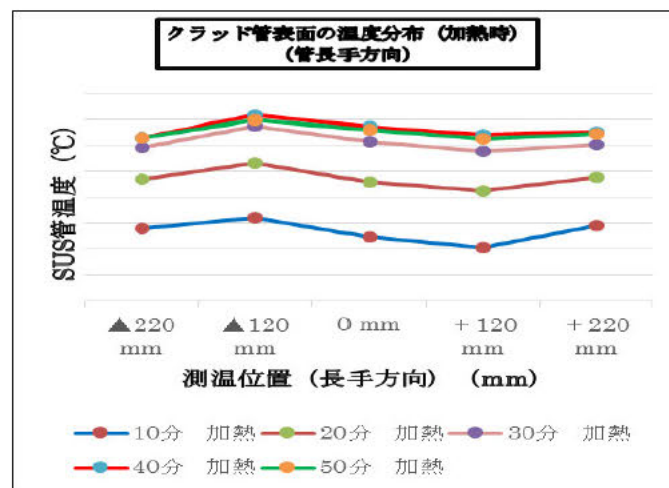
SUS管のみ加熱実験



SUS管内にガラス管（新組成品）を入れ加熱実験



上記写真の装置による実験の結果、適正なヒートパターンが得られず部分的にしか接合出来なかった。この時の温度分布の一例を下図に示す。



判明した問題点と解決策は以下のとおりである。

- ① SUS管の温度とガラス管の温度差に開きがある。また、SUSとガラスとの熱膨張率の違いがあるため、両物質の温度を均等に上げる必要がある。
- ② コイルとSUS管の間にセラミック製のギャップ保持用材を使用しているが急激に温度を上げる事でセラミックが破損する。

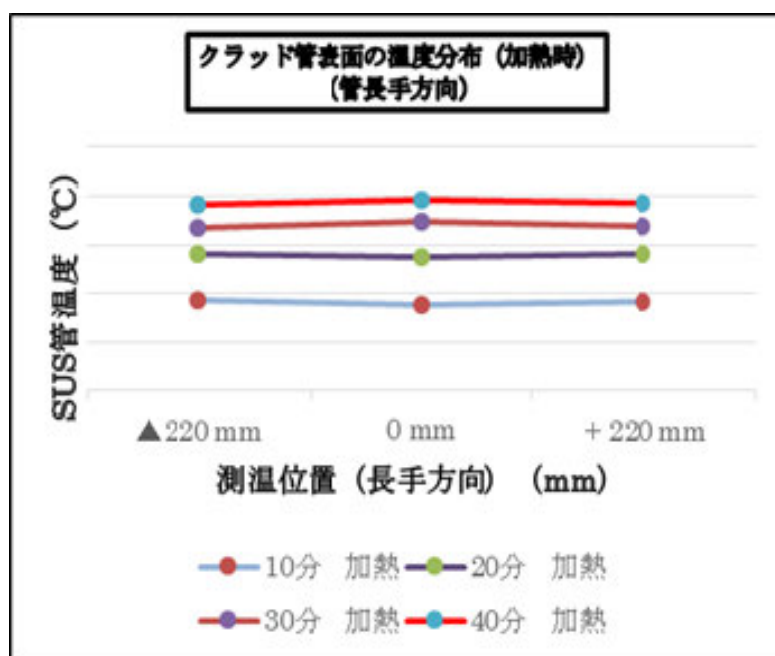
### 解決策

上記、問題点については上昇温度を穏やかに上げて行くことで緩和される。また、穏やかに温度上昇することで熱分布も均一になる。

### 【コイルの改良及び出力調整後の接合再トライ】

コイルピッチの調整等の改良を行い接合実験を実施した。また、出力調整をマニュアルで行いながら接合実験を行った。

初期接合実験に比べ熱分布のバラツキは少なくなったが理想とする中心部温度が高いヒートパターンになっていない。結果、目視でわかるレベルでボイド、割れ、ガラスの垂れがあるため、再調整が必要であった。



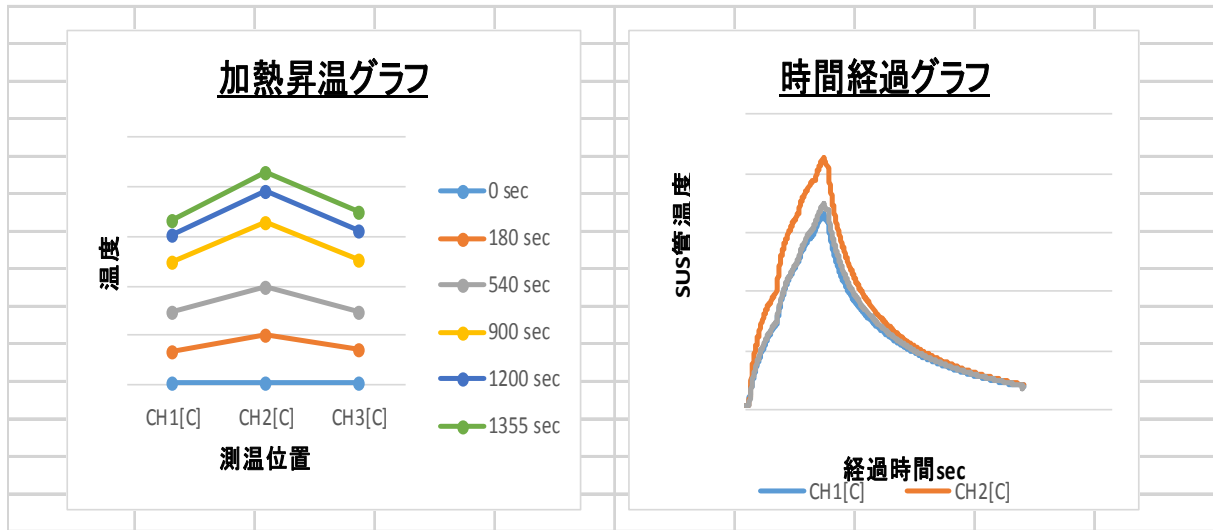
### 【コイルの改良及び出力調整後の接合再々トライ】

初期接合実験から数十回の接合実験を繰返す中で、コイルピッチ等の改良を再度行い接合実験を行った結果、理想のヒータパターンが得られた。また、同時に出力調整を数十回繰返し接合実験を行ったことでボイド、割れ、ガラスの垂れがない接合ができた。

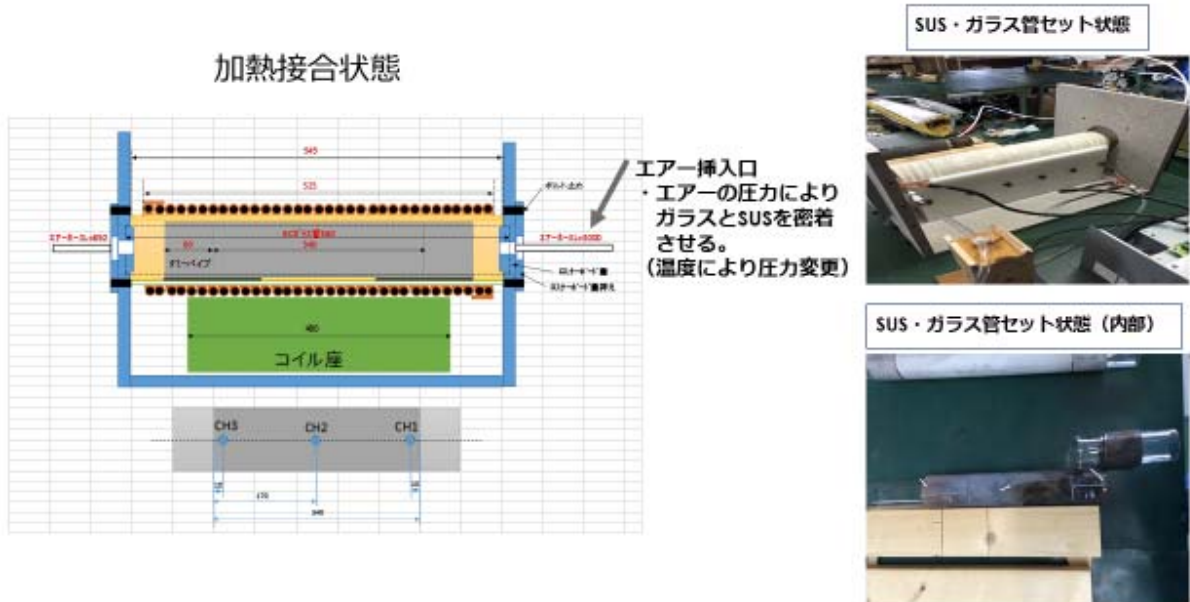
【コイル改良後のヒートパターン（完成型ヒートパターン）】

H27 新組成ガラスヒートパターン

H27 新組成ガラス加熱上昇時間



さらに繰り返し接合実験を行い、下記のエア－圧力条件も検討した結果、良好に接合したことを確認した。

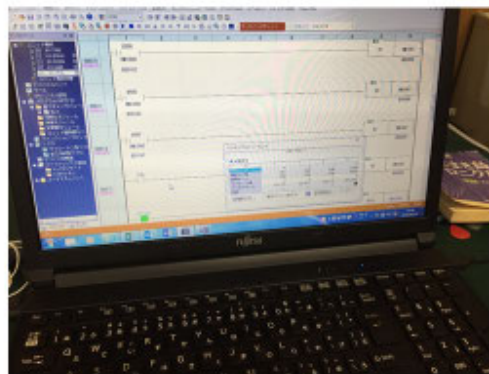


## 繰返し接合実験を行い装置の改良を実施し制御方法を確立

HFR15C11K-2とKEYENCE製PLCを用いて  
半自動運転プログラムを制作



ラダープログラム作成



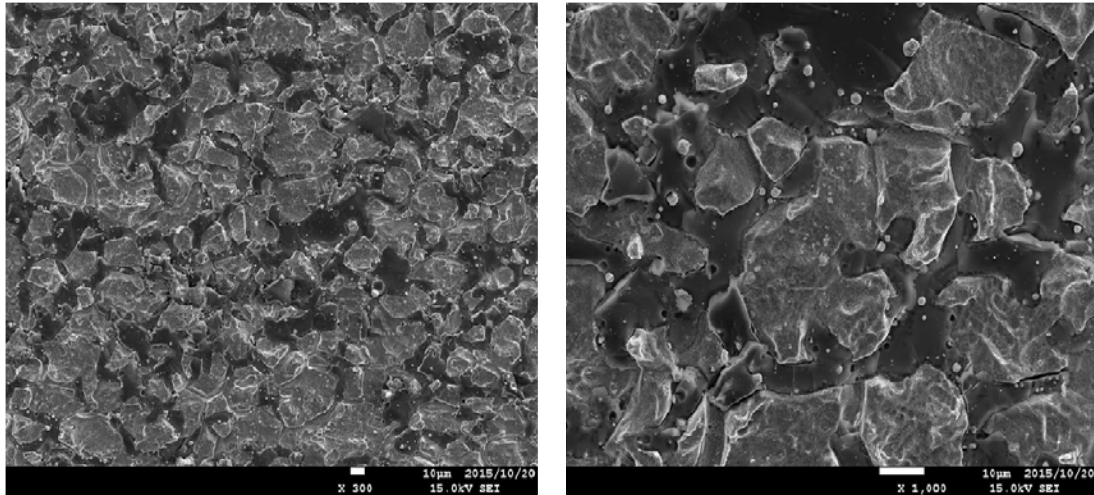
平成 26 年度に設計・製作をしたコイルを使用し平成 27 年度に確立したヒートパターンで繰返し接合実験を行い、改良を重ね、上記プログラムを作成し制御方法を確立させた。加熱コイルにより加熱接合試験を繰返し、ボイドや割れのない密着接合技術を開発し目標としていた接合条件・ノウハウを確立した。

### 【接合の検証】

新誘電体ガラス管とSUS管との接合界面を走査型電子顕微鏡により観察した。接合後のオゾン発生管からガラスを剥離させたSUS管表面の走査型電子顕微鏡写真を下図に示す。SUS管表面の粒界の溝に沿ってガラスが残存していることから、加熱により生じたSUS管表面の凹凸にガラスが入り込み密着している機械的な接合状態であった。

新誘電体ガラスの平均熱膨張係数 $59 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$  (25~380 $^\circ\text{C}$ )は、SUSの $178 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$  (0~316 $^\circ\text{C}$ )よりも小さいため、ガラス管にSUS管を焼嵌めしたような状態となっており、このことによりさらに強固な接合状態が得られていると考える。





SUS管表面のガラスが剥離した部分の走査型電子顕微鏡写真

以上の如く難接合実験を繰返し実施し「難接合技術」を確立した。またガラス管と SUS 管の接合状態の評価を「コロナ放電試験機」で放電状態の評価を行い、オゾン発生管の「合否判定基準」を設けた。

## 2-3 オゾン中規模発生装置の試作への対応

### 【2-3-1】オゾン発生装置の試作

電源、制御設計によりオゾン発生装置（下記 電源A, B, C）を試作した。

電源 A (900×500×700)



電源 B (1500×500×700)



電源 C (1800×500×700)



### 【2-3-2】装置としてのオゾン発生量検証と評価

前記オゾン発生装置に従来ガラス（BC ガラス）または新規開発ガラス（H27 ガラス）を使用したオゾン発生管を組み込み、オゾン発生量の評価を行った。

その結果、H27 開発ガラス使用オゾン発生管では従来ガラス（BC ガラス）使用オゾン発生管の約2倍のオゾン発生量を得ることができた。

## 2-4 適用プロセス実証による装置普及体制構築への対応

### 【2-4-1】適用プロセスの見極めと市場調査

中規模オゾン発生装置に適した市場の調査を行い、鶏舎に的を絞った。鶏舎の規模は鈴鹿市内で約30社あり1鶏舎あたり約5万羽を飼育している。三重県下だけでも相当数の鶏舎があり殺菌・脱臭等の要望もある。アドバイザーでもある鈴鹿ポーターリー殿に協力頂き現地調査を行った。

### 【2-4-2】オゾン適用基礎検証

#### 【2-4-2-1】オゾン水による微生物の不活化効果

平成26年度には、大腸菌、黄色ブドウ球菌を指標に、オゾン水による微生物の不活化効果の実験方法を確立し、他機関・論文等のデータと不活化効果に相違がない事を確かめた。随時微生物種を拡大し、平成28年度末までに細菌5種、真菌2種、ウイルス2種の不活化効果を確認した。

1ppmのオゾン水であれば、 $10^5$ 個/mLの微生物を1分以内に殺滅することが確認できた。芽胞形成枯草菌のように消毒薬に耐性をもつ微生物を1分間以内に殺滅するためには、10ppm程度のオゾン水が必要となることを確認した。

#### 【2-4-2-2】オゾン水と次亜塩素酸ナトリウムの殺菌効果比較

グラム陽性菌として黄色ブドウ球菌を、グラム陰性菌として大腸菌を用いて、消毒薬として汎用されている次亜塩素酸ナトリウム水溶液とオゾン水の殺菌効果を検討した。

0.3ppmオゾン水では次亜塩素酸ナトリウム水溶液よりも、CT値において、大腸菌で約3倍、黄色ブドウ球菌で約6.7倍の高い殺菌効果を示した。低濃度時の殺菌能において、オゾン水は有用であることが示唆された。

#### 【2-4-2-3】オゾン水による実証試験用パン酵母(真菌)の殺菌効果

オゾン水による微生物の不活化効果に使用した微生物については、病原性がある為に使用できる環境が限られている。研究エリア外の一般環境では用いる事が出来ないため、実証試験には使用出来ない。そこで、一般環境でも使用可能なパン酵母(真菌)と病原性真菌であるカンジダのオゾン水の不活化効果を比較した。殺菌効果に相関があれば、パン酵母(真菌)を使用することで実機により作製したオゾンの病原性微生物への殺菌効果を予測できる。

オゾン水 1ppm において、パン酵母(真菌)と病原性真菌であるカンジダの殺菌効果に違いはなかった。これにより、一般環境での殺菌効果の検討にパン酵母を使用する事で、病原性微生物への効果を予測する事が可能となった。

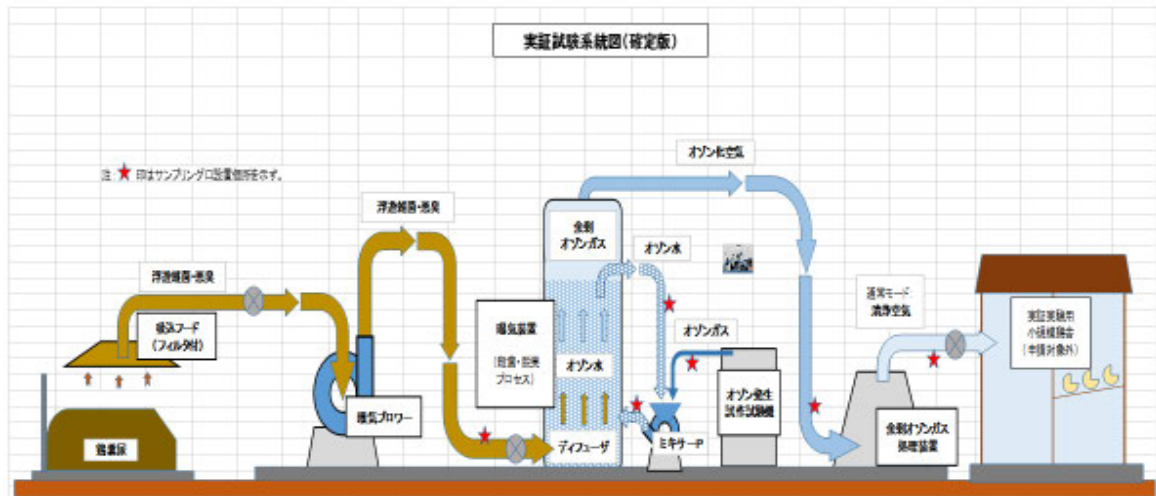
#### 【2-4-2-4】実機作製オゾン水と市販オゾン水作製装置による殺菌効果の比較

グラム陽性菌として黄色ブドウ球菌を、グラム陰性菌として大腸菌を用いて、オゾンの殺菌効果の比較を行った。10<sup>6</sup>個/mLの菌に対して、オゾン水濃度 1ppm で試験したところ、試作機と市販品で差は見られなかった。試作機で作製されたオゾンの殺菌性に問題はなかった。

#### 【2-4-3】実証装置による実証モデル試験と評価

三重工熱株式会社では、平成28年度にオゾン曝気装置を導入・設置した。アドバイザーである鈴鹿ポーターに協力頂き、このオゾン曝気装置を小規模の鶏舎に適用し、開発したオゾン発生装置による殺菌・脱臭の効果を鈴鹿医療科学大学、三重工熱株式会社、鈴鹿工業高等専門学校で実証試験し評価した。

## 実証実験用装置（概要）



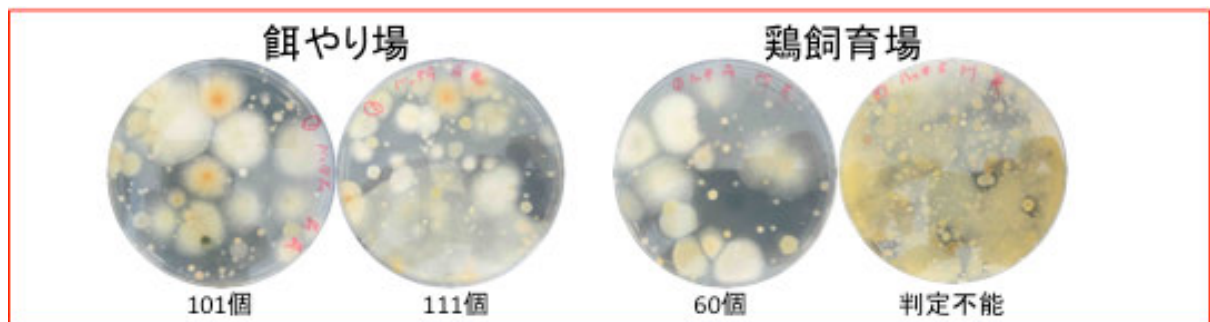
## 実証実験用装置（曝気装置）



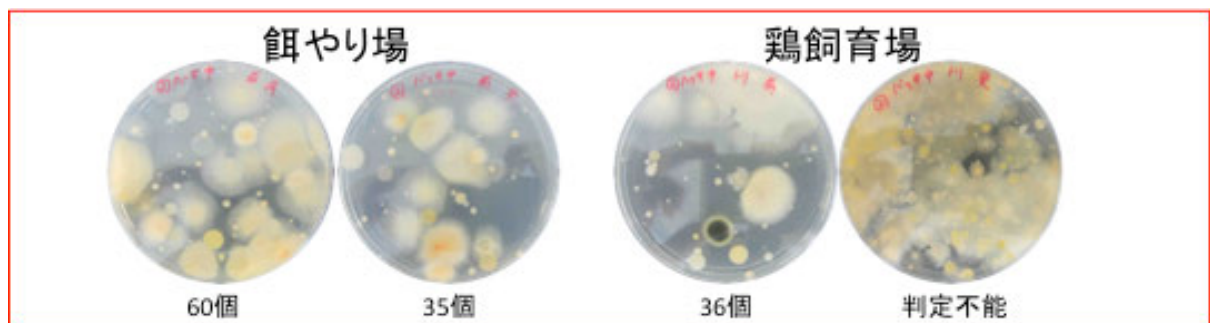
### 【2-4-3-1】設置環境上の雑菌処理効果の確認

試運転調整完了後、鶏がいない状態で、「鶏舎内の設置環境上の雑菌を含む空気」と20分間の余剰オゾンガス20分間暴露時と引き続き10分間の落下細菌数を測定した。「鶏舎内をオゾン処理中・直後の空気」をサンプリング・培養して、オゾンの効果を検証した。落下細菌の補修時間は30分とした。また、餌やり場と鶏飼育場のそれぞれ2箇所をサンプリングした。

#### (1) 鶏舎内の設置環境上の雑菌を含む空気



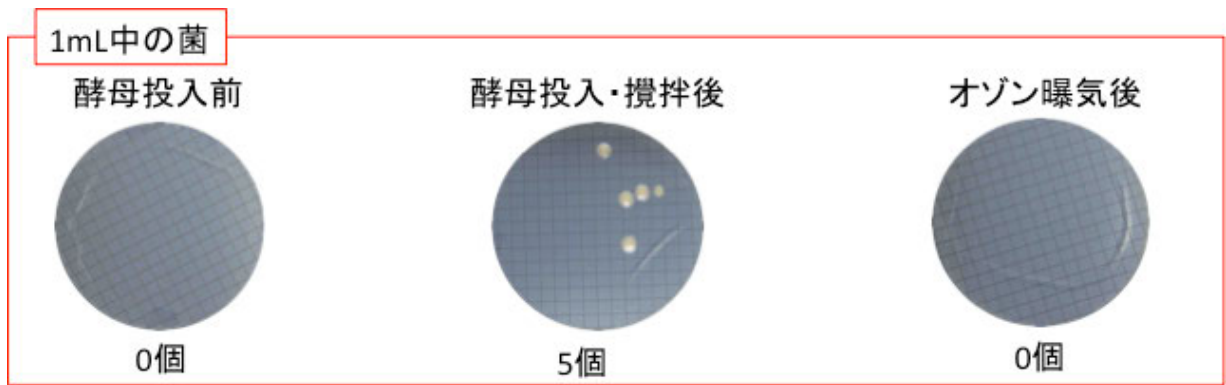
#### (2) 鶏舎内をオゾン処理した中・直後の空気



オゾン処理前後で、落下細菌数が半分程度に減少し、鶏小屋への余剰オゾンガスの暴露は落下細菌を減少させる事が示唆された。

また、一般環境でも使用できるパン酵母(真菌)を用いて、曝気槽での殺菌効果を検証した。なお、時間短縮・経費圧縮のため、雑菌としては種類を限定せず、生活環境上の雑菌一般を一纏めにしたもので評価した。

パン酵母投入前、曝気槽攪拌後、オゾン曝気後の3回サンプリングし、その1 mLをフィルター集菌して3日間培養した。



酵母投入前には0個/1mLであった菌は、投入後5個/1mLとなった。曝気槽には約2000Lの水道水を貯水していたので、オゾン曝気直前に $10^7$ 個/2000Lのパン酵母が存在した事になる。オゾン曝気後は、0個/1mLとなり、100%の殺菌効果を示した。

#### 【2-4-3-2】鶏糞の雑菌処理効果の確認

鶏がない状態で、鶏糞だけを曝気槽に配置し馴染ませた後、「曝気槽内の雑菌を含む空気」とそれを「曝気槽でオゾン処理をした後の空気」をサンプリング・培養して、オゾンの効果を検証した。空気サンプリング箇所から1分間のエアを吹き付けた結果を比較した。



曝気槽前の空気には、多数の雑菌が含有されていた。オゾン処理後の空気は、寒天培地上に1個の菌しか確認されなかった。曝気槽を通過しオゾン処理されることにより、菌数が大幅に減少し、曝気槽を通過しオゾン処理された空気はクリーンになっていることが示唆された。処理後の空気をサンプリングした寒天培地上に1個の菌を認めたが、クリーンルームでの検討で無いことから落下細菌だと推察する。このことから、曝気槽でオゾン処理をした後の空気は菌をほとんど含有していないと考えた。



### ○複数年の研究開発成果

養鶏、養豚場などの農業施設や、病院、高齢者介護施設からはウイルス、細菌などを簡単に殺菌するコンパクトな高効率オゾン発生装置のニーズがあり、また、上下水道等の水の浄化処理に使用される大規模オゾン発生装置のメーカーやユーザーからは、鉛フリーで環境に優しく、オゾン発生能力が高いオゾン発生管の開発が求められている。更に、いずれの用途においても、製品のコストダウン及び維持管理費の低減も重要な要求項目である。

これらを踏まえ本研究開発を行い、中規模領域のオゾン発生装置を開発し、ウイルス・細菌類に効果がある事を実証する事ができた。また、従来比2倍のオゾン発生能力があり、コンパクト化・低コスト化に繋がった。

### ○研究開発後の課題・事業化展開

本研究開発により中規模オゾン発生装置を試作しウイルス・細菌類への効果は実証できたが継続的な実証実験には至っていない。今後、鶏舎での活用において、鶏に対する影響（ストレスによる産卵への影響）などを検証する必要がある。当面は鶏舎に特化した実証実験を続けて行くが、他業種への展開を見据えながら実証実験を行い、医療分野、食品分野等へと拡大する。

以上